



HAL
open science

Impact de la structure β sur le comportement mécanique de l'alliage de titane β -métastable Ti-10V-2Fe-3Al

Tiphaine Giroud

► To cite this version:

Tiphaine Giroud. Impact de la structure β sur le comportement mécanique de l'alliage de titane β -métastable Ti-10V-2Fe-3Al. Autre. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2024. Français. NNT : 2024ESMA0003 . tel-04538295

HAL Id: tel-04538295

<https://theses.hal.science/tel-04538295v1>

Submitted on 9 Apr 2024

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.

THÈSE

Pour l'obtention du Grade de
**DOCTEUR DE L'ÉCOLE NATIONALE SUPÉRIEURE DE MÉCANIQUE ET
D'AÉROTECHNIQUE**

(Diplôme national – Arrêté du 25 mai 2016 modifié par l'arrêté du 26 août 2022)

École Doctorale n°651 :
MIMME Mathématiques, Informatique, Matériaux, Mécanique, Energétique

Secteur de recherche :
Mécanique des Solides, des Matériaux, des Structures et des Surfaces

Présentée par :

Tiphaine GIROUD

**Impact de la structure β sur le comportement mécanique
de l'alliage de titane β -métastable Ti-10V-2Fe-3Al**

Directeurs de thèse :
Samuel HEMERY & Patrick VILLECHAISE

**Soutenue le 13 mars 2024
devant la commission d'examen**

JURY

Rapporteurs :

Moukrane DEHMAS, Professeur des Universités, CIRIMAT, ENSIACET, Toulouse

Clément KELLER, Professeur des Universités, LGP, UTTOP, Tarbes

Membres du jury :

Nicolas SAINTIER, Professeur des Universités, I2M, ENSAM, Bordeaux

Nathalie GEY, Chargée de recherches HDR, LEM3, UL, Metz

Christian DUMONT, Adjoint Scientifique - Direction Technique, Aubert&Duval, Clermont-Ferrand

Samuel HEMERY, Maître de conférences HDR, Institut PPrime, ENSMA, Poitiers

Patrick VILLECHAISE, Directeur de recherches, Institut PPrime, ENSMA, Poitiers

Remerciements

Je tiens à remercier chaleureusement toutes les personnes qui m'ont accompagnée durant ces trois années de thèse.

Mes remerciements vont en premier lieu aux membres du jury et plus particulièrement à Moukrane Dehmas et Clément Keller qui m'ont fait l'honneur d'être les rapporteurs de mon manuscrit. Je remercie également tout particulièrement Nicolas Saintier de sa participation et d'avoir accepté d'assumer la charge de président de jury. Enfin, je tiens à remercier Nathalie Gey et Christian Dumont d'avoir également participé à ce jury.

Ce travail de thèse a été réalisé dans le cadre du consortium CONTINUUM dont je remercie tous les contributeurs que ce soit pour sa mise place ou pour les échanges très riches lors des réunions d'avancement.

Je tiens à remercier les autres doctorants du consortium Ioannis Skordilis et Matheus Brozovic Gariglio pour leur bonne humeur et l'ouverture d'esprit qu'ils m'ont apportée. Matheus, je garde de très bons souvenirs de notre petite virée sur Hollywood Boulevard lors de la conférence TMS avec Guillaume Burlot et Joel Bouin. Merci à Nathalie Bozzolo et Daniel Pino Munoz du CEMEF, ainsi qu'à Frédéric Prima de Chimie Paris pour leurs conseils, les discussions techniques et leur bienveillance.

Je remercie Jérôme Delfosse pour l'organisation des journées du consortium, ainsi que pour sa présence lors de ma soutenance, sa bonne humeur et ses conseils tout au long de ma thèse. Je remercie également ses collègues de Safran Tech Chi Toan Nguyen et Michael Piellard pour les échanges lors de ces journées. Je remercie Yvon Millet pour la visite de TIMET Savoie, son accueil chaleureux, ainsi que les échanges techniques très enrichissants et son implication dans le suivi de ma thèse.

Merci à Christian Dumont, Gautier Masbou, Michel Saby et Etienne Archaud d'Aubert et Duval pour la visite du site des Ancizes, les moments de partage et l'accueil chaleureux lors de ma prise de poste après la thèse. Je tiens à remercier tout particulièrement Christian pour les différentes formations dispensées lors de ma thèse, ainsi que pour ses questions toujours pertinentes. Je remercie également Benjamin Dod pour la visite d'Airbus et pour les discussions que nous avons eues.

Ma thèse s'est déroulée au sein de l'Institut PPrime, où j'ai eu le plaisir d'évoluer au contact de personnes que je souhaite également remercier chaleureusement. Mes premières pensées vont à Samuel Hémery et Patrick Villechaise qui ont encadré mes travaux. Patrick, merci pour tes conseils avisés, ta bienveillance et ta disponibilité malgré ton emploi du temps chargé. Samuel, merci d'avoir toujours été présent pour répondre à mes questions et pour tes précieux conseils quand je venais te voir dans ton bureau. Merci pour votre soutien et votre rigueur scientifique qui m'ont permis de réaliser ce travail de thèse. J'espère avoir encore l'occasion de travailler avec vous dans les prochaines années car vous êtes pour moi des modèles de sérieux et de qualité scientifique.

Je tiens également à remercier l'ensemble des personnes qui m'ont apporté leur aide pour la réalisation de ces travaux de thèse : David Mellier pour la réalisation des tomographies des RX, Florence Hammon pour les différentes formations aux essais de traction et aux MEB-FEG, ainsi que pour tes remarques toujours avisées et les échanges plus informels, Médéric Morisset pour ton soutien pour les traitements thermiques et la préparation des échantillons, Amélie Caradec pour tes conseils liés à l'utilisation de l'Alicona et du MEB, Mickael Gruegun pour l'accès au calculateur, Azdin Nait-Ali pour tes conseils et ton aide pour le dépouillement des tomographies et Jacques Lefort, Laurent Jouvanneau et Loïc Magnien pour l'usinage de l'ensemble des éprouvettes réalisées lors de ma thèse.

Des remerciements tout aussi chaleureux vont à Karine Lombard et Valérie Picquet du secrétariat qui m'ont également aidée durant ces années et tout particulièrement pour leur gentillesse. Je remercie tout particulièrement Francine Bayle pour son aide pour les déplacements, ainsi que pour les discussions et son soutien tout au long de ma thèse. Francine, j'ai vraiment apprécié les moments passés ensemble, surtout ne change rien ! Tu es une belle personne.

Je remercie également Jonathan, Guillaume, Florent, Damien, Gilbert, Yves, Carole pour les échanges informels au moment des pauses café et des activités d'équipe.

Je remercie Thibault Poulain d'Aubert & Duval qui a été mon maître de stage de fin d'école d'ingénieur et Geneviève Chadeyron de SIGMA Clermont qui m'a dispensée la formation sur les aciers. C'est grâce à vous que j'ai découvert la métallurgie qui me passionne.

Ces années n'auraient pas été si plaisantes sans les autres doctorants de PPrime que j'ai eu la chance de rencontrer. Je remercie l'ensemble des « vieux » pour leur accueil chaleureux lors de mon arrivée en thèse, ainsi que pour leurs conseils concernant les « bonnes pratiques » au laboratoire : Sarah, Colline, Samuel L., Cyril, Paul, Lucille, Luciana, Marco...

Je tiens à remercier également ceux arrivés en même temps que moi : Julie, Florent, Maxine, Guillaume, ... pour les très bons moments passés ensemble. Je remercie aussi ceux qui sont arrivés après en espérant qu'ils ont apprécié notre accueil : Fabio, Manu, Benoit, Thomas, Antonio, Lauranne, Romain C., Florian, Mitia, Abdou, Lucas, ... sans oublier les post-doctorants : Matthieu et Jean-Baptiste. Je remercie le B01 pour les très bons moments passés ensemble, les discussions, les apéros post-covid, les petits déjeuners, les fous rires... : Adèle, Satoshi, Natan, Nicolas, Guigui, Marjolaine, Théotime, Salva, Rémy ...

Je tiens à remercier spécifiquement : Vincent et Mathieu pour les cafés très tôt le matin avant que le laboratoire s'éveille. Merci également à Mathieu pour tout. Je t'attends pour manger une truffade à ton retour des USA. Merci à Florian pour ses cocktails en soirée et son humour. Merci à mes deux mectons Jérémy et Coco, vous m'avez régaler. J'ai un regret ne pas avoir eu assez de temps avec vous les filles, Anaïs et Louane, vous êtes génial, restez comme vous êtes ! Merci à Samuel L. pour sa bonne humeur et son enthousiasme qui donne le sourire. Merci à Romain pour les discussions toujours très enrichissantes et pour tes conseils sur les superalliages en fabrication additive. Et je finirais par Julien et Mélanie mes deux soutiens, confidents, amis. Merci Julien pour ta bonne humeur permanente et ton dynamisme. Je suis très heureuse d'avoir été en stage puis en thèse avec toi ! Ce n'est plus pareil sans tes nombreuses anecdotes et nos discussions du vendredi soir qui perturbaient Rémy... Merci Mélanie pour nos soirées filles et les discussions plus ou moins sérieuses. Merci également d'être toujours présente. Merci pour ton soutien et tes conseils, on a grandi en thèse ensemble. Tu es une très belle personne surtout ne change rien ! Je vous aime fort tous les deux.

Je remercie également mes amies d'avant la thèse : Marine, Céline, Nelly et Blandine sur qui j'ai toujours pu compter.

Je tiens à remercier très chaleureusement François que j'ai rencontré lors de ma deuxième semaine de thèse et avec qui j'ai eu un vrai coup de cœur. Merci d'avoir toujours le petit mot pour me faire sourire en toutes circonstances. Merci d'être toujours là pour moi. Je t'aime.

Je voudrais finir ces remerciements par ma famille qui compte énormément pour moi. Merci à mon petit frère, Corentin, pour tous les moments de complicité passés ensemble. Merci à mes grands-parents d'être toujours présents pour moi et pour les nombreuses petites attentions. Merci à mes parents, c'est grâce à vous que j'en suis arrivée là. Merci de m'avoir toujours soutenue et d'avoir été à mon écoute.

« Confronté à la roche, le ruisseau l'emporte toujours, non pas par la force, mais par la persévérance »

Confucius

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE	5
CHAPITRE 1. ETAT DE L'ART.....	11
1.1. Introduction.....	13
1.2. Généralités sur les alliages de titane	13
1.2.1. Les alliages de Ti.....	13
1.2.2. Les alliages de titanes β -métastable	16
1.3. Traitements thermomécaniques et microstructure	17
1.3.1. Mise en forme des alliages β -métastable.....	17
1.3.2. Traitements thermiques des alliages β -métastable	19
1.4. Microstructure et propriétés mécaniques en traction monotone	21
1.4.1. Taille des grains β	21
1.4.2. Microstructure nodulaire	21
1.4.3. Précipitation de la phase α_s	22
1.4.4. Liserés de phase α_{GB}	23
1.4.5. Synthèse	23
1.5. Comportement élastique et plastique des phases α et β	24
1.5.1. Cristallographie des phases α et β	24
1.5.1.1. <i>Relations d'orientations de Burgers</i>	24
1.5.2. Déformation de la phase α	27
1.5.2.1. <i>Déformation élastique</i>	27
1.5.2.2. <i>Déformation plastique</i>	28
A. Les systèmes de glissement	28
B. Le maillage	31
1.5.3. Déformation de la phase β	32
1.5.3.1. <i>Déformation élastique</i>	32
1.5.3.2. <i>Déformation plastique</i>	34
A. Les systèmes de glissement	35
B. Le maillage	35
C. La transformation de phase induite sous contraintes	36
1.5.4. Synthèse	36
1.6. Mécanismes de déformation et d'endommagement en traction.....	37
1.6.1. Déformation dans le domaine élastique	37
1.6.2. Déformation dans le domaine plastique	37
1.6.2.1. <i>Activation de la plasticité</i>	37
1.6.2.2. <i>Transmission de la plasticité</i>	39
1.6.3. Déformation associée à la présence de phase α_{GB}	41
1.6.4. Mécanismes d'endommagement	42
1.6.5. Synthèse	44
1.7. Origines de l'anisotropie de propriétés mécaniques en traction	45
1.7.1. Textures morphologiques.....	45
1.7.2. Textures cristallographiques.....	47
1.7.2.1. <i>Textures cristallographiques de la phase α</i>	47
1.7.2.2. <i>Texture cristallographique de la phase β</i>	51
1.7.3. Synthèse	52
1.8. Propriétés en traction et leur variabilité en relation avec les dimensions des éprouvettes	53
1.8.1. Dimensions des éprouvettes et résistance mécanique	53
1.8.2. Dimensions des éprouvettes et allongement à rupture	56
1.8.3. Synthèse	58
1.9. Conclusion.....	59
CHAPITRE 2. MATERIAUX D'ETUDE ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES	61

2.1. Introduction.....	63
2.2. Matériaux étudiés.....	63
2.2.1. Billettes de diamètre 280 et 125 mm fournies par Timet Savoie.....	63
2.2.1.1. <i>Mise en solution</i>	65
2.2.1.2. <i>Vieillessement</i>	66
2.2.2. Matériau fourni par Aubert & Duval.....	67
2.4. Techniques expérimentales.....	68
2.4.1. Prélèvement des échantillons.....	68
2.4.1.1. <i>Billettes de diamètre 280 et 125 mm fournies par Timet</i>	68
2.4.1.2. <i>Tige coulissante fournie par Aubert & Duval</i>	70
2.4.2. Caractérisation des propriétés mécaniques macroscopiques.....	71
2.4.2.1. <i>Quantification des propriétés mécaniques en traction</i>	71
2.4.2.2. <i>Variabilité des propriétés en traction en relation avec le volume sollicité</i>	72
2.4.3. Etude des mécanismes de déformation et d'endommagement.....	73
2.4.3.1. <i>Préparation des éprouvettes pour la corrélation d'images</i>	73
2.4.3.2. <i>Sollicitations mécaniques pour la corrélation d'images</i>	73
2.4.3.3. <i>Acquisition de micrographies pour la corrélation d'images</i>	75
2.4.4. Analyses tomographiques par absorption de rayons X.....	78
2.4.5. Imagerie en microscopie électronique à balayage.....	79
2.4.6. Reconstruction 3D de surfaces par microscope optique.....	79
2.4.7. Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD).....	80
2.5. Conclusion.....	81

CHAPITRE 3. RELATION ENTRE LES CARACTERISTIQUES MICROSTRUCTURALES ET L'ANISOTROPIE DU COMPORTEMENT MECANIQUE EN TRACTION DU TI-10V-2FE-3AL.83

3.1. Introduction.....	85
3.2. Caractérisation microstructurale des matériaux étudiés.....	85
3.2.1. Billettes de diamètre 280 et 125 mm fournies par Timet.....	85
3.2.1.1. <i>A l'échelle des grains β</i>	86
3.2.1.2. <i>Microstructure interne au grain β</i>	88
3.2.1.3. <i>Synthèse</i>	93
3.2.2. Matière fournie par Aubert & Duval.....	94
3.2.2.1. <i>A l'échelle des grains β</i>	94
3.2.2.2. <i>Microstructure interne au grain β</i>	96
3.2.2.3. <i>Synthèse</i>	98
3.3. Anisotropie et variabilité des propriétés en traction.....	99
3.3.1. Relations entre les propriétés en traction et les textures morphologique et cristallographique de la phase β	99
3.3.1.1. <i>Comportement mécanique macroscopique</i>	99
A. Le module d'Young.....	101
B. La limite d'élasticité et la résistance mécanique.....	101
C. Allongement uniformément réparti.....	103
D. Allongement à rupture.....	103
E. Synthèse.....	104
3.3.1.2. <i>Sensibilité des propriétés mécaniques à la microstructure</i>	105
A. Evaluation de l'effet de la texture cristallographique de la phase β	105
B. Evaluation de l'effet de la texture morphologique des grains β	107
C. Influence de l'anisotropie microstructurale sur les propriétés mécaniques.....	109
D. Impact des hétérogénéités locales de caractéristiques des grains β sur la dispersion des propriétés mécaniques.....	112
E. Synthèse.....	114
3.3.2. Volume sollicité et propriétés mécaniques.....	115
3.4. Conclusion.....	118

CHAPITRE 4. RELATIONS ENTRE LA MICROSTRUCTURE ET LES MECANISMES DE DEFORMATION ET D'ENDOMMAGEMENT.....119

4.1. Introduction.....	121
4.2. Répartition de la déformation	121
4.2.1. Rôle de l'orientation cristallographique des grains β	121
4.2.2. Orientation morphologique des grains β	128
4.2.3. Relation entre la localisation de la déformation et l'allongement à rupture	132
4.3. Etude des mécanismes d'endommagement	135
4.3.1. Transition entre la déformation et l'endommagement.....	135
4.3.2. Mécanisme de la formation des « facettes ».....	137
4.3.2.1. <i>Analyse des faciès de rupture</i>	137
4.3.2.2. <i>Identification du mécanisme responsable de la formation des « facettes »</i>	139
4.3.2.3. <i>Éléments microstructuraux favorisant la formation de « facettes »</i>	142
4.3.2.4. <i>Synthèse</i>	145
4.3.3. Mécanisme d'endommagement entraînant la formation de « plots ».....	146
4.3.3.1. <i>Éléments microstructuraux responsables de la formation de « plots »</i>	146
4.3.3.2. <i>Déformation plastique préliminaire à la formation des fissures</i>	148
4.3.3.3. <i>Répartition de la déformation et formation des « plots »</i>	153
4.3.3.4. <i>Effet de la phase α sur la répartition de la déformation et les mécanismes d'endommagement</i>	154
A. <i>Mise en solution des nodules α_p</i>	154
B. <i>Répartition de la déformation en lien avec la microstructure</i>	157
4.3.3.5. <i>Synthèse</i>	160
4.3.4. Endommagement en l'absence de grains β orientés [110]	161
4.4. Synthèse générale	164
4.5. Conclusion	165

CHAPITRE 5. RELATION ENTRE LES DIMENSIONS DES EPROUVETTES ET LE COMPORTEMENT MECANIQUE167

5.1. Introduction.....	169
5.2. Comparaison des mécanismes d'endommagement entre les micro-éprouvettes et les éprouvettes conventionnelles.....	169
5.2.1. Comparaison des propriétés mécaniques entre les micro-éprouvettes et les éprouvettes conventionnelles.....	169
5.2.2. Etude des faciès de rupture.....	170
5.2.3. Etude des mécanismes d'endommagement.....	173
5.2.3.1. <i>Etude des « facettes »</i>	176
5.2.3.2. <i>Etude des « plots »</i>	178
5.2.3.3. <i>Endommagement hors des « plots » et des « facettes »</i>	180
5.2.3.4. <i>Synthèse</i>	183
5.2.4. Compétition entre les différents mécanismes d'endommagement	184
5.2.4.1. <i>Compétition dans la propagation de l'endommagement</i>	184
5.2.4.2. <i>Compétition entre les mécanismes d'endommagement et anisotropie de propriétés mécaniques</i>	186
5.2.4.3. <i>Compétition entre les mécanismes d'endommagement et réduction de la taille des grains β</i>	188
5.2.4.4. <i>Synthèse</i>	191
5.3. Vers des éprouvettes de dimensions plus proches des pièces de service.....	192
5.3.1. Géométrie des éprouvettes et propriétés mécaniques.....	192
5.3.2. Zone de prélèvement et propriétés mécaniques.....	194
5.3.3. Augmentation de la limite d'élasticité et de l'allongement à rupture en relation avec l'augmentation du volume sollicité	195
5.3.3.1. <i>Répartition de la déformation en fonction du volume sollicité</i>	195
5.3.3.2. <i>Mécanismes d'endommagement en fonction du volume sollicité</i>	198
5.3.3.3. <i>Synthèse</i>	199

5.3.4. Augmentation des dimensions des éprouvettes et diminution de l'allongement à rupture.	200
5.3.4.1. <i>Comparaison des faciès de rupture des éprouvettes cylindriques</i>	200
5.3.4.2. <i>Volume sollicité et probabilité d'endommagement des grains β</i>	204
5.3.4.3. <i>Synthèse</i>	207
5.4. Conclusion	208
CONCLUSIONS GENERALES ET PERSPECTIVES	209
ANNEXES	215
Annexe 1.....	217
Annexe 2.....	218
Annexe 3.....	219
Annexe 4.....	221
Annexe 5.....	223
REFERENCES	225

Introduction générale

Introduction générale

Les enjeux écologiques sont aujourd'hui au centre de multiples préoccupations tant sociétales qu'économiques, industrielles et académiques. La stratégie nationale de transition écologique définit quatre enjeux majeurs : le changement climatique, la raréfaction des ressources, la multiplication des risques sanitaires environnementaux et la perte accélérée de la biodiversité. Dans une optique de réduction de l'impact environnemental de l'aéronautique, les acteurs industriels se sont fixés des objectifs afin de décarboner l'aviation. Ils cherchent notamment à diminuer la consommation de carburant en réduisant la masse des composants des avions par la conception de nouvelles architectures ou l'utilisation de nouveaux matériaux. De plus, ils veulent améliorer les performances des moteurs en augmentant leur température de fonctionnement. L'utilisation de carburants durables et de technologies hybrides et électriques est également en voie de développement.

Dans cette optique, les acteurs industriels sont amenés à développer et utiliser de nouvelles gammes de matériaux, telles que les alliages de titane ou les composites. Les alliages de titane constituent un bon compromis avec des densités plus faibles que les aciers tout en présentant une résistance élevée, une bonne tenue à la corrosion, une large plage de températures de service et une bonne soudabilité. La demande en titane a connu une croissance d'environ 9,7 % entre 2015 et 2019 grâce notamment au secteur aéronautique [Louvigné, 2021]. En 2019, l'aéronautique représentait environ 45 % du marché [Louvigné, 2021]. En effet, la quantité d'alliages de titane dans les structures et les moteurs des nouvelles générations d'avions civiles a fortement augmenté en lien avec la production du Boeing 787 et de l'Airbus 350 [Peters, 2003]. Ces nouvelles générations d'avions utilisent une plus grande quantité de pièces en alliages de titane, 15 % à 18 % du poids total, notamment en raison de la bonne compatibilité du titane avec les nouvelles structures composites renforcées à fibre de carbone. Cependant, les crises provoquées par la pandémie de Covid-2019 et la guerre en Ukraine viennent perturber la consommation et l'importation de titane. En effet, le groupe VSMPO-Avisma est le numéro un mondial des fournisseurs de titane et détient 25 à 30% du marché mondial [VSMPO-Avisma, 2022]. L'introduction des alliages de titane pourrait être donc freinée voire menacée à l'avenir.

Les alliages de titane sont généralement utilisés dans les moteurs d'avions ou les pièces de structure nécessitant une bonne résistance mécanique et une ténacité élevée, tels que les trains d'atterrissage. Les alliages de titane β -métastable constituent des candidats de choix de par leur résistance spécifique élevée. Cependant, ils présentent une forte sensibilité microstructurale aux traitements thermomécaniques [Jones, 2008]. Cela peut entraîner une variabilité importante de leurs propriétés mécaniques. La compréhension du comportement mécanique de ces alliages constitue donc un enjeu majeur pour les acteurs industriels. Le consortium « CONTINUUM » regroupe les différents acteurs industriels du secteur aéronautique, Aubert & Duval, Timet, Safran Tech et Airbus, ainsi que les acteurs académiques l'Institut Pprime (ISAE-ENSMA), le CEMEF (Mines Paris Tech) et l'IRCP (Chimie Paris Tech). Il a été créé pour répondre notamment à cette problématique. Le programme de recherches associé s'inscrit sur une période de 6 ans. Il a pour but d'améliorer la compréhension des mécanismes de mises en forme et d'endommagement des alliages de titane. Deux alliages de titane sont étudiés dans ce programme, l'alliage $\alpha+\beta$ Ti-6Al-4V et l'alliage β -métastable Ti-10V-2Fe-3Al, qui est au cœur de ce travail. Dans la suite de ce manuscrit, il sera appelé Ti-1023.

L'influence de la microstructure interne aux grains β sur les propriétés mécaniques des alliages β -métastable a largement été étudiée. La microstructure bimodale présente le meilleur compromis entre la résistance mécanique et la ductilité pour les alliages β -métastable à haute résistance. Ces alliages présentent une fraction de phase β retenue à l'ambiante qui est supérieure à celle typiquement présente pour les alliages $\alpha+\beta$ conventionnels. Cependant, cette phase semble avoir un rôle non négligeable dans l'anisotropie des propriétés mécaniques, notamment du fait de sa structure cristalline et morphologique [Helstroffer, 2018] [Duval, 2013] [Lutjering, 2007]. Ce point va faire l'objet de la première partie de ce travail de thèse.

En amont de cette thèse, un stage a été réalisé par Mostafa EL KET à l'Institut Pprime en collaboration avec Aubert & Duval. Une partie de ce stage s'est focalisée sur l'influence des dimensions des éprouvettes sur les propriétés mécaniques en traction de l'alliage Ti-1023. Des éprouvettes cylindriques de différentes dimensions ont été sollicitées en traction. Il a été montré une variation des propriétés mécaniques en fonction des dimensions des éprouvettes. Ces résultats posent notamment des questions sur la représentativité des essais en laboratoire par rapport aux pièces de structures. En effet, les éprouvettes utilisées en laboratoire présentent des dimensions qui limitent le nombre de grains β , de taille millimétrique, dans la partie utile. Ce point va constituer la seconde partie de ce travail de thèse. Les données de ces essais et les éprouvettes rompues ont été réutilisées dans le cadre de cette thèse afin d'analyser l'influence du volume sollicité sur les propriétés mécaniques en traction et la représentativité des résultats.

Dans un premier temps, le chapitre 1 introduit le contexte de cette étude, l'état de l'art et les notions nécessaires à la compréhension de ce manuscrit. Il présente les alliages de titane β -métastable d'un point de vue microstructurale en mettant en relation l'influence des traitements thermiques et les propriétés mécaniques. Une étude spécifique concernant les textures morphologiques et cristallographiques dans ces alliages a également été réalisée. De plus, ce chapitre permet de raffiner le sujet en identifiant les problématiques et les manques de compréhension concernant l'anisotropie et la variabilité des propriétés mécaniques en lien avec les mécanismes de déformation et d'endommagement, ainsi que l'influence du volume sollicité dans ces alliages.

Le chapitre 2 présente les matériaux utilisés, ainsi que les traitements thermiques et les prélèvements réalisés. Des essais de traction monotone ont été effectués pour différentes directions de prélèvement et dimensions d'éprouvettes afin de comprendre leur influence sur les propriétés mécaniques. Des études spécifiques ont également été réalisées afin de suivre la répartition de la déformation et l'endommagement dans les éprouvettes au travers d'analyses EBSD, d'essais in-situ sous microscope optique, d'observations au microscope électronique à balayage, de reconstructions 3D au microscope optique, ainsi que de la tomographie des rayons X. Ces différentes techniques expérimentales sont détaillées dans ce chapitre.

Le chapitre 3 est dédié à la caractérisation mécanique et microstructurale des différents matériaux étudiés. Ils présentent une microstructure bimodale constituée de grains β de taille millimétrique. L'influence des grains β sur les propriétés mécaniques en traction du Ti-1023 a été analysée en variant les directions de prélèvement des éprouvettes. De plus, deux billettes ont été considérées avec des grains β de dimensions différentes. Ces essais combinés à la caractérisation microstructurale des grains β ont permis de réaliser une étude statistique afin de décorrélérer les effets des textures morphologiques et cristallographiques des grains β sur les propriétés mécaniques. L'influence du volume sollicité sur les propriétés en traction des alliages β -métastable a également été étudiée étant donné que peu de recherches ont été effectuées sur ce sujet.

Le chapitre 4 a pour but de comprendre les mécanismes de déformation et d'endommagement sous-jacents aux tendances mises en évidence au chapitre 3. Pour cela, l'influence de la microstructure à différentes échelles a été considérée avec un focus sur les orientations cristallographiques et morphologiques des grains β . Un suivi de la déformation in-situ combiné à des analyses EBSD ont permis de faire le lien entre ces caractéristiques des grains β et les valeurs d'allongement à rupture en relation avec la répartition de la déformation et le mécanisme d'endommagement activé.

Enfin, le chapitre 5 permet, quant à lui, de comprendre les tendances observées avec la variation des dimensions d'éprouvettes et mises en évidence au chapitre 3. Pour ce faire, des reconstructions 3D au microscope optique ont permis de comparer les faciès de rupture pour différentes tailles de grains β et d'identifier les mécanismes d'endommagement activés. Des essais réalisés ex-situ de tomographie des rayons X ont été utilisés afin de suivre l'endommagement des éprouvettes et d'étudier la compétition entre les différents mécanismes pour plusieurs dimensions de grains β . Une étude des faciès de rupture, ainsi que de la répartition de la déformation et des mécanismes d'endommagement pour différentes dimensions d'éprouvettes a également été réalisée.

Pour finir, une synthèse des résultats obtenus lors de ce travail de thèse est réalisée. Les perspectives industrielles et de recherches soulevées sont également explicitées.

Chapitre 1.

Etat de l'art

1.1. Introduction

Ce chapitre a pour but d'exposer les bases pour la compréhension du sujet et des notions utilisées afin de mieux appréhender les différents aspects abordés dans la suite du manuscrit. Dans un premier temps, des généralités sur les alliages de titane sont introduites. Les alliages de titane sont catégorisés en différentes familles qui ont des spécificités propres suivant leur composition chimique. L'alliage de titane étudié dans ce travail de thèse est le Ti-1023. Il fait partie de la famille des alliages de titane β -métastable qui présentent une forte sensibilité de leur microstructure aux traitements thermomécaniques, notamment du fait du caractère anisotrope de la phase β .

Ces alliages présentent une fraction élevée de phase β , qui a une influence sur leur microstructure. La maîtrise de ces microstructures, qui est un point essentiel pour l'optimisation des propriétés mécaniques, est détaillée dans un second temps. En effet, une des problématiques associées à cette classe d'alliages est d'assurer le meilleur compromis entre la résistance spécifique et la ductilité selon l'application visée. Une revue bibliographique plus spécifique des mécanismes de déformation et d'endommagement opérant dans les alliages β -métastable est également proposée.

Ces alliages présentent un intérêt pour les acteurs industriels. En effet, le Ti-1023 est employé dans les trains d'atterrissage ou les rotors d'hélicoptère afin de réduire leur poids tout en conservant les propriétés mécaniques souhaitées. Cependant, un frein à leur utilisation est leur anisotropie et la variabilité marquée des propriétés mécaniques. Ce point est détaillé dans une troisième partie avec pour objectif de comprendre leurs origines en relation avec les traitements thermomécaniques et la microstructure. Une autre cause possible de la variabilité des propriétés mécaniques est le volume sollicité lors des essais de traction. En effet, des questions se posent quant à la représentativité des essais conventionnels réalisés en laboratoire par rapport aux dimensions des éléments microstructuraux pour ces alliages. Ce point fait l'objet de la dernière partie de ce chapitre.

1.2. Généralités sur les alliages de titane

Depuis la découverte du titane en 1790 par le révérend William Gregor et son industrialisation en 1910 par le développement de son extraction à partir de minerais, le titane et les alliages de titane font l'objet de nombreuses recherches du fait de leur utilisation dans des secteurs industriels très variés. Ils sont notamment largement utilisés dans les secteurs aéronautique [Inagaki, 2014] et médical [Geetha, 2009] grâce à leur bonne résistance spécifique, ainsi que pour leur résistance à la corrosion élevée et leur biocompatibilité.

1.2.1. Les alliages de Ti

Deux phases sont présentes dans le titane pur, comme mis en évidence sur la Figure 1-1. La température de transition entre leur domaine de stabilité, nommée transus β , est de 882°C. Au-dessus de cette température, le titane possède une structure cubique centrée (CC), nommée β . Pour des températures inférieures au transus β , c'est la phase α qui est stable avec une structure hexagonale compacte (HC). Pour une température supérieure à 1660°C le titane se trouve à l'état liquide.

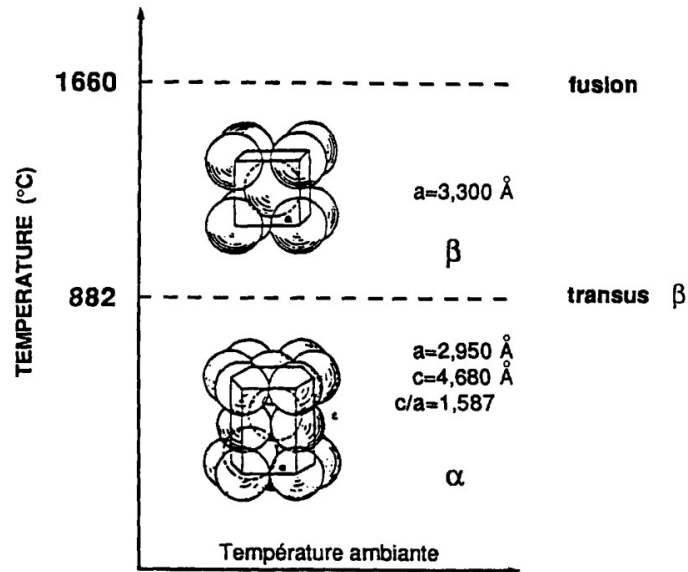


Figure 1-1 : Structure cristalline du titane pur en fonction de la température [Champin, 1982].

Des éléments d'alliages sont ajoutés afin de modifier la microstructure et les propriétés mécaniques. L'ajout de ces éléments affecte la stabilité des phases α et β et peut également participer à la formation de nouvelles phases, comme on peut le voir avec le Tableau 1-1.

Les éléments alphagènes (Al, O, N et C) stabilisent la phase α à plus haute température en augmentant la température du transus β .

Pour les éléments bétagènes, deux familles existent :

- Les éléments isomorphes, tels que le Mo, V, W, Nb et Ta, stabilisent la phase β à basse température en diminuant la température du transus β . Ils participent à étendre le domaine d'existence de la phase β ;
- Les éléments eutectoïdes, comme le Fe, Cr, Cu, Ni, Co, Mn et Si, favorisent la précipitation de composés définis. Ces éléments sont généralement plus denses que le titane.

Certains éléments sont qualifiés de neutres, tels que le Zr et le Sn, car ils ne modifient pas notablement la température du transus β . Cependant, ils peuvent participer au contrôle de la croissance des grains β lors des traitements thermomécaniques en favorisant leur recristallisation [Malek, 2013]. Ils permettent également d'accroître la stabilité de la phase β à température ambiante [Malek, 2013].

Tableau 1-1 : Influence des éléments d'alliages sur le diagramme de phases des alliages de titane [Aeby-Gauthier, 2006].

caractère	type de diagramme	insertion	substitution
ALPHAGENE		O ₂ , N ₂ , B, C	Al
BETAGENE	isomorphe		Mo, V Nb, Ta.
	eutectoïde	H ₂	Mn, Fe, Cr, Ni, Cu, W, Co, Ag, Au, Si.
NEUTRE			Sn, Zr, Hf, Ga.

L'ajout de ces éléments va permettre de former différentes familles d'alliages de titane, listées par fraction croissante de phase β à température ambiante [Boyer, 1996]. La répartition des alliages de titane suivant les différentes familles en fonction de leur composition chimique est présentée sur la Figure 1-2. La fraction relative des phases α et β dans la microstructure permet notamment de modifier les propriétés mécaniques. Les alliages de titane peuvent ainsi être employés pour des applications aux exigences très variées :

- Les alliages α et quasi- α , tels que le Ti-6242, le IMI834 et le IMI685 : ils ont de très bonnes résistances au fluage et à la corrosion, ce qui en fait des candidats de choix pour des applications à hautes températures. La fraction maximale de phase β dans ces alliages est de 10% ;
- Les alliages $\alpha + \beta$, tels que le TA6V et le Ti-6246 : ce sont les alliages de titane les plus employés. Ils sont composés d'une proportion de phase β allant de 5 à 20%. Ils présentent un bon compromis entre résistance mécanique et tenue en fluage. Ils peuvent être utilisés pour des applications allant jusqu'à des températures de l'ordre de 300°C ;
- Les alliages β : ces alliages possèdent une température de transus β relativement basse. Ils peuvent être séparés en deux catégories suivant leur composition en éléments bétagènes :
 - Les alliages β -stable, tels que le Ti-15333, dont la microstructure d'équilibre à température ambiante est composée de 100 % de phase β . Ces alliages possèdent une fraction très élevée d'éléments bétagènes. Leur microstructure est inchangée lors du refroidissement, et ne peut pas être modifiée par des traitements thermiques supplémentaires. Ils présentent donc peu d'intérêt pour des applications industrielles.
 - Les alliages β -métastable, tels que le Ti-5553, le Ti-1023 et le Ti-17, dont la proportion de phase β est partiellement stabilisée à température ambiante. Ces alliages présentent des fractions plus faibles en éléments bétagènes. La phase β peut donc se décomposer en d'autres phases plus stables lors de traitements thermiques ou d'une sollicitation mécanique. Ces phases permettent de modifier les propriétés mécaniques. Ce point va être détaillé dans la suite de ce chapitre. Les alliages β -métastable peuvent donc être employés dans des applications très variées [Kolli,2018].

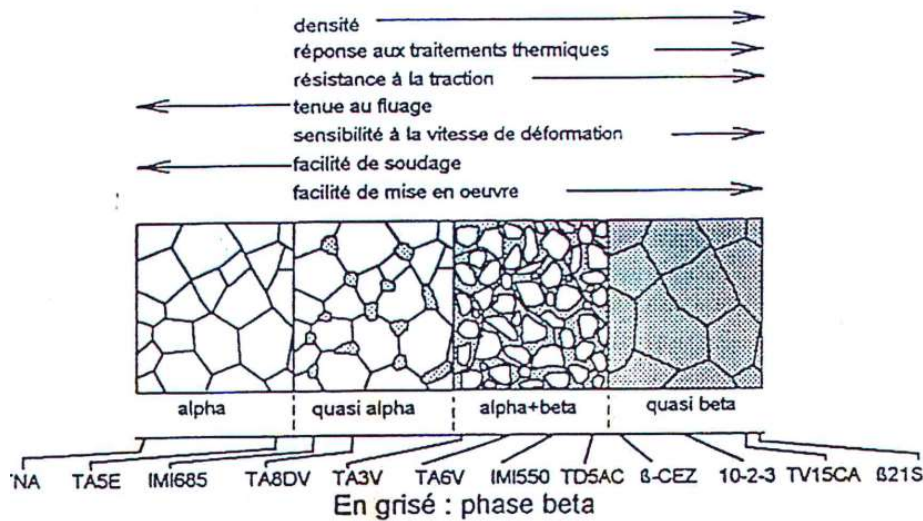


Figure 1-2: Propriétés et classes des alliages de titane en fonction de leur composition chimique [Millet, 2018].

Pour classer les alliages de titane dans les différentes familles, les concentrations massiques équivalentes en Al pour les éléments alphagènes ($Al_{\text{éq}}$) et en Mo ($Mo_{\text{éq}}$) pour les éléments bêtagènes sont calculées en utilisant les équations 1-1 et 1-2 proposées ci-dessous [Herichet, 2004].

$$Al_{\text{éq}} (\%m) = [Al] + \frac{[Zr]}{6} + \frac{[Sn]}{3} + 10[O] \quad \text{Équation 1-1}$$

$$Mo_{\text{éq}} (\%m) = [Mo] + \frac{[V]}{1.5} + \frac{[Cr]}{0.6} + \frac{[Fe]}{0.35} + \frac{[Cu]}{1.3} + \frac{[Nb]}{3.6} \quad \text{Équation 1-2}$$

1.2.2. Les alliages de titanes β -métastable

Dans ce travail de thèse, la famille d'alliages étudiée est celle des alliages β -métastable. Les plus utilisés sont le Ti-1023 (Ti-10V-2Fe-3Al), le Ti-17 (Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr) et le Ti-5553 (Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr). Une comparaison des principales caractéristiques du TA6V, alliage de titane majoritairement utilisé, et de ces trois alliages β -métastable est réalisée dans le Tableau 1-2. Les alliages β -métastable possèdent une densité plus élevée car ils présentent une concentration plus grande d'éléments d'alliages plus lourds, notamment d'éléments bêtagènes. Ils présentent également une bonne résistance mécanique spécifique, ce qui permet ainsi un allégement des structures pouvant atteindre jusqu'à 30 % par rapport au TA6V, et plus de 40 % pour un acier standard [Boyer, 1980]. Au-delà du bon compromis entre résistance mécanique et ductilité, ce type d'alliage a une résistance élevée en fatigue [Kuhlman, 1984]. Ils présentent une gamme de propriétés mécaniques étendue avec une forte dépendance aux microstructures associées. Cela illustre l'enjeu important que constitue la compréhension de l'influence des conditions de traitements thermomécaniques sur la microstructure et les propriétés mécaniques résultantes pour les acteurs industriels.

Tableau 1-2: Comparaison de propriétés mécaniques et physiques du TA6V et de trois alliages de titane β -métastable, Ti-1023, Ti-5553 et Ti-17, issues de fiches techniques d'Aubert & Duval [Aubert&Duval, 2020].

	TA6V	Ti-1023	Ti-5553	Ti-17
Transus β ($^{\circ}\text{C}$)	1000	800	860	890
Densité	4,3	4,65	4,64	4,65
$R_{p0,2}$ (MPa)	> 896	900 à 1200	1000 à 1100	1060
R_m (MPa)	> 827	1000 à 1300	1050 à 1250	1150
A (%)	10	5 à 12	5 à 12	6
$R_m/\text{densité}$	192	215	226	247

1.3. Traitements thermomécaniques et microstructure

Dans le cadre de cette thèse, l'alliage étudié est le Ti-1023 avec une microstructure bimodale, dans le but de se rapprocher de certaines conditions d'utilisation industrielle. Le caractère bimodal de cette microstructure confère un bon compromis entre la résistance mécanique et la ductilité, ce qui lui permet d'être utilisé dans des applications tels que les trains d'atterrissage ou les rotors d'hélicoptère [Boyer, 1980]. La microstructure bimodale est multi-échelles et constituée de grains β -millimétriques dans lesquelles se trouvent des nodules de phase α primaire (α_p) de taille micrométrique et de lamelles de phase α secondaire (α_s) de l'ordre d'une centaine de nanomètres précipitées dans des sous-grains β , comme le montre la Figure 1-3. La fraction de phase β retenue à température ambiante est d'environ 40 %.

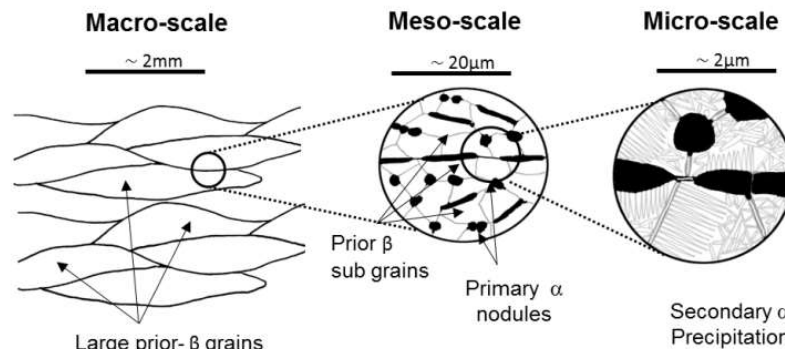


Figure 1-3 : Représentation schématique d'une microstructure bimodale d'un alliage de Ti-1023 [Lhadi, 2018]

1.3.1. Mise en forme des alliages β -métastable

Les différentes étapes de mise en forme réalisées pour l'obtention de cette microstructure bimodale sont détaillées sur la Figure 1-4. Trois étapes sont nécessaires : l'homogénéisation, la recristallisation et la déformation dans le domaine $\alpha+\beta$. Des traitements thermiques supplémentaires sont également effectués pour contrôler les caractéristiques des précipités de la phase α afin d'optimiser les propriétés mécaniques comme nous le verrons par la suite.

L'étape d'homogénéisation, numérotée 1, est réalisée à une température supérieure au transus β , généralement de 1150°C . Cette étape est composée d'un maintien en température afin d'amener la pièce à la température souhaitée, suivi d'une déformation. L'homogénéisation a pour but de réduire les ségrégations chimiques en facilitant la diffusion des éléments d'alliages dans le lingot, tels que le fer pour le Ti-1023 [Kawakami, 2002].

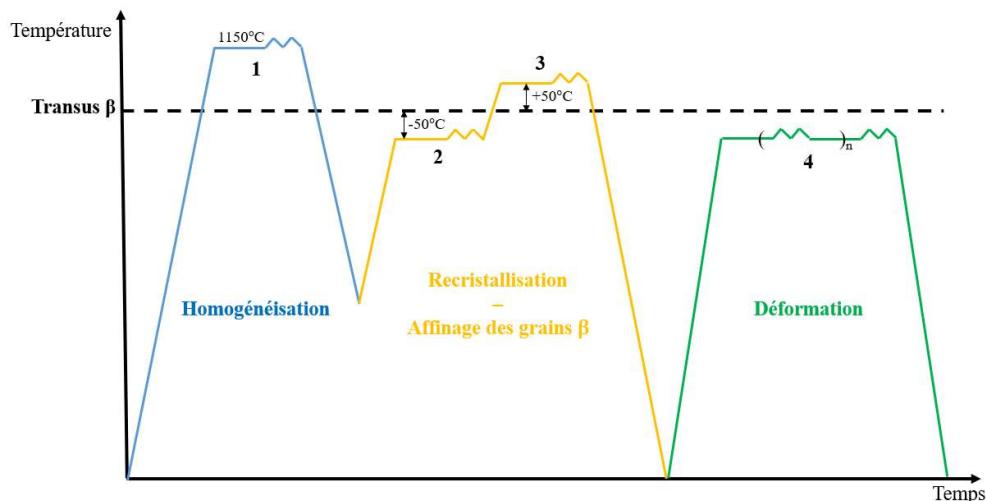


Figure 1-4 : Représentation schématique des étapes de mises en forme des alliages β -métastable avec une microstructure nodulaire.

Dans un second temps, une étape, numérotée 2, de recristallisation constituée de plusieurs déformations dans le domaine $\alpha+\beta$ ($T_\beta - 50^\circ\text{C}$) est réalisée. Elle permet d'affiner les grains β lors d'un maintien en température, étape 3, au-dessus du transus β . L'enchaînement des étapes 2 et 3 peut être réalisé plusieurs fois en réduisant la température au-dessus du transus β afin d'affiner le grain. Lors de l'étape 3, un maintien trop long et/ou une température trop élevée favorise la croissance des grains β [Lutjering, 2007]. Il est donc crucial de contrôler ces paramètres [Semiatin, 2020].

De plus, une déformation peut être appliquée lors du dernier maintien en température au-dessus du transus β pour les étapes 1 et 3. Elle permet de déformer les joints de grain β pour éviter la formation de liserés de phase α continus, notés α_{GB} , le long de ces derniers. Ces liserés ont un effet néfaste pour les propriétés mécaniques. Leur précipitation et leur croissance sont favorisées pour des vitesses de refroidissement lentes [Shechtman, 1978]. Le refroidissement entraîne également la précipitation de phases α lamellaires, nommées α_{wGB} et α_{wI} , à l'intérieur du grain β [Lutjering, 2007].

Des étapes de déformation dans le domaine $\alpha+\beta$, numérotées 4, sont ensuite effectuées dans le but de fragmenter cette microstructure lamellaire et former des nodules α_p [Semiatin, 2020]. Plus la fragmentation des lamelles α est avancée et plus la globularisation des nodules sera efficace lors du traitement thermique suivant de mise en solution, visible sur la Figure 1-5 [Jones, 2009]. De plus, le diamètre des nodules est dépendant de l'épaisseur des lamelles qui est influencée par la vitesse de refroidissement. La fraction des nodules est, quant à elle, impactée par la température de forgeage. Plus cette température augmente et plus la fraction de lamelles à fragmenter, et donc de nodules, diminue [Qin, 2018]. Cette étape 4 est également responsable du fibrage des grains β , c'est-à-dire de leur allongement perpendiculairement à la direction de forgeage, comme schématisé sur la Figure 1-3. Un taux de corroyage élevé entraîne un fibrage des grains β plus prononcé. Il peut également être à l'origine de la fragmentation importante des grains β en sous-grains, ainsi que d'une augmentation de la désorientation cristallographique entre ces sous-grains [Lambert, 2021]. Cette dernière peut varier suivant l'orientation cristallographique des grains β [Chini, 2016].

1.3.2. Traitements thermiques des alliages β -métastable

En complément de ces traitements thermomécaniques, des traitements thermiques sont effectués afin d'obtenir la microstructure bimodale souhaitée, comme schématisé sur la Figure 1-5.

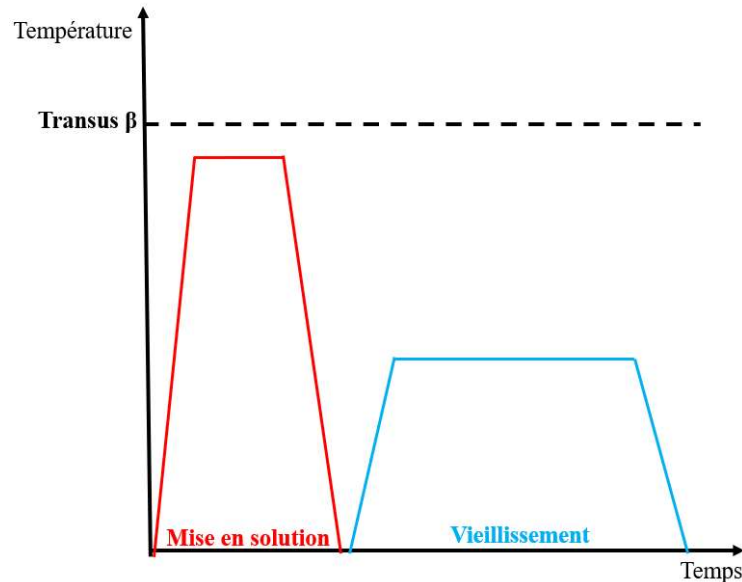


Figure 1-5 : Représentation schématique des traitements thermiques nécessaires pour l'obtention de la microstructure bimodale étudiée.

Le traitement thermique de mise en solution est réalisé à une température inférieure au transus β afin de permettre la globularisation des nodules α_p . La température de mise en solution est un paramètre crucial car elle permet de contrôler la fraction volumique des nodules α_p . Plus la température est proche du transus β et plus la fraction de nodules α_p diminue, comme illustré sur la Figure 1-6.

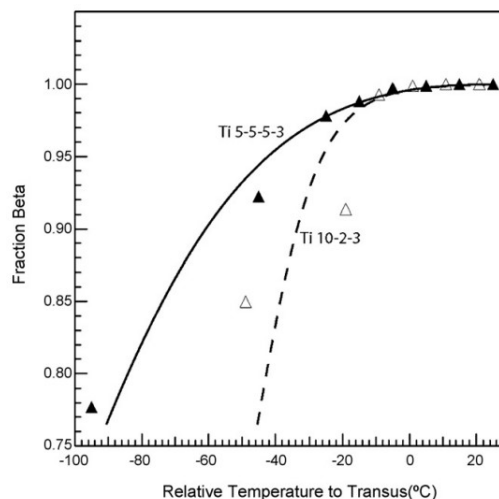


Figure 1-6 : Fraction de la phase β en fonction de la différence de température par rapport au transus β pour des alliages de Ti-1023 et de Ti-5553 [Jones, 2008].

La dissolution des nodules provoque un enrichissement en aluminium de la matrice β , qui a pour conséquence de réduire sa stabilité lors du refroidissement, comme observé dans le Tableau 1-3. Cela peut entraîner la précipitation de phases métastables plus stables à température ambiante, tels que la

phase martensitique lamellaire α' . Ce point va être détaillé dans la suite de ce chapitre. La matrice β dans laquelle a précipité une phase α de morphologie lamellaire est parfois qualifiée de matrice β transformée. Pour une température inférieure au transus β , les nodules constituent des obstacles à la croissance des grains β , la mise en solution n'influence donc pas leur morphologie. Toutefois, une restauration des sous-grains β peut avoir lieu et permettre leur croissance, ainsi que de réduire leur désorientation [Lambert, 2021].

La vitesse de refroidissement est également un paramètre à prendre en compte dans le traitement de mise en solution. Une vitesse de refroidissement rapide peut entraîner la formation de phases métastables, tels que la phase ω athermique (ω_{ath}) [De Fontaine, 1971]. La précipitation des phases martensitiques α' et α'' est également possible suivant la température de début de la transformation martensitique M_s dépendante de la composition de l'alliage [Bagariatskii, 1958]. Pour des alliages β , cette température est généralement inférieure à la température ambiante. La précipitation de ces phases n'a alors pas lieu. Pour le Ti-1023 refroidi depuis une température supérieure au transus β , il a été observé, par une analyse de diffraction des rayons X au synchrotron, la précipitation des phases α'' et ω_{ath} [Barriobero-Vila (2), 2015]. Cependant, dans la présente étude le refroidissement est réalisé depuis une température inférieure au transus β . La stabilité de la phase β est donc différente due à la présence des nodules qui modifient sa composition chimique.

Tableau 1-3 : Composition chimique en aluminium et en vanadium des phases α_p et β transformée en fonction de la température de mise en solution pour un alliage de TA6V (Transus $\beta = 1000^\circ\text{C}$) [Chong, 2018].

Annealing temperature/ $^\circ\text{C}$	830	870	910	950	970
wt%(Al) in primary α grain	8.03	7.94	7.99	7.79	8.10
wt%(Al) in transformed β area	5.09	5.46	5.88	6.66	7.04
wt%(V) in primary α grain	3.00	2.92	1.97	0.98	1.43
wt%(V) in transformed β area	7.08	6.10	6.03	5.87	5.11

La mise en solution est suivie d'un vieillissement qui permet la précipitation des lamelles α_s à l'intérieur des sous-grains β . Suivant la vitesse de montée en température, la précipitation de phases métastables, telles que les phases ω isotherme (ω_{iso}), martensitique α'' , O' et β' est possible. La phase ω_{iso} précipite pour des températures allant de 200 à 450 $^\circ\text{C}$ [Barriobero-Vila, 2015]. La présence de la phase ω_{ath} peut participer à la formation de la phase ω_{iso} [Prima, 2000]. Une augmentation de la vitesse de montée en température peut engendrer la formation de phase martensitique α'' , au détriment de la phase ω_{iso} [Settefrati, 2011]. Les phases O' et β' peuvent également se former à la place de la phase ω_{iso} pour des alliages β -métastable avec une fraction plus élevée en éléments bétagènes [Barriobero-Vila, 2015] [Lebrun, 2015]. Ces phases métastables participent à la précipitation des lamelles α_s . En particulier, la phase ω_{iso} permet une précipitation fine des lamelles α_s [Barriobero-Vila, 2015]. Ainsi, plus la vitesse de montée en température augmente et plus la formation des lamelles α_s se réalise sans précurseurs dans la matrice β . Les lamelles obtenues ont alors une morphologie grossière. La maîtrise de la montée en température est donc essentielle pour l'obtention d'une précipitation fine et dense des lamelles α_s . De plus, une température de vieillissement élevée et/ou un temps de maintien long peuvent également entraîner une croissance prononcée des lamelles [Shekhar, 2015].

1.4. Microstructure et propriétés mécaniques en traction monotone

Le Ti-1023 étudié dans ce travail présente une microstructure bimodale constituée de grains β allongés perpendiculairement à la direction de déformation, dans lesquels sont présents des nodules α_p , des sous-grains β et des lamelles α_s . Les dimensions de ces éléments microstructuraux et leur fraction surfacique dépendent des conditions appliquées lors des traitements thermomécaniques, comme vu précédemment. Leur influence sur les propriétés mécaniques en traction du Ti-1023 a été étudiée. L'impact des différents paramètres microstructuraux sera discuté successivement dans la suite de ce manuscrit.

1.4.1. Taille des grains β

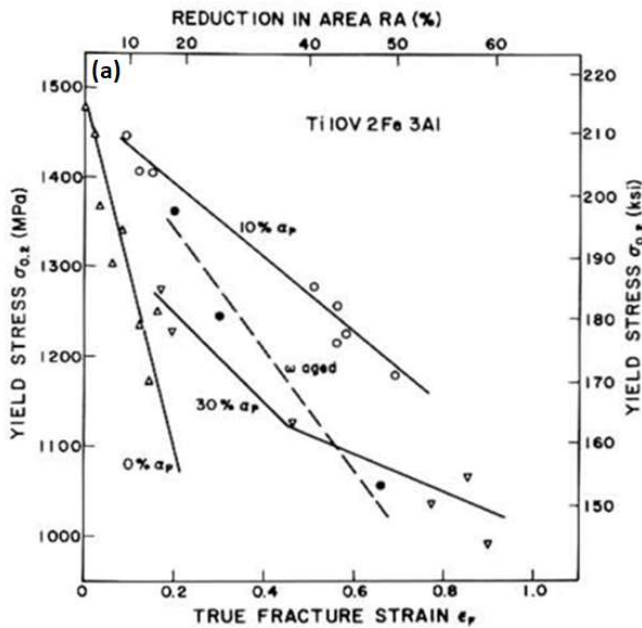
Une augmentation de l'allongement à rupture (RA) de 2% à 27% est constatée avec la réduction de la taille des grains β pour une fraction volumique de 30 % des nodules α_p dans le Tableau 1-4. Une augmentation de la limite d'élasticité de 27 MPa est également observée. Cela est cohérent avec la loi de Hall Petch qui montre une augmentation de la limite d'élasticité avec la diminution de la taille de grain associée à une augmentation de la fraction de joint de grain qui entrave le déplacement des dislocations.

α_p Vol Pct	Grain/ Subgrain	Size (μm)	ω -Aging Temp. ($^{\circ}\text{C}$)	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	e_F (Pct)	ϵ_F	RA (Pct)
0	grain	≈ 150	260	—	0	0	0
30	subgrain	≈ 10	260	1218	0.6	0.02	2
30	grain	≈ 10	260	1245	5.3	0.31	27

Tableau 1-4 : Propriétés mécaniques du Ti-1023 pour différentes microstructures [Terlinde, 1983].

1.4.2. Microstructure nodulaire

L'augmentation de la fraction volumique des nodules α_p entraîne une augmentation de l'allongement à rupture du Ti-1023, comme mis en évidence sur la Figure 1-7 (a). Cependant, on peut également observer l'existence d'une fraction optimale de nodules α_p , autour de 10 %, pour obtenir un bon compromis entre la résistance mécanique et l'allongement à rupture. Un meilleur allongement à rupture est constaté avec des nodules équiaxes en considérant deux microstructures avec des nodules de morphologies différentes sur la Figure 1-7 (b). Cela met en évidence l'importance de la maîtrise des étapes de mise en forme en $\alpha+\beta$ [Settefrati, 2011].



α_p		α_s		$\sigma_{0.2}$ (MPa)	ϵ_F	RA (Pct)
Vol Pct	Morphology	Aging Temp.				
10	globular	500 °C		1250	0.50	39
10	elongated	500 °C			0.30	26
30	globular	350 °C		1250	0.20	18
30	elongated	370 °C			0.11	11

Figure 1-7 : Relation entre la microstructure et les propriétés mécaniques pour un alliage de Ti-1023 [Terlinde, 1983].

1.4.3. Précipitation de la phase α_s

La précipitation de la phase α_s au sein de la matrice β , sous forme de lamelles fines et enchevêtrées est également un paramètre crucial à contrôler pour améliorer la résistance mécanique du Ti-1023, comme le montre la Figure 1-8. Cependant, cette précipitation entraîne également une diminution de l'allongement à rupture. Cela est notamment lié à l'augmentation des incompatibilités de déformation entre les nodules α_p et la matrice β transformée [Settefrati, 2011]. Il est donc nécessaire de trouver un compromis pour la précipitation des lamelles α_s .

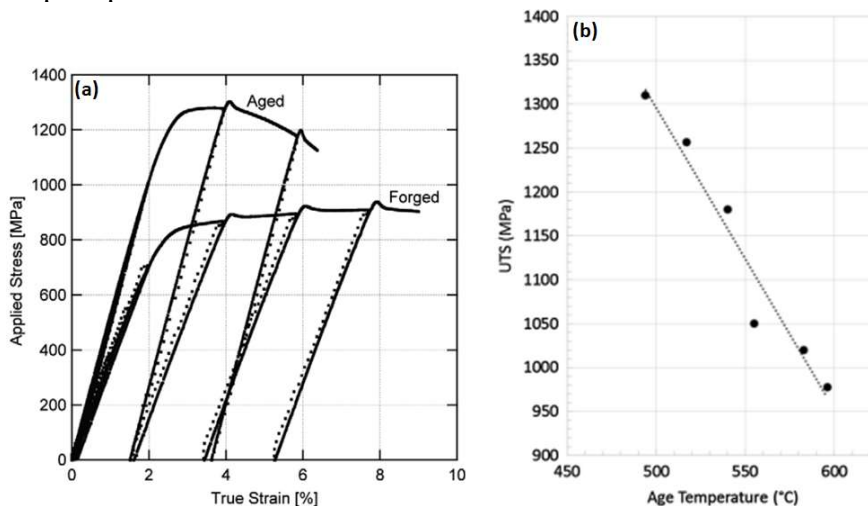


Figure 1-8 : Courbes de contrainte-déformation pour un alliage de Ti-1023 (a), forgé dans le domaine β à 820°C/30min, puis en $\alpha+\beta$ à 760°C, suivi d'une mise en solution à 760°C (forged) et d'un vieillissement à 500°C/8h (aged) [Raghunathan, 2007]. Résistance mécanique du Ti-10V-2Fe-3Al en fonction de la température de vieillissement pour un temps de traitement de 8h après une mise en solution à 750°C (b) [Boyer, 1987].

1.4.4. Liserés de phase α_{GB}

La présence de liserés de phase α_{GB} plus ou moins continus peut être observée pour un alliage de Ti-1023 avec une microstructure bimodale [Chini, 2016]. Les liserés de phase α_{GB} continus sont néfastes pour l'allongement à rupture et peuvent être sources d'amorçage et de propagation de fissures de fatigue [Lutjering, 1998]. Cependant, la présence de ces liserés est fortement diminuée pour les microstructures bimodales [Lutjering, 1998]. De plus, ils ont peu d'influence sur la limite d'élasticité étant donné qu'ils ne représentent qu'une très faible fraction de la microstructure du matériau [Lutjering, 2007].

1.4.5. Synthèse

L'influence des différents éléments microstructuraux sur les propriétés mécaniques du Ti-1023 avec une microstructure bimodale est résumé dans le Tableau 1-5. La maîtrise des traitements thermomécaniques est donc un point essentiel pour l'optimisation des propriétés mécaniques en fonction des fractions et morphologies des différentes phases. On peut également noter que la microstructure résultante ne présente normalement pas de phases métastables potentiellement précipitées lors du refroidissement ou du vieillissement. La précipitation des lamelles α_s est considérée comme complète.

Tableau 1-5 : Eléments microstructuraux présents dans le Ti-1023 avec une microstructure bimodale et leur influence sur la limite d'élasticité ou la résistance mécanique ($R_{p0,2}/R_m$) et l'allongement à rupture (A%). + pour les effets bénéfiques, – pour ceux négatifs et = pour ceux sans influence notable.

	$R_{p0,2}/R_m$	A%
Diminution de la taille des grains β	+	+
Augmentation de la fraction de nodules α_p	-	+
Amélioration de la globularisation des nodules α_p	=	+
Augmentation de la taille des lamelles α_s	-	+
Présence de liserés de phase α_{GB}	=	-

1.5. Comportement élastique et plastique des phases α et β

Dans la partie précédente, uniquement la morphologie et la fraction des différents éléments microstructuraux ont été considérées. Cependant, la texture cristallographique des phases α et β a une influence non négligeable sur les propriétés mécaniques. Afin d'étudier cette influence, on va s'intéresser dans un premier temps au comportement mécanique de chacune de ces deux phases.

1.5.1. Cristallographie des phases α et β

Les caractéristiques cristallines des phases α et β du titane pur sont présentées dans le Tableau 1-6. La phase β possède une maille cristalline cubique centrée, alors que celle de la phase α est hexagonale compacte. Les plans $\{110\}$, $\{112\}$ et $\{123\}$, sont les plans les plus denses de la phase β et constituent des plans de glissement privilégiés [Schmid, 1935]. Les directions $\langle 111 \rangle$ sont les directions les plus denses et correspondent aux directions de glissement de la phase β . La phase α du Ti pur présente un rapport c/a de 1,587 à température ambiante [Lutjering, 2007]. Cette valeur est inférieure à 1,633 qui correspond à un empilement parfait pour une structure hexagonale compacte. Les plans prismatiques et pyramidaux sont ainsi les plans de glissement privilégiés, les plans de base étant également glissables. Les directions les plus denses de la phase α sont les directions $\langle 11\bar{2}0 \rangle$.

Tableau 1-6 : Caractéristiques cristallines des principales phases présentes dans le Ti pur.

Phase	α	β
Structure cristalline	HC	CC
Groupe d'espace	P63/mmc N° 194	Im $\bar{3}$ m N° 229
Paramètres de mailles [Lutjering, 2007]	a=0,295nm et c=0,468nm à T _{ambiante}	a=0,332 nm à 900°C

1.5.1.1. Relations d'orientations de Burgers

La transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha$ a lieu pour des températures inférieures au transus β . Afin de minimiser l'énergie nécessaire à cette transformation, elle s'effectue en accord avec les relations d'orientation de Burgers, décrites dans l'Équation 1-3 [Burgers, 1933].

$$\{110\}_{\beta} // \{0001\}_{\alpha}, \{112\}_{\beta} // \{10\bar{1}0\}_{\alpha} \text{ et } \langle 111 \rangle_{\beta} // \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha} \quad \text{Équation 1-3}$$

Ces relations révèlent un parallélisme entre certains plans et directions des deux réseaux cristallins. Le passage d'un repère orthonormé (maille CC) à un repère hexagonal (maille HC) est possible avec les angles d'Euler et la convention de Bunge (1982).

Variants α	Plans	Directions	ϕ_1	Φ	ϕ_2
1	(110)//(0001)	$[\bar{1}\bar{1}1]//[11\bar{2}0]$	-45°	-90°	-90°
2	(110)//(0001)	$[\bar{1}11]//[11\bar{2}0]$	-45°	90°	90°
3	($\bar{1}\bar{1}0$)//($\bar{0}001$)	$[\bar{1}\bar{1}1]//[11\bar{2}0]$	45°	90°	90°
4	($\bar{1}\bar{1}0$)//($\bar{0}001$)	$[111]//[11\bar{2}0]$	45°	-90°	-90°
5	(101)//(0001)	$[\bar{1}\bar{1}1]//[11\bar{2}0]$	90°	45°	90°
6	(101)//(0001)	$[\bar{1}11]//[11\bar{2}0]$	90°	-135°	-90°
7	($\bar{1}01$)//($\bar{0}001$)	$[1\bar{1}1]//[11\bar{2}0]$	90°	135°	90°
8	($\bar{1}01$)//($\bar{0}001$)	$[111]//[11\bar{2}0]$	90°	-45°	-90°
9	(011)//(0001)	$[1\bar{1}1]//[11\bar{2}0]$	0°	45°	-90°
10	(011)//(0001)	$[\bar{1}\bar{1}1]//[11\bar{2}0]$	0°	-135°	90°
11	(0 $\bar{1}1$)//($\bar{0}001$)	$[111]//[11\bar{2}0]$	0°	135°	-90°
12	(0 $\bar{1}1$)//($\bar{0}001$)	$[\bar{1}11]//[11\bar{2}0]$	0°	-45°	90°

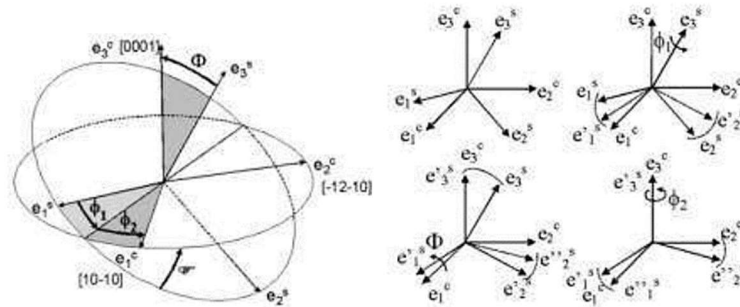


Figure 1-9 : Identification des douze variants α pouvant précipiter dans la matrice β en respectant les relations d'orientations de Burgers et angles d'Euler (ϕ_1, Φ, ϕ_2) permettant le passage d'une base orthonormée à hexagonale selon la convention de Bunge.

Comme on peut le constater sur la Figure 1-9, à partir d'une orientation cristallographique donnée de la phase β , on peut obtenir, en respectant les relations d'orientations de Burgers, douze configurations cristallines différentes pour la phase α . En effet, elle est orientée de façon à avoir un plan $\{0001\}_\alpha$ parallèle avec l'un des six plans denses $\{110\}_\beta$ et une direction compacte $\langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$ alignée avec l'une des deux directions denses $\langle 111 \rangle_\beta$ contenue dans le plan. Ces douze configurations de la phase α sont appelées des variants. Cependant, certains variants sont privilégiés au détriment des autres [Qui, 2015], [Panda, 2018] [Gurao, 2009] [Acharya, 2018]. Ce phénomène, connu sous le nom de sélection des variants, dépend principalement des conditions de traitements thermomécaniques, influant sur la microstructure et la texture de la phase β [Gurao, 2009]. Par exemple, la précipitation des variants est dépendante des systèmes de glissement avec la plus grande activité dans la matrice β [Panda, 2018]. Des grains β déformés montrent ainsi une précipitation d'un nombre limité de variants, alors que les douze variants sont identifiés dans la phase β après recristallisation.

Afin de comprendre ce phénomène, les caractéristiques de l'interface entre la matrice β et les variants α ont été étudiées [Lutjering, 2007] [Furuhara, 1991] [Tong, 2017]. Elle est composée de terrasses et de contre marches, comme schématisé sur la Figure 1-10. Cet arrangement de l'interface a pour but de conserver la cohérence entre les phases α et β . Les lamelles α se développent le long de la direction $[\bar{3}\bar{3}5]_\beta$, qui est une ligne invariante, pour laquelle les atomes ne subissent pas de modification lors de la transformation de phases [Suri, 1999]. Le plan invariant associé est défini comme le plan d'habitat de l'interface entre les phases α et β .

1.5.2. Déformation de la phase α

La transmission de la déformation aux interfaces entre les phases α et β est étroitement liée aux relations d'orientations de Burgers, comme nous allons le voir par la suite. Pour aborder ce point, les déformations élastique et plastique de la phase α vont être étudiées individuellement dans un premier temps.

1.5.2.1. Déformation élastique

La phase α possède un comportement élastique anisotrope en fonction de l'orientation de son axe « c » par rapport à la direction de sollicitation, comme illustré sur la Figure 1-12. Pour une sollicitation le long de l'axe « c », le comportement est le plus rigide avec un module d'Young d'environ 144 GPa. Au contraire, pour une sollicitation perpendiculaire à ce dernier le module d'Young est plus faible, autour de 100 GPa. Cela se traduit par un rapport entre le module d'Young minimal et maximal (E_{\min}/E_{\max}), généralement autour de 1,4 dans le Tableau 1-7. Généralement, un alliage de titane faiblement texturé et avec une faible fraction de phase β possède un module d'Young autour de 115+/-5 GPa [Hémery, 2020]. La texture cristallographique peut donc influencer significativement les propriétés élastiques de la phase α , tout comme sa composition chimique inhérente à la fraction de phase β et à la composition de l'alliage [Trinite, 2006].

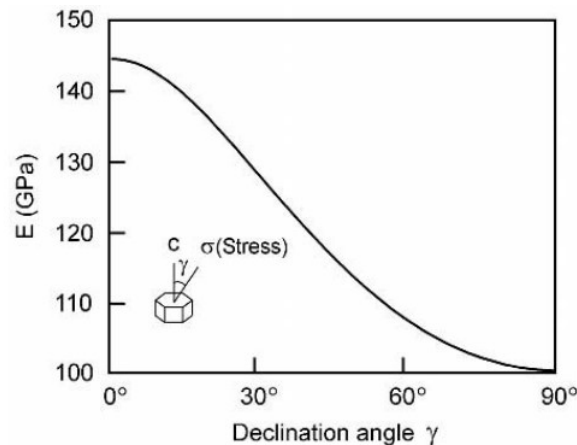


Figure 1-12 : Module d'Young en fonction de γ , l'angle entre l'axe c de la maille HC et la direction de sollicitation [Lutjering, 2007].

Tableau 1-7 : Constantes de rigidité de la phase α obtenues lors de différents travaux pour différents alliages, E_{av} représentant le module d'Young pour une distribution moyenne d'orientation [Hémery, 2020].

Matière	C_{11} (GPa)	C_{12} (GPa)	C_{13} (GPa)	C_{33} (GPa)	C_{44} (GPa)	E_{av}	E_{\min}/E_{\max}	Références
Ti	162	92	69	180	46,7	120	1,37	[Ogi, 2004]
Ti	154	86	67,3	183	46,7	120	1,45	[Fisher, 1964]
Ti-6Al	136	78	68,5	163	40,6	102	1,41	[Adebisi, 2016]
Ti-6242	141	76,9	57,9	163	48,7	114	1,41	[Adebisi, 2016]
Ti-7Al	165	81,2	62,9	175	48,2	127	1,21	[Fitzner, 2016]
Ti-6Al-4V	143	110	90	177	40	86	2,06	[Kim, 2002]
Ti-6Al-4V	169	89	62	196	43	128	1,5	[Flowers, 1964]

1.5.2.2. Déformation plastique

La plasticité dans la phase α peut se faire au travers du glissement ou du maclage en fonction de sa composition chimique et des conditions de chargement.

A. Les systèmes de glissement

La phase α possède plusieurs systèmes de glissement, associant un plan et une direction de glissement, présentés sur la Figure 1-13. Cinq systèmes de glissement distincts peuvent être activés. Trois impliquent les directions $\langle a \rangle \langle 11\bar{2}0 \rangle$ et les plans basal, prismatique et pyramidal de 1^{ère} espèce tandis que deux impliquent les directions $\langle c+a \rangle \langle 11\bar{2}3 \rangle$ et les plans pyramidaux de 1^{ère} et 2^{nde} espèces. Les premiers sont les plus facilement activés car les directions $\langle a \rangle$ correspondent aux directions denses de la maille HC. De plus, les systèmes de glissement basal et prismatique sont favorisés étant donné qu'ils sont associés aux deux plans les plus denses dans la maille HC pour le titane.

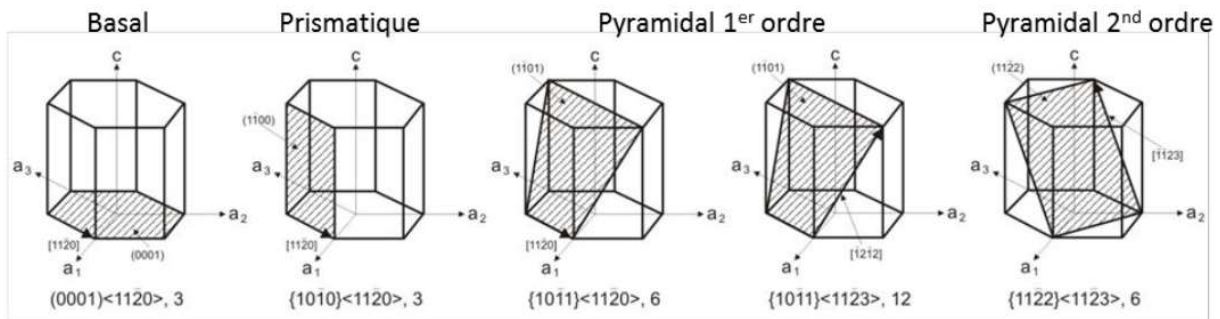


Figure 1-13: Plans et directions de glissement de la phase α [Balasubramanian, 2002].

D'après la loi de Schmid, l'activation d'un système de glissement a lieu lorsque la cission résolue (τ_{RSS}) atteint la cission critique, notée τ_{CRSS} . La loi de Schmid, telle que représentée en Figure 1-14, permet d'étudier le comportement d'un monocristal, soumis à une sollicitation uniaxiale [Schmid, 1935]. La cission résolue sur un système de glissement sous chargement uniaxial est calculée à partir de l'Équation 1-4.

$$\tau_{RSS} = \frac{F_c}{S_c} = \sigma * \cos\theta * \cos X = \sigma * \mu \quad \text{Équation 1-4}$$

F_c correspond à la force appliquée dans la direction de glissement $F_c = F * \cos\theta$ et S_c correspond à la surface du plan de glissement $S_c = S_0 / \cos X$. Avec X l'angle entre la normale au plan de glissement et la direction de chargement et θ l'angle entre la direction de glissement et la direction de chargement. Ces angles sont présentés sur la Figure 1-14. Le facteur de Schmid μ est compris entre 0 et 0,5. Plus μ est élevé et plus l'activation du système de glissement est favorisée car la cission résolue est élevée.

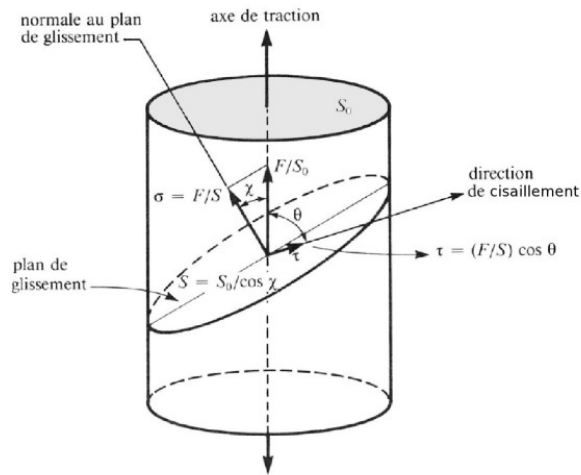


Figure 1-14 : Représentation d'un système de glissement et des angles utilisés pour calculer la cission résolue via l'équation 1-4 [Schmid, 1935].

Il est important de noter qu'au sein d'un monocristal chaque système de glissement possède un facteur de Schmid qui lui est propre et fonction de la direction de sollicitation. D'après l'Équation 1-4, la cission résolue sur un système de glissement sous sollicitation uniaxiale est maximale ($\mu=0,5$) si la direction et la normale au plan de glissement sont désorientées de 45° par rapport à la direction de chargement. L'orientation cristalline de la maille HC a donc un effet sur les modes de déformation susceptibles d'être activés, comme le montre la Figure 1-15. Le système de glissement prismatique subit une cission résolue maximale lorsque l'axe « c » est orienté à 90° de la direction de chargement, alors que le système de glissement basal est favorisé lorsque l'axe « c » est orienté à 45° .

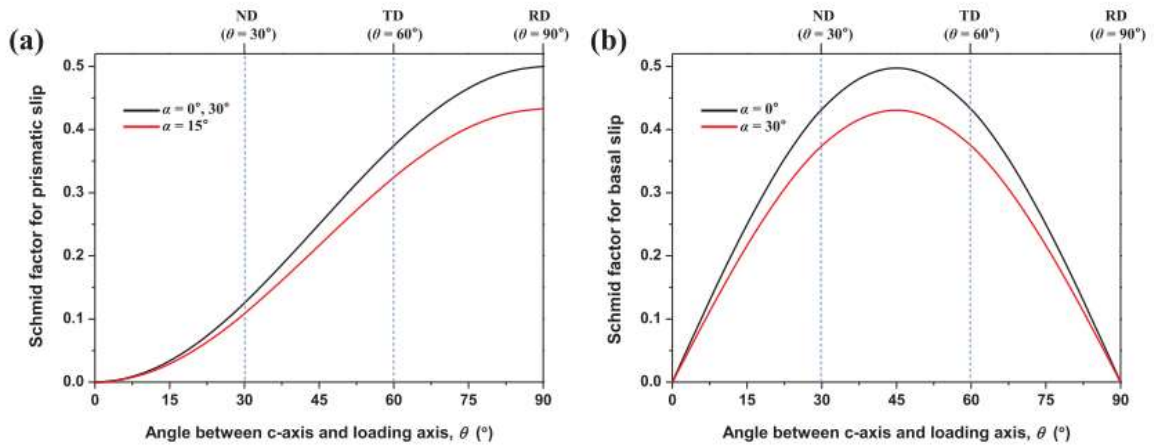


Figure 1-15 : Facteur de Schmid pour différents angles θ entre la direction de sollicitation et l'axe « c » de la maille HC pour le glissement prismatique (a) et basal (b) [Won, 2017].

Les systèmes de glissement suivant la direction $\langle c+a \rangle \langle 11\bar{2}3 \rangle$ sont actifs pour des sollicitations défavorables à l'activation des autres systèmes de glissement. Les facteurs de Schmid des systèmes de glissement $\langle c+a \rangle$ pyramidaux du 1^{er} et 2nd ordre sont donnés sur la Figure 1-16 en fonction de l'orientation de la phase α . Deux maximums sont constatés dont un lorsque l'axe « c » est parallèle à la direction de sollicitation.

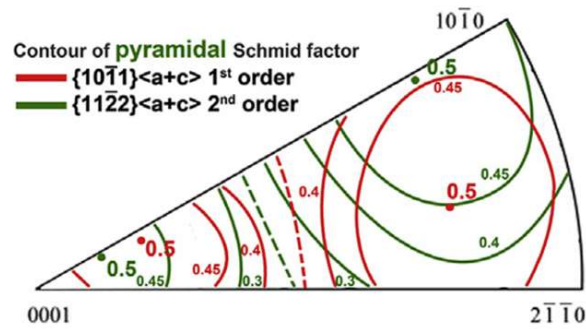


Figure 1-16 : Figure de pôle inverse représentant les deux maximums des systèmes de glissement $\langle c+a \rangle$ pyramidaux du 1^{er} et 2nd ordre [Echlin, 2016].

Différentes études ont montré que le système de glissement avec le plus fort facteur de Schmid n'est pas toujours celui qui est activé en premier au sein des nodules α_p [Duval, 2013]. En effet, le facteur de Schmid est déterminé pour un monocristal isolé. En réalité, il faut considérer le comportement du polycristal, où l'état de contrainte local diffère sensiblement du chargement macroscopique.

D'après la loi de Schmid, l'activation du glissement est également contrôlée par la valeur de cission critique. La valeur de cission critique, qui est propre à chaque système de glissement, est dépendante de la composition chimique, de la température et de la vitesse de déformation [Naka, 1988]. En effet, une augmentation de la valeur de cission critique est observée sur la Figure 1-17 pour les systèmes de glissement prismatique et basal de monocristaux de Ti-Al sollicités en compression lorsque la concentration en aluminium est plus élevée [Williams, 2002]. Cependant, cette augmentation est plus marquée pour le système de glissement prismatique. Cela peut notamment s'expliquer par la présence d'ordre à courte distance provoqué par l'ajout d'Al, entraînant une augmentation des forces de friction [Kwasniak, 2019][Sakai, 1974]. Par ailleurs, l'ajout d'Al diminue le paramètre « a » et augmente le paramètre « c » de la maille HC [Seal, 2012]. Le plan basal devient ainsi plus compact, ce qui permet également de favoriser le système de glissement associé. Les valeurs de cissions critiques pour les systèmes de glissement basal et prismatique sont équivalentes pour des concentrations en aluminium proche de 6,6 %wt.

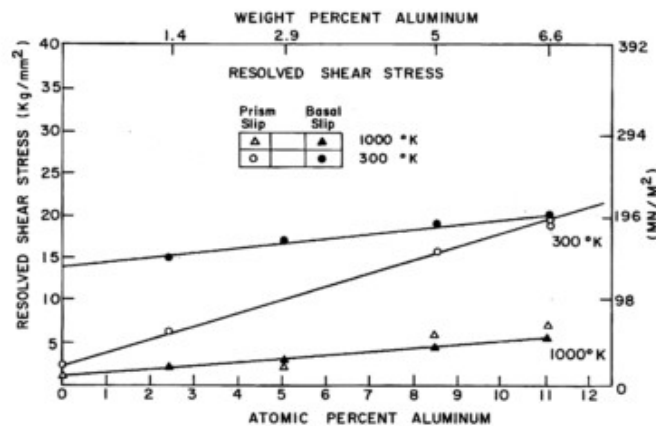


Figure 1-17 : Cissions critiques des systèmes de glissement prismatique et basal en fonction de la concentration en aluminium et de la température [Williams, 2002].

B. Le maillage

Un autre mode de déformation de la phase α rapporté dans la littérature est le maillage. Il correspond au cisaillement homogène et orienté d'une partie du cristal, entraînant la formation d'une nouvelle orientation miroir de celle de la structure d'origine, comme le montre la Figure 1-18. Le maillage peut intervenir dans des conditions particulières afin de compléter l'accommodation de la déformation par les systèmes de glissement. Par exemple, il peut être observé pour des sollicitations parallèles à l'axe « c », lorsque l'activation des systèmes de glissement basal et prismatique est difficile [Wang, 2010] [Nan, 2012]. Il existe trois modes de maillages pour la phase α , qui sont définis par un plan et une direction de maillage. Les types de macles activés sont différents suivant que la maille HC se déforme en extension ou en compression selon l'axe « c ». Le maillage entraîne une symétrie du réseau cristallin selon un axe et un angle de rotation précis. Ces deux paramètres sont propres à chaque système de maillage. Ainsi, pour une déformation en traction, les macles $\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}1 \rangle$ et $\{11\bar{2}1\} \langle \bar{1}\bar{1}26 \rangle$ ont des angles de rotation respectifs de 85° suivant l'axe $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ et 35° selon l'axe $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ [Partridge, 1967] [Yoo, 1991]. Alors que pour une déformation en compression, la macle $\{11\bar{2}1\} \langle \bar{1}\bar{1}23 \rangle$ présente une rotation de 66° suivant l'axe $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ [Lutjering, 2007].

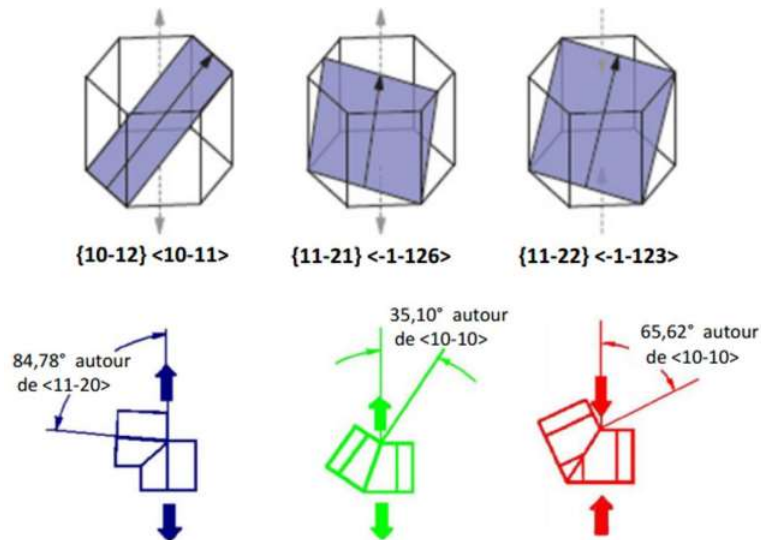


Figure 1-18 : Systèmes de maillage référencés pour la maille HC du titane [Barkia, 2014].

Tout comme les systèmes de glissement, l'activation du maillage dépend d'une valeur de cisssion critique. Une diminution de l'activité associée au maillage est observée lorsque la concentration en aluminium augmente pour une sollicitation le long de l'axe « c » [Williams, 2002][Fitzner, 2016]. Pour des concentrations supérieures à 6,6 % en masse en aluminium une précipitation d'intermétalliques de Ti_3Al , α_2 , est possible. Ces précipités α_2 sont cohérents avec la maille HC et favorisent le glissement, au détriment du maillage [Williams, 2002]. De plus, il a été montré que le maillage est peu actif dans le cas des faibles vitesses de déformation [Chichili, 1998], ainsi que pour des nodules α_p de petites dimensions dans les alliages $\alpha+\beta$ [Ghaderi, 2011].

1.5.3. Déformation de la phase β

Le comportement élastique et les modes de déformation de la phase β sont également considérés car ils semblent influencer les mécanismes de déformation dans les alliages β -métastable [Hémery, 2017] [Duval, 2013].

1.5.3.1. Déformation élastique

De nombreux jeux de données ont été rapportés dans la littérature pour décrire le comportement élastique de la phase β , comme illustré avec le Tableau 1-8. Les valeurs des constantes d'élasticité de la phase β révèlent une forte dispersion. Les modules d'élasticité isostatiques K, définis par l'Équation 1-5, ont été calculés afin de comparer le comportement élastique de la phase β obtenu avec les différents jeux de données [Purohit, 2021]. Ces modules varient fortement en fonction de l'étude considérée. Par exemple, Petry et al. (1991) trouvent un module K de 118 GPa, contrairement à Fisher et al. (1970) qui obtiennent un module K de 90 GPa pour de la phase 100 % β .

$$K = \frac{C_{11}^{\beta} + 2C_{12}^{\beta}}{3} \quad \text{Équation 1-5}$$

Tableau 1-8 : Constantes d'élasticité (SEC) de la phase β pour des alliages de titane β -métastable obtenues au cours de différentes études. Valeurs du coefficient d'anisotropie de Zener, A, du module de cisaillement μ' et du module d'élasticité isostatique K obtenus avec les constantes d'élasticité [Purohit, 2021].

References	Material	C_{11}^{β} (GPa)	C_{12}^{β} (GPa)	C_{44}^{β} (μ'') (GPa)	A	μ' (GPa)	K (GPa)
Fréour et al. [5]	Ti-17	174	116	41	1.4	29	135.3
Fréour et al. [6]	Ti-17	167	115	44	1.7	26	132.3
Nejezchlebová et al. [7]	LCB	138	102.2	42.5	2.4	17.9	114.1
Martin [8]	Ti-5553	100	70	36	2.4	15	80.0
Petry et al. [9]	Pure	134	110	36	3	12	118.0
Brandes and Brook [10]	Pure	134	110	55	4.6	12	118.0
Fisher and Dever [11]	Pure	99	85	33.6	4.8	7	89.7
Kim and Rokhlin [12]	Ti-6242	135	113	54.9	5	11	120.3
Ledbetter et al. [13]	Pure	97.7	82.7	37.5	5	7.5	87.7
Raghunathan et al. [14]	Ti-1023 Forged	140	128	50	8.3	6	132.0
Raghunathan et al. [14]	Ti-1023 Aged	165.0	118.0	45.0	1.9	23.5	133.7
Meng et al. [15]	Ti-39Nb	137.7	107.7	21.4	1.4	15	117.7
Talling et al. [16]	Ti-36Nb-2Ta-3Zr-0.30	125	93	28	1.8	16	103.7
Meng et al. [17]	Ti-36Nb-5Zr	142.8	108.6	25.4	1.5	17.1	120.0
Obbard et al. [18]	Ti-24Nb-4Zr-8Sn	54	33	32.5	3.1	10.5	40.0
Bhattacharyya et al. [19]	β -Timetal-18	118	79	39	2	19.5	92.0
Obbard et al. [20]	Ti-30Nb-10Ta-5Zr	67.1	39.9	29.8	2.19	13.6	49
Tane et al. [21]	Ti-35.7Nb-2.1Ta-3.2Zr-0.42O	125	90	31	1.8	17.5	102
Jeong et al. [22]	Ti-40Nb	141.3	117.0	32.1	2.7	12.1	125.1

Ces différences de comportement élastique de la phase β dépendent de la composition chimique et de la température. Plusieurs méthodes ont été employées pour décrire le comportement élastique de la phase β , tels que la propagation d'ondes sonores dans des échantillons monocristallins β . Cependant, la difficulté de cette méthode réside dans l'obtention d'un monocristal de composition chimique similaire à celle de la phase β dans un alliage biphasé. Une seconde méthode développée plus récemment consiste à utiliser des modèles auto-cohérents pour identifier les constantes d'élasticité à partir d'analyses de diffraction des rayons X et de la rigidité macroscopique. La difficulté de ces analyses est liée à la détermination des constantes d'élasticité lorsque plusieurs éléments microstructuraux sont impliqués [Purohit, 2021]. La détermination du comportement élastique de la phase β pose encore des interrogations, notamment dans le choix des constantes d'élasticité à utiliser pour simuler le comportement d'un matériau donné sans procéder à une estimation des contraintes. Toutefois son anisotropie élastique a clairement été mise en évidence [Lhadi, 2020]. Zener a défini un coefficient d'anisotropie A afin de la quantifier, comme le montre l'Équation 1-6 [Zener, 1947]. Les valeurs de ce coefficient peuvent fortement varier, allant de 1,4 à 8,3 pour l'étude de Raghunathan et al. (2007) sur du Ti-1023.

$$A = \frac{2C_{44}}{C_{11} - C_{12}} = \frac{2(1+\nu)G}{E} \quad \text{Équation 1-6}$$

Un exemple de cette anisotropie élastique est présenté sur la Figure 1-19 pour un alliage β -métastable, le Ti-5553. La direction [111] alignée avec la direction de chargement présente un module d'Young supérieur à 140 GPa alors que celui de la direction [001] est inférieur à 40 GPa. Il est donc primordial de prendre en compte la phase β dans l'étude du comportement des alliages β -métastable, notamment de par son anisotropie élastique significativement plus élevée que celle de la phase α .

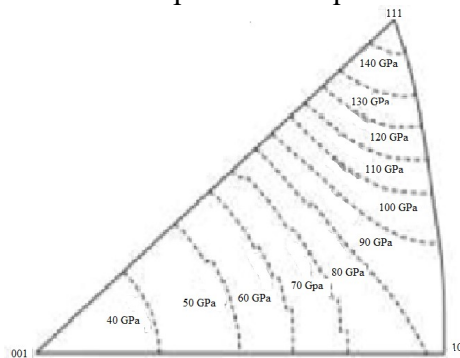


Figure 1-19: Module d'Young de la phase β représenté sur une figure de pôle inverse [Duval, 2013].

La composition chimique de la phase β modifie également son comportement élastique. En effet, le module d'Young diminue de 115 GPa à 70 GPa lorsque la concentration en vanadium augmente de 0 à 10 % en masse sur la Figure 1-20. Cette évolution du module d'Young est due à la suppression de la transformation martensitique α' induite sous contrainte avec l'augmentation de la concentration en vanadium qui stabilise de la phase β [Lutjering, 2007]. Pour des concentrations en vanadium entre 10 et 15%, la formation de la phase orthorhombique ω_s induite sous contrainte est également observée, au détriment de la transformation martensitique. Cette phase participe à l'augmentation de la valeur du module d'Young. Une variation du module d'Young de la phases β en fonction des autres éléments d'alliages a également été constatée [Laheurte, 2010].

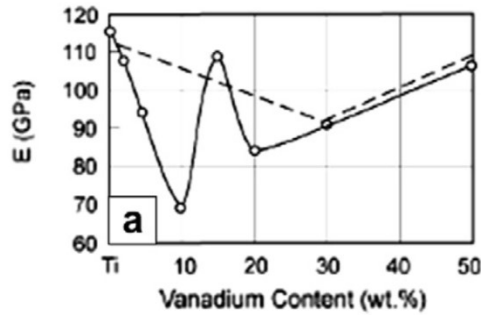


Figure 1-20: Module d'Young en fonction de la concentration en vanadium de la phase β . Le trait plein correspond à un traitement à une température de 900°C pendant 24h. Une trempe à l'eau est ensuite réalisée. Le trait pointillé correspond à un traitement à une température de 600°C pendant 24h. Une trempe à l'eau est également effectuée [Lutjering, 2007].

1.5.3.2. Déformation plastique

Les mécanismes de déformation plastique de la phase β sont sensibles à sa composition chimique, comme le montre la Figure 1-21, à la température et aux conditions de chargement. Les principaux modes de déformation de la phase β sont :

- le glissement des dislocations [Terlinde, 1983] [Prima, 2000]
- le maillage $\{332\}\langle 113\rangle$ et $\{112\}\langle 111\rangle$ [Gao, 2018] [Yang, 2010][Lai, 2016]
- les transformations de phase α'' et ω_s induite sous contrainte [Sun, 2013]

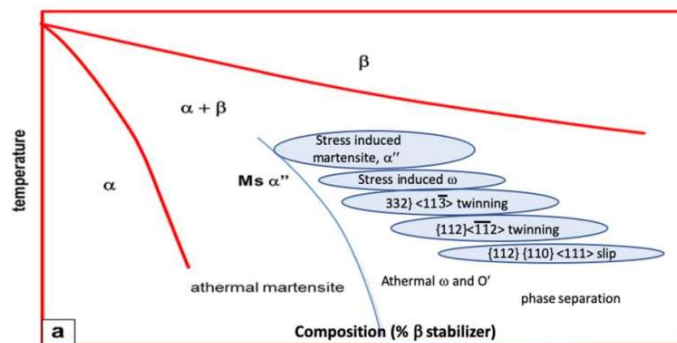
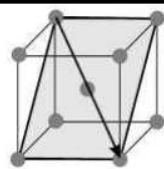
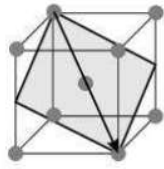
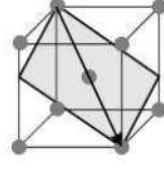


Figure 1-21 : Mécanismes de déformation identifiés dans la phase β en fonction de sa composition chimique [Hémery, 2020]

A. Les systèmes de glissement

La direction de glissement privilégiée dans la phase β est la direction $[111]$ alignée avec la direction de chargement qui correspond à la direction la plus dense. Les trois plans de glissement principalement considérés dans la phase β sont les plans $\{110\}$, $\{112\}$ et $\{123\}$ [Weinberger, 2013]. Les systèmes de glissement de la phase β sont présentés dans le Tableau 1-9. On peut noter que la phase β possède 48 systèmes de glissement, ce qui lui confère une bonne capacité d'accommodation de la déformation plastique au caractère isotrope. De plus, des changements de plans de glissement, lors du déplacement des dislocations, peuvent être observés. Ce phénomène est appelé glissement dévié [Prima, 2000] [Taylor, 1926]. Il est à l'origine du faible écrouissage des alliages de titane β -métastable, qui résulte des interactions limitées entre les dislocations.

Tableau 1-9 : Plans et directions des systèmes de glissement de la phase β [Duval, 2013].

Plans de glissement		Direction de Burgers
Indice	Représentation	Indice
$\{110\}$ 12 systèmes		$\langle 111 \rangle$
$\{112\}$ 12 systèmes		$\langle 111 \rangle$
$\{123\}$ 24 systèmes		$\langle 111 \rangle$

B. Le maillage

Deux mécanismes de maillage sont présents dans les alliages β : $\{332\}\langle 113 \rangle$ et $\{112\}\langle 111 \rangle$ [Yang, 2010] [Lai, 2016]. Le maillage de type $\{332\}\langle 113 \rangle$ est influencé par la précipitation de la phase ω_s induite sous contrainte [Duering, 1982]. Pour des essais de traction à la température ambiante avec une vitesse de déformation de 10^{-3}s^{-1} , la formation de ces deux types de macles a été observée dans le cas du Ti-1023 mis en solution à 750°C [Danard, 2019]. Cependant, pour des microstructures vieilles le maillage n'a pas été identifié [Lhadi, 2018].

C. La transformation de phase induite sous contraintes

Deux transformations de phase peuvent se produire lors de la sollicitation de la phase β -métastable à température ambiante en fonction de sa stabilité. La phase ω_s se forme au niveau des interfaces entre les macles et la matrice β [Sun, 2013]. La transformation martensitique $\beta \rightarrow \alpha''$ a été identifiée pour l'alliage Ti-1023 mis en solution [Neelakantan, 2009] [Purohit, 2021] [Bao, 2019]. Cette transformation est dépendante de plusieurs paramètres, tels que la température, la taille des grains β , la composition chimique [Neelakantan, 2009], la vitesse de déformation [Ma, 2018], la texture, ainsi que la morphologie de la phase α [Li, 2011]. Suivant la morphologie de la phase α , la transformation martensitique n'a pas la même dépendance à la taille des grains β ou à la stabilité de la phase β [Li, 2011]. Pour une microstructure lamellaire, plus les grains β sont de petites dimensions et plus la transformation martensitique est inhibée. Au contraire, pour une microstructure avec des nodules α_p , une augmentation de la fraction de phase α_p permet une meilleure stabilisation de la phase β [Chong, 2018], au détriment de la transformation martensitique. Pour des fractions de phase α supérieures à 50 % la transformation martensitique n'est pas observée. Dans le cas du Ti-1023 vieilli, ce mode de déformation n'est donc pas observé.

1.5.4. Synthèse

L'anisotropie élastique des phases α et β a clairement été mise en évidence. Il a par ailleurs été montré que la phase β présente une anisotropie élastique plus marquée que la phase α . Les différents modes de déformation de ces deux phases et leur condition d'activation ont également été explicités. Il a été observé que leur activation dépend de différents paramètres tels que les conditions de chargement et la composition chimique. A l'échelle du polycristal, l'activation des modes de déformation des phases α et β est donc modifiée.

1.6. Mécanismes de déformation et d'endommagement en traction

Des études ont été effectuées afin d'améliorer la compréhension du comportement élastique et plastique du polycristal en utilisant par exemple des essais de traction in-situ avec suivi de la déformation par un microscope électronique à balayage [Pan, 2021], [Wang, 2022], par de la corrélation d'images [Chong, 2019], ou par des observations en microscope électronique en transmission [Chen, 2021]. La partie suivante va donc s'attacher à résumer les différentes conclusions obtenues.

1.6.1. Déformation dans le domaine élastique

Le matériau étudié étant biphasé, il est important de prendre en considération l'influence de chacune des phases sur le comportement élastique global. En effet, pour une structure 100% β -métastable, le module d'Young calculé par simulation est de 67,2 GPa alors qu'avec la présence des nodules et des fines lamelles de α_s , le module d'Young obtenu expérimentalement est de 107,8 GPa [Duval, 2013]. Cette augmentation est due à la précipitation de phase α_s , plus rigide que la phase β . De plus, la précipitation de la phase α modifie la composition chimique de la phase β , ce qui peut changer son comportement élastique [Purohit, 2021]. Pour un alliage de Ti-5553, les nodules noyés dans la phase β avec les directions [101] et [112] alignées avec la direction de sollicitation présentent une activation de la plasticité précoce. Au contraire, ceux présents dans la phase β avec une direction [111] ont une activation de la plasticité plus tardive [Hémery, 2017]. La contrainte dans les nodules α_p et les lamelles α_s est donc influencée par l'orientation cristallographique de la phase β . En effet, les interactions élastiques entre les phases exercent une influence sur l'activation du glissement à proximité de l'interface [Ankem, 1982].

1.6.2. Déformation dans le domaine plastique

1.6.2.1. *Activation de la plasticité*

Dans les microstructures bimodales, les premiers événements de plasticité apparaissent dans les nodules α_p [Zhang, 2017], [Wang, 2022] [Duval, 2013]. De plus, l'activation des systèmes de glissement dépend de la compatibilité de déformation entre les phases α et β [Liu, 2020]. Pour un alliage de Ti-1023, il a été mis en évidence par des simulations numériques que les nodules α_p noyés dans la phase β alignée avec une direction [001] parallèle à la direction de sollicitation sont les premiers à présenter des traces de plasticité [Purohit, 2020]. Toutefois, il a également été montré que tous les nodules noyés dans la phase β avec une même orientation cristallographique ne présentant pas des traces de plasticité [Duval, 2013]. Ce caractère anisotrope de la déformation plastique crée une répartition hétérogène de la déformation en fonction de l'orientation cristallographique de la phase β et des incompatibilités de contrainte [Lhadi, 2020]. En effet, pour des directions [101] ou [112] de la phase β alignées avec la direction de traction, il a été montré la présence de lignes de glissement de grandes dimensions, comme le montre la Figure 1-22 [Hémery, 2017]. Au contraire, pour une direction [111], l'absence de lignes de glissement ou des lignes de glissement de petites dimensions ont été observées.

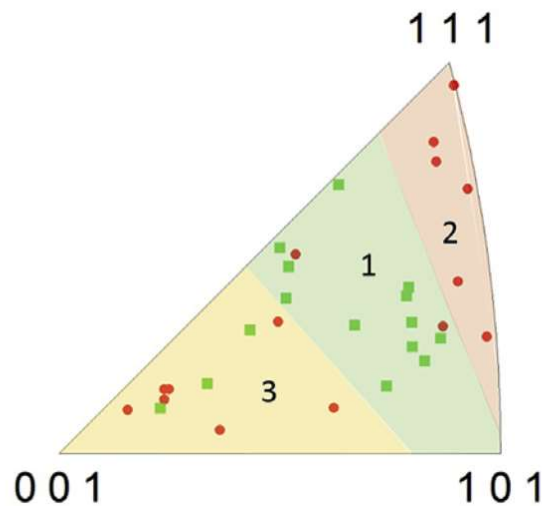


Figure 1-22 : Distribution des orientations cristallographiques des grains β suivant la direction de traction représentée sur une figure de pôle inverse. Les points verts correspondent aux grains possédant de longues traces de glissement et les points rouges ceux sans traces de glissement ou avec du glissement confiné dans les nodules [Hémery, 2017].

Les deux systèmes de glissement principalement activés au sein des nodules α_p sont les systèmes de glissement prismatique et basal pour le Ti-1023 [Lhadi, 2020]. Généralement, le système de glissement activé possède un facteur de Schmid élevé [Hémery, 2017]. Cependant, la précipitation des lamelles α_s va modifier les valeurs de cission critique [Raghunathan, 2007]. L'activation préférentielle de l'un des systèmes de glissement est notamment dépendante de la composition en aluminium des nodules α_p . Des études ont montré des traces de plasticité suivant le glissement basal pour du Ti-5553 [Hémery, 2017] [Duval, 2013]. Cependant, l'activation des premières traces de plasticité suivant le glissement basal ne peut pas être généralisée pour du Ti-1023 étant donné que sa composition chimique est différente.

Il a été constaté que l'activation des modes de déformation dans la phase β dépend essentiellement de sa stabilité, ainsi que de son anisotropie élastique. Il a été montré, par simulation numérique, que l'anisotropie élastique de la phase β favorise l'activation du système de glissement $\{112\}\langle 111\rangle$, au détriment du glissement $\{110\}\langle 111\rangle$ pour un alliage de Ti-17 avec une microstructure 100 % β [Lhadi (2), 2018]. De plus, la présence des phases ω_{ath} et ω_s dans la matrice β peut favoriser le système de glissement $\{112\}\langle 111\rangle$, au détriment du maclage ou de la transformation de phase induite sous-contrainte [Lai, 2018] [Ma, 2022]. Cependant, le Ti-1023 vieilli avec une fraction de phase β à température ambiante de 40 % ne présente pas ces phases. Les modes de déformation de la phase β sont donc dépendants de la précipitation de la phase α_s qui modifie la composition chimique de la matrice β et augmente le nombre d'interfaces entre les phases α et β . Le principal système de glissement activé dans la matrice β transformée du Ti-1023 est le système $\{112\}\langle 111\rangle$ [Lhadi, 2018].

1.6.2.2. *Transmission de la plasticité*

La déformation de la matrice β transformée se réalise par le glissement de dislocations dans les lamelles α_s [Tan, 2018], [Chen, 2021]. Plus les lamelles sont de petites dimensions et plus le développement de la plasticité dans ces dernières est difficile [Lutjering, 2007]. Il a été observé que les systèmes de glissement qui facilitent la transmission de la déformation au niveau de l'interface entre les phases α et β sont favorisés [Ambard, 2001]. Pour un alliage de Ti-5553, il a été montré que le système de glissement $\{110\}\langle 111\rangle$ est favorisé étant donné qu'il est parallèle avec le glissement basal des nodules α_p [Hémery, 2017]. Une activation du système de glissement $\{112\}\langle 111\rangle$ avec une transmission dans la phase α suivant le glissement prismatique a également été observé pour un alliage β avec une microstructure lamellaire [Li, 2018]. En effet, ces systèmes de glissement présentent un bon alignement lorsque les phases α et β respectent les relations d'orientation de Burgers.

La transmission du glissement aux interfaces entre les phases α et β , ainsi qu'au joint de grain β a donc un rôle clé dans le développement de la plasticité dans les alliages β -métastable. De nombreux auteurs se sont intéressés aux interactions entre les dislocations et les joints de grains afin de mieux comprendre les mécanismes mis en jeu. Lee et al. (1990) ont clairement fait ressortir l'existence de plusieurs réponses possibles pour des interactions au niveau de l'interface :

- Transmission dans le grain adjacent avec la formation de dislocations résiduelles;
- Absorption dans le joint de grain et glissement dans ce dernier;
- Accommodation par le joint de grain et formation d'une source de dislocations dans le joint de grain émettant dans le grain à l'origine des dislocations ou dans le grain voisin.

Ils ont également défini trois paramètres influents sur le comportement des dislocations au niveau de l'interface:

- La valeur de cission résolue des différents glissements présents dans les grains concernés,
- L'amplitude du vecteur de Burgers des dislocations résiduelles produites au niveau du joint de grain;
- La compatibilité géométrique, correspondant à l'alignement entre les systèmes de glissements entrant et sortant de l'interface;

La combinaison de ces paramètres permet de décrire la transmission ou non du glissement au grain adjacent. L'Équation 1-7 a été définie par Luster et Morris (1995) et permet de décrire l'alignement de deux systèmes de glissement en prenant en compte leur compatibilité géométrique, comme on peut le voir sur Figure 1-23 (a).

$$m' = (d_1 \times d_2) (n_1 \times n_2) \quad \text{Équation 1-7}$$

Avec n_i la normale au plan de glissement et d_i la direction de glissement, $i=1$ pour le glissement entrant et $i=2$ pour celui sortant. m' est compris entre 0 et 1. Une valeur de 1 désigne un alignement parfait des deux systèmes de glissement. La Figure 1-23 (b) montre la corrélation du coefficient d'alignement m' avec la transmission du glissement, qui a lieu lorsque la cission résolue du système de glissement dans le grain adjacent devient supérieure à sa valeur de cission critique [Hémery, 2018].

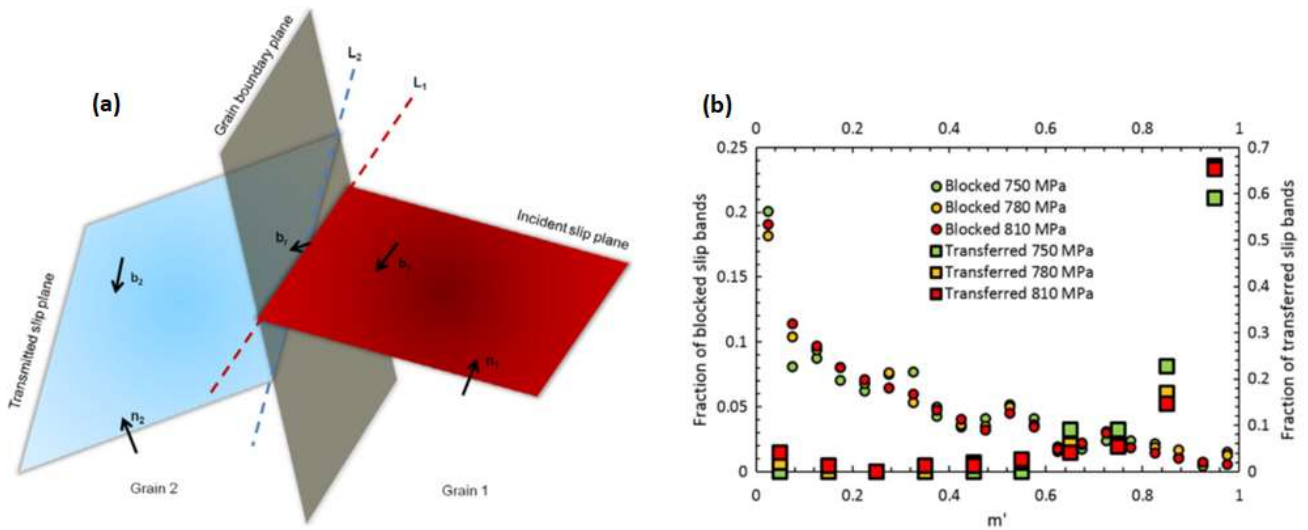


Figure 1-23 : Schéma représentant la configuration géométrique au niveau du joint de grain entre deux systèmes de glissement (a). L étant la ligne d'intersection entre le plan de glissement considéré et le joint de grain, n les normales aux plans de glissement et b les vecteurs de Burgers qui représentent la direction de glissement d [Guo, 2014].
Transmission du glissement à l'interface α/α en fonction du facteur d'alignement m' (b) [Hémery, 2018].

La transmission du glissement dépend des systèmes de glissement mis en jeu. En effet, il existe différentes directions de glissement $\langle 111 \rangle_\beta$ et $\langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$ respectant les relations d'orientation de Burgers, a_1 , a_2 et a_3 pour le plan basal de la phase α et b_1 et b_2 pour le plan $\{110\}$ de la phase β [Britton, 2015].
Suivant les directions considérées, les valeurs de désorientation entre les phases α et β seront différentes. Les directions a_1 et b_1 possèdent une désorientation proche de zéro, tandis que a_2 et b_2 ont une désorientation autour de 11° , comme présenté sur la Figure 1-24. Contrairement aux directions a_1 et a_2 , la direction a_3 n'est pas alignée avec une direction $[111]$. Cependant, une transmission des dislocations est possible entre la direction a_3 et la direction $[010]_\beta$, avec une désorientation de $5,96^\circ$, qui se décomposent, ensuite, directement en dislocations mobiles suivant les directions b_1 et b_2 [Castany, 2008].

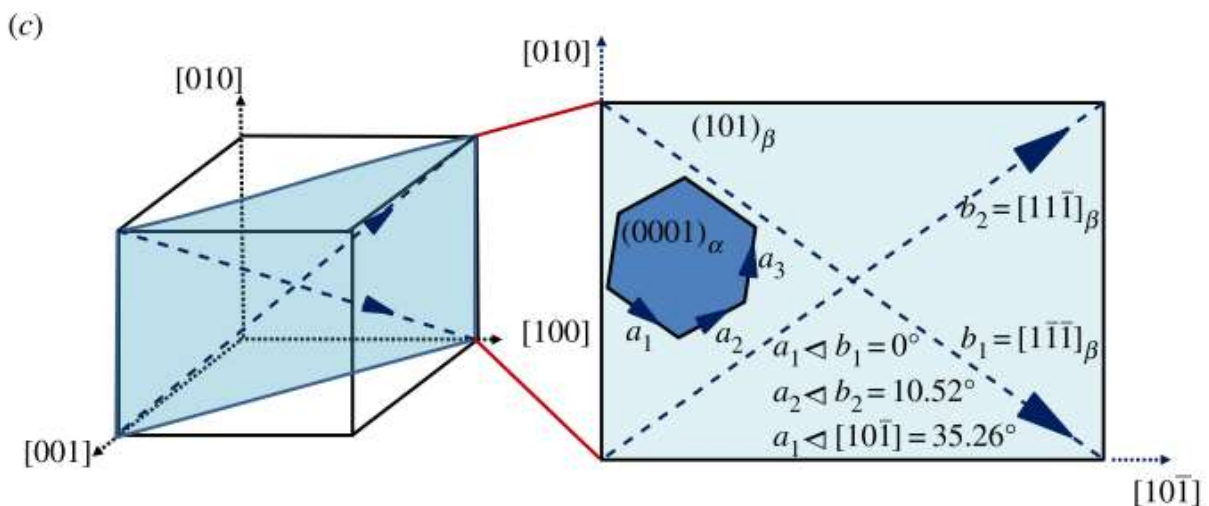


Figure 1-24 : Schéma d'une interface entre les phases α et β en relation d'orientations de Burgers, superposition des plans $(101)_\beta$ et $(0001)_\alpha$ afin de comparer la désorientation existante entre les directions a_1 , a_2 et a_3 pour la phase α et b_1 et b_2 pour la phase β [Britton, 2015].

La transmission du glissement entre les phases α et β est également possible suivant les plans $\{10\bar{1}0\}_\alpha$ et $\{112\}_\beta$ [Suri, 1999]. Les désorientations entre les directions de glissement des phases α et β influencent les valeurs de cission critique des différents systèmes de glissement [Savage, 2004]. D'après la Figure 1-25, on note que les valeurs de cission critique sont plus basses pour les glissements prismatiques.

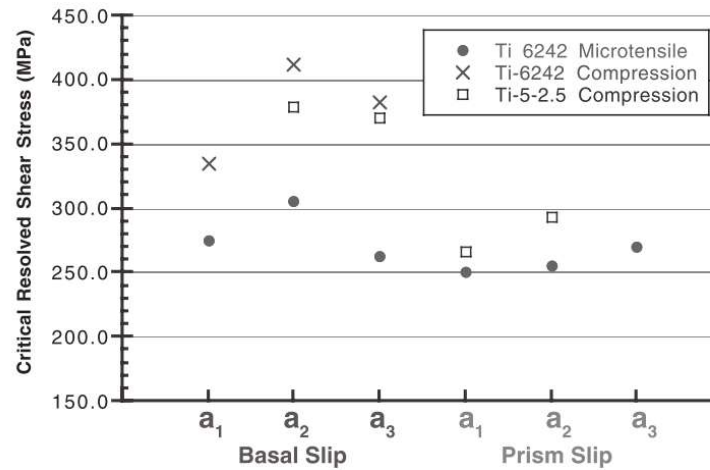


Figure 1-25 : Cission critique apparente de colonies sollicitées pour présenter du glissement selon a_1 , a_2 ou a_3 le long d'un plan basal ou prismatique [Savage, 2004]. Les différences de cission critique résultent d'une difficulté variable à transmettre le glissement à travers les interfaces entre les phases α et β .

La transmission du glissement au niveau de deux systèmes de glissement avec une désorientation élevée génère des dislocations résiduelles, qui sont responsables du durcissement structural [Lee, 1990]. De plus, lorsque la transmission des dislocations est impossible, l'empilement de ces dernières au niveau de la zone d'épingleage du glissement engendre une concentration de contraintes [Guo, 2014] [Zheng, 2018]. Le respect des relations d'orientations de Burgers est donc un point essentiel pour comprendre les mécanismes de déformation au sein des phases α et β . La présence de nodules α_p non recristallisés et respectant les relations d'orientations de Burgers entraînent une déformation plus homogène car ils permettent une transmission du glissement plus aisée, contrairement à des nodules équiaxes qui ne respectent pas systématiquement ces relations avec la phase β environnante [Chen, 2021].

1.6.3. Déformation associée à la présence de phase α_{GB}

L'influence de la phase α_{GB} sur les mécanismes de déformation a été étudiée. Pour les microstructures lamellaires, il a clairement été observé la présence de lignes de glissement dans la phase α_{GB} au niveau de joints de grains orientés à 45° de la direction de traction [Pan, 2021]. Le système de glissement prismatique a notamment pu être identifié. Des grains β de part et d'autre du joint de grain avec des orientations cristallographiques différentes constituent une configuration propice à la localisation de la déformation dans la phase α_{GB} . En effet, elle permet d'accommoder les différences de comportement mécanique entre les deux grains β [Qin, 2016]. La dimension des liserés de phase α_{GB} a un rôle important dans le développement du glissement. Dans le cas de liserés α_{GB} continus, la longueur du glissement peut-être plus grande que la taille des autres précipités et donc néfaste pour les propriétés mécaniques [Lutjering, 1998] [Foltz, 2011]. L'orientation cristallographique de la phase α_{GB} a également un rôle dans la localisation de la déformation et l'anisotropie des propriétés en traction [Sauer, 2001].

1.6.4. Mécanismes d'endommagement

Les mécanismes d'endommagement des alliages β -métastable sont détaillés afin de clarifier l'implication des phases α et β dans la rupture. Différents types de rupture ductile peuvent se produire, comme le schématise sur la Figure 1-26. Dans le scénario proposé ici, le premier mécanisme (2) consiste en une localisation macroscopique de la déformation qui engendre l'endommagement de l'éprouvette. Cet endommagement peut ensuite (3) participer d'un adoucissement apparent macroscopique et résulte de la création et la coalescence de cavités jusqu'à la rupture.

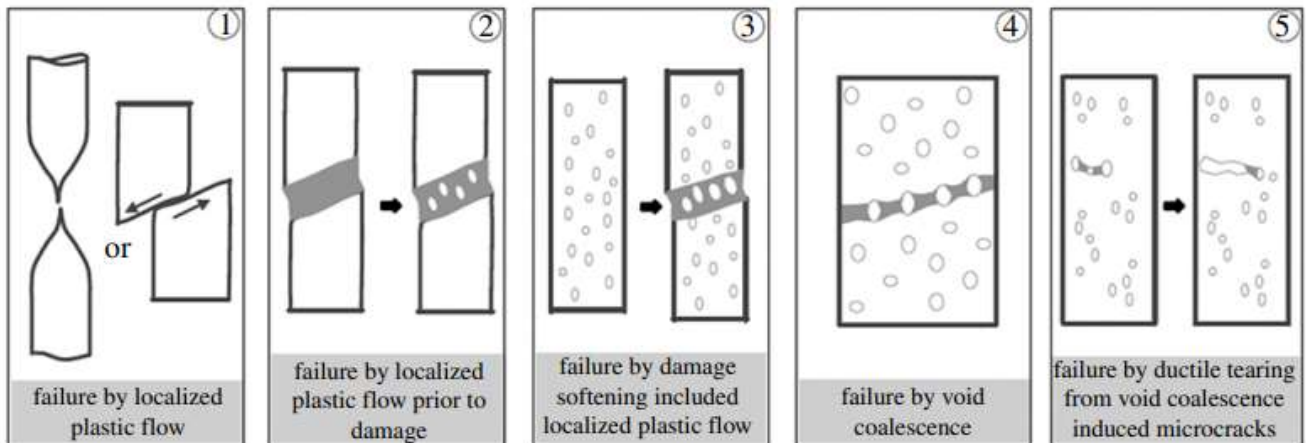


Figure 1-26 : Différents types de rupture, dépendants de la localisation de la déformation, ainsi que de l'endommagement [Tekoglu, 2015].

Deux mécanismes d'endommagement ont été identifiés pour les alliages β -métastable avec une microstructure bimodale [Clément, 2012]. Ils sont essentiellement liés à la présence de nodules et correspondent respectivement à la formation de cavités à l'interface entre les nodules α_p et la matrice β transformée, ainsi qu'à l'amorçage de fissures le long de bandes de glissement dans les nodules α_p . Les fissures se propagent ensuite au travers de la matrice β transformée par la formation de cavités à l'interface entre les lamelles α_s et la matrice β , comme illustré sur la Figure 1-27. En effet, l'endommagement d'une microstructure bimodale se réalise essentiellement à l'interface entre les phases α et β à cause des incompatibilités de déformation [Pan, 2021]. L'endommagement qui a lieu aux interfaces entre les lamelles α_s et la matrice β est affecté par l'épaisseur de la phase α_s [Shao, 2013]. Sa propagation semble facilitée le long des bandes de glissement quand les lamelles α_s sont plus épaisses.

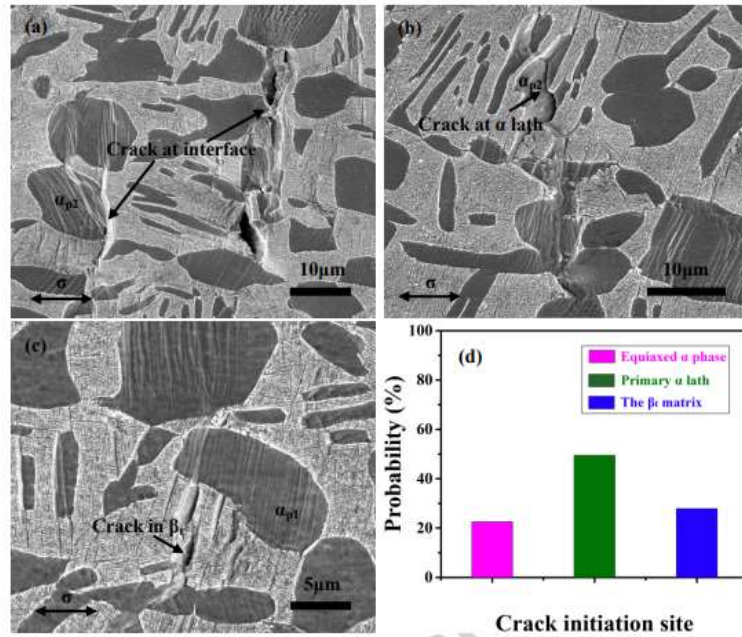


Figure 1-27 : Différents sites d'endommagement pour un alliage de TC21 (a) aux interfaces entre les phases α et β , (b) dans les lamelles α_s , (c) dans la matrice β transformée [Tan, 2018].

Le faciès de rupture couramment observé dans le cas de microstructures bimodales, pour un alliage β -métastable avec un allongement à rupture élevé, est un faciès de rupture typique d'une rupture ductile couvert de cupules [Chen, 2021]. Ce type de faciès est présenté en Figure 1-28 et une réduction de la section utile peut être observée. La présence de cavités, de nodules α_p allongés le long de la direction de traction et de lamelles α_s déformées sur les vues en coupe témoignent d'une déformation élevée. Ce mode de rupture est caractéristique d'une rupture ductile avec la germination, la croissance et la coalescence des cavités. La rupture est alors transgranulaire.

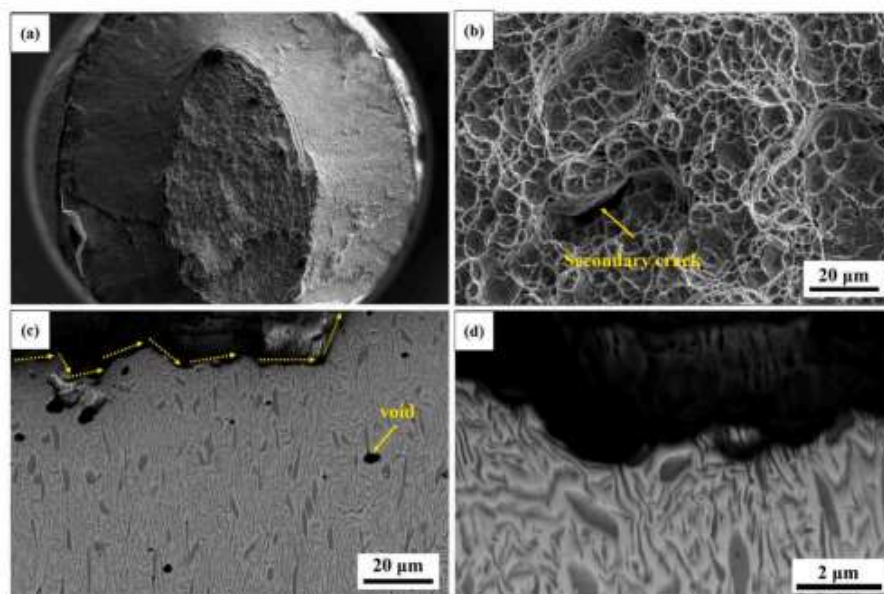


Figure 1-28 : Faciès de rupture typique d'éprouvettes avec des allongements à rupture élevés, environ 17% pour un alliage β -métastable le Ti-7Mo-3Nb-3Cr-3Al avec une microstructure bimodale, (a) et (b) faciès de rupture typique d'une rupture ductile, (c) et (d) coupe longitudinale sous le faciès [Chen, 2021].

Des ruptures planaires ont également été observées dans les alliages de titane β -métastable. Le faciès de rupture associé à ce type de rupture présente des surfaces planes avec l'absence de cupules [Opini, 2016], [Chen, 2021] [Fan, 2016]. Pour un alliage de Ti-5553 avec une microstructure bimodale, ces surfaces ont des morphologies similaires aux grains β comme le montre la Figure 1-29. Elles peuvent être liées à la présence de phase α_{GB} au joint de grain β et associé à une activité plastique limitée, ou très localisée. Il a été constaté que l'orientation morphologique des joints de grain, présentant de la phase α_{GB} , par rapport à la direction de traction a une influence sur l'allongement à rupture [Liu, 2022]. En effet, la déformation est plus localisée dans la phase α_{GB} lorsque les joints de grain sont orientés à 90° de la direction de traction et entraîne la rupture de l'éprouvette. Au contraire, lorsque la phase α_{GB} est orientée parallèlement à la direction de traction la rupture est transgranulaire et l'allongement à rupture est plus élevé. Une augmentation de l'allongement à rupture est également observée lorsque les liserés de phase α_{GB} présentent des discontinuités [Jiang, 2023] [Liu, 2022].

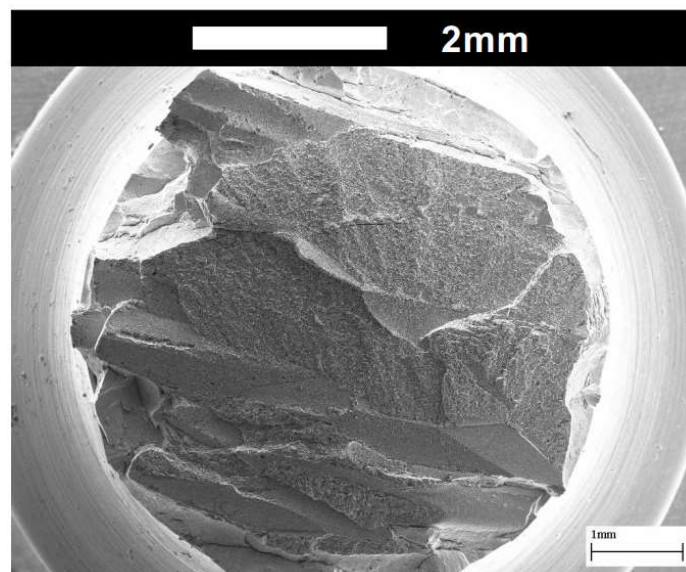


Figure 1-29 : Faciès de rupture typique d'une rupture planaire. Faciès de rupture pour un alliage de Ti-5553 avec une microstructure bimodale [Clément, 2010].

1.6.5. Synthèse

Les mécanismes de déformation et d'endommagement pour les microstructures bimodales des alliages β -métastable ont été détaillés. Une interdépendance de ces mécanismes a été observée entre les phases α et β . Il a également été mis en évidence que l'activation des premières traces de plasticité dans les nodules est influencée par l'anisotropie élastique des phases α et β . Des bandes de glissement au sein des nodules et s'étendant dans la matrice β transformée qui dépendent des relations d'orientations de Burgers ont été observées. De plus, il a été constaté que l'endommagement a lieu à l'endroit où la déformation est la plus marquée, le long de bandes de glissement ou à l'interface entre les phases α et β . L'influence néfaste de la phase α_{GB} continue au joint de grain sur l'endommagement a également été explicitée.

1.7. Origines de l'anisotropie de propriétés mécaniques en traction

Les opérations de mise en forme sont utilisées afin d'obtenir une géométrie, une microstructure et des propriétés mécaniques optimisées pour une application donnée. Les mécanismes de déformation et d'endommagement étudiés précédemment sont dépendants de la microstructure résultante de ces opérations de mise en forme. L'étape de forgeage comprend la réalisation de différentes opérations (étirages, refoulements) provoquant une modification de la microstructure, du point de vue morphologique mais également cristallographique. Ces modifications vont causer l'apparition d'une forte anisotropie de propriétés mécaniques, notamment pour les alliages de titane β -métastable, du fait de leur forte sensibilité aux traitements thermomécaniques. Cette partie a donc pour but d'étudier l'origine de ces anisotropies. Dans la suite on distinguera les deux aspects suivants :

- L'anisotropie provoquée par la texture morphologique, aussi appelée fibrage ;
- L'anisotropie due à la texture cristallographique.

D'après la Figure 1-30, les directions perpendiculaires à la direction de déformation sont nommées RD (Rolling Direction). Les directions parallèles au sens de la déformation sont appelées ND (Normal Direction). La direction TD (Transverse Direction) correspond aux directions complémentaires, perpendiculaires aux deux précédentes ND et RD.

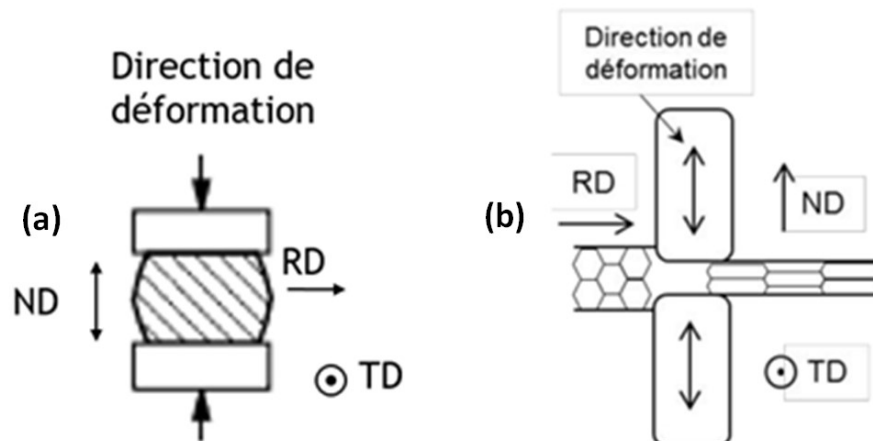


Figure 1-30 : Représentation de la déformation au cours du a) forgeage uniaxial et b) laminage.

1.7.1. Textures morphologiques

Les textures morphologiques correspondent à l'apparition d'un fibrage. Le terme de fibrage est utilisé pour décrire un allongement, perpendiculaire à la direction de déformation, des différents constituants au sein d'un matériau déformé.

Pour les alliages β métastable avec une microstructure bimodale, un fibrage des grains β peut être observé à la suite d'une mise en forme dans le domaine $\alpha+\beta$ [Duval, 2013] [Helstroffer, 2018] [Chini, 2016]. Un facteur de forme peut être calculé afin de caractériser l'allongement des grains β . Il correspond au rapport entre le diamètre des grains β parallèle à la direction de forgeage et leur longueur, perpendiculaire à cette même direction. Plus le facteur de forme est éloigné de 1 et plus les grains β sont allongés. De plus, pour des températures inférieures au transus β , les grains β ne peuvent pas recristalliser et conservent leur fibrage [Lesoult, 2012]. Cependant, ces traitements thermomécaniques peuvent également provoquer une sous-structuration des grains β [Jones, 2009]. La globularisation de la phase α dépend également de la déformation appliquée, qui doit être suffisante pour fragmenter les lamelles α_{WGB}

et α_{WI} [Lutjering, 2007]. La répartition de la déformation entre les phases α et β influence donc leur morphologie finale. En effet, plus la température est élevée et plus la phase β contribue à la déformation de façon importante, comme on peut le voir avec la Figure 1-31. Pour une température aux alentours de 900°C, les deux phases participent de façon égale à la déformation appliquée de $10^{-1}s^{-1}$ [Combres, 2016]. A cette température, la fraction des deux phases est également similaire.

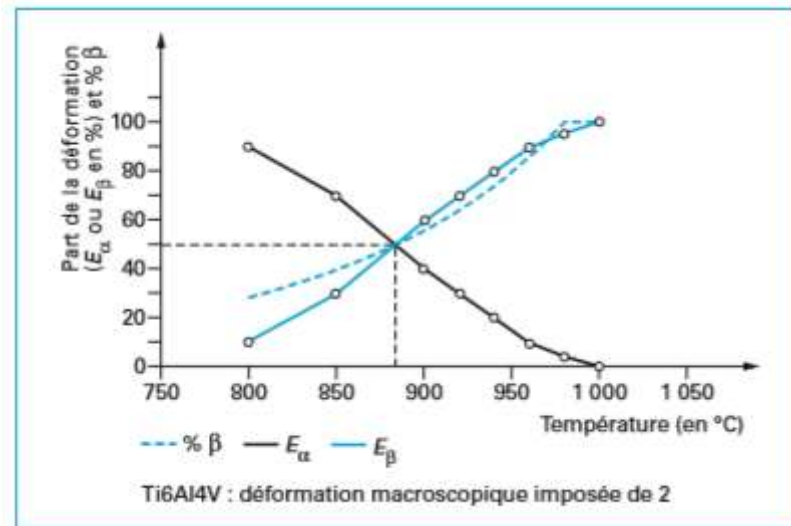


Figure 1-31 : Part de la déformation des phases α et β en fonction de la température de forgeage pour du TA6V, E_α et E_β désignent respectivement la contribution des phases α et β lors de la déformation [Combres, 2016].

L'influence de la direction de sollicitation sur les propriétés mécaniques en traction d'un alliage β -métastable, le β -CEZ, après mise en forme dans le domaine $\alpha+\beta$ a été étudiée. Il a été considéré que la direction longitudinale (L) est alignée avec le fibrage des grains β . La limite d'élasticité, la résistance mécanique et la ductilité sont plus basses pour une sollicitation à 45° de la direction L dans le Tableau 1-10. Cela a été causé par la présence de liserés de phase α_{GB} continus aux joints de grain β , ainsi que par la présence d'une texture cristallographique de la phase β qui favorise l'activation des systèmes de glissement pour une sollicitation à 45°. De plus, pour cette direction, les joints de grain β sont parallèles à la contrainte de cisaillement macroscopique maximum.

Aucune variation significative de la limite d'élasticité et de la résistance mécanique entre les directions L et ST n'est constatée. Cela montre un effet modéré des textures cristallographiques et du fibrage pour ces deux directions [Lutjering, 2007].

Tableau 1-10 : Propriétés mécaniques pour un alliage de titane β -métastable, le β -CEZ, suivant différentes directions de sollicitation. L et ST correspondant respectivement aux directions perpendiculaire et parallèle à la direction de forgeage ND [Lutjering, 2007]. La direction 45° correspond à la direction à 45° de la direction de forgeage ND.

		$\sigma_{0.2}$ (MPa)	UTS (MPa)	σ_F (MPa)	T.E. (%)	RA (%)
β Processed	L	1190	1275	1480	10	16
	45°	1145	1200	1220	2	2
	ST	1185	1280	1410	6	10

La ductilité, RA%, du β -CEZ a également été étudiée plus en détails en fonction de l'orientation morphologique des grains β sur la Figure 1-32. Les directions L, ainsi qu'à 30° et 90° de cette dernière présentent des ductilités plus élevées que celles à 45° et 60° de la direction L. Cette différence de ductilité

peut être due à une modification du libre parcours moyen des dislocations en fonction de l'orientation des grains β . Les directions ST et L présentent des distances relativement similaires, contrairement à des grains β orientés à 45° . Cependant, la propagation de l'endommagement est plus aisée pour des grains β orientés suivant la direction ST ou à 60° , ce qui explique le caractère anisotrope mis en évidence sur la Figure 1-32.

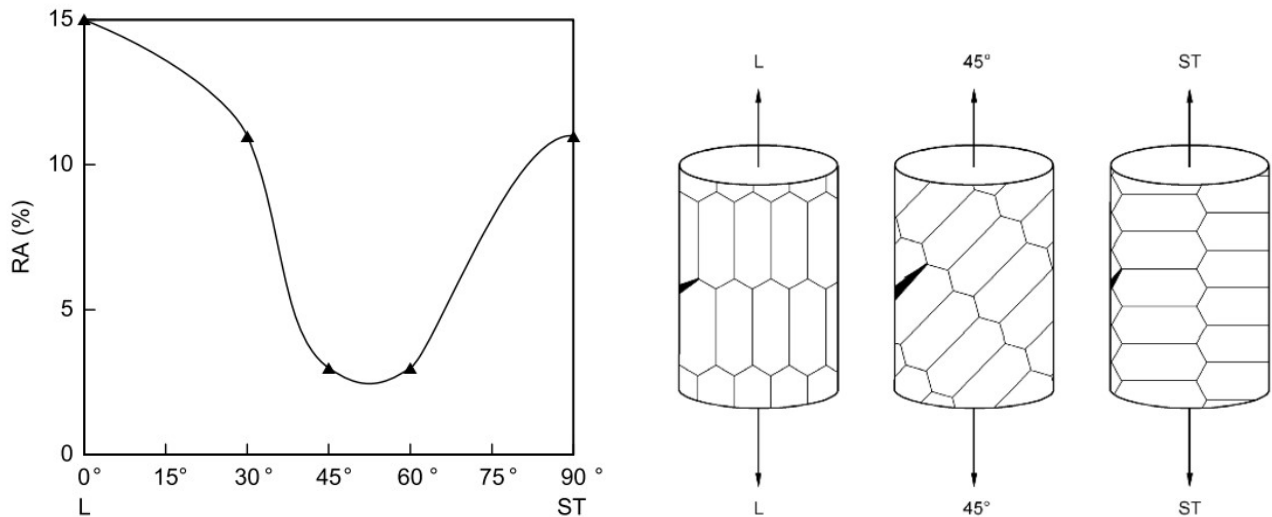


Figure 1-32 : Ductilité, RA%, en fonction de la direction de sollicitation et représentation de trois configurations montrant la direction de sollicitation en fonction de la direction d'allongement des grains β [Lutjering, 2007].

1.7.2. Textures cristallographiques

Des textures cristallographiques peuvent apparaître lors de la mise en forme. Une texture cristallographique correspond à une orientation cristallographique privilégiée des grains présents dans un polycristal. Ces textures peuvent impacter les propriétés mécaniques.

1.7.2.1. Textures cristallographiques de la phase α

Les textures cristallographiques dans la phase α ont été largement étudiées. Les moyens et les paramètres de déformation à chaud utilisés, ainsi que la texture initiale des lingots ont une influence sur celle finale [Evans, 2005] [Murty, 2014] [Le Corre, 2016]. Une synthèse des orientations cristallographiques de la phase α résultantes de différentes méthodes de mise en forme pour un alliage de TA6V est présentée sur la Figure 1-33. Deux textures, basale et transverse, sont majoritairement observées suivant les directions RD, perpendiculaires à la direction de déformation. Les grains β ont également un impact sur la texture de la phase α de par les relations d'orientations de Burgers [Raghunathan, 2007]. De plus, l'orientation cristallographique de la phase β peut influencer la déformation de la phase α , ainsi que sa globularisation qui modifie également sa texture [Roy, 2017] [Roy, 2018].

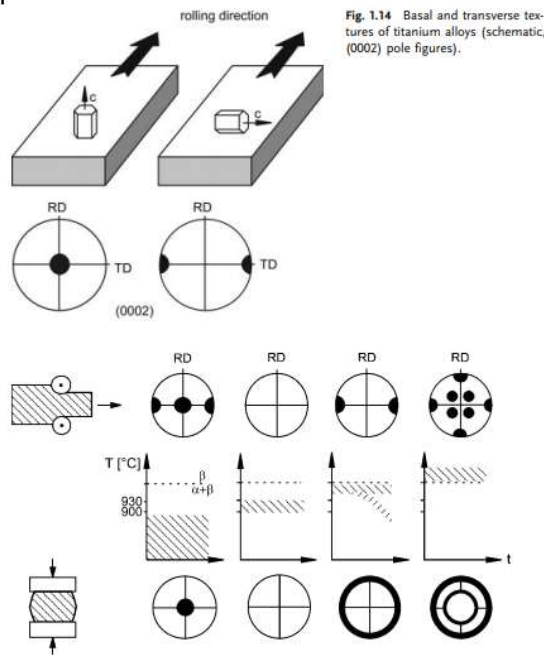
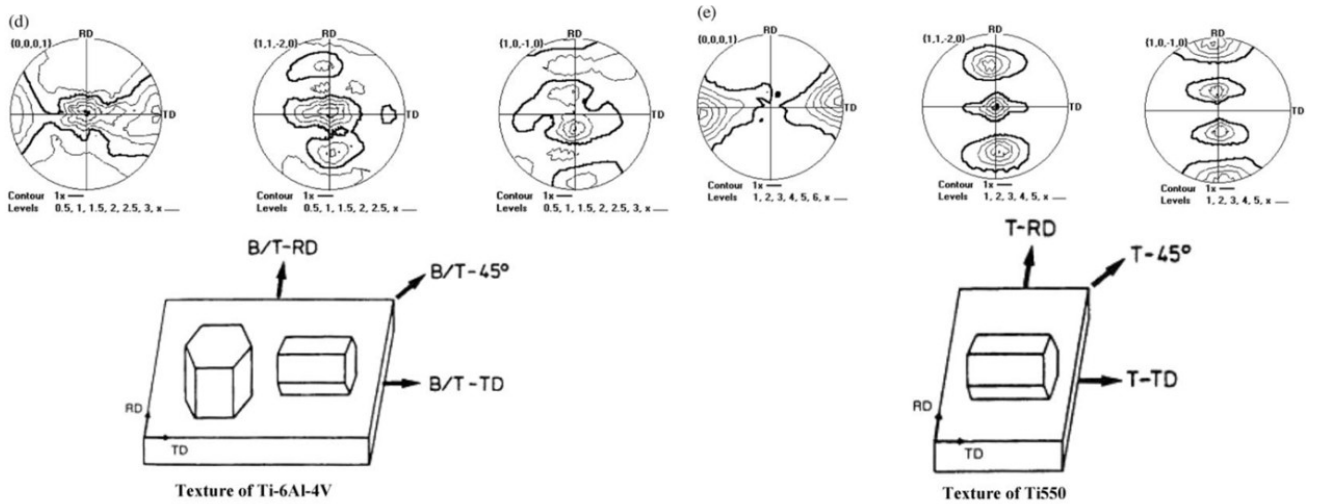


Fig. 1.14 Basal and transverse textures of titanium alloys (schematic, (0002) pole figures).

Figure 1-33 : Texture finale, représentée sur une figure de pôle (0002) dans le cas du TA6V, pour différents modes de déformation à chaud et température [Lutjering, 2007].

Les valeurs de module d'Young en fonction de la direction de prélèvement sont présentées sur la Figure 1-34 pour une étude réalisée sur du TA6V et du Ti550 avec respectivement des textures basale/transverse (B/T) et transverse (T). On remarque que la plus faible valeur de module d'Young est atteinte pour une sollicitation à 0° et la plus élevée pour une sollicitation à 90° . Ces différences de module d'Young sont dues à la texture de la phase α , ainsi qu'à son anisotropie élastique décrite précédemment. De plus, on note que le Ti-550 possède un écart de module d'Young plus élevé que le TA6V. Cela est dû à la texture plus prononcée de ce dernier, qui possède une intensité maximale de 6 contre seulement 3 pour le TA6V, visible sur les figures de pôle. Les textures cristallographiques de la phase α sont donc responsables de l'anisotropie élastique du matériau.



Material	Youngs modulus (GPa)
	Tension
6-4 0° 20 °C	118.5
6-4 45° 20 °C	121.3
6-4 90° 20 °C	125.7
550 0° 20 °C	115.3
550 45° 20 °C	117.7
550 90° 20 °C	127.3

Figure 1-34 : Figures de pôle de la phase α et schémas des orientations cristallines obtenues pour la déformation à chaud du TA6V et du Ti-550. Module d'Young du TA6V et du Ti-550 suivant différentes directions de sollicitation, les directions RD et TD correspondant respectivement aux angles à 0° et 90° de la direction de sollicitation [Evans, 2005].

La texture a également des conséquences au-delà du régime élastique. Une augmentation de la résistance mécanique du TA6V est observée, dans le Tableau 1-11, lorsque le matériau est sollicité dans la direction TD selon laquelle sont préférentiellement alignées les directions $\langle 0001 \rangle$. Une sollicitation parallèle à la direction $[0001]$ favorise les systèmes de glissement pyramidaux de première espèce de type $\langle c+a \rangle$ et le maclage. Cependant, ils présentent des cissions critiques plus élevées que le glissement de type $\langle a \rangle$. L'activation du glissement nécessite donc une contrainte appliquée plus élevée, ce qui explique la tendance observée. Cependant, pour le Ti-550, on remarque une diminution de la résistance mécanique, à 1225 MPa, pour un angle de sollicitation à 45° de la direction préférentielle $[0001]$ par rapport aux autres directions de sollicitation. Un lien peut être fait avec la forte densité d'orientations cristallines favorables au glissement basal qui a des répercussions sur le comportement macroscopique telles qu'une diminution de la résistance mécanique.

Tableau 1-11: Résistance mécanique pour deux alliages de titane, TA6V et Ti-550 suivant différentes directions de sollicitation [Evans, 2005].

Material	UTS (MPa)
	Tension
6-4 0° 20 °C	1111
6-4 45° 20 °C	1129
6-4 90° 20 °C	1196
550 0° 20 °C	1264
550 45° 20 °C	1225
550 90° 20 °C	1309

Une étude de l'influence de la texture et des caractéristiques microstructurales sur les propriétés mécaniques en traction du TA6V pour des microstructures équiaxes et bimodales est présentée sur la Figure 1-35. Elle a été réalisée par des simulations numériques suivant la méthode des éléments finis [Mayeur, 2007].

Pour la texture basale, les directions $\langle 0001 \rangle$ sont préférentiellement orientées perpendiculairement à la direction de sollicitation, la résistance mécanique résultante est donc la plus faible. La texture transverse augmente, quant à elle, la résistance mécanique, étant donné que la direction de sollicitation est parallèle aux directions $\langle 0001 \rangle$. Pour résumer, plus l'intensité de la texture transverse est élevée et plus la résistance mécanique du matériau est importante. De plus, une augmentation de la résistance mécanique avec l'augmentation de la surface d'interfaces entre les phases α et β est observée. On remarque également que l'ajout des colonies $\alpha+\beta$ entraîne une augmentation plus marquée de la résistance mécanique pour la texture transverse. Les auteurs associent cela à la présence des colonies α dont l'orientation cristallographique est en relation d'orientations de Burgers avec la phase β . La résistance mécanique est alors dépendante des systèmes de glissement mis en jeu. Pour conclure, l'orientation préférentielle des directions $\langle 0001 \rangle$ le long de la direction de sollicitation conduit à une rigidité et une limite d'élasticité élevées. Une augmentation de ces textures engendre une anisotropie de propriétés mécaniques plus marquée.

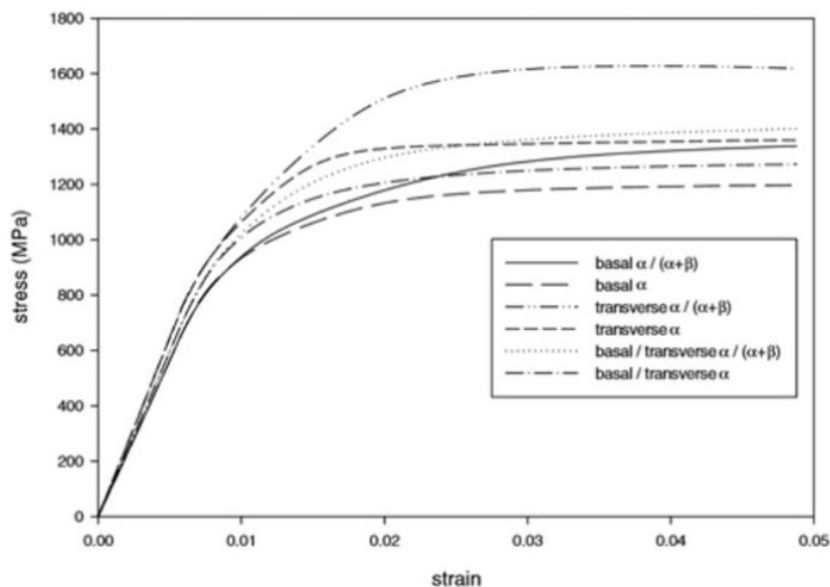


Figure 1-35 : Courbes de contrainte-déformation pour un TA6V en fonction de différentes microstructures (nodulaire ou bimodale) et textures (basal, basal/transverse et transverse) [Mayeur, 2007].

1.7.2.2. *Texture cristallographique de la phase β*

Les étapes de mise en forme peuvent également affecter les orientations cristallographiques des grains β . Les directions [001] et [111] alignées avec la direction de compression sont favorisées au cours du forgeage [Le Corre, 2016]. Cependant, le forgeage dans les domaines β et $\alpha+\beta$, ainsi que l'application de vitesses et de taux de déformation élevées entraînent une diminution du caractère préférentiel de la direction [001] avec la direction de forgeage, contrairement à la direction [111] [Chaussy, 1996] [Yang, 2010] [Zhan, 2016]. La texture de la phase β est également dépendante de la température de déformation. En effet, les textures sont moins marquées lorsque la température et le taux de déformation diminuent [Fan, 2013][Chen, 2015]. La température conditionne les fractions de phases α et β , entraînant différentes distributions et mécanismes de déformation et donc différentes textures résultantes [Meng, 2019]. Une accumulation des dislocations dans le système de glissement $\{110\}\langle 111\rangle$ entraîne un alignement de la direction [111] suivant la direction de compression. Au contraire, l'activation du système de glissement $\{112\}\langle 111\rangle$ favorise un alignement des directions [111] et [001] [Chaussy (2), 1996] [Toge, 1998]. Ce système de glissement est plus facilement activé lorsque la fraction de phase α augmente. Cependant, la texture de la phase β est faible pour du Ti-1023 forgé dans le domaine $\alpha+\beta$, comme le montre la Figure 1-36 [Lhadi, 2020] [Purohit, 2021] [Raghunathan, 2008]. De plus, peu d'études ont pris en compte la distribution spatiale des orientations cristallographiques de la phase β dans les pièces forgées notamment du fait de leur taille millimétrique pouvant limiter les moyens de caractérisation à disposition.

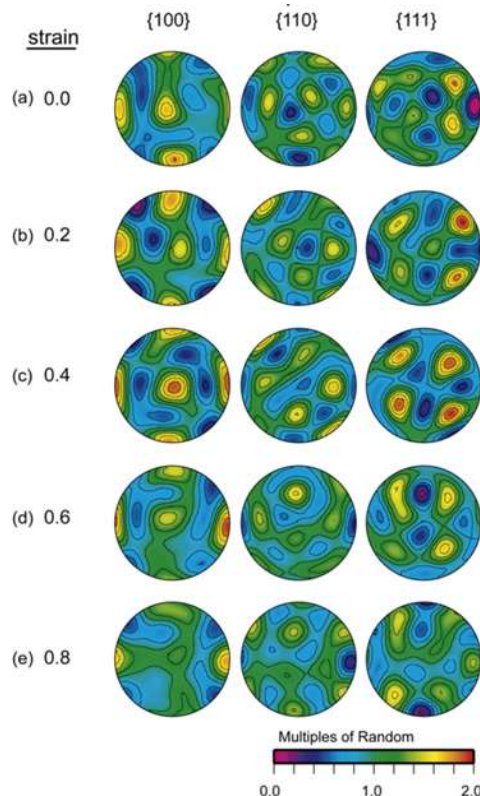


Figure 1-36 : Distribution des orientations cristallographiques de la phase β représentée sur des figures de pôles $\{100\}$, $\{110\}$ et $\{111\}$ en fonction de la déformation pour un alliage de Ti-1023, le pôle nord représente la direction de forgeage en $\alpha+\beta$ [Raghunathan, 2008].

Le comportement élastique du Ti-5553 forgé en $\alpha+\beta$ est dépendant de la probabilité d'avoir des directions rigides, telles que [111] et [110], alignées avec la direction de sollicitation [Helstroffer, 2018]. De plus, les grains β avec une direction [110] suivant la direction de traction semblent participer à l'amorçage des fissures en fatigue du Ti-5553 [Duval, 2013] [Helstroffer, 2018]. Une anisotropie des propriétés

mécaniques du Ti-5553 a également été observée [Manda, 2015]. Une différence de 176 MPa pour la limite d'élasticité entre la direction transverse et radiale est constatée. Cette anisotropie de la limite d'élasticité semble être liée aux textures cristallographiques [Dieter, 1988]. On peut noter que peu d'études ont porté sur l'influence des orientations cristallographiques des grains β sur les propriétés mécaniques.

1.7.3. Synthèse

Pour conclure, les traitements thermomécaniques réalisés dans le domaine $\alpha+\beta$ sur les alliages de titane β -métastable dans le but d'obtenir une microstructure bimodale et une géométrie souhaitée sont à l'origine de textures cristallographiques des phases α et β , ainsi que du fibrage des grains β . Cela entraîne une anisotropie du comportement mécanique de ces alliages, notamment par rapport à l'allongement à rupture. Wu et Koo (1997) ont défini un coefficient d'anisotropie d'allongement à rupture, qui permet de quantifier cette anisotropie [Wu, 1997]. Ce coefficient est déterminé avec l'Équation 1-8. Il varie de 0 à 1, avec 0 pour un matériau isotrope et 1 pour un matériau où l'allongement à rupture de la direction de forgeage (TD) est négligeable devant celui de la direction perpendiculaire au forgeage (RD). Dans le cas du Ti-5553 et pour les conditions considérées, ce coefficient se situe entre 0,4 et 0,5 [Helstroffer, 2018], [Duval, 2013].

$$\sigma = \frac{A(\%RD) - A(\%TD)}{A(\%RD) + A(\%TD)} \quad \text{Équation 1-8}$$

1.8. Propriétés en traction et leur variabilité en relation avec les dimensions des éprouvettes

De nombreuses études se tournent vers la compréhension de la dispersion des propriétés mécaniques, notamment en lien avec la réduction des dimensions des éprouvettes [Mogielnicki, 2016]. En effet, la question de la miniaturisation des objets constitue actuellement un centre d'intérêt majeur, notamment avec le développement de la microélectronique et de la micromécanique. L'influence des dimensions des échantillons est étudiée sur un nombre très limité de cristaux, tels que les analyses sur micro-pilliers ou de nano-indentation [Shahbeyk, 2019], [Sun, 2011], [Voyiadjis, 2017]. Cependant, cette étude est considérée d'un point de vue plutôt macroscopique. L'objectif est de rendre compte des effets de dispersions plus représentatifs des conditions d'usage sur des composants mécaniques de grandes dimensions.

Deux paramètres ont été identifiés comme responsables des effets de dimension sur les propriétés mécaniques [Vollertsen, 2008], [Cai, 2021] :

- Les effets intrinsèques à la microstructure, liés à la taille de grain, aux textures ;
- Les effets extrinsèques liés à la géométrie des éprouvettes.

Pour un matériau présentant une anisotropie de propriétés en traction, les dimensions des éprouvettes ont un impact non négligeable sur la répartition de la déformation et le comportement mécanique [Mogielnicki, 2016]. Etudier l'influence des dimensions des éprouvettes en relation avec la taille des grains sur les propriétés mécaniques a conduit à considérer le ratio entre la section utile et la taille de grains [Janssen, 2006]. En effet, une différence entre le comportement uniforme et lors de la striction du matériau peut être observée avec la variation de ce ratio [Yuan, 2012]. La majorité des études a été réalisée avec d'autres classes de matériaux que les alliages β -métastable, comme nous le verrons par la suite. Pourtant, cette étude présente un réel intérêt pour les alliages β -métastable, au regard de la taille millimétrique des grains β .

1.8.1. Dimensions des éprouvettes et résistance mécanique

Trois régimes de comportement mécanique différents peuvent être identifiés, comme illustré sur la Figure 1-37 [Keller, 2011]. Pour un rapport entre l'épaisseur de l'éprouvette et la taille des grains, t/d , inférieur à 1, il n'y a pas de tendance marquée avec la diminution de l'épaisseur de l'échantillon. Cette configuration équivaut à la sollicitation d'un monocristal. Les modes de déformation et les mécanismes d'endommagement dépendent de l'orientation cristallographique du grain et peuvent être modifiés en fonction de l'épaisseur de l'éprouvette [Shahbeyk, 2019].

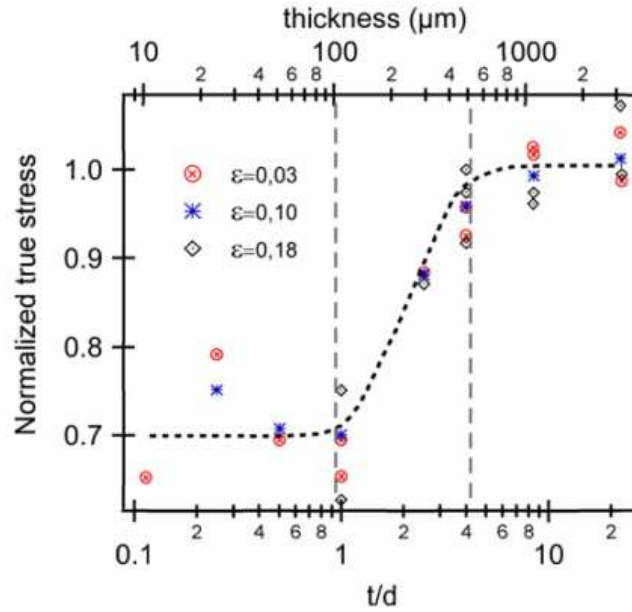


Figure 1-37 : Contrainte d'écoulement en fonction du rapport (t/d) avec d = 100 μm pour différents niveaux de déformation pour du nickel de haute pureté [Keller, 2011].

Pour un rapport t/d supérieur à 1 mais inférieur à une valeur seuil, λ, une augmentation de la limite d'élasticité est observée avec l'augmentation de l'épaisseur des éprouvettes sur la Figure 1-37. Kohyama et al. (1991) définissent l'Équation 1-9 qui décrit ce régime de comportement [Kohyama, 1991].

$$\sigma_y(m) = \sigma_y(b) - \alpha \left(\frac{1}{t} - \frac{1}{t_c} \right) k_y d^{1/2}, \quad \text{Équation 1-9}$$

où $\sigma_y(b)$ est la limite d'élasticité du matériau, t l'épaisseur de l'éprouvette, t_c une épaisseur critique, d est la taille moyenne des grains, k_y est la constante de Hall-Petch et α est leur facteur de forme.

Toutefois, la relation entre le rapport t/d et les propriétés mécaniques dépend de la microstructure. En effet, la diminution du rapport t/d entraîne une augmentation de l'influence de l'orientation cristallographique des grains sur les propriétés mécaniques et donc de la dispersion [Fulop, 2006] [Richelsen, 2001] [Klein, 2001][Chan, 2011]. De plus, une diminution des interactions entre les grains peut être observée avec une diminution du rapport t/d, comme le montre la Figure 1-38. Ces interactions dépendent des modes de déformation activés dans chacun des grains et sont très sensibles à la taille des grains [Miyazaki, 1979].

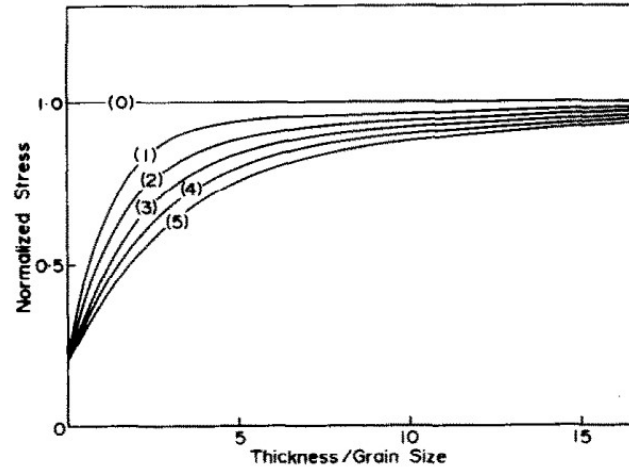


Figure 1-38 : Contraintes d'écoulement en fonction du nombre de grain (entre parenthèse) et du rapport entre l'épaisseur de l'éprouvette et la taille de grain pour des polycristaux d'Al , de Cu, de Cu-13%Al et de Fe [Miyazaki, 1979].

Cette diminution des interactions entre les grains avec la réduction du rapport t/d est également liée à une augmentation des effets de surface libre, comme illustré sur la Figure 1-39 [Liu, 2017] [Kals, 2000] [Fulop, 2006]. En effet, l'augmentation de la fraction volumique des grains interceptant la surface peut entraîner une diminution de la limite d'élasticité [Suh, 2010] [Raulea, 2001]. Des résultats similaires ont été obtenus pour du titane commercialement pur, en considérant à la fois les effets de surface libre et de la fraction de joints de grain [Daming, 2017]. L'impact de la surface libre a également été étudié par simulations numériques [Pilvin, 1998] [Sauzay et Gilormini, 1999] [Liu, 2017] [Barbe, 2001]. Il a été montré, dans le cas d'une déformation homogène, que les contraintes d'écoulement sont plus faibles en surface mais que la déformation plastique est plus élevée [Barbe, 2001]. Le développement de la plasticité est plus libre en surface. Il a également été constaté que le voisinage d'un grain est plus important que les effets de surface.

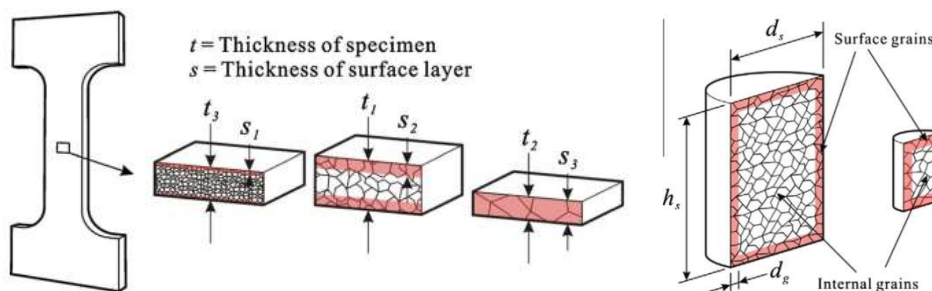


Figure 1-39 : Fraction volumique des grains interceptant la surface en fonction des dimensions des éprouvettes [Chan, 2011] et [Chan (2), 2011].

Pour un rapport t/d supérieur à la valeur seuil, λ , l'augmentation des dimensions des éprouvettes a un effet négligeable sur la résistance mécanique [Koyama, 1991] [Miyazaki, 1979][Yuan, 2012][Yang, 2013][Delmar, 1974] [Masete, 2018] [Han, 2009] [Strnadel and Brumek, 2013], [Zhao, 2009]. En effet, une diminution de la dépendance de la résistance mécanique au rapport D/d avec l'augmentation du diamètre des fils de cuivre pour différentes tailles de grain est observée sur la Figure 1-40.

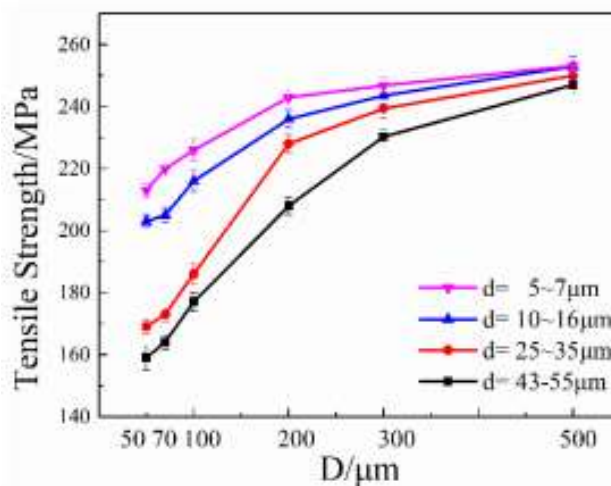


Figure 1-40 : Résistance mécanique en fonction du diamètre des fils de cuivre pour différentes tailles de grain [Hou, 2020].

De plus, une diminution de la dispersion avec l'augmentation des dimensions des éprouvettes a également été observée et est présentée sur la Figure 1-41 [Morquio, 2004]. Une convergence des valeurs de résistance mécanique est également mise en évidence. Cependant, dans cette étude aucune information microstructurale n'est fournie.

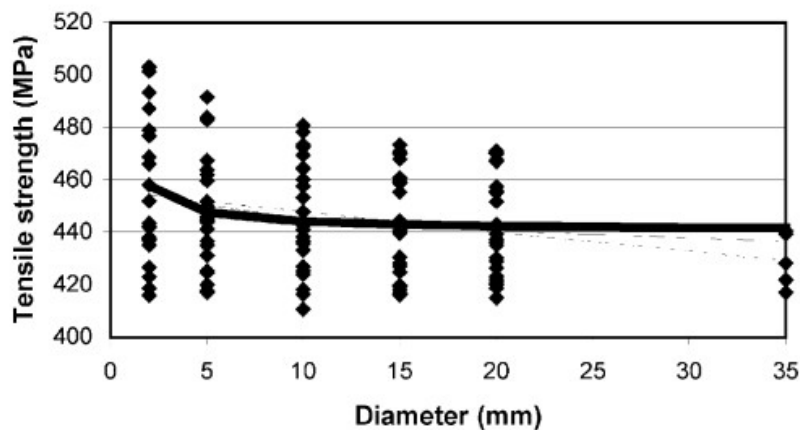


Figure 1-41 : Résistance mécanique en fonction du diamètre des éprouvettes en acier, avec en moyenne 25 éprouvettes par diamètre testé [Morquio, 2004].

1.8.2. Dimensions des éprouvettes et allongement à rupture

Des études ont montré une forte dépendance de l'allongement à rupture aux dimensions des éprouvettes [Yuan, 2012] [Zhao, 2008] [Morquio, 2004]. Il a notamment été montré que l'allongement uniformément réparti ne varie pas en fonction des dimensions des éprouvettes contrairement à l'allongement à rupture pour un acier de structure [Yuan, 2012]. Cependant, pour des éprouvettes de grandes dimensions, une convergence des valeurs d'allongement à rupture est constatée avec l'augmentation des dimensions des éprouvettes. Ces observations peuvent être liées à la répartition de la déformation, comme montré en Figure 1-42. Une striction localisée, associée à une rupture induite par cisaillement peut être constatée pour une éprouvette avec une faible épaisseur. Plus l'épaisseur augmente et plus la striction est diffuse et entraîne une réduction de la section utile [Zhao, 2008], [Mikkelsen, 1999].

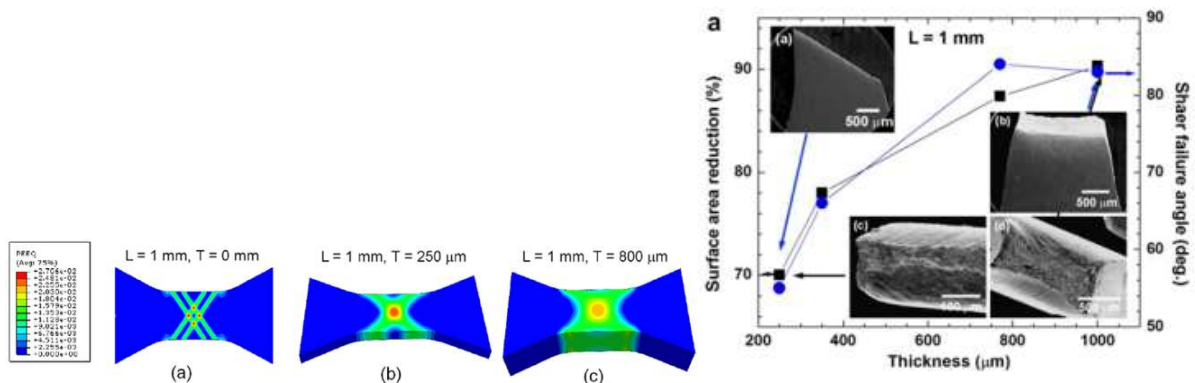


Figure 1-42 : Simulations numériques représentant la variation de l'épaisseur d'une éprouvette plate sur la répartition de la déformation. Micrographies montrant la morphologie des faciès de rupture suivant l'épaisseur des éprouvettes de Ti-6Al [Zhao, 2008].

L'influence du volume sollicité a été étudiée pour des éprouvettes homothétiques afin d'écarter les effets géométriques. Une augmentation de l'allongement à rupture avec l'augmentation du diamètre des éprouvettes, jusqu'à un maximum d'environ 15 mm, suivi d'une diminution est observée sur la Figure 1-43 [Morquio, 2004]. Cependant, peu de détails sont donnés à propos de cet effet et en particulier concernant la microstructure de l'acier étudié.

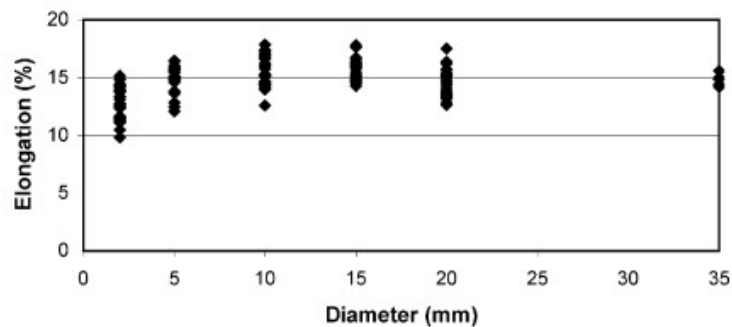


Figure 1-43 : Allongement à rupture en fonction du diamètre des éprouvettes en acier. 25 éprouvettes en moyenne ont été testées pour les différents diamètres [Morquio, 2004].

Il a été montré, pour un acier inoxydable duplex, que la variabilité d'allongement à rupture peut être liée aux hétérogénéités du matériau et semble être dépendante de l'amorçage des fissures [Besson, 2000]. Cette dispersion est réduite lorsque les dimensions de l'éprouvette augmentent. En effet, la propagation de l'endommagement et la redistribution des contraintes sont dépendantes des dimensions des éprouvettes [Besson, 2000]. Toutefois, une augmentation de la probabilité de trouver un point faible qui engendre la rupture prématurée du matériau a également été observée. En effet, les valeurs minimales d'allongement à rupture ne sont pas modifiées avec l'augmentation du volume sollicité [Devilliers-Guerville, 1997]. Cette probabilité de trouver un point faible a été modélisée en utilisant la théorie de Weibull [Bernauer, 1999], [Strnadel, 2013], [Morquio, 2004], [Clément, 2010].

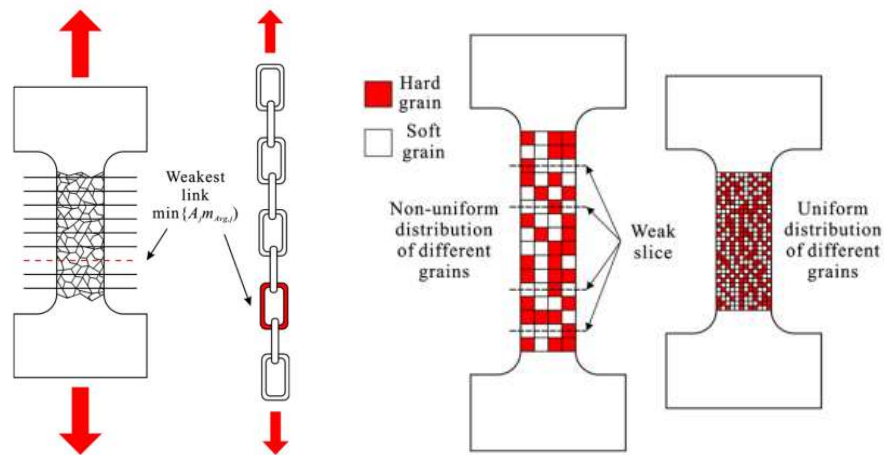


Figure 1-44 : Répartition des hétérogénéités en fonction des dimensions des éprouvettes [Chan, 2012].

1.8.3. Synthèse

Les dimensions des éprouvettes ont donc bien une influence sur les propriétés mécaniques, notamment pour des matériaux présentant des hétérogénéités microstructurales. Toutefois, des désaccords existent concernant l'influence des dimensions des éprouvettes sur les propriétés mécaniques. Comme vu précédemment, l'augmentation du volume sollicité peut accroître la probabilité de trouver un point faible. Cependant, cela peut également entraîner une diminution de l'influence des hétérogénéités microstructurales sur le comportement mécanique du matériau, comme illustré en Figure 1-44. En effet, une distribution uniforme des hétérogénéités peut être observée à partir d'un certain volume, cela est lié à la notion de volume élémentaire représentatif (VER) [Hill, 1963].

1.9. Conclusion

Ce chapitre bibliographique a introduit les informations nécessaires pour aborder la suite de ce manuscrit centré sur la compréhension de l'anisotropie et la variabilité des propriétés en traction du Ti-1023. Il a été montré l'influence de la fraction surfacique et de la morphologie des différents éléments microstructuraux sur le comportement mécanique macroscopique du Ti-1023. Les mécanismes de déformation et d'endommagement ont également été considérés pour les alliages β -métastable. Ils sont relativement bien détaillés pour la microstructure interne au grain β . Il a notamment été observé une interdépendance de ces derniers entre les phases α et β . Cependant, il n'existe pas d'étude complète concernant l'implication des grains β dans les mécanismes de déformation et d'endommagement pour un alliage β -métastable sollicité en traction. Les contributions respectives des textures morphologiques et cristallographiques sur ces mécanismes n'ont également pas été clairement identifiées bien qu'un effet notable soit avéré.

L'origine des textures morphologiques et cristallographiques dans les alliages β -métastable a été explicitée. En particulier, ces textures ont un rôle important sur l'anisotropie des propriétés mécaniques. Cependant, une différenciation de leur impact sur les propriétés mécaniques n'est pas claire.

Enfin, un état de l'art de l'influence de la géométrie et du volume sollicité des éprouvettes sur la variabilité des propriétés mécaniques a été réalisé. Il montre clairement une variation des propriétés mécaniques en fonction des dimensions des éprouvettes avec une homogénéisation pour des volumes sollicités suffisamment grands. Cependant, les études ne concernent presque que des métaux purs. Des questions se posent donc quant à l'influence des dimensions des éprouvettes pour des alliages de titane β -métastable avec des microstructures complexes constituées de plusieurs phases avec des grains β de taille millimétrique.

Chapitre 2.

Matériaux d'étude et techniques expérimentales

2.1. Introduction

Afin de comprendre l'anisotropie et la variabilité des propriétés mécaniques en traction du Ti-1023, ce travail de thèse s'est donc focalisé sur l'implication des grains β et l'impact respectif de leurs textures morphologiques et cristallographiques sur les mécanismes de déformation et d'endommagement. De plus, l'influence des dimensions des éprouvettes sur la variabilité des propriétés mécaniques a également été considérée dans cette étude, étant donné la taille millimétrique grains β . Différents essais de traction et méthodes d'analyse ont donc été mis en place afin de mener à bien ce travail de thèse. L'objectif de ce chapitre est d'introduire l'ensemble des techniques et méthodes utilisées.

Dans un premier temps, il présente les matériaux utilisés, ainsi que les traitements thermiques appliqués dans le but de reproduire au mieux les conditions industrielles en laboratoire. Afin de caractériser les propriétés en traction du Ti-1023 et leur anisotropie, plusieurs directions de prélèvement ont été utilisées. Cette démarche permettra l'étude du rôle de la phase β sur les propriétés mécaniques et les mécanismes de déformation et d'endommagement. Des éprouvettes de différentes dimensions ont également été prélevées afin d'analyser leur impact sur les propriétés mécaniques et les différents mécanismes. Ces prélèvements sont détaillés dans ce chapitre.

Les différentes techniques expérimentales utilisées seront ensuite décrites. Des éprouvettes prélevées selon différentes directions de prélèvement et différentes dimensions ont été sollicitées en traction à température ambiante. La répartition de la déformation a été étudiée par corrélation d'images réalisées au microscope optique. Des analyses EBSD étendues ont été effectuées afin de déterminer les orientations cristallographiques et morphologiques des grains β . Des observations au microscope électronique à balayage ont permis d'identifier les différents mécanismes d'endommagement. Des reconstructions 3D au microscope optique, ainsi que de la tomographie des rayons X ont été réalisées sur des éprouvettes déformées ou rompues afin de compléter l'étude des mécanismes d'endommagement.

2.2. Matériaux étudiés

Différents lots de matière ont été fournis par Aubert & Duval et Timet Savoie :

- Timet Savoie a fourni deux billettes de diamètre 280 et 125 mm dans un état brut de forge qui ont subi des traitements thermomécaniques différents et proviennent de deux coulées différentes. Les éprouvettes prélevées dans ces billettes ont été traitées thermiquement, mises en solution et vieilles, afin d'obtenir des microstructures proches des conditions d'usage. Une étude de l'impact de la microstructure à l'échelle des grains β sur les propriétés en traction a ainsi pu être réalisée.
- La matière fournie par Aubert & Duval, dans un état microstructural identique à celui employé industriellement, a été utilisée afin d'étudier l'influence du volume sollicité sur les propriétés en traction.

2.2.1. Billettes de diamètre 280 et 125 mm fournies par Timet Savoie

Les deux billettes de diamètres 280 et 125 mm sont présentées sur la Figure 2-1. Un repère a été défini afin d'identifier les différentes directions de prélèvement. La direction longitudinale, notée L, est parallèle à l'axe de la billette, qui est perpendiculaire à la direction de forgeage. La direction radiale, notée R, est alignée avec le rayon de la billette et la direction transverse, notée T, est orthogonale aux deux autres.

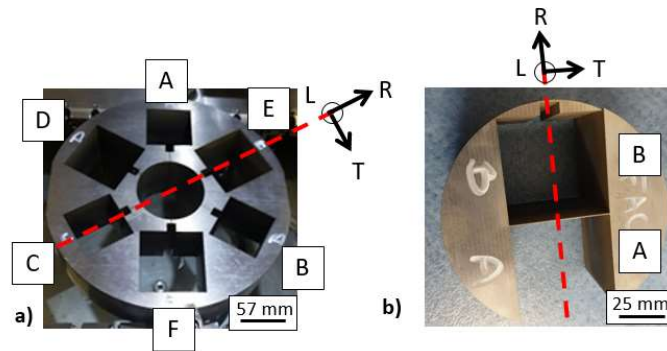


Figure 2-1 : Billettes après le prélèvement des blocs pour leur mise en solution, fournies par Timet Savoie, de diamètre 280 mm (a) et 125 mm (b). Définition d'un repère pour chacune des billettes. La direction longitudinale (L) est parallèle à l'axe de la billette et perpendiculaire à la direction de forgeage. La direction radiale (R) correspond au rayon de la billette et la direction transverse (T) est orthogonale aux deux autres. Une identification des blocs de matière prélevés dans les deux billettes est également réalisée par des lettres.

La composition chimique, en % massique, des deux billettes est donnée dans le Tableau 2-1. Trois éléments d'alliages principaux sont présents dans le Ti-1023. Le vanadium (V) et le fer (Fe), avec respectivement un pourcentage massique nominal de 10% et 2%, sont deux éléments bétagènes. L'aluminium (Al) avec une teneur massique nominale de 3% est quant à lui un élément alphagène. L'oxygène est également présent avec un pourcentage massique nominal de 0,1%. Les autres éléments sont en proportions relativement faibles.

Tableau 2-1 : Composition chimique des deux billettes étudiées.

Eléments	Al	Fe	V	O	C et N
Composition (% massique) Billette 280 mm	3,08	1,93	9,65	0,11	Traces
Composition (% massique) Billette 125 mm	3,06	1,91	9,49	0,09	Traces

La gamme de traitements thermomécaniques réalisée sur les deux billettes est schématisée sur la Figure 2-2. Les billettes ont subi des traitements d'homogénéisation, de recristallisation et de déformation dans le domaine $\alpha+\beta$ à 750°C, comme décrit sur la Figure 2-2. Dans cette étude, on cherche à se focaliser essentiellement sur l'influence des textures morphologiques et cristallographiques des grains β . Des traitements thermiques similaires ont donc été réalisés afin d'obtenir des populations de précipités α identiques. L'intégralité des traitements thermiques a été réalisée dans un four Nabertherm 1200.

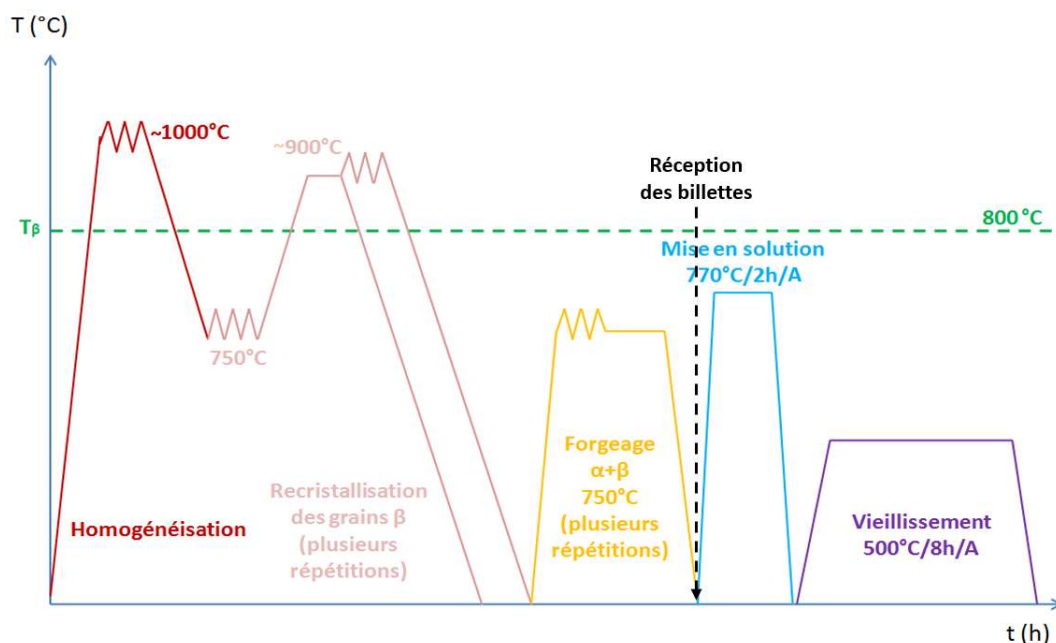


Figure 2-2 : Représentation schématique des traitements thermomécaniques réalisés sur les deux billettes, qui ont subi des déformations différentes. Les étapes de mise en solution et de vieillissement ont été réalisées après réception.

2.2.1.1. *Mise en solution*

Dans un premier temps, un prélèvement de blocs, par électroérosion, a été effectué afin de réaliser le traitement de mise en solution. Pour la billette de diamètre 280 mm, des blocs de dimensions 70x70x70 mm et 57x57x70 mm ont été prélevés à mi-rayon afin d'optimiser le volume de matière disponible tout en conservant une massivité suffisante pour leur refroidissement proches de la pratique industrielle. Les blocs ont été identifiés par des lettres de A à F, comme illustré sur la Figure 2-1 (a). Les lettres A, B et C correspondent aux blocs de dimensions 57x57x70 mm. Les lettres D, E et F correspondent à ceux de dimensions 70x70x70 mm. Pour la billette de diamètre 125 mm, uniquement des blocs de dimensions 57x57x70 mm ont été prélevés, comme le montre la Figure 2-1 (b). Ces blocs ont été identifiés par des lettres de A à D. Les blocs C et D ont été prélevés en continuité des blocs A et B.

Les traitements de mise en solution ont été suivis à l'aide d'un thermocouple introduit à l'intérieur des blocs par un trou de perçage. L'enregistreur DAS40-2 avec une fréquence d'acquisition de 5 s a été utilisé pour suivre l'évolution de la température. Les courbes de suivi obtenues sont présentées sur la Figure 2-3. Le traitement appliqué correspond à un enfournement à 770°C et un maintien pendant 2h. Les blocs ont été traités chacun leur tour afin d'assurer une bonne homogénéité thermique dans le four. Cette étape est suivie d'un refroidissement à l'air dont la vitesse est similaire à celle utilisée industriellement, entre 50 et 60°C/min.

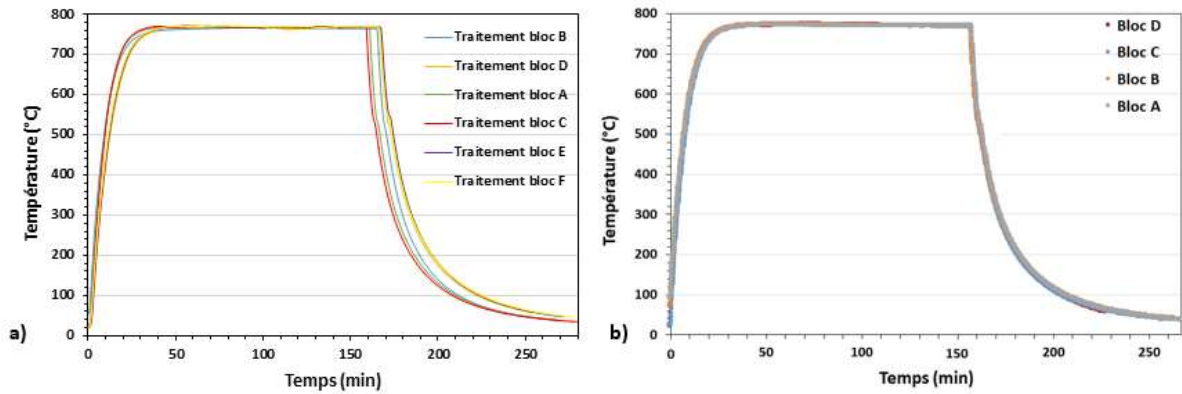


Figure 2-3 : Température de mise en solution, mesurée avec un thermocouple à l'intérieur des blocs provenant des billettes de diamètre 280 mm (a) et 125 mm (b) en fonction du temps.

2.2.1.2. Vieillessement

Pour le vieillissement, des ébauches cylindriques d'une longueur de 57 mm et d'un diamètre de 13 mm ont été prélevées par électroérosion, comme le montre la Figure 2-4. Elles ont ensuite été traitées thermiquement quatre par quatre avec un enfournement à température ambiante. Pour des températures allant de la température ambiante jusqu'à 250°C, la vitesse de montée en température a été fixée à 6°C/min. Puis une vitesse de 3°C/min a été appliquée pour passer de 250°C à 450°C. Pour finir, une vitesse de 1°C/min a été fixée pour atteindre les 500°C. Cette température est maintenue pendant 8h puis un refroidissement à l'air est appliqué. La température a été mesurée par un thermocouple introduit au centre d'un échantillon témoin de dimensions similaires aux ébauches. Les courbes de suivi sont présentées sur la Figure 2-4 (c). Ces ébauches vieilles ont par la suite été usinées afin d'obtenir des éprouvettes cylindriques pour la réalisation des essais de traction.

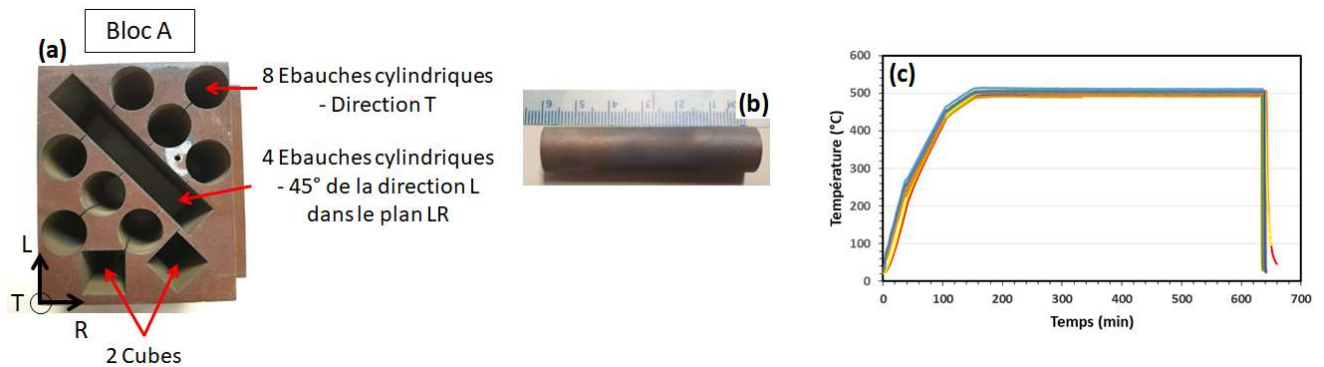


Figure 2-4 : Bloc A (a) prélevé dans la billette de diamètre 280 mm, après le prélèvement des ébauches. Prélèvements réalisés : 8 ébauches cylindriques suivant la direction T et 4 ébauches cylindrique à 45° de la direction L dans le plan LR. Deux cubes de dimensions 12x12x12 mm ont également été prélevées pour la caractérisation microstructurale. Les ébauches cylindriques ont une longueur de 57 mm et un diamètre de 13 mm (b). Température de vieillissement, mesurée par un thermocouple à l'intérieur d'un échantillon témoin en fonction du temps (c).

2.2.2. Matériau fourni par Aubert & Duval

Le matériau fourni par Aubert & Duval est extrait d'une tige creuse cylindrique utilisée comme tige coulissante d'un train d'atterrissage. La composition chimique du Ti-1023 est donnée dans le Tableau 2-2. Le matériau reçu a subi des étapes de forgeage dans le domaine $\alpha+\beta$. Il a ensuite été traité thermiquement par un traitement de mise en solution à 770°C pendant 4h avec une trempe eau. Enfin, un traitement de vieillissement à 500°C pendant 10h avec un refroidissement à l'air a été appliqué. Ces traitements thermiques ont été réalisés par Aubert & Duval avant réception à l'Institut Pprime. Le prélèvement et la réalisation des essais de traction ont été effectués en amont de cette thèse dans le cadre d'un stage regroupant Aubert & Duval et l'Institut Pprime réalisé par Mostafa EL KET.

Tableau 2-2 : Composition chimique du matériau fourni par A&D.

Eléments	Al	Fe	V	O	C et N
Composition (% massique) A&D	3,16	2,00	9,71	0,13	Traces

2.4. Techniques expérimentales

2.4.1. Prélèvement des échantillons

2.4.1.1. Billettes de diamètre 280 et 125 mm fournies par Timet

Afin de réaliser la caractérisation microstructurale des deux billettes, des cubes de dimensions 12x12x12 mm ont été prélevés. L'objectif principal étant la caractérisation des grains β , ces cubes n'ont pas subi de traitement de vieillissement afin d'éviter la précipitation des lamelles α_s qui rendent plus difficiles l'identification de la phase β par EBSD.

Les ébauches utilisées pour extraire les éprouvettes de traction ont été prélevées suivant douze directions différentes dans les trois plans TR, LR et LT, représentés sur la Figure 2-5, pour différents angles à 0, 30, 45, 60 et 90°. Ces angles définissent l'orientation de l'éprouvette par rapport à la direction L pour les plans LT et LR et la direction T pour le plan TR. Un détail des plans de prélèvements est disponible en annexe 1.

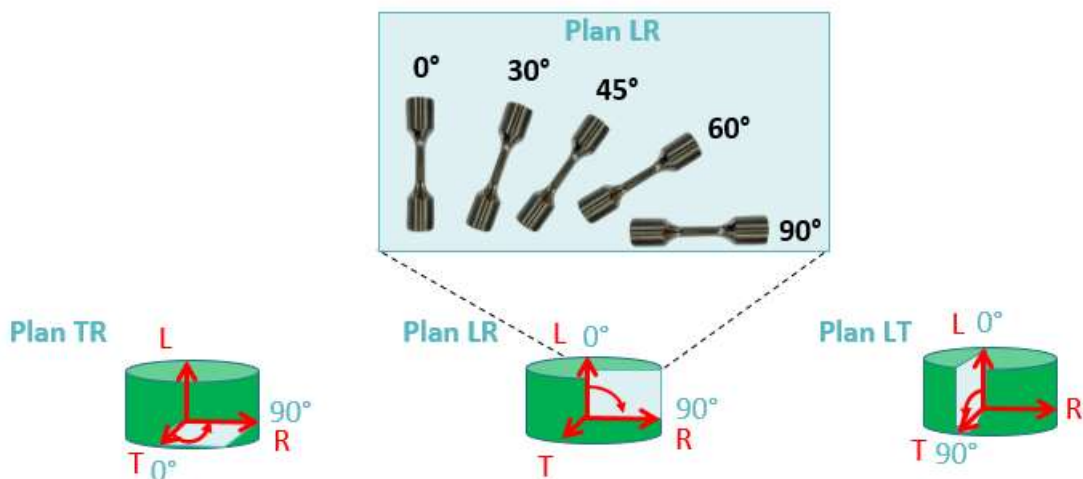


Figure 2-5 : Directions de prélèvement des éprouvettes de traction à 0, 30, 45, 60 et 90° suivant la direction L dans le plan LR de la billette. Ce schéma de prélèvement a également été appliqué pour les plans TR et LT.

Pour chaque direction de prélèvement, plusieurs éprouvettes ont été extraites, comme indiqué sur la Figure 2-6. En moyenne quatre éprouvettes ont été sollicitées par direction afin d'étudier la dispersion des propriétés. La représentation des données sous forme d'un graphique radar permet de visualiser les douze directions de prélèvement en même temps. Il sera donc privilégié pour présenter les résultats des essais de traction. La géométrie des éprouvettes cylindriques est donnée par la Figure 2-6 (b). Ces éprouvettes seront nommées « éprouvettes conventionnelles » dans la suite de ce manuscrit afin de les distinguer des autres géométries utilisées.

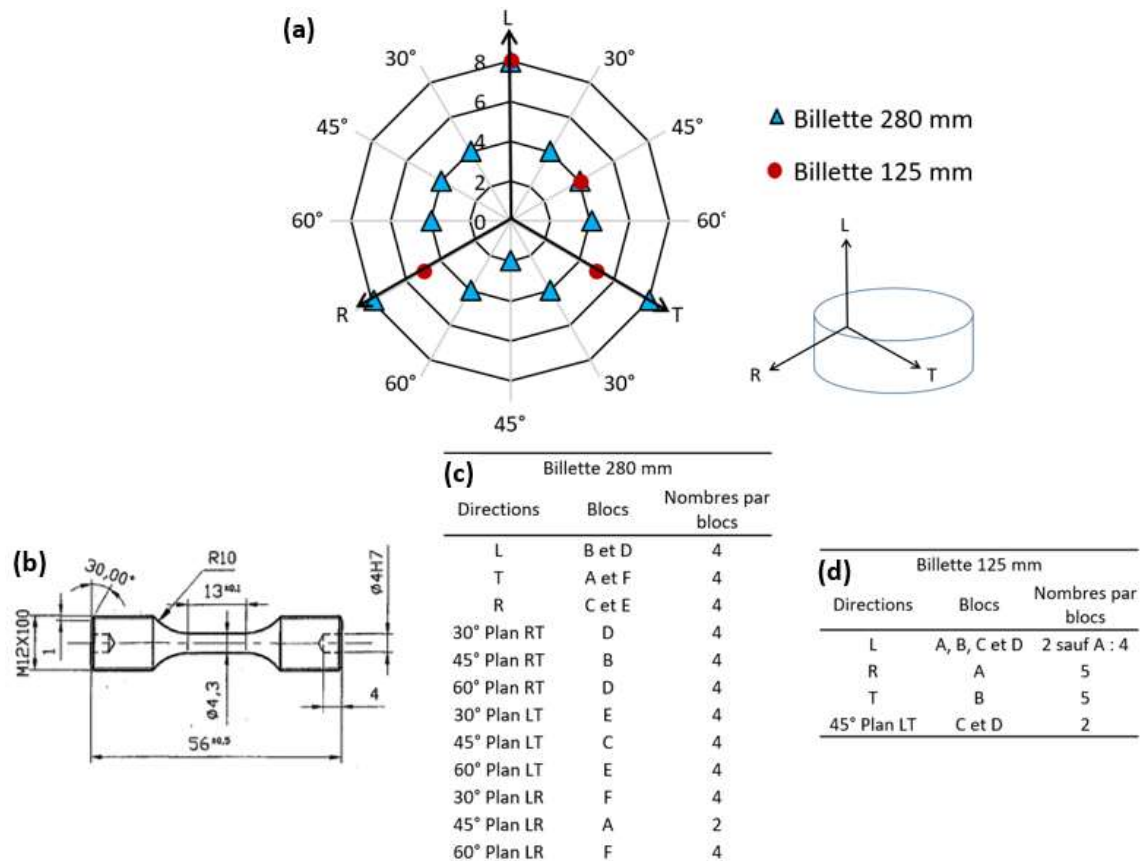


Figure 2-6 : Graphique radar (a) représentant le nombre d'éprouvettes testées pour les différentes directions de prélèvements considérées. Dimensions des éprouvettes cylindriques de traction (b). Nombre d'éprouvettes prélevées par bloc et identification des blocs utilisés pour chaque direction de prélèvement dans les billettes de diamètre de 280 mm (c) et 125 mm (d).

Comme énoncé dans l'introduction, des éprouvettes plates de plus petites dimensions, notées micro-éprouvettes dans la suite, ont été prélevées afin d'étudier la répartition de la déformation à l'échelle des grains β , par corrélation d'images, réalisées in-situ sous microscope optique. Les dimensions des micro-éprouvettes prélevées par électroérosion sont présentées sur la Figure 2-7 (a). L'utilisation de micro-éprouvettes nécessite la définition d'une direction et d'un plan de prélèvement. Le plan de prélèvement permet de définir la surface étudiée par corrélation d'images. Plusieurs directions et plans de prélèvement ont donc été considérés, comme le montre la Figure 2-7 (b). Pour s'assurer d'une bonne représentativité des mécanismes de déformation et d'endommagement identifiés, plusieurs micro-éprouvettes ont été prélevées et testées pour chaque condition.

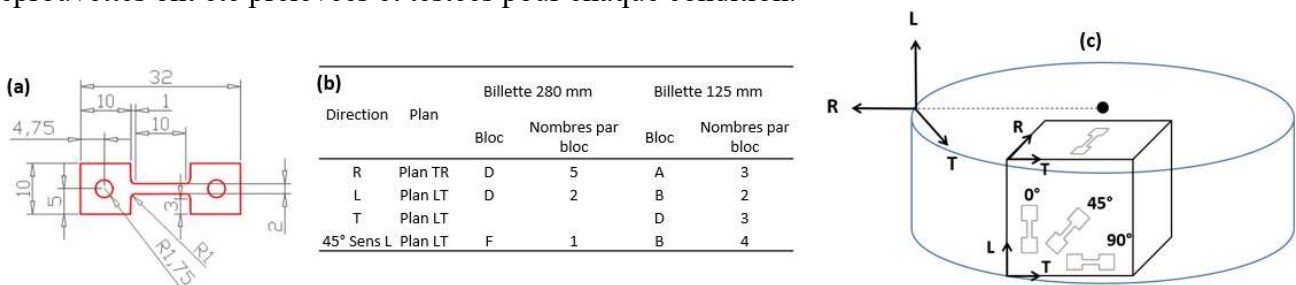


Figure 2-7 : Géométrie d'une micro-éprouvette de traction (a). Nombre d'éprouvettes sollicitées par bloc et identification des blocs utilisés pour les différentes directions et plans de prélèvement dans les deux billettes (b). Représentation schématique des différentes directions et plans de prélèvement des micro-éprouvettes par rapport au repère de la billette (c).

2.4.1.2. Tige coulissante fournie par Aubert & Duval

Pour la caractérisation microstructurale de la matière A&D à l'échelle des grains β , un échantillon de dimensions 20x15x12 mm a été prélevé dans la tête d'une des éprouvettes Φ 10 issue de la campagne d'essais réalisée en partenariat avec Aubert & Duval. L'échantillon choisi correspond à un comportement mécanique « moyen » représentatif de l'ensemble des éprouvettes Φ 10. Il a été remis en solution à 770°C pendant 2h avec une trempe eau afin de dissoudre les lamelles α_s . Ce traitement a été réalisé sous vide afin de limiter l'oxydation.

Dans le cadre du stage de Mostafa EL KET, des éprouvettes cylindriques de diamètre 10 (Φ 10) et 30 (Φ 30) mm ont été prélevées de la matière A&D, comme illustré sur la Figure 2-8 (a). Deux éprouvettes ont été extraites dans la hauteur de la tige pour les éprouvettes Φ 10. Le nombre éprouvettes Φ 10 et Φ 30 obtenu est donc respectivement de 32 et 16 éprouvettes. Les géométries des deux types d'éprouvette sont indiquées sur la Figure 2-8 (b).

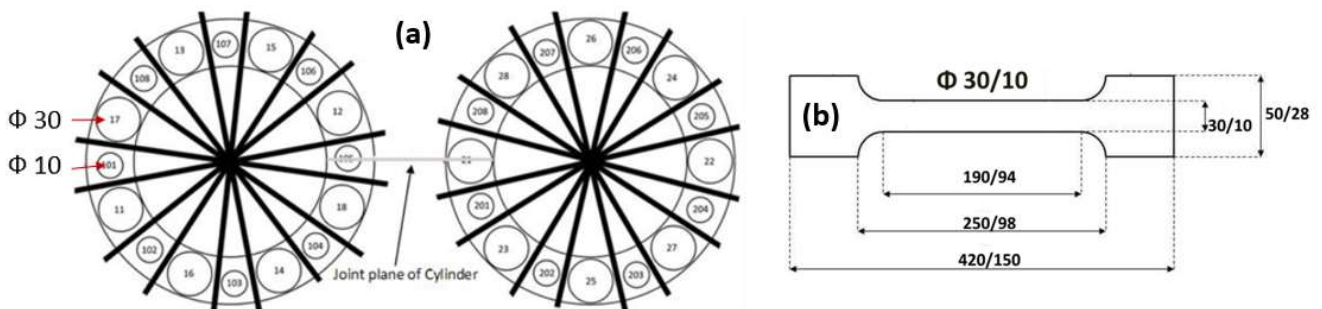


Figure 2-8 : a) Représentation d'une coupe de la matière A&D, avec l'identification des différents prélèvements effectués en alternance des éprouvettes Φ 10 et Φ 30. Chaque éprouvette est identifiée par un numéro afin de connaître sa position dans la tige coulissante. Dimensions des éprouvettes cylindriques Φ 10 et Φ 30 (b).

Des éprouvettes de diamètre 4 mm (Φ 4) ont été prélevées à la suite des essais de traction des éprouvettes Φ 30, au sein des têtes de trois d'entre elles, numérotées : 18, 21 et 14. Cette démarche a pour objectif d'avoir des microstructures dans les parties utiles des éprouvettes de différentes dimensions les plus proches possibles. Sept éprouvettes Φ 4 ont été extraites par tête, ce qui représente un total de 21 éprouvettes. La géométrie des éprouvettes Φ 4, qui est homothétique aux éprouvettes Φ 10 et Φ 30, est détaillée sur la Figure 2-9.

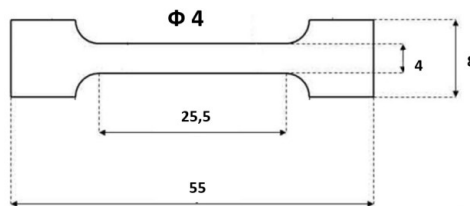


Figure 2-9 : Dimensions d'une éprouvette cylindrique Φ 4.

Des éprouvettes plates de différentes dimensions ont également été utilisées afin d'étudier la répartition de la déformation en fonction du volume sollicité. Trois géométries homothétiques ont été étudiées, comme le montre la Figure 2-10. Ces éprouvettes ont été prélevées verticalement dans les têtes de trois éprouvettes Φ 30, numérotées 18, 24 et 27. Pour chaque tête, quatre éprouvettes de taille 1 et deux éprouvettes de taille 2 et 3 ont été extraites.

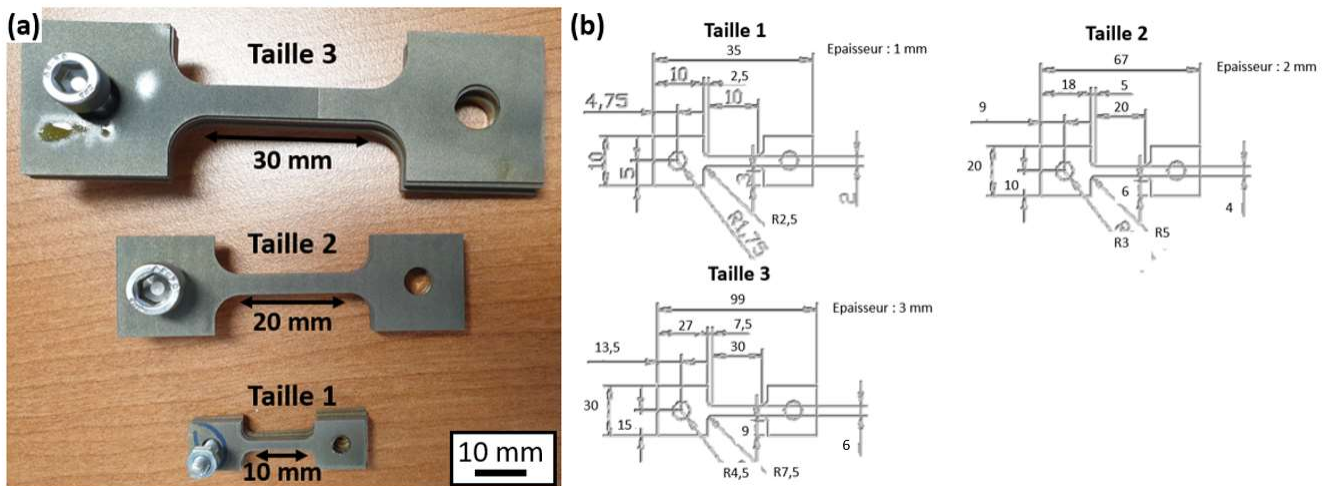


Figure 2-10 : Photographie des éprouvettes plates (a). Trois dimensions homothétiques d'éprouvettes sont considérées. Géométries des éprouvettes plates pour les trois dimensions (b).

2.4.2. Caractérisation des propriétés mécaniques macroscopiques

Des essais de traction monotones réalisés à température ambiante ont été effectués sur les éprouvettes conventionnelles prélevées suivant plusieurs directions, ainsi que sur celles cylindriques de différentes dimensions. Les conditions d'essais sont détaillées dans cette partie.

2.4.2.1. Quantification des propriétés mécaniques en traction

Les essais réalisés sur les éprouvettes conventionnelles ont été effectués avec une machine de traction électromécanique INSTRON modèle 8862 MT équipée d'une cellule de force de 50 kN. Ils ont été réalisés en contrôle de déplacement pour obtenir une vitesse de déformation moyenne de 10^{-3}s^{-1} . La vitesse de déplacement initiale est équivalente à une vitesse de déformation de $4 \times 10^{-4}\text{s}^{-1}$. La fréquence d'acquisition des points de mesure est de 20 Hz. Pour le suivi de la déformation, un extensomètre à couteaux base de 10 mm est positionné au niveau de la partie utile de l'éprouvette à l'aide d'élastiques. Il est retiré à environ 5 % de déformation macroscopique afin d'éviter son endommagement. Le critère d'arrêt du déplacement de la traverse est la rupture de l'éprouvette. Le diamètre de la section utile de chaque éprouvette a été mesuré au profilomètre avant l'essai. La moyenne de plusieurs points de mesure a été considérée.

Des essais de traction sur micro-éprouvettes ont également été réalisés, avec cette machine. Ils ont pour but de comparer les propriétés en traction des éprouvettes conventionnelles avec celles des micro-éprouvettes aussi utilisées pour les essais in-situ. La vitesse de déplacement imposée est équivalente à une vitesse de déformation de 10^{-3}s^{-1} . La fréquence d'acquisition des points de mesure est de 20 Hz. Le suivi de la déformation a été réalisé avec un extensomètre à couteaux à base de 8,78 mm. Il est positionné à l'aide d'élastique et est conservé jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Les micro-éprouvettes ont été préalablement polies, jusqu'au papier abrasif SiC grade 4000, sur les deux faces afin d'éliminer les contraintes résiduelles générées par l'électroérosion. Après le polissage, la largeur et l'épaisseur de la section utile des micro-éprouvettes ont été mesurées avec un micromètre. La moyenne de plusieurs points de mesure a été considérée.

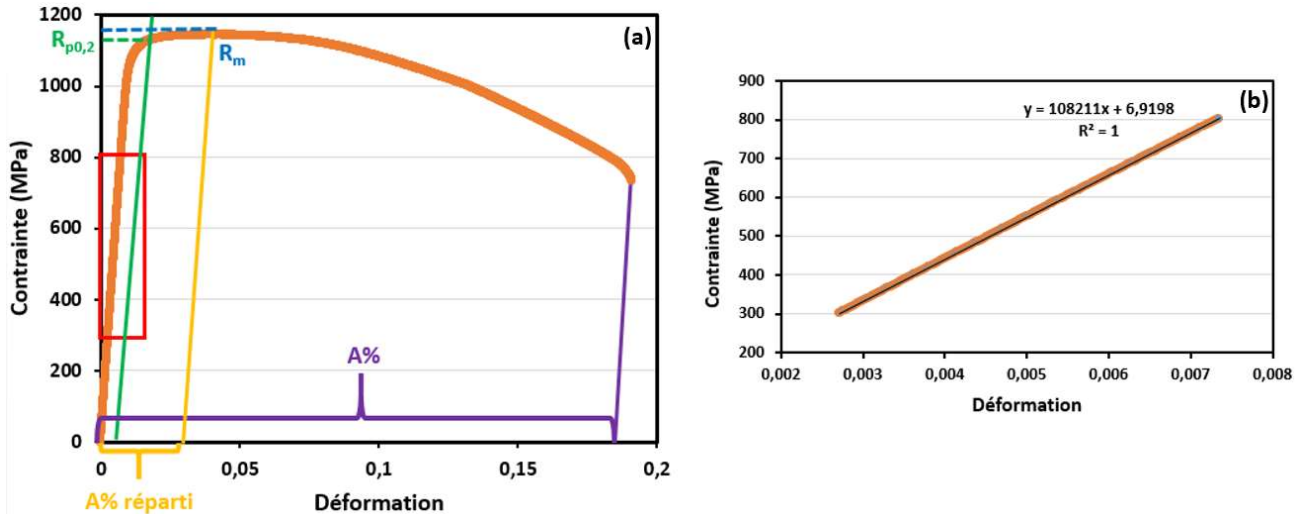


Figure 2-11 : Courbe contrainte-déformation conventionnelle d'une éprouvette de Ti-1023 sollicitée en traction à température ambiante (a). L'éprouvette a été prélevée suivant la direction L de la billette de diamètre 280 mm. Représentation des différentes propriétés mécaniques extraites. Courbe contrainte-déformation dans le domaine élastique entre 300 et 800 MPa, utilisé pour estimer le module d'Young (b).

Les propriétés mécaniques extraites de ces essais de traction sont le module d'Young (E), la limite d'élasticité ($R_{p0,2}$), la résistance mécanique (R_m), l'allongement uniformément réparti ($A\%$ réparti) et l'allongement à rupture ($A\%$). Les données de déplacement obtenues avec l'extensomètre ont été utilisées afin de déterminer le module d'Young et la limite d'élasticité. Les autres propriétés mécaniques ont été obtenues à partir du déplacement du vérin. La contrainte a été calculée avec les dimensions de la section utile mesurées avant l'essai. La méthode d'analyse des courbes contrainte-déformation pour obtenir les propriétés mécaniques (E, $R_{p0,2}$, R_m , $A\%$ réparti et $A\%$) est décrite sur la Figure 2-11. Elle a été appliquée pour l'ensemble des essais. Le module d'Young est mesuré dans une gamme de contraintes entre 300 à 800 MPa. Il est de 108,2 GPa sur la Figure 2-11 (b). Pour la détermination de la limite d'élasticité, la limite conventionnelle d'élasticité à 0,2% de déformation plastique a été considérée. La résistance mécanique est obtenue en réalisant une moyenne glissante sur la contrainte afin de lisser les données et d'éliminer les fluctuations non significatives. Un programme VBA a été mis en place afin d'automatiser l'analyse des courbes contrainte-déformation étant donné le nombre important d'essais réalisés.

2.4.2.2. Variabilité des propriétés en traction en relation avec le volume sollicité

Les essais réalisés sur les éprouvettes de dimensions différentes ont été effectués sur une machine d'essai universelle DARTEC avec une cellule de force de 1200 kN. Ils ont été contrôlés en déplacement pour obtenir une vitesse de déformation moyenne de $10^{-4} s^{-1}$. La vitesse de déplacement initiale est équivalente à une vitesse de déformation de $10^{-6} s^{-1}$. Le montage des éprouvettes $\Phi 30$ et $\Phi 10$ est présenté sur la Figure 2-12. Des points de peinture blanche ont été réalisés sur la partie utile des éprouvettes, avec l'utilisation d'un masque, avant l'essai afin de suivre la déformation. Pour les éprouvettes $\Phi 30$ et $\Phi 10$, 27 et 9 marqueurs ont respectivement été positionnés le long de la partie utile qui correspond à 5 fois le diamètre de l'éprouvette. Le suivi de la déformation dans la totalité de la partie utile est impossible avec un extensomètre à base 25 mm, comme le montre la Figure 2-12. L'extensomètre a donc été utilisé uniquement pour la mesure du comportement élastique. Les marqueurs ont permis, quant à eux, de mesurer la déformation jusqu'à la rupture de l'éprouvette qui entraîne un arrêt du déplacement de la traverse.

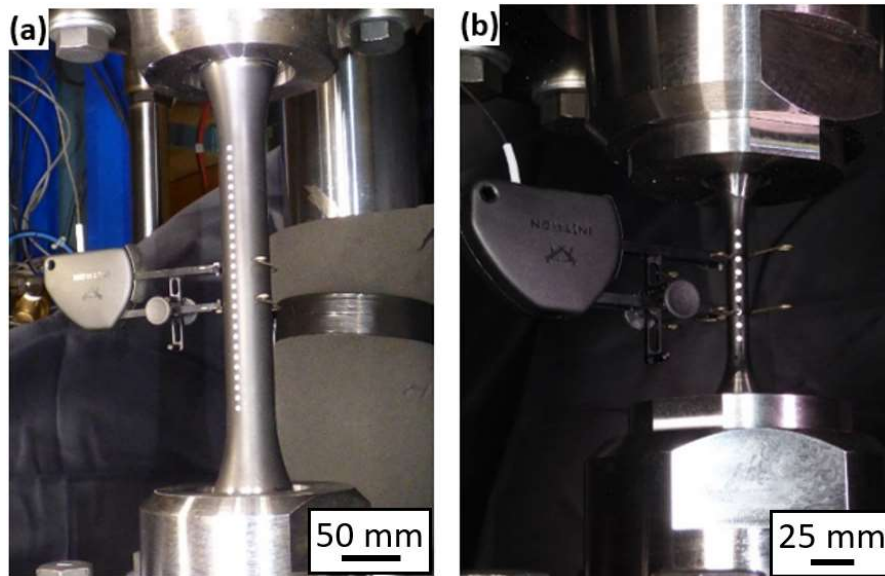


Figure 2-12 : Eprouvettes Φ 30 (a) et Φ 10 (b) sollicitées avec la machine d'essai universelle DARTEC. Suivi de la déformation à l'aide d'un extensomètre à base 25 mm pour le domaine élastique, ainsi que par suivi de marqueurs. Les marqueurs correspondant aux points de peinture blanche.

Pour les éprouvettes Φ 4, les essais de traction ont été réalisés par A&D. La vitesse de déplacement imposée est équivalente à une vitesse de déformation de 10^{-4}s^{-1} . Le suivi de la déformation a été effectué à l'aide d'un extensomètre à base 16 mm, ainsi que via le déplacement du vérin. L'analyse des courbes contrainte-déformation pour les trois dimensions d'éprouvettes a été réalisée selon la méthode décrite précédemment sur la Figure 2-11.

2.4.3. Etude des mécanismes de déformation et d'endommagement

2.4.3.1. Préparation des éprouvettes pour la corrélation d'images

L'état de surface des éprouvettes est un point essentiel pour permettre la mesure des champs de déformation. Les éprouvettes ont été polies pendant 10 min sur chaque face aux papiers abrasifs SiC (#320 à #2000). Cette étape est suivie d'un polissage de finition avec une suspension de silice colloïdale sur un drap de polissage spécifique pendant 20 min. A cette solution est ajoutée 10 % de peroxyde d'hydrogène, H_2O_2 , pour favoriser l'attaque chimique. Les éprouvettes ont ensuite été attaquées au réactif de Kroll afin de révéler la microstructure. La solution de réactif de Kroll est composée de 100 mL d'eau, 3 mL d'HF et 6 mL d' HNO_3 .

2.4.3.2. Sollicitations mécaniques pour la corrélation d'images

Deux types d'essais de traction interrompus ont été réalisés dans ce travail de thèse. Des essais in-situ et ex-situ en fonction des dimensions des éprouvettes plates. En effet, les essais in-situ nécessitent l'utilisation d'une micromachine de traction introduite sous le microscope optique. Les éprouvettes sollicitées doivent donc avoir une géométrie adaptée, comme détaillée dans la partie prélèvement des échantillons. Les éprouvettes plates de plus grandes dimensions ont été sollicitées ex-situ.

Pour les essais de traction in-situ, la micromachine utilisée est une machine de traction électromécanique DEBEN équipée d'une cellule de force de 5 kN. Une photographie du montage est présentée sur la Figure 2-13. Les essais de traction monotone sont réalisés à température ambiante avec une vitesse de déplacement imposée équivalente à une vitesse de déformation de $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. L'utilisation d'un extensomètre est impossible dû à l'encombrement du montage sous le microscope optique. De plus, la surface doit rester intacte pour l'acquisition des micrographies. La force et le déplacement des mors sont suivis en continu. Un arrêt du déplacement des mors est réalisé pour différents niveaux de déplacement. Cependant, le Ti-1023 ayant un comportement viscoplastique, il est nécessaire d'attendre la stabilisation de la contrainte entre chaque déplacement pour réaliser l'acquisition des micrographies.

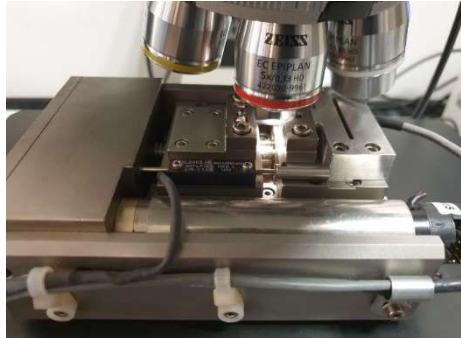


Figure 2-13 : Essai de traction d'une micro-éprouvette réalisé sous microscope optique.

Pour les éprouvettes sollicitées ex-situ, les essais de traction interrompus ont été réalisés à température ambiante avec une vitesse de déplacement imposée équivalente à une vitesse de déformation de 10^{-4} s^{-1} . La machine utilisée est une machine de traction électromécanique INSTRON modèle 4505 équipée d'une cellule de force de 100 kN. Le montage est présenté en Figure 2-14. L'essai est contrôlé par le déplacement du vérin, sans extensomètre, afin de préserver un état de surface optimal pour la corrélation d'images. L'éprouvette est sollicitée jusqu'à un niveau de déformation souhaité, calculé avec le déplacement du vérin, puis démontée pour l'acquisition des micrographies optiques. L'allongement à rupture des éprouvettes est déterminé avec les courbes contrainte-déformation.



Figure 2-14 : Montage d'un essai de traction sur une éprouvette plate.

2.4.3.3. *Acquisition de micrographies pour la corrélation d'images*

Le microscope optique utilisé est un ZEISS Imager Vario Z2 en mode « champs sombre ». Il est équipé d'une platine motorisée en x et y sur laquelle est fixée la micromachine de traction ou les éprouvettes plates. Les micrographies optiques de la partie utile utilisées pour la corrélation d'image proviennent de l'assemblage de plusieurs micrographies obtenues de façon automatique. Le déplacement de la platine, lors de l'acquisition, est réalisé en « S » afin de minimiser les erreurs liées à son déplacement. Entre chaque déplacement, un autofocus est effectué afin de conserver la netteté tout au long de l'acquisition. Chaque micrographie correspond à 2452 x 2056 pixels avec une résolution spatiale de 1,46 pixel / μm . Elles sont ensuite assemblées avec le logiciel Fiji et mises sous format 8 bits. Leur recouvrement est fixé à 20 %. La fonction « Grid/Collection stitching » est utilisée (version 1.2 [Preibisch, 2009]). Les micrographies de la partie utile pour les trois dimensions d'éprouvettes plates sont présentées en Figure 2-15. La résolution est conservée, seul le nombre de micrographies assemblées est modifié.

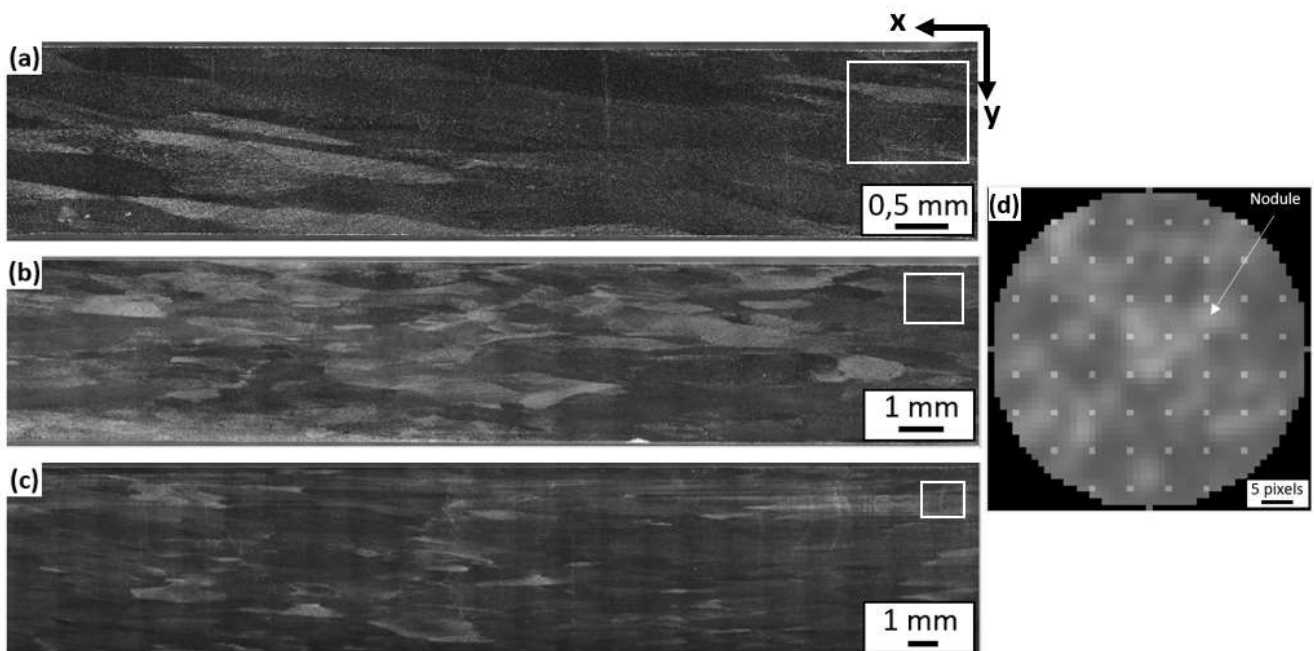


Figure 2-15 : Micrographies optiques de la partie utile pour les éprouvettes plates de taille 1 (a), 2 (b) et 3 (c). Un exemple des dimensions d'une micrographie, pour les trois tailles d'éprouvette, est également représenté par un rectangle blanc. Imagette circulaire de 50 pixels de diamètre, équivalent à 36 μm , utilisée pour la corrélation d'images (d).

Une analyse de corrélation d'images a ainsi pu être réalisée avec les micrographies obtenues. Le programme NCorr pour Matlab a été utilisé [Blaber, 2015]. La corrélation d'images a été effectuée sur la totalité de la partie utile qui a été divisée en plusieurs imagettes. L'algorithme, utilisé par NCorr, fait l'hypothèse de la continuité des champs de déplacements au sein des imagettes. Plusieurs paramètres ont été définis. Le rayon des imagettes permet de définir les dimensions de la fenêtre pour la mesure du déplacement. Le rayon et l'espacement des imagettes sont respectivement fixés à 25 pixels et 5 pixels pour cette étude. La microstructure à l'intérieur d'une imagette de 25 pixels de rayon, équivalent à 18 μm , est présentée sur la Figure 2-15 (d). La résolution est suffisante pour visualiser clairement les nodules d'environ 2 - 3 μm de diamètre. Un nodule correspond ainsi à environ 4 pixels.

Le rayon de la fenêtre pour la détermination de la déformation est fixé à 15 points de déplacement. Une fois les champs de déformation obtenus dans le plan de l'éprouvette, il est possible de calculer le cisaillement induit, $\varepsilon_{xy} + \varepsilon_{yx}$, par le glissement dans le plan. Le cisaillement effectif maximum γ_{Eff} peut également être calculé, comme décrit dans l'équations 2-3 [Dieter, 1986]. Il permet de représenter la distribution de la déformation en considérant l'ensemble des composants de la déformation dans le plan. Les déformations suivant la direction de sollicitation et celle orthogonale dans le plan de l'éprouvette correspondent respectivement à ε_{xx} et ε_{yy} . La composante du cisaillement dans le plan est définie par $\left(\frac{\varepsilon_{xy} + \varepsilon_{yx}}{2}\right)$. La déformation macroscopique appliquée est estimée en calculant la moyenne des ε_{xx} en surface de la partie utile.

$$\gamma_{\text{Eff}} = \sqrt{\left(\frac{\varepsilon_{xx} - \varepsilon_{yy}}{2}\right)^2 + \left(\frac{\varepsilon_{xy} + \varepsilon_{yx}}{2}\right)^2} \quad \text{Équation 2-3}$$

Le champ de déformation ε_{xx} à la surface d'une micro-éprouvette obtenu en appliquant les paramètres précédents est présenté sur la Figure 2-16. La résolution est suffisante pour identifier où se localise la déformation par rapport aux grains β . Les paramètres utilisés permettent donc un bon compromis entre la résolution, le bruit et le temps de calcul.

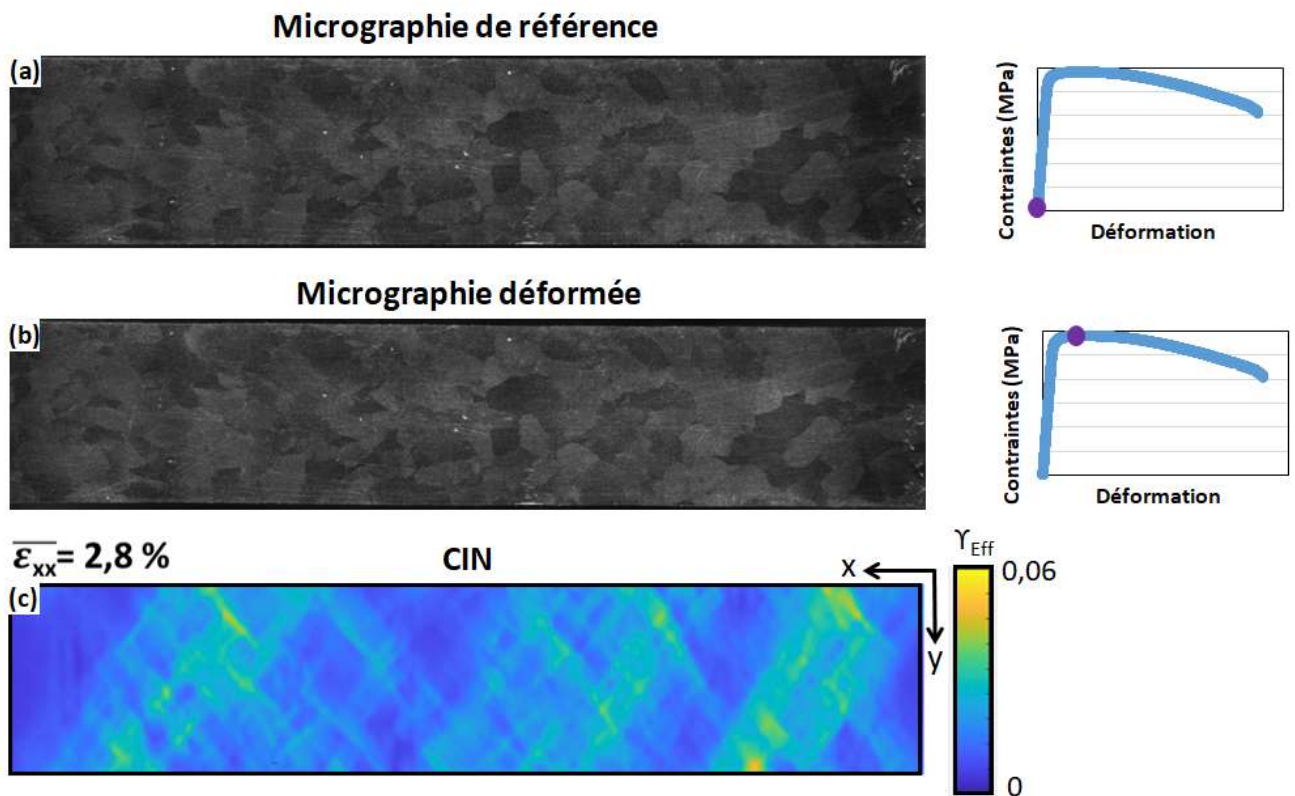


Figure 2-16 : Micrographies de la partie utile, de référence (a) et déformée à 2,8 % de déformation macroscopique (b), utilisées pour la corrélation d'images. Champ de cisaillement effectif maximal γ_{Eff} (c). Paramètres de la CIN : rayon des imassettes : 25 pixels, espacement entre les imassettes : 5 pixels et rayon pour le calcul de la déformation : 15 données de déplacement.

La quantité de données est trop élevée pour que le logiciel NCorr puisse calculer le champ de déformation sur la totalité de la partie utile pour les éprouvettes de taille 2 et 3. Deux codes Matlab ont donc été développés par Mathieu CALVAT afin d'obtenir le champ de déformation de ces éprouvettes. Le premier permet de découper les micrographies de la partie utile, de référence et déformée, pour le calcul des champs de déformation. Le second sert à leur assemblage afin de reconstituer celui de la partie utile. Une marge de superposition de 12 % a été fixée pour éviter l'apparition d'erreurs liées à l'assemblage des champs de déformation, tout en limitant les temps de calcul. Une comparaison des champs de déformation obtenus selon cette méthode et sans la découpe de la partie utile a été réalisée sur une éprouvette de taille 1 en annexe 2. On n'observe pas de différence en fonction de la méthode utilisée.

Une comparaison de deux micrographies dans un état de référence est effectuée afin de mesurer l'erreur générée par leur assemblage. Les champs de déformation ϵ_{xx} obtenus, pour l'ensemble des géométries d'éprouvettes étudiées, sont présentés en Figure 2-17. Des bandes peuvent être observées avec des variations de déformation de +/- 0,3 %. Elles résultent de l'assemblage des micrographies. Afin de réduire leur impact sur l'analyse, l'éprouvette est sollicitée à des niveaux de déformation macroscopiques suffisamment élevés, supérieurs à 1,6 %.

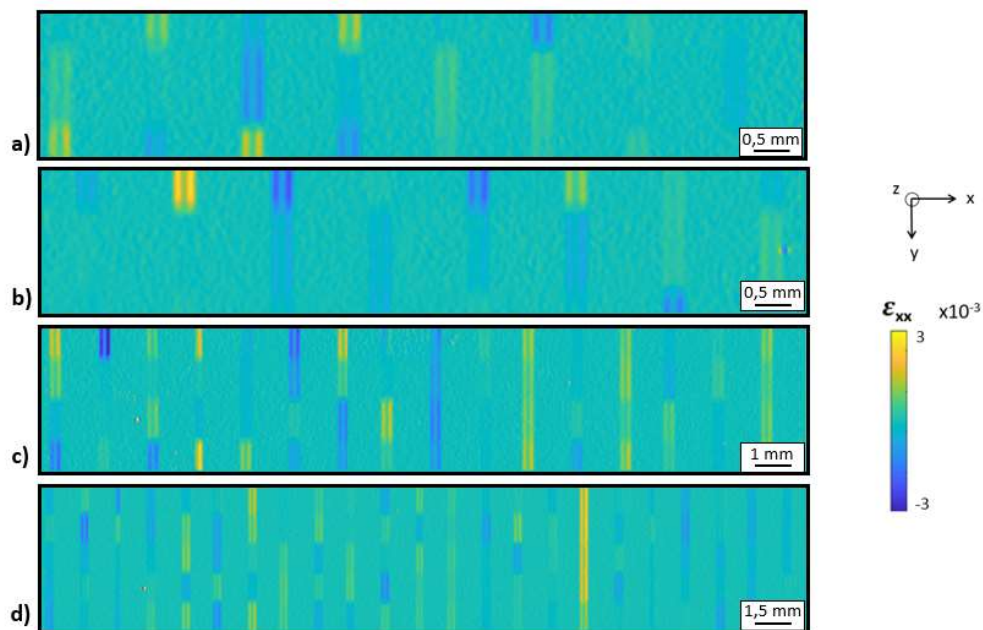


Figure 2-17: Composante ϵ_{xx} obtenue en comparant deux micrographies dans un état de référence, afin de déterminer l'erreur générée par leur assemblage. Composante ϵ_{xx} pour une micro-éprouvette à 10 MPa de contrainte appliquée lors d'un essai de traction in-situ (a). Composante ϵ_{xx} pour des éprouvettes plates de taille 1 (b), 2 (c) et 3 (d) réalisées avant leur sollicitation. Paramètres de la CIN : rayon des imagerie : 25 pixels, espacement entre les imagerie : 5 pixels et rayon pour le calcul de la déformation : 15 points de déplacement.

2.4.4. Analyses tomographiques par absorption de rayons X

Des analyses tomographiques ont été réalisées sur des éprouvettes conventionnelles prélevées dans les billettes de diamètre 280 et 125 mm. Ces analyses ont été réalisées par David MELLIER. Elles ont pour but d'étudier l'amorçage et la propagation de fissures, à cœur des éprouvettes. Pour cela, elles ont été effectuées ex-situ et associées à des essais de traction interrompus à différents niveaux de déformation, réalisés sur la machine de traction INSTRON modèle 8862 MT. Les éprouvettes ont été déformées à une vitesse de déplacement imposée équivalente à une vitesse de déformation de 10^{-3}s^{-1} . La fréquence d'acquisition des points de mesure est de 20 Hz. Pour le suivi de la déformation, un extensomètre à couteaux base de 10 mm est utilisé.

Dans le cadre de cette étude, le tomographe du laboratoire fabriqué par RX Solutions a été utilisé. Il est présenté en Figure 2-18. Le système consiste en un tube scellé Hamamatsu micro foyer (tube de rayons X) fonctionnant à 40-150 kV / 0-500 μA , avec une puissance maximale de 75W. Un manipulateur d'objets de précision avec deux translations et une rotation facilite la rotation de l'échantillon pour l'acquisition de données tomographiques. Les rayons X générés par la source divergent en formant un faisceau conique, ce qui permet d'obtenir des images des échantillons à divers grossissements géométriques en déplaçant l'échantillon près de la source pour obtenir un mode « haute résolution » ou près du détecteur pour obtenir des mesures à « basse résolution ». Il est également possible de déplacer le générateur et le détecteur afin de couvrir une plus large gamme de grossissements. Une résolution de 5 μm a été utilisée dans ce travail, avec une tension d'accélération de 90 kV et un courant de faisceau de 60 μA . Le détecteur de rayons X utilisé est un Varex 4343. Pour la reconstruction 3D, les images radiographiques ont été obtenues à partir de 2336 acquisitions sur 360° de rotation (pas de rotation d'environ 0,32°). La reconstruction a été réalisée à l'aide de l'algorithme de Feldkamp basé sur la procédure de rétroprojection filtrée pour une géométrie de faisceau conique [Peyrin, 1988]. Cet algorithme permet de reconstruire une image 3D à partir de projections planes qui sont dans un premier temps segmentées. Pour cela, le contraste et la luminosité des projections sont ajustés afin de faire ressortir les fissures. Les images sont lissées par un filtre « Median 3D » afin de réduire le bruit. La segmentation est ensuite réalisée avec une fonction avancée du logiciel Fiji, nommée « Trainable Weka Segmentation ». Cette fonction est constituée de plusieurs algorithmes d'apprentissage automatique qui permettent de segmenter une image à partir de caractéristiques sélectionnées dans une image en amont. Le volume des fissures peut alors être obtenu avec la fonction « 3D objects counter ». Une fois les projections planes segmentées, une reconstruction en 3D peut être réalisée avec le logiciel Paraview.



Figure 2-18 : Tomographe utilisé dans le cadre de cette étude.

2.4.5. Imagerie en microscopie électronique à balayage

Deux microscopes électroniques à balayage (MEB) équipés de détecteurs d'électrons secondaires et rétrodiffusés ont été utilisés pour la caractérisation microstructurale et l'étude des éprouvettes déformées, endommagées et rompues. L'émission d'électrons rétrodiffusés est sensible à la composition chimique locale. La phase constituée des éléments avec les numéros atomiques les plus élevés réémet plus d'électrons. Dans le cas étudié, la phase α apparaît ainsi sombre, étant plus riche en aluminium. Un MEB équipé d'un canon à émission de champ JEOL 7000F a été utilisé pour obtenir une meilleure résolution. Il a par exemple été utilisé pour la caractérisation des lamelles α_s dont l'épaisseur est de l'ordre de 100 nm. Un MEB TESCAN VEGA 3 équipé d'un canon à électrons conventionnel a quant à lui permis l'analyse des faciès de rupture. Les dimensions de la chambre permettent l'introduction de plusieurs échantillons simultanément. La tension d'accélération a été fixée à 25 kV pour les analyses réalisées avec les deux MEB.

2.4.6. Reconstruction 3D de surfaces par microscope optique

Une étude de la géométrie des faciès de rupture a été réalisée à l'aide du microscope optique Alicona infinite focus G5 permettant la réalisation de mesures en 3D. Cela est possible grâce à différentes fonctionnalités permettant la rotation et le tilt de l'échantillon. Un déplacement vertical est également réalisable. Une vue 3D d'un faciès de rupture est présentée en Figure 2-19 (a). Pour les conditions appliquées, les résolutions verticale et horizontale sont respectivement de 0,5 et 8 μm . Pour extraire les caractéristiques du faciès de rupture, une acquisition uniquement verticale est réalisée, comme présentée sur la Figure 2-19 (b). Elle permet la détermination de la hauteur du faciès de rupture, ainsi que la fraction surfacique maximale pour une hauteur donnée.

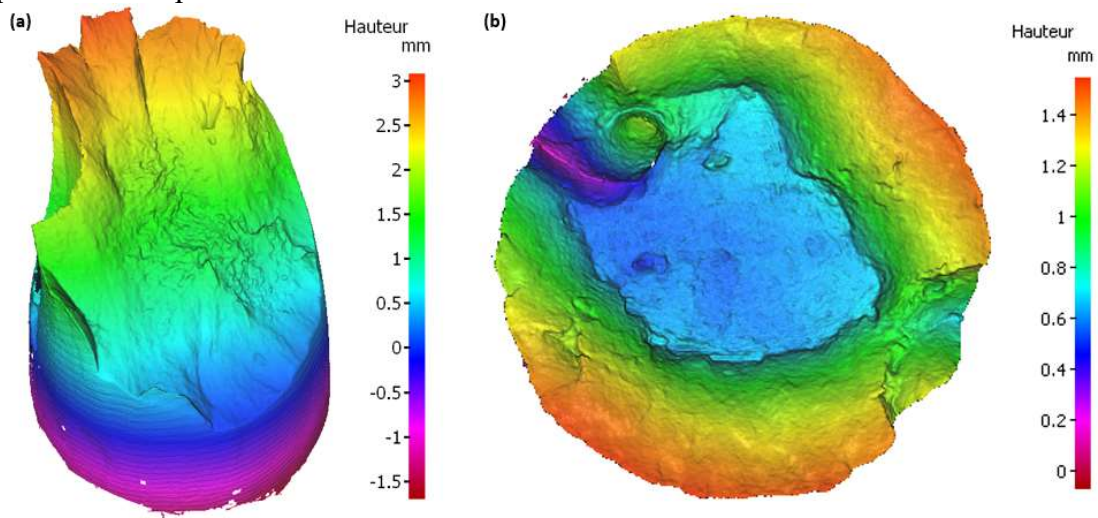


Figure 2-19 : Vue en 3D d'un faciès de rupture (a). Faciès de rupture obtenu avec un déplacement uniquement suivant l'axe vertical (b).

2.4.7. Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)

Des analyses EBSD (Electron back scattered diffraction) ont été réalisées afin d'obtenir des données concernant l'orientation cristallographique des phases α et β . Cette technique est basée sur la diffraction des électrons rétrodiffusés par les plans cristallins, respectant les conditions de Braggs pour chaque phase présente au niveau de la zone ciblée. Ces électrons diffractés sont captés par l'écran de phosphore du détecteur EBSD, pour former un diagramme de Kikuchi. L'indexation de ce diagramme, en utilisant une transformée de Hough, permet la détermination de l'orientation et de la structure cristalline de la phase analysée.

Les analyses ont été réalisées avec un microscope électronique à balayage (MEB) JEOL 6100 équipé d'un détecteur EBSD CCD. Le système d'analyse pour les acquisitions est fourni par EDAX/TLS. Pour l'ensemble des acquisitions, la tension d'accélération utilisée est de 25 kV, avec une distance de travail de 15 mm. Les échantillons ont été polis jusqu'à finition avec une suspension de silice colloïdale. Pour l'étude de la microstructure interne au grain β , le pas de mesure est de 0,2 μm et les deux phases α et β ont été indexées. Pour décrire les orientations à l'échelle des grains β , le pas de mesure sélectionné est de 3 μm et uniquement la phase β a été indexée.

Des analyses EBSD ont également été réalisées avec un MEB JEOL 7000F équipé d'un canon à émission de champ, afin d'atteindre des résolutions spatiales plus élevées pour obtenir les orientations cristallines des lamelles α_s . Ce microscope est également équipé d'un système EDAX/TLS. La tension d'accélération utilisée est de 15 kV, avec une distance de travail de 15 mm. Le pas d'acquisition a été fixé à 80 nm.

Le programme MTEX pour Matlab a été utilisé essentiellement pour la visualisation des orientations cristallographiques des grains β [Bachmann, 2010]. Pour cela, seulement les pixels avec un indice de confiance supérieur à 0,1 ont été considérés. Les pixels manquants ou mal indexés ont été remplacés par les données des pixels environnants. Le post-traitement des données a été effectué avec le logiciel OIM Analysis. Il permet la détermination de la fraction de nodules α_p , ainsi que des dimensions des nodules α_p et des sous-grains β . Différents traitements ou conditions ont été appliqués suivant l'élément microstructural étudié. Pour les nodules, un filtrage des données a été réalisé afin de considérer uniquement la phase α_p . Pour cela, la « qualité d'image » a été contrôlée et une taille de grain minimale a été fixée à 0,9 μm . Pour les sous-grains β , un nettoyage par « expansion des grains » est réalisé. Il permet d'éliminer les sous-grains avec un nombre de pixels inférieur à une valeur seuil fixée à 8 pixels. Pour considérer que deux pixels appartiennent au même sous-grain un angle de désorientation de 2° a été choisi. Ce nettoyage peut entraîner une sur-estimation de la taille des sous-grains β . Cependant, en son absence, l'identification des sous-grains est erronée, le nombre de données bien indexées étant insuffisant dû à la mauvaise diffraction de la phase β . Ce nettoyage est également effectué pour l'étude des relations de Burgers entre les deux phases. Un code utilisant MTEX a été développé pour la détermination de la fraction des phases α et β en relation d'orientations de Burgers par Matheus BROZOVIC GARIGLIO, un autre doctorant du consortium CONTINUUM. Ce programme reconstruit les sous-joints de grains β et les nodules α_p à partir des données EBSD. Il mesure ensuite la fraction des longueurs des interfaces entre les phases α et β en relation d'orientations de Burgers. L'angle de désorientation maximal est fixé à 5° entre les plans $\{0001\}_\alpha$ et $\{110\}_\beta$, ainsi que pour les directions $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle_\alpha$ et $\langle \bar{1}1\bar{1} \rangle_\beta$.

2.5. Conclusion

Ce chapitre a permis d'introduire les informations et méthodes expérimentales utilisées dans les travaux décrits dans les chapitres suivants. Il présente les matériaux étudiés, les différents prélèvements réalisés et les techniques expérimentales utilisées. Pour répondre à la problématique de ce travail de thèse, des essais de traction monotone ont été réalisés pour différentes directions de prélèvement des éprouvettes. Une étude plus fine des effets de textures morphologiques et cristallographiques de la phase β a été effectuée à l'aide d'analyses EBSD, d'un suivi de la déformation réalisé in-situ sous microscope optique et d'observations au microscope électronique à balayage. Des reconstructions 3D au microscope optique, ainsi que de la tomographie des rayons X ont été réalisées sur des éprouvettes déformées ou rompues afin de compléter l'étude réalisée sur les micro-éprouvettes et comprendre l'impact du volume sollicité sur les propriétés mécaniques. Dans cette optique, des essais de traction avec plusieurs dimensions d'éprouvettes ont également été réalisés. Un tableau de synthèse des différents essais effectués est disponible en Annexe 5.

Chapitre 3.

Relation entre les caractéristiques microstructurales et l'anisotropie du comportement mécanique en traction du Ti-10V-2Fe-3Al.

3.1. Introduction

Le chapitre bibliographique a mis en évidence la forte sensibilité de la microstructure du Ti-1023 aux traitements thermomécaniques. La déformation dans le domaine $\alpha+\beta$ permet notamment la globularisation de la phase α_p et l'amélioration de l'allongement à rupture. Cependant, elle entraîne également un allongement des grains β perpendiculairement à la direction de déformation et un renforcement de leur texture cristallographique qui pourraient être à l'origine de l'anisotropie et de la variabilité des propriétés mécaniques observées pour les alliages β -métastable.

Afin de vérifier ce point, des caractérisations microstructurales et en traction ont été réalisées pour différentes directions de prélèvements dans les deux billettes. Une étude de la sensibilité des propriétés mécaniques aux textures cristallographiques et morphologiques des grains β a ainsi pu être effectuée.

Des éprouvettes de différentes dimensions ont également été prélevées dans la matière A&D afin d'étudier leur impact sur les propriétés en traction.

3.2. Caractérisation microstructurale des matériaux étudiés

Une caractérisation microstructurale à différentes échelles a été effectuée pour les deux billettes et la matière A&D afin de pouvoir faire le lien avec les propriétés en traction.

3.2.1. Billettes de diamètre 280 et 125 mm fournies par Timet

La microstructure à l'échelle des grains β des deux billettes est présentée sur la Figure 3-1 (a) et (d). Des grains β , de taille millimétrique, allongés suivant la direction L qui est perpendiculaire à la direction de forgeage sont observés. Les micrographies MEB (b) et (e) illustrent la microstructure interne aux grains β . Les nodules sont de forme équiaxe et répartis de façon homogène. Des lamelles α_s avec une précipitation relativement fine sont présentes dans les sous-grains β , délimités par des liserés de phase α_{sGB} sur la Figure 3-1 (c) et (f).

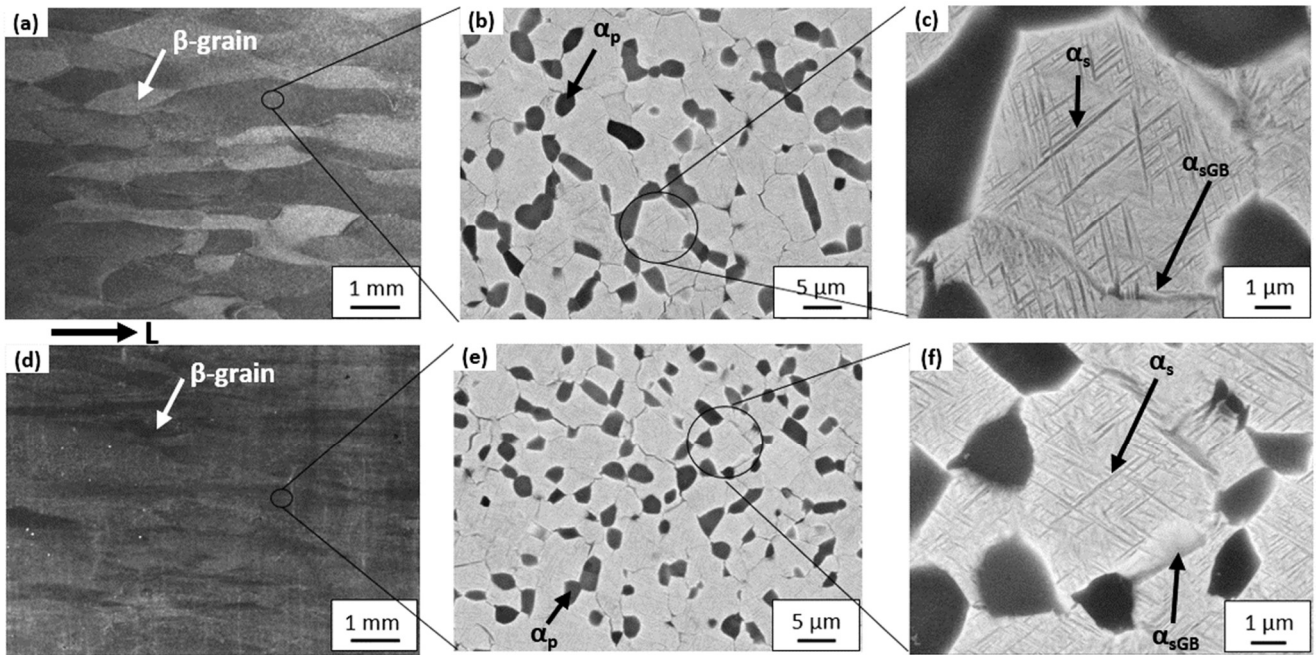


Figure 3-1 : Microstructure des billettes de diamètre 280 mm (a), (b) et (c) et 125 mm (d), (e) et (f). Micrographies optiques (a) et (d) de la microstructure à l'échelle des grains β . Micrographies MEB (b) et (e) de la microstructure interne aux grains β , avec un grandissement au niveau d'un sous-grain β (c), (f).

3.2.1.1. A l'échelle des grains β

Des cartographies EBSD de grandes dimensions ont été réalisées pour obtenir l'orientation morphologique et cristallographique des grains β de taille millimétrique. Deux plans TR et LR ont été considérés pour ces acquisitions afin d'obtenir des informations sur leur géométrie dans les trois directions R, T et L, comme le montre la Figure 3-2.

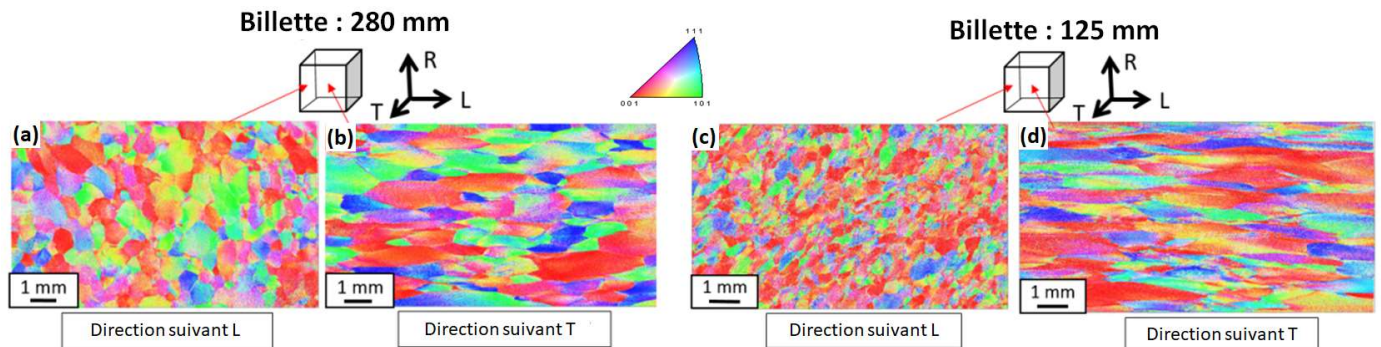


Figure 3-2 : Orientations cristallographiques de la phase β obtenues pour les plans TR (a) et (c) et LR (b) et (d) d'échantillons prélevés dans les billettes de diamètre 280 mm (a) et (b) et 125 mm (c) et (d). Les directions d'orientations des cartographies sont notées sous ces dernières et correspondent à la normale à la face étudiée.

Les dimensions des grains β ont été mesurées manuellement à l'aide de la méthode des intercepts à partir des données EBSD avec un indice de confiance supérieur à 0,1. Cette méthode a été adaptée étant donné le fibrage et les dimensions des grains β , comme le montre la Figure 3-3. Elle consiste à mesurer la longueur entre chaque intersection de la droite, ici horizontale, avec les joints de grain β . Le début et la fin des mesures sont positionnés au niveau de ces derniers. Par exemple, pour la première droite, les dimensions de 21 grains β ont été mesurées selon la direction T. La largeur moyenne obtenue est de 0,56 mm. Il est important de noter que cette méthode a été appliquée sur plusieurs cartographies EBSD provenant d'échantillons prélevés dans différents blocs afin d'être le plus représentatif possible.

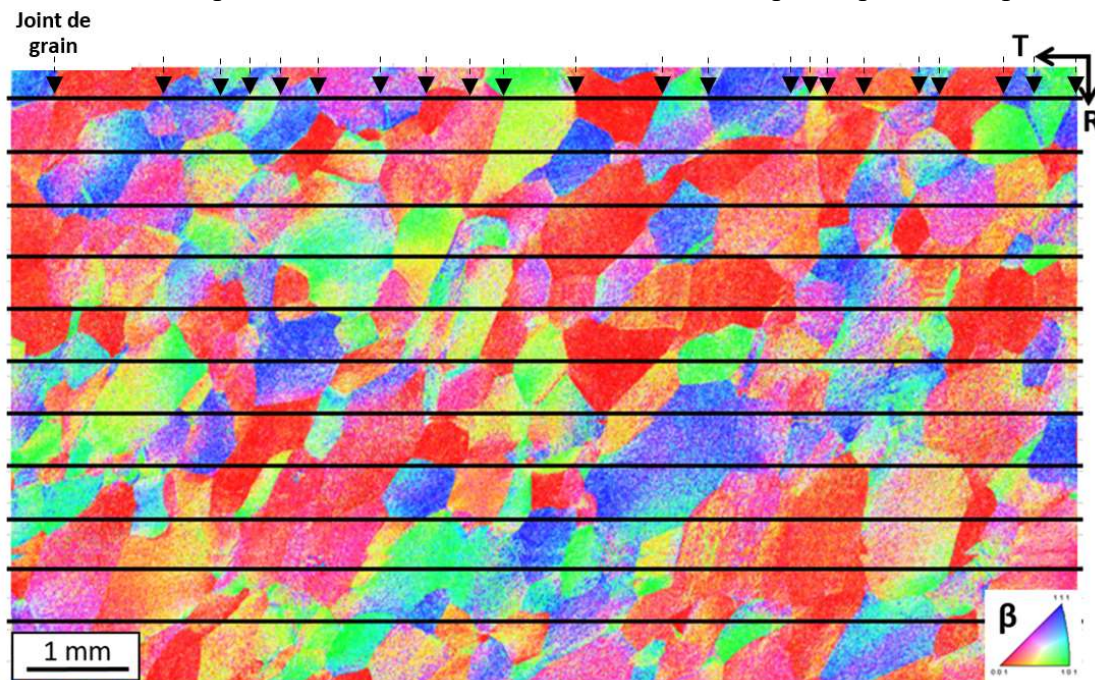


Figure 3-3 : Orientations cristallographiques de la phase β suivant la direction L, normale à la face étudiée. Les droites utilisées pour la mesure des intercepts sont représentées, ainsi que les joints de grain β identifiés pour la première droite.

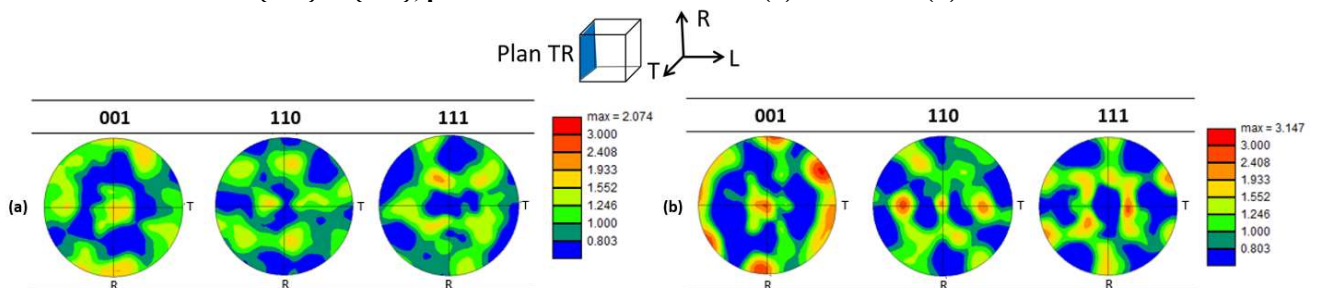
Les dimensions obtenues sont indiquées dans le Tableau 3-1. Le nombre de grains β considérés pour chaque direction est noté afin de souligner la représentativité des résultats. La dimension moyenne des grains β suivant la direction L est de 1,7 mm pour la billette de diamètre 280 mm, contre respectivement 0,46 mm et 0,47 mm pour les directions R et T. Cela met en évidence un fibrage des grains β suivant la direction L. Un facteur de forme des grains β peut alors être défini. Il correspond au rapport entre la dimension des grains β suivant la direction L et celle moyennée suivant les directions R et T. Le facteur de forme des grains β de la billette de diamètre 280 mm est de 3,7 contre 5,5 pour celle de diamètre 125 mm, qui présente donc un fibrage plus prononcé. De plus, les dimensions des grains β dans cette billette sont plus faibles que celles de la billette de diamètre 280 mm pour toutes les directions. Leur volume est donc plus faible.

Tableau 3-1 : Dimensions des grains β suivant les trois directions R, T et L pour les billettes de diamètre (a) 280 mm et (b) 125 mm.

(a)				(b)			
Direction	Nombre de grains β considérés	Taille des grains β (mm)	Ecart type (mm)	Direction	Nombre de grains β considérés	Taille des grains β (mm)	Ecart type (mm)
R	1002	0,47	0,22	R	378	0,3	0,12
L	254	1,7	0,9	L	92	1,43	0,83
T	671	0,46	0,21	T	600	0,26	0,13

La texture cristallographique de la phase β a été étudiée pour les deux billettes avec les cartographies EBSD réalisées dans le plan TR car elles incluent un nombre de grains β plus élevé, ce qui augmente leur représentativité. Le nombre de grains β considérés est respectivement d'environ 200 et 250 grains pour les billettes de diamètre 280 et 125 mm. De plus, seulement les données EBSD avec un indice de confiance supérieur à 0,2 ont été prises en compte afin d'avoir un bon compromis entre le nombre de données considérées et leur fiabilité. La distribution des orientations cristallographiques de la phase β , tracée sur des figures de pôle $\{001\}$, $\{110\}$ et $\{111\}$ est présentée dans le Tableau 3-2. Un maximum parallèle à la direction L pour les figures de pôle $\{001\}$ est obtenu pour les deux billettes. Cependant, la billette de diamètre 125 mm présente une texture avec une intensité maximale de 3,1 contre 2,1 pour celle de la billette de diamètre 280 mm. Ces textures restent toutefois faiblement marquées tout comme celle mesurée pour du Ti-1023 forgé dans le domaine $\alpha+\beta$ avec des intensités maximales entre 1,5 et 4,2 mesurées par diffraction de neutrons [Raghunathan, 2008] [Lhadi, 2020] [Purohit, 2021].

Tableau 3-2 : Distribution des orientations cristallographiques de la phase β , tracées sur des figures de pôle $\{001\}$, $\{110\}$ et $\{111\}$, pour les billettes de diamètre (a) 280 mm et (b) 125 mm.



3.2.1.2. *Microstructure interne au grain β*

Différentes caractéristiques ont été étudiées concernant la microstructure interne aux grains β :

- L'orientation cristallographique et la fraction de la phase α_p
- La morphologie de la phase α_p et des sous-grains β
- L'épaisseur des lamelles α_s
- Le respect des relations d'orientations de Burgers

Pour ce faire, trois grains β présentant une direction [001], [110] ou [111] alignée suivant la direction L ont été considérés pour chaque billette sur des échantillons mis en solution, comme présenté en Figure 3-4. Pour le grain présentant une orientation [001] de la billette de diamètre 280 mm, des nodules avec une orientation cristallographique préférentielle à proximité du joint de grain β sont observés. Cela est probablement dû à une déformation insuffisante de ces derniers lors des traitements thermomécaniques, qui empêche leur globularisation complète [Jones, 2008][Li (2), 2018]. Ces nodules ne sont pas pris en compte pour l'étude de la microstructure interne au grain β . Pour tous les autres cas présentés, les cartographies EBSD sont réalisées à cœur de grain sans intégrer le voisinage des joints de grains.

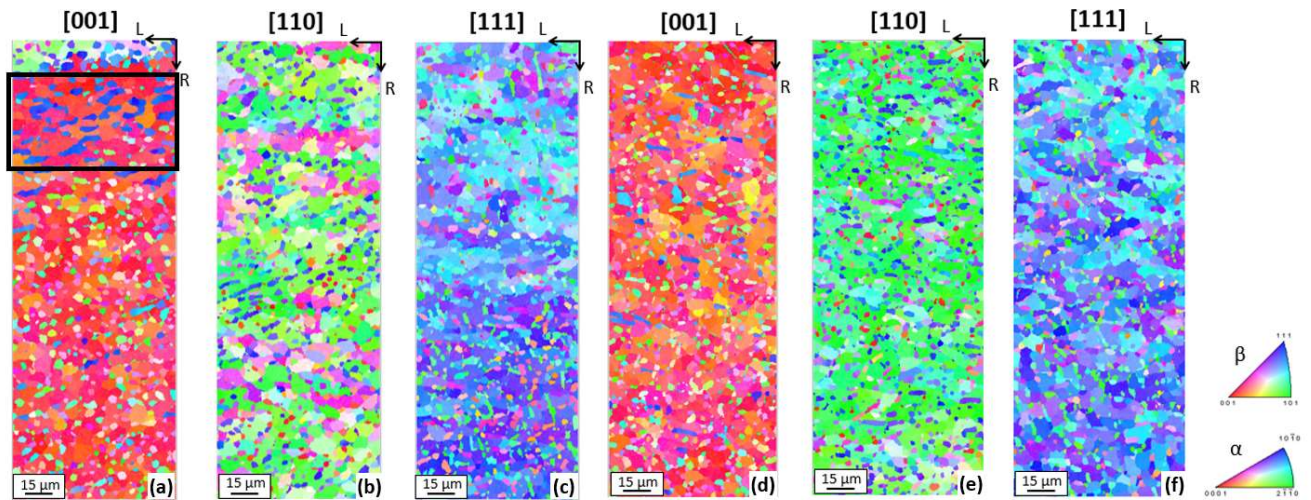


Figure 3-4 : Orientations cristallographiques des phases α et β suivant la direction L de la microstructure interne aux grains β , mise en solution, pour des grains présentant des directions [001], [110] et [111] alignées suivant la direction L pour la billette de diamètre 280 (a), (b) et (c) et 125 mm (d), (e) et (f). Les nodules avec une orientation cristallographique préférentielle à proximité d'un joint de grain sont encadrés en noir.

Les dimensions, la fraction surfacique et les orientations cristallographiques des nodules sont résumées dans le Tableau 3-3. Le maximum d'intensité de la phase α suivant la direction $[10\bar{1}0]$ alignée avec la direction L est respectivement de 4,7 et 6,7 dans un grain β avec la direction [110] alignée avec la direction L pour les billettes de diamètre 280 mm et 125 mm. Cette similarité dans la distribution des orientations cristallographiques de la phase α est également observée pour les orientations [001] et [111].

La fraction d'interfaces entre les phase α et β ne respectant pas les relations d'orientations de Burgers a été comparée à celle totale avec le code MTEX décrit dans le chapitre 2. 40 % des interfaces sont considérées comme ne respectant pas les relations de Burgers pour les deux billettes. Cette valeur est relativement élevée et signifie que seulement un peu plus de la moitié des nodules sont en relation de Burgers avec le grain β . La détermination des interfaces par le programme MTEX est probablement erronée dû à une mauvaise indexation de la phase β . Toutefois, une similarité entre les deux billettes est observée.

La fraction de nodules est respectivement de 21 % et 18 % pour les billettes de diamètre 280 mm et 125 mm. Elles présentent également des nodules de 2,4 μm et 2,0 μm de diamètre moyen. L'orientation cristallographique du grain β ne semble pas avoir d'influence notable sur la fraction ou le diamètre des nodules.

Tableau 3-3 : Distribution des orientations cristallographiques selon la direction L des phases α et β tracées sur des figures de pôle inverse. Fraction et diamètre des nodules α_p , ainsi que les dimensions des sous-grains β et la fraction d'interfaces ne respectant pas les relations de Burgers pour trois grains β avec une direction [001], [110] ou [111] suivant la direction L pour des échantillons mis en solution provenant des billettes de diamètre (a) 280 mm et (b) 125 mm.

	Distribution des orientations cristallographiques de la phase β	Distribution des orientations cristallographiques de la phase α	Fraction α_p (%) Diamètre des nodules α (μm)	Non respect des relations de Burgers (%)	Taille des sous grains β (μm)
(a)			21 % 2,5 +/- 1,1 μm	36 %	4,3 +/- 2,9 μm
			21 % 2,3 +/- 1,2 μm	37,8 %	5,7 +/- 3,2 μm
			22 % 2,4 +/- 1,2 μm	46,1%	5,1 +/- 3,2 μm
(b)			16 % 2,0 +/- 1,1 μm	39 %	4,5 +/- 3 μm
			18 % 2,0 +/- 1,0 μm	46,8 %	4,2 +/- 2,8 μm
			19 % 2,0 +/- 1,1 μm	42,7%	5,1 +/- 3,2 μm

Le diamètre moyen des sous-grains β est d'environ 5 μm sur les trois grains β pour les deux billettes dans le Tableau 3-3. On remarque que les valeurs d'écart-types sont relativement élevées. Des désorientations supérieures à 15° peuvent être constatées entre les sous-grains β d'un même grain β sur la Figure 3-5 (a), encadrées en rouge et bleu. Cet angle de désorientation est généralement admis pour distinguer les joints de grains β de ceux des sous-grains. Des études portant sur le Ti-1023 ont également

montré des désorientations élevées entre deux sous-grains β [Chini, 2016], [Ravi, 2021], [Lhadi, 2020]. Ces dernières dépendent des conditions de traitement thermomécanique [Lambert, 2021]. De plus, les sous-grains β semblent être organisés en « clusters » en fonction de leur désorientation pouvant aller de quelques sous-grains β à plusieurs dizaines, comme observé sur la Figure 3-5 (c). Cela peut introduire des questions concernant la distinction entre les sous-grains β et les grains β . Dans la suite de ce manuscrit, un grain β sera considéré comme un ensemble de sous-grains, avec des orientations cristallographiques similaires, pouvant contenir plusieurs « clusters », présentant une taille millimétrique.

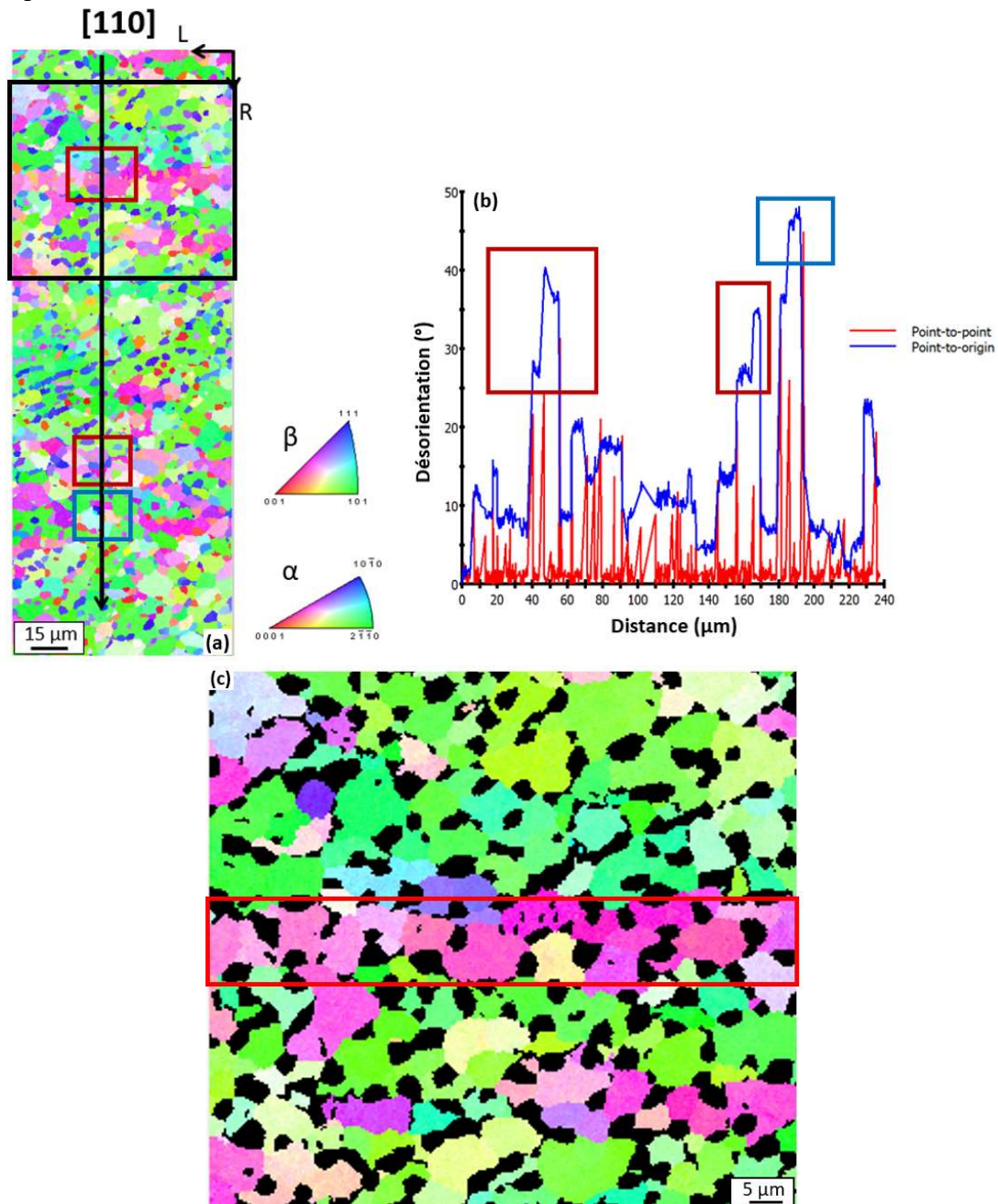


Figure 3-5 : Orientations cristallographiques des phases α et β suivant la direction L représentant la sous structuration de la phase β au sein d'un grain β avec une direction [110] suivant la direction L (a). Profil de désorientation entre les sous-grains β interceptés par la droite verticale noire sur la cartographie EBSD (b). Orientations cristallographiques de la phase β suivant la direction L de la zone encadrée en noir à plus fort grandissement (c). La zone encadrée en rouge correspond à un « cluster » de sous-grains β .

La microstructure d'échantillons vieillis a été analysée afin d'étudier la précipitation des lamelles α_s . Elles sont enchevêtrées sous forme de clusters tri variants dans la matrice β comme le montre la Figure 3-6 au sein d'un sous-grain β . La mesure de leur épaisseur en surface a été réalisée dans différents grains et sous-grain β , afin d'être la plus représentative possible. Les valeurs obtenues montrent que l'épaisseur moyenne des lamelles est d'environ $0,08 \mu\text{m}$ pour les deux billettes.

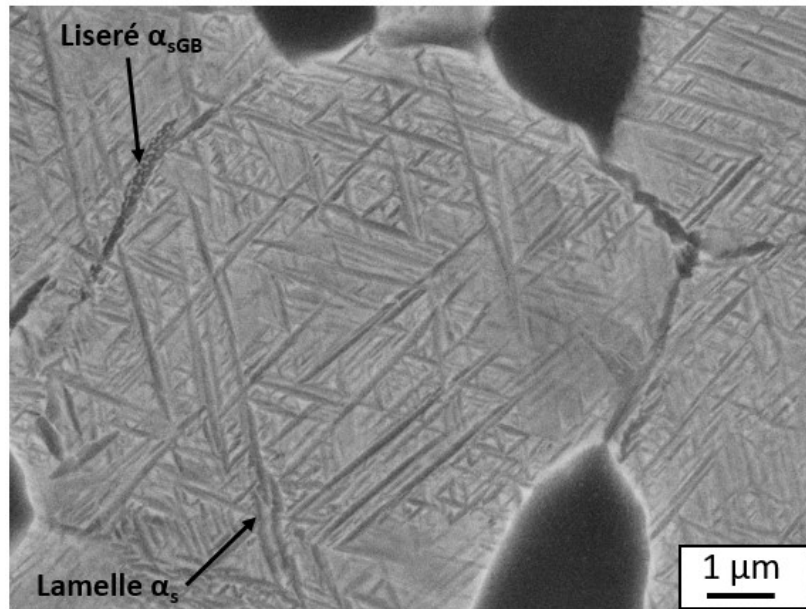


Figure 3-6 : Micrographie MEB de la précipitation des lamelles α_s au sein d'un sous-grain β .

Les billettes de diamètre 280 mm et 125 mm présentent des liserés de phase α_{GB} discontinus pouvant atteindre respectivement 1,22 mm et 0,34 mm de long sur la Figure 3-7. Cette différence de dimensions des liserés de phase α_{GB} est probablement due à la différence de corroyage entre les deux billettes lors des traitements thermomécaniques. La présence de liserés α_{GB} , plus ou moins continus, a également été constatée dans du Ti-1023 avec une microstructure bimodale [Chini, 2016]. Liu et al. ont étudié, pour un alliage β -métastable de Ti-17, la précipitation des variants de phase α_{GB} [Liu (2), 2020]. Ils ont constaté que la précipitation de la phase α_{GB} est favorisée au niveau des joints de grains β de grande désorientation et qu'elle dépend de l'orientation d'un des grains β de part et d'autre du joint de grain.

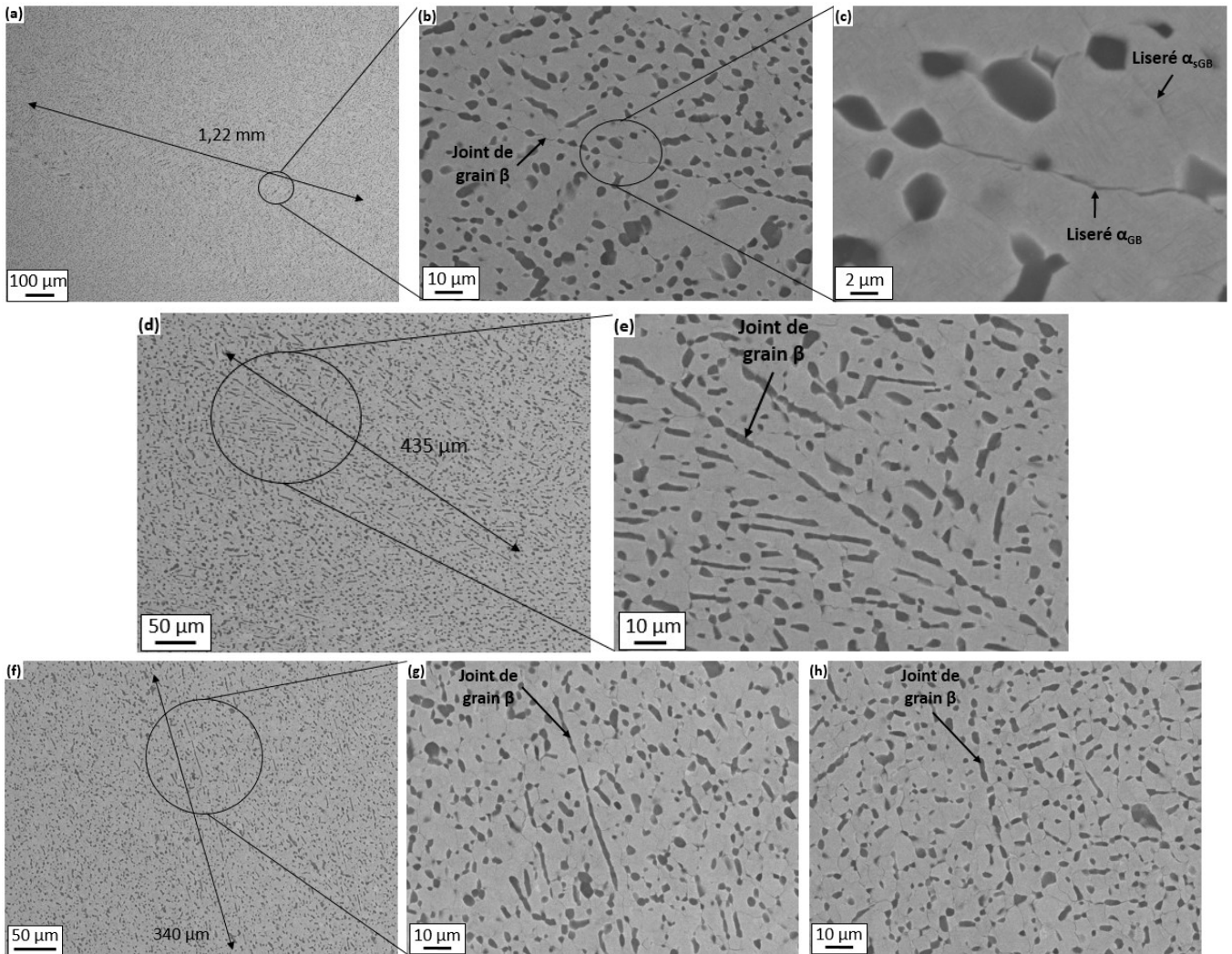


Figure 3-7 : Micrographies MEB illustrant des liserés de phase α_{GB} présents dans les billettes de diamètre 280 (a–e) et 125 mm (f-h).

3.2.1.3. *Synthèse*

Des différences microstructurales liées au taux de corroyage appliqué pour les deux billettes ont été observées. Cependant, elles sont considérées comme négligeables pour la microstructure interne au grain β dans la suite de ce chapitre par rapport à celles mises en évidence à l'échelle des grains β . La comparaison des propriétés mécaniques entre les deux billettes permettra d'étudier l'impact de ces différences.

3.2.2. Matière fournie par Aubert & Duval

La caractérisation microstructurale de la matière fournie par A&D a été réalisée de façon similaire à celle effectuée pour les deux billettes. La microstructure est constituée de grains β de taille millimétrique, allongés suivant la direction L, dans lesquels des nodules α_p et des lamelles α_s sont présents, comme le montre la Figure 3-8. On observe que le grain β est fragmenté en sous-grains β . La présence de phase α_{sGB} au niveau des sous-joints de grain β est également constatée. Une première observation suggère que la fraction de nodules α_p est plus faible que pour les deux billettes. Les lamelles α_s semblent avoir également une précipitation plus fine. Ces aspects sont étudiés de manière quantitative dans la suite de ce chapitre.

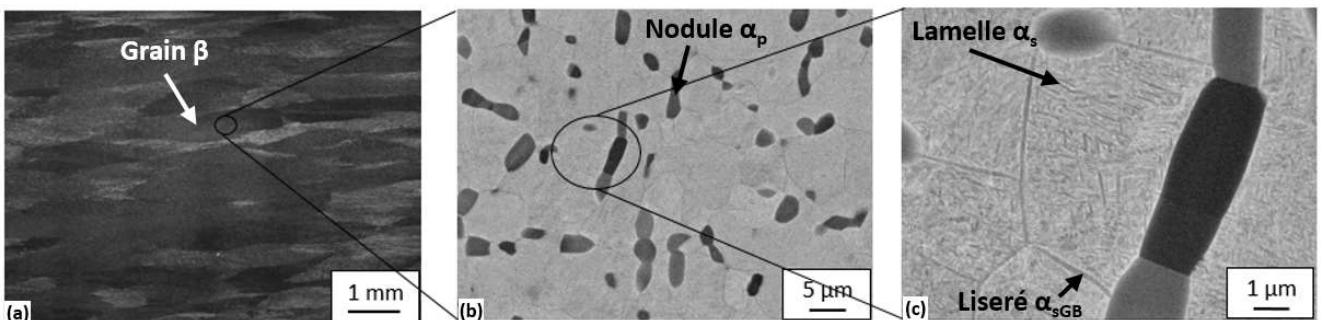


Figure 3-8 : Micrographies présentant la microstructure de la matière fournie par A&D. Micrographie optique (a) de la microstructure à l'échelle des grains β . Micrographies MEB (b) et (c) de la microstructure interne aux grains β .

3.2.2.1. A l'échelle des grains β

L'échantillon utilisé pour la caractérisation microstructurale provient de la tête d'une éprouvette $\Phi 10$ identifiée EP204.2. Pour plus d'information le lecteur peut se référer à la partie prélèvement des éprouvettes du chapitre 2. Pour rappel, cet échantillon a subi un traitement de mise en solution afin de caractériser plus facilement la phase β en l'absence des lamelles α_s . La direction L, perpendiculaire au forgeage, est connue car elle correspond à la direction de prélèvement des éprouvettes dans la tige coulissante. Cependant, les orientations des directions R et T sont indéterminées à cause de la symétrie de révolution des éprouvettes, où ces directions n'ont pas été repérées. Pour la suite, on considère que la direction R est alignée avec le rayon de l'éprouvette et la direction T est orthogonale aux deux autres. Les orientations cristallographiques de la phase β dans l'échantillon suivant la normale aux plans TR et LT sont présentées en Figure 3-9.

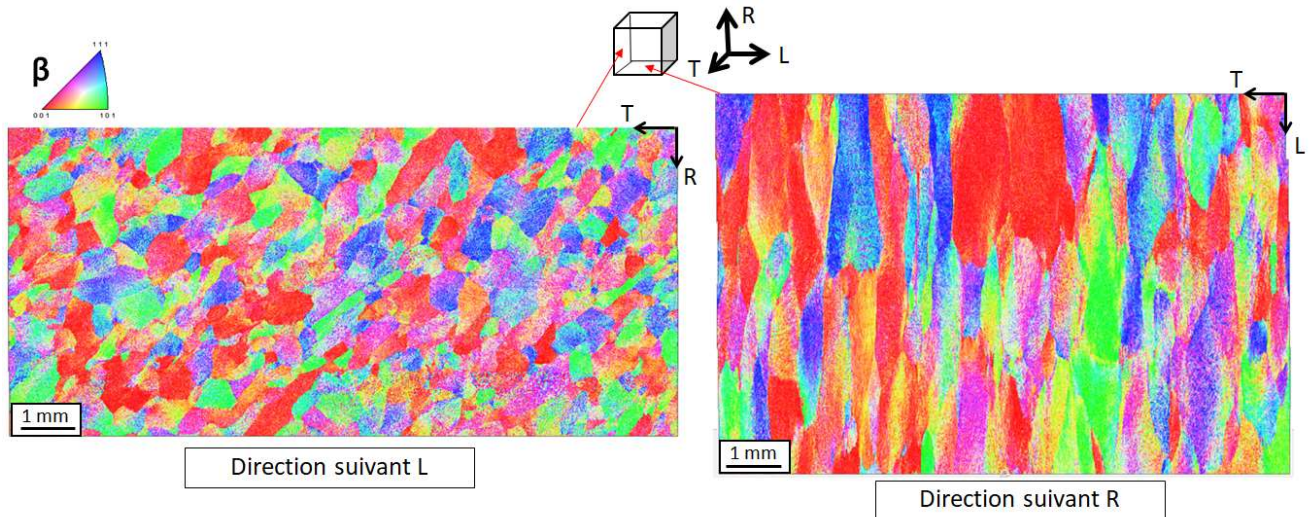


Figure 3-9 : Orientations cristallographiques de la phase β suivant la normale à la face étudiée pour un échantillon prélevé dans la tête d'une éprouvette Φ 10. Cartographies EBSD réalisées (a) dans le plan TR et (b) le plan LT de l'échantillon.

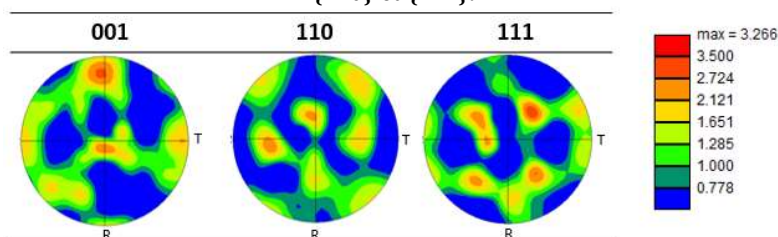
La quantification des dimensions des grains β a été réalisée par la méthode des intercepts modifiée présentée précédemment. Le Tableau 3-4 résume les valeurs mesurées suivant les différentes directions. Les grains β présentent une longueur moyenne de 1,72 mm suivant la direction L contre respectivement 0,41 mm et 0,35 mm pour les directions R et T. Ils possèdent donc un allongement préférentiel selon la direction L et un facteur de forme d'environ 4,5. Ils présentent également une dimension similaire à ceux de la billette de diamètre 280 mm suivant la direction L. Leur dimension moyenne dans le plan TR est quant à elle intermédiaire entre 0,3 mm et 0,47 mm qui correspondent respectivement à celles des grains β des billettes de diamètre 280 et 125 mm.

Tableau 3-4 : Dimensions des grains β suivant les directions L, T et R pour la matière fournie par A&D, obtenues selon la méthode des intercepts modifiée. Le nombre de grains β considérés pour chaque direction est également indiqué.

Direction	Nombre de grains β considérés	Taille des grains β (mm)	Ecart type (mm)
R	280	0,41	0,18
L	60	1,72	0,72
T	806	0,35	0,18

La distribution des orientations cristallographiques de la phase β tracée sur des figures de pôle $\{001\}$, $\{110\}$ et $\{111\}$ est visible dans le Tableau 3-5. Ces données proviennent de la cartographie EBSD réalisée dans le plan TR, en considérant environ 200 grains β . La texture mesurée est relativement faible avec une intensité maximale de 3,3. Elle présente des tendances proches à celles mesurées dans les deux billettes avec un maximum pour la figure de pôle $\{001\}$ relativement parallèle à la direction L.

Tableau 3-5 : Distribution des orientations cristallographiques de la phase β tracée sur des figures de pôle $\{001\}$, $\{110\}$ et $\{111\}$.



3.2.2.2. *Microstructure interne au grain β*

Les orientations cristallographiques des phases α et β de la microstructure interne à trois grains β orientés $[001]$, $[110]$ ou $[111]$ pour des échantillons mis en solution sont présentées sur la Figure 3-10. Comme pour les deux billettes, la présence de désorientations élevées, supérieures à 15° , entre les sous-grains β est constatée. Des « clusters » de sous-grains peuvent également être observés. Cependant, leur présence et leurs dimensions sont variables pour chaque grain.

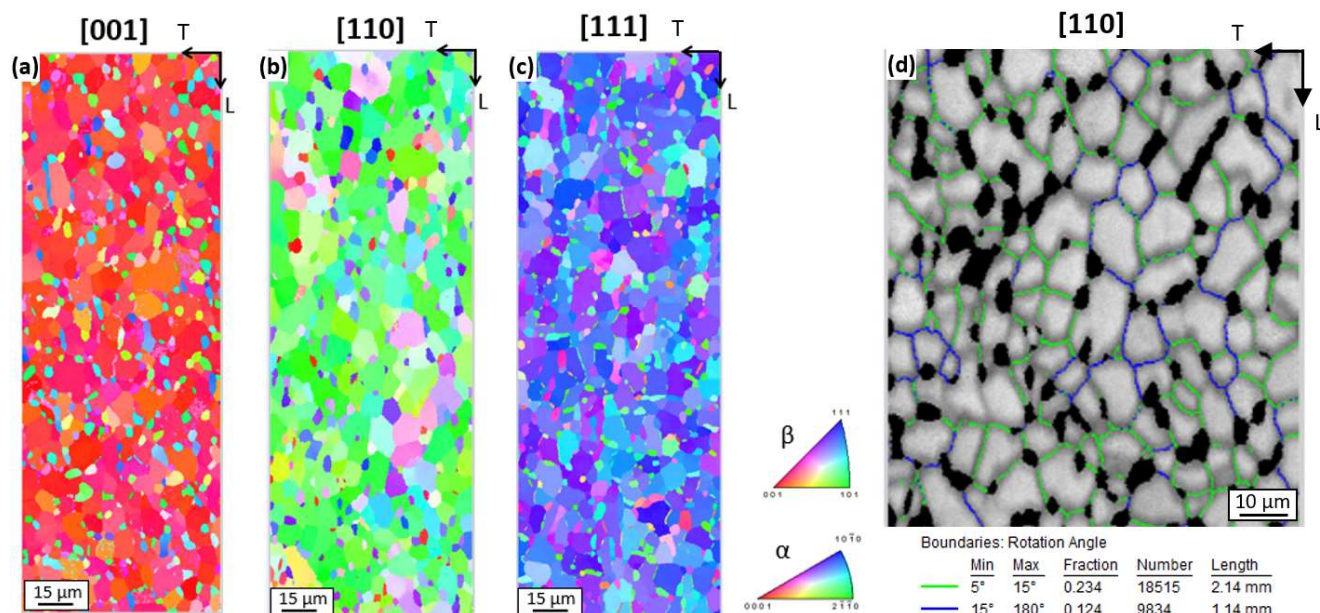


Figure 3-10 : Orientations cristallographiques des phases α et β suivant la direction L de la microstructure interne aux grains β , mise en solution, avec des directions $[001]$, $[110]$ et $[111]$ suivant la direction L pour la matière fournie par A&D (a-c). Désorientations entre les sous-grains β dans le grain β avec une direction $[110]$ suivant la direction L (d).

La texture des nodules α_p , observée dans le Tableau 3-6, est relativement similaire à celle obtenue pour les deux billettes pour une orientation cristallographique de grain β donnée. La fraction d'interfaces respectant les relations d'orientations de Burgers est d'environ 55 %. Elle est proche de celles des billettes d'environ 60 %. La fraction surfacique de nodules est d'environ 13 % sur les trois orientations de grains β étudiées. Elle est plus faible que celles des billettes de diamètre 280 et 125 mm qui étaient pour rappel de 21% et 18%. Le diamètre moyen des nodules est quant à lui d'environ $3,4 \mu\text{m}$. Il est plus élevé que celui obtenu pour les deux billettes de $2,4 \mu\text{m}$ et $2,0 \mu\text{m}$. Le diamètre des sous-grains β est également similaire sur les trois grains β étudiés et d'environ $9 \mu\text{m}$ au lieu de $5 \mu\text{m}$ en moyenne pour les deux billettes.

Tableau 3-6 : Distribution des orientations cristallographiques des phases α et β selon la direction L tracées sur des figures de pôle inverse. Fraction surfacique et diamètre des nodules α_p , ainsi que le diamètre moyen des sous-grains β et la fraction d'interfaces ne respectant pas les relations de Burgers pour trois grains β alignés avec la direction [001], [110] ou [111] suivant la direction L pour un échantillon mis en solution provenant de la matière fournie par A&D.

Distribution des orientations cristallographiques de la phase β	Distribution des orientations cristallographiques de la phase α	Fraction α_p (%) Diamètre des nodules α (μm)	Non respect des relations de Burgers (%)	Taille des sous grains β (μm)
		13,1 % 3,2 +/- 0,9 μm	44,7%	9,1 +/- 3 μm
		12,6 % 3,6 +/- 1,1 μm	47,2%	8,9 +/- 3 μm
		13,3 % 3,4 +/- 1,1 μm	40,3%	8,6 +/- 3 μm

L'épaisseur moyenne des lamelles est d'environ 0,09 μm . Elles sont donc légèrement plus épaisses que celles mesurées des deux billettes qui présentaient une épaisseur d'environ 0,08 μm . De plus, leur précipitation sous forme de clusters tri variants est moins claire, comme le montre la Figure 3-11.

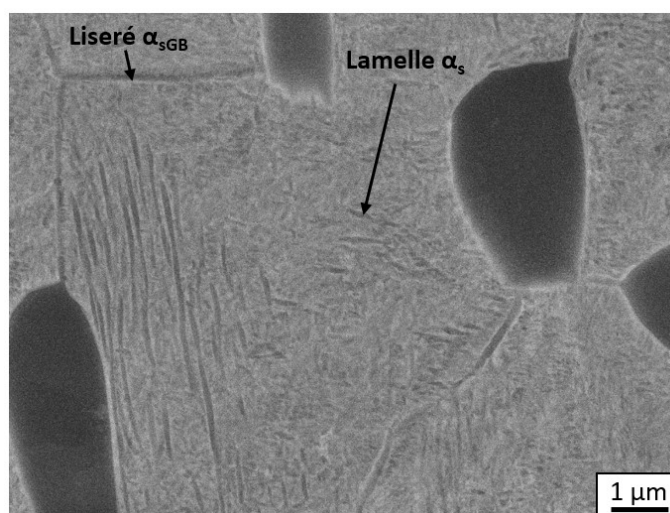


Figure 3-11 : Micrographie MEB de la précipitation des lamelles α_s au sein d'un sous-grain β .

Des clusters alignés de nodules le long du joint de grain β ont été observés. Ils sont discontinus et ne sont présents qu'au niveau de certains joints de grain β isolés, comme le montre la Figure 3-12. Ils présentent des longueurs de l'ordre de quelques centaines de micromètres. La précipitation de la phase α aux joints de grain β est donc plus proche de celle de la billette de diamètre 125 mm en termes de répartition spatiale.

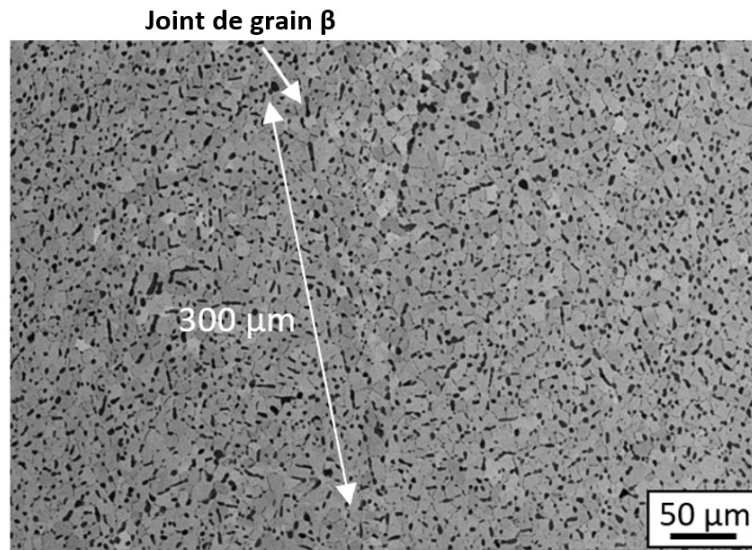


Figure 3-12 : Micrographie MEB illustrant la phase α aux joints de grain β présents dans la matière fournie par A&D.

3.2.2.3. *Synthèse*

La matière fournie par A&D possède une microstructure avec une distribution bimodale en taille de précipités α et des grains β allongés suivant la direction L. Cependant, les dimensions caractéristiques et les fractions des éléments microstructuraux sont différentes de celles des billettes. Ces informations seront utiles dans la suite de ce chapitre pour expliquer d'éventuelles différences de comportement mécanique.

3.3. Anisotropie et variabilité des propriétés en traction

Cette partie a pour but d'étudier l'anisotropie et la variabilité des propriétés en traction du Ti-1023. Pour cela, des éprouvettes ont été prélevées suivant différentes directions géométriques. Des éprouvettes de différentes dimensions ont également été utilisées afin de comprendre l'impact du volume sollicité.

3.3.1. Relations entre les propriétés en traction et les textures morphologique et cristallographique de la phase β

3.3.1.1. *Comportement mécanique macroscopique*

Les courbes contrainte-déformation des éprouvettes prélevées suivant les directions L et T dans la billette de diamètre 280 mm sont reportées sur la Figure 3-13. Les modules d'Young sont respectivement de 107,3 GPa et 108,2 GPa pour les directions T et L. Une similarité des valeurs de limite d'élasticité et de résistance mécanique est également observée. Les deux éprouvettes présentent donc un comportement mécanique proche dans le régime de déformation uniformément répartie, avec un écrouissage faible. Toutefois, une différence marquée des valeurs d'allongement à rupture peut être relevée avec des valeurs de 19,7 % et 5,2 % suivant les directions L et T.

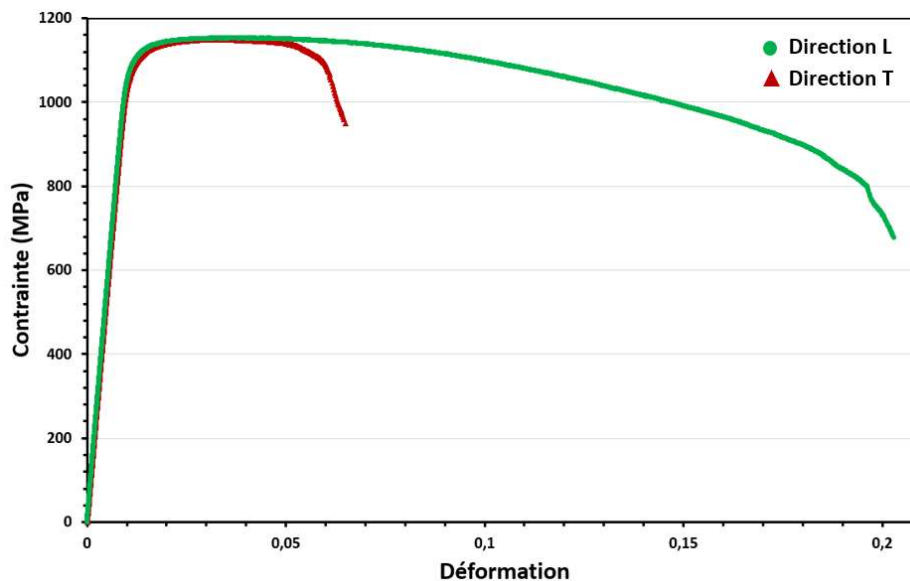


Figure 3-13 : Courbes contrainte-déformation à température ambiante du Ti-1023 pour deux éprouvettes prélevées suivant les directions L et T dans la billette de diamètre 280 mm.

Les propriétés mécaniques associées aux différentes directions de prélèvement sont présentées sur la Figure 3-14 sous forme de graphiques radars. Les propriétés étudiées sont le module d'Young, la limite d'élasticité, la résistance mécanique, l'allongement uniformément réparti et l'allongement à rupture. Pour rappel, pour chaque direction de prélèvement quatre éprouvettes ont été sollicitées en moyenne afin d'étudier la dispersion des propriétés mécaniques. Pour des raisons de clarté, les résultats sont présentés seulement suivant le plan LT. L'étude suivant les plans LR et TR est reportée en annexe 3, étant donné que les conclusions sont similaires à celles dans le plan LT.

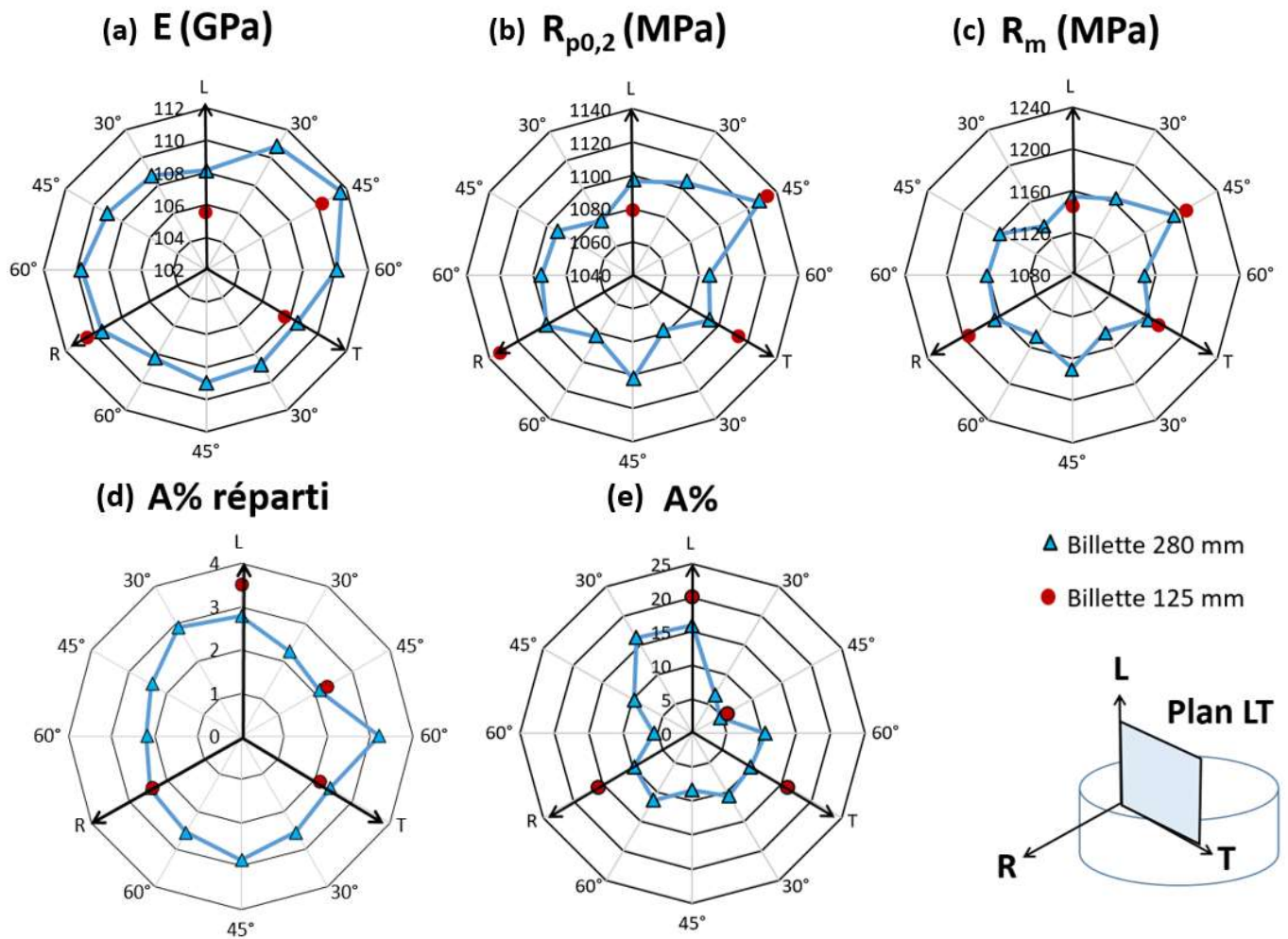


Figure 3-14 : Graphiques radars des valeurs de module d'Young (a), de limite d'élasticité (b), de résistance mécanique (c), d'allongement uniformément réparti (d) et d'allongement à rupture (e). Ces graphiques présentent la moyenne des valeurs pour l'ensemble des directions de prélèvement testées et issues des billettes de diamètres 280 (bleu) et 125 (rouge) mm.

A. Le module d'Young

Les valeurs de module d'Young varient de 105,4 à 111,7 GPa. Elles semblent être légèrement impactées par la direction de prélèvement avec un écart maximal inférieur à 6 GPa entre les éprouvettes prélevées à 45° de la direction L dans le plan LT, et celles prélevées suivant la direction L, pour les deux billettes. De plus, l'écart de module d'Young entre les deux billettes est relativement faible avec une valeur maximale de 2,7 GPa suivant la direction L.

La dispersion maximale des valeurs de module d'Young est de 3,6 GPa pour la billette de diamètre 280 mm suivant la direction T sur la Figure 3-15. La billette de diamètre 125 mm présente une dispersion maximale de 2,2 GPa suivant la direction R. La dispersion des valeurs de module d'Young est donc relativement faible pour les deux billettes.

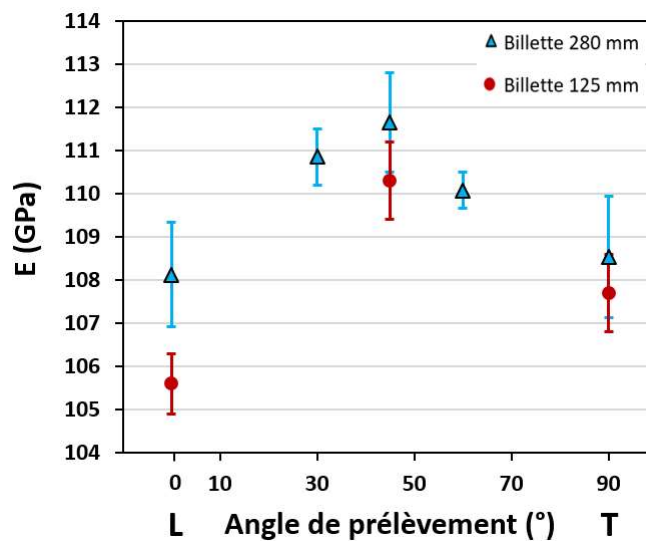


Figure 3-15 : Valeurs du module d'Young pour différentes directions de prélèvement dans le plan LT des deux billettes.

B. La limite d'élasticité et la résistance mécanique

La résistance mécanique en fonction de la limite d'élasticité est présentée sur la Figure 3-16. Une relation linéaire entre ces deux grandeurs apparaît clairement. Le coefficient de corrélation est relativement élevé avec $R^2 = 0,93$. Pour la suite, il est donc admis que les conclusions obtenues pour la limite d'élasticité sont également valables pour la résistance mécanique.

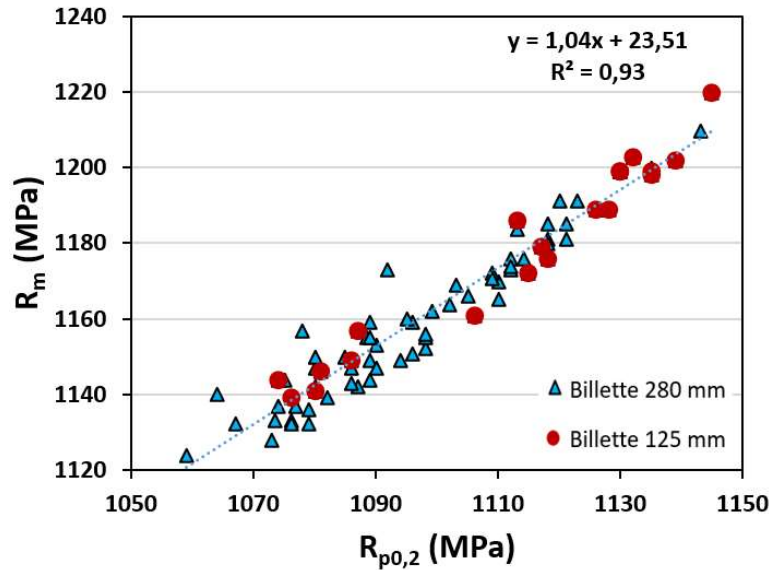


Figure 3-16 : Résistance mécanique en fonction de la limite d'élasticité pour l'ensemble des éprouvettes sollicitées lors de cette étude.

Les valeurs extrêmes de limite d'élasticité moyenne sont de 1129 et 1078 MPa pour les éprouvettes prélevées à 45° de la direction L dans le plan LT et celles prélevées à 30° de la direction L dans le plan LR pour la billette de diamètre 280 mm sur la Figure 3-14. Cette anisotropie de la limite d'élasticité est également visible pour les éprouvettes issues de la billette de diamètre 125 mm. De plus, les valeurs pour la billette de diamètre 125 mm sont plus élevées que celles de diamètre 280 mm pour les directions T et R. Une différence d'environ 33 MPa est observée suivant la direction R. Les valeurs de limite d'élasticité moyenne varient donc d'environ 5 % en fonction de la direction et la billette considérées. Cela est relativement similaire aux variations de module d'Young qui présentent une différence d'environ 6 %.

La direction T présente une dispersion des valeurs de limite d'élasticité d'environ 40 MPa pour la billette de diamètre 280 mm contre seulement environ 10 MPa pour celle de diamètre 125 mm sur la Figure 3-17. La dispersion est donc plus élevée pour les éprouvettes provenant de la billette de diamètre 280 mm.

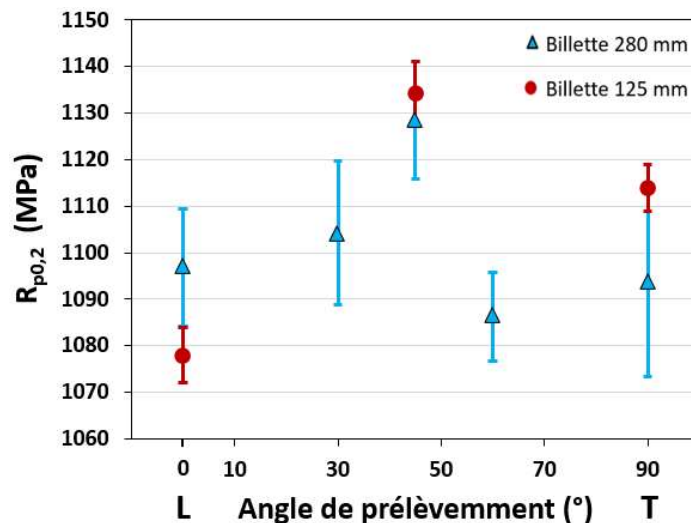


Figure 3-17 : Valeurs de la limite d'élasticité pour différentes directions de prélèvement dans le plan LT des deux billettes.

C. Allongement uniformément réparti

Les valeurs d'allongement uniformément réparti moyennes sont comprises entre 2,1 % et 3,4 % pour les différentes directions dans les deux billettes sur la Figure 3-14. La valeur la plus élevée est obtenue suivant la direction L de la billette de diamètre 125 mm. La valeur minimale est mesurée pour la direction T de cette même billette. Les valeurs d'allongement uniformément réparti varient donc d'environ 38 % en fonction de la direction considérée pour la billette de diamètre 125 mm.

La direction L de la billette de diamètre 280 mm présente la dispersion des valeurs d'allongement uniformément réparti la plus élevée avec un écart de 1,0 % sur la Figure 3-18. La billette de diamètre 125 mm présente une dispersion maximale plus faible d'environ 0,5 % suivant la direction à 45° de la direction L.

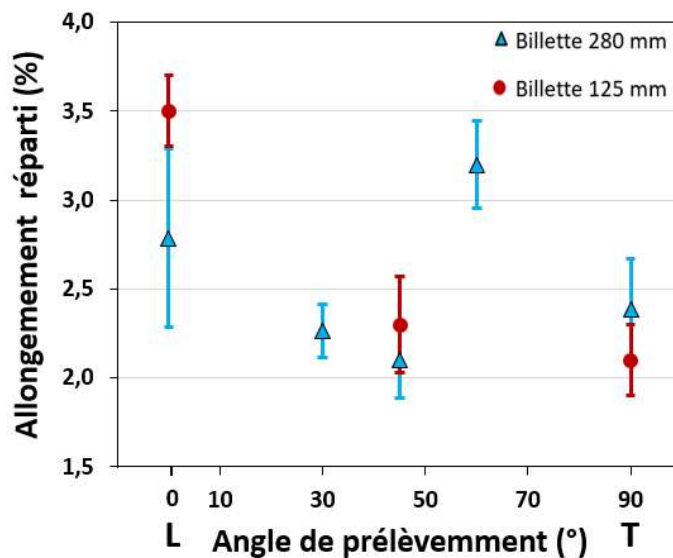


Figure 3-18 : Valeurs d'allongement uniformément réparti pour différentes directions de prélèvement dans le plan LT des deux billettes.

D. Allongement à rupture

La direction L présente les valeurs d'allongement à rupture les plus élevées d'environ respectivement 16,0 % et 20,3 % pour les billettes de diamètre 280 et 125 mm sur la Figure 3-14. Les éprouvettes prélevées à 45° de la direction L dans le plan LT présentent quant à elles les valeurs les plus basses de 4,7 % et de 5,9 % pour les deux billettes. La billette de diamètre 125 mm présente la différence d'allongement à rupture la plus élevée d'environ 14,4 %. De plus, elle présente des valeurs globalement plus élevées que celles de diamètre 280 mm. Les valeurs d'allongement à rupture peuvent donc varier d'environ 70 % en fonction de la direction et de la billette considérée.

Une dispersion plus élevée des valeurs d'allongement à rupture pour les éprouvettes provenant de la billette de diamètre 280 mm est constatée sur la Figure 3-19. En effet, cette billette présente une dispersion maximale d'environ 9,0 % suivant la direction à 60° de la direction L. La billette de diamètre 125 mm présente quant à elle une dispersion maximale de 4,4 % selon la direction L.

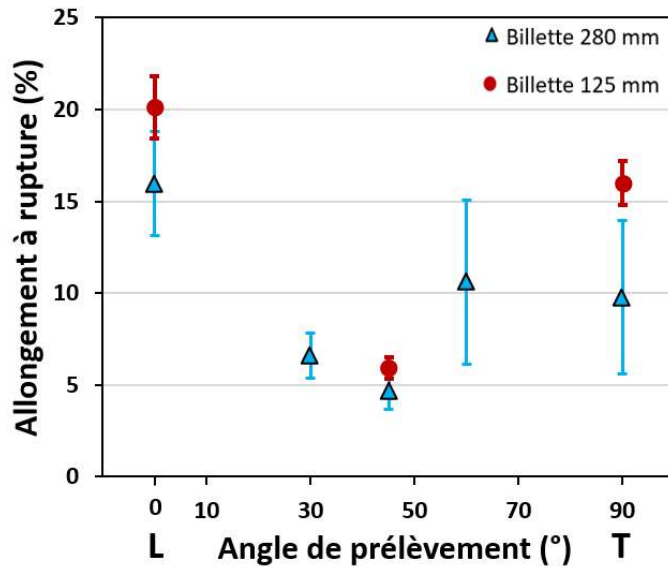


Figure 3-19 : Valeurs d'allongement à rupture pour différentes directions de prélèvement dans le plan LT des deux billettes.

E. Synthèse

Les essais de traction à température ambiante sur les éprouvettes prélevées suivant différentes directions dans les deux billettes ont permis de mettre en évidence une anisotropie des propriétés mécaniques dans l'alliage de titane Ti-1023, particulièrement marquée pour l'allongement à rupture. Ces variations d'allongement semblent essentiellement apparaître lors de la striction et de l'endommagement des éprouvettes, comme attesté par une anisotropie peu prononcée de l'allongement uniformément réparti. Cette anisotropie des propriétés mécaniques a été observée pour les deux billettes. Cependant, elle est sensiblement plus marquée pour la billette de diamètre 125 mm, dans laquelle la dispersion des propriétés mécaniques est aussi plus faible. Enfin, la billette de diamètre 125 mm présente une population de points issus des essais mécaniques décalée vers les limites d'élasticité et allongements à rupture plus élevées sur la Figure 3-20. Elle présente donc un meilleur compromis entre ces deux propriétés mécaniques que la billette de diamètre 280 mm. La suite de ce chapitre se concentrera sur la compréhension de ces variabilités et anisotropies de propriétés mécaniques à l'aide de la caractérisation microstructurale précédemment réalisée.

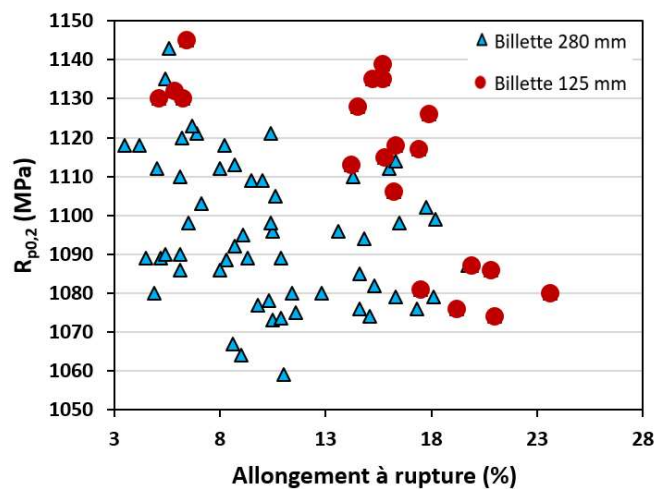


Figure 3-20 : Limite d'élasticité en fonction de l'allongement à rupture pour chaque éprouvette testée des deux billettes.

3.3.1.2. Sensibilité des propriétés mécaniques à la microstructure

Afin de modéliser la relation entre les propriétés mécaniques et les orientations cristallographiques et morphologiques des grains β , différentes variables ont été définies. La phase β présente une anisotropie élastique marquée. Il a donc été choisi de définir deux variables pour décrire la distribution des orientations cristallographiques des grains β . La variable x_1 correspond aux grains β présentant une faible rigidité, avec une direction $[001]$ alignée avec la direction de sollicitation. La variable x_2 est utilisée pour décrire le comportement des grains β les plus rigides, orientés $[111]$. Une dernière variable x_3 a été mise en place afin de prendre en compte la morphologie des grains β au travers de la contribution des joints de grain β via une loi de Hall-Petch. Pour la suite, on a supposé que la relation entre ces variables, représentée par l'Équation 3-1, est linéaire et que leur contribution sont indépendantes. Dans ce cadre, la propriété mécanique que l'on cherche à estimer sera y avec ε un terme d'erreur indépendant et a_0 , a_1 , a_2 et a_3 des constantes à déterminer.

$$y = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3 + \varepsilon \quad \text{Équation 3-1}$$

L'étude statistique est donc basée sur l'utilisation d'une régression multilinéaire afin de décrire le comportement mécanique du Ti-1023 en fonction des différentes variables définies précédemment. Pour cela, l'ensemble des données des essais de traction est considéré. La base de données analysée comprend 81 réalisations. La détermination des variables x_1 , x_2 et x_3 est détaillée dans la suite de ce chapitre.

A. Evaluation de l'effet de la texture cristallographique de la phase β

Comme énoncé précédemment, pour décrire l'orientation cristallographique de la phase β , l'alignement des directions $[001]$ et $[111]$ avec la direction de traction a été considéré. Pour la suite, on parlera d'orientations $[001]$ et $[111]$. En effet, ce sont les deux orientations qui présentent les écarts de comportement élastique et plastique les plus marqués, comme illustré sur la Figure 3-21 en considérant les valeurs de module d'Young et les facteurs de Schmid des systèmes de glissement $\{110\}\langle 111 \rangle$ et $\{112\}\langle 111 \rangle$. Des domaines d'orientation centrés autour de ces directions ont été définis avec un angle de désorientation de 20° , fixé arbitrairement. Ils sont présentés sur la Figure 3-21 (d).

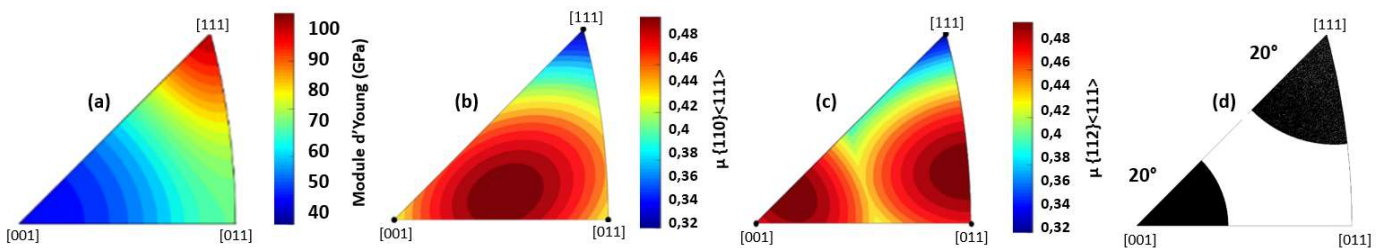


Figure 3-21 : Module d'Young de la phase β [Brandes, 1992] (a), ainsi que le facteur de Schmid des systèmes de glissement (b) $\{110\}\langle 111 \rangle$ et (c) $\{112\}\langle 111 \rangle$ en fonction de la direction de traction [Lim, 2019] et (d) les domaines d'orientation centrés autour des directions $[001]$ et $[111]$ avec une désorientation maximale de 20° tracés sur des figures de pôle inverses.

D'après ces tendances, on attend que la valeur de module d'Young décroisse avec l'augmentation de la fraction surfacique des orientations [001]. Au contraire, les orientations [111] devraient entraîner un comportement élastique plus rigide. L'orientation [001] présente des valeurs de facteur de Schmid plus élevées que celle orientée [111], en considérant les systèmes de glissement $\{110\}\langle 111\rangle$ et $\{112\}\langle 111\rangle$. Les directions non comprises dans les domaines d'orientation centrés autour des orientations [001] et [111] sont nommées « résidu » et ont également été prises en compte. On constate que ces dernières présentent une valeur de module d'Young intermédiaire par rapport à celles des orientations [001] et [111]. Le facteur de Schmid des systèmes de glissement $\{110\}\langle 111\rangle$ et $\{112\}\langle 111\rangle$ a quant à lui une valeur relativement élevée suivant ces directions complémentaires. Les comportements élastique et plastique attendus du matériau en fonction de la fraction surfacique des différentes orientations considérées sont synthétisés dans le Tableau 3-7.

Tableau 3-7 : Variations du module d'Young et du facteur de Schmid μ des systèmes de glissement $\{110\}\langle 111\rangle$ et $\{112\}\langle 111\rangle$ en fonction de la fraction surfacique des directions [001] et [111] alignées avec la direction de traction, ainsi que des directions complémentaires comprises dans le résidu. Le signe + signifie une tendance à l'augmentation de la propriété considérée. Le signe – correspond à une diminution de cette dernière en lien avec la fraction surfacique des différentes directions considérées.

Direction	E	$\mu \{110\}\langle 111\rangle$	$\mu \{112\}\langle 111\rangle$
[100]	-	+	+
[111]	+	-	-
Résidu	+/-	+	+

Les fractions surfaciques de la phase β suivant les orientations [001] et [111] déterminées pour les différentes directions de prélèvement des deux billettes sont présentées dans le Tableau 3-8. Ces résultats ont été obtenus à partir des cartographies EBSD utilisées pour la mesure de la texture de la phase β lors de la caractérisation microstructurale.

La direction L présente des fractions surfaciques élevées de phase β suivant l'orientation [001] de 26,6 % et 30,8 % pour les billettes de diamètre 280 et 125 mm respectivement. Au contraire, la direction à 45° de la direction L dans le plan LT (direction LT 45) possède les fractions surfaciques les plus faibles suivant l'orientation [001] de 11,6 % et 4,6 % pour les deux billettes.

La fraction surfacique de phase β suivant l'orientation [111] est élevée pour la direction LT 30 de la billette de diamètre 280 mm avec une valeur de 35,3 %. Au contraire, elle est faible selon la direction L avec des valeurs de 14,1 % et 4,6 % pour les billettes de diamètre 280 et 125 mm.

Tableau 3-8 : Fractions surfaciques de la phase β avec une désorientation maximale de 20°, suivant les directions [001] et [111] alignées avec la direction de traction, pour les différentes directions de prélèvement testées pour les billettes de diamètre (a) 280 et (b) 125 mm. Les fractions surfaciques de la phase β non comprises dans les domaines d'orientation des directions [001] et [111] sont indiquées dans le résidu. La direction LT 45 correspond à la direction à 45° de la direction L dans le plan LT. La direction TR 30 correspond à la direction à 30° de la direction T dans le plan TR.

Direction	$f_{[001]}$ (%)	$f_{[111]}$ (%)	Résidu (%)
T	24,1	21,7	52,9
L	26,6	14,1	61,5
R	20,7	22,5	57,6
LT 45	11,6	27,1	62,0
LR 45	13,1	22,3	64,9
(a) TR 45	21,8	15,9	60,8
LR 60	14,0	27,4	59,7
LR 30	21,0	15,8	62,6
TR 30	24,4	22,9	53,5
TR 60	21,4	16,3	61,7
LT 60	15,7	17,7	67,6
LT 30	13,9	35,3	49,9

Direction	$f_{[001]}$ (%)	$f_{[111]}$ (%)	Résidu (%)
T	25,7	20,2	54,2
(b) L	30,8	4,6	64,6
R	27,5	28,3	44,2
TL45	4,6	25,0	70,4

B. Evaluation de l'effet de la texture morphologique des grains β

La variable x_3 reflète la longueur moyenne du glissement en tenant compte des dimensions en 3D des grains β . Elle est calculée en considérant la contrainte de cisaillement macroscopique maximale pour un matériau isotrope, soit à 45° de la direction de traction. Elle considère donc uniquement la morphologie des grains β et ne prend pas en compte les données liées à leur orientation cristallographique, telles que l'orientation des plans de glissement. La méthode de détermination de la longueur du glissement pour deux directions de prélèvement à 0° et 30° de la direction L dans le plan LT est présentée en Figure 3-22. La longueur moyenne du glissement (x_3) correspond à deux fois la distance moyenne entre le centre de l'ellipsoïde et l'intersection d'un cône avec la surface de l'ellipsoïde. L'axe de rotation du cône est parallèle avec la direction de traction. L'angle d'ouverture du cône est de 45° en accord avec la contrainte de cisaillement macroscopique maximale.

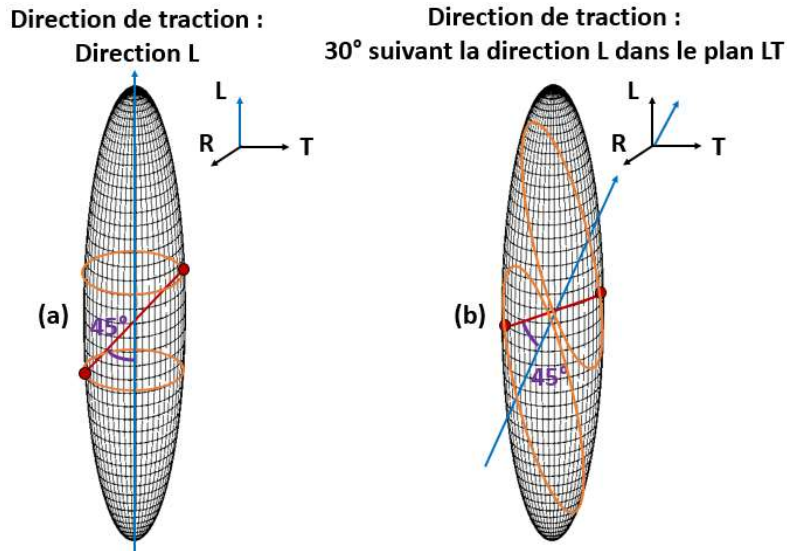


Figure 3-22 : Méthode de détermination des longueurs de glissement dans un grain β pour deux directions de traction à 0° (a) et 30° (b) de la direction L dans le plan LT. La direction de traction est représentée en bleu. Le segment rouge représente une direction de glissement à 45° de la direction de traction dans le plan LT. Les points d'intersection entre la surface de l'ellipsoïde et le cône, dont l'angle d'ouverture est de 45° , sont mis en évidence en orange.

Il est donc nécessaire de connaître la morphologie en 3D des grains β . Pour cela, leurs dimensions suivant les trois directions T, R et L, obtenues lors de la caractérisation microstructurale 3.2.1.1 ont été utilisées. Il a été admis que les grains β présentent une forme ellipsoïdale, allongée suivant la direction L, comme le montre la Figure 3-22, afin de simplifier la détermination de la variable x_3 . L'Équation 3-2 décrit une éllipsoïde et a été utilisée pour calculer les points d'intersection entre le cône et cette dernière. Les dimensions des grains β suivant les directions R, T et L sont respectivement assignées aux constantes a, b et c qui correspondent aux demi-axes de l'ellipsoïde.

$$\frac{x^2}{a^2} + \frac{y^2}{b^2} + \frac{z^2}{c^2} = 1 \quad \text{Équation 3-2}$$

Les longueurs moyennes du glissement dans un grain β calculées pour les différentes directions de prélèvement dans les deux billettes sont présentées dans le Tableau 3-9. Elles sont comprises entre 0,316 mm et 0,712 mm. Elles sont plus élevées pour la billette de diamètre 280 mm, ainsi que pour les directions de prélèvement à 45° de la direction L. Cela est directement lié à la morphologie des grains β qui ont de plus grandes dimensions dans la billette de diamètre 280 mm et suivant la direction L.

Tableau 3-9 : Longueurs moyennes du glissement dans un grain β obtenues pour les différentes directions de prélèvement dans les billettes de diamètre (a) 280 et (b) 125 mm. Comme énoncé précédemment, la direction LT 45 correspond à la direction à 45° de la direction L dans le plan LT.

Direction		Longueur moyenne du glissement (mm)	
	T	0,537	
	L	0,634	
	R	0,543	
	LT 45	0,712	
	LR 45	0,710	
(a)	TR 45	0,540	(b)
	LR 60	0,631	
	LR 30	0,690	
	TR 30	0,538	
	TR 60	0,541	
	LT 60	0,629	
	LT 30	0,692	
Direction		Longueur moyenne du glissement (mm)	
	T	0,316	
	L	0,387	
	R	0,336	
	TL45	0,474	

De plus, la contribution des joints de grain β aux différences de propriétés mécaniques, à travers la variable x_3 , a été introduite sous la forme d'une loi de Hall Petch, définie par l'Équation 3-3. σ_y est la limite d'élasticité du matériau, d correspond au diamètre des grains, k_y et σ_0 sont des constantes du matériau. σ_0 est la limite d'élasticité du matériau pour une taille de grain infinie. k_y est défini comme le coefficient de Hall Petch qui reflète la contribution des joints de grains à la limite d'élasticité. La constante a_3 de la régression multilinéaire pourra ainsi être comparée au coefficient de Hall Petch k_y des données de la littérature. La variable x_3 reflète la longueur moyenne du glissement, elle ne sera donc pas prise en compte pour décrire le module d'Young.

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k_y}{\sqrt{d}} \quad \text{Équation 3-3}$$

C. Influence de l'anisotropie microstructurale sur les propriétés mécaniques

Les coefficients obtenus par la régression multilinéaire pour les différentes propriétés étudiées sont présentés dans le Tableau 3-10. Les orientations [001] et [111] semblent avoir des effets opposés sur les propriétés mécaniques. Une fraction surfacique élevée de phase β suivant l'orientation [001] semble diminuer les valeurs de module d'Young ($a_1 < 0$), contrairement à ceux selon l'orientation [111] ($a_2 > 0$). Ce résultat était attendu, étant donnée l'anisotropie élastique de la phase β et que l'on néglige la phase α , comme le montre la Figure 3-21 (a). On observe également que l'augmentation de la fraction surfacique de phase β présentant une orientation [001] provoque une diminution des valeurs de limite d'élasticité et de résistance mécanique, alors que ceux selon l'orientation [111] améliorent ces valeurs. De plus, une fraction surfacique élevée de phase β selon l'orientation [001] semble être corrélée à une augmentation des valeurs d'allongement à rupture, contrairement à la direction [111]. Les orientations [001] et [111] exercent donc une influence inversée sur les valeurs d'allongement à rupture par rapport aux autres propriétés mécaniques.

Pour rappel, le paramètre a_3 n'a pas été pris en compte pour les valeurs de module d'Young. Une diminution est observée avec l'augmentation de la longueur moyenne du glissement pour les valeurs de limite d'élasticité. Cela était prévisible puisqu'elles sont corrélées à la densité de joints de grain β . La

valeur du coefficient de Hall Petch k_y , obtenue est de $1572 \text{ MPa}\cdot\mu\text{m}^{1/2}$. Cette valeur est supérieure à celles obtenues pour un alliage $\alpha+\beta$, le Ti-6Al-4V avec une microstructure bimodale de 230 et 340 $\text{MPa}\cdot\mu\text{m}^{1/2}$ pour des fractions surfaciques de phase β transformée respectives de 25 à 75 % [Chong (2), 2019]. L'augmentation du coefficient k_y avec celle de la fraction surfacique de phase β transformée peut s'expliquer par l'augmentation du nombre d'interfaces entre les phases α et β qui viennent entraver le mouvement des dislocations. Un coefficient k_y de $1122 \text{ MPa}\cdot\mu\text{m}^{1/2}$ a été obtenu pour un alliage β -métastable, le Ti-4Al-7Mo-3V-3Cr, avec des grains β de dimensions allant de 200 nm à 22 μm et présentant une précipitation martensitique α'' [Sadeghpour, 2018]. On en conclut, que le coefficient k_y obtenu lors de cette étude est supérieur à ceux de la littérature. Cela semble provenir de la différence de microstructure. De plus, une diminution des autres propriétés mécaniques est observée avec l'augmentation de la longueur moyenne du glissement.

Tableau 3-10 : Coefficients de la régression multilinéaire pour les valeurs de module d'Young, de limite d'élasticité, de résistance mécanique, d'allongement uniformément réparti et d'allongement à rupture. Ces résultats ont été obtenus en considérant la totalité des données des essais de traction.

Paramètres	E (GPa)		$R_{p0,2}$ (MPa)		R_m (MPa)		A%		A% réparti	
	Coeff	R^2	Coeff	R^2	Coeff	R^2	Coeff	R^2	Coeff	R^2
a_0	107,4		1019,5		1080,5		2,2		3,9	
a_1	-0,07		-0,8		-1,3		0,30		0,002	
a_2	0,15	0,54	1,4	0,39	1,1	0,42	-0,29	0,67	-0,05	0,49
a_3 ($\text{MPa}\cdot\text{mm}^{-1/2}$)			49,7		62,6		6,52		-0,21	

Une comparaison des propriétés mécaniques expérimentales avec celles estimées, en utilisant les coefficients identifiés dans le Tableau 3-10, est présentée sur la Figure 3-23. Le coefficient de corrélation pour les valeurs de module d'Young est de 0,81. Ceux pour les valeurs de limite d'élasticité et d'allongement à rupture sont également relativement élevés avec respectivement des valeurs de 0,60 et 0,80. On en déduit que l'anisotropie des propriétés mécaniques peut être prédite en fonction des orientations morphologique et cristallographique des grains β , malgré une dispersion importante des valeurs expérimentales. Ceci traduit une influence sensible de ces variables sur le comportement du Ti-1023.

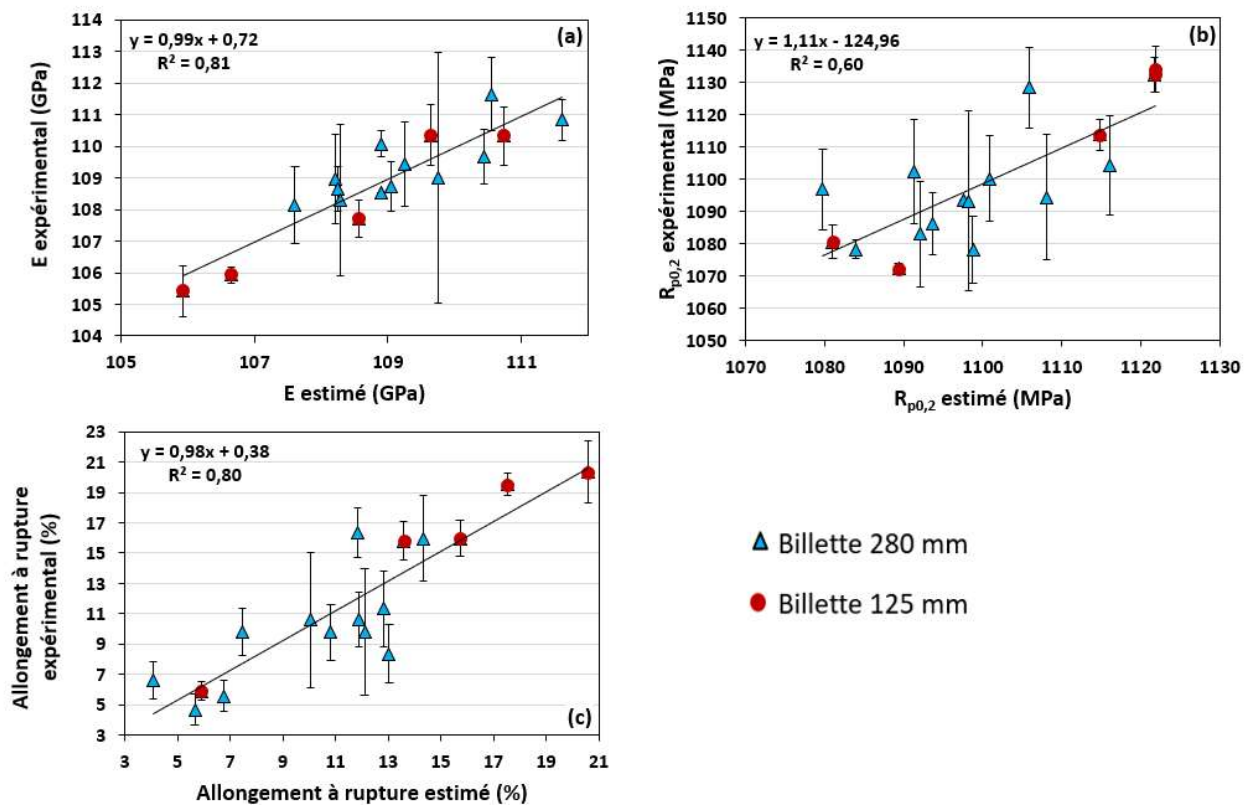


Figure 3-23 : Valeurs de (a) module d'Young, (b) limite d'élasticité et (c) allongement à rupture moyennes mesurées expérimentalement en fonction des valeurs estimées par l'équation 3-1.

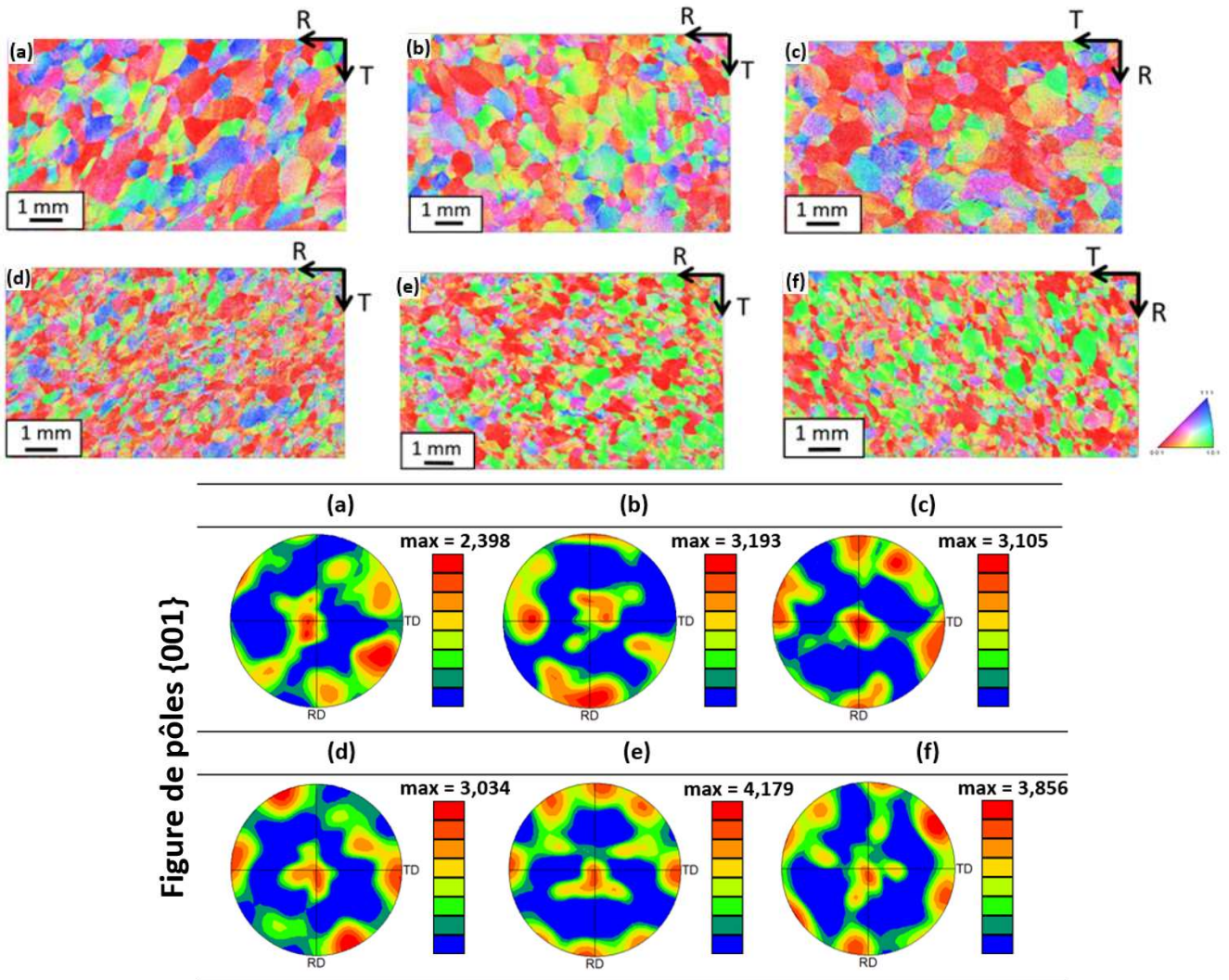
Les valeurs moyennes et les variations maximales des fractions surfaciques des orientations [001] et [111], des longueurs moyennes du glissement et des propriétés mécaniques calculées à partir des coefficients de la régression multilinéaire sont présentées dans le Tableau 3-11. La fraction surfacique de la phase β orientée [001] et [111], ainsi que les longueurs moyennes du glissement peuvent faire varier les valeurs de module d'Young, de limite d'élasticité et de résistance mécanique d'environ 2 % maximum par rapport à la moyenne. Les valeurs d'allongement à rupture peuvent quant à elle varier de 36,8 et 33,7 % avec les fractions surfaciques de la phase β orientée [001] et [111]. Une variation d'environ 20,2 % peut également se produire avec la longueur moyenne du glissement. Pour l'allongement uniformément réparti, les valeurs peuvent varier jusqu'à 30,8 % en fonction de la fraction surfacique de la phase β orientée [111]. Les caractéristiques microstructurales à l'échelle des grains β semblent donc exercer une influence particulièrement notable sur l'allongement à rupture et l'allongement uniformément réparti. Elles ont un effet bien moindre sur le module d'Young et la limite d'élasticité. Ces résultats montrent des tendances qui seront étudiées plus en détail dans les chapitres suivants.

Tableau 3-11 : Moyennes et variations maximales des différents paramètres liés aux orientations morphologique et cristallographique des grains β , ainsi qu'aux propriétés mécaniques calculées avec les coefficients de la régression multilinéaire.

	X		E (GPa)		R _{p0,2} (MPa)		R _m (MPa)		A%		A% réparti	
	Moyenne	ΔX	Moyenne	Variation (%)	Moyenne	Variation (%)	Moyenne	Variation (%)	Moyenne	Variation (%)	Moyenne	Variation (%)
[001]	17,7	13,1		0,9		0,9		1,4		36,8		0,2
[111]	20,0	15,4	109,1	2,1	1108,0	2,0	1174,0	1,5	11,9	33,7	2,6	30,8
1/v(Γ)	1,5	0,3				1,4		1,7		20,2		3,6

D. Impact des hétérogénéités locales de caractéristiques des grains β sur la dispersion des propriétés mécaniques

Une étude de l'influence des hétérogénéités de texture locale sur la dispersion des propriétés mécaniques a été réalisée. Pour cela, les distributions des orientations cristallographiques de la phase β de trois zones de prélèvement différentes dans les billettes de diamètre 280 et 125 mm ont été considérées. Le nombre moyen de grains β est de 200 et 250 grains β pour les billettes de diamètre 280 et 125 mm. Cela est relativement proche du nombre de grains dans la partie utile des éprouvettes de traction, qui est d'environ 300 grains β . Les orientations cristallographiques de la phase β considérées sont donc représentatives de celles dans la partie utile des éprouvettes. Les textures locales sont peu marquées sur la Figure 3-24. Leur influence sur les propriétés mécaniques a pu être étudiée en utilisant la régression multilinéaire établie précédemment.



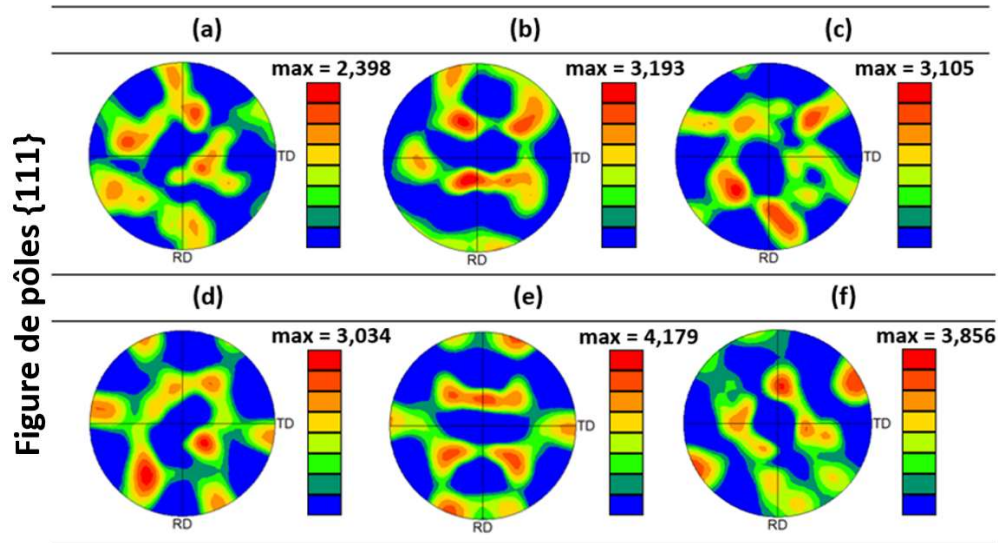


Figure 3-24 : Orientations cristallographiques de la phase β suivant la direction L, réalisées dans le plan TR de différents blocs des billettes de diamètre (a), (b) et (c) 280 et (d), (e) et (f) 125 mm. Distributions des orientations cristallographiques de la phase β des différentes zones (a-f) représentées sur des figures de pôles $\{001\}$ et $\{111\}$ de la phase β .

Dans un premier temps, les trois variables x_1 , x_2 et x_3 ont été calculées. Les fractions surfaciques des orientations $[001]$ et $[111]$ sont obtenues directement avec les données EBSD. Les cartographies EBSD ayant été réalisées dans le plan TR, il manque donc une information par rapport aux dimensions des grains β selon la direction L. Deux hypothèses sont alors faites afin de déterminer la variable x_3 . La première consiste en la conservation des facteurs de forme de 3,7 et 5,5 calculés lors de la caractérisation microstructurale, pour les billettes de diamètre 280 et 125 mm. La seconde hypothèse considère une même dimension de grains β pour les différentes zones d'une billette donnée. Les dimensions des grains β selon la direction L retenues sont donc respectivement de 1,7 et 1,43 mm pour les billettes de diamètre 280 et 125 mm. Les propriétés mécaniques calculées à partir de la cartographie EBSD (c) de la Figure 3-24 suivant ces deux hypothèses sont présentées dans le Tableau 3-12. Les variations des valeurs de limite d'élasticité et de résistance mécanique sont inférieures à 0,1 % suivant l'hypothèse choisie. Celle pour l'allongement à rupture est inférieure à 0,5 %. Le choix de l'une ou l'autre des hypothèses a donc peu d'impact sur les propriétés mécaniques calculées. Pour la suite, on considèrera l'hypothèse 1 qui correspond à la conservation des facteurs de forme.

Tableau 3-12 : Données d'entrée et de sortie pour le calcul des propriétés mécaniques (E , $R_{p0,2}$, R_m et $A\%$), à partir de la cartographie EBSD (c) de la Figure 3-24, suivant les deux hypothèses présentées précédemment (a) hypothèse 1 : conservation des facteurs de forme et (b) hypothèse 2 : conservation des dimensions moyennes.

		Billette 280 mm – Cartographie EBSD (c)									Billette 280 mm – Cartographie EBSD (c)						
Direction		[001]	[111]	$1/\sqrt{I}$	E (GPa)	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A%	Direction		[001]	[111]	$1/\sqrt{I}$	E (GPa)	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A%
(a)	T	26,95	13,10	1,301	107,5	1080,9	1141,3	14,9	(b)	T	26,95	13,10	1,299	107,5	1080,8	1141,2	14,9
	L	37,54	13,25	1,209	106,7	1068,1	1122,0	17,5		L	37,54	13,25	1,206	106,7	1068,0	1121,8	17,4
	R	28,19	18,05	1,316	108,1	1087,6	1146,1	14,0		R	28,19	18,05	1,315	108,1	1087,6	1146,0	14,0

Les données estimées pour la limite d'élasticité sont bien comprises dans l'intervalle des valeurs expérimentales sur la Figure 3-25. Toutefois, une certaine dispersion peut être constatée avec une variation maximale des valeurs estimées d'environ 2 %. La morphologie des grains β est peu modifiée pour les différentes zones considérées, alors qu'elles présentent des différences de texture cristallographique. On en conclut que la dispersion des propriétés mécaniques peut s'expliquer notamment par des hétérogénéités de texture cristallographique locale.

De plus, la dispersion des valeurs de limite d'élasticité expérimentales pour la billette de diamètre 125 mm est de 13 MPa contre environ 60 MPa pour la billette de diamètre 280 mm. Or, les valeurs de limite d'élasticité estimées pour la billette de diamètre 125 mm ne montrent pas de diminution marquée de la dispersion avec une variation maximale de 30 MPa contre 20 MPa pour la billette de diamètre 280 mm. Ces constats sont également vrais pour les autres propriétés mécaniques, disponibles en annexe 4. On en déduit que d'autres paramètres doivent influencer la dispersion.

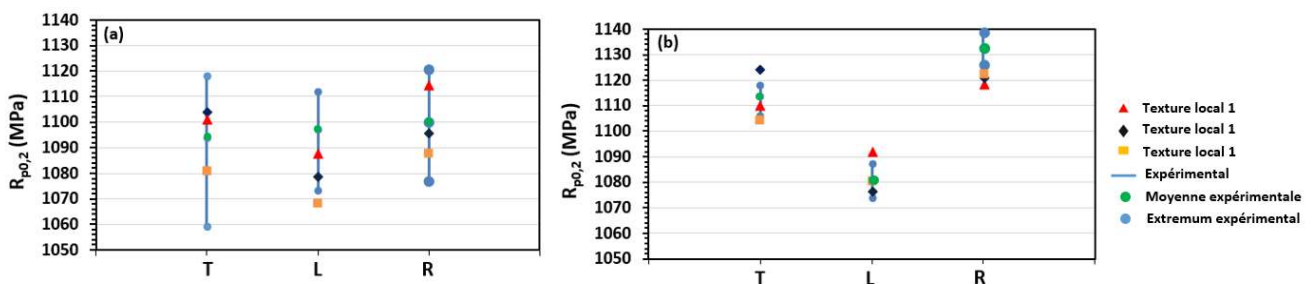


Figure 3-25 : Valeurs de limite d'élasticité estimées en utilisant la régression multilinéaire pour les différentes zones de la Figure 3-24 suivant les directions de prélèvement R, T et L pour les billettes de diamètre (a) 280 et (b) 125 mm.

La texture locale 1 correspond aux cartographies EBSD (a) et (d) des billettes de diamètre 280 et 125 mm. La texture locale 2 correspond aux cartographies EBSD (b) et (e). La texture locale 3 correspond aux cartographies EBSD (c) et (f). Les valeurs de limite d'élasticité expérimentales sont également représentées.

E. Synthèse

Cette étude statistique a permis de montrer le rôle non négligeable des orientations cristallographiques et morphologiques des grains β sur l'anisotropie des propriétés mécaniques, notamment concernant l'allongement à rupture. L'influence des hétérogénéités des textures cristallographiques locales sur la dispersion des propriétés mécaniques a également été mise en évidence. Cependant, l'impact d'autres paramètres est également supposé, tels que le volume de grains β sollicité dans la partie utile.

3.3.2. Volume sollicité et propriétés mécaniques

L'influence du nombre de grains β dans la partie utile des éprouvettes, en lien avec leurs dimensions, sur les propriétés mécaniques a été étudiée afin de comprendre la différence observée entre les deux billettes. Une campagne d'essais, dont la procédure est décrite au chapitre 2, a été réalisée en utilisant la matière fournie par Aubert & Duval.

Les propriétés mécaniques obtenues pour les éprouvettes Φ 4, 10 et 30 mm sont présentées sur la Figure 3-26. Les valeurs de module d'Young augmentent de 5 GPa entre les éprouvettes Φ 4 et 30, ce qui représente une variation d'environ 5 %. L'écart mesuré pour les valeurs de limite d'élasticité et de résistance mécanique est autour de 2 % entre les éprouvettes Φ 4 et 30. Cela est en adéquation avec l'augmentation de la résistance mécanique mise en évidence avec l'augmentation du rapport, allant de 1 à 100, entre les dimensions de l'échantillon et la taille de grains pour des fils de cuivre purs sollicités en traction [Hou, 2020]. Le rapport entre le diamètre de l'éprouvette et celui des grains β est respectivement d'environ 10,5, 26 et 79 pour les éprouvettes Φ 4, 10 et 30 mm, ce qui correspond aux ordres de grandeurs de l'étude précédente. Les valeurs d'allongement uniformément réparti diminuent quant à elles de 33 % entre les éprouvettes Φ 4 et 30.

De plus, une saturation des valeurs de module d'Young, de limite d'élasticité, de résistance mécanique et d'allongement uniformément réparti semble apparaître, tout comme une diminution de la dispersion. La dispersion est réduite d'environ 1 % pour les valeurs de module d'Young, de limite d'élasticité et de résistance mécanique entre les éprouvettes Φ 4 et 30. Pour les valeurs d'allongement uniformément réparti, une diminution de 14 % de la dispersion est observée entre ces éprouvettes. Cela peut notamment s'expliquer par une homogénéisation des propriétés mécaniques avec l'augmentation des dimensions des éprouvettes, comme décrit dans le chapitre bibliographique.

Cependant, le changement de dimensions d'éprouvettes semble avoir peu d'impact sur la dispersion des valeurs d'allongement à rupture avec des valeurs autour de 12 % pour les trois géométries d'éprouvettes. Ce constat a également été observé lors d'essais de traction réalisés sur des éprouvettes en aciers de différentes dimensions [Morquio, 2004].

La valeur moyenne d'allongement à rupture des éprouvettes Φ 10 est supérieure à celle des éprouvettes Φ 4 avec des valeurs respectives de 7,59 % et 7,16 %. Les éprouvettes Φ 30 présentent quant à elle une valeur inférieure de 6,2 %. Deux régimes de comportement pourraient donc être imaginés avec l'augmentation des dimensions des éprouvettes. Le régime I correspondrait à l'augmentation des valeurs d'allongement à rupture avec l'augmentation des dimensions des éprouvettes. Le régime II serait associé à un comportement inverse.

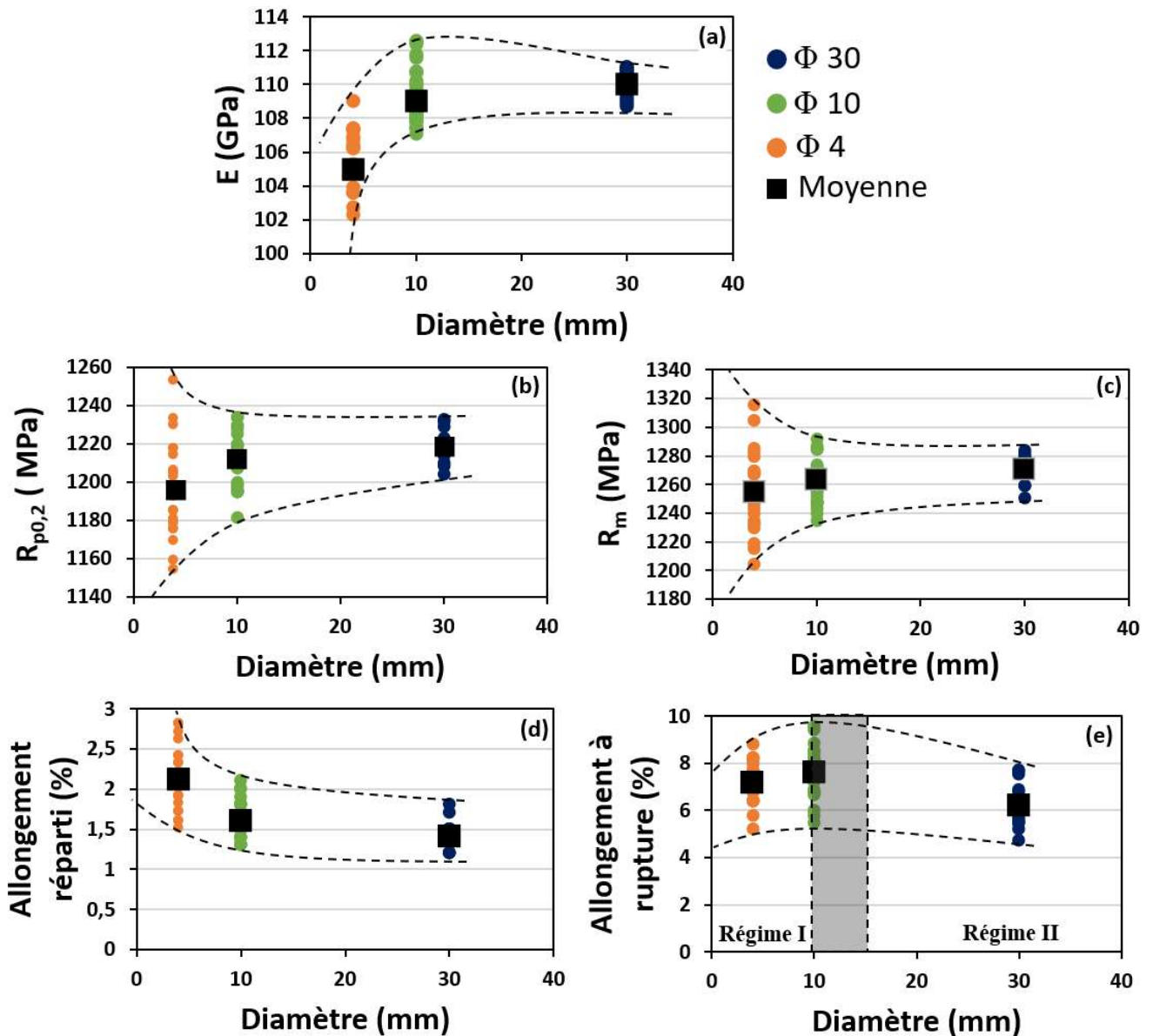


Figure 3-26 : Valeurs de module d'Young (a), de limite d'élasticité (b), de résistance mécanique (c), d'allongement uniformément réparti (d) et d'allongement à rupture (e) en fonction du diamètre des éprouvettes de la matière A&D.

Les propriétés mécaniques obtenues ont été comparées à celles des deux billettes en considérant les éprouvettes $\Phi 4$ dont la géométrie et les dimensions sont proches de celles des éprouvettes conventionnelles. Les éprouvettes $\Phi 4$ ont des valeurs de limite d'élasticité et de résistance mécanique plus élevées que les deux billettes avec des valeurs environ 100 MPa plus élevées par rapport à la billette de diamètre 280 mm. De plus, les valeurs d'allongement uniformément réparti et d'allongement à rupture pour les éprouvettes $\Phi 4$ sont plus basses avec des valeurs deux fois plus élevées dans le cas des billettes. Cela peut s'expliquer par la fraction de nodules plus basse pour les éprouvettes issues de la matière A&D [Terlinde, 1983]. De plus, cette modification de la fraction de nodules α_p peut affecter les propriétés mécaniques de la matrice β transformée par une variation de la composition chimique [Chong, 2018]. Cela peut modifier la précipitation de la phase α_s , ainsi que l'activation des modes de déformation, comme discuté dans le chapitre bibliographique.

Tableau 3-13 : Valeurs de module d'Young, de limite d'élasticité, de résistance mécanique, d'allongement uniformément réparti et d'allongement à rupture pour les billettes de diamètre 280 et 125 mm, ainsi que pour les éprouvettes $\Phi 4$ provenant de la matière A&D.

	E (GPa)		Rp0,2 (MPa)		Rm (MPa)		A% Réparti		A%	
	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type
Eprouvette A&D - 4 mm	105,0	2,0	1196	26	1254	29	2,1	0,4	7,2	0,9
Billette 280 mm	108,1	1,2	1097	13	1155	15	2,8	0,5	16,0	2,8
Billette 125 mm	105,4	0,8	1081	5	1146	6	3,4	0,2	20,3	2,0

L'influence de la zone de prélèvement sur les propriétés mécaniques a été étudiée en comparant les données des éprouvettes $\Phi 4$ à celles des éprouvettes $\Phi 30$, où elles ont été prélevées, sur la Figure 3-27. Les prélèvements sont détaillés dans le chapitre 2. Les valeurs d'allongement à rupture les plus élevées des éprouvettes $\Phi 4$, de 7,79 % de moyenne, correspondent à l'éprouvette $\Phi 30$ avec la valeur la plus élevée de 7,67 %. De plus, ces éprouvettes $\Phi 4$ ont également la dispersion la plus basse avec un écart de 2 %. L'augmentation des valeurs d'allongement à rupture et la diminution de la dispersion pour les éprouvettes $\Phi 4$ semblent être corrélées aux éprouvettes $\Phi 30$.

Cependant, la valeur moyenne de limite d'élasticité la plus élevée pour les éprouvettes $\Phi 4$, de 1203 MPa, ne correspond pas à l'éprouvette $\Phi 30$ avec la valeur la plus élevée. Cela est en contradiction avec l'influence de la texture locale sur les propriétés mécaniques précédemment observée. Les éprouvettes $\Phi 4$ sont prélevées dans les têtes des éprouvettes $\Phi 30$, qui sont distantes de plusieurs dizaines de cm de la partie utile. Il est donc possible que la texture soit différente entre la tête et la partie utile des éprouvettes $\Phi 30$ qui sont particulièrement longues (voir le chapitre 2).

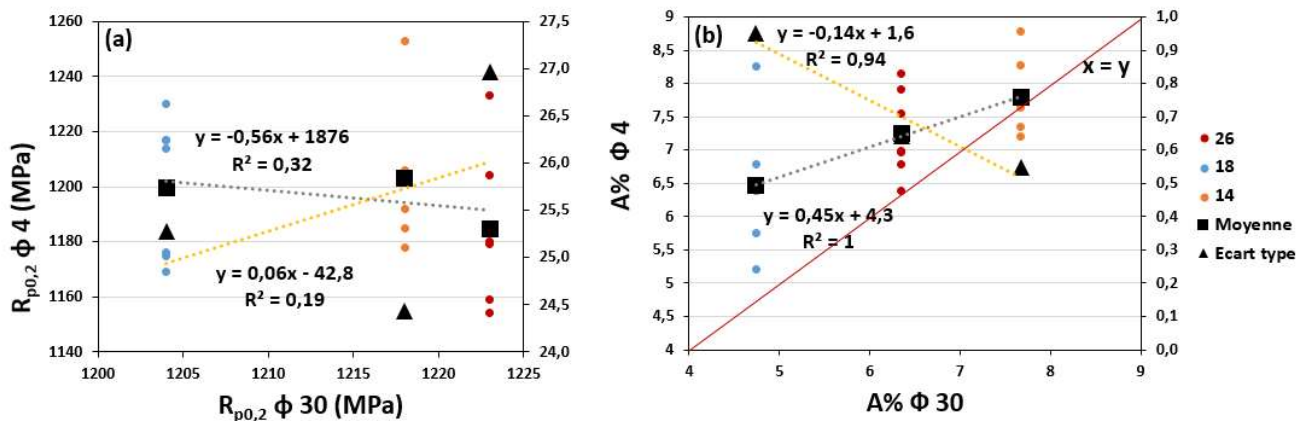


Figure 3-27 : Valeurs de limite d'élasticité (a) et d'allongement à rupture (b) des éprouvettes $\Phi 4$ en fonction des éprouvettes $\Phi 30$, où elles ont été prélevées.

3.4. Conclusion

Dans ce chapitre, une caractérisation microstructurale des matériaux étudiés a été réalisée. Ils possèdent une microstructure constituée de grains β de taille millimétrique divisés en sous-grains β . La phase α est précipitée sous forme de nodules α_p et de lamelles α_s . Pour les billettes de diamètre 280 et 125 mm, une similarité des caractéristiques de la phase α a été observée. Toutefois, une anisotropie microstructurale des grains β a été mise en évidence aux sens morphologique et cristallographique. Des essais de traction réalisés suivant différentes directions de prélèvement ont permis de mettre en évidence la contribution significative des grains β avec une orientation [001] et [111], ainsi que de leur morphologie aux propriétés mécaniques. Les coefficients d'anisotropie ont pu être calculés et sont respectivement de 0,12 et 0,28 pour les billettes de diamètre 125 et 280 mm [Wu, 1997]. La billette de diamètre 280 mm présente donc un comportement plus anisotrope suivant les directions L et T que celle de diamètre 125 mm. Cependant, ces valeurs sont plus faibles que celles obtenues par Helstroffer et Duval, entre 0,4 et 0,5, pour d'autres alliages de titane β -métastable forgés [Helstroffer, 2018] [Duval, 2013].

Des essais de traction réalisés sur des éprouvettes de différentes dimensions ont également montré des différences de propriétés mécaniques et de dispersion associée en relation avec les dimensions des éprouvettes. L'influence des hétérogénéités de texture locale sur la variabilité des propriétés mécaniques a également été constatée.

Chapitre 4.

Relations entre la microstructure et les mécanismes de déformation et d'endommagement

4.1. Introduction

Dans le chapitre 3, une étude statistique a montré le rôle significatif des orientations [001] et [111], ainsi que de la morphologie des grains β sur les propriétés mécaniques. L'objectif de ce chapitre est d'identifier plus spécifiquement les mécanismes de déformation et d'endommagement sous-jacents à ces tendances. Pour cela, des essais de traction in-situ sous microscope optique ont été réalisés afin d'étudier la répartition de la déformation en fonction des orientations cristallographiques et morphologiques des grains β . De plus, l'implication des grains β dans les mécanismes d'endommagement a également été considérée.

4.2. Répartition de la déformation

Les essais de traction in-situ ont été réalisés sur des micro-éprouvettes prélevées suivant différentes directions afin de modifier l'orientation cristallographique et la morphologie des grains β . Des analyses EBSD combinées aux essais in-situ interrompus à différents niveaux de déformation, dans les domaines de déformation macroscopique élastique et plastique, ont permis de comparer et d'analyser la répartition de la déformation au travers du cisaillement effectif maximum (γ_{Eff}) [Lunt, 2021]. Le protocole expérimental est détaillé dans le chapitre 2.

4.2.1. Rôle de l'orientation cristallographique des grains β

Les micro-éprouvettes ont été prélevées suivant la direction R et observées dans le plan TR pour étudier l'influence de l'orientation cristallographique des grains β sur la répartition de la déformation, comme le montre la Figure 4-1 (a). Cette configuration permet d'accroître le nombre de grains β interceptant la surface de la micro-éprouvette, tout en diminuant l'incertitude concernant l'orientation cristallographique des grains β dans l'épaisseur.

Les domaines d'orientation de la phase β correspondant aux directions [001], [110] et [111] alignées avec la direction de traction, nommées également orientations [001], [110] et [111], ont été considérés. Ils sont obtenus en considérant un indice de confiance supérieur à 0,1 et un angle de désorientation maximal de 20°. La Figure 4-1 (b) présente les données appartenant au domaine d'orientation pour lequel la direction [001] est alignée avec la direction de traction. Un filtre médian est appliqué à ces données afin d'éliminer les incertitudes d'indexation sur la Figure 4-1 (c). Il remplace chaque pixel par la valeur médiane de son voisinage en considérant un carré de 2 x 2 pixels soit 6 x 6 μm . Cette méthode a été appliquée dans la suite du manuscrit afin d'obtenir les domaines d'orientation de la phase β .

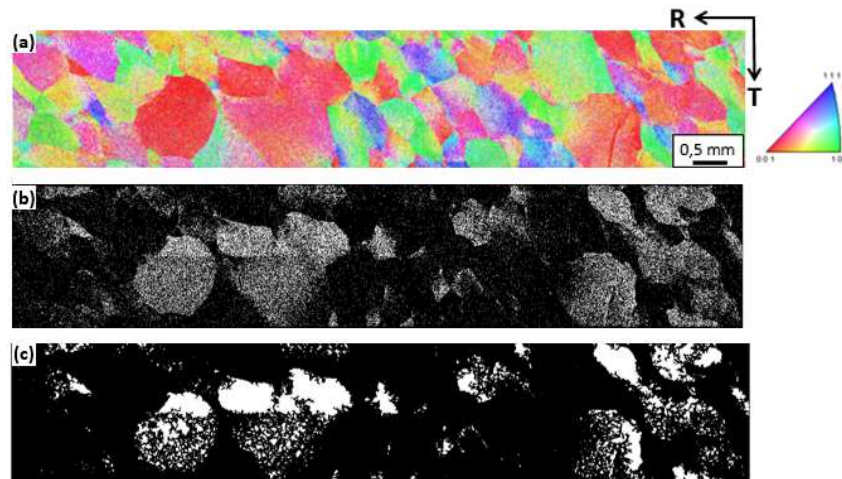


Figure 4-1 : Orientations cristallographiques de la phase β suivant la direction de sollicitation (a), domaines où la direction [001] est parallèle avec la direction de traction (b) et domaines après que ces données manquantes aient été complétées et traitées avec un filtre médian (c).

Dans un premier temps, la déformation élastique et la transition entre les domaines de déformation élastique et plastique ont été analysées. Pour ce faire, une micro-éprouvette prélevée dans la billette de diamètre 125 mm a été considérée étant donné qu'elle présente un nombre de grains plus important dans le plan RT que celle de diamètre 280 mm. Le suivi de la déformation élastique ne peut pas être réalisé sur la totalité de la partie utile à cause du bruit généré par l'assemblage des micrographies, comme détaillé dans le chapitre 2. Il a donc été effectué dans quatre micrographies distinctes représentées par des rectangles noirs sur la Figure 4-2 (a). On remarque une réparation hétérogène du cisaillement pour une déformation macroscopique de 2,9 %. Dans chaque zone étudiée, la présence de plusieurs grains β avec des orientations cristallographiques différentes peut être observée.

Le champ de cisaillement effectif (γ_{EFF}) dans l'une des zones de la Figure 4-2 (a) est présenté pour plusieurs niveaux de déformation macroscopique, indiqués sur la courbe de contrainte-déformation. Dès la première étape de déformation à 0,5 %, on remarque que la phase β orientée [001] semble présenter un cisaillement plus élevé. Ce constat semble s'accroître avec l'augmentation de la déformation macroscopique.

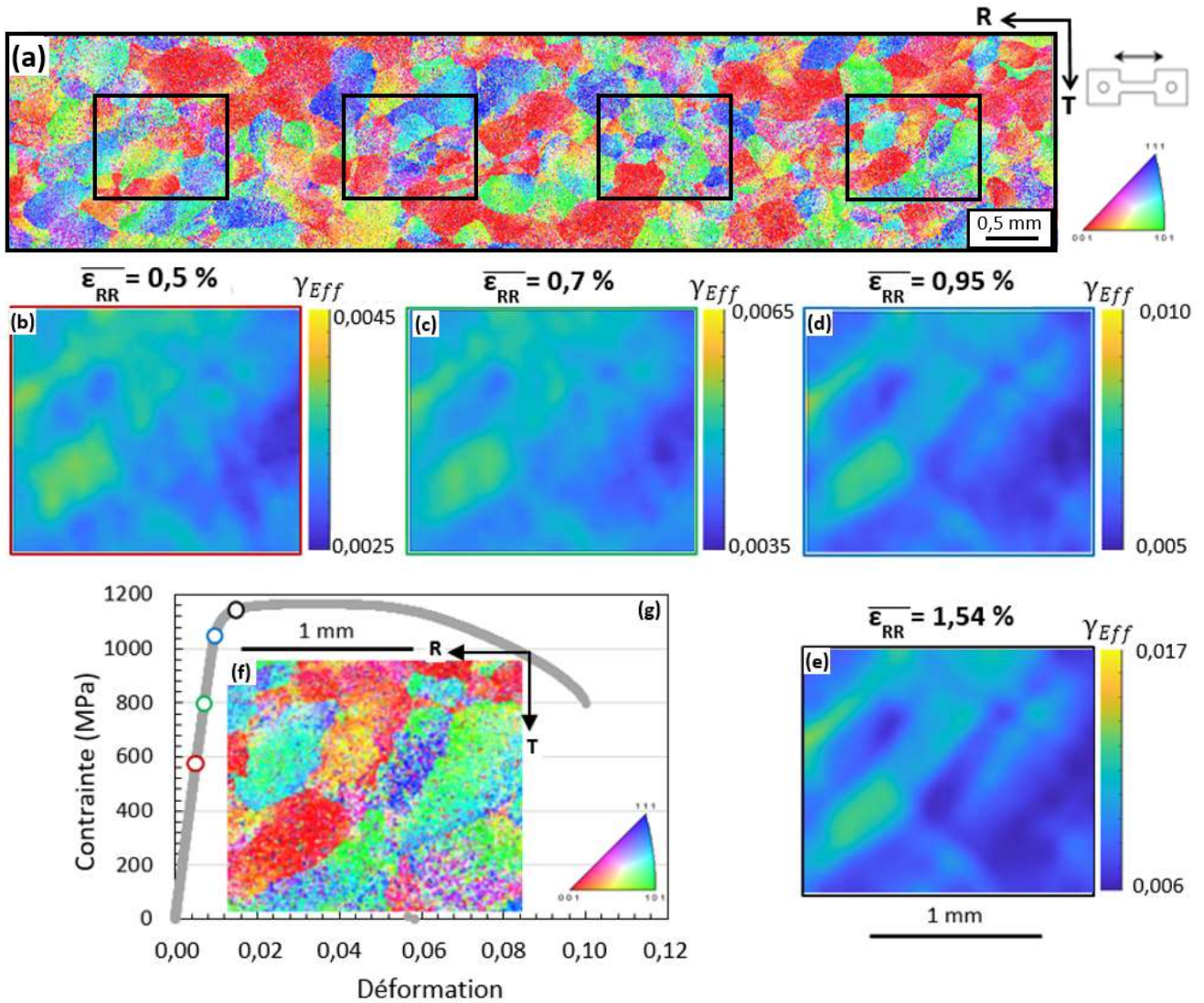


Figure 4-2 : Orientations cristallographiques de la phase β suivant la direction de sollicitation sur la partie utile d'une micro-éprouvette prélevée suivant la direction R et observée dans le plan TR de la billette de diamètre 125 mm (a). Champs de cisaillement effectif (γ_{Eff}) pour différents niveaux de déformation macroscopique dans l'une des zones encadrées en noir (b-e). Orientations cristallographiques de la phase β suivant la direction de traction de la zone étudiée (f). Courbe de contrainte-déformation avec les différentes étapes de déformation indiquées (g).

La Figure 4-3 présente le cisaillement effectif moyen obtenu pour les quatre zones de la Figure 4-2 (a) en considérant les domaines d'orientation [001], [110] et [111]. Les droites pointillées correspondent au comportement élastique linéaire de la phase β orientée [001], [110] ou [111]. La phase β orientée [001] présente un comportement plus souple que les deux autres directions avec une pente plus élevée. Cela est en accord avec la littérature. Toute déviation par rapport à ces droites témoigne d'une déformation plastique. Le cisaillement de la phase β avec une orientation [001] est au-dessus de la droite pour des déformations macroscopiques de 1,2 % et 1,5 %. Ainsi, la déformation plastique se produit en premier dans les grains β orientés [001]. De plus, ces grains semblent présenter une déformation plus localisée dès les premières étapes de déformation dans le domaine élastique que les autres orientations.

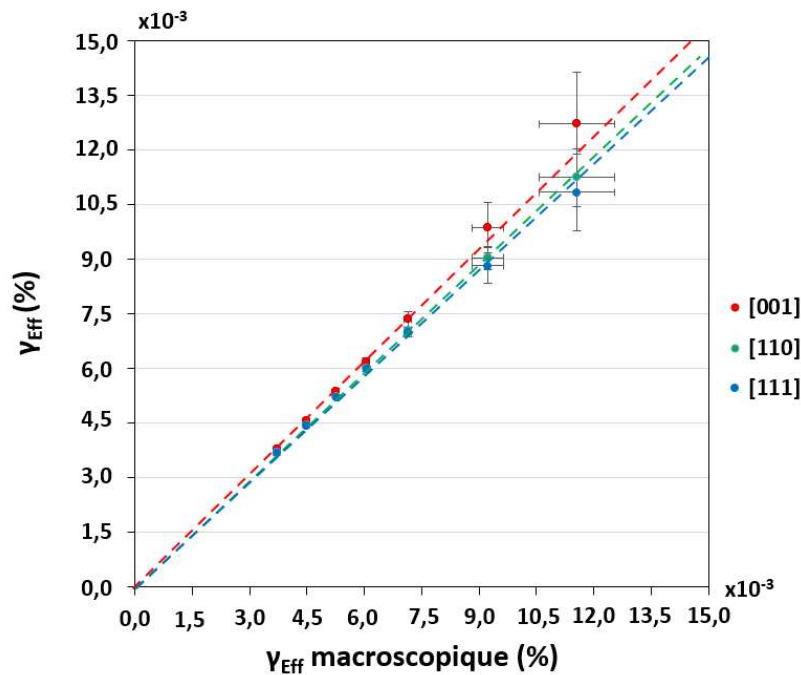


Figure 4-3 : Valeurs du cisaillement effectif (γ_{Eff}) local, moyenné pour un domaine d'orientation donné, qui correspond à un alignement des directions [001], [110] et [111] avec la direction de chargement, en fonction du cisaillement moyen en surface de la partie utile de la micro-éprouvette de la Figure 4-2.

Une étude plus détaillée de l'implication de la déformation élastique et plastique des grains β dans la localisation de la déformation a été réalisée sur une micro-éprouvette prélevée dans chacune des deux billettes sur la Figure 4-4. Une déformation macroscopique d'environ 2,1 +/- 0,2 % a été appliquée sur les deux micro-éprouvettes. Une répartition plus homogène du cisaillement est observée pour celle provenant de la billette de diamètre 125 mm qui présente des grains β de plus petites dimensions. On peut donc supposer qu'une diminution de la taille des grains β entraîne une répartition du cisaillement plus homogène. De plus, une localisation marquée du cisaillement dans les grains β orientés [001] peut être constatée. Ces deux observations vont être détaillées par la suite.

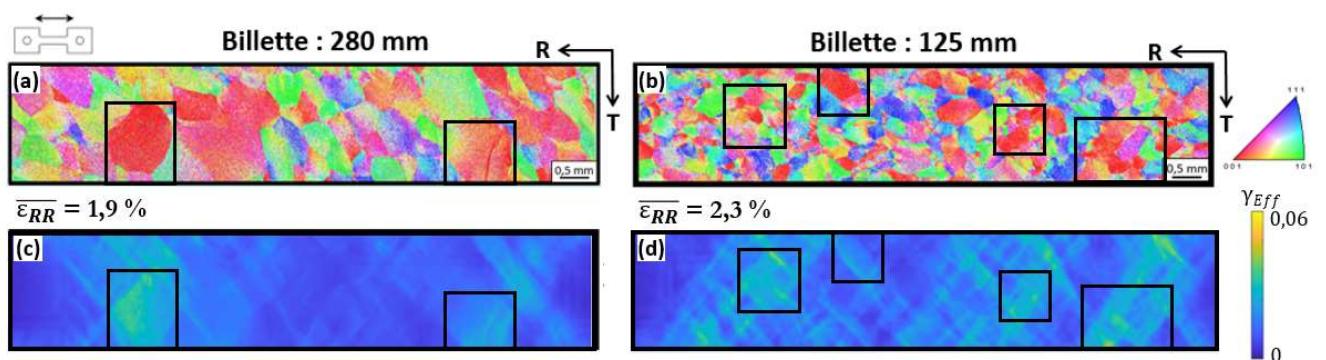


Figure 4-4 : Orientations cristallographiques de la phase β suivant la direction de sollicitation en surface de la partie utile des micro-éprouvettes. Les micro-éprouvettes ont été prélevées selon la direction R dans le plan TR des billettes de diamètre (a) 280 et (b) 125 mm. Les champs de cisaillement sur la partie utile des micro-éprouvettes provenant des billettes de diamètre (c) 280 et (d) 125 mm ont été obtenus pour un niveau de déformation macroscopique d'environ 2,1 +/- 0,2 %.

La répartition de la déformation a été étudiée pour différents niveaux de déformation dans le domaine plastique, représentés sur la courbe de contrainte-déformation de la Figure 4-5. Les champs de déformation sont obtenus en prenant comme référence, pour la corrélation d'image, l'étape de déformation précédente, afin de ne considérer que l'incrément de la déformation. Ils sont également normalisés par rapport à l'incrément appliqué. La déformation est de plus en plus localisée, ce qui correspond à la striction de l'éprouvette. Elle semble se localiser majoritairement où la fraction surfacique de la phase β orientée [001] est la plus élevée. Une analyse volumique pourrait permettre de confirmer ce point. L'identification de la zone de striction est alors possible dès les premières étapes de chargement, comme le montre la Figure 4-5.

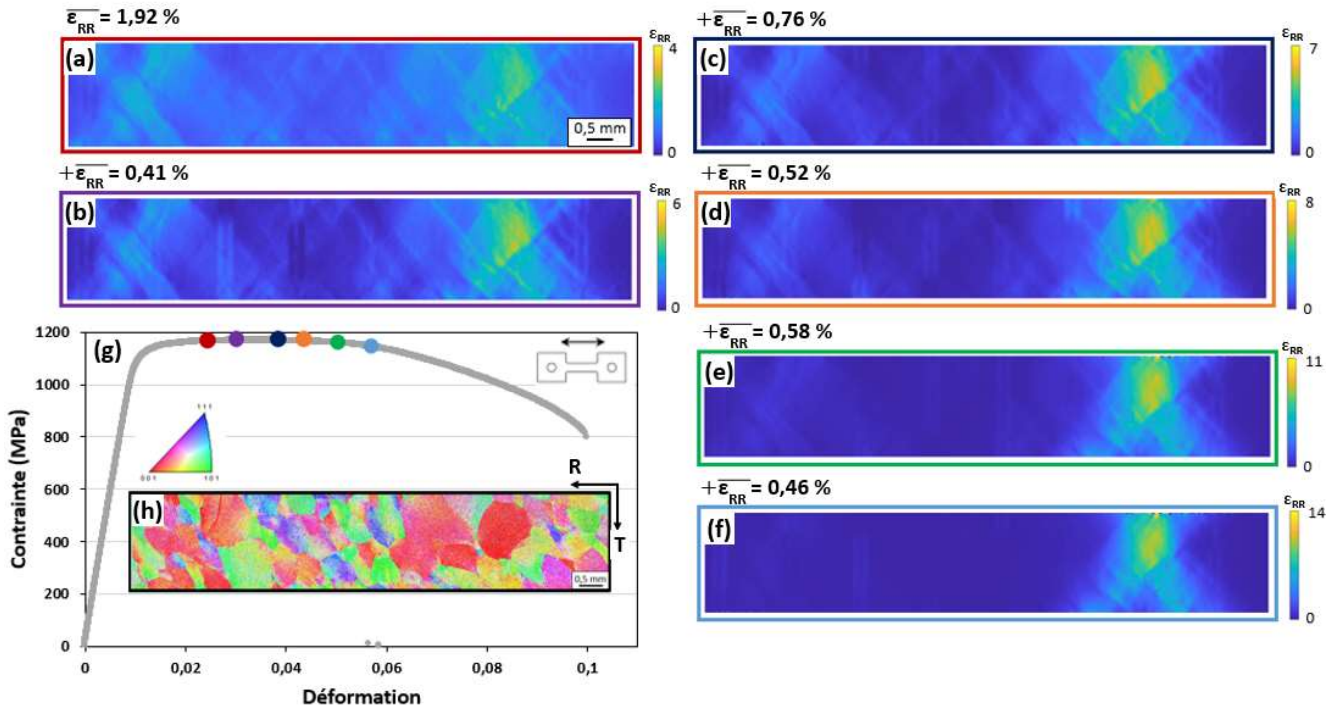


Figure 4-5 : Champs de déformation suivant la direction de sollicitation représentant les incréments de déformation (a-f). Orientations cristallographiques de la phase β suivant la direction de traction de la micro-éprouvette étudiée (h). Courbe de contrainte-déformation avec les différentes étapes de déformation appliquées de 1,92 % à 4,65 % au final (g). Micro-éprouvette prélevée suivant la direction R dans le plan TR de la billette de diamètre 280 mm.

La répartition de la déformation dans les grains β en fonction de leur orientation cristallographique a été étudiée de manière quantitative. Les facteurs de Schmid des systèmes de glissement $\{110\}\langle 111\rangle$ et $\{112\}\langle 111\rangle$, et le module d'Young de la phase β ont été calculés avec les données EBSD. Uniquement ces deux systèmes de glissement ont été considérés car ils sont les deux systèmes principalement observés pour la phase β du Ti-1023 avec une microstructure bimodale [Raghunathan, 2007]. Ces données sont ensuite superposées au champ de déformation afin d'obtenir des informations complémentaires concernant la déformation suivant la direction de traction (ϵ_{RR}) et le cisaillement effectif (γ_{EFF}). Un cisaillement élevé correspond généralement à des facteurs de Schmid élevés sur la Figure 4-6, dont les données sont issues des micro-éprouvettes de la Figure 4-4. De plus, on observe que plus le cisaillement est élevé et plus le module d'Young de la phase β est bas.

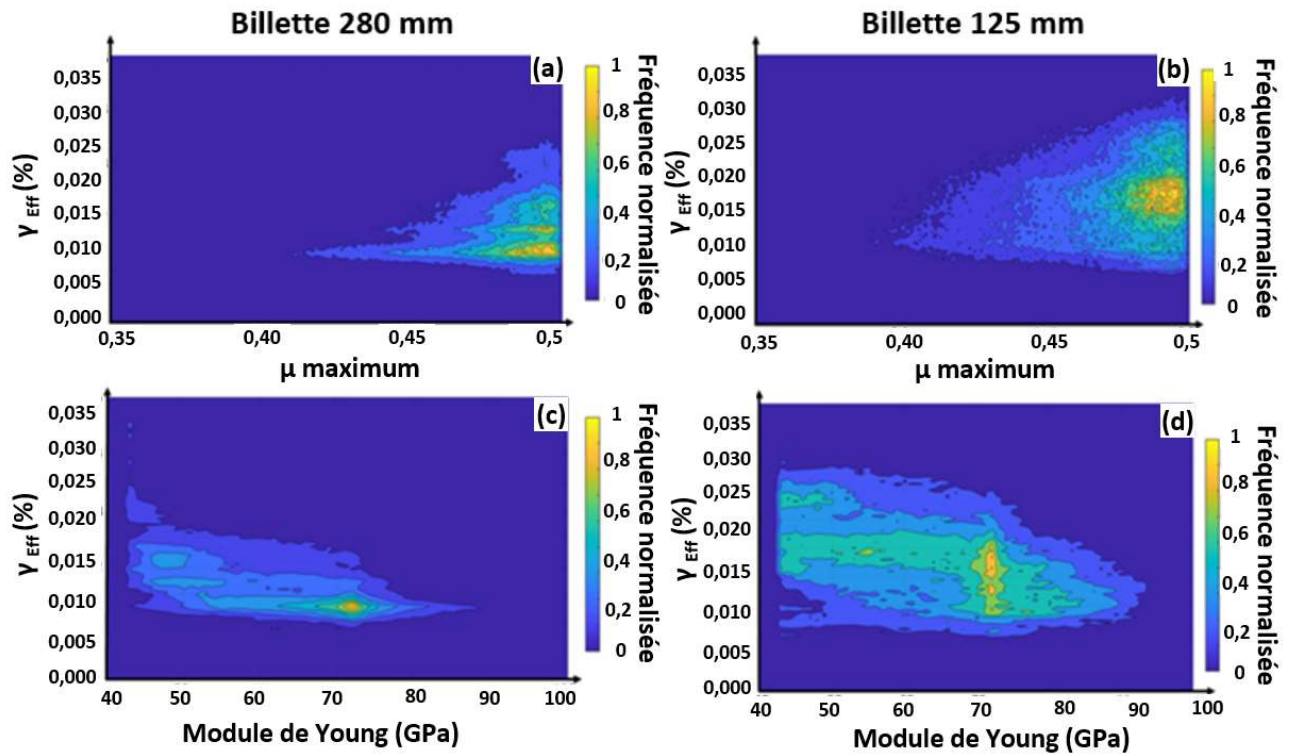


Figure 4-6 : Distribution du cisaillement γ_{Eff} en fonction du facteur de Schmid maximum (μ maximum) parmi les systèmes de glissement $\{110\}\langle 111\rangle$ et $\{112\}\langle 111\rangle$ (a) et (b), ainsi que pour le module d'Young de la phase β (c) et (d) calculés à partir des cartographies EBSD et des champs de cisaillement de la Figure 4-4 provenant des billettes de diamètre (a) et (c) 280 mm et (b) et (d) 125 mm.

La distribution en fréquence du cisaillement (γ_{Eff}) dans les grains β orientés [001], [110] ou [111] est présentée sur les Figure 4-7 (a) et (b) pour un niveau de déformation macroscopique d'environ 2 %. On remarque que l'étude réalisée sur les deux micro-éprouvettes présente les mêmes tendances.

Le cisaillement moyen des grains β avec une orientation [001] est de 0,017 % contre 0,012 % et 0,009 % pour les grains β orientés [110] et [111] pour la billette de diamètre 280 mm. Cela confirme les observations précédentes qui montraient que les grains β avec une orientation [001] localisent plus facilement la déformation.

Le module d'Young moyen des grains β avec une orientation [001] est d'environ 50 GPa contre 68 et 78 GPa pour les orientations [110] et [111] pour la billette de diamètre 280 mm sur les Figure 4-7 (c) et (d). Comme évoqué dans le chapitre bibliographique, les grains β avec une orientation [001] présentent un module d'Young moyen plus faible que les autres orientations.

Le facteur de Schmid maximum moyen pour le système de glissement $\{110\}\langle 111\rangle$ est respectivement de 0,43, 0,42 et 0,36 pour les orientations [001], [110] et [111] de la billette de diamètre 280 mm. Pour cette même billette, le facteur de Schmid maximum moyen pour le système de glissement $\{112\}\langle 111\rangle$ est de 0,45, 0,41 et 0,34 pour les orientations [001], [110] et [111].

On peut remarquer que les facteurs de Schmid maximum moyens parmi les systèmes de glissement $\{110\}\langle 111\rangle$ et $\{112\}\langle 111\rangle$ présentent des différences pour les orientations [001], [110] et [111] qui corrélat moins bien à la répartition du cisaillement, contrairement au module d'Young.

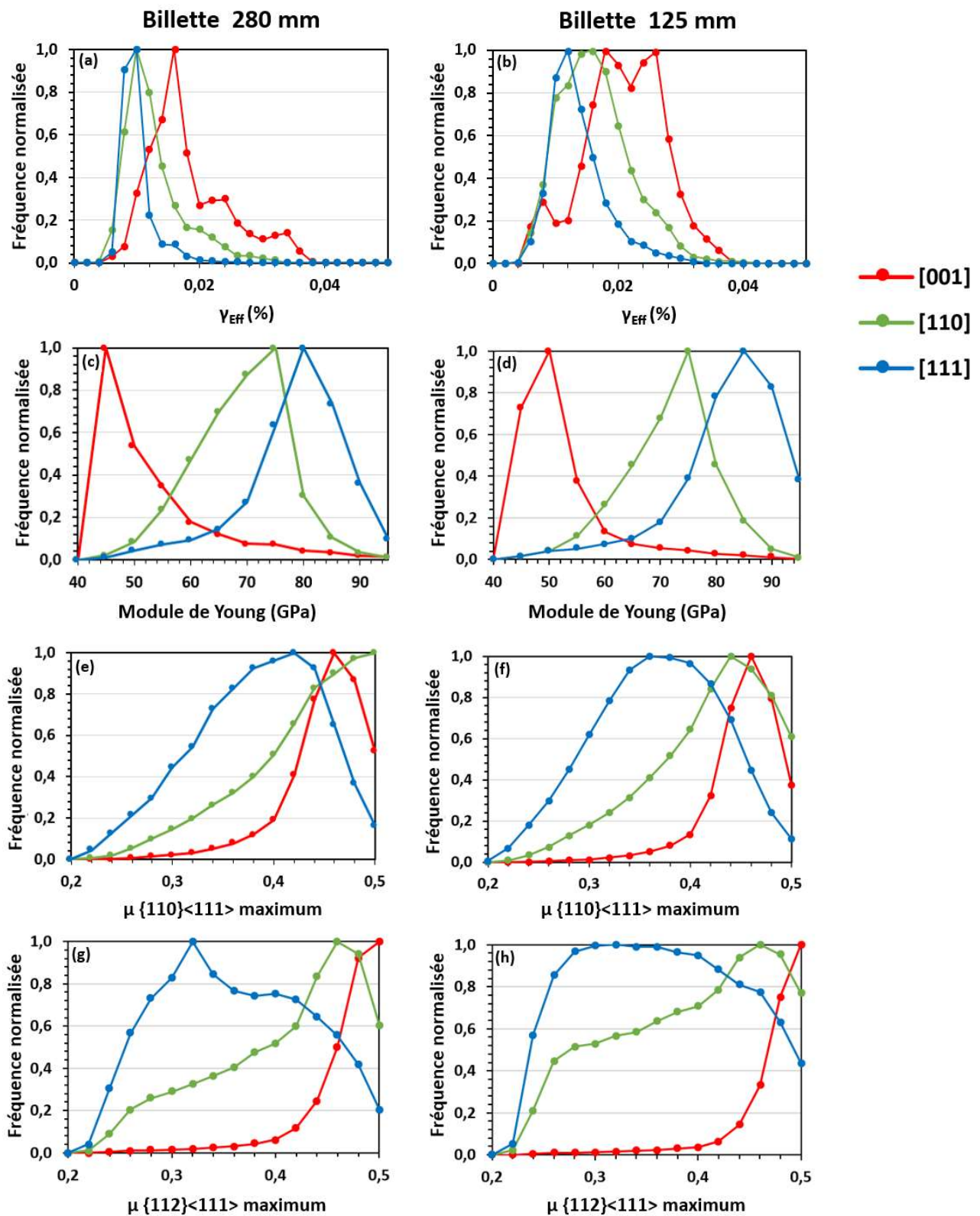


Figure 4-7 : Distribution en fréquence du cisaillement (a) et (b), du module d'Young de la phase β (c) et (d) et du facteur de Schmid (μ) maximum parmi les systèmes de glissement $\{110\}\langle 111 \rangle$ (e) et (f) et $\{112\}\langle 111 \rangle$ (g) et (h) pour des grains β appartenant aux domaines d'orientation où [001], [110] ou [111] est aligné avec la direction de sollicitation. Données provenant des cartographies EBSD et des champs de déformation des micro-éprouvettes de la Figure 4-4.

Synthèse

L'anisotropie élastique de la phase β semble avoir un rôle dans la localisation plus marquée de la déformation dans les grains β avec une orientation $[001]$ par rapport aux autres orientations. De plus, il a été observé que cette localisation ne cesse de s'accroître avec l'augmentation de la déformation macroscopique.

4.2.2. Orientation morphologique des grains β

Pour étudier l'influence des dimensions des grains β , les deux micro-éprouvettes présentées en Figure 4-4 ont été considérées pour une déformation macroscopique visée d'environ $2,5 \pm 0,2$ %. La Figure 4-8 présente la distribution en fréquence du cisaillement normalisé par le cisaillement moyen mesuré sur la partie utile afin de compenser les éventuelles différences de déformation macroscopique. La micro-éprouvette issue de la billette de diamètre 280 mm possède une valeur de cisaillement d'environ 4,3 % pour une fréquence de 0,1% contre seulement 3,0 % pour la micro-éprouvette issue de la billette de diamètre 125 mm. Pour rappel, la billette de diamètre 125 mm possède des grains β de plus petites dimensions que ceux de la billette de diamètre 280 mm. Cette caractéristique peut être à l'origine de la différence de distribution du cisaillement.

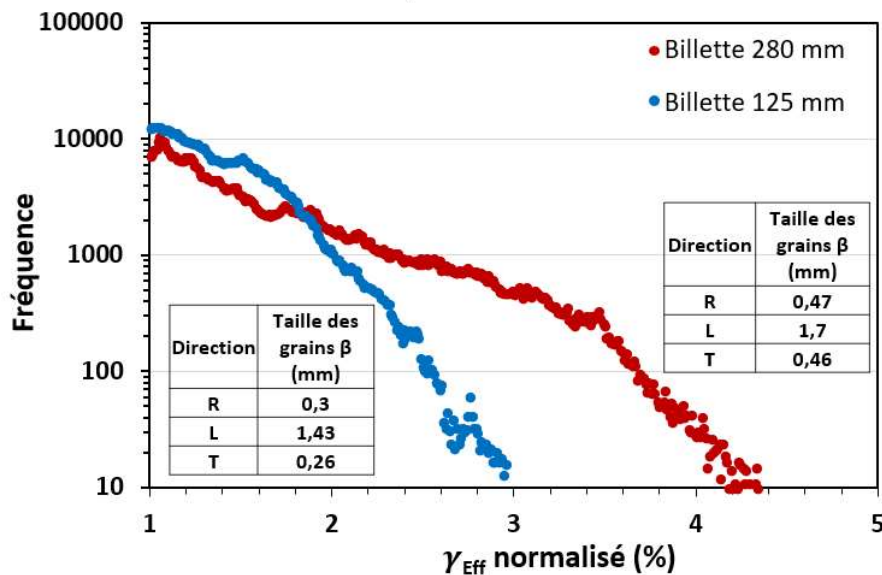


Figure 4-8 : Distribution en fréquence du cisaillement (γ_{Eff}) normalisé par le cisaillement moyen mesuré dans les micro-éprouvettes prélevées suivant la direction R et observées dans le plan TR des deux billettes, étudiées à la Figure 4-4. Les dimensions moyennes des grains β pour les deux billettes sont également indiquées.

Afin de confirmer cette hypothèse, la distribution en fréquence du cisaillement a été étudiée dans plusieurs micro-éprouvettes prélevées suivant la direction R et observées dans le plan TR des deux billettes sur la Figure 4-9. La déformation macroscopique visée pour l'ensemble des micro-éprouvettes est d'environ 2,5 +/- 0,2 %. Une variation du cisaillement entre 2,9 % et 4,3 % pour une fréquence de 0,1% est observée pour les micro-éprouvettes provenant de la billette de diamètre 280 mm. Pour la billette de diamètre 125 mm, le cisaillement varie entre 2,7 % et 3,0 % pour une fréquence de 0,1%. Des grains β de petites dimensions permettent de distribuer de façon plus homogène les zones où les grains β sont orientés [001], qui localisent plus facilement la déformation, que des grains β de grandes dimensions. Cette analyse peut donc expliquer la réduction des hétérogénéités de déformation avec la diminution des dimensions des grains β .

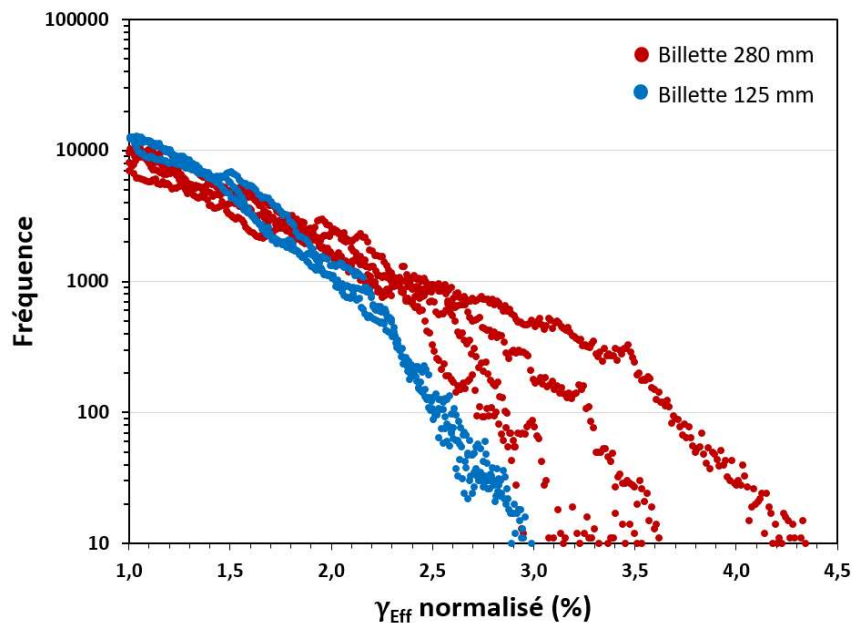


Figure 4-9 : Distribution en fréquence du cisaillement (γ_{Eff}) normalisé pour des micro-éprouvettes prélevées suivant la direction R et observées dans le plan TR des deux billettes.

La distribution du cisaillement normalisé pour les domaines d'orientation [001], [110] et [111] est présentée sur la Figure 4-10 pour les deux micro-éprouvettes de la Figure 4-4. La différence de cisaillement entre les domaines d'orientation pour la micro-éprouvette prélevée dans la billette de diamètre 280 mm est d'environ 0,6 % contre 0,4 % pour celle de diamètre 125 mm. De plus, le cisaillement est plus élevé dans les grains β orientés [001] de la billette de diamètre 280 mm avec une valeur de 1,3 %. Cela confirme que la diminution des dimensions des grains β améliore l'homogénéisation de la déformation. De plus, la limite d'élasticité est plus basse pour la micro-éprouvette provenant de la billette de 280 mm de diamètre avec une valeur de 1118 MPa contre 1129 MPa pour la billette de diamètre 125 mm. Cela est en accord avec l'effet Hall Petch et les essais macroscopiques.

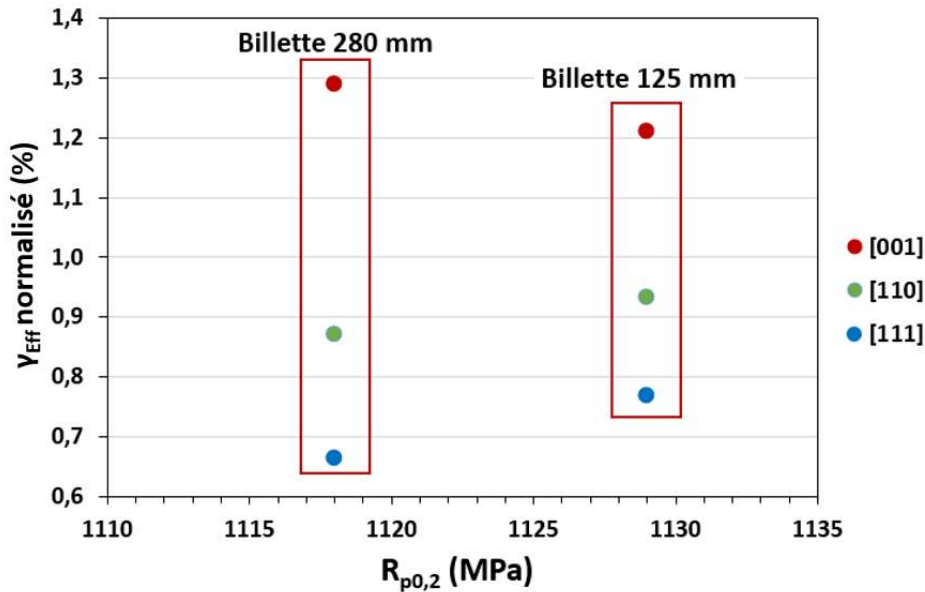


Figure 4-10 : Valeurs moyennes du cisaillement (γ_{eff}) normalisé en fonction des domaines d'orientation [001], [110] et [111] pour les micro-éprouvettes de la Figure 4-4 prélevées selon la direction R et observées dans le plan TR des deux billettes en fonction de la limite d'élasticité moyenne obtenue pour des micro-éprouvettes prélevées également suivant cette direction.

L'influence de l'orientation morphologique des grains β sur la répartition de la déformation a également été étudiée. Pour cela, trois micro-éprouvettes ont été prélevées dans le plan LT suivant des angles à 0° , 45° et 90° de la direction L de façon à obtenir trois orientations particulières des grains β par rapport à la direction de sollicitation sur la Figure 4-11. Le cisaillement est distribué de façon homogène sur la partie utile de la micro-éprouvette prélevée suivant la direction L avec des grains β allongés dans la direction de sollicitation. Au contraire, des bandes de cisaillement orientées à 45° et 90° de la direction de traction sont observées pour des grains β dont l'axe long est orienté respectivement à 45° et 90° de cette dernière. La distribution en fréquence du cisaillement pour ces trois configurations est présentée sur la Figure 4-11 (d). La micro-éprouvette prélevée suivant la direction L a une déformation plus homogène que les deux autres configurations. Elle présente une valeur de cisaillement maximale de 1,9 % contre 4,4 % et 4,8 % pour les micro-éprouvettes avec des grains β orientés à 90° et 45° de la direction de traction. L'orientation morphologique des grains β influence donc significativement la répartition de la déformation.

La micro-éprouvette avec des grains β allongés dans la direction de sollicitation présente une valeur d'allongement à rupture de 11,9 % contre 5,9 % et 2,1 % pour celles avec des grains β orientés à 90° et 45° . Les valeurs d'allongement à rupture semblent donc liées à la répartition de la déformation. Plus elle est localisée et plus l'allongement à rupture semble faible.

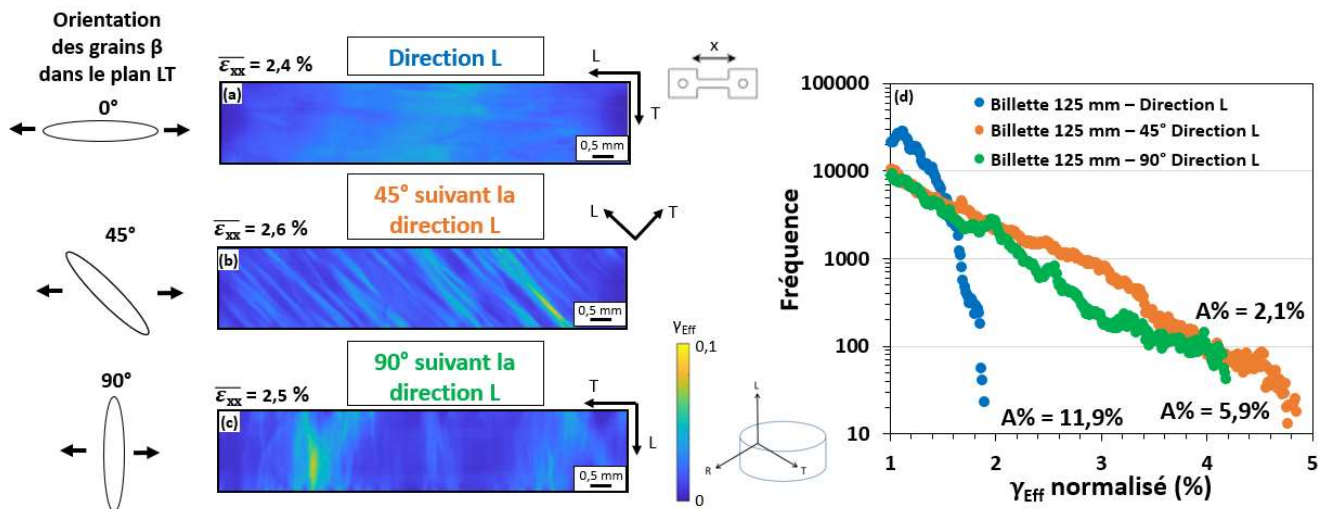


Figure 4-11 : Champs de cisaillement (γ_{Eff}) obtenus pour trois micro-éprouvettes avec des grains β , dont l'axe long est orienté à 0° (a), 45° (b) et 90° (c) par rapport à la direction de traction. Les micro-éprouvettes ont été prélevées à 0°, 45° et 90° par rapport à la direction L et observées dans le plan LT de la billette de diamètre 125 mm. Distribution en fréquence du cisaillement dans les trois micro-éprouvettes (d). Les valeurs d'allongement à rupture associés sont également indiquées.

Synthèse

Des grains β de plus petites dimensions semblent améliorer l'homogénéisation de la déformation. De plus, la déformation est plus localisée lorsque les grains sont orientés à 45° ou 90° de la direction de traction. Il a également été mis en évidence une potentielle corrélation entre la répartition de la déformation et les valeurs d'allongement à rupture. Ce point va être étudié plus en détail dans la partie suivante.

4.2.3. Relation entre la localisation de la déformation et l'allongement à rupture

La relation entre l'allongement à rupture et la localisation de la déformation a été étudiée. Pour cela, la distribution en fréquence du cisaillement normalisé et la fréquence cumulée associée ont été utilisées, comme montré en Figure 4-12. Un critère de 99 % de la fréquence cumulée a été fixé arbitrairement afin de quantifier la valeur du cisaillement et mettre en évidence les différences de répartition de la déformation. Lorsque l'on considère le cisaillement pour une fréquence cumulée de 99 %, cela signifie que 99 % de la surface de la partie utile de la micro-éprouvette présente des valeurs de cisaillement inférieures à cette valeur. Pour la micro-éprouvette de la Figure 4-12, la valeur obtenue est d'environ 3,1 %.

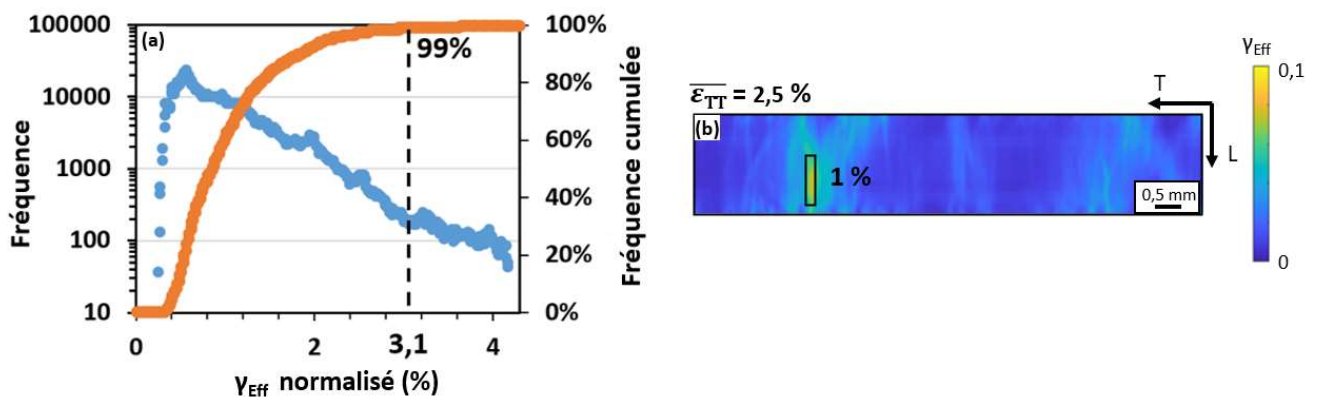


Figure 4-12 : Distribution en fréquence du cisaillement et la fréquence cumulée associée (a) pour le champ de cisaillement d'une micro-éprouvette prélevée suivant la direction T et observée dans le plan LT de la billette de diamètre 125 mm (b). Description de la méthode de détermination de la valeur du cisaillement à 99 % de la fréquence cumulée. Représentation sur le champ de cisaillement de la surface correspondant à 1 % de la surface caractérisée.

L'allongement à rupture en fonction du cisaillement normalisé pour une fréquence cumulée de 99 % est présenté sur la Figure 4-13 pour l'ensemble des micro-éprouvettes étudiées. Une diminution de l'allongement à rupture est observée avec l'augmentation du cisaillement. Cela signifie que malgré les différentes configurations des grains β , l'allongement à rupture semble corrélé avec la localisation de la déformation. Si l'on tente de lier de manière linéaire l'allongement à rupture au cisaillement normalisé, le coefficient de corrélation est relativement faible ($R^2 = 0,27$). En examinant les résultats en détails, des tendances peuvent apparaître suivant la billette et/ou la direction de prélèvement considérées.

Pour les micro-éprouvettes prélevées suivant la direction R et observées dans le plan TR, des valeurs d'allongements à rupture comprises entre 8 % et 16 % pour un cisaillement d'environ 2,1 % sont observées pour la billette de diamètre 125 mm. Au contraire, celles de la billette de diamètre 280 mm ont des valeurs comprises entre 1 % et 10 %, pour un cisaillement supérieur à 2,2 %. Ces différences d'hétérogénéités du cisaillement et d'allongements à rupture peuvent s'expliquer par la différence de dimensions des grains β .

Pour les micro-éprouvettes observées dans le plan LT et prélevées à 45° de la direction L, les valeurs d'allongements à rupture sont inférieures à 6 % pour un cisaillement compris entre 2,1 % et 3,4 %. Au contraire, les micro-éprouvettes prélevées suivant la direction L et observées dans le plan LT possèdent des valeurs d'allongements à rupture supérieures à 11 % pour un cisaillement inférieur à 2,1 %. Pour les micro-éprouvettes prélevées à 90° de la direction L et observées dans le plan LT, les valeurs d'allongement à rupture sont d'environ 7 % pour un cisaillement supérieur à 3,0 %. On en conclut que la répartition de la déformation ne permet pas d'expliquer complètement les valeurs d'allongement à rupture des micro-éprouvettes.

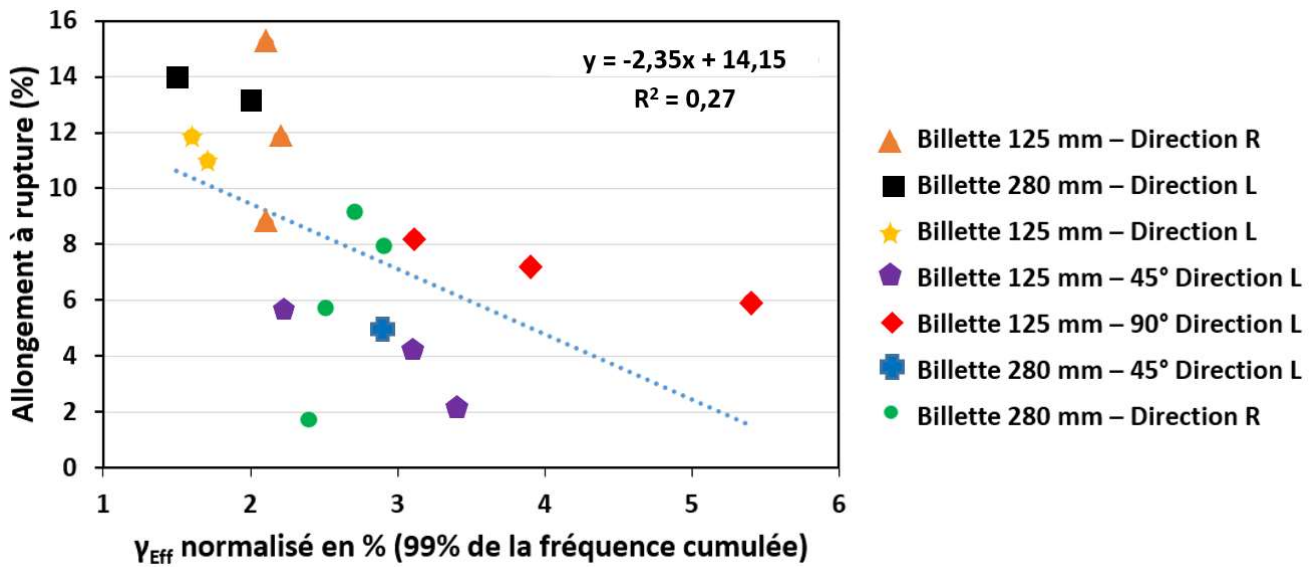


Figure 4-13 : Valeurs d’allongement à rupture en fonction du cisaillement normalisé pour une fréquence cumulée de 99% obtenue pour l’ensemble des micro-épreuves provenant des deux billettes et suivant différentes directions de prélèvements. Les micro-épreuves prélevées suivant la direction R ont été observées dans le plan TR des deux billettes. Les micro-épreuves prélevées à 0°, 45° et 90° de la direction L ont été observées dans le plan LT des deux billettes.

Dans le but de comprendre ces différences d’allongements à rupture, la partie utile de deux micro-épreuves rompues, prélevées à 0° et 45° de la direction L et observées dans le plan LT de la billette de diamètre 125 mm, a été étudiée sur la Figure 4-14. Ces deux micro-épreuves présentent respectivement des allongements à rupture d’environ 11 % et 4,2 %. La micro-épreuve prélevée suivant la direction L présente une réduction marquée de sa section utile. Cette caractéristique témoigne d’une déformation élevée de la micro-épreuve, associée à un allongement à rupture important.

Au contraire, la micro-épreuve prélevée à 45° de la direction L présente une réduction moins prononcée de sa section utile que celle suivant la direction L. De plus, elle montre une rupture inclinée à 45° de la direction de traction. Dans ce cas, la rupture semble donc avoir été provoquée par un cisaillement intense. Ce phénomène est probablement engendré par l’inclinaison des grains β parallèlement à la contrainte de cisaillement macroscopique maximum qui est à 45° de la direction de sollicitation. On en déduit que les mécanismes d’endommagement sont différents pour ces deux micro-épreuves.

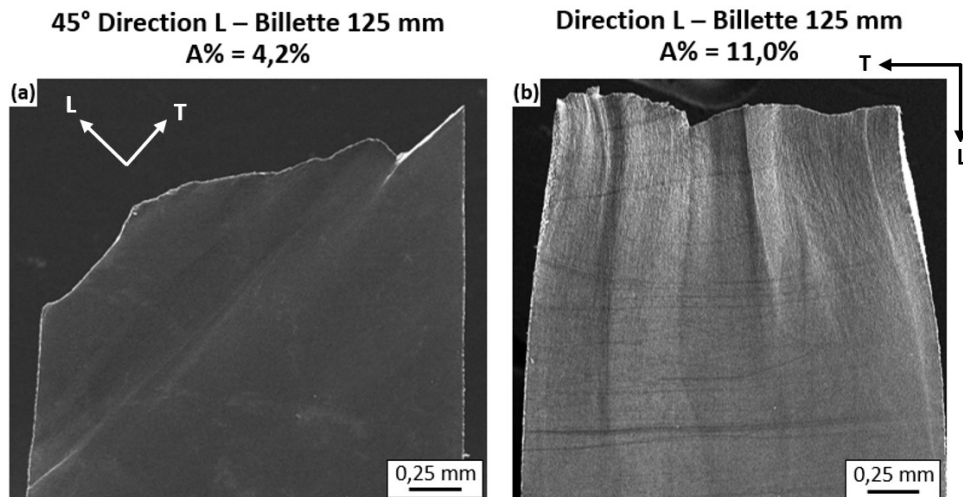


Figure 4-14 : Micrographies MEB de la partie utile après rupture de deux micro-éprouvettes prélevées à 45° (a) et 0° (b) de la direction L et observées dans le plan LT de la billette de diamètre 125 mm.

Synthèse

Plus la déformation est localisée et plus les valeurs d'allongement à rupture diminuent. Toutefois, les valeurs d'allongement à rupture ne semblent pas corrélées complètement à la localisation de la déformation. Il a été montré, par l'étude de deux faciès de rupture, l'existence potentielle de différents mécanismes d'endommagement suivant les directions de prélèvement des micro-éprouvettes. C'est pourquoi, ce point va être étudié plus en détail dans la partie suivante.

4.3. Etude des mécanismes d'endommagement

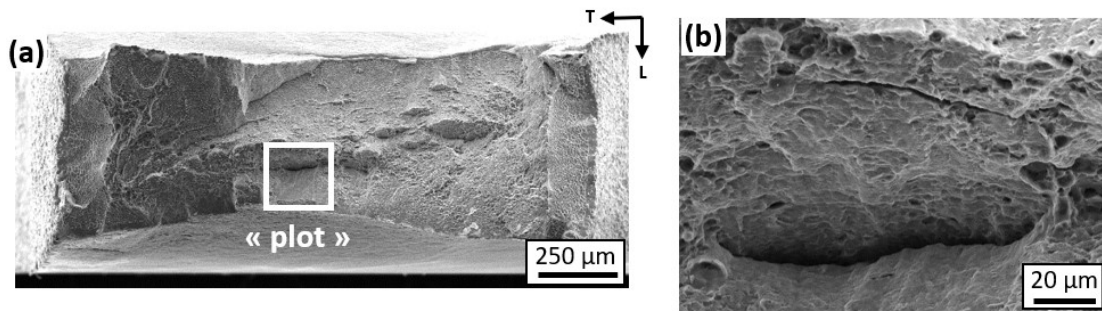
Les valeurs d'allongements à rupture des micro-éprouvettes sont possiblement dépendantes du mécanisme d'endommagement. Cette partie va donc se focaliser sur l'identification et la compréhension des différents mécanismes d'endommagement du Ti-1023 sollicité en traction. Pour cela, des interruptions lors des essais de traction in-situ sous microscope optique ont été réalisées à différents niveaux de déformation macroscopique jusqu'à la rupture. Des analyses EBSD et MEB de la partie utile et des faciès de rupture des micro-éprouvettes ont également été effectuées.

4.3.1. Transition entre la déformation et l'endommagement

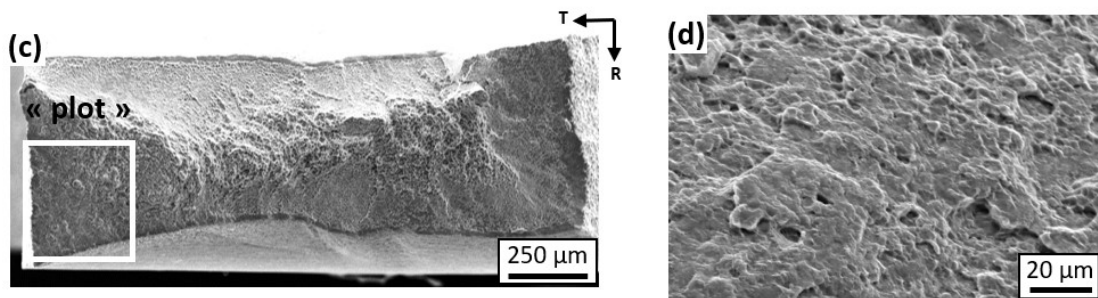
Les faciès de rupture de micro-éprouvettes prélevées suivant différentes directions dans les deux billettes sont présentés sur la Figure 4-15. Les éprouvettes prélevées suivant les directions R, L et à 90° de la direction L présentent un faciès de rupture essentiellement recouvert de cupules tandis que certaines zones apparaissent sans cupules et avec une faible rugosité. Cette surface n'est pas plane et présente une inclinaison marquée qui diffère suivant les directions. Elle semble liée à l'orientation morphologique des grains β . Il peut donc s'agir du même mécanisme d'endommagement au moins pour les premiers stades de la rupture. Ces surfaces seront appelées « plot » dans la suite de ce manuscrit.

Le faciès de rupture de la micro-éprouvette prélevée à 45° de la direction L présente une surface bien délimitée sans cupules et avec une faible rugosité. Cette surface est plane et suggère la morphologie allongée d'un grain β . Elle est différente de celle identifiée pour les « plots » et sera appelée « facette » dans la suite de ce manuscrit à cause de son apparence qui suggère une rupture associée à une activité plastique limitée. On en déduit qu'il semble exister des mécanismes d'endommagement différents en fonction des directions de prélèvement.

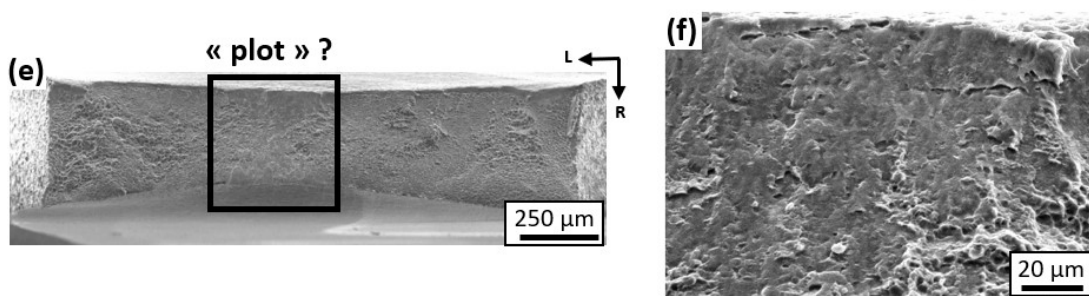
Billette 280 mm – Direction R : A% = 9,1%



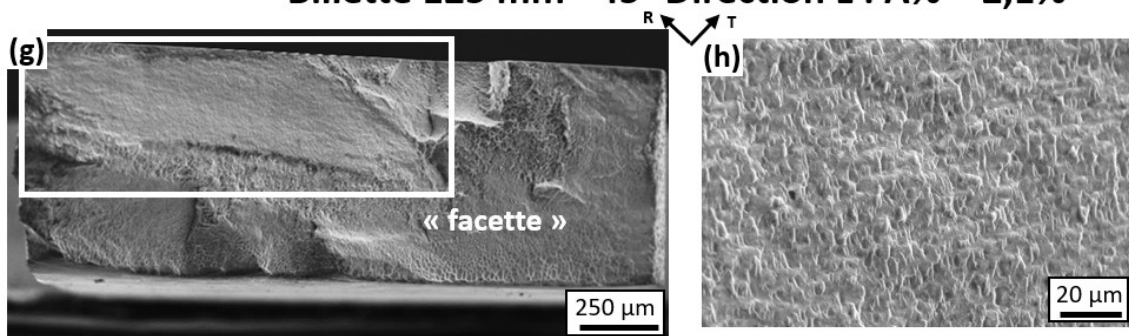
Billette 280 mm - Direction L : A% = 13,9%



Billette 125 mm - 90° Direction L : A% = 5,9%



Billette 125 mm - 45° Direction L : A% = 2,1%



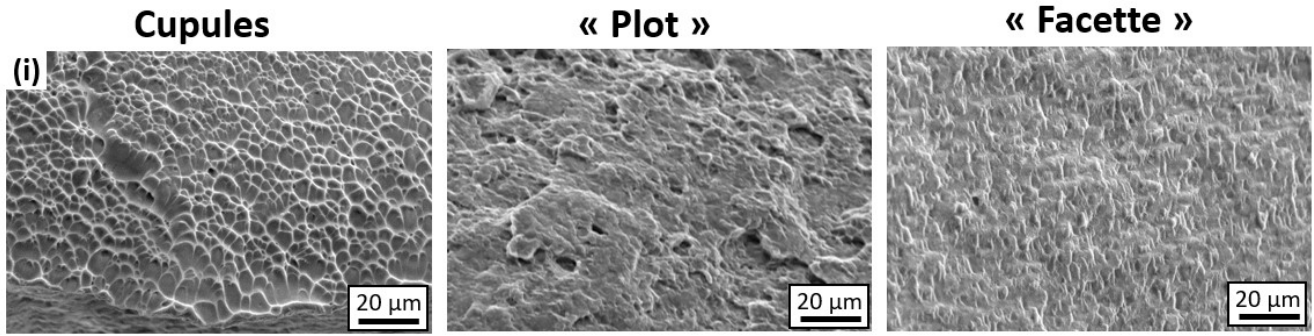


Figure 4-15 : Micrographies MEB montrant les faciès de rupture de micro-éprouvettes prélevées selon la direction R (a) et (b) et suivant la direction L (c) et (d) de la billette de diamètre 280 mm. Les faciès de rupture de micro-éprouvettes prélevées à 90° (e) et (f) et 45° (g) et (h) de la direction L de la billette de diamètre 125 mm sont également représentés. Des grossissements ont été réalisés au niveau des surfaces avec des topographies particulières. Ces zones sont encadrées sur les micrographies. Comparaison et identification des différentes surfaces observées (i).

4.3.2. Mécanisme de la formation des « facettes »

4.3.2.1. *Analyse des faciès de rupture*

Le mécanisme responsable de la formation des « facettes » a été étudié à l'aide de micro-éprouvettes prélevées suivant les directions R et à 45° de la direction L. Pour une question de simplification, seulement les deux micro-éprouvettes dont une « facette » est connectée à la face caractérisée par CIN et EBSD sont présentées dans ce chapitre. La partie utile des micro-éprouvettes montre un plan moyen du faciès de rupture orienté à environ 45° de la direction de traction sans réduction marquée de la section utile sur la Figure 4-16. Le facteur de forme des « facettes », qui correspond au rapport entre la longueur maximale divisée par la largeur, est respectivement d'environ 1,3 et 5,6 pour les micro-éprouvettes prélevées suivant la direction R et à 45° de la direction L. De plus, la micro-éprouvette prélevée dans la billette de diamètre 125 mm possède des « facettes » de plus petites dimensions que celle de la billette de diamètre 280 mm. Ces différences sont probablement liées à l'orientation morphologique et aux dimensions des grains β , comme mis en évidence avec les schémas sur la Figure 4-16 (a) et (b). On note également que l'allongement à rupture des deux micro-éprouvettes est très faible. Il est respectivement de 1,7 % et 0,7 % pour les micro-éprouvettes issues de la billette de diamètre 280 mm et 125 mm.

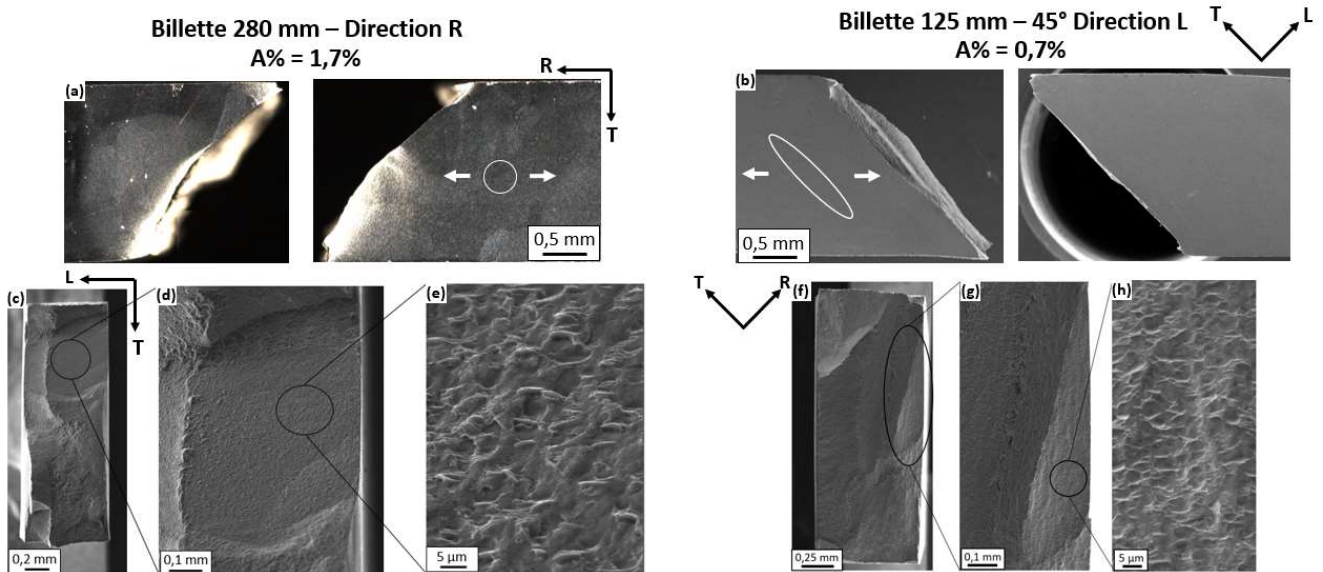


Figure 4-16 : Micrographies optiques (a) et MEB (b-h) de la partie utile des micro-éprouvettes après rupture. Un schéma de l'orientation morphologique des grains β dans les micro-éprouvettes est représenté en blanc. Micrographies MEB des faciès de rupture à différents grossissements au niveau des « facettes » connectées avec la face étudiée par CIN et EBSD (c-h). Les micro-éprouvettes ont été prélevées suivant la direction R de la billette de diamètre 280 mm (a-e) et à 45° de la direction L de la billette de diamètre 125 mm (b-h).

Afin de mieux comprendre ces valeurs d'allongement à rupture relativement faibles, les « facettes » ont été identifiées et délimitées manuellement à partir des micrographies MEB des faciès de rupture. Une excellente corrélation est observée entre la valeur d'allongement à rupture et l'aire cumulée des « facettes » sur la Figure 4-17 avec un coefficient de corrélation de 0,996. L'allongement à rupture diminue d'environ 1,7 % avec une augmentation de l'aire des « facettes » de 0,1 mm². La formation de ces « facettes » semble donc néfaste pour la ductilité. Il est donc essentiel de comprendre les éléments responsables de leur formation.

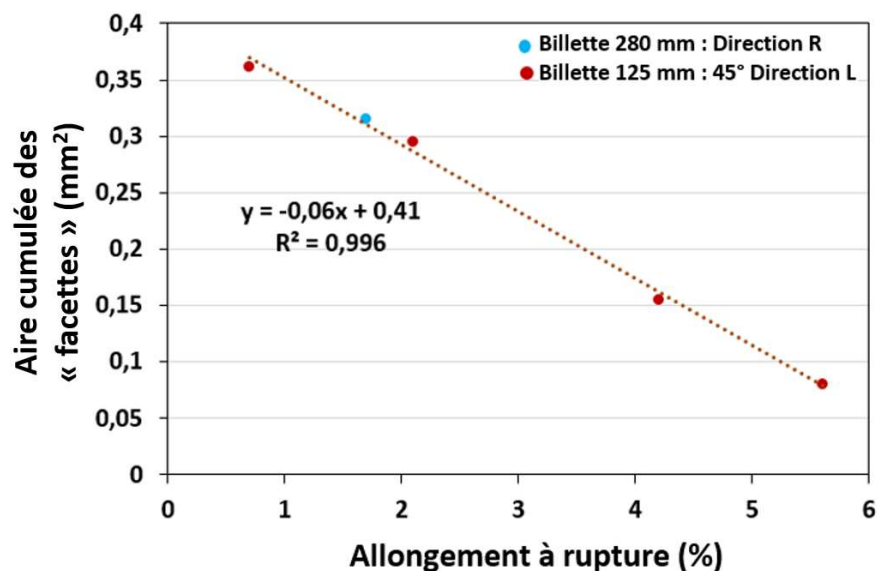


Figure 4-17 : Aire cumulée des « facettes » identifiées sur le faciès de rupture en fonction des valeurs d'allongement à rupture des micro-éprouvettes. L'ensemble des micro-éprouvettes avec des « facettes » est représenté dans ce graphique.

4.3.2.2. Identification du mécanisme responsable de la formation des « facettes »

Les orientations cristallographiques de la phase β et les champs de cisaillement des deux micro-éprouvettes de la Figure 4-16 sont présentés sur la Figure 4-18. Un grandissement a été réalisé au niveau de la zone identifiée comme responsable de la rupture, encadrée par un rectangle noir. Pour l'éprouvette prélevée à 45° de la direction L, les joints de grains sont principalement orientés à 45° de la direction de traction. De plus, des « facettes » ont été identifiées sur les faciès de rupture de l'ensemble des éprouvettes prélevées à 45° de la direction L dans la billette de diamètre 125 mm. La formation de « facettes » est donc favorisée pour cette direction de prélèvement, contrôlée par une sollicitation en cisaillement. Au contraire, la micro-éprouvette prélevée suivant la direction R, semble présenter une fraction moins prononcée de joints de grains orientés à 45° de la direction de traction. Elle est également la seule prélevée suivant cette direction à présenter une « facette ». On en déduit que l'orientation à 45° du joint de grain par rapport à la direction de sollicitation, qui correspond à la contrainte de cisaillement macroscopique maximale, semble avoir un rôle significatif dans la formation des « facettes ». Pour les deux micro-éprouvettes, le joint de grain responsable de la formation de la « facette » présente une localisation élevée de la déformation. Pour l'éprouvette prélevée suivant la direction R, la présence de grains β orientés $[001]$ à proximité du joint de grain doit favoriser la localisation de la déformation à proximité de ce dernier. Cependant, on remarque que les grains β impliqués dans la formation des « facettes » ne sont pas orientés pour présenter une déformation plastique précoce sur la Figure 4-18 (g). La déformation semble donc accommodée par le joint de grain.

De plus, le joint de grain pour les deux configurations étudiées présente un caractère planaire. Le glissement se développe donc facilement au niveau de ce dernier. Lorsque la localisation de la déformation est élevée au niveau du joint de grain, un amorçage de fissure peut être observé, comme le montre la Figure 4-16 (h). Le caractère planaire du joint de grain semble favoriser également la propagation de la fissure au travers de ce dernier conduisant à la rupture de l'éprouvette.

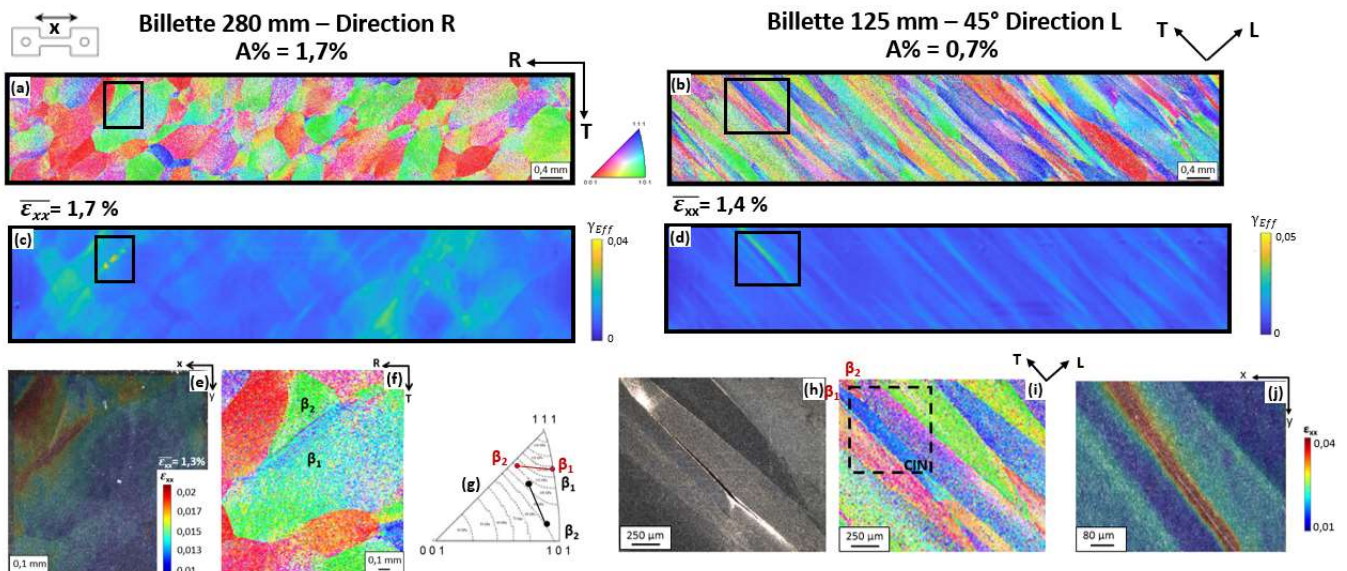


Figure 4-18 : Orientations cristallographiques de la phase β suivant la direction de traction (a) et (b) et champs de cisaillement associé (c) et (d). Orientations cristallographiques de la phase β suivant la direction de traction au niveau de la zone d'amorçage des fissures (f) et (i) et les champs de déformation le long de la direction de traction associés (e) et (j). Orientations cristallographiques de la phase β (g), le long de la direction de traction, représentée sur une figure de pôle inverse. Les orientations cristallographiques des grains β de part et d'autre des joints de grain, où ont amorcé les fissures sont indiquées et reliées. Les iso-contours du module d'Young sont également représentés. Micrographie optique (h) de l'ouverture d'une fissure au niveau d'un joint de grain β . Les deux micro-éprouvettes étudiées ont été prélevées à 45° de la direction L dans le plan LT, ainsi que suivant la direction R dans le plan TR pour les billettes de diamètre 125mm et 280 mm.

Des micrographies et les orientations cristallographiques des phases α et β au niveau du joint de grain où est localisée la déformation pour la micro-éprouvette provenant de la billette de diamètre 125 mm sont présentées sur la Figure 4-19. Des lignes de glissement sont clairement identifiées au niveau du joint de grain β . La présence de nodules allongés le long de ce dernier, mais qui ne forment pas de liseré continu, est constatée. De plus, le cisaillement de certains nodules est également observé le long du joint de grain. Après la rupture, des nodules présentant une rupture planaire sont identifiés. Cela témoigne de l'amorçage et/ou de la propagation de l'endommagement le long de lignes de glissement dans les nodules au joint de grain. De plus, ces nodules présentent tous des orientations cristallographiques avec des facteurs de Schmid élevés pour un système de glissement prismatique.

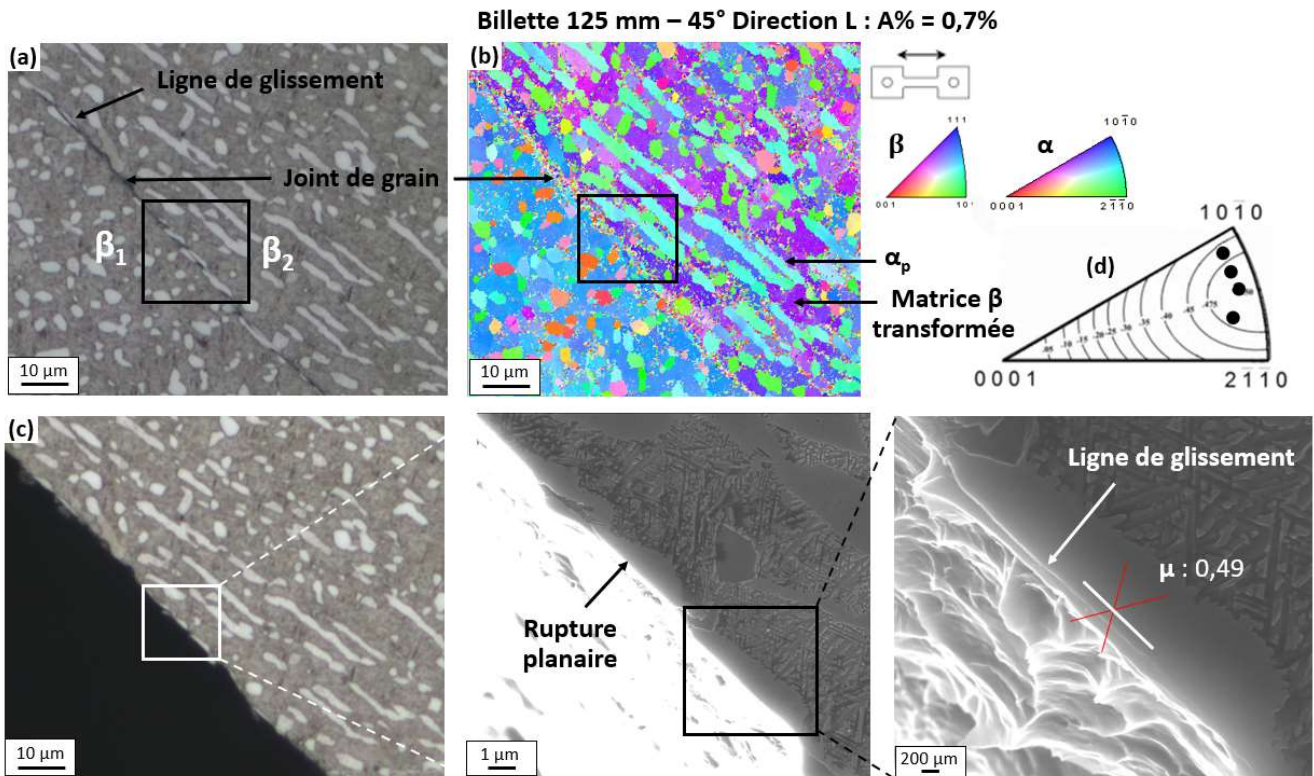


Figure 4-19 : Micrographie optique (a) et orientations cristallographiques (b) des phases α et β suivant la direction de traction au niveau du joint de grain β responsable de la formation de la « facette » pour la micro-éprouvette prélevée à 45° de la direction L de la billette de diamètre 125 mm. Micrographies MEB (c) de la partie utile de la micro-éprouvette après rupture. Orientations cristallographiques de la phase α (d) avec les iso-contours de facteur de Schmid pour le glissement prismatique représentées sur une figure de pôle inverse, les orientations cristallographiques des nodules au joint de grain sont également indiquées.

Une analyse post-mortem de la microstructure au niveau de la « facette » a également été réalisée pour la micro-éprouvette prélevée suivant la direction R de la billette de diamètre 280 mm. Les micrographies MEB montrent une rupture planaire des nodules sur la Figure 4-20, identifiés par des rectangles blancs. La présence de liserés de phase α_{GB} n'est pas constatée. De plus, les nodules au sein des grains β , de part et d'autre du joint de grain, ne présentent pas une texture ou des morphologies particulières à proximité du joint de grain. Cependant, une désorientation d'environ 6° à proximité du joint de grain des sous-grains du grain β_1 est observée le long de la totalité du joint de grain sur la Figure 4-20 (d). Cela peut témoigner d'une différence de déformation dans le grain β lors des traitements thermomécaniques en fonction de la proximité au joint de grain. Un alignement de la trace du plan de glissement prismatique avec la trace de la rupture planaire peut être observé. De plus, un facteur de Schmid élevé est constaté pour le système de glissement associé. Cela est en accord avec les observations faites précédemment.

La présence d'autres fissures ou de cavités à proximité de la surface de rupture n'est pas mise en évidence pour les deux micro-éprouvettes. De plus, les nodules éloignés de la rupture ne présentent pas de traces visibles de déformation. La déformation semble donc essentiellement localisée au niveau du joint de grain β . Cela est également confirmé par les champs de cisaillement présentés sur la Figure 4-18.

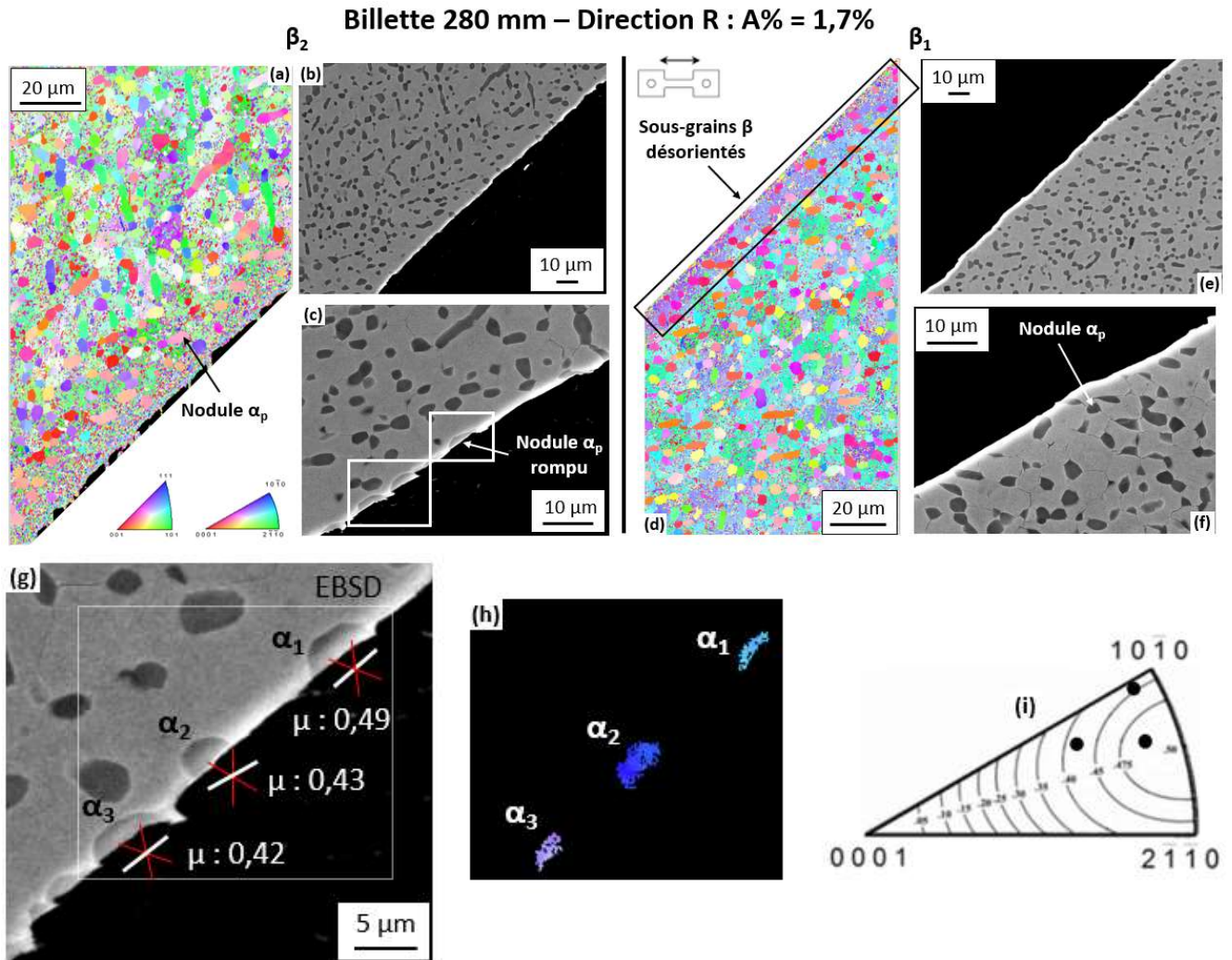


Figure 4-20 : Micrographies MEB (b), (c), (e), (f) et (g) et orientations cristallographiques des phases α et β suivant la direction de traction (a), (d) et (h), de la partie utile à proximité de la rupture pour la micro-éprouvette prélevée suivant la direction R de la billette de diamètre 280 mm. Orientations cristallographiques de la phase α (i) avec les iso-contours du facteur de Schmid pour le glissement prismatique représentées sur une figure de pôle inverse. Les orientations cristallographiques des nodules au niveau du joint de grain sont également indiquées. La micrographie MEB (g) montre les traces des plans prismatiques des nodules rompus. Le plan aligné avec la rupture planaire est représenté en blanc. Le facteur de Schmid (μ) du système de glissement prismatique associé à ce plan est indiqué.

Les orientations cristallographiques des phases α et β ont été étudiées sur la Figure 4-21 afin de comprendre la localisation de la déformation au niveau du joint de grain. L'axe « c » des mailles hexagonales des nodules α_p est orienté perpendiculairement à la direction de traction, ce qui est favorable à l'activation du glissement prismatique pour les deux configurations étudiées. De plus, il est constaté que les nodules α_p sont en relation d'orientation de Burgers avec au moins l'un des grains β .

Uniquement le grain β_2 de la Figure 4-21 (a) présente un facteur de Schmid élevé pour le système de glissement $\{112\}\langle 111\rangle$, dont le plan de glissement est parallèle avec le joint de grain β . L'alignement entre le plan de glissement, associé à un système de glissement avec un facteur de Schmid élevé, et le

joint de grain ne semble pas être un paramètre crucial pour la localisation de la déformation au niveau de ce dernier.

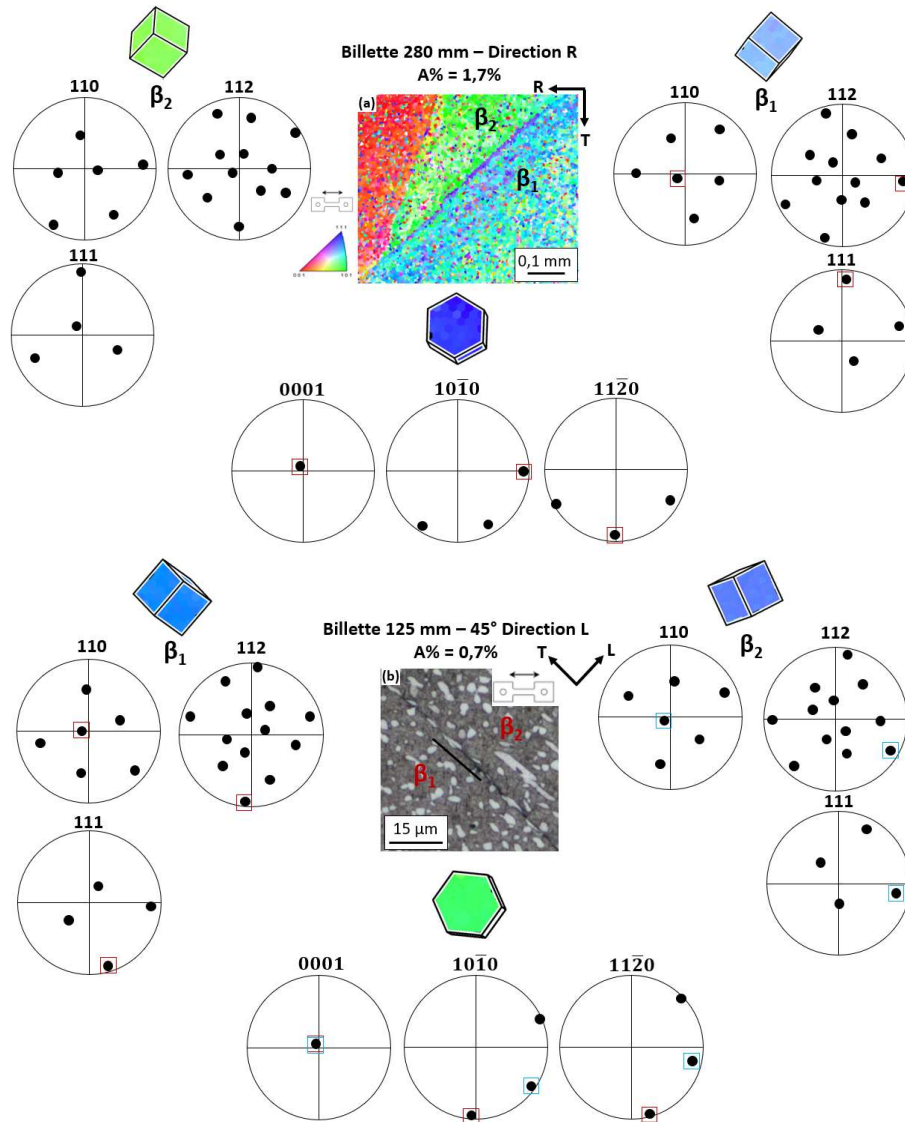


Figure 4-21 : Orientations cristallographiques de la phase β suivant la direction de traction au niveau du joint de grain impliqué dans la formation de la « facette » pour la micro-épreuve prélevée suivant la direction R et observée dans le plan TR de la billette de diamètre 280 mm (a). Micrographie optique du joint de grain impliqué dans la formation de la « facette » pour la micro-épreuve prélevée à 45° de la direction L et observée dans le plan LT de la billette de diamètre 125 mm (b). Les mailles cristallines des grains β de chaque côté du joint de grain sont représentées, ainsi que celles des nodules le long de ce dernier. Les orientations cristallographiques des phases α et β sont représentées sur des figures de pôles $\{110\}$, $\{112\}$ et $\{111\}$ pour la phase β et $\{0001\}$, $\{10\bar{1}0\}$ et $\{11\bar{2}0\}$ pour la phase α . Les relations d'orientation de Burgers entre les grains β et le nodule au joint de grain sont encadrées de différentes couleurs suivant le grain β considéré.

4.3.2.3. *Eléments microstructuraux favorisant la formation de « facettes »*

Différentes configurations de joints de grain β ont été étudiées afin d'identifier les conditions critiques pour l'endommagement. Pour cela, deux joints de grain β , non impliqués dans la rupture, où se localise la déformation ont été considérés, comme le montre la Figure 4-22. Des nodules sont présents le long de ces deux joints de grain, repérés par des flèches blanches, et possèdent des orientations

crystallographiques différentes. Pour les deux joints de grain considérés, l'un des grains présente une orientation plus favorable à la déformation plastique précoce que ceux impliqués dans la formation de « facettes ». De plus, des lignes de glissement peuvent être observées dans les grains de part du joint de grain sur la Figure 4-23. La déformation n'est donc pas localisée uniquement au joint de grain.

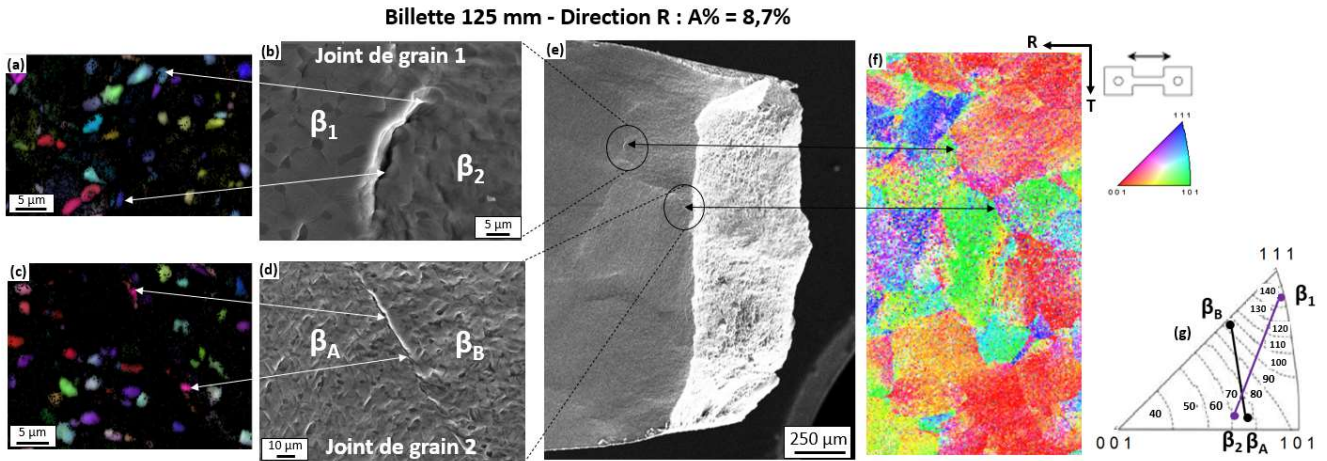


Figure 4-22 : Orientations cristallographiques des phases α et β suivant la direction de traction (a) et (c) au niveau de deux joints de grain β après une sollicitation et présentant des traces de plasticité. Micrographies MEB au niveau de ces deux joints de grain (b) et (d). Micrographies MEB de la partie utile de la micro-épreuve après rupture (e).

Les mailles cristallines des phases α et β le long du joint de grain sont également représentées. Orientations cristallographiques de la phase β suivant la direction de traction au niveau de la zone de rupture avant sollicitation (f). Orientations cristallographiques de la phase β parallèle à la direction de sollicitation avec les iso-contours du module d'Young (GPa) représentée sur une figure de pôle inverse (g). Les orientations cristallographiques des grains β de part et d'autre des deux joints de grain sont indiquées et reliées. L'éprouvette a été prélevée suivant la direction R et observée dans le plan TR de la billette de diamètre 125 mm.

Une caractérisation de l'orientation cristallographique des nodules le long des deux joints de grain β a été réalisée sur la Figure 4-23. Les nodules du joint de grain 1 présentent des orientations favorables au glissement prismatique, contrairement à ceux du joint de grain 2. Un amorçage de fissure peut être observé le long du joint de grain 1 qui présente une localisation élevée de la déformation. Pour le joint de grain 2, la déformation semble également être localisée au niveau de ce dernier. Cependant, aucun amorçage de fissure n'est constaté. Les nodules avec une orientation proche de [0001] semblent donc faire obstacle à l'amorçage de l'endommagement.

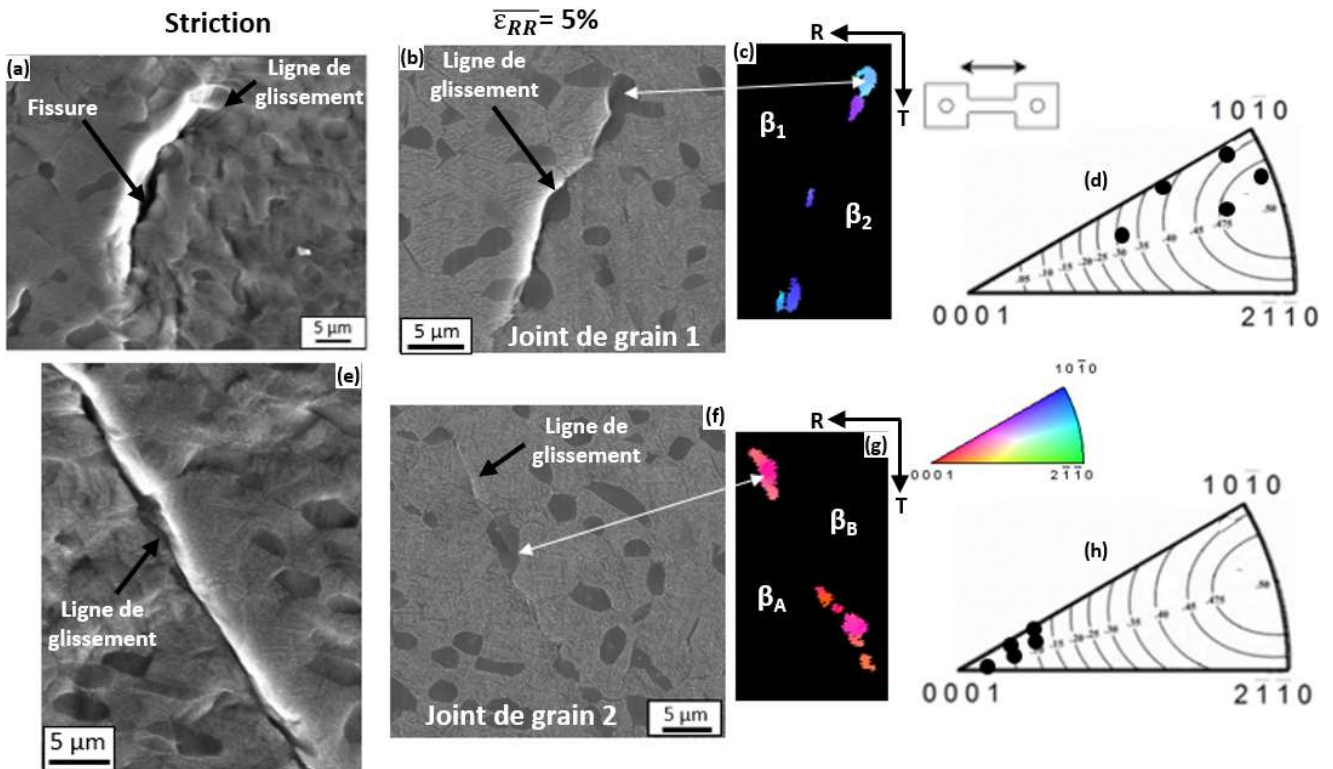


Figure 4-23 : Micrographies MEB de deux joints de grain obtenues pour 5% de déformation (b) et (f), puis au niveau de la réduction de la section utile (a) et (e). Orientations cristallographiques des nodules au niveau du joint suivant la direction de traction (c) et (g). Orientations cristallographiques de la phase α le long de la direction de traction (d) et (h) avec les iso-contours des facteurs de Schmid pour le système de glissement prismatique représentés sur une figure de pôle inverse.

Afin d'identifier précisément où se localise la déformation et quel est l'élément microstructural responsable de l'endommagement pour le joint de grain 1, un grandissement au niveau des nodules présentant une activité plastique localisée est présenté sur la Figure 4-24. La déformation semble être localisée majoritairement dans les nodules du côté du grain β_1 , le plus rigide avec un module d'Young d'environ 140 GPa contre environ 70 GPa pour le grain β_2 , comme montré précédemment sur la Figure 4-22 (g). Les lignes de glissement à l'intérieur des nodules sont marquées et peu nombreuses. Elles semblent alignées avec le plan prismatique. Une transmission des lignes de glissement est constatée au travers des différents nodules le long du joint de grain, ainsi que dans les liserés de phase α_{GB} entre les nodules. Une formation de cavités est constatée à l'intérieur des liserés de la phase α_{GB} le long des lignes de glissement marquées. Ce joint de grain ne semble pas présenter un caractère planaire. L'endommagement le long du joint de grain se réalise donc par la formation de cavités, contrairement aux joints de grain associés à la formation de « facettes » où un cisaillement a pu être observé entraînant une rupture planaire.

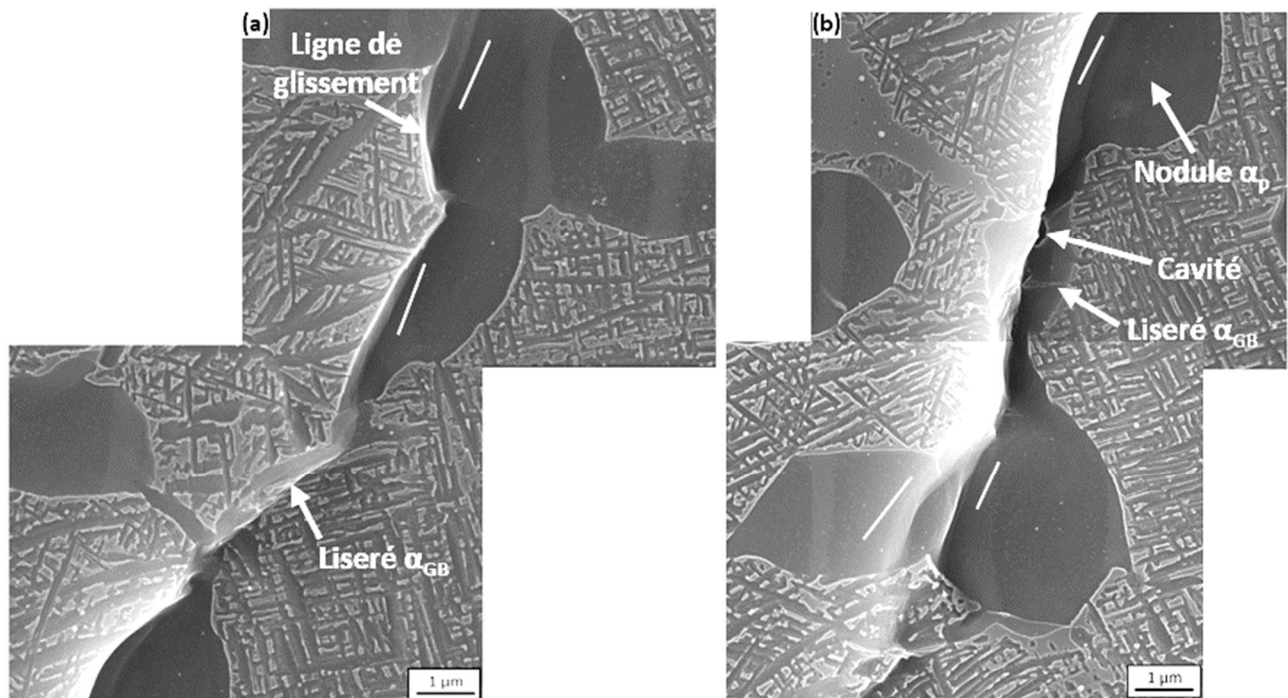


Figure 4-24 : Micrographies MEB (a) et (b) du joint de grain déformé de la Figure 4-23 (b). Les plans de glissement prismatique de la phase α sont représentés en blanc.

4.3.2.4. Synthèse

En résumé, la formation de « facettes » a lieu dans des configurations microstructurales spécifiques. Dans un premier temps, il est essentiel que la déformation soit localisée au niveau du joint de grain β . Il a été observé que les grains β avec une orientation non favorable à la déformation plastique précoce semblent favoriser la localisation de la déformation au niveau du joint de grain.

De plus, il a été montré que le joint de grain doit être orienté à environ 45° de la direction de traction et présenter un caractère planaire. Il est alors cisailé car aligné avec la contrainte de cisaillement macroscopique. Pour un joint de grain avec une orientation morphologique différente, les incompatibilités de déformation entre les grains β provoquent l'apparition de cavités dans les nodules et non leur cisaillement. Ces cavités sont formées du côté du grain β avec le comportement le plus rigide. Il a été montré que les fissures formées par la coalescence de cavités ne sont généralement pas impliquées dans la formation de « facettes ». La morphologie du joint de grain est donc un paramètre important dans la formation des « facettes ». En effet, son caractère planaire, son orientation et sa longueur influencent la propagation de la déformation, ainsi que l'endommagement. Il a été constaté que plus la « facette » a des dimensions élevées et plus la valeur d'allongement à rupture diminue. L'aire de la « facette » est associée aux dimensions du joint de grain β . On en déduit qu'un joint de grain de grandes dimensions favorise la propagation et donc la localisation de la déformation au niveau de ce dernier. Cela peut expliquer les allongements à rupture faibles pour des « facettes » de grandes dimensions. En effet, une fois l'endommagement amorcé, il peut se propager facilement le long des lignes de glissement et entraîne la rupture de l'éprouvette.

La présence de phase α_{GB} plus ou moins discontinue le long du joint de grain a pu être constatée. Il a été montré que des nodules avec un facteur de Schmid élevé pour le système de glissement prismatique, parallèle au joint de grain, favorisent la propagation du glissement, alors que des nodules mal orientés pour présenter du glissement prismatique semblent augmenter la résistance à l'endommagement du joint de grain, en entravant le développement de la déformation et la formation de fissures.

4.3.3. Mécanisme d'endommagement entraînant la formation de « plots »

4.3.3.1. *Éléments microstructuraux responsables de la formation de « plots »*

Deux micro-éprouvettes présentant une fissure, responsable de la formation d'un « plot », sur la face observée au microscope optique, ont été considérées afin d'étudier le mécanisme d'endommagement. Les faciès de rupture des micro-éprouvettes présentent des « plots » avec des morphologies différentes sur la Figure 4-25. Comme vu précédemment, cela est probablement lié à la morphologie des grains β impliqués dans leur formation. Les allongements à rupture de ces deux micro-éprouvettes sont supérieurs à 13 %. Ils sont donc relativement élevés en comparaison de ceux des micro-éprouvettes avec des « facettes ».

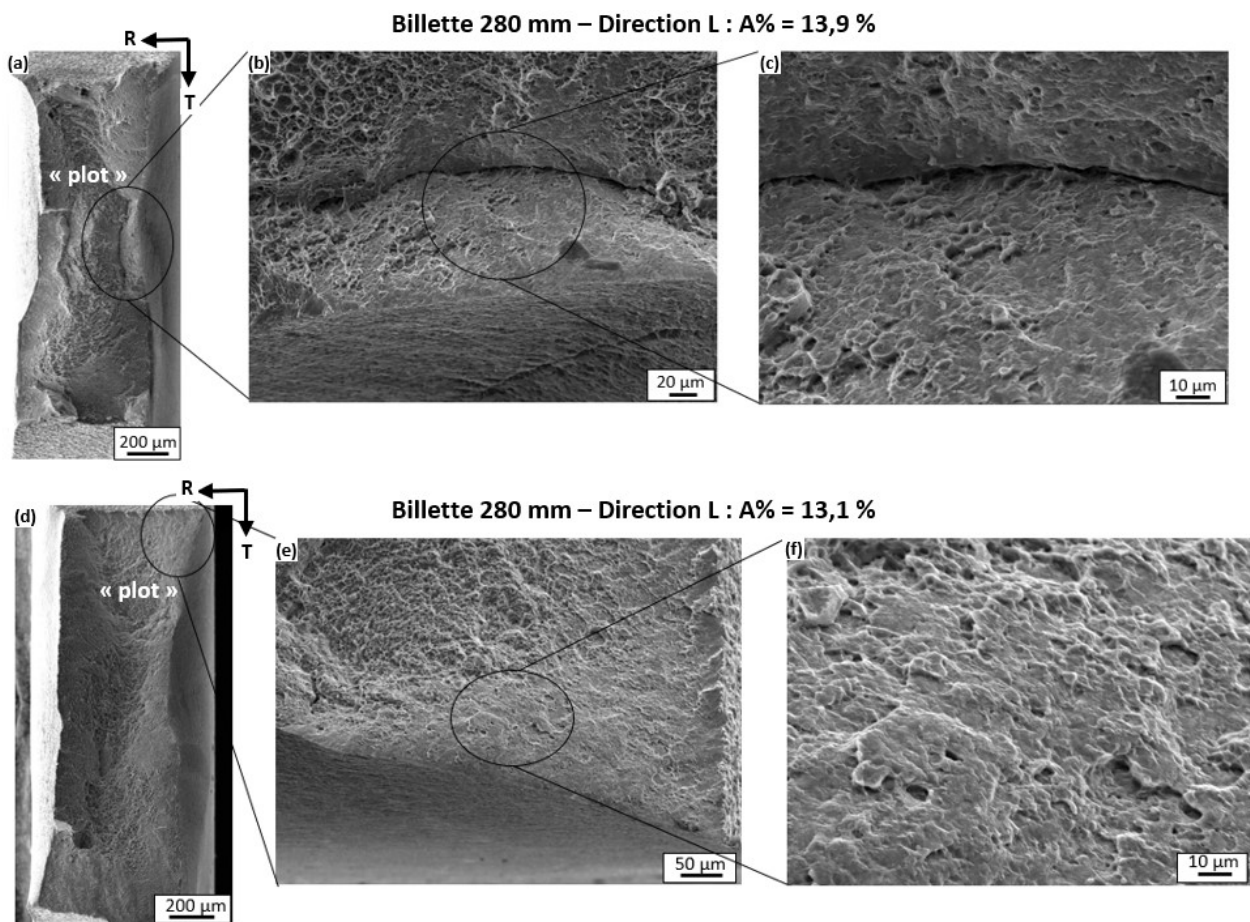


Figure 4-25 : Micrographies MEB des faciès de rupture de deux micro-éprouvettes prélevées selon la direction L et observées dans le plan LT de la billette de diamètre 280 mm (a) et (d). Grandissement au niveau du « plot » qui est connecté à la face étudiée (b), (c), (e) et (f).

Il a été identifié que la fissure responsable de la rupture a amorcé à l'intérieur d'un grain β avec une orientation [110] pour les deux micro-éprouvettes considérées, comme le montre la Figure 4-26. Un nombre élevé de lignes de glissement parallèles avec la fissure est également constaté dans ce grain. Elles présentent une longueur pouvant atteindre 200 μm sur la Figure 4-26 (g). Ces lignes de glissement se sont donc propagées au travers de plusieurs éléments microstructuraux. Des lamelles α_s déformées qui semblent alignées avec certains segments de la fissure sont également observées. L'amorçage et la propagation de la fissure semblent se produire le long de lignes de glissement localisées dans ces lamelles α_s .

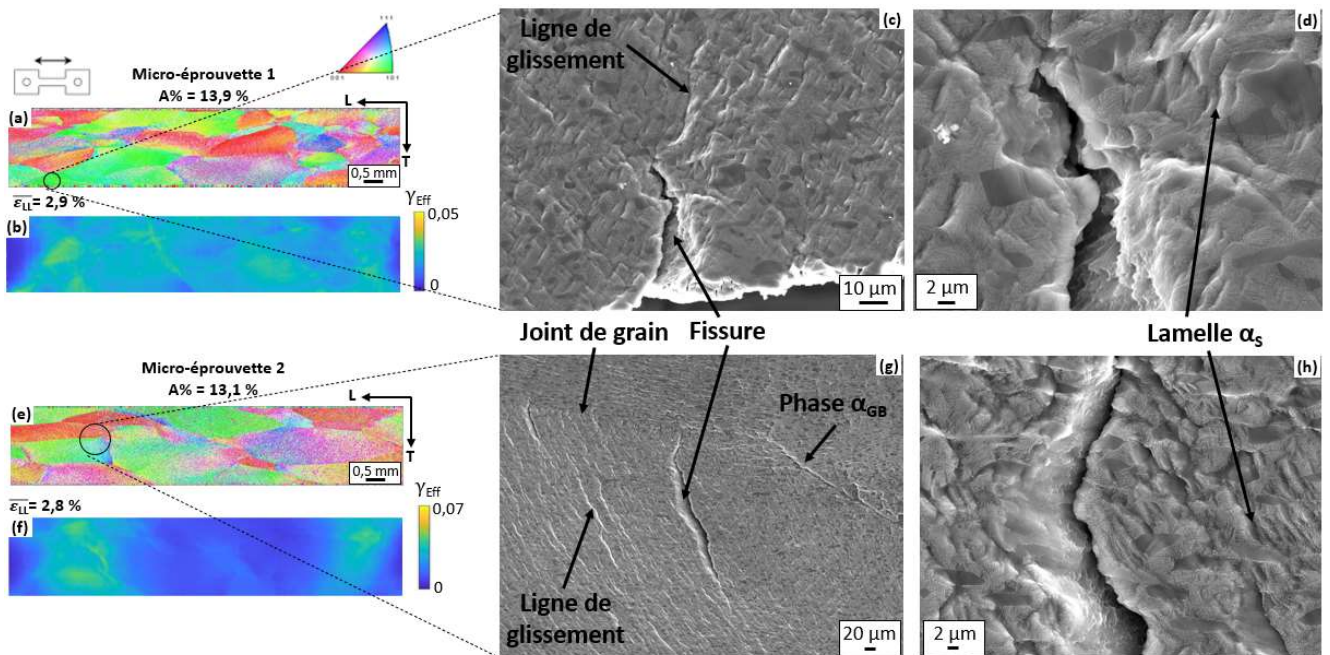


Figure 4-26 : Orientations cristallographiques de la phase β suivant la direction de traction (a) et (e) et champs de cisaillement (b) et (f) des micro-épreuves prélevées suivant la direction L et observées dans le plan LT de la billette de diamètre 280 mm, avec la présence d'un « plot » sur le faciès de rupture. Micrographies MEB de la fissure responsable de la rupture de ces deux micro-épreuves, engendrant la formation du « plot » (c), (d), (g) et (h).

La partie utile de l'éprouvette avec un allongement à rupture de 13,1% a été analysée après rupture sur la Figure 4-27. Un nombre élevé de fissures peut être constaté au sein du grain β orienté [110], où la fissure a amorcé. Les nodules sont allongés suivant la direction de traction et semblent constituer un obstacle à la propagation des fissures présentes dans la matrice β transformée introduisant une résistance globale à l'endommagement. Cela est en accord avec l'effet bénéfique de l'augmentation de la fraction surfacique de nodules sur l'allongement à rupture mis en évidence par Terlinde et al. (1983).

Billette 280 mm – Direction L : A% = 13,1 %

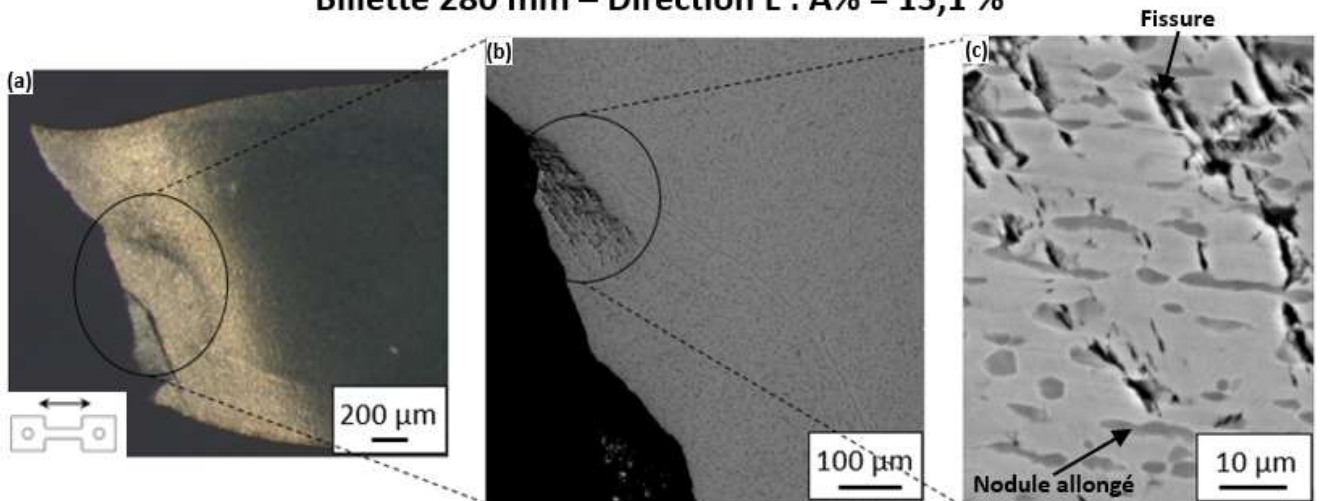


Figure 4-27 : Micrographies optique (a) et MEB (b) et (c) de la partie utile de la micro-épreuve fissurée de la Figure 4-26 (e) après rupture. Pour l'obtention des micrographies MEB, la micro-épreuve rompue a été polie à l'OPS.

4.3.3.2. Déformation plastique préliminaire à la formation des fissures

Les grains β orientés [110] ont été identifiés comme responsables de la rupture des micro-éprouvettes. Cependant, on peut se demander pourquoi la rupture se réalise spécifiquement dans ces grains. Afin de répondre à cette interrogation, la microstructure au sein de grains β déformés avec une orientation [001], [110] ou [111] est présentée sur la Figure 4-28. Les grains β considérés se situent au niveau d'une zone où la section utile est réduite. Dans le grain β orienté [001], aucune ligne de glissement marquée n'est visible. La déformation semble donc répartie de façon homogène. Pour le grain β orienté [111], la déformation semble majoritairement localisée dans les nodules α_p et à l'interface entre les nodules α_p et la matrice β transformée. De plus, certaines lamelles α_s présentent des lignes de glissement peu marquées. La présence de cavités à l'interface entre les phases α et β , où une activité plastique est visible, est également constatée sur la Figure 4-28 (e). Pour le grain β orienté [110], des lignes de glissement marquées sont observées dans la matrice β transformée. Un grandissement au niveau d'une ligne de glissement permet de mettre en évidence la déformation à l'intérieur des lamelles α_s . Uniquement les lamelles arrangées suivant deux directions semblent présenter des lignes de glissement. Cela suggère que seulement certains variants accommodent la déformation dans la matrice β transformée. L'extension des lignes de glissement au travers de certains nodules, ainsi que de plusieurs lamelles α_s est également constatée sur la Figure 4-28 (c).

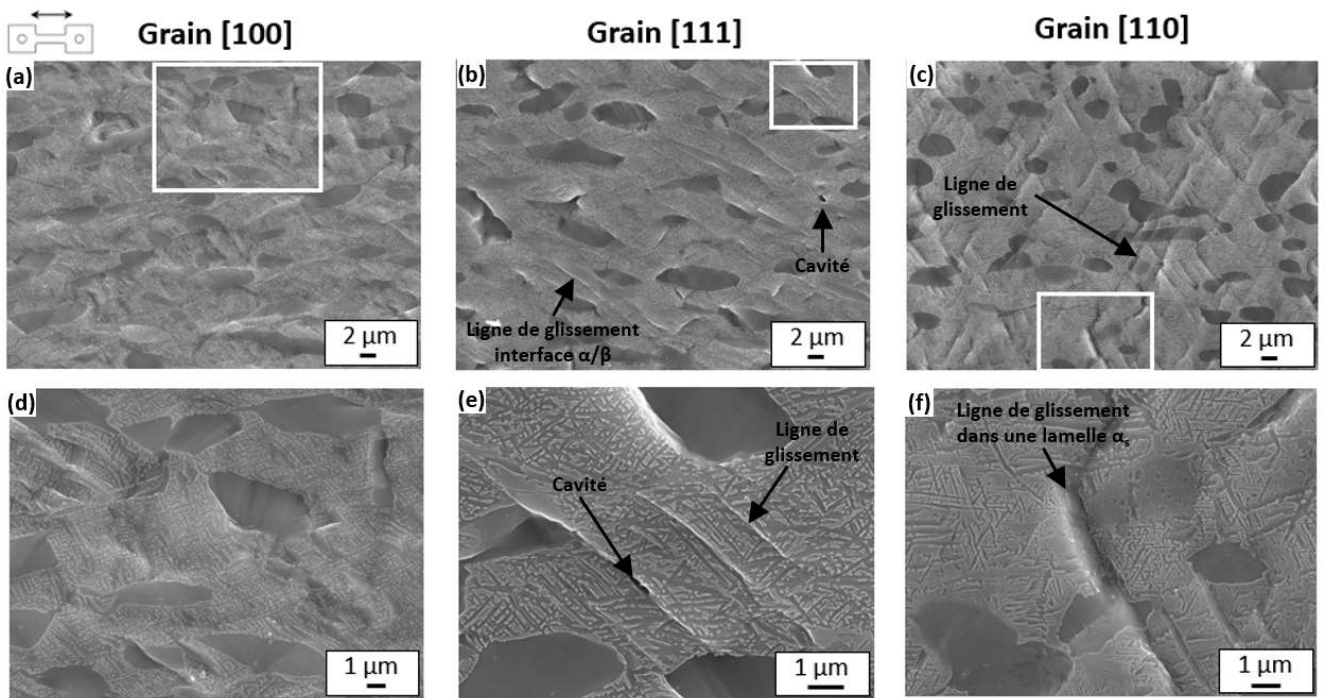
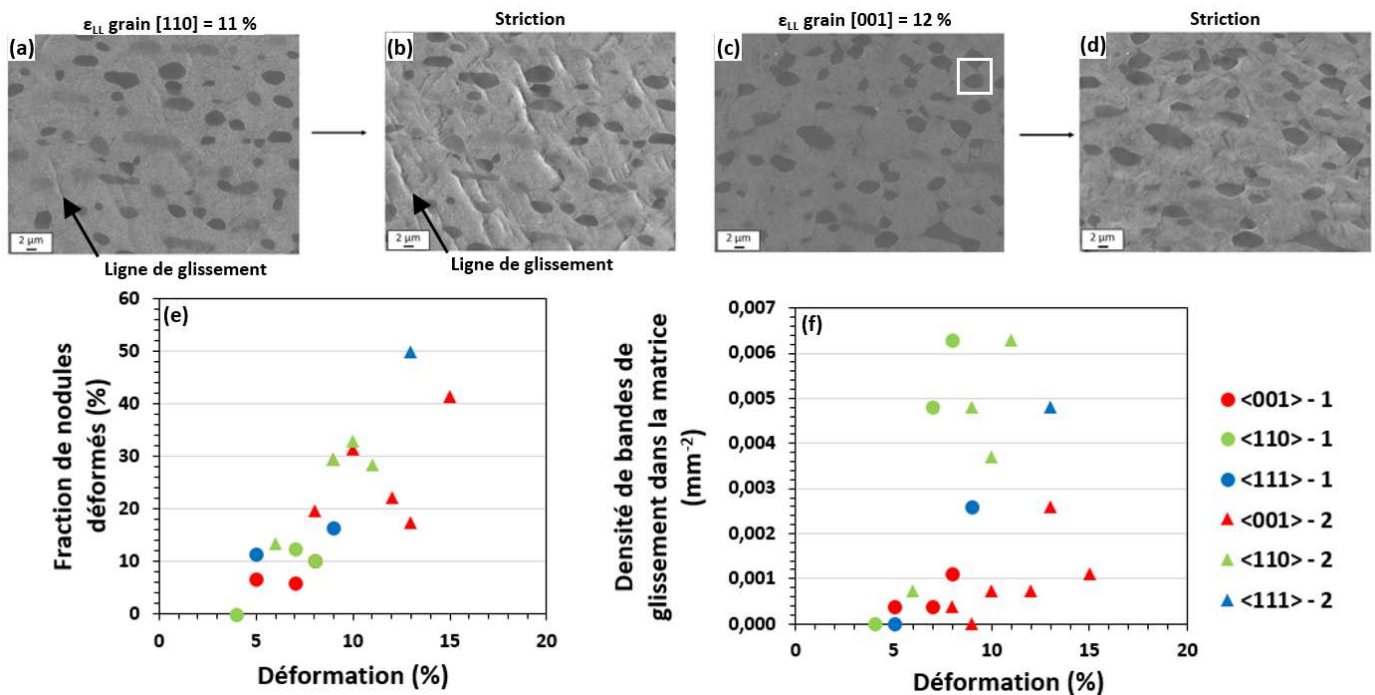


Figure 4-28 : Micrographies MEB représentatives de la déformation dans les grains β avec une direction [001] (a) et (d), [110] (b) et (e) ou [111] (c) et (f) alignée avec la direction de traction. Les micrographies ont été acquises au niveau de la zone où la section utile est réduite de la micro-éprouvette 2 de la Figure 4-26 (e) après formation de la fissure.

Les caractéristiques de déformation dans les grains β semblent ainsi dépendre de leur orientation cristallographique. Une étude quantitative est présentée sur la Figure 4-29 afin de s'assurer de la représentativité des conclusions obtenues précédemment. Pour cela, la déformation au sein des grains β avec une orientation [001], [110] ou [111] a été analysée en fonction de leur niveau de déformation locale (ϵ_{LL} grain) à partir des champs de déformation. Cette étude a été réalisée pour différents niveaux de chargement avant la striction. La fraction surfacique de nodules déformés et la densité de lignes de glissement dans la matrice β transformée ont été mesurées sur des micrographies à des grossissements similaires afin de quantifier la déformation, comme illustré avec les Figure 4-29 (a) et (c).

Pour une déformation d'environ 8 %, les grains β orientés [110] ont une densité moyenne de lignes de glissement dans la matrice β transformée d'environ $0,0055 \text{ mm}^{-2}$. Pour ceux avec une orientation [111] et [001], la densité moyenne est respectivement d'environ $0,0025 \text{ mm}^{-2}$ et $0,0007 \text{ mm}^{-2}$. Un plus grand nombre de lignes de glissement marquées est donc observé dans la matrice β transformée pour les grains orientés [110]. De plus, la densité de lignes de glissement dans la matrice β transformée des grains orientés [001] est d'environ $0,001 \text{ mm}^{-2}$ pour une déformation locale de 15 %, ce qui est relativement faible même pour des niveaux de déformation élevés. Les différences caractéristiques de la déformation au sein des grains β sont visibles dès l'apparition des premières lignes de glissement dans la matrice β transformée et ne font que s'accroître avec l'augmentation de la déformation.



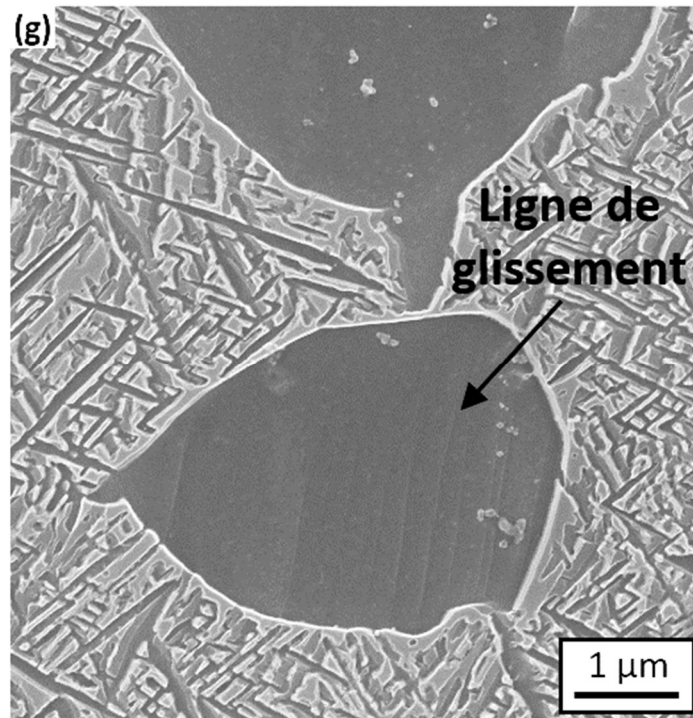


Figure 4-29 : Micrographies MEB de grains β avec une direction [110] (a) et (b) ou [001] (c) et (d) alignée avec la direction de traction. Un exemple d'un nodule présentant des lignes de glissement est encadré en blanc à la micrographie (c). Fraction surfacique de nodules présentant des lignes de glissement (e) et densité de lignes de glissement dans la matrice β transformée (f) pour des grains β avec une direction [001], [110] ou [111] alignée avec la direction de traction en fonction du niveau de déformation locale. La numérotation indique la micro-éprouvette considérée. Micrographie MEB (g) du nodule encadré en blanc à la micrographie (c). Etude réalisée sur deux micro-éprouvettes prélevées selon la direction L et observées dans le plan LT de la billette de diamètre 280 mm présentées à la Figure 4-26.

Afin de déterminer la fraction surfacique de nodules présentant une activité plastique localisée, une identification des lignes de glissement a été réalisée dans ces derniers, comme proposé sur la Figure 4-29 (g). La présence de lignes de glissement dans les nodules α_p n'est pas identifiable pour des niveaux de déformation locale inférieurs à 4%. Des lignes de glissement rectilignes et parallèles ont été observées respectivement dans onze et quatorze nodules pour des grains β orientés [110] et [001] pour un niveau de déformation locale de 10% sur la Figure 4-30.

La caractérisation des systèmes de glissement activés a révélé essentiellement l'occurrence de glissement prismatique de la phase α . De plus, le système de glissement associé présente un facteur de Schmid élevé. Raghunathan et al. (2007) ont estimé les contraintes de cisssion critique des systèmes de glissement opérant dans le Ti-1023 à l'aide des courbes contrainte-déformation simulées avec un modèle élasto-plastique auto-cohérent prenant en compte les deux phases α et β . Ils ont mis en évidence, après vieillissement, que le système de glissement prismatique possède la plus faible valeur de cisssion critique. Cela explique le fait que le glissement prismatique soit le plus fréquemment observé.

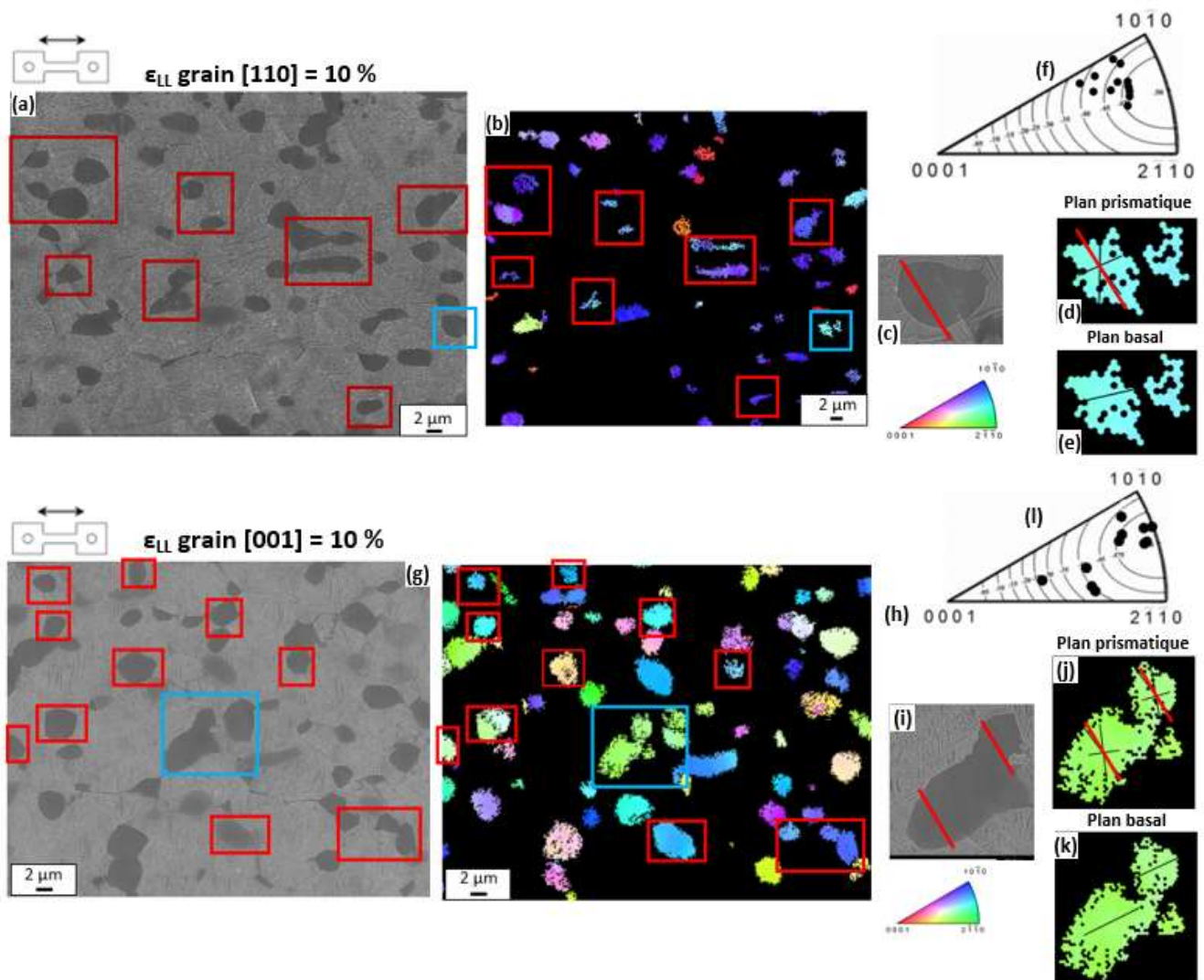


Figure 4-30 : Micrographies MEB (a) et (g) et orientations cristallographiques (b) et (h) de la phase α suivant la direction de traction pour des grains β avec une direction [110] ou [001] parallèle à la direction de sollicitation. Les nodules avec des lignes de glissement ont été identifiés par des rectangles. L'alignement des lignes de glissement dans les nodules (c) et (i) avec les traces des plans prismatique (d) et (j) et basal (e) et (k) de la phase α a également été étudié. Orientations cristallographiques des nodules avec des lignes de glissement, dans les grains β présentant une direction [001] (l) ou [110] (f) alignée avec la direction de traction, représentées sur une figure de pôle inverse. Les iso-contours du facteur de Schmid du système de glissement prismatique sont également représentés.

Pour une déformation autour de 9 %, la fraction surfacique de nodules visiblement déformés est d'environ 20 % pour les trois orientations de grains β considérées sur la Figure 4-29 (e). La fraction surfacique des nodules présentant une activité plastique localisée ne diffère donc pas en fonction de l'orientation cristallographique des grains β . De plus, la fraction surfacique de nodules déformés est respectivement d'environ 10 % et 30 % pour une déformation locale de 6 % et 11 %. Elle augmente donc avec l'augmentation de la déformation. Cela témoigne de la participation des nodules à l'accommodation de la déformation. En effet, des lignes de glissement parallèles à un plan prismatique, dont le système de glissement associé présente un facteur de Schmid relativement faible de 0,3, peuvent être observées avec l'augmentation de la déformation sur la Figure 4-31 (f). Plusieurs systèmes de glissement peuvent également être identifiés à l'intérieur des nodules avec l'augmentation de la déformation. La Figure 4-31 (b) montre l'activation du système de glissement basal avec un facteur de Schmid de 0,35.

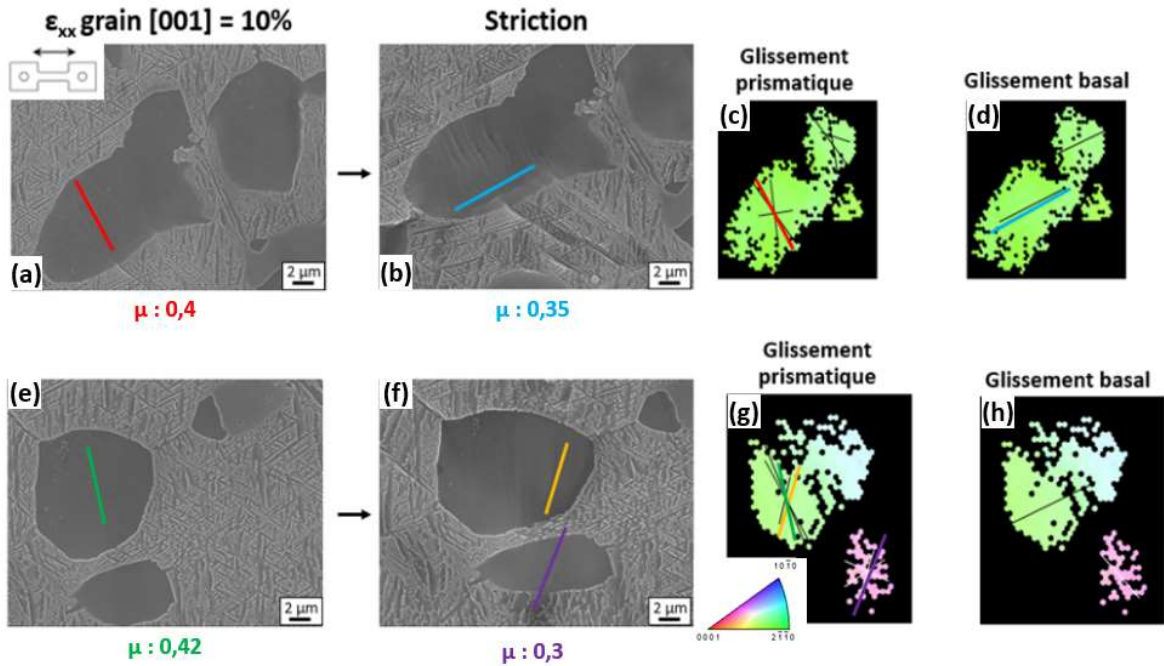


Figure 4-31 : Micrographies MEB de nodules d'un grain β avec une direction [001] alignée avec la direction de traction à 10% de déformation locale (a) et (e), ainsi qu'au niveau de la zone de striction (b) et (f). Une identification des systèmes de glissement activés est également effectuée. Orientations cristallographiques de la phase α suivant la direction de traction des nodules présentant des lignes de glissement. Les traces des plans prismatique (c) et (g) et basal (d) et (h) sont représentées, ainsi que le facteur de Schmid (μ) associé.

La transmission du glissement au travers de plusieurs nodules et lamelles est visible sur la Figure 4-32. Ces glissements peuvent atteindre des longueurs de 200 μm . L'alignement géométrique m' , entre les systèmes de glissement $\{112\}\langle 111\rangle$ de la phase β et prismatique de la phase α , a également été calculé avec l'Équation 4-1 [Luster, 1995]. Il a été défini par Luster et Morris en 1995 et permet de prendre en compte la compatibilité géométrique, c'est à dire l'alignement entre les systèmes de glissement présents de part et d'autre de l'interface entre les phases α et β .

$$m' = (d_1 \times d_2) (n_1 \times n_2) \quad \text{Équation 4-1}$$

Avec n_i la normale au plan de glissement et d_i la direction de glissement, avec $i=1$ pour le glissement entrant et $i=2$ celui sortant. m' est compris entre 0 et 1. Une valeur de 1 désigne un alignement parfait des deux systèmes de glissement. L'observation de la transmission du glissement est alors fréquente [Hémery, 2018]. Comme illustré sur la Figure 4-32, m' est relativement élevé entre les systèmes de glissement prismatique des nodules et $\{112\}\langle 111\rangle$ de la phase β , avec une valeur d'environ 0,83. De plus, les lignes de glissement présentes dans les lamelles α_s sont alignées avec la trace d'un plan $\{112\}$ de la phase β .

Hémery et al. (2017) ont mis en évidence la transmission du glissement entre les nodules, présentant les premières traces de plasticité, et la matrice β transformée dans les grains β orientés $[110]$ et $[112]$ au travers des lamelles α_s , pour un alliage β -métastable, le Ti-5553. Cependant, ils ont constaté que le système de glissement basal était activé dans le cas de la phase α et $\{110\}\langle 111\rangle$ pour la phase β . Ces constats sont similaires à ceux présentés précédemment, seuls les systèmes de glissement activés sont différents. Cela peut s'expliquer par la différence de composition chimique des deux alliages [Williams, 2002]. En effet, l'alliage Ti-5553 présente une concentration en aluminium plus élevée qui peut entraîner une modification de la valeur de cisssion critique des systèmes de glissement de la phase α comme explicité dans le chapitre bibliographique.

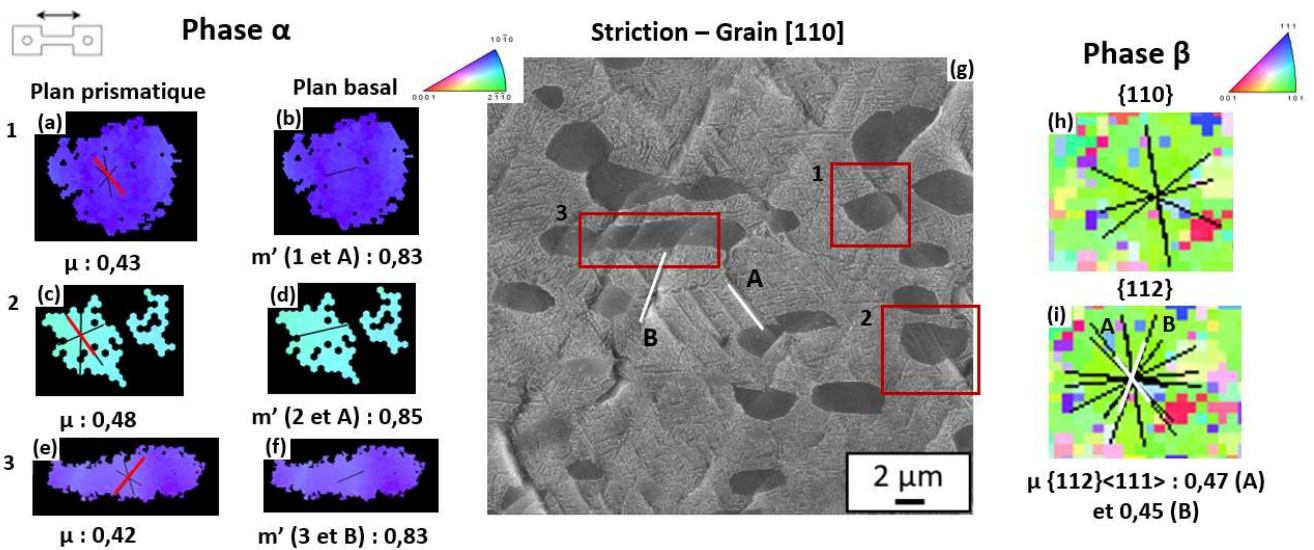


Figure 4-32 : Micrographie MEB (g) et orientations cristallographiques des phases α (a-f) et β (h) et (i) suivant la direction de traction. Les traces des plans basal et prismatique pour la phase α et celles des plans $\{110\}$ et $\{112\}$ pour la phase β sont représentées. Une étude de l'alignement des systèmes de glissement avec ces plans a été réalisée. Les facteurs de Schmid (μ) des systèmes de glissement associés, ainsi que les coefficients d'alignement (m') entre les systèmes de glissement identifiés des phases α et β sont également indiqués.

4.3.3.3. Répartition de la déformation et formation des « plots »

Les éprouvettes dont un « plot » est connecté avec la face étudiée par EBSD et CIN ont montré que les grains β impliqués dans la formation du « plot » ont une orientation $[110]$. Cela vient confirmer leur rôle dans l'endommagement. Les valeurs d'allongement à rupture en fonction du cisaillement maximum dans le grain β , où l'amorçage de fissure s'est réalisé, sont présentées sur la Figure 4-33. Le cisaillement maximum est normalisé par le cisaillement moyen mesuré sur la partie utile. Les champs de cisaillement considérés pour cette étude sont obtenus pour une déformation macroscopique d'environ 2,5%. Une pente de -5,98 % et un coefficient de corrélation relativement élevé de 0,83 sont obtenus à partir d'une régression linéaire. Plus le cisaillement est élevé et plus la valeur d'allongement à rupture est faible. Une répartition homogène de la déformation permet donc d'améliorer l'allongement à rupture des micro-éprouvettes présentant ce mécanisme de rupture.

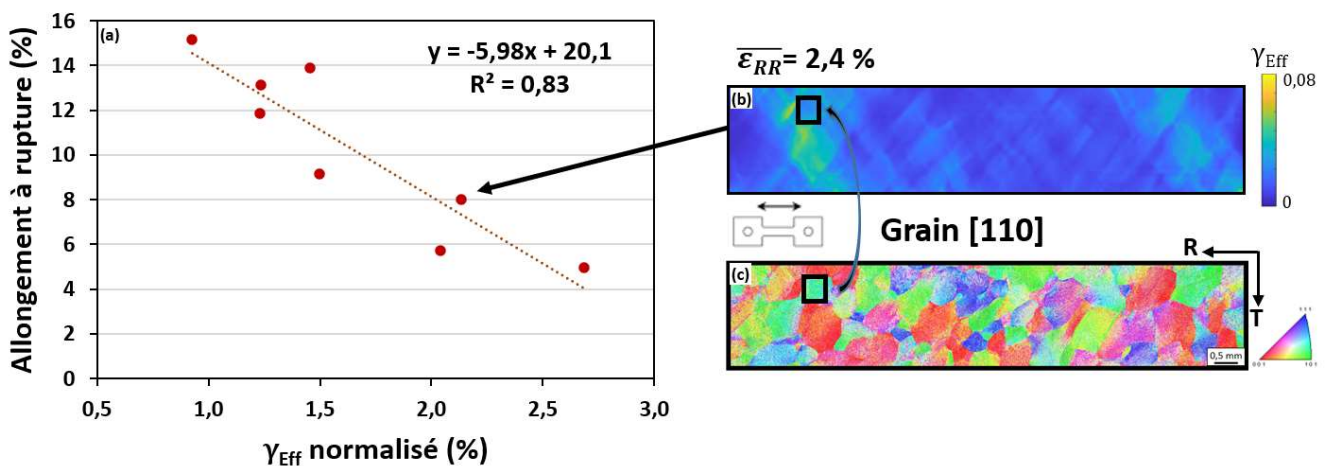


Figure 4-33 : Allongement à rupture en fonction du cisaillement effectif maximum dans le grain β responsable de la rupture. Le cisaillement maximum est normalisé par le cisaillement moyen mesuré en surface de la partie utile (a).

Champ de cisaillement (b) et orientation cristallographique de la phase β (c), suivant la direction de traction d'une micro-éprouvette dont un « plot » s'est formé au niveau de la surface analysée.

4.3.3.4. *Effet de la phase α sur la répartition de la déformation et les mécanismes d'endommagement*

L'influence des nodules dans la répartition de la déformation a été étudiée étant donné qu'ils sont les premiers à présenter des traces de plasticité [Duval, 2013]. Pour cela, un traitement thermique a été effectué afin de mettre les nodules α_p en solution dans le but d'obtenir une microstructure 100 % lamellaire. Le comportement de cette microstructure pourra ainsi être comparé à la microstructure bimodale précédemment étudiée.

A. Mise en solution des nodules α_p

Traitement thermique

Une mise en solution à une température de 860°C, supérieure à la température du transus β de 800°C, a été réalisée sur des micro-éprouvettes prélevées suivant la direction L de la billette de diamètre 280 mm. Un temps de maintien de 30 min suivi d'un refroidissement à l'air ont ensuite été appliqués. Cette étape a pour but de mettre en solution l'intégralité de la phase α . Puis, un vieillissement à 550°C, pendant 8 h avec un refroidissement à l'air a été effectué, afin de faire précipiter des lamelles α dans la phase β .

Caractérisation microstructurale

Une caractérisation microstructurale montre une absence de nodules sur la Figure 4-34. Les lamelles α ont une épaisseur moyenne de 0,12 μm qui est supérieure à celles de la billette de diamètre 280 mm pour le TTH standard avec une valeur de 0,08 μm . A l'échelle des grains β , une texture relativement peu marquée est observée sur la Figure 4-34 (c). Les grains β sont de forme équiaxe avec un diamètre moyen de 0,23 mm. Ceci traduit leur recristallisation lors de la mise en solution.

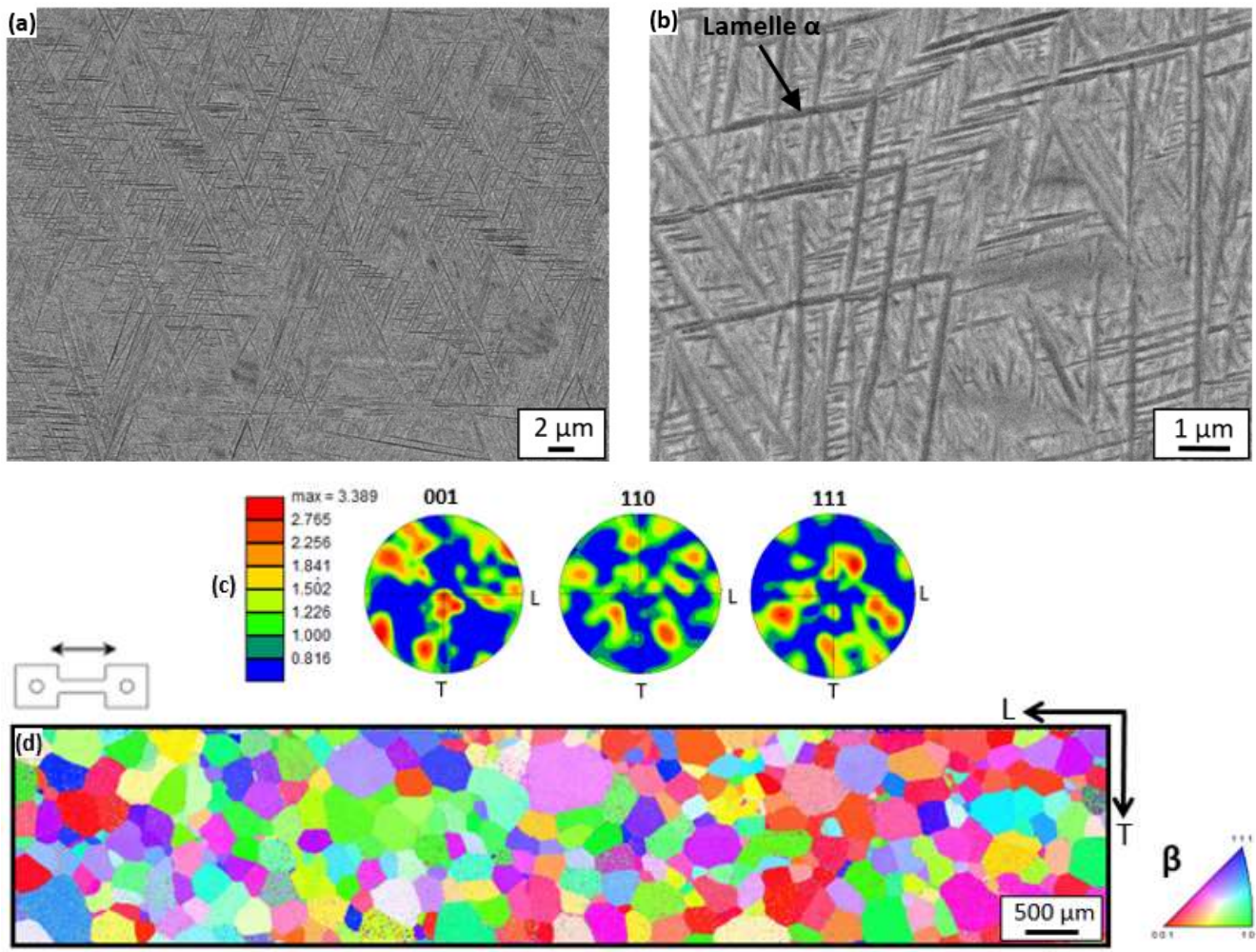


Figure 4-34 : Micrographies MEB (a) et (b) de la microstructure interne aux grains β montrant une microstructure 100 % lamellaire. Orientations cristallographiques la phase β représentées sur des figures de pôle {001}, {110} et {111} (c). Orientations cristallographiques de la phase β (d) suivant la direction de traction.

Propriétés mécaniques

Les courbes de contrainte-déformation des micro-éprouvettes avec une microstructure 100 % lamellaire et bimodale sont comparées sur la Figure 4-35. Le module d'Young pour la microstructure 100 % lamellaire est d'environ 106 GPa contre 108 GPa pour la microstructure bimodale. Les valeurs de limite d'élasticité sont respectivement de 1103 et 1097 MPa pour les microstructures 100 % lamellaire et bimodale. Elles présentent également des résistances mécaniques de 1140 et 1155 MPa. Ces propriétés mécaniques sont donc relativement similaires entre les deux microstructures étudiées.

Toutefois, les valeurs d'allongement uniformément réparti sont respectivement de 1,69 et 2,79 % pour les microstructures 100 % lamellaire et bimodale. Les valeurs d'allongement à rupture sont quant à elles de 4,64 et 15,97 %. Cette diminution est probablement liée à l'absence de nodules α_p , qui entraîne également une amélioration de la limite d'élasticité [Terlinde, 1983]. Cependant, la diminution de la taille des grains β a tendance à augmenter les valeurs d'allongement à rupture et de limite d'élasticité, comme mis en évidence dans le chapitre 3. L'épaisseur plus élevée des lamelles α permet également d'améliorer les valeurs d'allongement à rupture mais entraîne une diminution des valeurs de limite d'élasticité [Lutjering, 2007]. Il est donc primordial de prendre en compte l'ensemble de ces éléments pour comprendre les propriétés mécaniques résultantes.

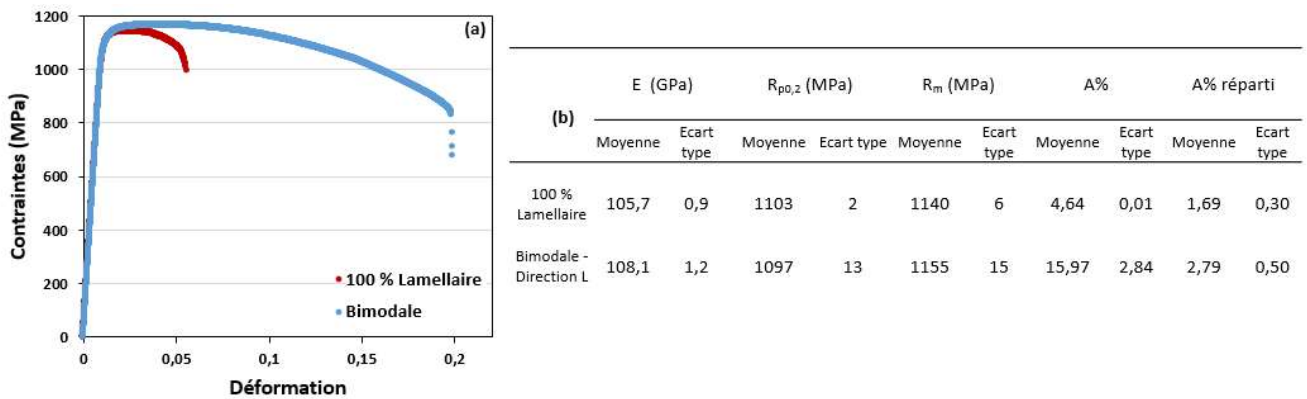


Figure 4-35 : Courbes contrainte-déformation (a) et tableau de synthèse des propriétés mécaniques (b), tels que le module d'Young, la limite d'élasticité, la résistance mécanique, l'allongement uniformément réparti et l'allongement à rupture, obtenus pour des micro-éprouvettes avec des microstructures 100 % lamellaire et bimodale. Les deux micro-éprouvettes ont été prélevées suivant la direction L de la billette de diamètre 280 mm. Les essais de traction ont été réalisés à température ambiante avec une vitesse de déformation imposée de 10^{-3} s^{-1} . Ces essais ont été répétés deux fois.

B. Répartition de la déformation en lien avec la microstructure

La répartition du cisaillement dans les grains β en fonction de leur orientation cristallographique pour deux micro-éprouvettes avec des microstructures lamellaire et bimodale est présentée sur la Figure 4-36. Comme précédemment, les domaines d'orientation [001], [110] et [111] ont été considérés. Pour la microstructure lamellaire, le cisaillement moyen des grains β orientés [001] est de 0,011 % contre 0,010 % et 0,008 % pour les grains β présentant respectivement une orientation [110] et [111]. Pour la microstructure bimodale, le cisaillement moyen est de 0,0094 %, 0,0082 % et 0,00076 % pour des grains β orientés [001], [110] ou [111]. Pour les deux micro-éprouvettes, le cisaillement est donc majoritairement localisé dans les grains β orientés [001]. La présence de nodules ne semble donc pas affecter cet aspect de la répartition de la déformation à l'échelle des grains β .

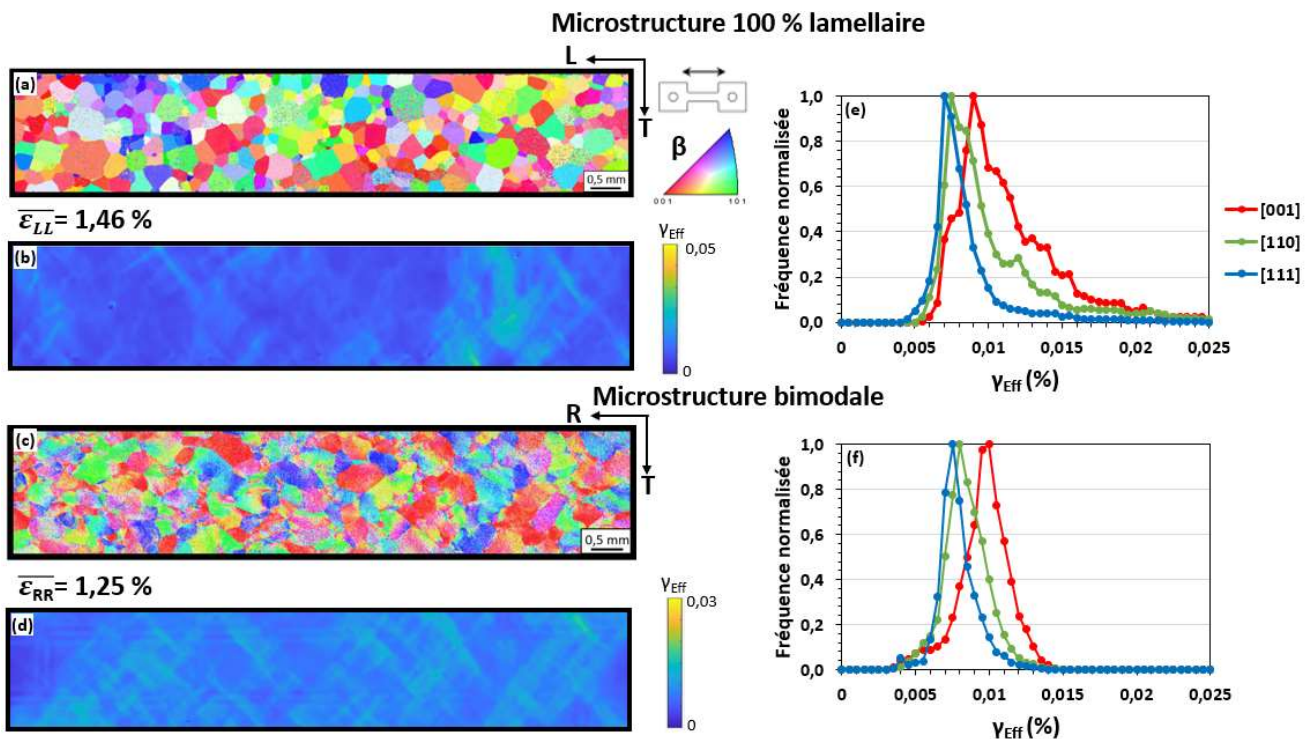


Figure 4-36 : Orientations cristallographiques de la phase β (a) et (c) suivant la direction de traction, et champs de cisaillement (b) et (d). La micro-éprouvette (c) avec une microstructure bimodale a été prélevée dans la direction R et observée dans le plan TR de la billette de diamètre 125 mm. La micro-éprouvette (a) avec une microstructure 100 % lamellaire a été prélevée suivant la direction L et observée dans le plan LT de la billette de diamètre 280 mm. Les graphiques (e) et (f) présentent la distribution en fréquence du cisaillement dans les grains β en fonction de leur orientation cristallographique pour les deux micro-éprouvettes.

La microstructure interne aux grains β avec une orientation [001] ou [110] pour une déformation macroscopique de 3% a été étudiée sur la Figure 4-37. La présence de lignes de glissement visibles au niveau des lamelles α peut être constatée dans le grain β orienté [110]. Cependant, seulement deux variants cristallographiques semblent associés à cette déformation. Ces lignes de glissement apparaissent dans la matrice β transformée pour des niveaux de déformation macroscopique plus bas que pour les micro-éprouvettes avec des microstructures bimodales, où les premières lignes de glissement ont été observées pour des niveaux de déformations locales d'environ 5 %. Les lamelles α ont des dimensions supérieures à celles de la microstructure bimodale, leur résistance est donc réduite. De plus, Hua et al. (2017) ont montré que certains variants sont amenés à accommoder la déformation à la place de la matrice β , due à leur valeur de cission critique plus faible, pour un alliage β -métastable de Ti-7333 avec

une microstructure lamellaire présentant des lamelles avec une épaisseur de $0,36 \mu\text{m}$. Les grains β orientés $[001]$, quant à eux, ne présentent pas de lignes de glissement marquées dans les lamelles α . La déformation semble donc répartie de façon plus homogène à l'intérieur des grains β avec une orientation $[001]$.

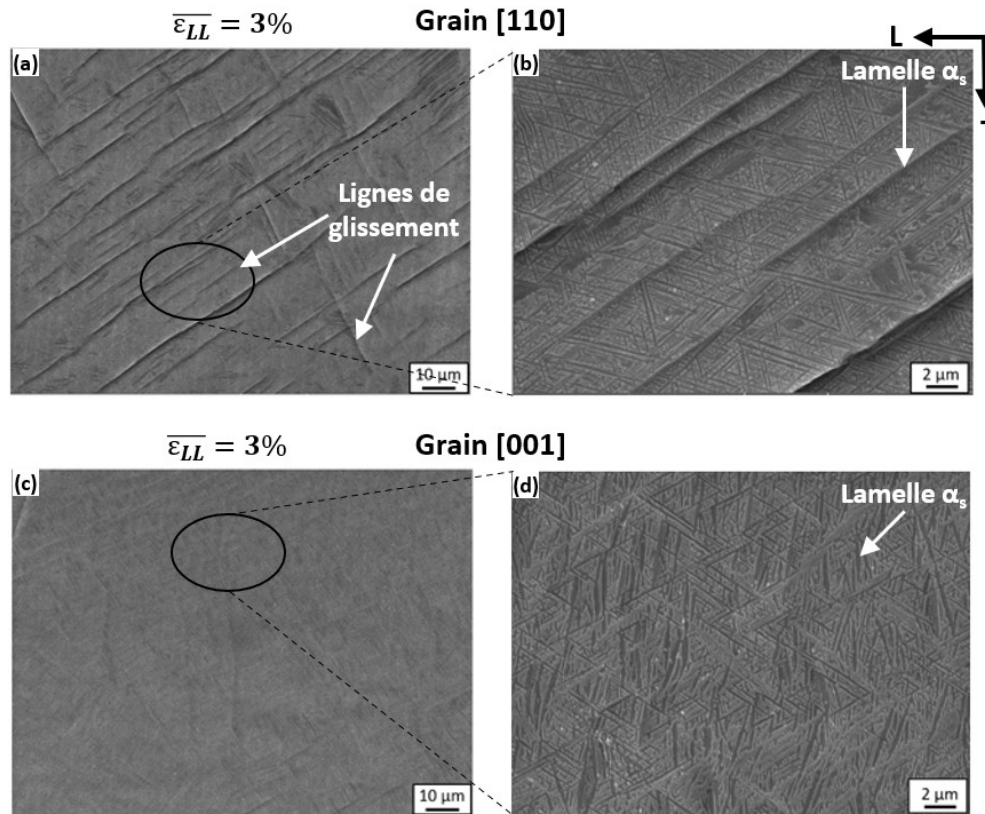


Figure 4-37 : Micrographies MEB de la microstructure interne aux grains β avec une direction $[110]$ (a) et (b) ou $[001]$ (c) et (d) alignée avec la direction de traction pour une déformation macroscopique de 3%.

D'après les observations de la partie 4.3.3.3, la localisation de la déformation dans les lamelles α des grains β orientés $[110]$ semble être un élément clé dans l'endommagement de l'alliage de Ti-1023. On va donc s'intéresser à cette caractéristique spécifique de la déformation. Des lignes de glissement à l'intérieur des lamelles α sont observées sur la Figure 4-38. La déformation est donc bien accommodée par ces dernières au moins partiellement. Ces lignes de glissement semblent parallèles avec l'axe long des lamelles α . Cela suggère un grand libre parcours moyen pour les dislocations.

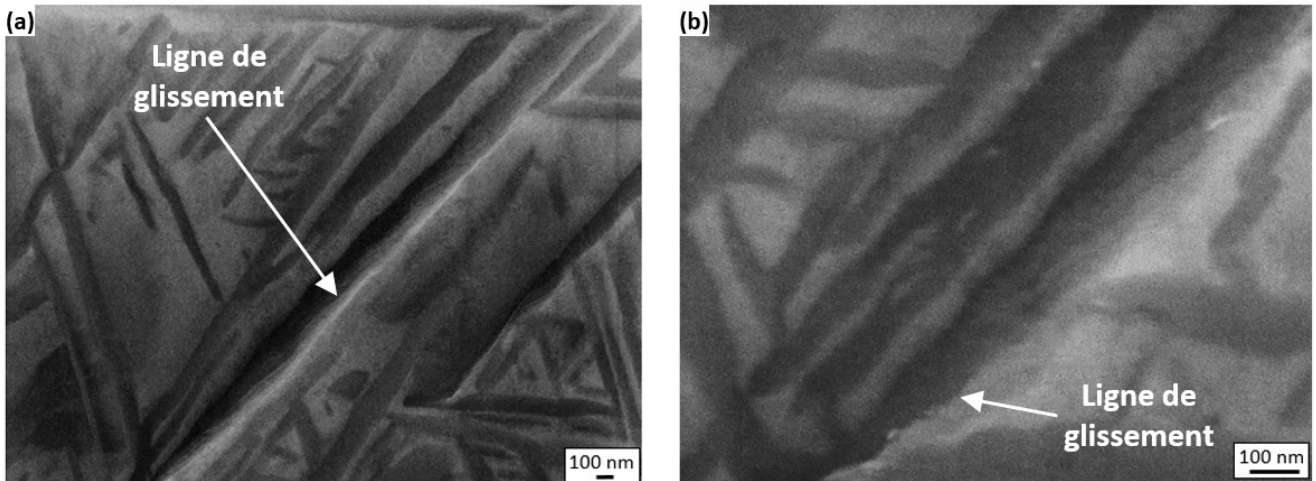


Figure 4-38 : Micrographies MEB (a) et (b) avec un grandissement élevé au niveau des lamelles α présentant une activité plastique localisée dans un grain β avec une direction $[110]$ alignée avec la direction de traction.

Les orientations cristallographiques locales des phases α et β sont présentées sur la Figure 4-39 afin de comprendre pourquoi seulement deux variants cristallographiques au sein du grain β orienté $[110]$ présentent des lignes de glissement à 3 % de déformation locale. Un plan prismatique est parallèle avec chacune des lignes de glissement dans les lamelles α_1 et α_2 . Les systèmes de glissement associés possèdent des facteurs de Schmid élevés. De plus, ces systèmes de glissement présentent tous deux des coefficients d'alignement m' relativement élevés de 0,99 avec les systèmes de glissement $\{112\}\langle 111\rangle$ de la phase β associés, qui possède également un facteur de Schmid élevé et qui correspond au plan d'habitat de l'interface entre les phases α et β [Lutjering, 2007].

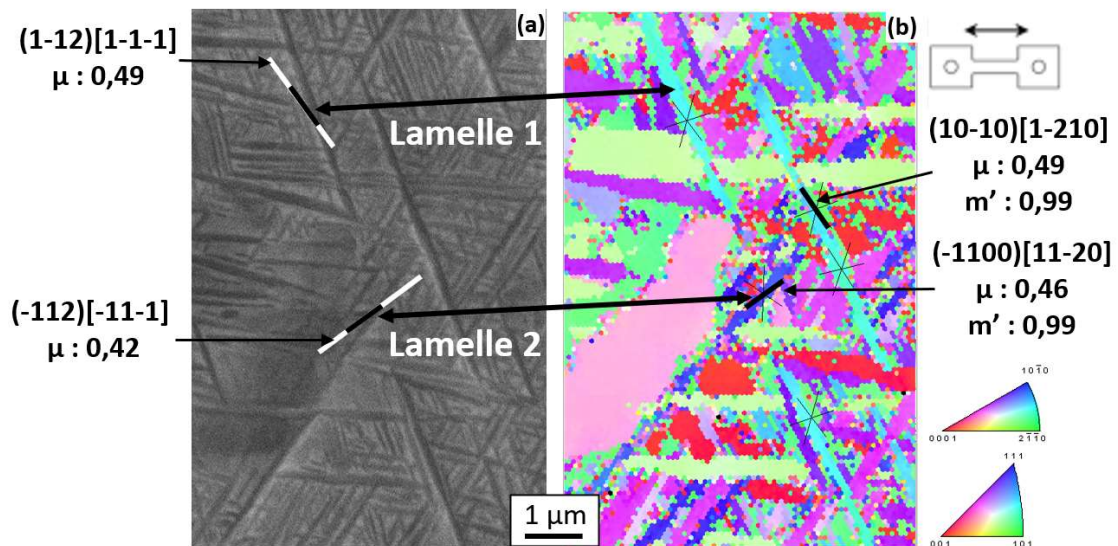


Figure 4-39 : Micrographie MEB (a) et orientations cristallographiques des phases α et β suivant la direction de traction de la microstructure interne au grain β avec une direction $[110]$ alignée avec la direction de traction. Les traces des plans prismatiques et $\{112\}_\beta$ sont également représentées. Les facteurs de Schmid (μ) des systèmes de glissement et les coefficients d'alignement (m') associés sont indiqués.

Le grain β orienté [111] ne présente pas de facteur de Schmid supérieur à 0,31 pour le système de glissement prismatique parallèle au système de glissement $\{112\}\langle 111\rangle$ de la phase β dans le Tableau 4-1. Au contraire, les grains orientés [001] et [110] présentent respectivement quatre et deux variants avec des facteurs de Schmid de 0,47 suivant cette configuration. Cela permet ainsi d'expliquer la localisation de la déformation plus marquée dans les lamelles du grain β orienté [110]. En effet, ce grain ne possède que deux variants capables d'accommoder facilement la déformation contre quatre variants pour le grain orienté [001], qui présente ainsi une déformation plus homogène. La localisation de la déformation plus élevée dans certaines lamelles α précipitées dans les grains β orienté [110] est donc un peu mieux comprise.

Tableau 4-1 : Facteur de Schmid du système de glissement prismatique de la phase α parallèle avec le système de glissement $\{112\}\langle 111\rangle$ de la phase β pour les douze variants cristallographiques des trois orientations [001], [110] et [111] de la phase β . Le facteur de Schmid maximum pour les systèmes de glissement prismatiques est également indiqué. Les facteurs de Schmid indiqués en rouge correspondent à ceux avec des valeurs supérieures à 0,4.

		Direction [001]											
Variant		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
	ϕ_1	2,36	2,36	0,79	0,79	1,57	1,57	4,71	4,71	3,14	3,14	0,00	0,00
	ϕ	1,57	1,57	1,57	1,57	0,79	0,79	0,79	0,79	0,79	0,79	0,79	0,79
	ϕ_2	2,53	3,76	5,67	0,62	5,33	4,10	0,95	2,19	2,19	4,10	0,95	5,33
	Système β	(-112)[-11-1]	(1-12)[1-1-1]	(112)[11-1]	(11-2)[111]	(-121)[-1-11]	(12-1)[-111]	(121)[1-11]	(1-21)[111]	(21-1)[1-11]	(2-11)[-1-11]	(-211)[111]	(211)[-111]
	Système α	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]
	μ	0,47	0,47	0,47	0,47	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24
	μ prismatique max	0,47	0,47	0,47	0,47	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24	0,24

		Direction [110]											
Variant		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
	ϕ_1	2,19	2,19	0,96	0,96	0,96	0,96	5,33	5,33	5,33	0,95	0,00	0,00
	ϕ	1,05	1,05	2,09	2,09	1,05	1,05	1,05	1,05	0	0	1,57	1,57
	ϕ_2	3,14	4,37	6,28	1,23	0	5,05	6,28	1,23	0	0	0,95	5,33
	Système β	(-112)[-11-1]	(1-12)[1-1-1]	(112)[11-1]	(11-2)[111]	(-121)[-1-11]	(12-1)[-111]	(121)[1-11]	(1-21)[111]	(21-1)[1-11]	(2-11)[-1-11]	(-211)[111]	(211)[-111]
	Système α	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]
	μ	0,00	0,24	0,00	0,24	0,00	0,24	0,00	0,24	0,00	0,00	0,47	0,47
	μ prismatique max	0,33	0,37	0,33	0,37	0,33	0,37	0,33	0,37	0,00	0,00	0,47	0,47

		Direction [111]											
Variant		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
	ϕ_1	3,14	3,14	1,57	1,57	1,04	1,04	5,76	5,76	5,24	5,24	0,50	0,50
	ϕ	0,61	0,61	1,57	1,57	0,62	0,62	1,57	1,57	0,62	0,62	1,57	1,57
	ϕ_2	2,52	3,76	0,34	1,58	0,62	5,67	0,34	1,57	0,61	2,52	1,57	5,95
	Système β	(-112)[-11-1]	(1-12)[1-1-1]	(112)[11-1]	(11-2)[111]	(-121)[-1-11]	(12-1)[-111]	(121)[1-11]	(1-21)[111]	(21-1)[1-11]	(2-11)[-1-11]	(-211)[111]	(211)[-111]
	Système α	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]	(10-10)[1-210]
	μ	0,16	0,16	0,31	0,01	0,16	0,16	0,31	0,00	0,16	0,16	0,00	0,31
	μ prismatique max	0,16	0,16	0,49	0,44	0,16	0,16	0,49	0,44	0,16	0,16	0,44	0,49

4.3.3.5. Synthèse

Les grains β avec une orientation [110] ont été identifiés comme responsables de la rupture des micro-éprouvettes, avec la formation de « plots », lorsque la déformation est localisée dans ces derniers. Une répartition homogène de la déformation permet d'améliorer l'allongement à rupture des micro-éprouvettes présentant ce mécanisme de rupture. Les « plots » résultent de l'amorçage d'une fissure, le long de lignes de glissement marquées qui se propagent au travers de plusieurs éléments microstructuraux. L'activation du système de glissement prismatique dans les nodules et les lamelles a été mis en évidence. Il est parallèle au système de glissement $\{112\}\langle 111\rangle$ de la phase β . Les nodules α_p semblent mieux accommoder la déformation que la matrice β transformée. En effet, seulement deux variants accommodent la déformation dans la matrice β transformée d'un grain orienté [110]. Cela peut s'expliquer par le fait que les lamelles α présentent un axe long parallèle au plan de glissement activé, qui présente donc le plus grand libre parcours moyen des dislocations. Leur propagation en est alors facilitée. De plus, le glissement des dislocations se réalise à l'intérieur des lamelles α selon le système de glissement prismatique qui présente un facteur de Schmid élevé et qui est parallèle au système de glissement $\{112\}\langle 111\rangle$ de la phase β qui présente également un facteur de Schmid élevé.

4.3.4. Endommagement en l'absence de grains β orientés [110]

On peut se demander quel serait le mécanisme d'endommagement en l'absence de grains β orientés [110], où se localise la déformation. Afin de répondre à cette problématique, des micro-éprouvettes ont été prélevées de façon à obtenir des grains β allongés perpendiculairement à la direction de traction, comme le montre la Figure 4-40 (b). De plus, la micro-éprouvette a subi une réduction d'épaisseur plus prononcée afin de diminuer le nombre de grains β . Le champ de cisaillement et la surface de la partie utile de la micro-éprouvette après rupture montrent bien l'absence de grains β orientés [110] dans la zone associée à la rupture de l'éprouvette.

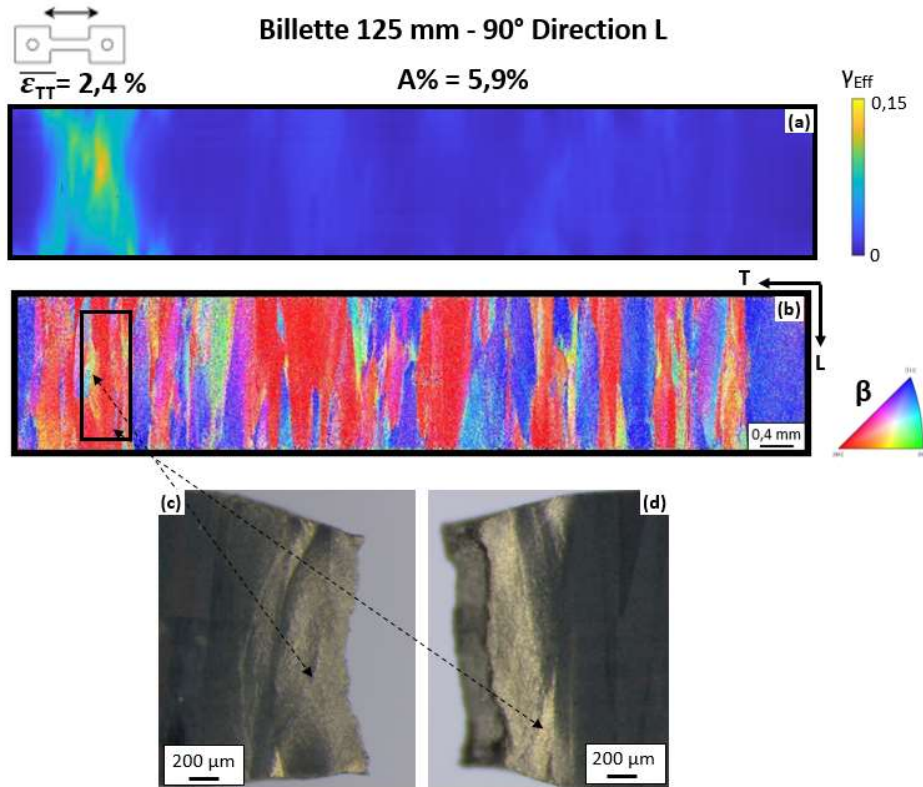


Figure 4-40 : Champ de cisaillement (a) et orientations cristallographiques de la phase β (b) suivant la direction de traction pour une micro-éprouvette prélevée à 90° de la direction L de la billette de diamètre 125 mm. Micrographies optiques (c) et (d) de la partie utile de la micro-éprouvette après rupture.

Une étude du faciès de rupture et de la partie utile de cette micro-éprouvette a été réalisée sur la Figure 4-41. Le plan moyen de la rupture est orienté à 90° de la direction de traction. La topographie de surface est similaire à celle d'un « plot », avec une absence locale de cupules. De plus, un allongement des nodules le long de la direction de sollicitation est observé avec un nombre élevé de lignes de glissements. Cela témoigne d'un niveau de déformation élevé. L'absence de lignes de glissement marquées dans la matrice β transformée est également constatée. Des cavités à une distance supérieure à $110 \mu\text{m}$ de la surface de rupture sont également observées. Elles sont majoritairement localisées dans les nodules α_p ou à l'interface entre les nodules α_p et la matrice β . Ces observations semblent donc en opposition avec les caractéristiques associées à l'endommagement dans un grain β orienté [110].

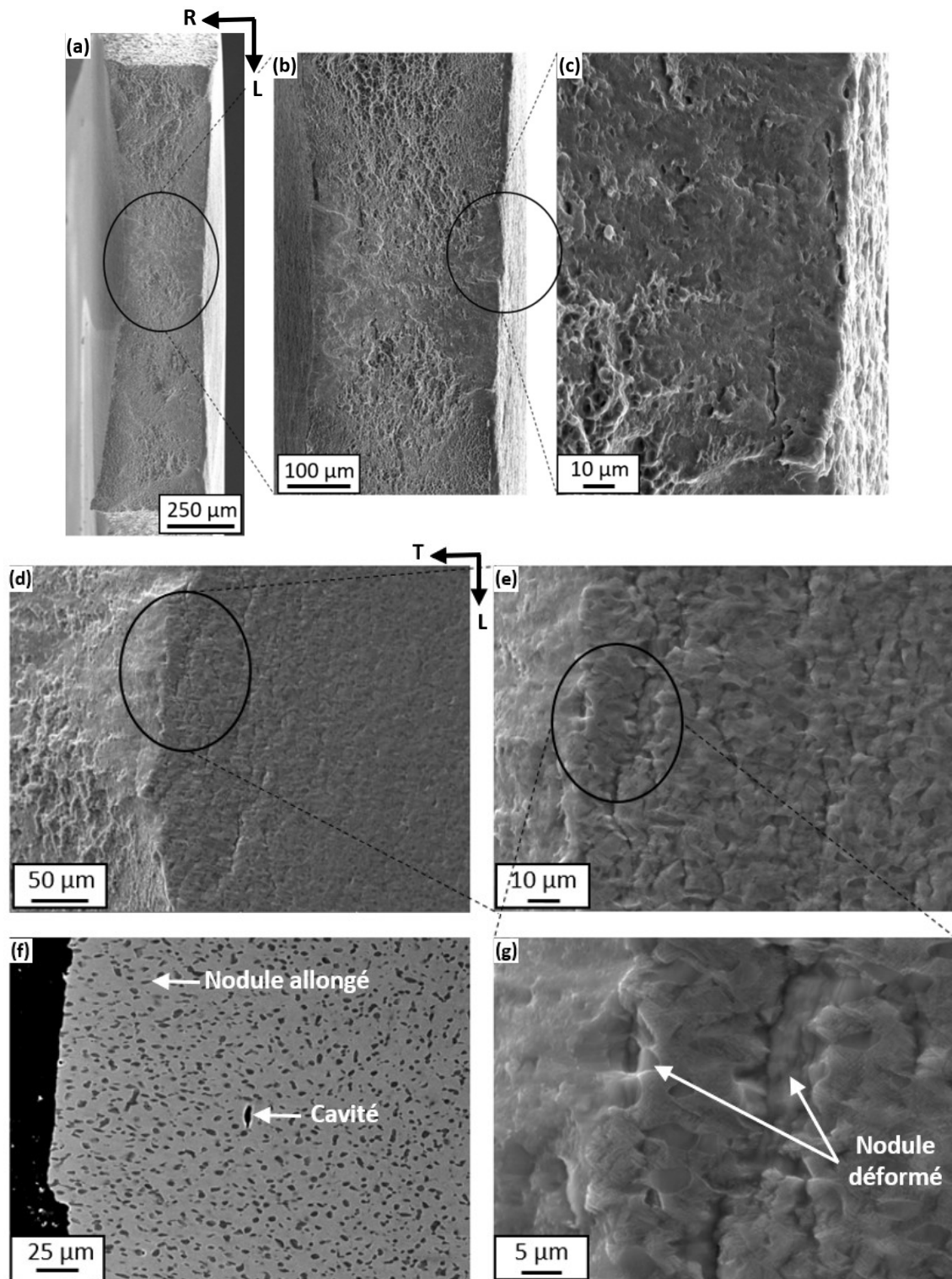


Figure 4-41 : Micrographies MEB du faciès de rupture de la micro-épreuve prélevée à 90° de la direction L de la billette de diamètre 125 mm, à différents grossissements (a-c). Micrographies MEB de la partie utile de la micro-épreuve après rupture à différents grossissements (d-g).

Deux micro-éprouvettes avec des grains β prélevés à 90° de la direction de traction ont montré un endommagement dans un grain β avec une orientation proche de la direction [001] parallèle à la direction de traction. Ces deux grains sont représentés par les points jaune et bleu sur la Figure 4-42. L'allongement à rupture a été étudié en fonction du cisaillement maximum à l'intérieur de ces grains β et comparé aux données obtenues pour ceux orientés [110], précédemment présentées sur la Figure 4-33. Le cisaillement maximum est normalisé par le cisaillement moyen mesuré en surface de la partie utile. Pour des valeurs d'allongement à rupture autour de 7 %, les grains β orientés [001] présentent un cisaillement maximum supérieur à 5 %, alors que ceux orientés [110] possèdent des valeurs inférieures à 3 %. Les grains β proches d'une orientation [001] présentent donc une déformation plastique précoce mais sont également plus résistants à l'endommagement.

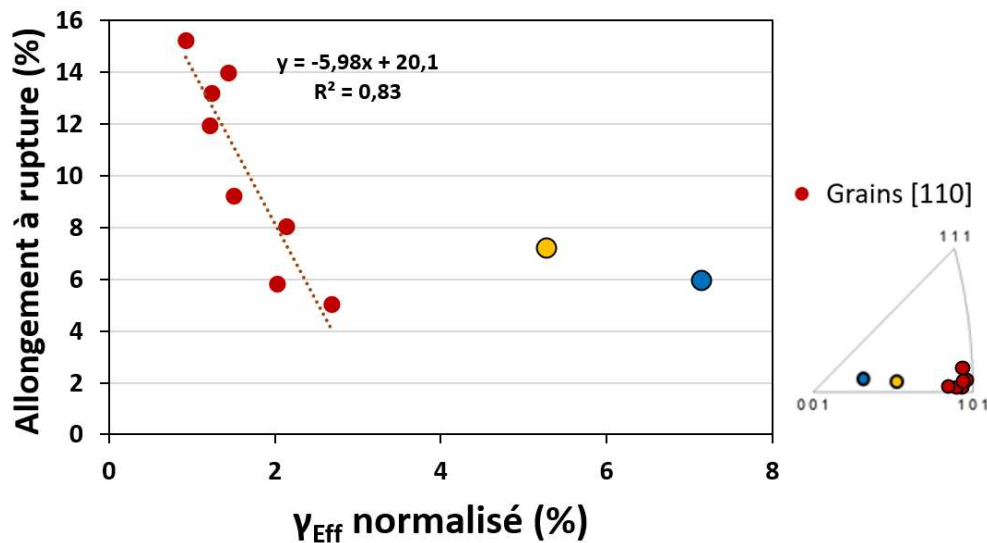


Figure 4-42 : Valeurs d'allongement à rupture en fonction du cisaillement maximum normalisé dans les grains β responsables de la rupture (a). La déformation appliquée est d'environ 2,5 % pour l'ensemble des micro-éprouvettes. Le cisaillement est normalisé par le cisaillement moyen mesuré en surface de la partie utile. Les deux grains β possédant des orientations cristallographiques différentes de l'orientation [110] sont identifiés par les points jaune et bleu. Les orientations cristallographiques des grains β responsables de la rupture sont représentées sur une figure de pôle inverse.

Synthèse

En l'absence de grains β orientés [110] dans la zone de striction, la rupture se réalise dans les grains avec une orientation [001], probablement provoquée par la coalescence de cavités. En particulier, les grains orientés [001] ne présentent pas de lignes de glissement très marquées dans la matrice β transformée. La déformation est principalement localisée dans les nodules qui possèdent des lignes de glissement intenses. Les nodules semblent donc accommoder une part importante de la déformation contrairement à ceux des grains β avec une orientation [110], ce qui permet d'augmenter la résistance à l'endommagement.

4.4. Synthèse générale

Les mécanismes de déformation et d'endommagement pour un alliage de Ti-1023 sollicité en traction à température ambiante ont été étudiés dans ce chapitre. La prise en compte des orientations cristallographique et morphologique des grains β est essentielle pour comprendre l'anisotropie marquée de l'allongement à rupture.

La déformation plastique est majoritairement localisée dans les grains β orientés [001] pour des microstructures bimodales et lamellaires. Cela semble lié à l'anisotropie élastique de la phase β . Lorsque les grains β sont prélevés à 45° de la direction de sollicitation, une localisation importante de la déformation au niveau de certains joints de grain peut être constatée. Des grains β avec une orientation associée à une résistance élevée à la déformation plastique favorisent une déformation intense et localisée le long du joint de grain. Cela entraîne une rupture précoce par cisaillement avec un faciès de rupture caractéristique comprenant une « facette ». Ces « facettes » présentent un caractère planaire qui permet la déformation et l'endommagement le long du joint de grain. Les micro-éprouvettes prélevées avec des grains β à 45° de la direction de traction ont ainsi les valeurs d'allongement à rupture les plus faibles. Les nodules au joint de grain peuvent constituer un obstacle à la localisation de la déformation plastique et à la propagation de l'endommagement, s'ils présentent des orientations défavorables au glissement prismatique.

Pour des configurations où la localisation de la déformation est intra-granulaire, les grains β avec une orientation [110] ont montré une résistance à l'endommagement réduite par rapport à ceux orientés [001]. Pour les grains orientés [110], la déformation semble localisée notamment dans certaines lamelles α_s qui présentent un facteur de Schmid élevé pour le système de glissement prismatique parallèle avec le système de glissement $\{112\}\langle 111 \rangle$ de la phase β . La transmission du glissement est alors facilitée avec des lignes de glissement pouvant atteindre plusieurs centaines de micromètres qui traversent ainsi plusieurs nodules et lamelles. L'amorçage et la propagation de l'endommagement se réalisent donc le long de ces lignes de glissement. Toutefois, il a été observé que les nodules semblent constituer un obstacle à la propagation des fissures, tout comme les joints de grains β . Cela vient confirmer la tendance issue de la régression multilinéaire qui a montré une amélioration de l'allongement à rupture avec la réduction des dimensions des grains β .

Pour des grains β avec une orientation [001], la rupture de l'éprouvette se réalise pour des niveaux de déformation entraînant une réduction marquée de la section utile de la micro-éprouvette. La matrice β transformée ne s'endommage pas suivant le même mécanisme que pour les grains β avec une orientation [110]. Les nodules semblent accommoder fortement la déformation qui est moins localisée dans les lamelles α_s . En effet, un nombre plus élevé de variants peut participer à la déformation dans les grains β avec une orientation [001] que ceux orientés [110].

La Figure 4-43 permet de résumer l'ensemble de ces conclusions. Les différents mécanismes d'endommagement sont représentés par différents symboles. La présence de « plots » sur la plupart des faciès de rupture des micro-éprouvettes a pu être constatée. On en déduit que c'est le mécanisme d'endommagement prédominant pour une sollicitation en traction à température ambiante du Ti-1023. Suivant le mécanisme impliqué, l'allongement à rupture varie fortement. En particulier, les « facettes » conduisent à des valeurs d'allongement à rupture relativement faibles. De plus, l'allongement à rupture dépend également de la localisation spatiale de la déformation qui gouverne le mécanisme d'endommagement activé. Il existe alors une compétition entre les mécanismes d'endommagement. Pour un mécanisme donné, plus la localisation de la déformation est intense et plus l'allongement à rupture est faible. Il est donc nécessaire d'avoir une répartition homogène de la déformation. Pour cela, il est essentiel d'avoir des grains orientés [001], de petites dimensions et répartis de façon homogène.

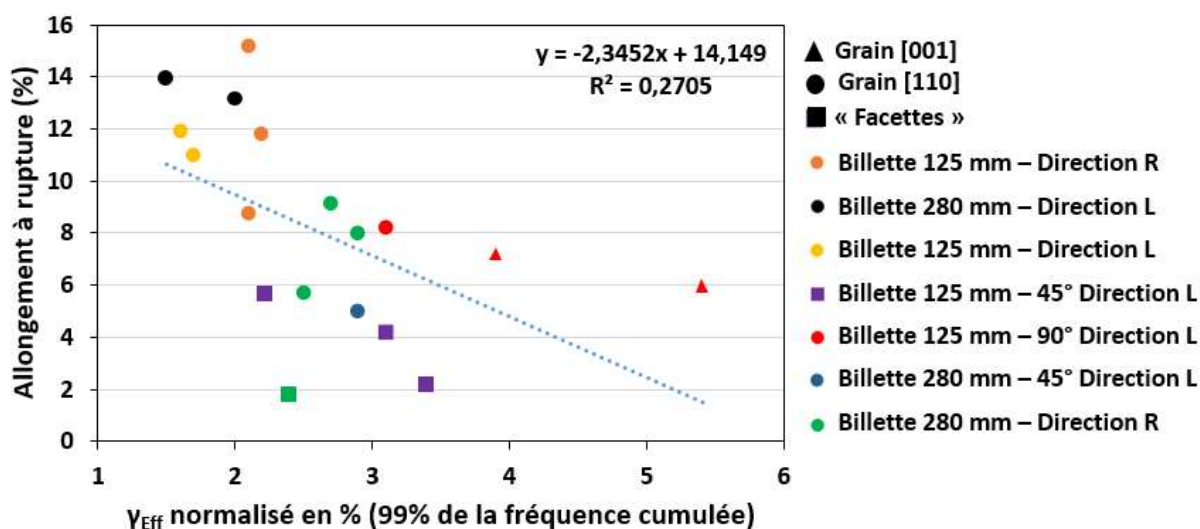


Figure 4-43 : Valeurs d'allongement à rupture en fonction du cisaillement normalisé pour une fréquence cumulée de 99 % pour chacune des micro-éprouvettes sollicitées suivant différentes directions et billettes de prélèvement. Les différents mécanismes d'endommagement sont identifiés à l'aide de symboles.

4.5. Conclusion

Les travaux présentés dans ce chapitre ont permis de mieux comprendre l'influence de la microstructure à différentes échelles sur l'anisotropie des propriétés mécaniques, mise en évidence dans le chapitre 3. En effet, l'orientation [001] des grains β présente une meilleure résistance à l'endommagement que les autres orientations. De plus, des grains β avec des orientations associées à une résistance élevée à la déformation plastique, tels que des grains orientés [111], favorisent une déformation intense et localisée le long du joint de grain pour des grains β prélevés à 45° de la direction de traction. Cette localisation intense de la déformation est associée à un abattement des valeurs d'allongement à rupture. Une réduction des dimensions des grains β améliore également les valeurs d'allongement à rupture en lien avec une répartition plus homogène de la déformation.

Chapitre 5.

Relation entre les dimensions des éprouvettes et le comportement mécanique

5.1. Introduction

Lors du chapitre 3, il a été observé une augmentation de la limite d'élasticité et de la résistance mécanique, ainsi qu'une réduction de la dispersion avec l'augmentation des dimensions des éprouvettes. Deux régimes de comportement ont également été constatés pour l'allongement à rupture. De plus, une amélioration de l'allongement à rupture a été observée avec la réduction de la taille de grains β en comparant les éprouvettes de la billette de diamètre 280 et 125 mm. La miniaturisation des éprouvettes réalisée dans le chapitre 4 a montré un allongement à rupture plus faible des micro-éprouvettes par rapport aux éprouvettes conventionnelles, à taille de grains constante. En effet, l'allongement à rupture maximum pour les micro-éprouvettes est de 15,2 % contre 23,6 % pour les éprouvettes conventionnelles. L'objectif de ce chapitre est donc de comprendre l'influence du volume sollicité sur les propriétés mécaniques au travers des mécanismes de déformation et d'endommagement.

5.2. Comparaison des mécanismes d'endommagement entre les micro-éprouvettes et les éprouvettes conventionnelles

Dans un premier temps, une comparaison des propriétés mécaniques macroscopiques entre les micro-éprouvettes et les éprouvettes conventionnelles a été réalisée. Les faciès de rupture des éprouvettes conventionnelles ont ensuite été analysés afin d'identifier les mécanismes d'endommagement et de les comparer à ceux observés dans le chapitre 4. Pour ce faire, des coupes longitudinales des faciès de rupture ont été effectuées au niveau de zones particulières. Des essais de traction interrompus, associés à des analyses tomographiques ex-situ ont également été réalisés.

5.2.1. Comparaison des propriétés mécaniques entre les micro-éprouvettes et les éprouvettes conventionnelles

Les propriétés mécaniques des micro-éprouvettes et des éprouvettes conventionnelles sollicitées suivant les directions R et L des deux billettes sont présentées sur la Figure 5-1. Les essais de traction ont été réalisés dans des conditions similaires, décrites dans le chapitre 2. Pour les éprouvettes conventionnelles, huit éprouvettes ont été testées par direction contre seulement deux pour les micro-éprouvettes.

La limite d'élasticité et la résistance mécanique ne présentent pas de tendances claires avec majoritairement une diminution des valeurs de limite d'élasticité et une augmentation de celles de résistance mécanique avec l'augmentation des dimensions des éprouvettes. Les micro-éprouvettes présentent des allongements uniformément répartis entre 1,5 % et 3,0 %, alors que les éprouvettes conventionnelles ont des valeurs comprises entre 2,0 % et 3,6 %. Une légère augmentation de l'allongement uniformément réparti est donc observée avec l'augmentation des dimensions des éprouvettes. L'allongement à rupture maximal des micro-éprouvettes est inférieur à 10 %, alors qu'il est compris entre 8 % et 21 % pour les éprouvettes conventionnelles. Les micro-éprouvettes présentent donc des valeurs significativement plus faibles que celles des éprouvettes conventionnelles. De plus, on peut remarquer que l'allongement à rupture des micro-éprouvettes est légèrement inférieur à celui des micro-éprouvettes du chapitre 4, qui présentaient des valeurs supérieures à 10 % suivant la direction L. Cela pourrait être lié aux conditions des essais qui sont différentes. En effet, les essais réalisés dans le chapitre 4 ont été interrompus.

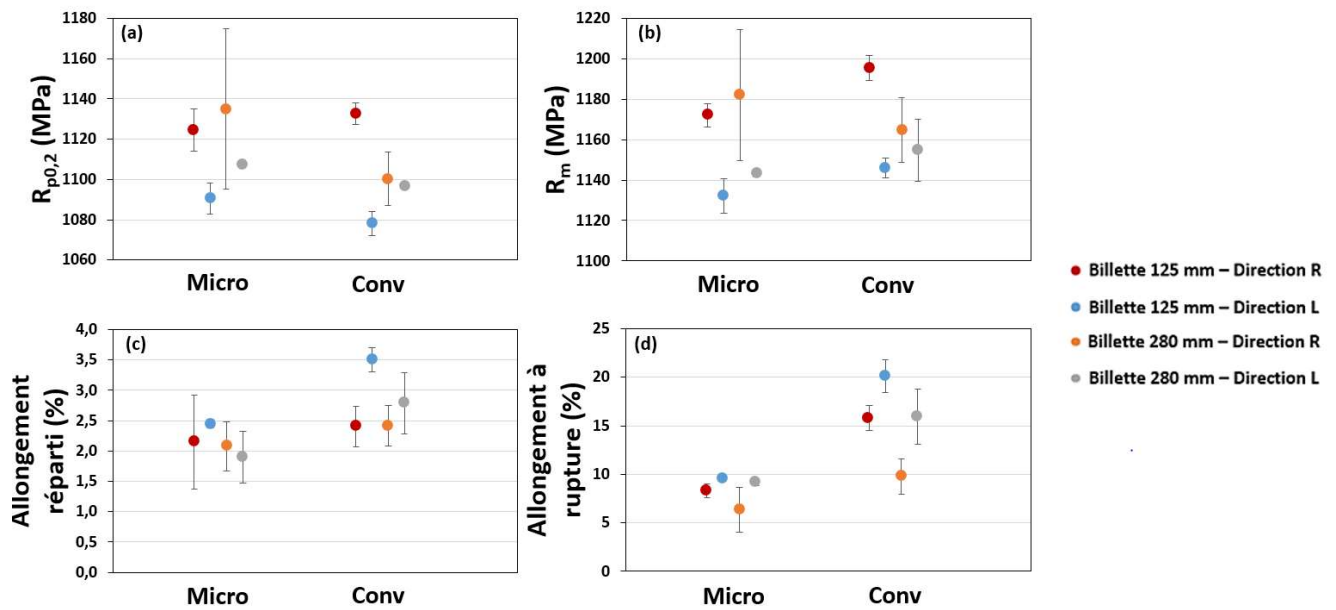


Figure 5-1 : Limite d'élasticité (a), résistance mécanique (b), allongement uniformément réparti (c) et allongement à rupture (d) obtenus lors d'essais de traction sur micro-éprouvettes (Micro) et éprouvettes conventionnelles (Conv) pour les directions R et L des deux billettes.

5.2.2. Etude des faciès de rupture

Deux faciès de rupture typiques des éprouvettes conventionnelles, obtenus pour différentes directions de prélèvement, sont présentés sur la Figure 5-2. Ils ont été reconstruits en 3D à l'aide d'un microscope optique. La méthode est détaillée au chapitre 2. Le faciès de l'éprouvette prélevée suivant la direction L est typique d'une rupture ductile. La striction de l'éprouvette témoigne d'une déformation élevée [Chen, 2021] [Clément, 2012]. Le faciès de l'éprouvette prélevée à 60° de la direction L correspond à une rupture planaire inclinée à 45° de la direction de traction et suggère une contribution importante du cisaillement dans le processus de rupture. Ces deux faciès de rupture témoignent d'une répartition de la déformation très différente lors de la sollicitation des éprouvettes. De plus, il est intéressant de noter que les niveaux d'allongements à rupture sont significativement différents. L'éprouvette avec un faciès typique d'une rupture ductile a un allongement à rupture de 16 % contre 5,6 % pour l'éprouvette présentant une rupture planaire. La géométrie du faciès de rupture semble donc être corrélée à la valeur d'allongement à rupture de l'éprouvette.

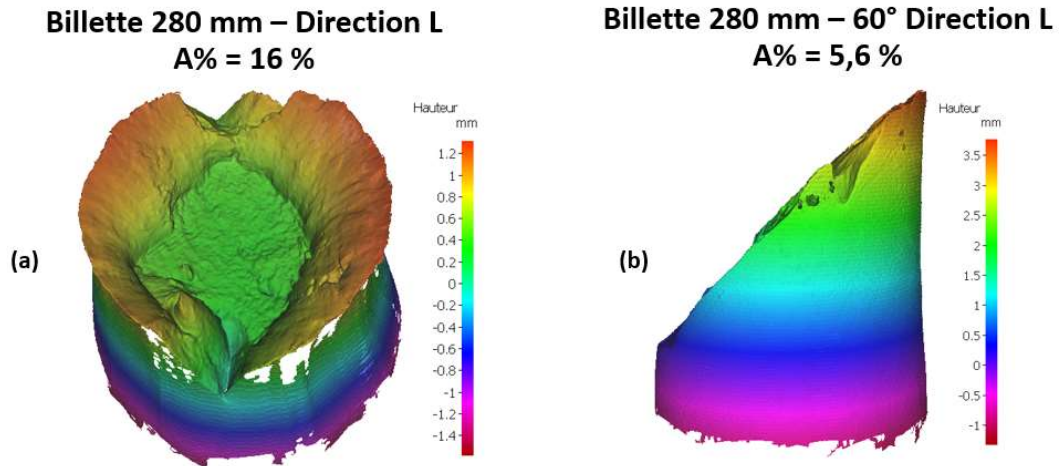


Figure 5-2 : Reconstruction 3D à l'aide d'un microscope optique de deux faciès de rupture d'éprouvettes conventionnelles avec des géométries différentes. L'éprouvette (a) a été prélevée dans la direction L de la billette de diamètre 280 mm. L'éprouvette (b) a été prélevée à 60° de la direction L dans le plan LT de la billette de diamètre 280 mm.

Des indicateurs ont été définis afin de décrire la géométrie du faciès de rupture, tels que la hauteur et la fraction surfacique maximale pour un intervalle de 0,2 mm, fixé arbitrairement. La méthode de mesure de ces deux indicateurs est décrite sur la Figure 5-3. La hauteur du faciès correspond à l'écart entre les hauteurs maximale et minimale mesurées. Les faciès de rupture des éprouvettes prélevées suivant la direction L et à 60° de la direction L ont des hauteurs respectives de 1,4 et 4,4 mm. La fraction surfacique maximale est obtenue en calculant la distribution des pixels en fonction de la position suivant la direction verticale Z sur toute la hauteur de l'éprouvette. Le faciès de rupture de l'éprouvette prélevée suivant la direction L a une fraction surfacique maximale de 6,6 % à une hauteur de 0,4 mm, correspondant à la zone matérialisée en jaune sur la Figure 5-3 (a). Celui de l'éprouvette prélevée à 60° de la direction L a une valeur seulement de 1,2 % à une hauteur de 2 mm. A partir de ces exemples, il semblerait donc qu'une rupture planaire correspond à une hauteur élevée du faciès de rupture ainsi qu'une fraction surfacique maximale basse. Pour la rupture ductile, ces caractéristiques sont inversées.

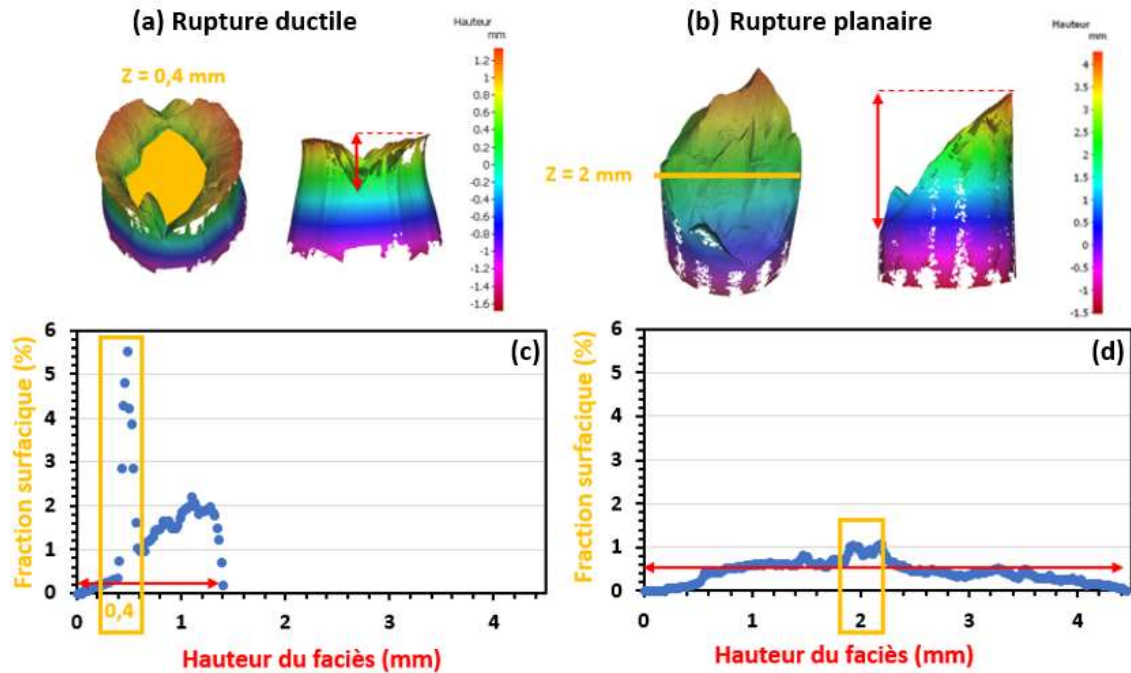


Figure 5-3 : Faciès de rupture caractéristiques d’une rupture ductile (a) et d’une rupture planaire (b) obtenus par reconstruction en 3D des éprouvettes à l’aide d’un microscope optique. Fraction surfacique maximale en fonction de la hauteur du faciès de rupture pour des faciès caractéristiques des ruptures ductile (c) et planaire (d).

Une corrélation entre l’allongement à rupture et la hauteur du faciès de rupture est mise en évidence sur la Figure 5-4 (a). Une régression linéaire permet de décrire assez efficacement les tendances avec un coefficient de corrélation d’environ 0,75, relativement élevé. Une hauteur élevée du faciès de rupture est caractéristique d’une rupture planaire. Ce type de rupture, telle que présentée en Figure 5-2 (b), semble corrélé aux allongements à rupture faibles. Les éprouvettes prélevées à 45° suivant la direction L présentent toutes des valeurs d’allongement à rupture faibles sur la Figure 3-14 (e). Une orientation morphologique des grains β à 45° de la direction de traction semble donc favoriser une rupture planaire. Aucune tendance n’est observée pour des valeurs inférieures à 14% sur la Figure 5-4 (b). Les faciès de rupture associés possèdent de faibles fractions surfaciques maximales avec des valeurs inférieures à 6% et le plus souvent inférieures à 2%. Cela est lié à l’absence de zone plane normale à la direction de sollicitation. Pour des allongements à rupture supérieurs à 14%, les fractions surfaciques maximales sont significativement plus élevées avec des valeurs pouvant atteindre jusqu’à 14%. Un changement dans la morphologie des faciès de rupture est donc constaté. Il témoigne probablement d’une différence dans les mécanismes d’endommagement mis en jeu. Ce point sera détaillé dans la suite de ce chapitre.

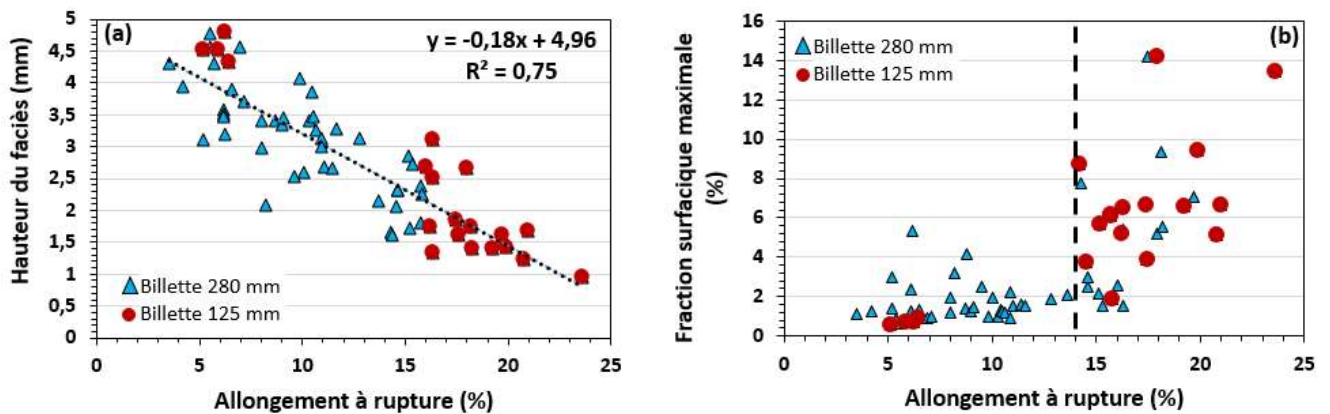


Figure 5-4 : Hauteur (a) et fraction surfacique maximale (b) des faciès de rupture en fonction de l'allongement à rupture pour l'ensemble des éprouvettes conventionnelles testées.

5.2.3. Etude des mécanismes d'endommagement

Les mécanismes d'endommagement dans les éprouvettes conventionnelles ont donc été étudiés afin de comprendre les différentes morphologies des faciès de rupture, ainsi que leur allongement à rupture. Pour cela, la totalité des faciès de rupture a été analysée. La Figure 5-5 présente des exemples de faciès de rupture typiques des éprouvettes conventionnelles et des micro-éprouvettes. La présence de surfaces similaires aux « facettes » et aux « plots » identifiés sur les faciès de rupture des micro-éprouvettes a été constatée pour les éprouvettes conventionnelles. La plage d'allongement à rupture des micro-éprouvettes présentant des « facettes » est de 4,9 % contre 14,7 % pour les éprouvettes conventionnelles. Pour les « plots », elle est respectivement de 10,2 % et 16,3 % pour les micro-éprouvettes et les éprouvettes conventionnelles. Les plages de présence des « facettes » et des « plots » sont plus étendues et se trouvent donc superposées pour les éprouvettes conventionnelles. De plus, certains faciès de rupture ne présentent ni « facettes », ni « plots » et ont des valeurs d'allongement à rupture très élevées (> 18,1%) pour les éprouvettes conventionnelles.

Eprouvettes Conventionnelles

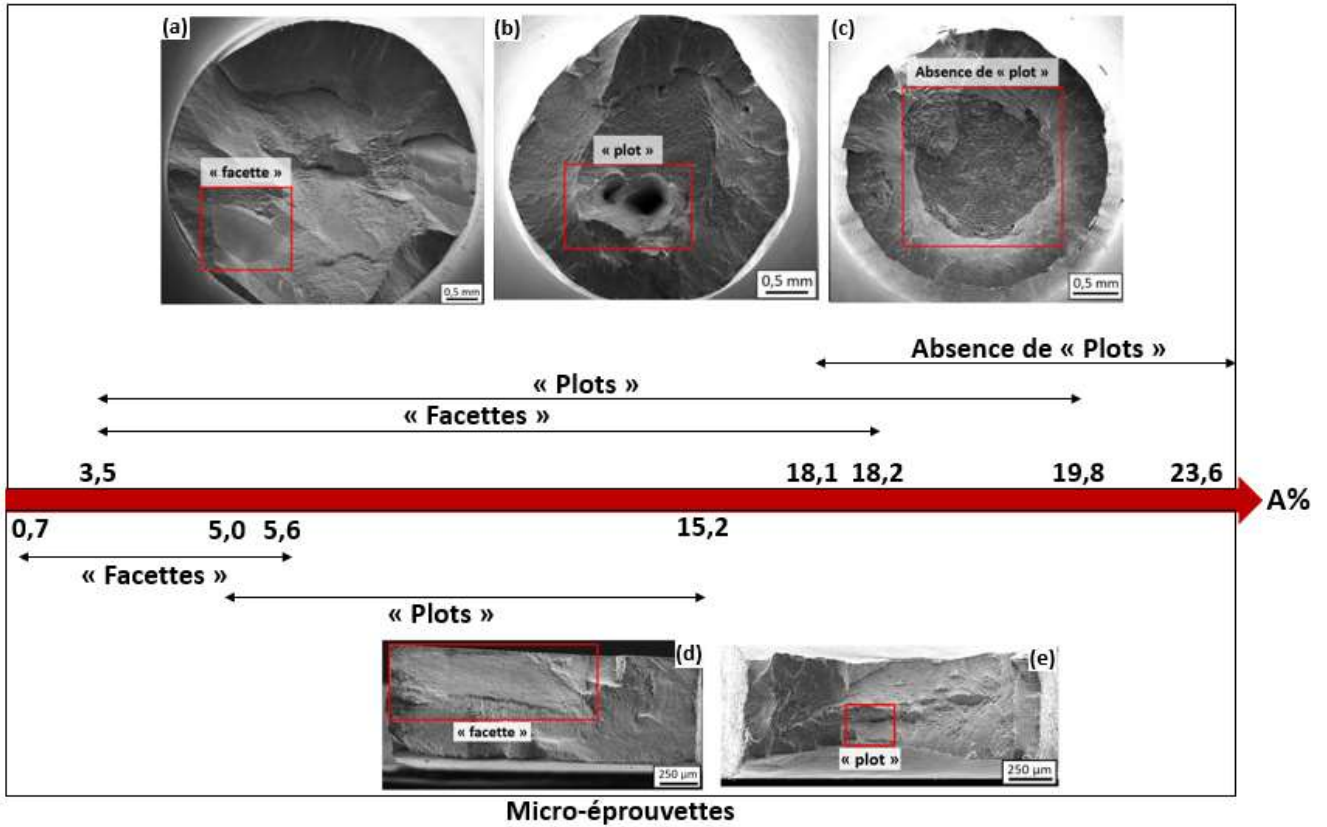


Figure 5-5 : Micrographies MEB des faciès de rupture typiques observés pour les éprouvettes conventionnelles (a-c) et les micro-éprouvettes (d-e). Les différents mécanismes d'endommagement identifiés sont indiqués. Les plages d'allongements à rupture (%) des éprouvettes possédant des « facettes » et des « plots » sont également représentées. Certaines éprouvettes ne présentent ni « plot », ni « facette ».

Plusieurs « facettes » ou « plots » peuvent être identifiés sur le même faciès de rupture, comme le montre la Figure 5-6. Pour les micro-éprouvettes, il a été observé seulement une « facette » ou un « plot » à la fois. On peut ainsi se demander pourquoi on observe ces différences entre les micro-éprouvettes et les éprouvettes conventionnelles, alors que les mécanismes d'endommagement semblent identiques.

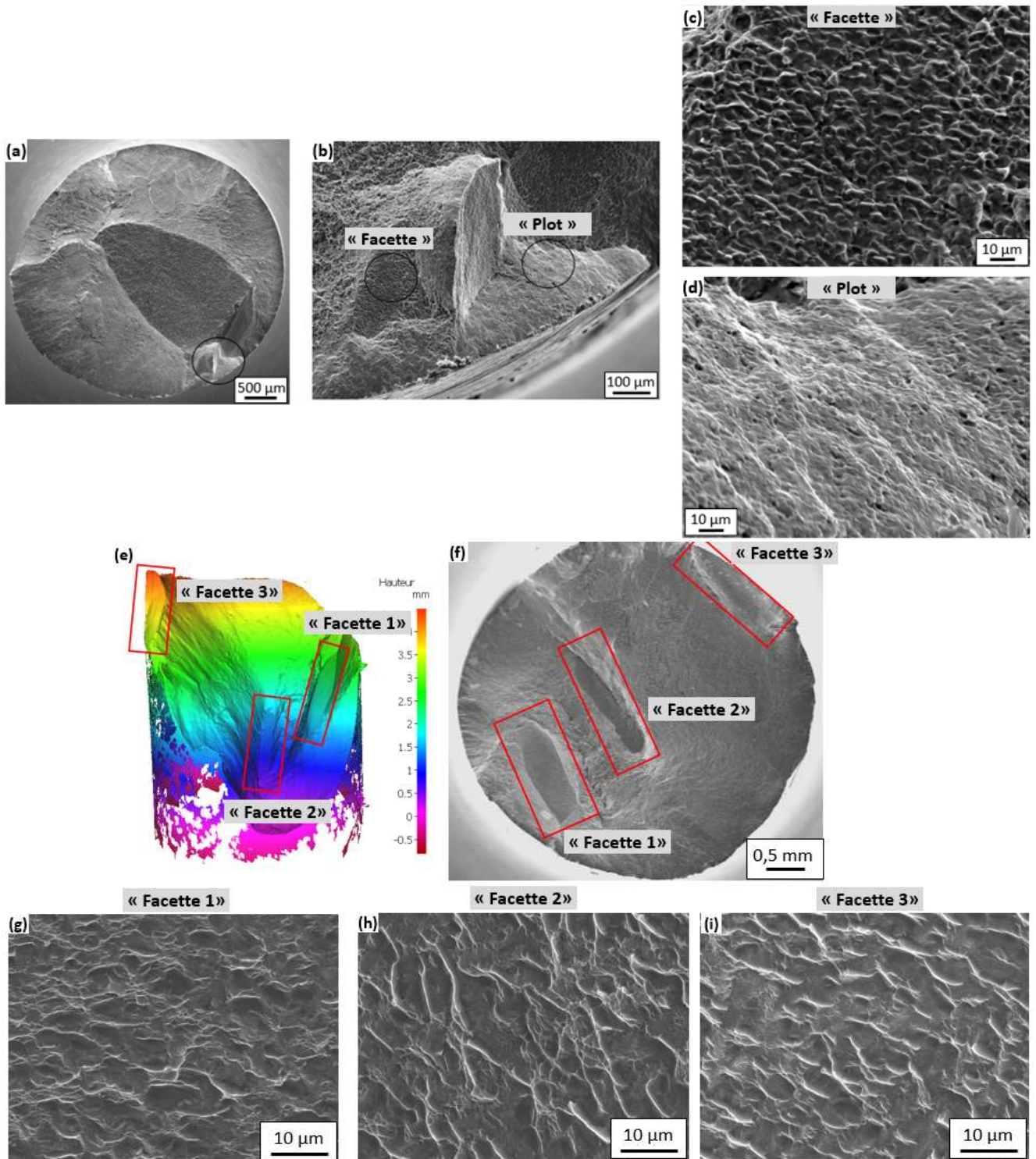


Figure 5-6 : Micrographies MEB (a-d) du faciès de rupture d'une éprouvette prélevée à 45° de la direction T de la billette de diamètre 280 mm avec un allongement à rupture de 6,2 %. Grandissement au niveau d'une « facette » (c) et d'un « plot » (d). Reconstruction 3D au microscope optique du faciès de rupture d'une éprouvette prélevée à 45° de la direction L dans la billette de diamètre 280 mm avec un allongement à rupture de 5,4 % (e). Micrographies MEB (f-i) du faciès de rupture avec des grandissements au niveau des « facettes ».

5.2.3.1. *Etude des « facettes »*

Afin de répondre à cette question, une étude des « facettes » a été réalisée pour les éprouvettes conventionnelles. Une seule « facette » est caractérisée dans ce manuscrit étant donné que les conclusions sont similaires pour les autres. Une coupe longitudinale a été réalisée au niveau de la « facette » entourée en noir sur la Figure 5-7 (a). Une opération similaire a été effectuée pour la « facette » positionnée sur l'autre côté du faciès de rupture afin de vérifier que la rupture a bien eu lieu au niveau du joint de grains β . Une faible rugosité et la présence de nodules le long de la surface de rupture sont observées sur les Figure 5-7 (d) et (i). Cependant, ces nodules ne forment pas un liseré continu. De plus, la présence de nodules allongés est observée jusqu'à environ 44 μm sous la surface de rupture. Ces nodules présentent également des orientations cristallographiques identiques. Cela suggère que leur globularisation a été incomplète. La présence de ces nodules peut témoigner de la rupture au niveau d'un joint de grains. En effet, lors de la caractérisation microstructurale réalisée au chapitre 3, il a été constaté la présence de nodules présentant une globularisation incomplète à proximité de joints de grains β .

La rupture au joint de grains β est confirmée avec les orientations cristallographiques des phases α et β . Elles sont différentes des deux côtés de la « facette » sur les Figure 5-7 (f), (g) et (h). De plus, les orientations des grains β impliqués dans la formation d'autres « facettes » sont également représentées sur la Figure 5-7 (f). Ils présentent globalement des comportements rigides. L'étude des mailles cristallines des phases α et β montre que la maille hexagonale a son axe « c » perpendiculaire à la direction de traction, comme observé lors de l'étude des « facettes » dans les micro-éprouvettes. De plus, aucune cavité n'est observée sous la « facette » et le facteur de forme des nodules de la Figure 5-7 (d) est de 1,9. Cette valeur est relativement similaire à celle pour des nodules n'ayant pas subi de déformation de 1,7. Cela confirme que la déformation est essentiellement localisée au joint de grain et entraîne la rupture de l'éprouvette par cisaillement.

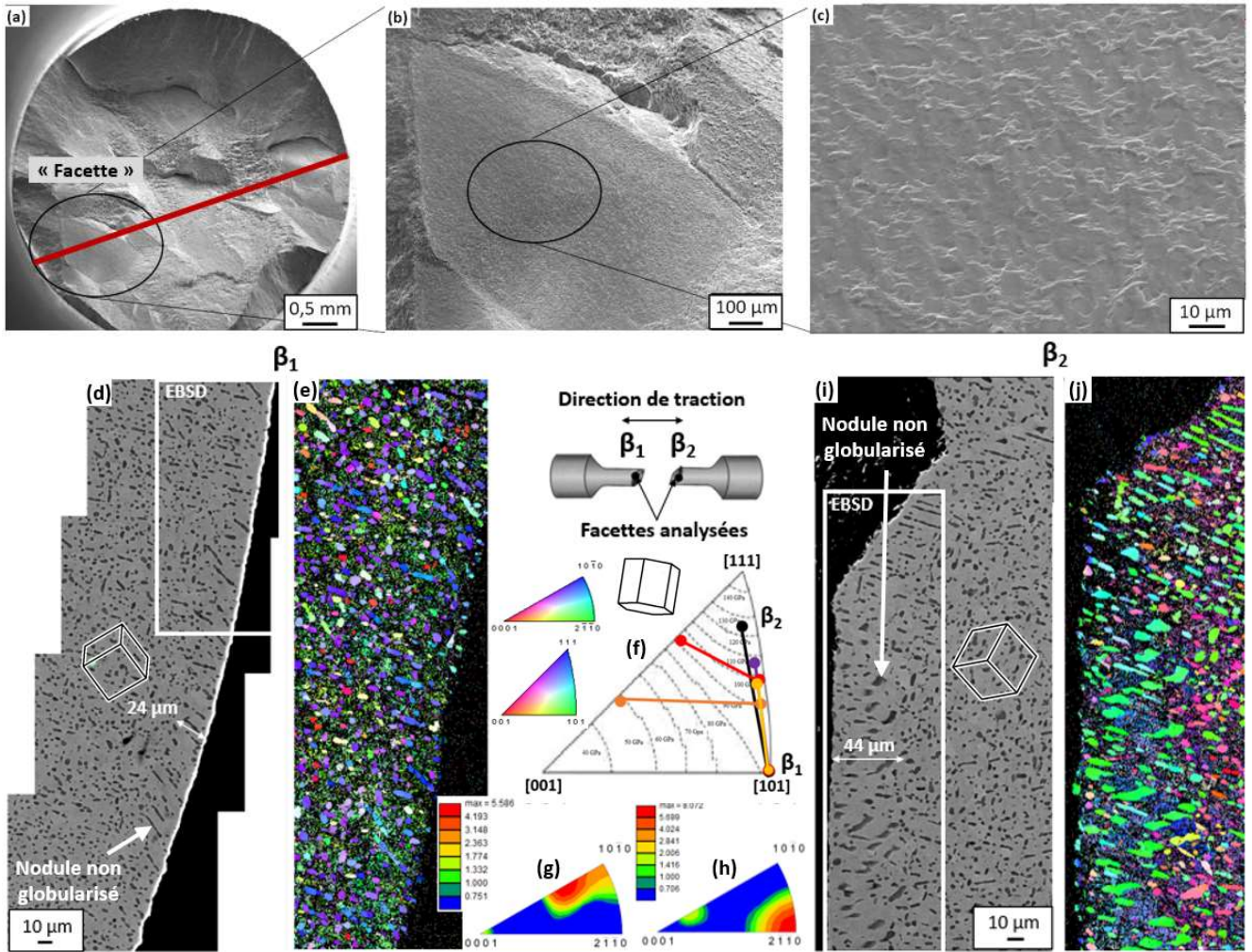


Figure 5-7 : Micrographies MEB du faciès de rupture (a-c), avec le plan de coupe indiqué par un trait rouge, d'une éprouvette prélevée selon la direction T dans la billette de diamètre 280 mm. La « facette » interceptée et étudiée par la suite est entourée en noir. Différents grossissements au niveau de cette dernière sont également présentés. Les micrographies et cartographies EBSD, présentées par la suite, ont été obtenues avec la coupe longitudinale au niveau de la « facette » de part et d'autre du faciès de rupture. Micrographies MEB (d) et (i) et cartographies des orientations cristallographiques (e) et (j) des phases α et β suivant la direction de traction sous la « facette ». Orientations cristallographiques de la phase β des deux côtés de la « facette » représentées en noir sur une figure de pôles inverse (f). Les orientations cristallographiques de la phase β obtenues pour d'autres « facettes » sont également indiquées. Les grains β de part et d'autre d'une « facette » sont reliés. Les iso-contours du module d'Young de la phase β sont également indiqués. Distribution des orientations cristallographiques de la phase α_p tracée sur des figures de pôles inverse suivant la direction de traction (g) et (h).

Précédemment, il a été montré que l'aire cumulée des « facettes » est fortement corrélée aux valeurs d'allongement à rupture des micro-éprouvettes. Une étude similaire a été réalisée pour les éprouvettes conventionnelles et est présentée sur la Figure 5-8 (a). La formation d'une « facette » avec une aire d'environ $0,06 \text{ mm}^2$ dans une micro-éprouvette est fatale et entraîne un allongement à rupture de 5,6%, alors que les éprouvettes conventionnelles sont capables de supporter une aire cumulée de $1,5 \text{ mm}^2$ avant de rompre. De plus, les valeurs d'allongement à rupture sont plus élevées d'environ 11 % pour les éprouvettes conventionnelles pour une aire cumulée des « facettes » donnée. On en déduit que les éprouvettes conventionnelles sont capables de supporter un nombre plus élevé de « facettes » que les micro-éprouvettes, étant donné que les dimensions des grains β sont inchangées. Une normalisation de l'aire cumulée des « facettes » par l'aire de la section utile des éprouvettes a été réalisée sur la Figure

5-8 (b). On remarque que pour une aire normalisée, l'allongement à rupture des éprouvettes conventionnelles et des micro-éprouvettes présente une tendance unique. Cela confirme que l'allongement à rupture des éprouvettes augmente avec la diminution du rapport entre l'aire des « facettes » et l'aire de la section utile des éprouvettes.

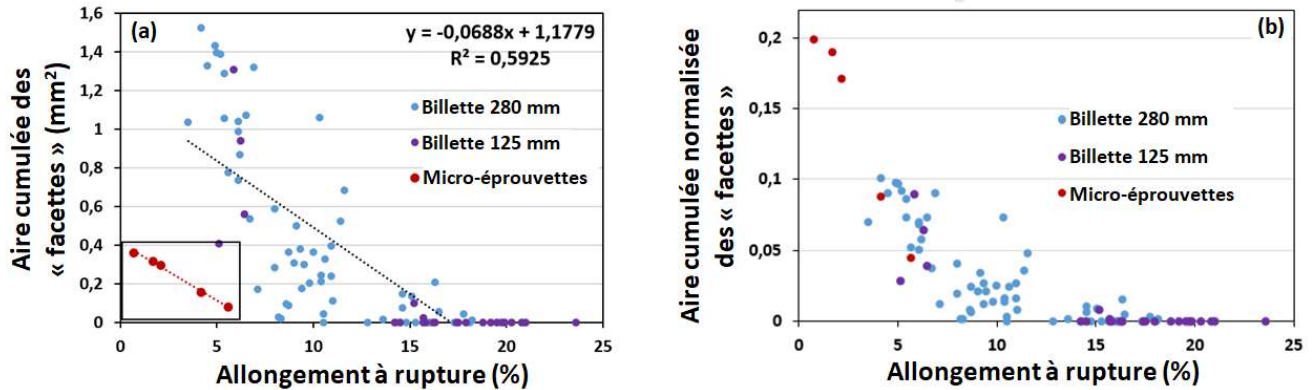


Figure 5-8 : Aire cumulée des « facettes » (a) et aire cumulée normalisée des « facettes » (b) en fonction de l'allongement à rupture pour les micro-éprouvettes et les éprouvettes conventionnelles provenant des deux billettes. La normalisation a été réalisée en divisant par l'aire de la section utile des éprouvettes mesurée avant la sollicitation.

5.2.3.2. Etude des « plots »

Les « plots » identifiés sur les faciès de rupture ont également été caractérisés. Trois faciès de rupture d'éprouvettes conventionnelles avec la présence de « plots » sont présentés sur la Figure 5-9. Plusieurs « plots » peuvent être observés sur le faciès de rupture. Leurs dimensions sont de l'ordre de grandeur de celles des grains β . Par exemple, la Figure 5-9 (h) présente des « plots » formés dans une éprouvette prélevée suivant la direction L de la billette de diamètre 280 mm. L'un des plots présente une aire d'environ $0,138 \text{ mm}^2$. Cette valeur est bien de l'ordre de grandeur de l'aire théorique d'un grain β pour un plan de coupe perpendiculaire à la direction L soit $0,148 \text{ mm}^2$. La quantification de l'aire associée aux « plots » est difficile car ils ne sont pas aussi bien délimités que les « facettes » et ils présentent des morphologies différentes suivant la direction de prélèvement des éprouvettes, comme le montre la Figure 5-9.

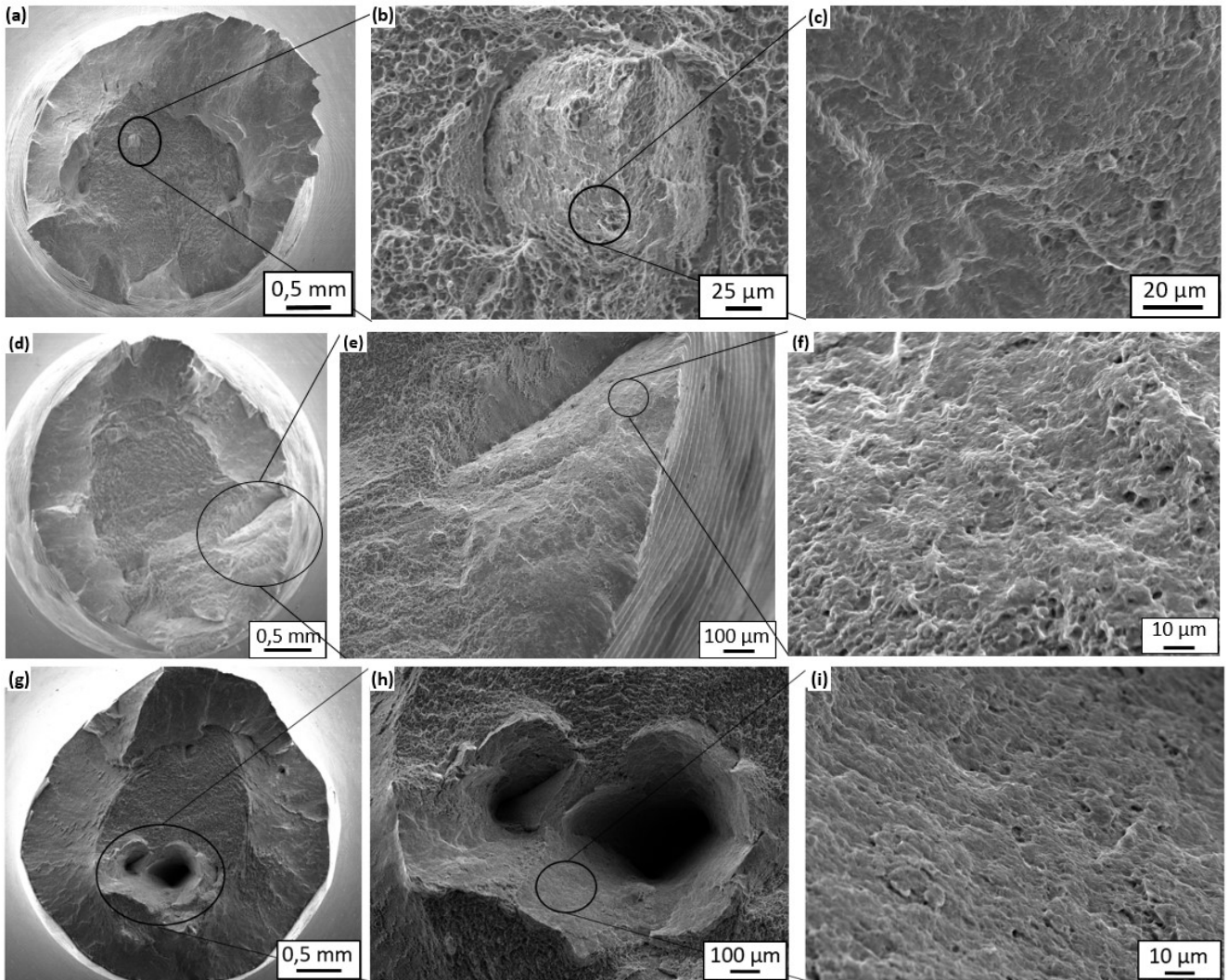


Figure 5-9 : Micrographies MEB (a-i) du faciès de rupture d'éprouvettes conventionnelles présentant des « plots ».
Des grandissements au niveau d'un « plot » ont également été réalisés pour les trois éprouvettes analysées.
Micrographies MEB (a-c) d'une éprouvette prélevée dans la direction R de la billette de diamètre 125 mm et avec un allongement à rupture de 17,9 %. Micrographies MEB (d-f) d'une éprouvette prélevée dans la direction T de la billette de diamètre 125 mm et avec un allongement à rupture de 16,2 %. Micrographies MEB (g-i) d'une éprouvette prélevée dans la direction L de la billette de diamètre 280 mm et avec un allongement à rupture de 14,3 %.

Afin de comparer l'orientation cristallographique des grains β au voisinage de ces « plots » à ceux obtenus pour les micro-éprouvettes, un recuit a été réalisé afin de restaurer les grains β qui étaient trop déformés pour caractériser leur orientation cristallographique par EBSD. Pour ce faire, le recuit a été réalisé sous vide à 750°C pendant 30 min. L'éprouvette rompue a été refroidie par la suite avec une trempe eau. Puis, une coupe longitudinale interceptant le « plot » a été effectuée. La Figure 5-10 présente une micrographie MEB et les orientations cristallographiques des grains β sous le faciès de rupture obtenues à la suite du recuit. Un allongement des nodules suivant la direction de traction est observé, ce qui témoigne d'une déformation élevée à proximité de la zone de rupture. L'absence de cavités sous le « plot » est également constatée. L'intersection de la surface de rupture avec le plan d'observation est rectiligne. Les orientations cristallographiques des grains β montrent que le « plot » semble s'être formé à l'intérieur d'un grain β orienté [110]. Cela vient confirmer les observations obtenues avec les micro-éprouvettes.

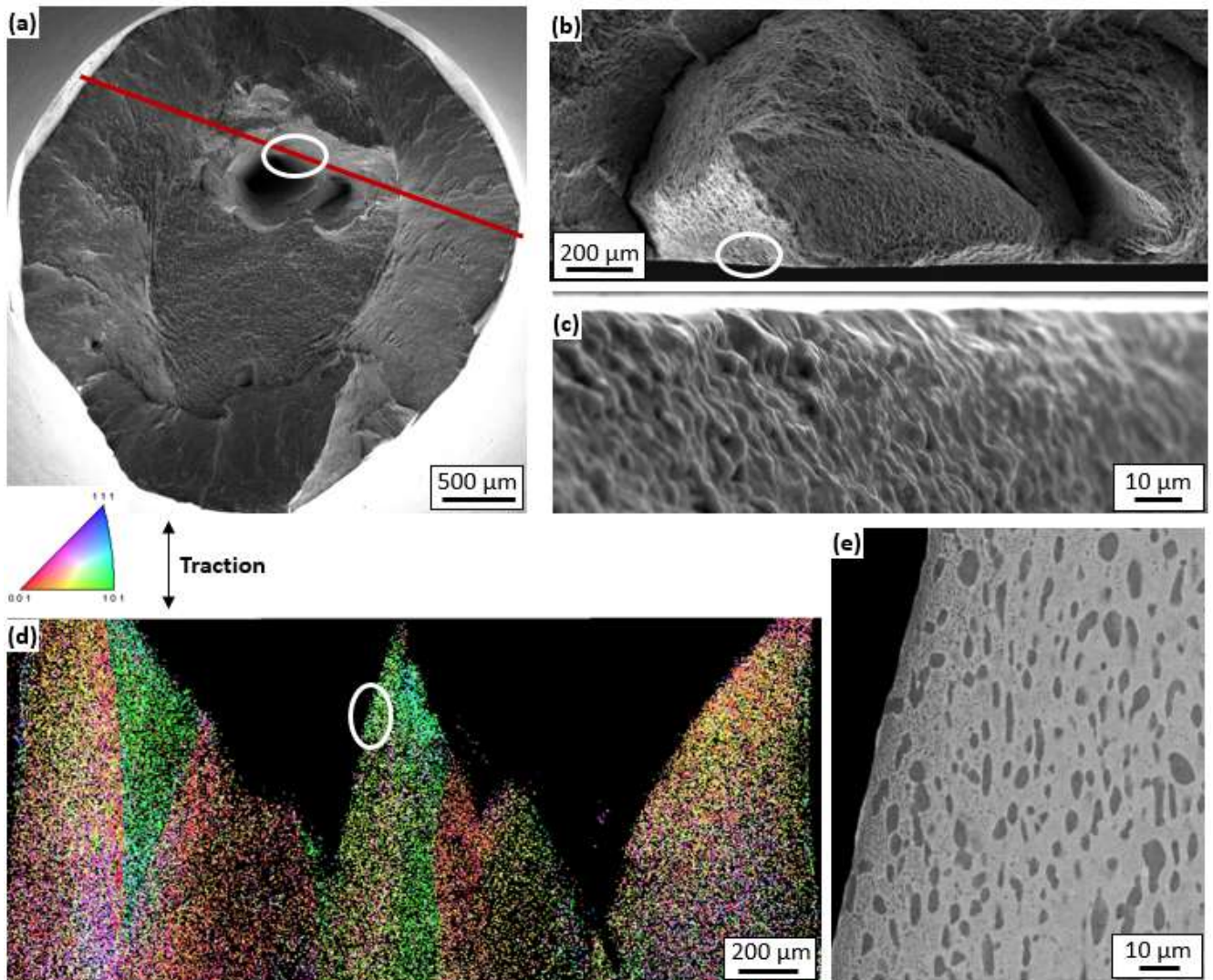


Figure 5-10 : Micrographie MEB du faciès de rupture (a-c) avec un trait rouge représentant le positionnement de la coupe longitudinale. La coupe longitudinale a été effectuée sur la face opposée au faciès de rupture de la micrographie (a). Des grandissements au niveau du « plot » sont présentés. Orientations cristallographiques de la phase β suivant la direction de traction sous le faciès de rupture (d). Identification de la zone entourée en blanc sur le faciès de rupture. Micrographies MEB de la microstructure sous le « plot » (e).

5.2.3.3. Endommagement hors des « plots » et des « facettes »

Il a été montré que certaines éprouvettes avec des allongements à rupture supérieurs à 18,1 % ne présentent ni « facette » ni « plot » ou des fractions surfaciques relativement faibles. On peut donc se demander comment se réalise la rupture de ces éprouvettes. Pour cela, une coupe longitudinale a été réalisée au niveau des cupules sur une éprouvette présentant un allongement à rupture élevé de 19,3 %, comme illustré sur la Figure 5-11. La surface de rupture présente une rugosité plus marquée que celle des « plots » et des « facettes ». Les nodules sont allongés le long de la direction de sollicitation. Des cavités sont également observées pour des distances supérieures à 400 μm de la surface de rupture. On en déduit que cette zone a accommodé un niveau de déformation très élevé sans entraîner la formation de « facettes » ou de « plot ».

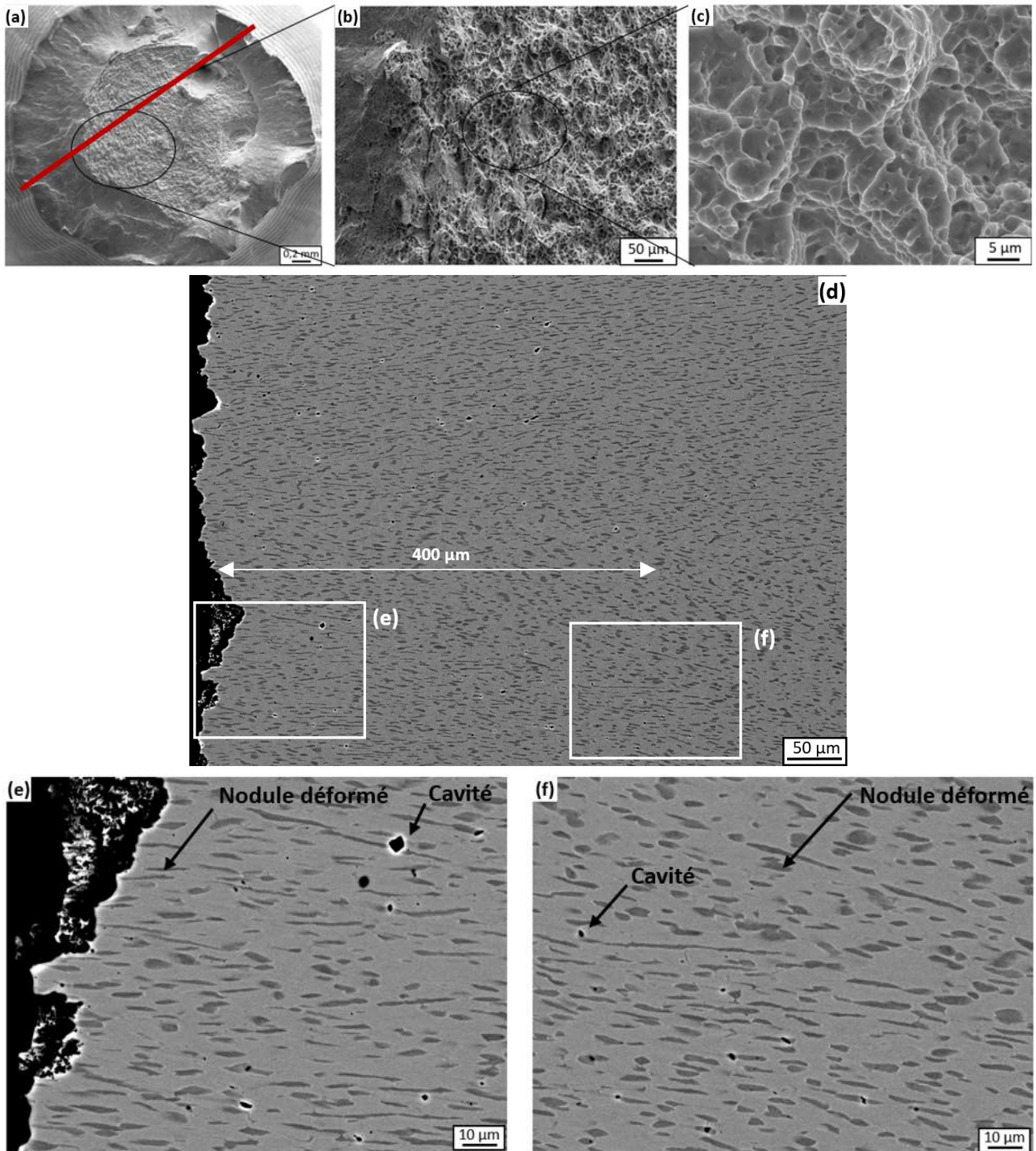


Figure 5-11 : Micrographies MEB (a-c) du faciès de rupture d'une éprouvette conventionnelle avec la présence d'un « plot ». Une droite rouge indique le positionnement de la coupe longitudinale. L'éprouvette a été prélevée suivant la direction L de la billette de diamètre 280 mm et a présenté un allongement à rupture de 19,3 %. Micrographies MEB (d-f) de la coupe longitudinale sous le faciès de rupture avec des cupules.

Une estimation de la fraction surfacique des cavités a été effectuée avec une identification des éléments microstructuraux associés à leur formation. Pour ce faire, des micrographies MEB sont réalisées à un même grandissement sous le faciès de rupture. Elles ont été acquises en mode BSE afin de mieux distinguer les cavités. Les micrographies sont réalisées en s'éloignant de la surface de rupture jusqu'à ce que la présence de cavités ne soit plus identifiée. Une segmentation est ensuite effectuée afin de ne conserver que les cavités. La fraction surfacique des cavités est ainsi obtenue à différentes distances du faciès de rupture. Puis, une détermination des éléments microstructuraux associés à la formation de cavités est réalisée. Des cavités se forment au sein de trois éléments microstructuraux : dans la matrice β transformée, dans les nodules α_p et à l'interface entre les phases α_p et β . Un exemple d'identification des sites associés à leur formation est illustré sur la Figure 5-12. Pour qu'une cavité soit considérée dans la matrice β transformée ou dans les nodules α_p , il faut qu'elle soit uniquement en contact avec l'élément dans lequel elle s'est formée sinon elle est classée comme étant à l'interface.

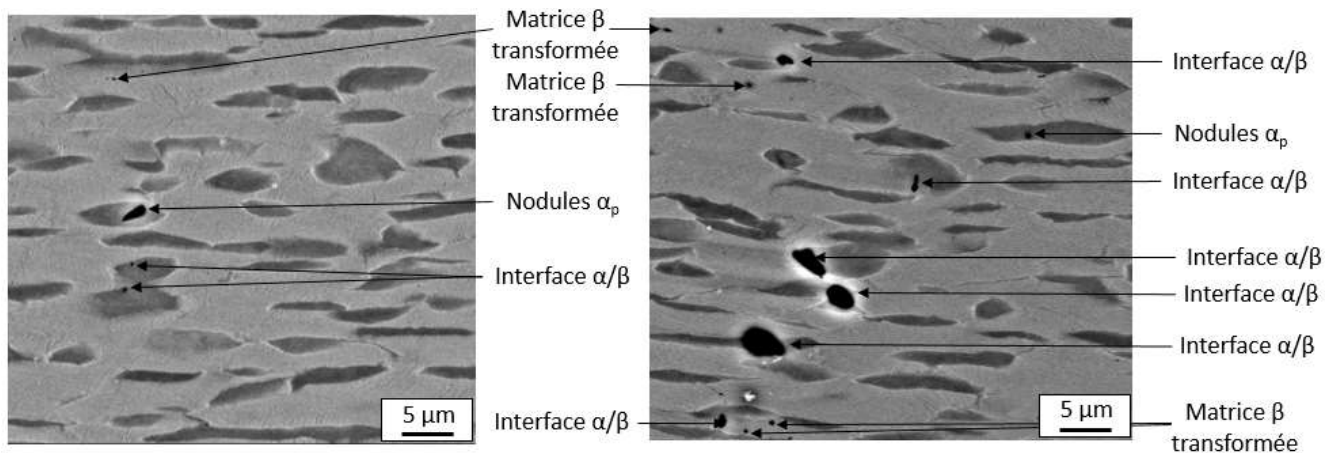


Figure 5-12 : Micrographies MEB de la coupe longitudinale de la Figure 5-11 avec l'identification des différents types de cavités.

Les fractions surfaciques des cavités ont été mesurées en fonction de leur distance à la surface de rupture sur la Figure 5-13 (a). Trois zones ont été considérées afin d'être plus représentatif. La distance entre ces zones est supérieure à la largeur d'un grain β afin d'étudier l'endommagement dans différents grains β . Une comparaison a également été réalisée avec la fraction surfacique des cavités mesurées dans l'éprouvette de la Figure 5-7 qui présente des « facettes ». Pour cette éprouvette, la mesure de la fraction surfacique des cavités a été réalisée dans des zones connectées avec des cupules.

On remarque que plus la distance à la surface de rupture augmente et plus la fraction surfacique des cavités décroît. Des cavités sont observées pour une distance maximale de 900 μm pour la zone 1 contre 620 μm pour la zone 3. Elles sont donc observées à des distances maximales différentes de la surface de rupture suivant le grain β considéré. Pour l'éprouvette avec des « facettes », aucune cavité n'est observée pour des distances supérieures à 150 μm de la surface. Cela confirme que lorsqu'il y a rupture précoce par la formation de « facettes », le taux de déformation atteint est plus faible, ce qui réduit la formation des cavités.

La répartition des cavités en fonction des éléments microstructuraux est indiquée sur la Figure 5-13. Les cavités se forment plus fréquemment dans la matrice β transformée, ainsi qu'à l'interface entre les phases α_p et β . Ces deux types de cavités représentent chacun environ 40 % des cavités totales formées dans le grain β de la zone 1. Pour l'éprouvette avec des « facettes », les cavités sous les cupules sont très peu présentes dans les nodules α_p . Elles représentent seulement 2 % des cavités totales mesurées. Les deux autres types de cavités sont répartis en proportion relativement égales. Le pourcentage des fractions surfaciques associées aux différents types de cavités est décrit sur la Figure 5-13 (d). On constate que

les cavités formées à l'interface entre les phases α_p et β représentent plus de 60 % de la fraction surfacique totale des cavités. On en déduit que les cavités formées à l'interface sont de plus grandes dimensions que celles dans la matrice β transformée, qui ne représentent que 20 % de la fraction surfacique totale des cavités.

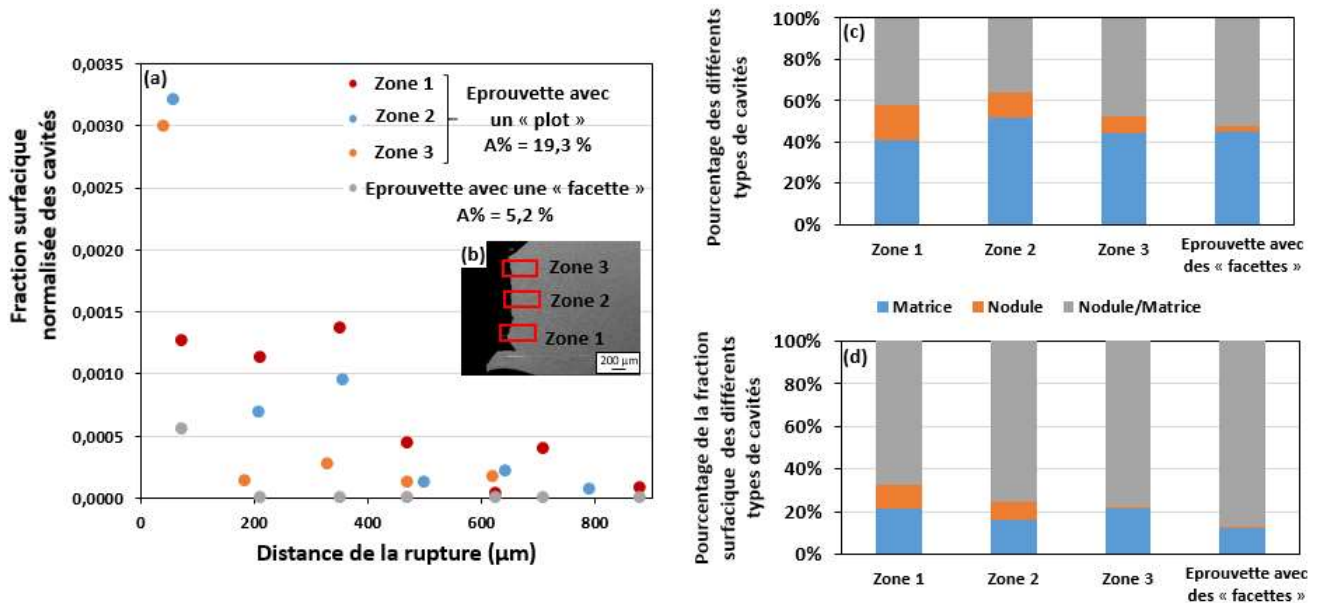


Figure 5-13 : Fraction surfacique normalisée des cavités en fonction de la distance à la surface de rupture (a). Trois zones de la coupe longitudinale de la Figure 5-11 ont été analysées comme le montre la micrographie MEB (b). Pour l'éprouvette avec des « facettes », les cavités ont été analysées à l'aide de la coupe longitudinale de la Figure 5-7. Les éléments microstructuraux voisins des cavités ont également été identifiés : la matrice β transformée, les nodules α_p ou l'interface entre les phases α_p et β , pour les différentes zones. Pourcentage des différents types de cavités (c). Pourcentage de la fraction surfacique des différents types de cavités (d).

5.2.3.4. Synthèse

L'étude des mécanismes d'endommagement a mis en évidence que les mécanismes associés à la formation des « facettes » et des « plots » sont les mêmes pour les micro-éprouvettes et les éprouvettes conventionnelles. Cependant, la fraction surfacique des « plots » et « facettes » est plus élevée pour les éprouvettes conventionnelles. Cela est probablement lié à la déformation qui est répartie dans un volume plus important pour les éprouvettes conventionnelles. L'endommagement s'effectue alors dans plusieurs grains β . De plus, la déformation peut se réaliser dans la totalité du grain β et pas uniquement dans une partie de ce dernier comme mis en évidence avec les micro-éprouvettes. Cette déformation répartie sur un volume plus grand dans les éprouvettes conventionnelles est également visible avec la répartition des cavités. En effet, des cavités sont observées pour des distances plus grandes de la surface de rupture dans les éprouvettes conventionnelles. Ces cavités témoignent d'une accommodation importante de la déformation. La présence de « facettes » a par ailleurs pu être observée sur les faciès de rupture d'éprouvettes avec des valeurs d'allongement à rupture élevées. Cette étude montre donc que l'augmentation des dimensions des éprouvettes semble entraîner une réduction de la criticité de l'endommagement des éprouvettes.

5.2.4. Compétition entre les différents mécanismes d'endommagement

Afin de comprendre l'implication des mécanismes d'endommagement dans la rupture de l'éprouvette, trois éprouvettes conventionnelles ont été analysées par tomographie des rayons X. Le protocole expérimental est disponible à la partie 2.4.4. Les analyses ont été réalisées après interruption de l'essai et déchargement de l'éprouvette pour être caractérisée à différents niveaux de déformation macroscopique.

5.2.4.1. *Compétition dans la propagation de l'endommagement*

Une étude tomographique a été effectuée sur une éprouvette sollicitée suivant la direction L. Cinq interruptions à différents niveaux de déformation ont été réalisées afin de suivre l'endommagement. La dernière tomographie a été réalisée après la rupture de l'éprouvette, qui a présenté un allongement à rupture de 16,0 %. Le nombre de fissures identifiées à chaque étape sur la Figure 5-14 (a) est indiqué en violet. On remarque que pour un niveau de déformation de 7,5 % aucune fissure n'est détectée. Cependant, il est à noter qu'une fermeture de fissure peut s'effectuer lors du déchargement de l'éprouvette. Les fissures ou cavités peuvent également être simplement de dimensions insuffisantes pour permettre leur détection, étant donné que la résolution du tomographe est de 5 μm . Pour des niveaux de déformation supérieurs à cette valeur, la présence de fissures a été constatée, comme illustré sur la Figure 5-14 (b-d). Elles sont orientées à environ 45° de la direction de traction (\vec{z}). Leurs dimensions sont de l'ordre de grandeur des dimensions des grains β . En effet, la fissure 3 présente une dimension maximale de 0,68 mm. Or, la longueur moyenne théorique du glissement pour un grain β d'une éprouvette prélevée suivant la direction L de la billette de diamètre 280 mm est de 0,63 mm. Le volume des fissures est présenté sur la Figure 5-14 (e) en fonction du niveau de déformation. La fissure 1 présente une augmentation linéaire de son volume avec l'augmentation de la déformation. A titre d'exemple, à 11 % de déformation elle possède un volume d'environ 7000 pixels³. Ce volume correspond à $8,75 \times 10^{-4} \text{ mm}^3$ soit 0,3 % du volume d'un grain β . Les fissures 2 et 3 ont des comportements très différents. Le volume de la fissure 2 augmente très lentement, alors que celui de la fissure 3 présente une augmentation brutale. Il passe de $2,50 \times 10^{-4} \text{ mm}^3$ à environ $1,88 \times 10^{-3} \text{ mm}^3$ entre 14,4 % et 15,2 % de déformation, malgré une première détection à 14,4 % de déformation.

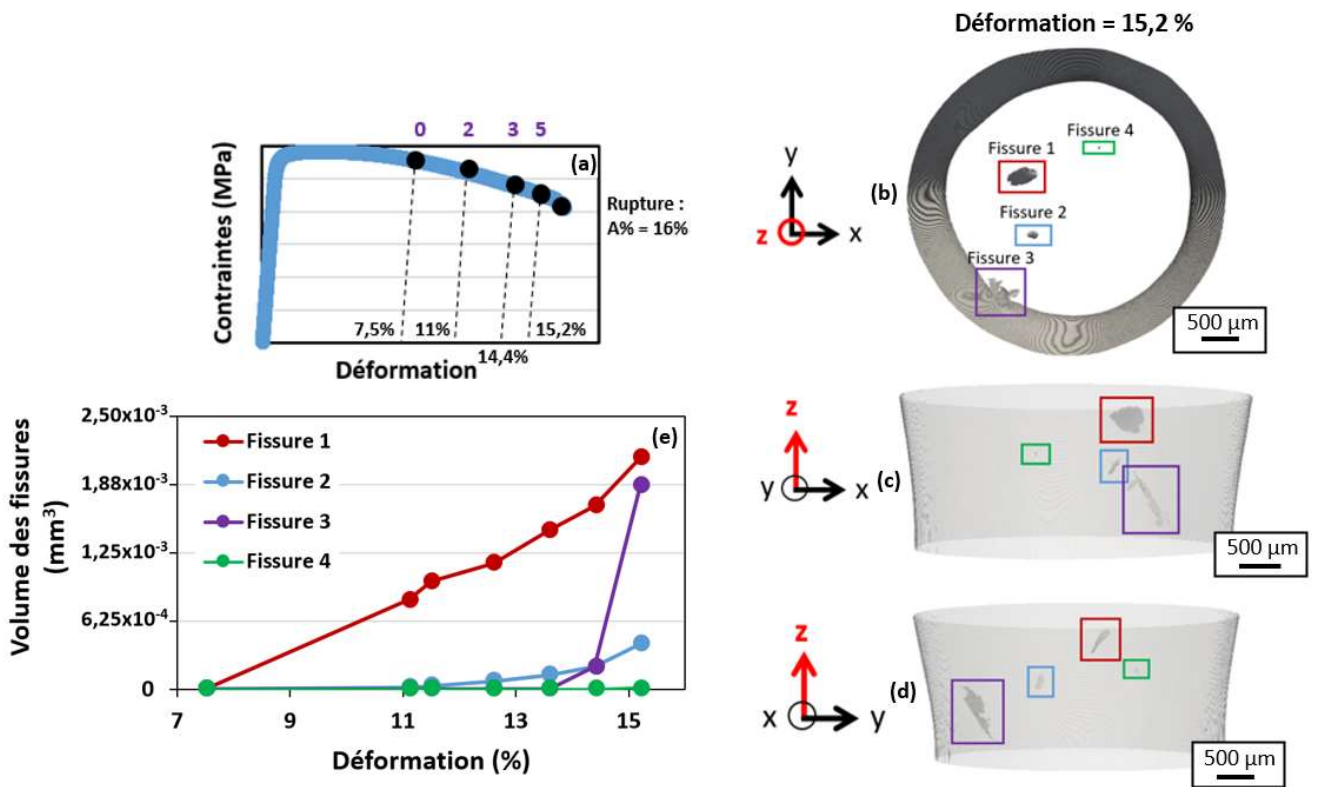


Figure 5-14 : Courbe contrainte-déformation (a), les interruptions à différents niveaux de déformation pour la réalisation des tomographies sont identifiées par les points noirs. Le nombre de fissures observées pour chaque tomographie est indiqué en violet. Vue en 3D de la tomographie à 15,2 % de déformation et identification des fissures pour différentes directions d'observation (b-d). Volume des fissures en fonction de la déformation (e).

Une comparaison des données tomographiques avec la micrographie MEB du faciès de rupture met en évidence le fait que la fissure 3 est à l'origine de la rupture finale, avec la formation d'un « plot » sur la Figure 5-15. Cela est confirmé par la tomographie réalisée après la rupture de l'éprouvette avec la présence des fissures 1, 2 et 4 sous le faciès de rupture. On en déduit que certaines fissures se développent sans toutefois intervenir dans la rupture.

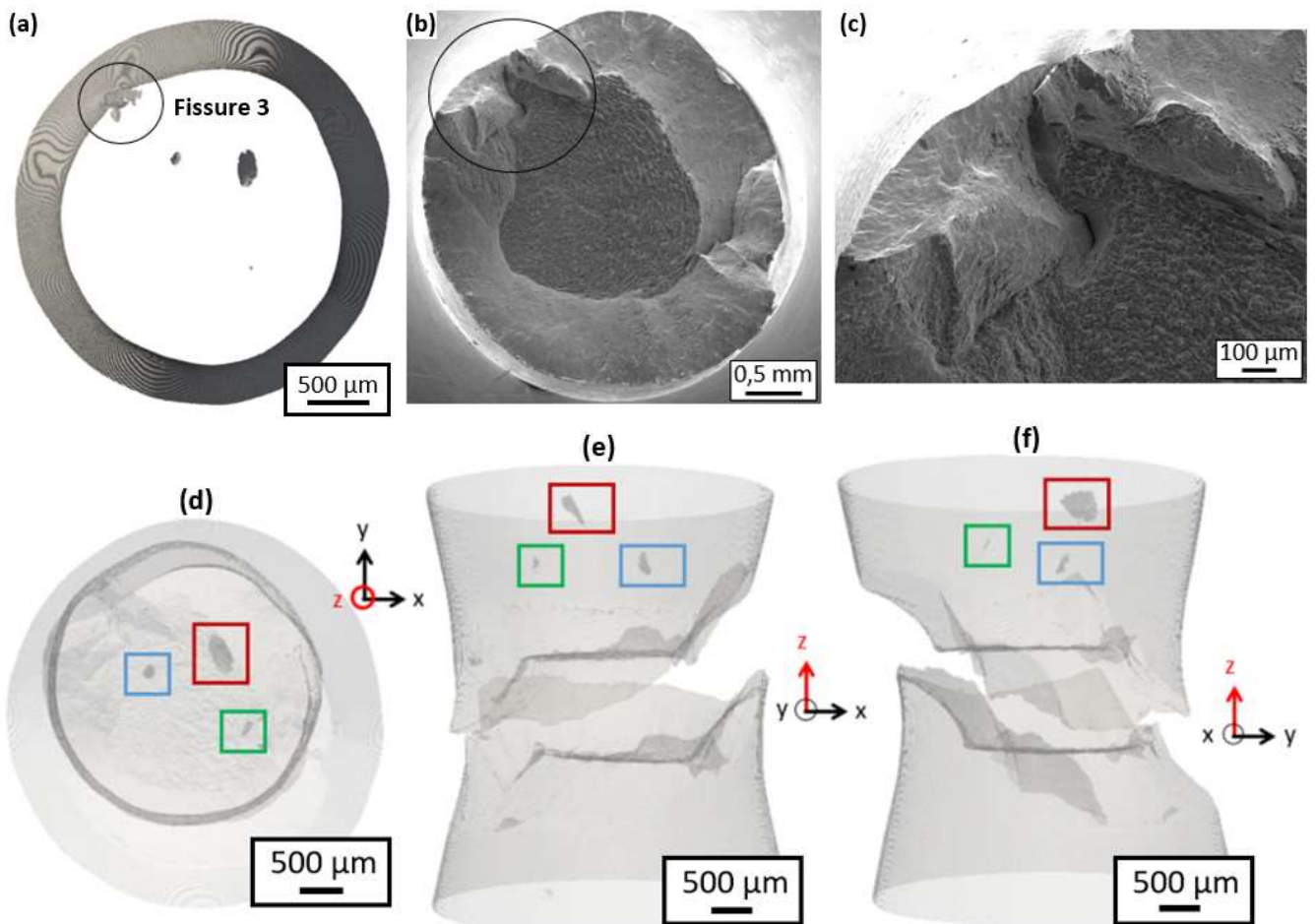


Figure 5-15 : Vue en 3D des fissures à 15,2 % de déformation. La direction d'observation est perpendiculaire à la direction de chargement z (a). Micrographies MEB (b) et (c) du faciès de rupture de l'éprouvette avec un grandissement au niveau du « plot » associé à la fissure 3. Vues en 3D de la topographie du faciès de rupture et des fissures suivant différentes directions d'observations (d-f).

5.2.4.2. *Compétition entre les mécanismes d'endommagement et anisotropie de propriétés mécaniques*

Pour étudier la compétition entre la formation des « facettes » et des « plots », une éprouvette prélevée suivant la direction R de la billette de diamètre 280 mm a été analysée. En effet, les éprouvettes prélevées dans les mêmes conditions ont montré la présence conjointe de « facettes » et de « plots » sur leur faciès de rupture. L'absence de fissure pour des niveaux de déformation inférieurs ou égal à 6,8 % est constatée, alors que pour 8,9 % de déformation, six fissures sont détectées sur la Figure 5-16. Le barycentre des fissures est réparti suivant différentes positions dans la direction z de l'éprouvette. Les fissures 1 et 2 se trouvent à des positions avec un écart inférieur à 0,3 mm selon z . De plus, elles présentent de plus grandes dimensions que les autres fissures, avec un volume supérieur à $2,5 \times 10^{-3} \text{ mm}^3$. Ces volumes sont également plus élevés que ceux des fissures de l'éprouvette étudiée précédemment. Ces différences de dimensions des fissures sont probablement liées à l'orientation morphologique des grains β .

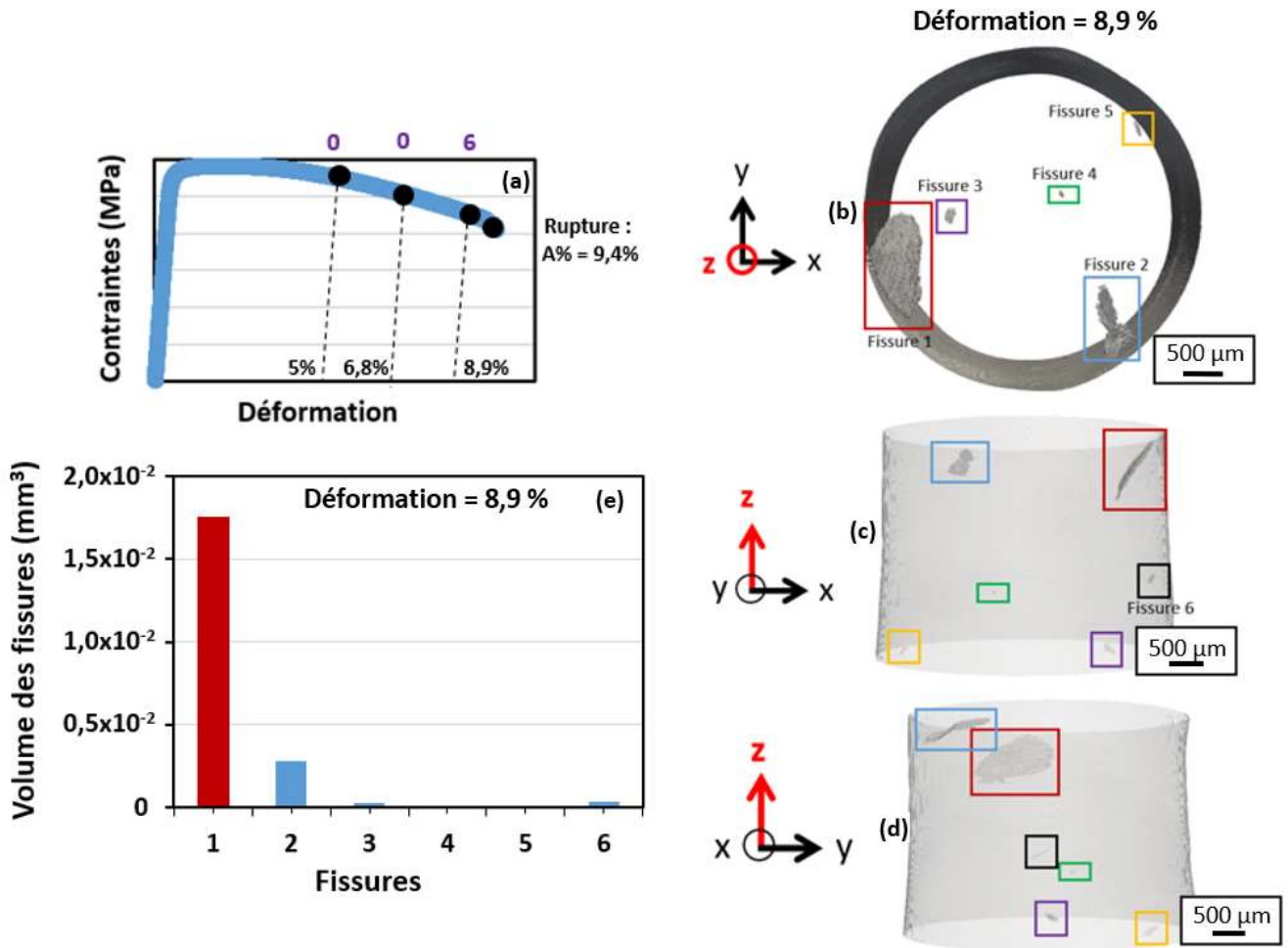


Figure 5-16 : Courbe de contrainte-déformation (a) avec les différents niveaux de déformation auxquels les tomographies aux rayons X ont été effectuées. Vue en 3D de l'éprouvette fissurée à 8,9 % de déformation et identification des fissures pour différentes directions d'observation (b-d). Volume des fissures à 8,9 % de déformation (e).

Le faciès de rupture de l'éprouvette a été analysé afin d'identifier les fissures impliquées dans la rupture. Des « facettes » et un « plot » sont observés à la Figure 5-17. En comparant les « facettes » aux données de tomographie, on remarque qu'elles correspondent à la fissure 2. Le « plot » est, quant à lui, associé à la fissure 1. Ceci suggère que ces deux fissures sont impliquées dans la rupture de l'éprouvette. On peut remarquer que le « plot » présente une inclinaison différente de celui identifié pour l'éprouvette suivant la direction L. Cela vient confirmer l'influence de la direction de prélèvement des éprouvettes sur la morphologie des « plots ». De plus, l'éprouvette ne présente pas une réduction de section utile marquée. On en déduit qu'elle n'a pas résisté à la formation des fissures 1 et 2 autour de 8,9 % de déformation macroscopique. En effet, l'éprouvette présente un allongement à rupture de 9,4 %.

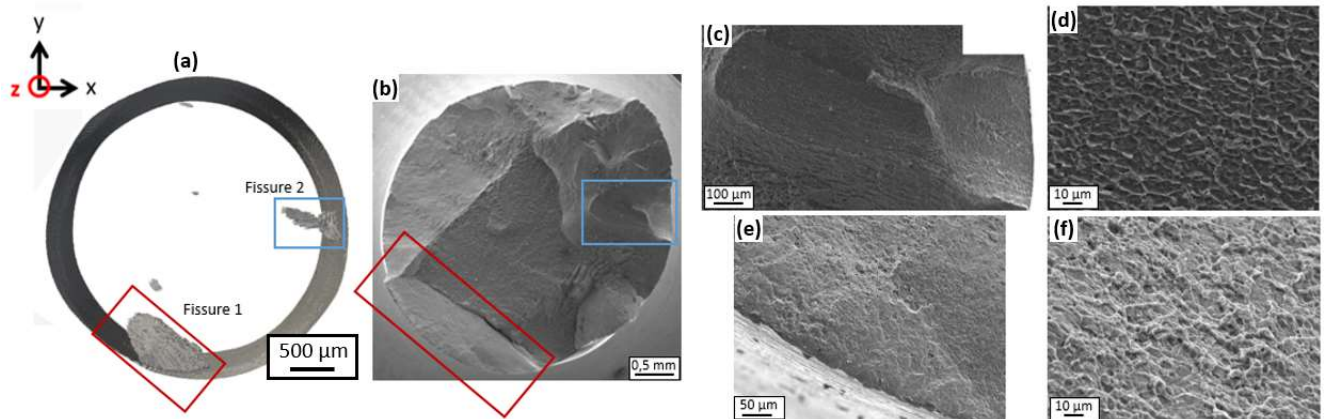


Figure 5-17 : Vue en 3D de l'éprouvette fissurée à 8,9 % de déformation selon la direction de sollicitation z (a). Micrographies MEB (b-f) du faciès de rupture de l'éprouvette avec des grossissements au niveau du « plot » et des « facettes ». Mise en relation du « plot » et des « facettes » avec les fissures observées par tomographies par les encadrés rouges et bleus en figures (a) et (b).

5.2.4.3. *Compétition entre les mécanismes d'endommagement et réduction de la taille des grains β*

Une étude de l'influence de la réduction de la taille des grains β sur les mécanismes d'endommagement a été réalisée. Pour cela, une éprouvette prélevée suivant la direction L dans la billette de diamètre 125 mm a été considérée, comme le montre la Figure 5-18. Elle présente un allongement à rupture de 19,8 %, contre seulement 16,0 % pour celle de la Figure 5-14, prélevée suivant la direction L dans la billette de diamètre 280 mm. Cette valeur d'allongement à rupture de 19,8 % a été atteinte car les fissures formées ont des dimensions insuffisantes pour entraîner la rupture de l'éprouvette. En effet, le nombre de grains β endommagés est plus élevé pour la billette de diamètre 125 mm. Cependant, les fissures formées sont de plus petites dimensions avec des volumes inférieurs à $1,00 \times 10^{-3} \text{ mm}^3$ pour une déformation de 19,2 %, contre des volumes supérieurs à $1,75 \times 10^{-3} \text{ mm}^3$ pour la billette de diamètre 280 mm. Les dimensions des fissures sont donc bien corrélées aux dimensions des grains β .

De plus, les fissures sont localisées au centre de l'éprouvette dans la zone de striction. Les fissures 8 et 10 sont parallèles entre elles et inclinées d'environ 30° de la direction de traction. Ces deux fissures semblent donc être issues du même grain β . Elles présentent une augmentation relativement faible de leur volume inférieure à $1,88 \times 10^{-4} \text{ mm}^3$ entre 18,7 % et 19,2 % de déformation. On suppose donc que leur propagation est limitée par la présence de joints de grain β . Au contraire, la fissure 4, orientée à 90° de l'axe de traction, présente une augmentation de son volume d'environ $8,75 \times 10^{-4} \text{ mm}^3$ entre 18,7 % et 19,2 % de déformation.

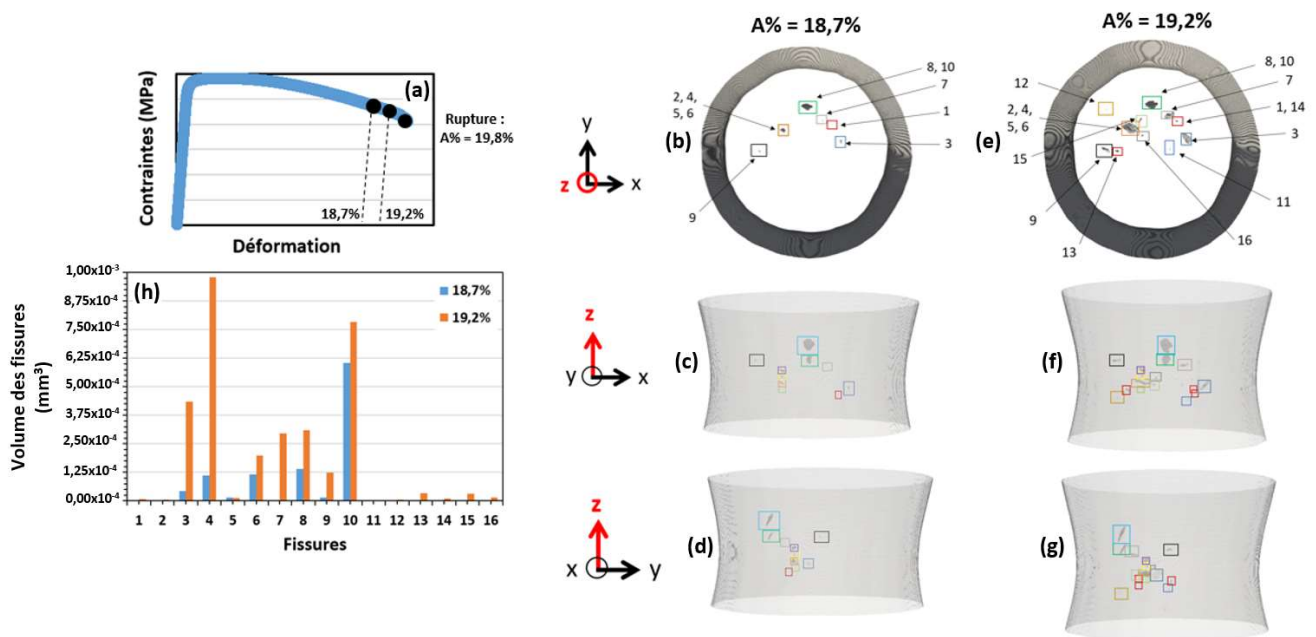
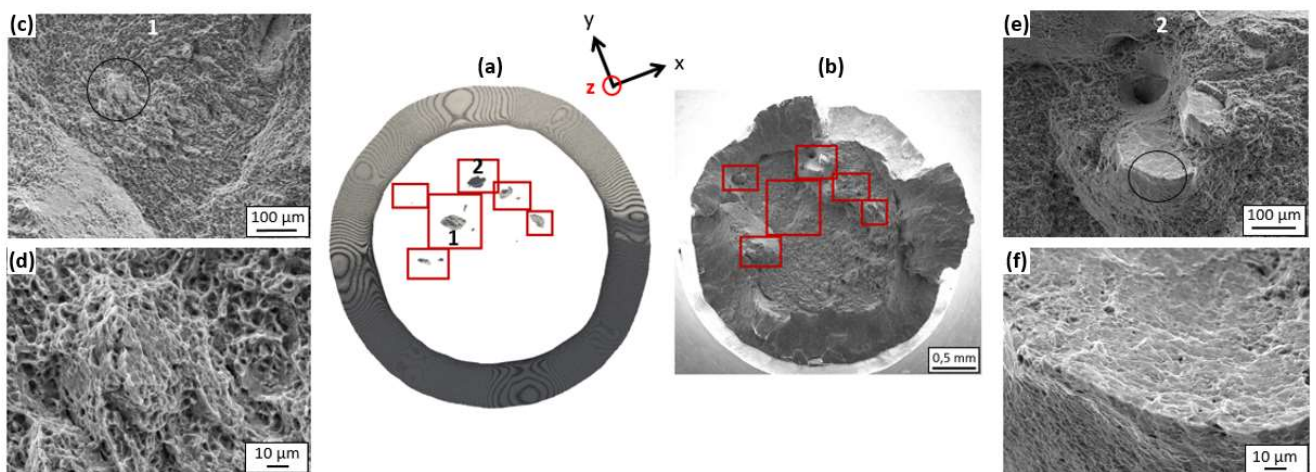


Figure 5-18 : Courbe contrainte-déformation (a) avec les différents niveaux de chargement auxquels les tomographies ont été effectuées. Vues en 3D des deux tomographies à 18,7 % et 19,2 % de déformation et identification des fissures pour différentes directions d'observation (b-g). Volume des fissures à 18,7 et 19,2 % de déformation (h).

Une comparaison du faciès de rupture de l'éprouvette avec les données tomographiques a été réalisée à la Figure 5-19. La fissure 10 est observée sous le faciès de rupture. Elle n'a donc pas participé à la rupture, contrairement à la fissure 8, avec laquelle elle était parallèle, et qui n'est plus identifiée sous le faciès. Par ailleurs, la position d'un « plot » semble correspondre à la fissure 8. On suppose donc que les fissures 8 et 10 proviennent de l'endommagement dans un grain β orienté [110]. La fissure 4 n'est pas identifiée sur les vues en 3D après la rupture. La comparaison entre les vues en 3D de la tomographie à 19,2 % de déformation et le faciès de rupture fait correspondre la fissure 4 avec une zone présentant des cupules. Cela met en évidence la différence des mécanismes d'endommagement associés à la formation des fissures 8 et 4.



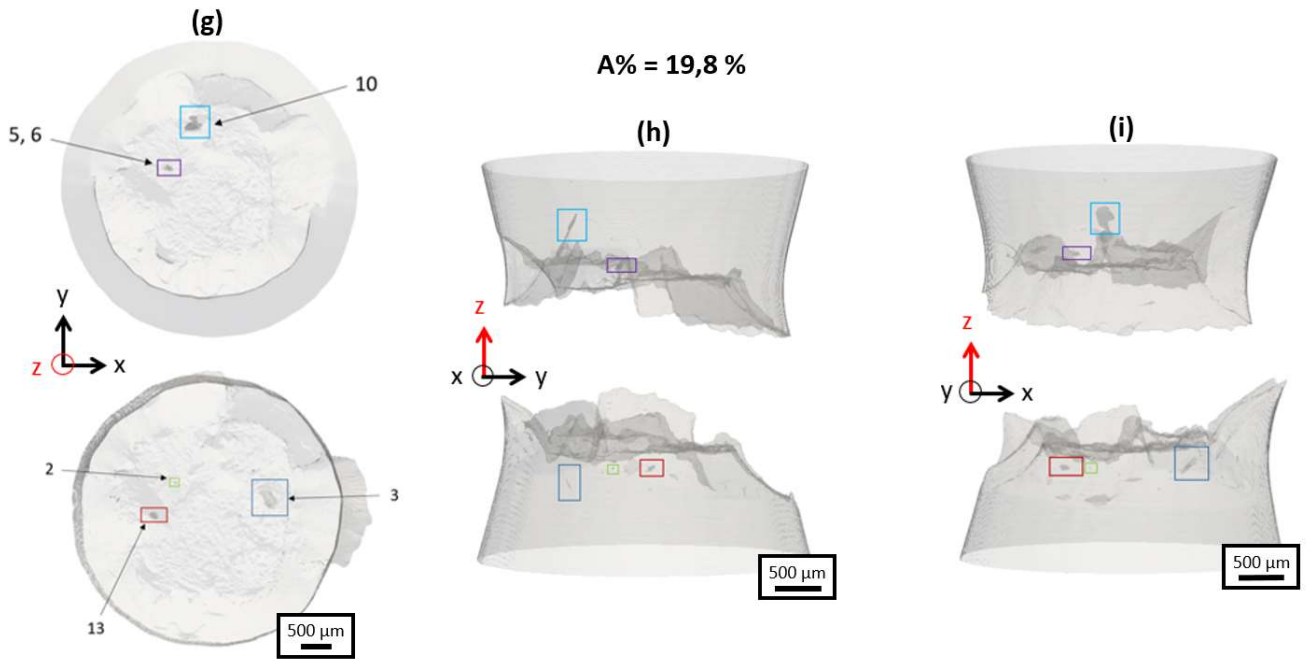


Figure 5-19 : Vue en 3D de l'éprouvette fissurée à 19,2 % de déformation selon la direction de traction z (a). Micrographies MEB (b-f) du faciès de rupture de l'éprouvette avec des grossissements au niveau des zones associées aux fissures 4 (c-d) et 8 (e-f). Vues en 3D de l'éprouvette rompue suivant différentes directions d'observations (g-i).

Les zones sous le faciès de rupture associées aux fissures 4 et 8 sont visibles sur la Figure 5-20. Un allongement des nodules le long de la direction de sollicitation peut être constaté. Une absence de cavités sous le « plot » est observée sur la Figure 5-20 (d). On peut constater la présence d'un nombre élevé de cavités sous les cupules, associées à la fissure 4, sur la Figure 5-20 (g). Ces cavités présentent des dimensions inférieures à 5 μm , qui correspond à la limite de résolution. Elles ne peuvent donc pas être détectées lors de l'analyse tomographique. Ces observations suggèrent que la fissure 4 est formée par la coalescence de cavités. En effet, cette fissure ne présente pas un caractère planaire et est orientée à 90° de la direction de traction.

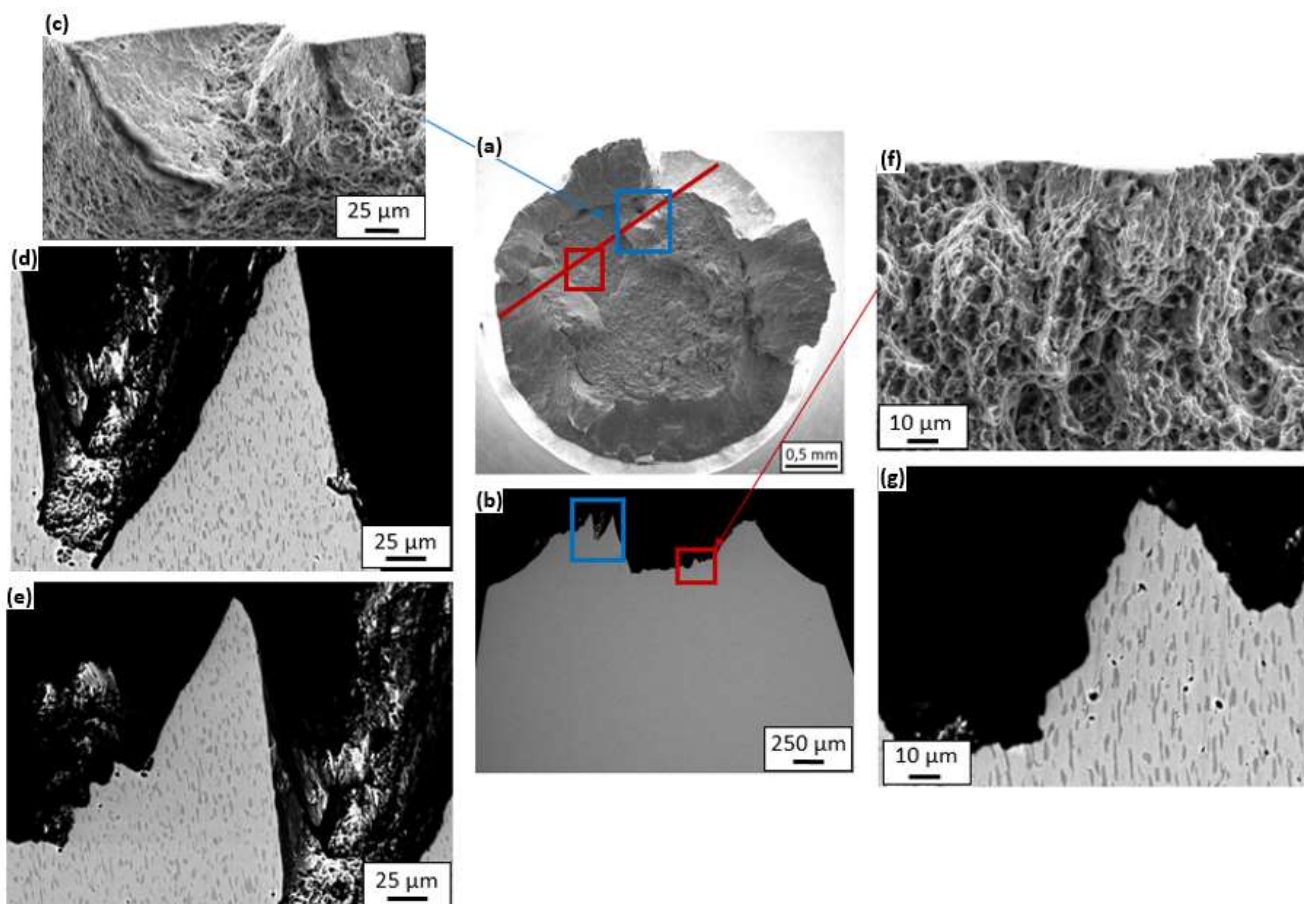


Figure 5-20 : Micrographies MEB (a) du faciès de rupture de l'éprouvette avec un trait rouge pour représenter l'emplacement de la coupe longitudinale et (b) de la coupe longitudinale au niveau des zones associées aux fissures 8 (c-e) et 4 (f-g).

5.2.4.4. Synthèse

La formation des fissures lors de la sollicitation d'une éprouvette dépend de la déformation locale, ainsi que de la résistance à l'endommagement des grains et des joints de grain β . Il a été montré que certains grains et joints de grain β présentent de faibles résistances à l'endommagement et peuvent entraîner la formation de fissures avant la réduction de la section utile de l'éprouvette. Comme mis en évidence avec les micro-éprouvettes, les orientations morphologique et cristallographique des grains β influencent les dimensions des fissures et leur localisation en fonction de la répartition de la déformation. Il a été montré que les fissures présentent des criticités différentes en fonction de leurs dimensions. En effet, certaines fissures peuvent se former sans être impliquées dans la rupture en restant confinées à l'intérieur du grain β . La criticité des fissures permet ainsi d'expliquer en partie l'anisotropie des propriétés mécaniques. En effet, la direction de prélèvement des éprouvettes influence les dimensions des fissures et donc la valeur d'allongement à rupture. La criticité des fissures est également illustrée avec la diminution des valeurs d'allongement à rupture avec l'augmentation des dimensions des « facettes ». En effet, plus les « facettes » sont de grandes dimensions et plus elles risquent d'entraîner la rupture de l'éprouvette. De plus, il a été observé l'existence d'une compétition entre les différents mécanismes d'endommagement pour les éprouvettes conventionnelles, qui n'avait pas été identifiée pour les micro-éprouvettes.

5.3. Vers des éprouvettes de dimensions plus proches des pièces de service

Il a été montré que les valeurs de propriétés mécaniques extraites des essais de traction du Ti-1023 sont dépendantes du volume sollicité. Deux régimes de comportement ont été identifiés au chapitre 3. Le premier correspond à l'augmentation de l'ensemble des propriétés étudiées. Le second est associé à l'augmentation de la limite d'élasticité, de la résistance mécanique et de l'allongement uniformément réparti, ainsi qu'à la diminution de l'allongement à rupture. La transition entre ces deux régimes a été observée pour les éprouvettes de 10 mm de diamètre. Cette partie a pour but de comprendre l'origine de ces tendances. Précédemment, il a été observé que les mécanismes d'endommagement restent inchangés avec l'augmentation des dimensions des éprouvettes. Il a également été constaté que l'augmentation du volume sollicité déclenche une compétition entre ces différents mécanismes et réduit la criticité pour une fissure donnée.

Afin de compléter ces premiers éléments de réponse, une étude de l'influence du volume sollicité sur la répartition de la déformation et les mécanismes d'endommagement a été réalisée pour des éprouvettes de différentes dimensions, notamment plus grandes. Les données et les éprouvettes utilisées dans cette partie proviennent essentiellement de la matière A&D.

5.3.1. Géométrie des éprouvettes et propriétés mécaniques

Des éprouvettes plates de grandes dimensions ont été utilisées afin d'étudier l'influence du volume sollicité sur la répartition de la déformation. Elles ont été prélevées dans trois têtes d'éprouvettes Φ 30 numérotées 18, 24 et 27. Elles présentent des valeurs d'allongements à rupture respectives de 4,7 %, 6,8 % et 7,6 %. Les prélèvements et les conditions d'essais sont décrits dans le chapitre 2. Une étude des propriétés mécaniques de ces éprouvettes a été réalisée afin d'identifier quel régime d'évolution des propriétés est associé aux géométries considérées.

Une augmentation de 14 MPa de la valeur de limite d'élasticité est observée avec une augmentation d'un facteur trois des dimensions des éprouvettes plates sur la Figure 5-21. Aucune diminution sensible de la dispersion n'est observée pour ces éprouvettes avec l'augmentation du volume sollicité, contrairement aux éprouvettes cylindriques. Cela peut être lié au fait que la dispersion est mesurée pour seulement six éprouvettes plates.

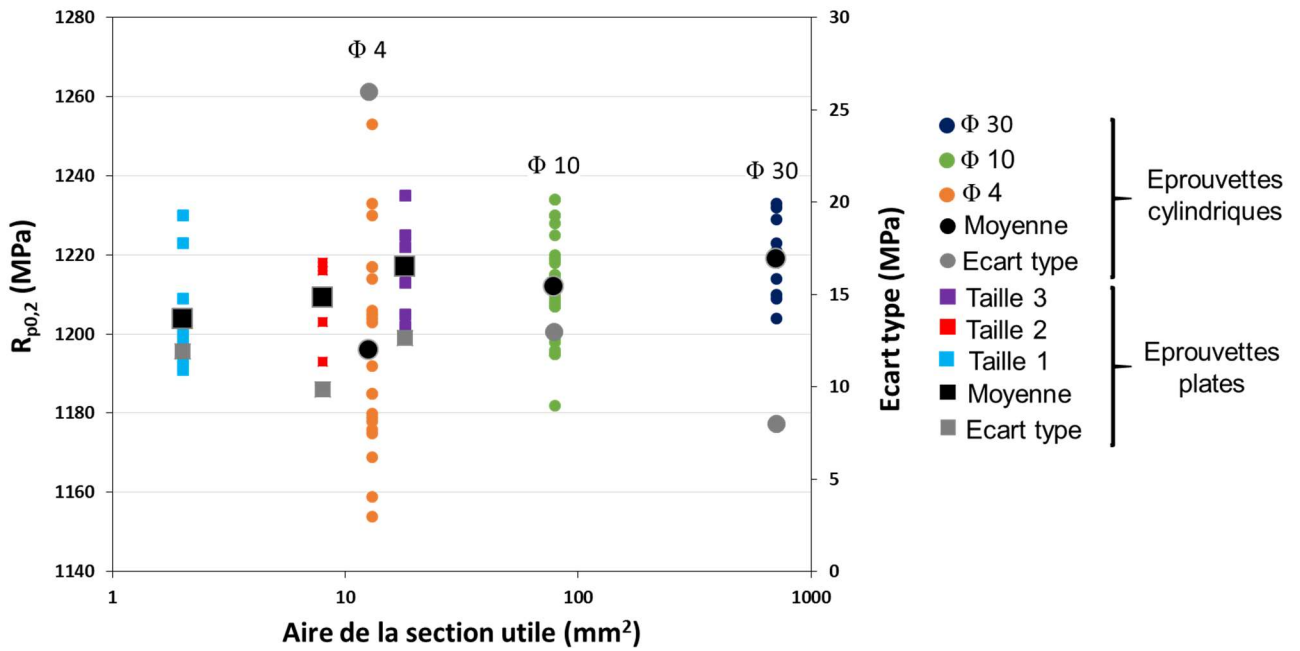


Figure 5-21 : Valeurs de limite d'élasticité en fonction de l'aire de la section utile pour les éprouvettes plates et cylindriques. Les écarts types et les moyennes sont également représentés pour les différentes dimensions d'éprouvettes.

Les éprouvettes plates présentent de plus fortes valeurs d'allongement à rupture avec une augmentation d'environ 16 % entre les éprouvettes de taille 1 et 3 sur la Figure 5-22. Elles vont donc permettre de décrire le premier régime de comportement.

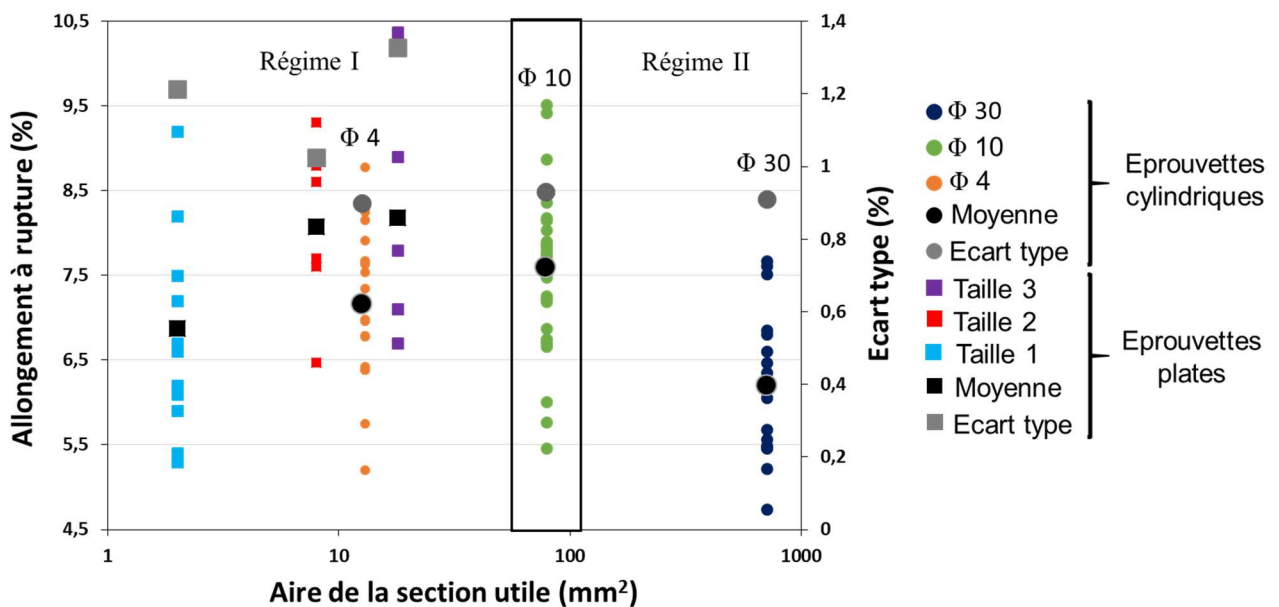


Figure 5-22 : Valeurs d'allongement à rupture en fonction de l'aire de la section utile pour les éprouvettes plates et cylindriques. Les écarts types et les moyennes sont également représentés pour les différentes dimensions d'éprouvettes.

5.3.2. Zone de prélèvement et propriétés mécaniques

Dans les chapitres précédents, une influence notable de la texture locale sur les propriétés mécaniques a été observée. Une étude similaire pour les éprouvettes plates a donc été réalisée sur la Figure 5-23. Pour cela, huit éprouvettes de différentes dimensions ont été considérées pour chacune des trois éprouvettes Φ 30 numérotées 18, 24 et 27. L'éprouvette Φ 30 numérotée 18 présente la limite d'élasticité la plus basse de 1204 MPa. Les éprouvettes plates prélevées dans cette dernière ont une valeur moyenne qui est également la plus faible. Une bonne corrélation est donc observée entre les valeurs de limite d'élasticité des éprouvettes plates et des éprouvettes Φ 30.

Les valeurs de limite d'élasticité et d'allongement à rupture présentent des tendances inverses en fonction de la zone de prélèvement. Par exemple, les éprouvettes plates provenant de l'éprouvette Φ 30 numérotée 27 ont une valeur d'allongement à rupture inférieure à 7 % alors qu'elles possèdent la limite d'élasticité la plus élevée de 1215 MPa. L'éprouvette Φ 30 numérotée 18 présente un allongement à rupture de 4,7 %, qui n'est pas en adéquation avec les tendances mis en avant précédemment. De plus, cette valeur est en dehors des écarts types des éprouvettes plates compris entre 6,9 % et 9,2 %.

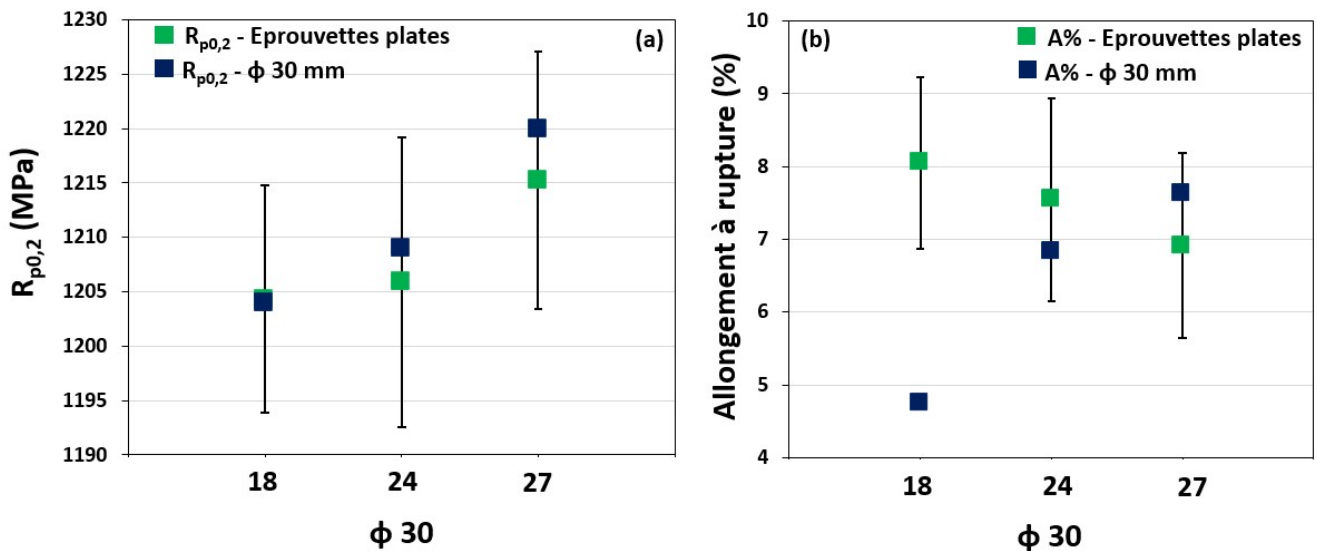


Figure 5-23 : Valeurs de limite d'élasticité (a) et d'allongement à rupture (b) des éprouvettes plates et des éprouvettes Φ 30 en fonction de la zone de prélèvement. Les valeurs moyennes pour les éprouvettes plates sont obtenues en considérant huit éprouvettes par zone de prélèvement. Les trois dimensions des éprouvettes plates sont considérées. Les écarts types sont également indiqués.

Afin de comprendre cet écart de comportement, une étude du faciès de rupture de l'éprouvette Φ 30 numérotée 18 a été réalisée sur la Figure 5-24. Les cupules couvrant le faciès de rupture ont une topographie qui suggère une propagation de l'endommagement depuis la zone entourée en noir. Deux éléments du faciès de rupture sont alors identifiés comme pouvant être associés à la rupture de l'éprouvette. La Figure 5-24 (c) suggère la présence d'un défaut en surface, dont la nature n'a pas été identifiée. La Figure 5-24 (d) montre la présence d'un « plot » débouchant également en surface. On en déduit que la rupture précoce est probablement associée à une concentration de contraintes en surface. De plus, l'allongement à rupture semble plus sensible à une configuration critique locale que la limite d'élasticité qui correspond au comportement global. Les propriétés mécaniques des éprouvettes plates semblent donc bien être influencées par la zone de prélèvement.

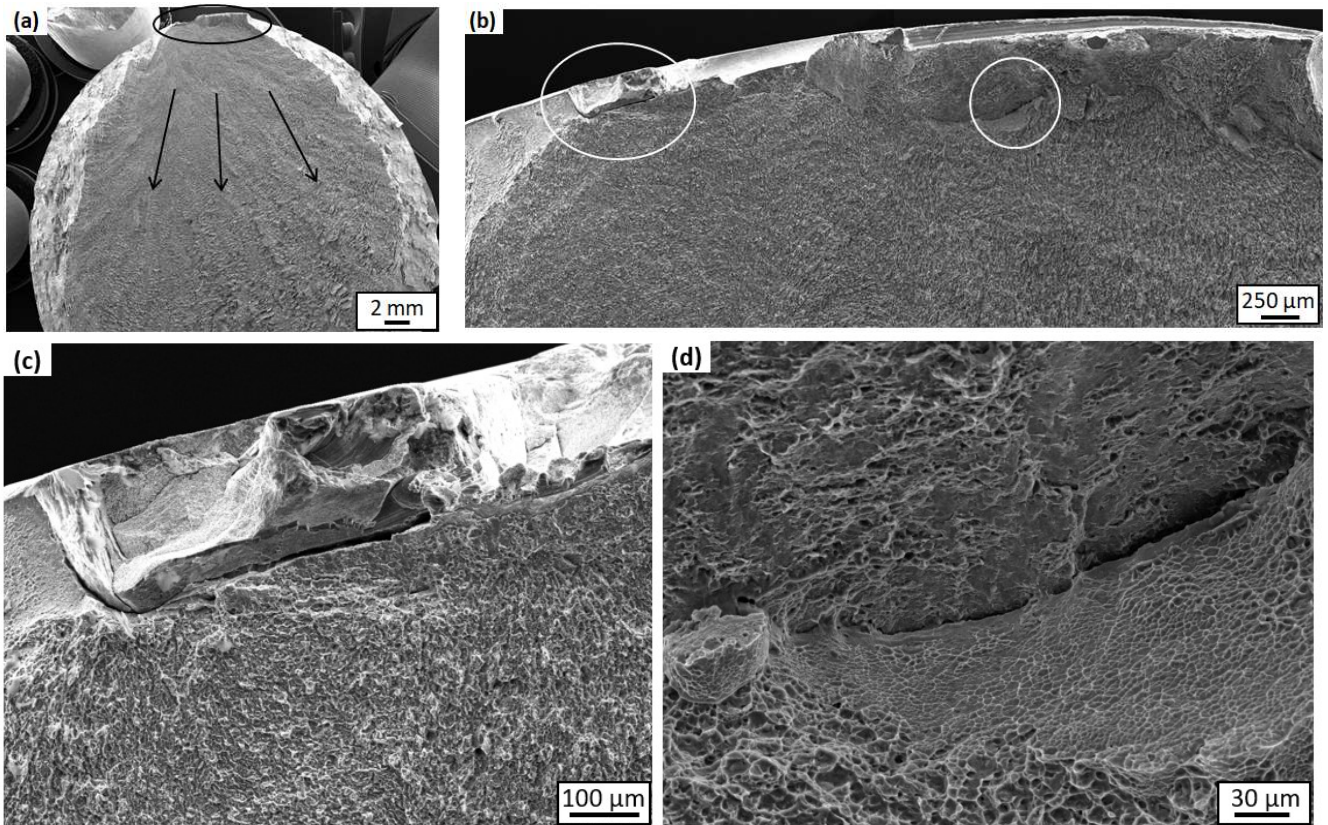


Figure 5-24 : Micrographies MEB (a-d) du faciès de rupture de l'éprouvette Φ 30 numérotée 18 avec des grossissements au niveau des éléments supposés à l'origine de la rupture.

5.3.3. Augmentation de la limite d'élasticité et de l'allongement à rupture en relation avec l'augmentation du volume sollicité

Il a été montré précédemment que les éprouvettes plates peuvent être utilisées pour décrire le régime de comportement I. Elles ont donc permis le suivi de la déformation et l'étude des mécanismes d'endommagement en fonction des différentes dimensions d'éprouvettes.

5.3.3.1. Répartition de la déformation en fonction du volume sollicité

Le suivi de la déformation a été réalisé en considérant les trois dimensions des éprouvettes plates. Il a été effectué *ex-situ* à la suite d'une interruption de l'essai et d'un déchargement de l'éprouvette. Des informations sur l'essai sont disponibles dans le chapitre 2. La Figure 5-25 présente un exemple des champs de déformation (ϵ_{xx}) obtenus.

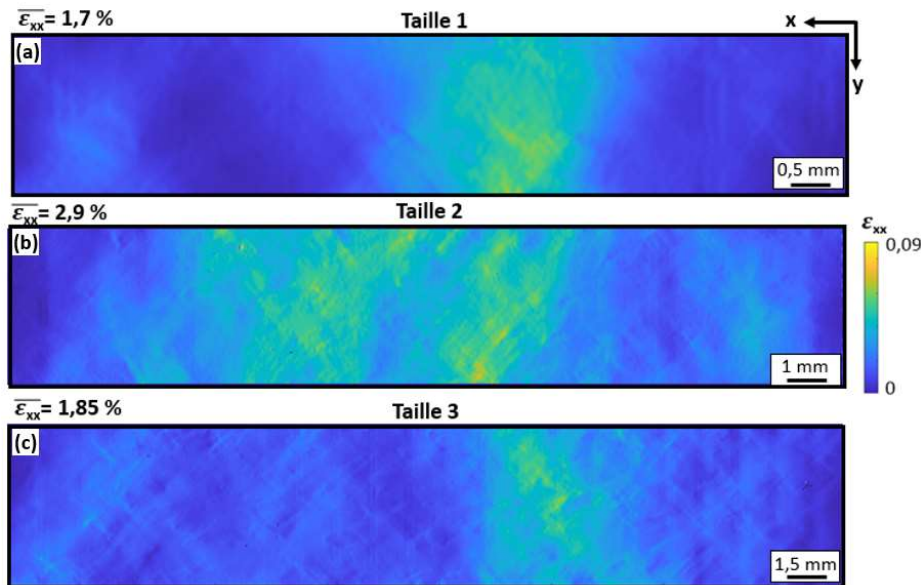


Figure 5-25 : Champs de déformation (ϵ_{xx}) pour la taille 1 (a), 2 (b) et 3 (c) des éprouvettes plates.

Les éprouvettes de différentes tailles contiennent un nombre de grains β très différent. Afin de tenir compte de ces différences, le cisaillement a été mesuré pour une fraction surfacique équivalente pour les trois dimensions d'éprouvettes. Les valeurs d'allongement à rupture en fonction de la valeur du cisaillement pour une fréquence cumulée de 99 % sont présentées sur la Figure 5-26 (a). Les éprouvettes de taille 1, de plus petites dimensions, présentent une localisation de la déformation plus marquée d'environ 3,5 % et des valeurs d'allongement à rupture plus faibles de 6,9 %. La différence de répartition de la déformation pour les éprouvettes de tailles 2 et 3 est plus subtile. On en déduit que la diminution des valeurs d'allongement à rupture avec la diminution du volume sollicité semble liée à la réduction du nombre de grains β dans la section utile. En effet, plus le volume sollicité diminue et plus la déformation est localisée car elle se répartie sur un nombre de grains β plus faible.

La zone de prélèvement des éprouvettes a également été considérée étant donné qu'il a été montré qu'elle peut influencer les propriétés mécaniques. Les éprouvettes provenant de l'éprouvette Φ 30 numérotée 27 ont des allongements à rupture plus faibles et une localisation du cisaillement plus prononcée d'environ 5,1 % contre seulement 3,0 % et 2,7 % pour celles issues les éprouvettes Φ 30 numérotées 24 et 18.

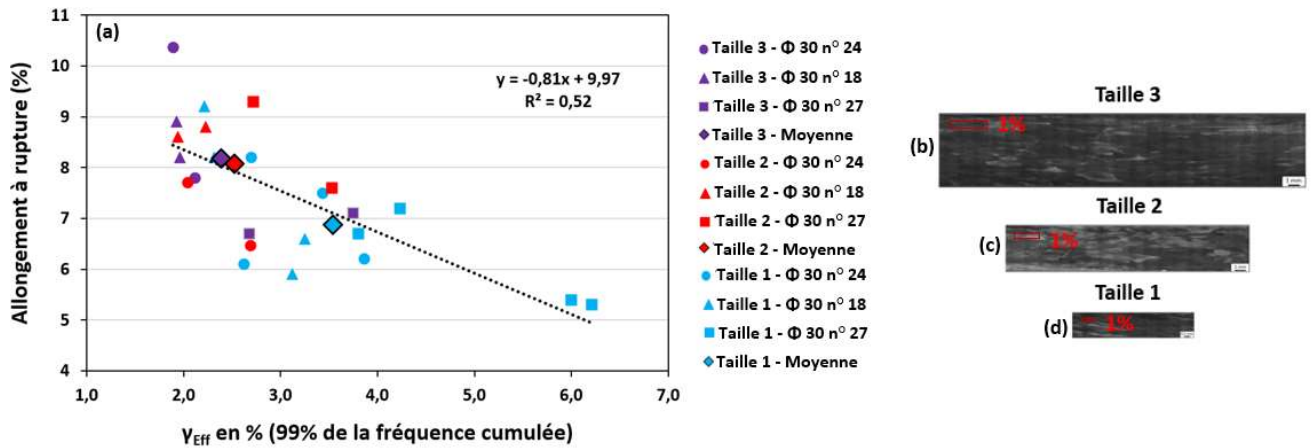


Figure 5-26 : Valeurs d’allongement à rupture des éprouvettes plates en fonction de la valeur du cisaillement (a) pour une fréquence cumulée de 99%. Les micrographies optiques montrent la surface prise en compte pour les trois dimensions d’éprouvettes lorsque 99% de la fréquence cumulée est considérée (b-d).

Afin de comprendre le caractère plus prononcé de la localisation de la déformation pour les éprouvettes provenant de l’éprouvette Φ 30 numéroté 27, une étude des orientations cristallographiques de la phase β a été réalisée sur la Figure 5-27. L’éprouvette Φ 30 numérotée 27 montre une texture différente des deux autres éprouvettes, avec la présence d’une fraction surfacique plus élevée de grains β orientés [111]. Cette observation est en accord avec les valeurs de limite d’élasticité plus élevées de ces éprouvettes à la Figure 5-23. Le caractère plus marqué de la déformation dans les éprouvettes provenant de l’éprouvette Φ 30 numérotée 27 pourrait ainsi être dû aux hétérogénéités de texture locale provoquées par la présence de grains β avec une orientation [111] ou [001]. Cela confirme l’influence de la texture locale sur les propriétés mécaniques.

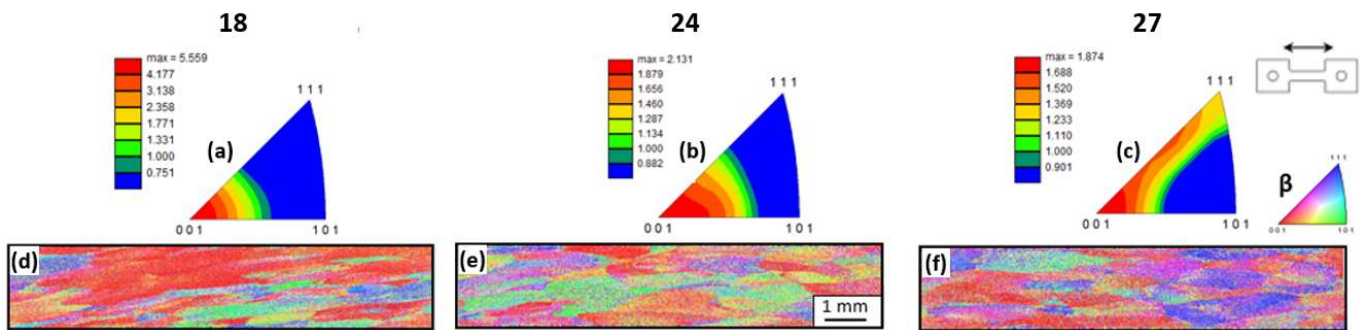


Figure 5-27 : Distribution des orientations cristallographiques de la phase β tracées sur une figure de pôles inverses (a-c) et orientations cristallographiques de la phase β (d-f) suivant la direction de sollicitation, pour trois éprouvettes de taille 1 provenant des éprouvettes Φ 30 numérotées 18, 24 et 27.

5.3.3.2. Mécanismes d'endommagement en fonction du volume sollicité

La différence de volume sollicité entre les micro-éprouvettes et les éprouvettes conventionnelles a mis en évidence une amélioration de la ductilité avec l'augmentation du volume sollicité. Cependant, la diversité des mécanismes d'endommagement et des directions de prélèvement lors de ces essais impactent les dimensions des fissures. L'endommagement des éprouvettes a donc été influencé par ces paramètres et non pas uniquement par le volume sollicité.

Afin de tenir compte seulement du volume sollicité, les faciès de rupture des éprouvettes plates ont été caractérisés, comme mis en évidence sur la Figure 5-28. Des « plots » ont systématiquement été identifiés. La présence de plusieurs « plots » peut également être observée. Ils sont situés essentiellement au centre pour les éprouvettes plates de tailles 2 et 3. Pour celles de taille 1, ils sont aussi localisés en surface à cause de la dimension des grains β .

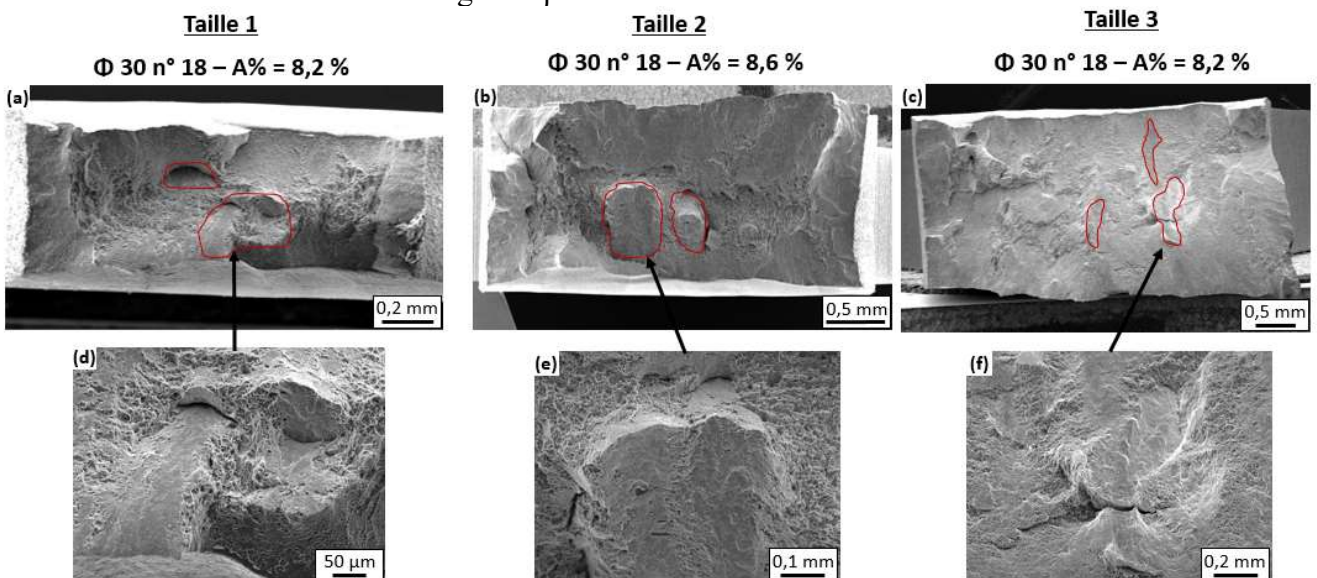


Figure 5-28: Micrographies MEB des faciès de rupture d'éprouvettes plates de tailles 1 (a) et (d), 2 (b) et (e) et 3 (c) et (f). Un grandissement au niveau d'un « plot » est également montré pour chacune des éprouvettes.

La totalité des éprouvettes plates semble ainsi présenter le même mécanisme d'endommagement. L'aire des « plots » a été obtenue par une délimitation manuelle sur le faciès de rupture. Une augmentation de l'aire cumulée des « plots » est observée avec l'augmentation des dimensions des éprouvettes sur la Figure 5-29. Elle est d'environ $0,09 \text{ mm}^2$ pour les éprouvettes de taille 1, alors qu'elle est respectivement de $0,22$ et $0,47 \text{ mm}^2$ pour les éprouvettes de taille 2 et 3. Cependant, après normalisation, les trois dimensions d'éprouvettes présentent des rapports surfaciques de « plots » similaires pour un allongement à rupture donné. Les dimensions du « plot » sont dictées par la taille des grains β . Or, ces derniers ont des dimensions similaires pour l'ensemble des éprouvettes. L'augmentation de l'aire cumulée des « plots » est donc provoquée par une augmentation du nombre de « plots ». Le nombre moyen de « plots » est d'environ 1,7 pour les éprouvettes de taille 1 contre 2,4 et 3,8 pour les éprouvettes de taille 2 et 3. Les éprouvettes de plus grandes dimensions présentent une meilleure ductilité car elles semblent nécessiter un nombre de fissures plus élevé pour rompre.

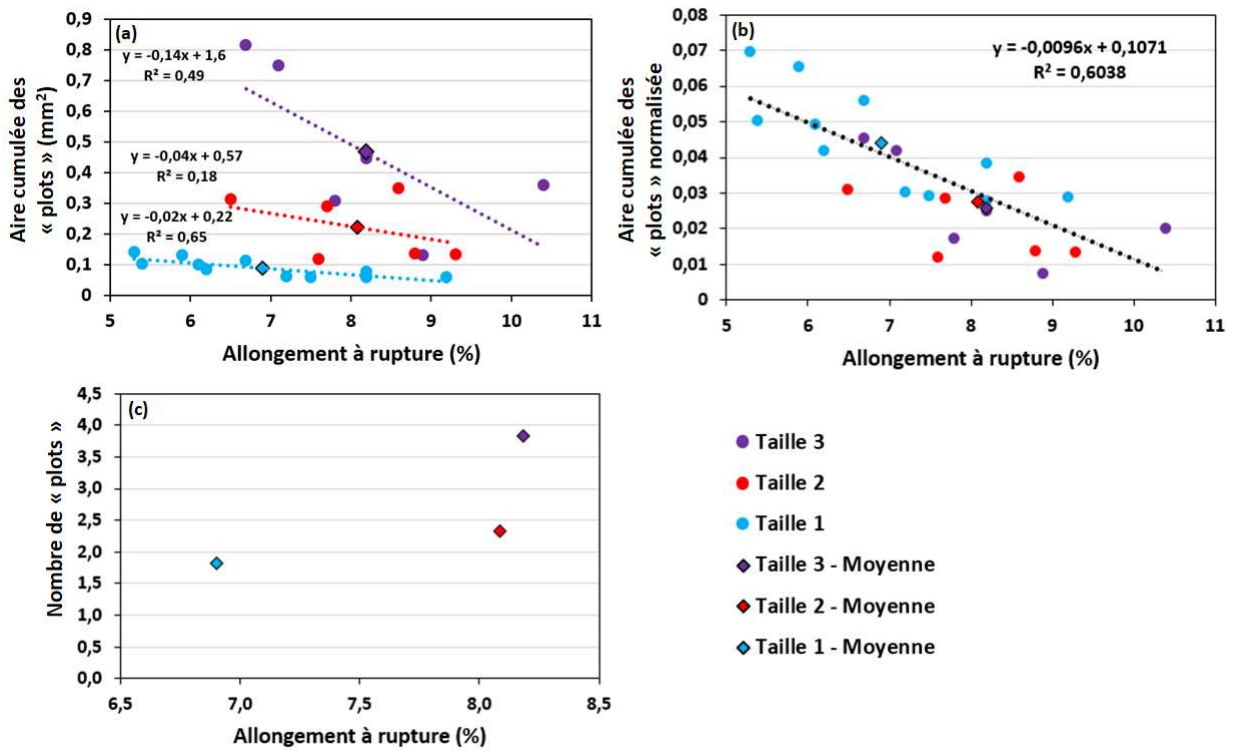


Figure 5-29 : Aire cumulée des « plots » en fonction des valeurs d’allongement à rupture pour les éprouvettes plates (a). L’aire cumulée des « plots » a également été normalisée par la section utile des éprouvettes (b). Moyenne du nombre de « plots » pour les trois tailles d’éprouvettes en fonction des valeurs d’allongement à rupture (c).

5.3.3.3. Synthèse

Il a été montré qu’une augmentation du volume sollicité semble entrainer une répartition plus homogène de la déformation. Or, il a été observé que plus la déformation est localisée et plus les valeurs d’allongement à rupture diminuent. De plus, une augmentation du volume sollicité semble réduire la criticité des fissures. Ces observations mettent en évidence le fait que l’augmentation des propriétés mécaniques pour le régime I est basée sur la diminution de la fraction volumique de l’éprouvette occupée par un grain β . La Figure 5-30 représente la relation entre l’allongement à rupture et le volume de la partie utile des éprouvettes étant donné que les dimensions des grains β sont identiques entre les éprouvettes.

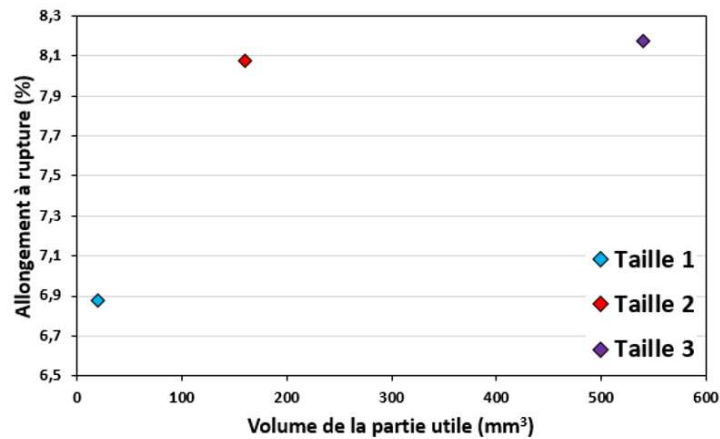


Figure 5-30 : Valeurs d’allongement à rupture en fonction du volume de la partie utile pour les trois dimensions d’éprouvettes étudiées.

5.3.4. Augmentation des dimensions des éprouvettes et diminution de l'allongement à rupture

L'influence du volume sollicité sur le comportement mécanique de l'alliage de Ti-1023 dans le régime II est analysée dans cette partie. Pour pouvoir réaliser cette étude, il est nécessaire d'avoir des éprouvettes de dimensions supérieures à l'étude précédente. L'utilisation d'éprouvettes plates n'est pas adaptée à cause de la limite de capacité de la machine. Une étude des faciès de rupture et des coupes longitudinales des éprouvettes Φ 30 rompues a donc été effectuée.

5.3.4.1. Comparaison des faciès de rupture des éprouvettes cylindriques

Les faciès de rupture des éprouvettes Φ 30 présentent un amorçage de la fissure principale facilement identifiable sur la Figure 5-31. En effet, les cupules couvrant le faciès de rupture ont une topographie qui suggère une propagation de l'endommagement depuis la zone entourée en noir. On remarque que cette zone d'amorçage peut être localisée soit en surface de l'éprouvette soit en son centre. L'éprouvette avec l'allongement à rupture le plus faible présente un amorçage en surface.

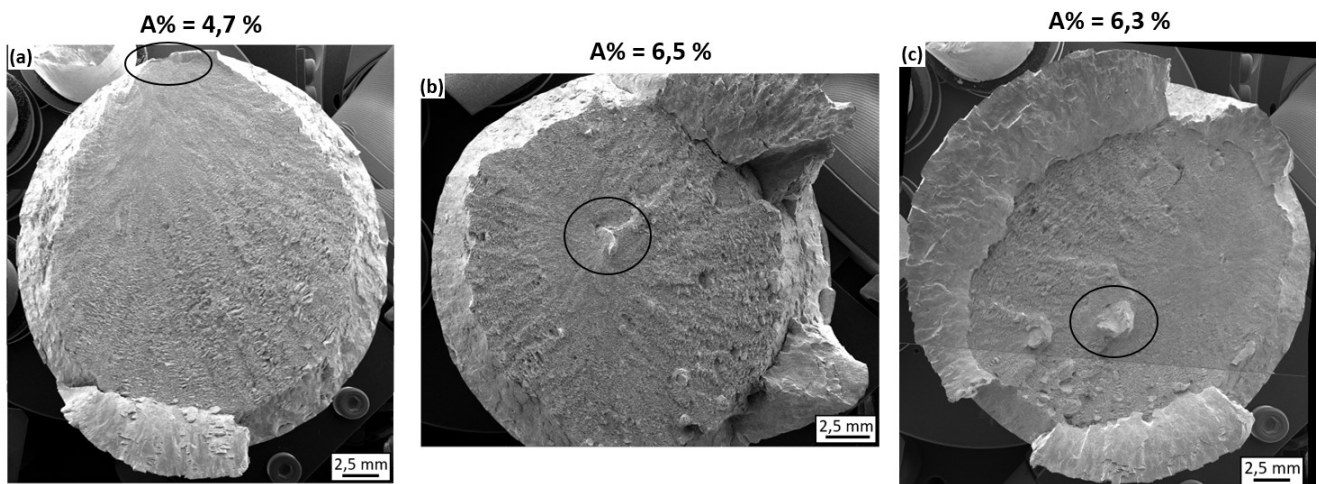


Figure 5-31 : Micrographies MEB (a-c) de trois faciès de rupture typiques des éprouvettes Φ 30. Les allongements à rupture des éprouvettes sont 4,7 % (a), 6,5 % (b) et 6,3 % (c). La zone d'amorçage supposée de la fissure principale est entourée en noir.

Une analyse plus fine de l'un de ces faciès de rupture est présentée sur la Figure 5-32. La zone visiblement à l'origine de la fissure principale est illustrée par la Figure 5-32 (b). Cette zone présente une topographie typique d'un « plot » qui présente une aire de $0,689 \text{ mm}^2$. Cette valeur est proche de celle de l'aire moyenne d'un grain β dans le plan LR, qui est d'environ $0,7 \text{ mm}^2$. Le faciès de rupture montre également la présence d'autres « plots » de plus petites dimensions, ainsi que d'un de plus grandes dimensions en surface de l'éprouvette. L'absence de « facettes » est également à noter et cohérente avec l'orientation morphologique des grains β allongés suivant la direction de traction.

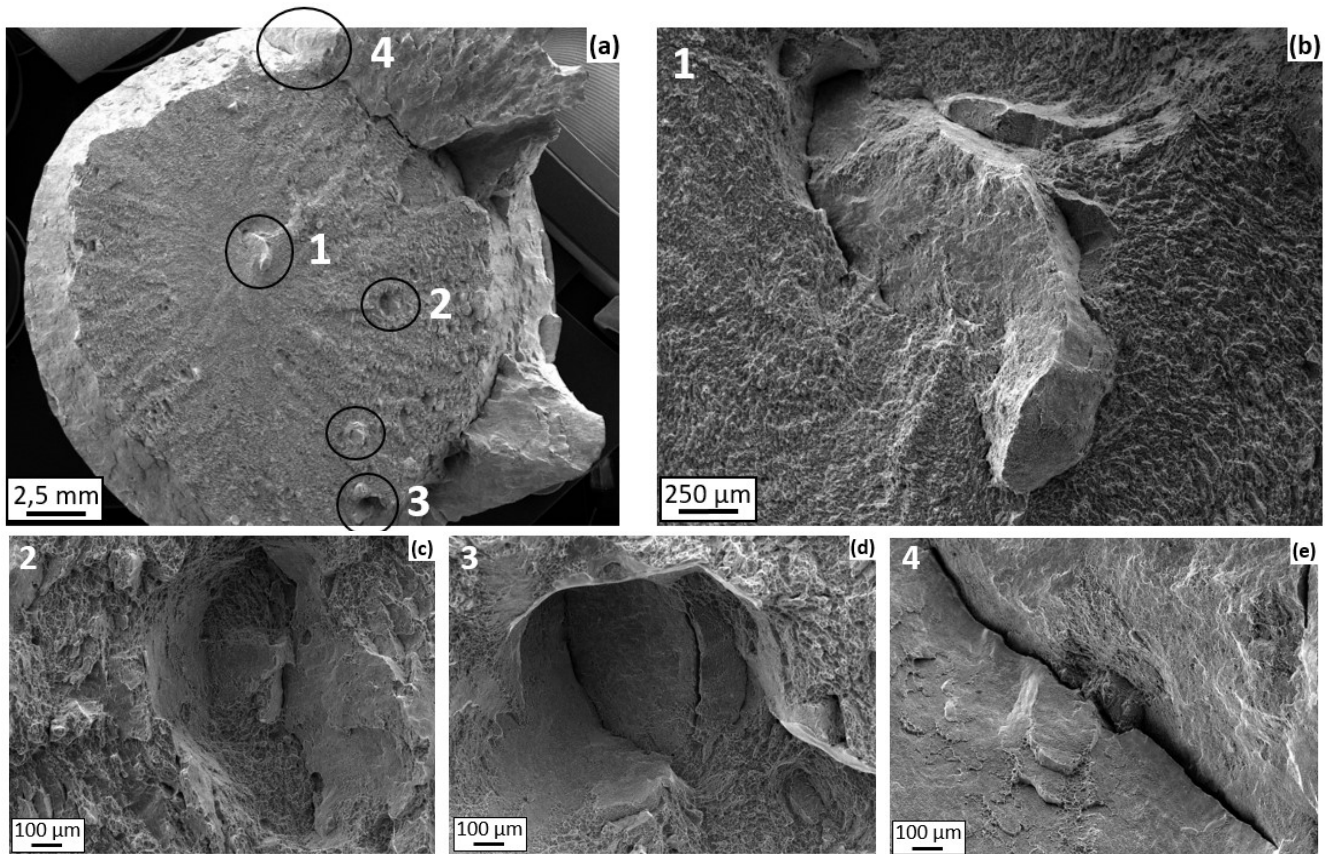


Figure 5-32 : Micrographies MEB (a-e) du faciès de rupture d'une éprouvette Φ 30 avec un allongement à rupture de 6,5 %. Grandissements au niveau de « plots » identifiés sur le faciès de rupture.

Une quantification de l'aire du « plot » principal, ainsi que de l'ensemble des « plots » sur le faciès de rupture est illustrée sur la Figure 5-33. L'éprouvette Φ 30 numérotée 18 avec une rupture incomplète n'a pas été prise en compte. Comme attendu, on observe bien une diminution des valeurs d'allongement à rupture avec l'augmentation de l'aire cumulée des « plots ». On remarque que lorsque la fissure principale débute en surface l'allongement à rupture est plus faible avec des valeurs de 5,5 % et 4,7 %. Celle avec une valeur de 4,7 % correspond à l'éprouvette Φ 30 numérotée 18. De plus, le « plot » principal peut représenter jusqu'à 0,5 % de l'aire totale de l'éprouvette. La localisation et les dimensions du site à l'origine de la fissure principale semblent donc influencer les valeurs d'allongement à rupture.

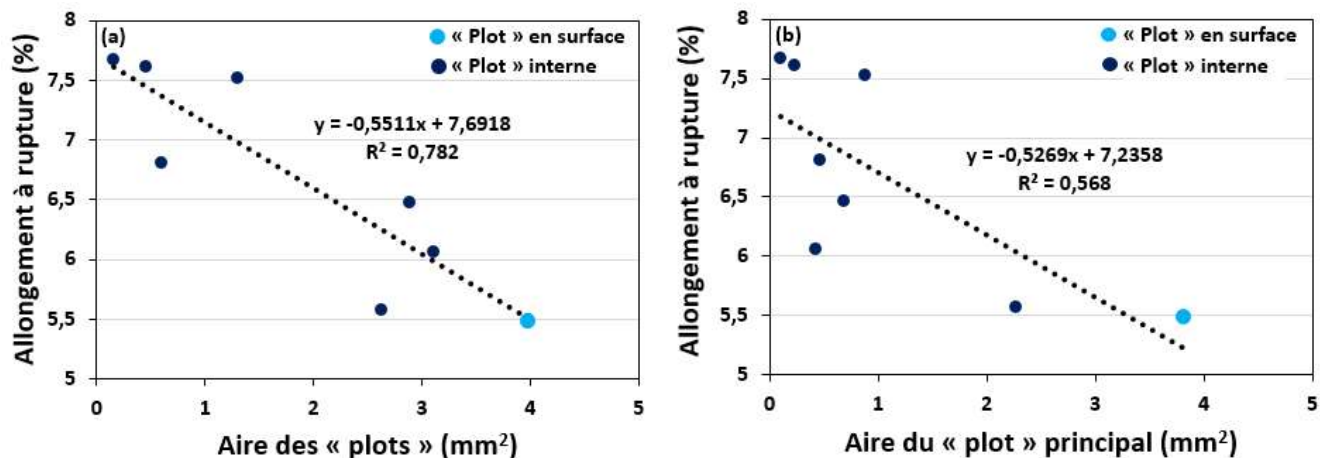
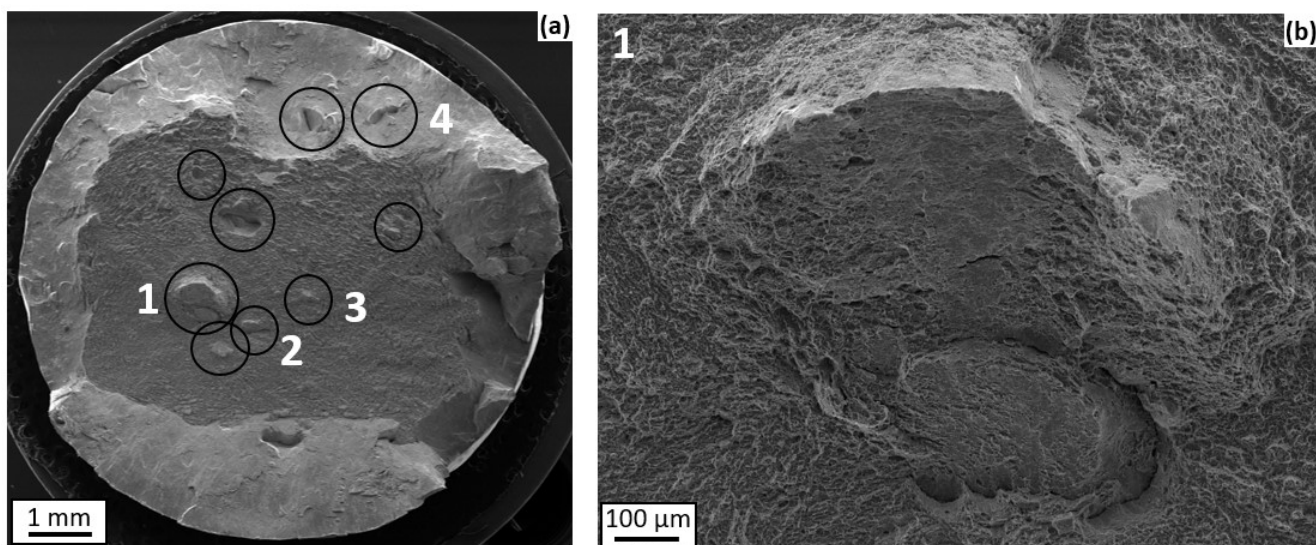


Figure 5-33 : Valeurs d'allongement à rupture des éprouvettes $\Phi 30$ en fonction de l'aire cumulée des « plots » (a) et de l'aire du « plot » principal (b).

Une comparaison des caractéristiques du faciès de rupture des éprouvettes $\Phi 30$ a été réalisée avec les éprouvettes $\Phi 4$ et $\Phi 10$. La zone d'amorçage de la fissure principale est plus facilement identifiable pour l'éprouvette $\Phi 10$ que $\Phi 4$ sur la Figure 5-34. On remarque, comme pour les éprouvettes $\Phi 30$, que la fissure principale est systématiquement associée à la formation d'un « plot ». La présence d'autres « plots » est également identifiée.



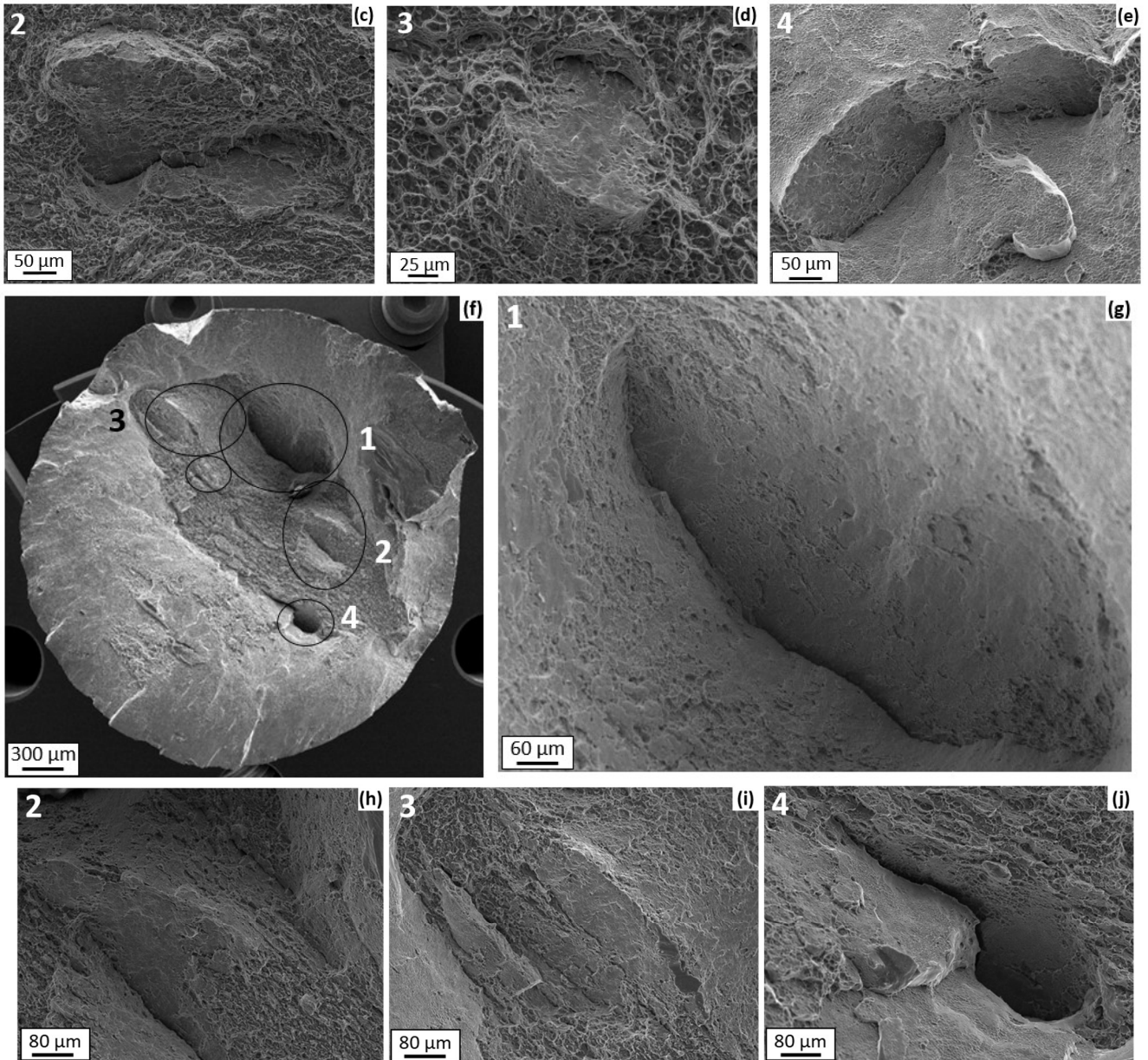


Figure 5-34 : Micrographies MEB du faciès de rupture d'une éprouvette Φ 10 avec un allongement à rupture de 9,5 % (a-e), ainsi que d'une éprouvette Φ 4 avec un allongement à rupture de 5,2 % (f-j).

Une quantification a été réalisée afin de comparer l'aire associée au « plot » principal pour les différentes dimensions d'éprouvettes, puisqu'il représente entre environ 1,5 % et 7 % de l'aire totale des « plots » pour les éprouvettes Φ 30. Les valeurs moyennes d'allongements à rupture des éprouvettes Φ 4 et Φ 10 sont respectivement de 6,9 % et 7,6 % pour une aire du « plot » principal de 0,16 mm² et 0,35 mm² sur la Figure 5-35. La probabilité d'avoir des configurations critiques est donc corrélée au volume des éprouvettes. Une normalisation de l'aire du « plot » principal par l'aire de la section utile sur la Figure 5-35 (b), montre que les éprouvettes Φ 4 et Φ 10 présentent des allongements à rupture relativement similaires pour une aire du « plot » principal donnée. Ces observations sont similaires à celles des éprouvettes plates qui montrent une amélioration de l'allongement à rupture avec la diminution de la fraction volumique des grains β .

Toutefois, on constate que l'aire du « plot » principal normalisée pour les éprouvettes $\Phi 10$ présente des valeurs inférieures aux éprouvettes $\Phi 4$. Elles ne dépassent pas environ 0,01 contre environ 0,03 au maximum pour les éprouvettes $\Phi 4$. Pour les éprouvettes plates, cette différence a été également observée notamment pour les éprouvettes de taille 1 qui présentent des valeurs maximales de 0,07 contre 0,05 pour les éprouvettes de taille 2 et 3. Cela semble s'accroître pour les éprouvettes $\Phi 30$ avec une aire relativement faible inférieure à 0,005. On en déduit que la criticité des « plots » dans les éprouvettes $\Phi 30$ est accrue avec une aire allant jusqu'à 3,8 mm² contre des valeurs inférieures à 1 mm² pour les éprouvettes $\Phi 10$ et 4. Le comportement des éprouvettes $\Phi 10$ suggère qu'elles présentent une aire de section utile (~79 mm²) proche de la transition entre les régimes I et II au-delà de laquelle l'augmentation du volume sollicité entraîne une diminution de l'allongement à rupture des éprouvettes. Les dimensions des fissures semblent alors être un élément majeur dans la rupture de l'éprouvette.

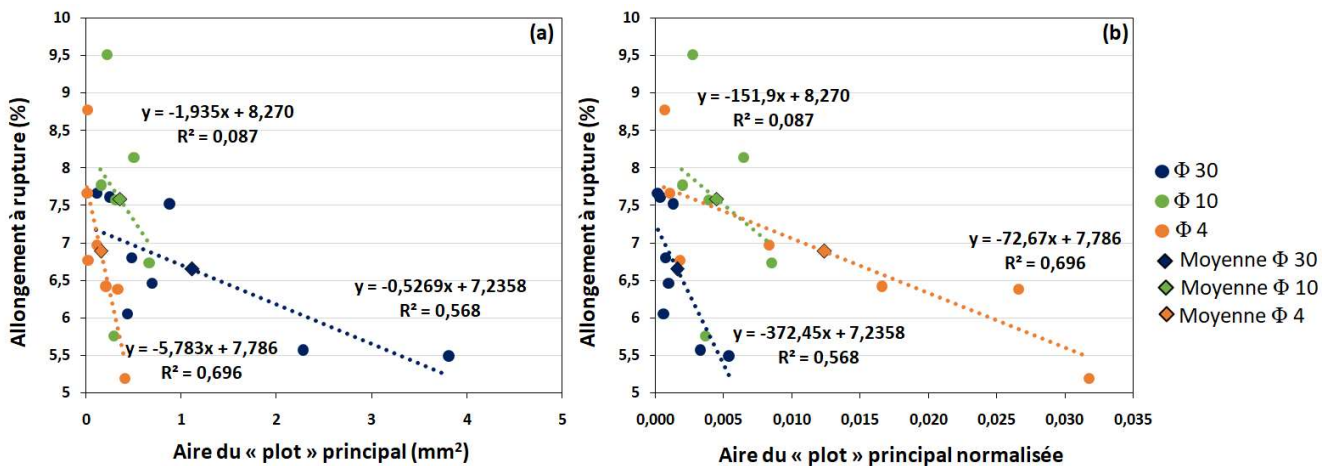


Figure 5-35 : Valeurs d'allongement à rupture des éprouvettes $\Phi 30$, $\Phi 10$ et $\Phi 4$ en fonction (a) de l'aire du « plot » principal. Une normalisation par l'aire de la section utile des éprouvettes a également été réalisée (b).

5.3.4.2. Volume sollicité et probabilité d'endommagement des grains β

La relation entre l'augmentation du volume sollicité, influant sur la probabilité d'endommagement des grains β , et les valeurs d'allongement à rupture a été étudiée au travers d'un modèle de Weibull. Ce modèle permet de modéliser la rupture pour des matériaux fragiles, contrôlée par la présence d'un défaut critique [Weibull, 1951]. Cette notion de défaut critique est analogue à la formation du « plot » principal dans notre étude. Le modèle de Weibull est basé sur le calcul de la probabilité de trouver un "maillon faible" dans le matériau. Il repose sur une loi de Poisson, décrite avec l'Équation 5-1, qui permet de déterminer la probabilité de trouver des défauts activés, k , dans un volume V .

$$P_k(V) = \frac{(\lambda V)^k}{k!} e^{-\lambda V} \quad \text{Équation 5-1}$$

Le paramètre λ correspond à une densité d'activation des défauts pour le matériau. Lorsque $k=0$, aucune rupture de l'échantillon n'est constatée. La probabilité de survie du matériau peut alors être déterminée avec l'Équation 5-2.

$$P_{k=0}(V) = e^{-\lambda V} \quad \text{Équation 5-2}$$

Pour des valeurs de $k > 1$, la rupture de l'échantillon est observée et provoquée par l'activation d'au moins un défaut. L'influence de la contrainte appliquée a été intégrée au paramètre k par le biais de l'Équation 5-3. Plus la contrainte augmente et plus le paramètre λ augmente.

$$\lambda = \frac{1}{V_0} \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \quad \text{Équation 5-3}$$

Le paramètre m correspond au module de Weibull. Il permet de décrire la dispersion des défauts définis par λ . Plus il est petit et plus la répartition des défauts est hétérogène et la dispersion des contraintes à rupture est élevée. Les deux autres paramètres V_0 et σ_0 sont l'échelle du volume étudié et la contrainte moyenne d'activation. La probabilité de rupture du matériau P_f d'un volume V peut alors être mise sous la forme de l'Équation 5-4, en considérant que $P_f = 1 - P_s$.

$$P_f = 1 - \exp\left[-\frac{V}{V_0} \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m\right] \quad \text{Équation 5-4}$$

Le modèle de Weibull a été adapté étant donné que les éprouvettes présentent une rupture ductile. La probabilité de rupture des éprouvettes a été considérée selon l'Equation 5-1, avec ε_{pl} et ε_0 qui correspondent respectivement au niveau de déformation plastique lors de la rupture et à la déformation élastique de l'éprouvette [Clément, 2010].

$$P_f = 1 - \exp\left[-\frac{V}{V_0} \left(\frac{\varepsilon_{pl}}{\varepsilon_0} \right)^m\right] \quad \text{Équation 5-5}$$

La détermination des paramètres de Weibull a été effectuée en considérant les essais de traction réalisés respectivement sur 32 et 16 éprouvettes $\Phi 10$ et $\Phi 30$. Une probabilité de rupture a été donnée pour chaque éprouvette en fonction de leur valeur de déformation plastique à rupture. L'équation de Weibull a ensuite été mise sous la forme $Y = mX + B$ afin de déterminer le module de Weibull m et le facteur d'échelle défini par $V_0\varepsilon_0^m$, comme le montre l'Equation 5-2.

$$\ln[-\ln(1 - P_f)] = m \ln(\varepsilon_{pl}) + \ln\left[\frac{V}{V_0\varepsilon_0^m}\right] \quad \text{Équation 5-2}$$

Précédemment, il a été montré que la rupture des éprouvettes $\Phi 10$ et $\Phi 30$ a lieu dans la zone de striction. Le volume de la zone de striction a donc été considéré dans le modèle de Weibull. Ces dimensions ont été déterminées à partir des données de suivi de marqueurs pour des niveaux de déformation macroscopique proche de la rupture. La valeur moyenne de la déformation mesurée avec l'ensemble des marqueurs a été soustraite de celle mesurée entre chaque marqueur. Les valeurs obtenues ont ensuite été divisées par la valeur maximale afin d'être normalisées. Le profil de déformation obtenu est tracé sur la Figure 5-36. La longueur de la zone de striction a été déterminée en considérant la longueur de la partie utile avec une déformation normalisée supérieure à la valeur seuil de 0,5. Pour la largeur et l'épaisseur, il a été considéré que la déformation de la section utile est homogène. Les dimensions des éprouvettes avant sollicitation ont ainsi été considérées. Les volumes obtenus sont respectivement de $1,1 \times 10^3 \text{ mm}^3$ et $2,2 \times 10^4 \text{ mm}^3$ pour les éprouvettes $\Phi 10$ et $\Phi 30$. Cette méthode de détermination de la zone de striction est arbitraire. Afin d'être plus précis, une caractérisation de l'endommagement dans l'éprouvette pourrait être réalisée.

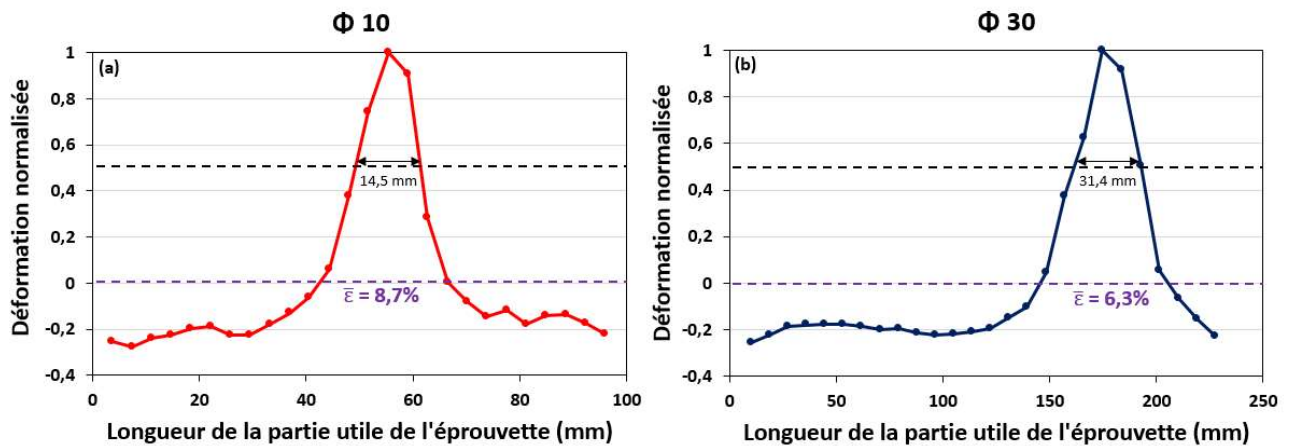


Figure 5-36 : Profils de déformation mesurée par un suivi de marqueurs dans la partie utile des éprouvettes (a) Φ 10 et (b) Φ 30. La longueur de la zone de striction est également indiquée telle que définie.

Les paramètres de Weibull ont ensuite été déterminés en traçant un diagramme, représentant Y en fonction X, pour les éprouvettes Φ 10 et Φ 30 sur la Figure 5-37. La pente de la droite permet d'obtenir le module de Weibull m. L'ordonnée à l'origine correspond au paramètre B qui a été utilisé pour déterminer le facteur d'échelle. Le module de Weibull obtenu est respectivement d'environ 8,9 et 7,1 pour les éprouvettes Φ 10 et Φ 30. On remarque avec les coefficients de corrélation que plus le module est faible et plus la dispersion des déformations plastiques est grande.

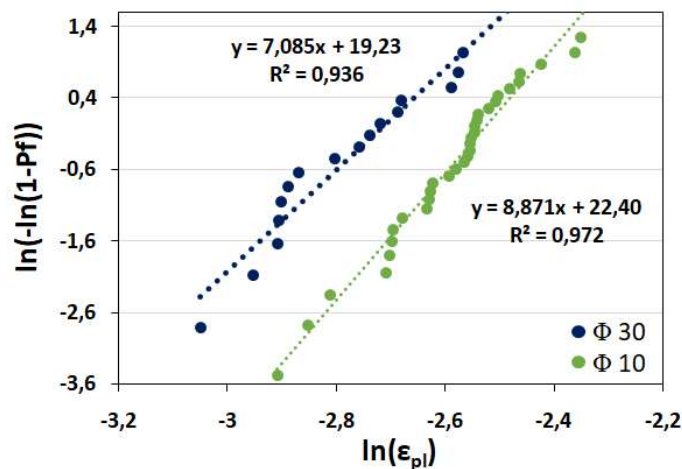


Figure 5-37 : Détermination des paramètres de Weibull à partir de la probabilité de rupture et de la déformation plastique des éprouvettes Φ 10 et Φ 30.

Les valeurs d'allongements à rupture ont été tracées en fonction du volume sollicité pour différentes probabilités de rupture sur la Figure 5-38. Les paramètres de Weibull utilisés proviennent des éprouvettes Φ 10 et Φ 30. On remarque que la totalité des valeurs d'allongement à rupture ne sont pas comprises dans le modèle de Weibull pour des probabilités de rupture entre 20 et 80 %. De plus, la valeur moyenne des éprouvettes Φ 10 est inférieure à celle théorique obtenue avec les paramètres de Weibull des éprouvettes Φ 30 pour une probabilité de rupture de 80 % sur la Figure 5-38 (a). L'inverse est observé pour les éprouvettes Φ 30 avec les paramètres de Weibull des éprouvettes Φ 10 pour une probabilité de rupture de 20 %. Cependant, on remarque que la tendance est qualitativement représentée. Le module de Weibull obtenu pour les éprouvettes Φ 30 est inférieur à celui des éprouvettes Φ 10. Cela signifie qu'elles présentent une plus grande dispersion dans l'activation des défauts que les éprouvettes Φ 10.

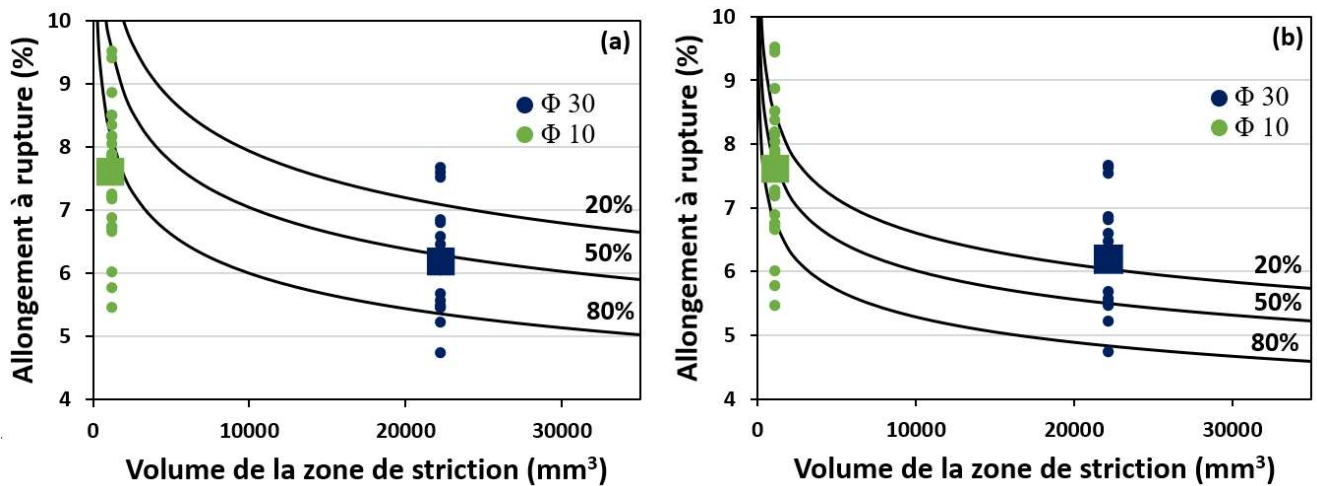


Figure 5-38 : Valeurs d'allongement à rupture en fonction du volume de la zone de striction des éprouvettes. Les données expérimentales des éprouvettes $\Phi 10$ et $\Phi 30$ sont représentées. Les courbes noires correspondent au modèle de Weibull pour des probabilités de rupture de 20 %, 50 % et 80 %. Les paramètres de Weibull utilisés proviennent des essais de traction réalisés sur les éprouvettes $\Phi 30$ (a) et $\Phi 10$ (b).

5.3.4.3. Synthèse

A partir d'un certain volume sollicité, l'augmentation des dimensions des éprouvettes entraîne une diminution de l'allongement à rupture qui est associée à une augmentation de la probabilité de présence de configurations critiques dans la zone de striction. En effet, la fraction surfacique normalisée des « plots » semble diminuer avec l'augmentation du volume sollicité dans le régime II.

5.4. Conclusion

Deux régimes de comportement en traction ont été observés avec l'augmentation du volume sollicité. Le premier correspond à l'augmentation de l'ensemble des propriétés en traction. L'augmentation du volume sollicité permet d'homogénéiser la déformation à l'échelle de l'éprouvette. Cependant, des différences de comportement mécanique sont toujours visibles suivant la zone de prélèvement des éprouvettes. De plus, les éprouvettes de plus grandes dimensions présentent une meilleure ductilité. En effet, elles nécessitent une fraction surfacique cumulée de « plots » plus élevée dans la section utile pour causer la rupture. L'amélioration des propriétés mécaniques pour le régime I est donc basée sur la diminution de la fraction volumique occupée par un grain β dans l'éprouvette.

Le second correspond à la diminution des valeurs d'allongement à rupture avec l'augmentation des dimensions des éprouvettes. Dans ce régime une diminution de la résistance à l'endommagement des éprouvettes a été constaté avec l'augmentation du volume sollicité. Cette diminution peut être liée à l'existence de dimensions critiques de fissures au-delà desquelles la rupture de l'éprouvette se réalise. Ainsi, l'augmentation du volume sollicité accroît la probabilité de présence de configurations critiques provoquant la formation de fissures de grande taille et/ou pour des niveaux de déformation faibles.

Les dimensions des éprouvettes ont donc une influence non négligeable sur les propriétés mécaniques. Les normes préconisent des dimensions respectant la relation $L_0 = k \cdot \sqrt{S_0}$ avec L_0 la longueur de la partie utile et S_0 la surface de la section utile [NF ISO 6892-1, 2019]. Les normes montrent que la dispersion est accrue pour des surfaces S_0 inférieures à $12,5 \text{ mm}^2$. Cependant, elles ne prennent pas en compte la variation des propriétés mécaniques avec l'augmentation des dimensions des éprouvettes pour des microstructures constituées de grains de taille millimétrique. Les dimensions des éprouvettes définies dans les normes ne semblent donc pas adaptées pour décrire correctement le comportement mécanique pour les alliages de titane β -métastable. Par exemple, il serait intéressant de déterminer les dimensions du VER avec des éprouvettes de plus grandes tailles afin de définir des dimensions adaptées d'éprouvette pour les essais de traction. De plus, il est essentiel de tenir compte du volume sollicité lors de l'étude du comportement mécanique en laboratoire du Ti-1023 et des alliages β -métastables en général.

Conclusions générales et perspectives

Conclusions générales et perspectives

Ce travail de thèse s'inscrit dans un esprit de compréhension des relations entre la microstructure, résultante des étapes de mises en forme, et les propriétés mécaniques. Il est centré sur la compréhension de l'anisotropie et la variabilité des propriétés mécaniques en traction du Ti-1023 en relation avec la microstructure à l'échelle des grains β et le volume sollicité.

Le chapitre bibliographique a permis d'introduire les connaissances antérieures concernant les alliages de titane β -métastable principalement, qui présentent une forte sensibilité aux traitements thermomécaniques. Ce chapitre a explicité l'influence des différents traitements sur la microstructure et les propriétés mécaniques résultantes. Une attention spécifique a été portée sur les mécanismes de déformation et d'endommagement opérant dans ces alliages. Il a été constaté que l'essentiel des articles est focalisé sur la microstructure interne aux grains β et les relations entre ses caractéristiques et les propriétés mécaniques. En effet, il n'existe pas d'études complètes concernant l'implication des grains β dans les mécanismes de déformation et d'endommagement pour un alliage β -métastable sollicité en traction. Cependant, un nombre restreint d'études a montré une interdépendance des mécanismes de déformation entre les phases α et β . De plus, les contributions respectives des textures morphologiques et cristallographiques sur les mécanismes de déformation et d'endommagement n'ont également pas été clairement identifiés bien qu'un effet notable soit avéré. Il a également été observé un impact du volume sollicité, au sens de la taille des éprouvettes en fonction de la taille des grains, sur la variabilité des propriétés mécaniques. Toutefois, les études présentées concernent des microstructures relativement simples en comparaison de celles étudiées dans ce travail de thèse. L'influence du volume sollicité sur les propriétés mécaniques n'a pas été étudiée à notre connaissance dans le cas d'alliages de titane β -métastable avec des microstructures plus complexes et multi-échelles.

La microstructure étudiée dans le cadre de cette thèse est une microstructure bimodale constituée de grains β de taille millimétrique dans lesquels a précipité de la phase α sous forme de nodules α_p et de lamelles α_s . Cette microstructure, utilisée industriellement, a été sélectionnée car elle présente le meilleur compromis entre la résistance mécanique et la ductilité. Les matériaux étudiés ont été traités thermiquement de façon identique afin d'obtenir des caractéristiques similaires de la phase α . Dans le cas des billettes de diamètre 280 et 125 mm, les différences microstructurales observées sont donc essentiellement liées aux grains β . Différentes directions de prélèvement ont alors été utilisées afin de faire varier l'orientation de la direction de chargement de l'éprouvette par rapport à la billette. Il a été observé une anisotropie marquée des propriétés mécaniques, notamment pour l'allongement à rupture. La sensibilité du comportement en traction du Ti-1023 par rapport à l'anisotropie microstructurale à l'échelle des grains β a été étudiée. Il a été montré qu'une réduction des dimensions des grains β améliore à la fois la résistance mécanique et l'allongement à rupture. De plus, il a été observé qu'une fraction élevée de grains β avec une orientation [001] tend à augmenter les valeurs d'allongement à rupture mais diminue la résistance mécanique. Pour l'orientation [111] l'influence sur les propriétés mécaniques est inversée.

Afin de comprendre l'origine de ces tendances, une étude des mécanismes de déformation et d'endommagement à l'échelle des grains β a été réalisée. Il a été montré que la localisation de la déformation a un rôle important sur les valeurs d'allongement à rupture. En effet, l'élément microstructural où se localise la déformation a un impact sur le mécanisme d'endommagement actif. Il a été observé que les grains β avec une orientation [001] présentent une localisation préférentielle de la déformation. De plus, l'orientation morphologique et les dimensions des grains β ont également un rôle important dans la localisation de la déformation. Trois mécanismes d'endommagement ont été identifiés.

Le premier correspond à la formation d'une fissure au niveau d'un joint de grain β entraînant la formation d'une « facette » sur le faciès de rupture. Ce mécanisme opère dans des conditions particulières d'orientations morphologique et cristallographique des grains β . Pour qu'il y ait rupture au joint de grain, la normale au plan du joint de grain doit être orientée à 45° de la direction de traction et la phase β doit présenter un comportement « dur ». Un joint de grain de grandes dimensions et avec un caractère planaire est propice à la formation de « facettes », qui entraînent une valeur d'allongement à rupture basse. Le second mécanisme d'endommagement identifié correspond au mécanisme principalement rencontré dans le Ti-1023 sollicité en traction avec une microstructure bimodale. Il correspond à une rupture transgranulaire β au sein d'un grain avec une orientation [110]. Une localisation prononcée de la déformation a été observée dans certaines lamelles α_s . L'endommagement se propage alors au travers du grain β le long de lignes de glissement marquées. Le faciès de rupture associé à ce mécanisme d'endommagement est caractéristique, avec la présence d'un « plot ». Le dernier mécanisme identifié a lieu en l'absence des deux autres. Il correspond à la coalescence de cavités à l'intérieur d'un grain avec une orientation [001], où se localise la déformation. Il a été observé que le niveau de la déformation locale influence également les valeurs d'allongement à rupture. La répartition de la déformation et les mécanismes d'endommagement sont donc dépendants des orientations cristallographique et morphologique des grains β , qui déterminent donc les propriétés mécaniques. Toutefois, l'étude de la localisation marquée de la déformation dans certaines lamelles α_s des grains β avec une orientation [110] mériterait d'être approfondie. La réalisation d'observations plus fines de la déformation dans ces lamelles par microscopie électronique en transmission pourrait être une perspective.

De plus, l'influence du volume sollicité sur les propriétés mécaniques a été étudiée. Des essais de traction ont été réalisés sur des éprouvettes de différentes dimensions provenant de la même matière. Une amélioration des valeurs de résistance mécanique et de limite d'élasticité avec l'augmentation des dimensions des éprouvettes a été constatée. Cependant, pour les valeurs d'allongement à rupture deux régimes ont été identifiés. Une meilleure compréhension de ces deux régimes de comportement a alors été mise en œuvre. L'augmentation des propriétés mécaniques avec l'augmentation des dimensions des éprouvettes est liée à l'homogénéisation de la déformation et à une amélioration de la résistance à l'endommagement à l'échelle de l'éprouvette. En effet, la déformation est répartie de façon plus homogène avec l'augmentation des dimensions des éprouvettes. Une meilleure résistance à la propagation de fissures a également été observée. En effet, des analyses tomographiques réalisées sur des éprouvettes déformées ont montré la formation de fissures non impliquées dans la rupture. La notion de criticité des fissures formées a alors été introduite. Il a également été observé qu'une variation des dimensions des éprouvettes ne modifie pas les mécanismes d'endommagement potentiellement activés. Cependant, une compétition accrue entre les différents mécanismes d'endommagement a été constatée avec l'augmentation des dimensions des éprouvettes.

Le second régime de comportement correspond à la diminution des valeurs d'allongement à rupture au-delà d'un volume seuil, dont la transition a lieu autour des éprouvettes de diamètre 10 mm. Il a été montré que ce phénomène est lié à l'augmentation de la probabilité de rupture des éprouvettes. L'augmentation du volume sollicité entraîne une augmentation de la probabilité de contenir des configurations de microstructures critiques. Il serait donc intéressant de déterminer le VER du Ti-1023. De plus, cette notion de VER permettrait de déterminer les dimensions les plus adéquates pour décrire le comportement des pièces de service en Ti-1023.

Ce travail de thèse a donc permis de faire avancer la compréhension du comportement mécanique des alliages de titane β -métastable. Des tendances ont été mises en évidence pour optimiser la résistance à l'endommagement de ces alliages. Cependant, la microstructure « idéale » est difficilement atteignable par les procédés de mises en forme étant donné que la plupart des paramètres microstructuraux sont interdépendants. Pour l'étude du comportement des alliages β -métastable, il est donc nécessaire de considérer les différentes échelles microstructurales. De plus, il a été montré que les éprouvettes, pour les essais mécaniques, définies dans les normes ne sont peut-être pas représentatives des pièces en service. Les dimensions des éprouvettes pourraient ainsi être reconsidérées afin d'améliorer le dimensionnement des composants.

Pour aller plus loin, il serait intéressant d'étudier l'influence de la microstructure à l'échelle des grains β et du volume sollicité sur les mécanismes de déformation et d'endommagement en fatigue du Ti-1023. En effet, des études ont été réalisées sur les alliages de titane β -métastable sous sollicitation cyclique. Il a été montré une influence de la phase β sur l'amorçage des fissures en fatigue [Helstroffer, 2018] [Duval, 2013]. Cependant, une étude plus spécifique, comme celle réalisée dans le cadre de cette thèse, serait nécessaire pour mieux comprendre les phénomènes observés lors d'une sollicitation en service. Une simulation numérique du comportement mécanique en traction du Ti-1023 pourrait également être une perspective afin de prédire à partir d'une caractérisation microstructurale à l'échelle des grains β les propriétés mécaniques résultantes. Cela faciliterait l'optimisation des traitements thermomécaniques et permettrait également d'étudier plus en détails l'influence du volume sollicité sur les variations de propriétés mécaniques. Des essais de traction complémentaires avec des éprouvettes de grandes dimensions pourraient aussi être envisagés avec une microstructure à l'échelle des grains β différentes afin de confirmer les conclusions obtenues et comprendre le rôle du « plot » principal dans la rupture.

Annexes

Annexe 1

Les différents blocs de dimensions 57x57x70 mm et 70x70x70 mm prélevés dans les billettes de diamètre 280 mm et 125 mm sont présentés sur la Figure 0-1 et la Figure 0-2. Ces figures présentent également les plans de prélèvement des ébauches suivant plusieurs directions.

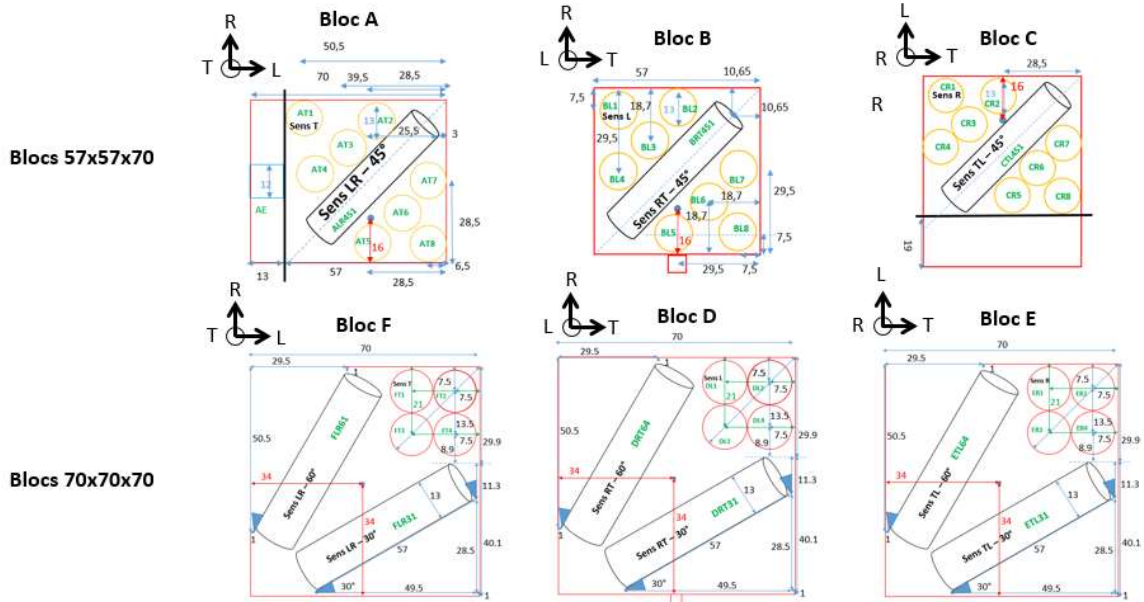


Figure 0-1 : Plan du prélèvement des ébauches dans les différents blocs provenant de la billette de diamètre 280 mm.

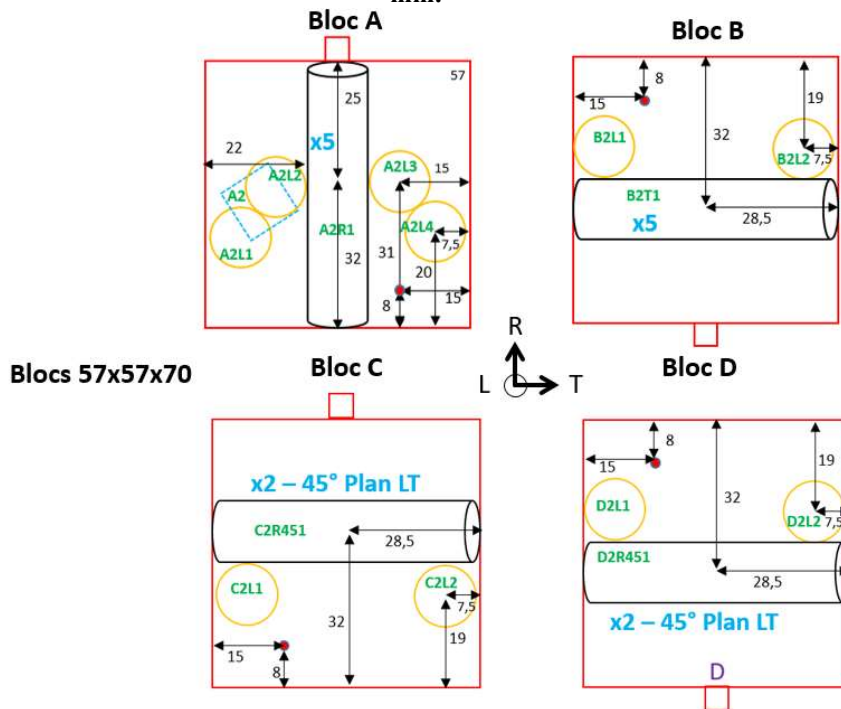


Figure 0-2 : Plan du prélèvement des ébauches dans les différents blocs provenant de la billette de diamètre 125 mm.

Annexe 2

Une comparaison des champs de déformation avec et sans découpe de la micrographie de la partie utile a été réalisée sur une éprouvette de taille 1 (Figure 0-3). Les champs de déformation ne montrent pas de différence marquée. De plus, la distribution en fréquence du cisaillement a été analysée. Il n'est pas constaté d'écart important suivant la méthode choisie. En effet, la valeur de cisaillement mesurée à 99% de la fréquence cumulée est de 2,24 sans découpe et de 2,21 avec quatre découpes. Cette différence est négligeable par rapport aux écarts mesurés avec la variation des dimensions des éprouvettes. Cela permet de valider cette méthode de détermination des champs de déformation pour les éprouvettes de plus grandes dimensions.

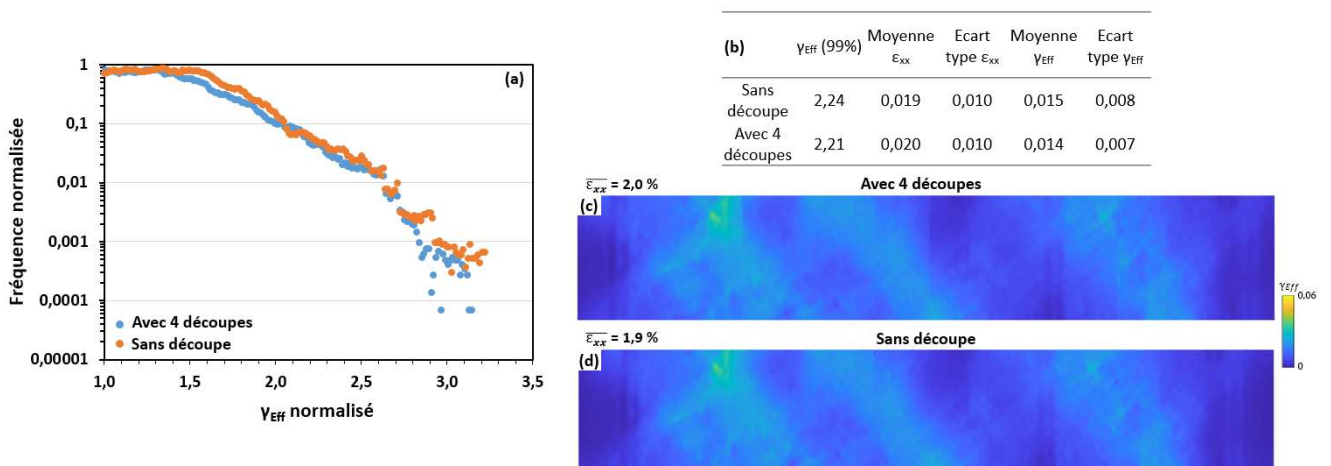


Figure 0-3 : Distribution en fréquence du cisaillement dans une éprouvette plate de taille 1 avec et sans découpe de micrographies optiques pour l'obtention des champs de déformation (a). Valeurs obtenues à partir des champs de déformation avec et sans découpe (b). Champs de déformation (ϵ_{xx}) obtenus (c) avec et (d) sans découpe de la micrographie optique de la partie utile de l'éprouvette de taille 1. Quatre découpes ont été réalisées pour l'obtention du champ de déformation (c).

Annexe 3

Les valeurs des propriétés mécaniques obtenues selon les plans TR et LR de la billette de diamètre 280 mm sont présentées ci-dessous. Une dispersion élevée des propriétés mécaniques peut être constatée. On remarque que l'anisotropie des propriétés mécaniques suivant le plan LR est plus élevée que celle suivant le plan TR, notamment pour l'allongement à rupture. Cela est cohérent avec la direction de forgeage perpendiculaire à la direction L.

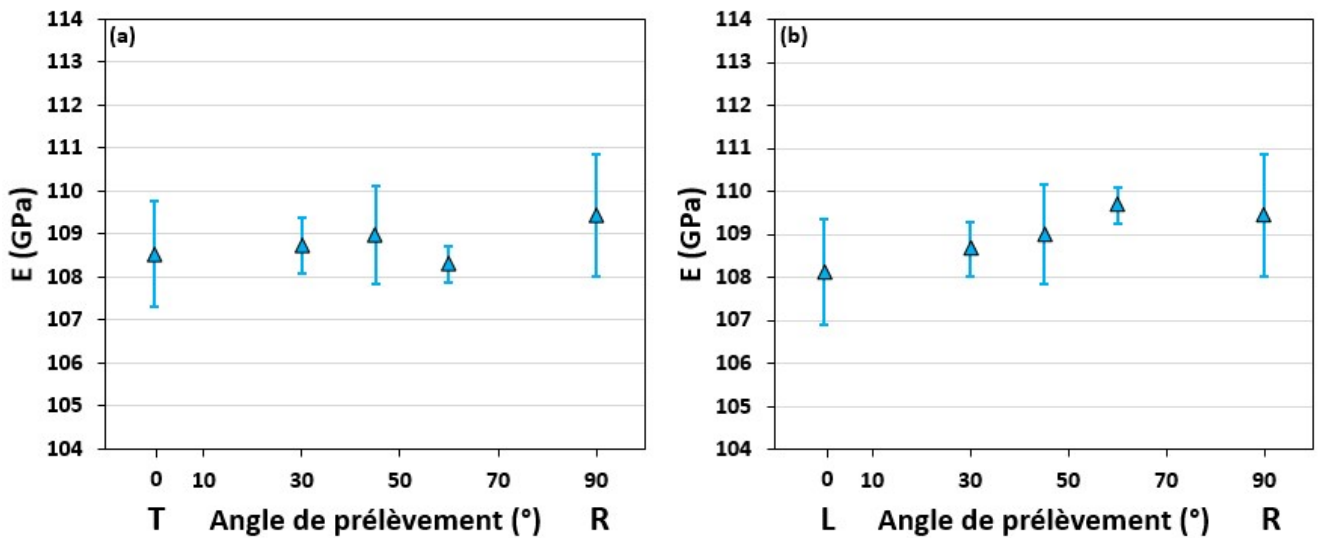


Figure 0-4 : Valeurs de module d'Young pour différentes directions de prélèvement dans les plans TR (a) et LR (b) de la billette de diamètre 280 mm.

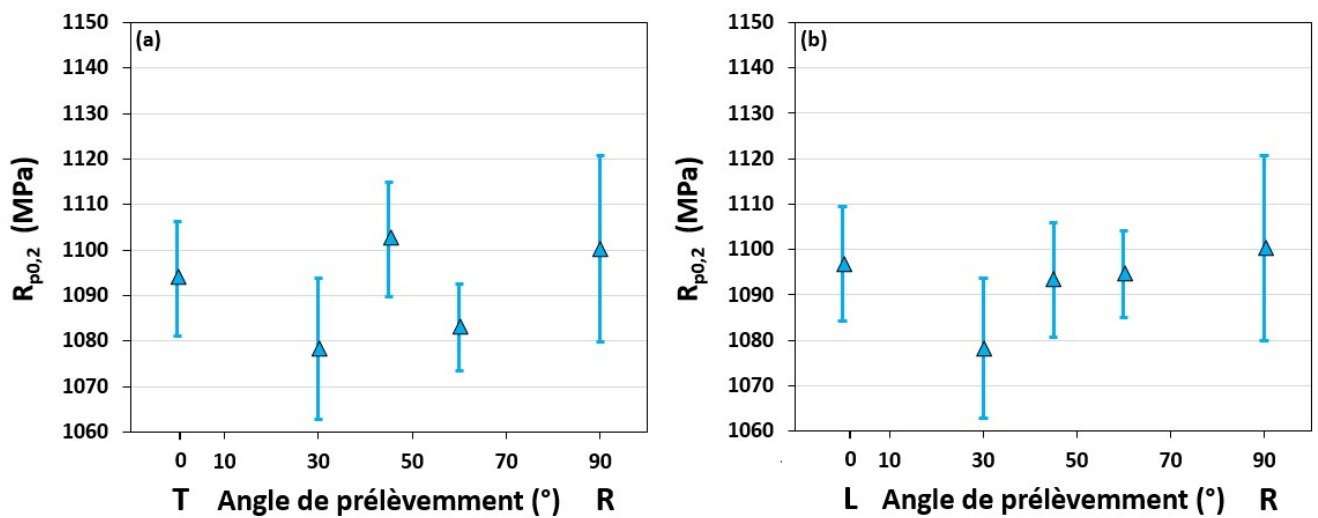


Figure 0-5 : Valeurs de limite d'élasticité pour différentes directions de prélèvement dans les plans TR (a) et LR (b) de la billette de diamètre 280 mm.

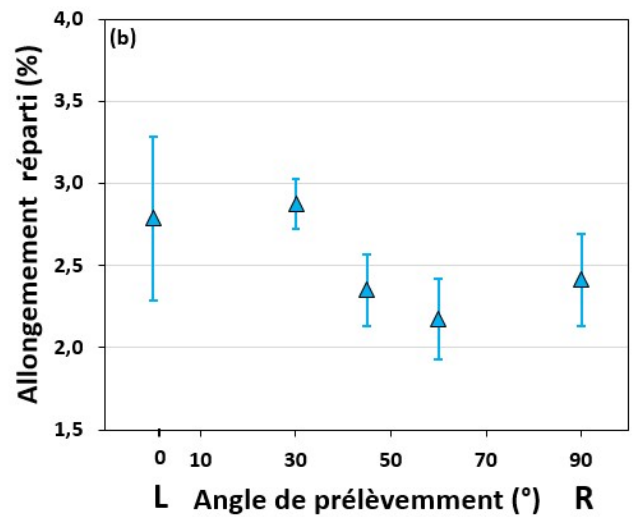
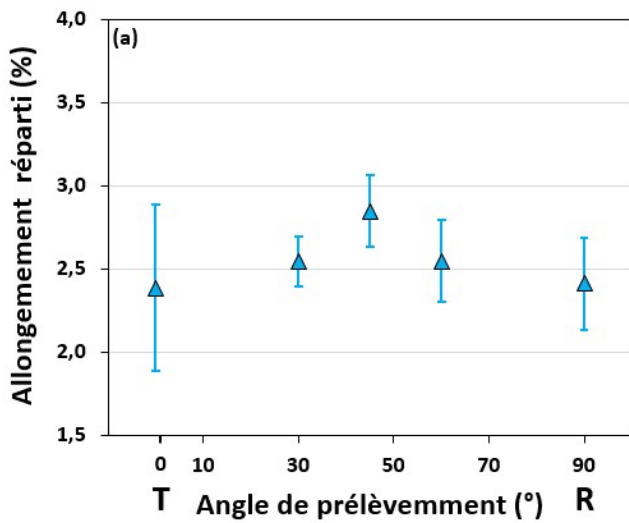


Figure 0-6 : Valeurs d'allongement uniformément réparti pour différentes directions de prélèvement dans les plans TR (a) et LR (b) de la billette de diamètre 280 mm.

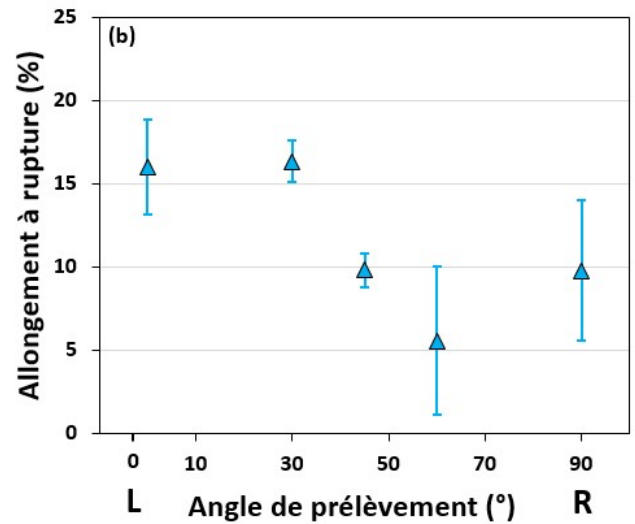
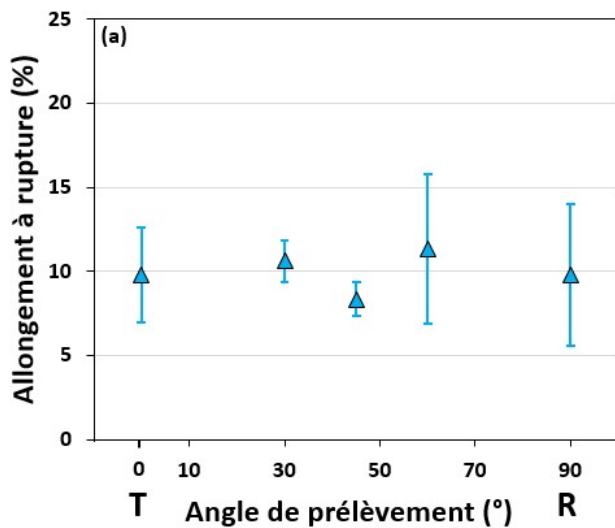


Figure 0-7 : Valeurs d'allongement à rupture pour différentes directions de prélèvement dans les plans TR (a) et LR (b) de la billette de diamètre 280 mm.

Annexe 4

Une prédiction des propriétés mécaniques à partir des données des grains β obtenues avec les cartographies EBSD réalisées dans différentes zones des deux billettes a été réalisée. Les figures ci-dessous montrent une comparaison des données prédites avec celles expérimentales qui sont relativement proches. De plus, une dispersion des données prédites peut également être constatée. Il a été montré que cela est lié aux textures locales dans les différentes zones de prélèvement.

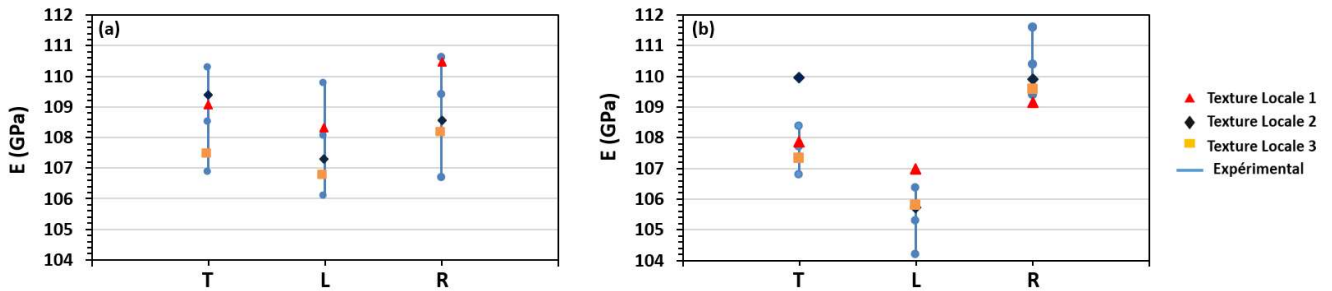


Figure 0-8 : Valeurs de module d'Young prédites avec la régression multilinéaire pour les différentes zones de la Figure 3-24 suivant les directions de prélèvement R, T et L pour les billettes de diamètre (a) 280 et (b) 125 mm. La texture locale 1 correspond aux cartographies EBSD (a) et (d) des billettes de diamètre 280 et 125 mm. La texture locale 2 correspond aux cartographies EBSD (b) et (e). La texture locale 3 correspond aux cartographies EBSD (c) et (f). Les valeurs de module d'Young expérimentales sont également représentées.

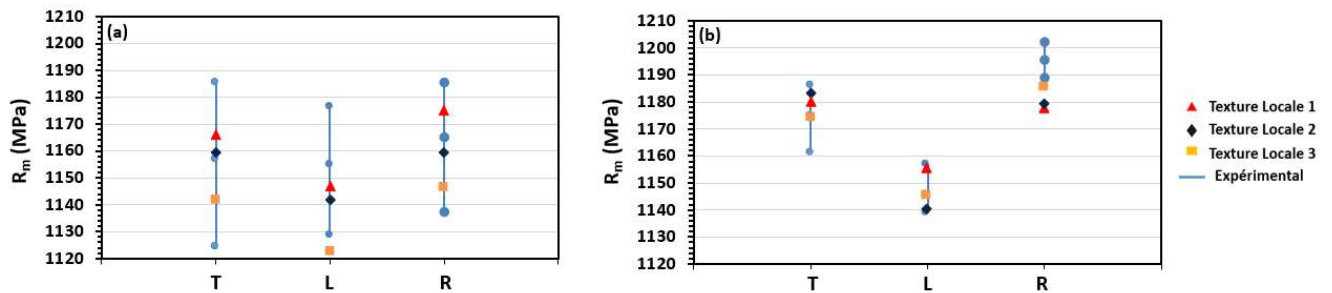


Figure 0-9 : Valeurs de résistance mécanique prédites avec la régression multilinéaire pour les différentes zones de la Figure 3-24 suivant les directions de prélèvement R, T et L pour les billettes de diamètre (a) 280 et (b) 125 mm. La texture locale 1 correspond aux cartographies EBSD (a) et (d) des billettes de diamètre 280 et 125 mm. La texture locale 2 correspond aux cartographies EBSD (b) et (e). La texture locale 3 correspond aux cartographies EBSD (c) et (f). Les valeurs de résistance mécanique expérimentales sont également représentées.

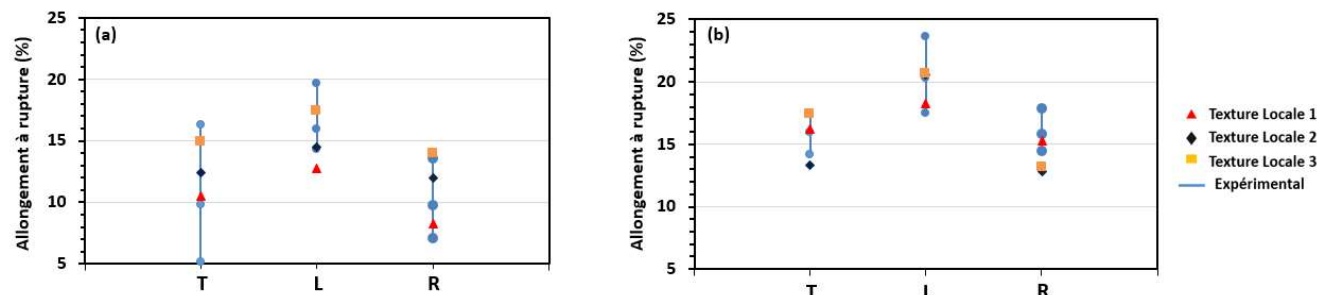


Figure 0-10 : Valeurs d'allongement à rupture prédites avec la régression multilinéaire pour les différentes zones de la Figure 3-24 suivant les directions de prélèvement R, T et L pour les billettes de diamètre (a) 280 et (b) 125 mm. La texture locale 1 correspond aux cartographies EBSD (a) et (d) des billettes de diamètre 280 et 125 mm. La texture locale 2 correspond aux cartographies EBSD (b) et (e). La texture locale 3 correspond aux cartographies EBSD (c) et (f). Les valeurs d'allongement à rupture expérimentales sont également représentées.

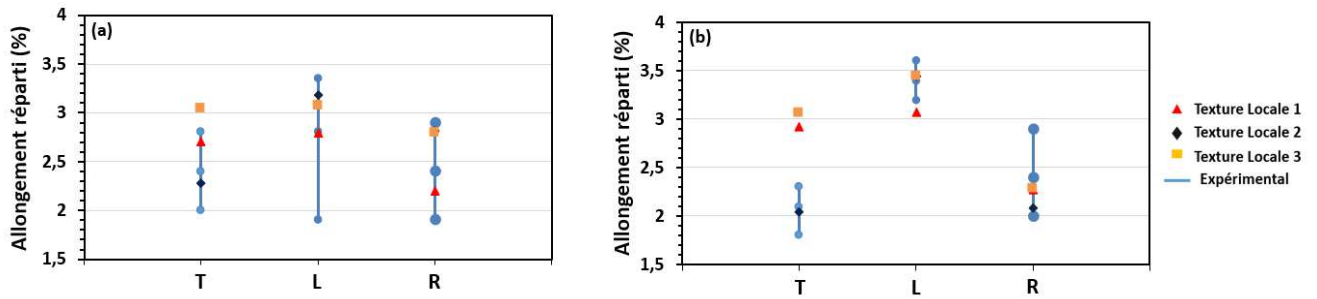


Figure 0-11 : Valeurs d'allongement uniformément réparti prédites avec la régression multilinéaire pour les différentes zones de la Figure 3-24 suivant les directions de prélèvement R, T et L pour les billettes de diamètre (a) 280 et (b) 125 mm. La texture locale 1 correspond aux cartographies EBSD (a) et (d) des billettes de diamètre 280 et 125 mm. La texture locale 2 correspond aux cartographies EBSD (b) et (e). La texture locale 3 correspond aux cartographies EBSD (c) et (f). Les valeurs d'allongement uniformément réparti expérimentales sont également représentées.

Annexe 5

Matière	Type d'éprouvette	Zone prélèvement	Direction	Nombre d'éprouvettes	Conditions d'essai	Machine de traction	Etat microstructural	But
TIMET	Eprouvette conventionnelle	Billette 280 mm	L	8	10-3 s-1	50 kN	Standard	Mettre en évidence l'anisotropie de propriétés mécaniques en traction
TIMET	Eprouvette conventionnelle	Billette 280 mm	T	8	10-3 s-1	50 kN	Standard	
TIMET	Eprouvette conventionnelle	Billette 280 mm	R	8	10-3 s-1	50 kN	Standard	
TIMET	Eprouvette conventionnelle	Billette 280 mm	30° T - plan TR	4	10-3 s-1	50 kN	Standard	
TIMET	Eprouvette conventionnelle	Billette 280 mm	45° T - plan TR	4	10-3 s-1	50 kN	Standard	
TIMET	Eprouvette conventionnelle	Billette 280 mm	60° T - plan TR	4	10-3 s-1	50 kN	Standard	
TIMET	Eprouvette conventionnelle	Billette 280 mm	30° L - plan LT	4	10-3 s-1	50 kN	Standard	
TIMET	Eprouvette conventionnelle	Billette 280 mm	45° L - plan LT	4	10-3 s-1	50 kN	Standard	
TIMET	Eprouvette conventionnelle	Billette 280 mm	60° L - plan LT	4	10-3 s-1	50 kN	Standard	
TIMET	Eprouvette conventionnelle	Billette 280 mm	30° L - plan LR	4	10-3 s-1	50 kN	Standard	
TIMET	Eprouvette conventionnelle	Billette 280 mm	45° L - plan LR	4	10-3 s-1	50 kN	Standard	
TIMET	Eprouvette conventionnelle	Billette 280 mm	60° L - plan LR	4	10-3 s-1	50 kN	Standard	
TIMET	Eprouvette conventionnelle	Billette 280 mm	L	1	10-3 s-1 Interrompu	50 kN	Standard	
TIMET	Eprouvette conventionnelle	Billette 280 mm	R	1	10-3 s-1 Interrompu	50 kN	Standard	
TIMET	Eprouvette conventionnelle	Billette 125 mm	L	1	10-3 s-1 Interrompu	50 kN	Standard	
TIMET	Eprouvette conventionnelle	Billette 125 mm	L	9	10-3 s-1	50 kN	Standard	Mettre en évidence l'anisotropie de propriétés mécaniques en traction en modifiant les caractéristiques des grains β
TIMET	Eprouvette conventionnelle	Billette 125 mm	R	5	10-3 s-1	50 kN	Standard	
TIMET	Eprouvette conventionnelle	Billette 125 mm	T	5	10-3 s-1	50 kN	Standard	
TIMET	Eprouvette conventionnelle	Billette 125 mm	45° L - plan LT	4	10-3 s-1	50 kN	Standard	
TIMET	Micro-érouvette	Billette 280 mm	R - plan TR	6	8x10-4 s-1 Interrompu	5 kN	Standard	Etude des mécanismes de déformation et d'endommagement
TIMET	Micro-érouvette	Billette 280 mm	L - plan LT	2	8x10-4 s-1 Interrompu	5 kN	Standard	
TIMET	Micro-érouvette	Billette 280 mm	45° L - plan LT	1	8x10-4 s-1 Interrompu	5 kN	Standard	
TIMET	Micro-érouvette	Billette 125 mm	R - plan TR	3	8x10-4 s-1 Interrompu	5 kN	Standard	
TIMET	Micro-érouvette	Billette 125 mm	L - plan LT	2	8x10-4 s-1 Interrompu	5 kN	Standard	
TIMET	Micro-érouvette	Billette 125 mm	45° L - plan LT	4	8x10-4 s-1 Interrompu	5 kN	Standard	
TIMET	Micro-érouvette	Billette 125 mm	T - plan LT	3	8x10-4 s-1 Interrompu	5 kN	Standard	
TIMET	Micro-érouvette	Billette 280 mm	L - plan LT	2	8x10-4 s-1 Interrompu	5 kN	Lamellaire	Etude des mécanismes de déformation et d'endommagement pour une microstructure 100% lamellaire
TIMET	Micro-érouvette	Billette 125 mm	R - plan TR	2	10-4 s-1	50 kN	Standard	Comparaison des propriétés mécaniques par rapport aux éprouvettes conventionnelles
TIMET	Micro-érouvette	Billette 125 mm	R - plan TR	2	10-3 s-1	50 kN	Standard	
TIMET	Micro-érouvette	Billette 280 mm	R - plan TR	2	10-3 s-1	50 kN	Standard	
TIMET	Micro-érouvette	Billette 280 mm	L - plan LT	2	10-3 s-1	50 kN	Standard	
TIMET	Micro-érouvette	Billette 125 mm	L - plan LT	2	10-3 s-1	50 kN	Standard	
TIMET	Micro-érouvette	Billette 125 mm	L - plan LT	2	10-3 s-1	50 kN	Standard	
TIMET	Micro-érouvette	Billette 125 mm	L - plan LT	2	10-3 s-1	50 kN	Standard	
TIMET	Micro-érouvette	Billette 280 mm	L - plan LT	2	10-3 s-1	50 kN	Lamellaire	Comparaison des effets de dimensions des éprouvettes sur les propriétés mécaniques
A&D	Φ 30	Tige	L	16	10-4 s-1	1200 kN	Standard	
A&D	Φ 10	Tige	L	32	10-4 s-1	1200 kN	Standard	
A&D	Φ 4	Φ 30	L	21	10-4 s-1	A&D	Standard	
A&D	Eprouvette plate 2 mm de largeur	Φ 30 : n°24	L	5	10-4 s-1 Interrompu	100 kN	Standard	
A&D	Eprouvette plate 2 mm de largeur	Φ 30 : n°18	L	4	10-4 s-1 Interrompu	100 kN	Standard	
A&D	Eprouvette plate 2 mm de largeur	Φ 30 : n°27	L	4	10-4 s-1 Interrompu	100 kN	Standard	
A&D	Eprouvette plate 4 mm de largeur	Φ 30 : n°24	L	2	10-4 s-1 Interrompu	100 kN	Standard	
A&D	Eprouvette plate 4 mm de largeur	Φ 30 : n°18	L	2	10-4 s-1 Interrompu	100 kN	Standard	
A&D	Eprouvette plate 4 mm de largeur	Φ 30 : n°27	L	2	10-4 s-1 Interrompu	100 kN	Standard	
A&D	Eprouvette plate 6 mm de largeur	Φ 30 : n°24	L	2	10-4 s-1 Interrompu	100 kN	Standard	
A&D	Eprouvette plate 6 mm de largeur	Φ 30 : n°18	L	2	10-4 s-1 Interrompu	100 kN	Standard	
A&D	Eprouvette plate 6 mm de largeur	Φ 30 : n°27	L	2	10-4 s-1 Interrompu	100 kN	Standard	

Références

- [Acharya, 2018] Acharya S., Bahl S., Chatterjee K., Suwas S.. Variant Selection in Metastable beta Ti-V-Fe-Al Alloy During Triaxial and Uniaxial Compression, *Materialia*, 4. 2018.
- [Aeby-Gauthier, 2006] Aeby-Gauthier E.. Les alliages de titane, Document Power Point, Enseignant-chercheur à l'université de Lorraine. 2006.
- [Ambard, 2001] Ambard A., Guetaz L., Louchet F., Guichard D.. Role of interphases in the deformation mechanisms of an α/β titanium alloy at 20 K, *Materials Science and Engineering A*, 319-321, p404-408. 2001.
- [Ankem, 1982] Ankem S., Margolin H.. Finite Element Method (FEM) Calculations of Stress-Strain Behavior of Alpha-Beta Ti-Mn Alloys: Part I, *Metallurgical Transactions A*, 13, p595. 1982.
- [Ashby, 1970] Ashby M.F.. The deformation of plastically non-homogeneous materials, *Philosophical Magazine*, 21(170), p399-424. 1970.
- [Aubert&Duval, 2020] Fiches techniques Aubert&Duval, site internet, dans la rubrique nuance : <https://www.aubertduval.com/fr/nuance/>, mars 2020.
- [Bache, 2001] Bache M.R., Evans W.J, Suddell B., Herrouin F.R.M.. The effects of texture in titanium alloys for engineering components under fatigue (TA6V), *International Journal of Fatigue*, 23, 153-159. 2001.
- [Bachmann, 2010] Bachmann F., Hielscher R., Schaeben H. Texture Analysis with MTEX – Free and Open Source Software Toolbox. *Solid State Phenomena*, 160, p63-68. 2010.
- [Bagariatskii, 1958] Bagariatskii I.A., Nosova G.I., Tagunova T.V.. Factors in the Formation of Metastable Phases in Titanium-Base Alloys, *Soviet Physics Doklady*, 3, p1014. 1958.
- [Bagri, 2018] Bagri A., Weber G., Stinville J.C., Lenthe W.C., Pollock T.M., Woodward C., Ghosh S.. Microstructure and property-based statistically equivalent representative volume elements for polycrystalline Ni-based superalloys containing annealing twins, *Metall. Mater. Trans. A*, 49(11), p5727–5744. 2018.
- [Balasubramanian, 2002] Balasubramanian S., Anaud L.. Plasticity of initially textured hexagonal polycrystals at high homologous temperatures : Application to titanium, *ActaMaterialia* 50, p133–148, 2002.
- [Banerjee, 2013] Banerjee D. and Williams J.C.. Perspectives on Titanium Science and Technology, *Acta Materialia*, 61, p844–879. 2013.
- [Barbe, 2001] Barbe F., Forest S., Cailletaud G.. Intergranular and intragranular behavior of polycrystalline aggregates. Part 2: Results, *International Journal of Plasticity*, 17, p537-563. 2001.

- [Barkia, 2014] Barkia B.. Viscoplasticité à l'ambiante du titane en relation avec ses teneurs en oxygène et hydrogène, Thèse, Ecole Polytech, Paris. 2014.
- [Barriobero-Vila, 2015] Barriobero-Vila P., Requena G., Schwarz S., Warchomicka F., Buslaps T.. Influence of phase transformation kinetics on the formation of α in a β -quenched Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr-1Zr alloy, *Acta Mater.*, 95, p90–101. 2015.
- [Barriobero-Vila (2), 2015] Barriobero-Vila P., Requena G., Warchomicka F., Stark A., Schell N., Buslaps T.. Phase transformation kinetics during continuous heating of a β -quenched Ti-10V-2Fe-3Al alloy, *J Mater Sci*, 50, p1412–1426. 2015.
- [Bernauer, 1999] Bernauer G., Brocks W., Schmitt W.. Modifications of the Beremin model for cleavage fracture in the transition region of a ferritic steel, *Engineering Fracture Mechanics*, 64, p305–325. 1999.
- [Besson, 2000] Besson J., Devillers-Guerville L., Pineau A.. Modeling of scatter and size effect in ductile fracture: application to thermal embrittlement of duplex stainless steels, *Engineering Fracture Mechanics*, 67, p169–190. 2000.
- [Bhattacharyya, 2003] Bhattacharyya D., Viswanathan G. B., Denkenberger R., Furrer D., Fraser H. L.. The role of crystallographic and geometrical relationships between α and β phases in an α/β titanium alloy, *Acta Materialia*, 51(16), p4679–4691. 2003.
- [Bieler, 2014] Bieler T.R., Eisenlohr P., Zhang C., Phukan H.J., Crimp M.A.. Grain boundaries and interfaces in slip transfer, *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 18(4), p212–226. 2014.
- [Biget, 1989] Biget M. P., Saada G.. Low-temperature plasticity of high-purity α -titanium single crystals, *Philosophical Magazine A* 59(4), p747–757. 1989.
- [Blaber, 2015] Blaber J., Adair B., Antoniou A. Ncorr: Open-Source 2D Digital Image Correlation Matlab Software, *Society for Experimental Mechanics*, 55(6). 2015.
- [Boyer, 1996] Boyer R. R.. An overview on the use of titanium in the aerospace industry, *Materials Science and Engineering A*, 213, 1996.
- [Bourgeois, 1997] Bourgeois M.. Étude du comportement viscoplastique à 773K d'alliages de titane biphasés Ti6246, Thèse, UT de Compiègne, 1997.
- [Boyer, 1980] Boyer R.R.. Design Properties of a High-Strength Titanium Alloy, Ti-10V-2Fe-3Al, *Journal of Metals*, 32(3). 1980.
- [Boyer, 1987] Boyer R.R., Kuhlman G.W.. Processing properties relationships of Ti-10V-2Fe-3Al, *Metallurgical Transactions A*, 18A, p2095, 1987.
- [Boyer, 1996] Boyer R.R.. An overview on the use of titanium in the aerospace industry, *Materials Science and Engineering A*, 213, p103–114, 1996.
- [Brandes, 1992] Brandes E.A., Brook G.B.. Reed Educational and Professional Publishing. 1992.

- [Bridier, 2008] Bridier F., Villechaise P., Mendez J.. Slip and fatigue crack formation processes in an α/β titanium alloy in relation to crystallographic texture on different scales, *Acta Materialia*, 56, p3951-3962, 2008.
- [Britton, 2015] Britton T.B., Dunne F.P.E, Wilkinson A.J.. On the mechanistic basis of deformation at the microscale in hexagonal close-packed metals, *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Science*, 471 (2178), p. 20140881. 2015.
- [Burgers, 1933] Burgers W.G.. On the process of transition of the cubic-body-centered modification into the hexagonal-close-packed modification of zirconium, *Physica*, p561–586, 1933.
- [Cai, 2021] Cai L.. Finite deformation strain gradient crystal plasticity framework to model size effects in miniaturized components: Application to strain localization in single- and poly-crystalline metal sheets, *Thèse*, 2021.
- [Castany, 2007] Castany P., Pettinari-Sturmel F., Crestou J., Douin J., Coujou A.. Experimental study of dislocation mobility in a Ti-6Al-4V alloy, *Acta Materialia*, 55, p6284-6291, 2007.
- [Castany, 2008] Castany P., Pettinari-Sturmel F., Douin J., Coujou A.. In situ transmission electron microscopy deformation of the titanium alloy Ti -6Al-4V : Interface behavior, *Materials Science and Engineering A* 483–484, p719–722, 2008.
- [Champin, 1982] Champin B.. Interaction transformation-structure-propriétés dans les alliages de titane, *Traitements thermiques*, 163, p19-32. 1982.
- [Chan, 2011] Chan W.L., Fu M.W., Lu J.. The size effect on micro deformation behaviour in micro-scale plastic deformation, *Materials and Design*, 32, p198-206. 2011.
- [Chan (2), 2011] Chan W.L., Fu M.W.. Experimental studies and numerical modeling of the specimen and grain size effects on the flow stress of sheet metal in microforming, *Materials Science and Engineering A*, 528, p7674–7683. 2011.
- [Chan, 2012] Chan W.L., Fu M.W.. Experimental and simulation based study on micro-scaled sheet metal deformation behavior in microembossing process, *Materials Science and Engineering: A*, 556, p60-67. 2012.
- [Chao, 2014] Chao Q., Hodgson P.D., Beladi H.. Ultrafine grain formation in a Ti-6Al-4V alloy by thermomechanical processing of a martensite microstructure, *Metall. Mater. Trans. A*, 45A, p2659-2671. 2014.
- [Chaussy, 1996] Chaussy F.. Évolutions microstructurales en compression à chaud du β cez et du 6242 et influence du forgeage sur la transformation $\beta \rightarrow \alpha$, *Thèse*, INP de Grenoble et ENS des Mines de St Étienne. 1996.
- [Chaussy (2), 1996] Chaussy F., Driver J.H.. Evolutions microstructurales en compression uniaxiale à chaud de l'alliage β -CEZ, *La Revue de Métallurgie-CIT*, 93, p1057–1066, 1996.

- [Chen, 2015] Chen Y., Li J., Tang B., Kou H., Xue X., Cui Y.. Texture evolution and dynamic recrystallization in a beta titanium alloy during hot-rolling process, *J. Alloys Compd.*, 618, p146–152. 2015.
- [Chen, 2021] Chen N., Kou H., Wu Z., Qian, F., Hua K., Fan J.; Tang B., Li J.; Molina-Aldareguia J.M.. Microstructural sensitivity and deformation micro-mechanisms of a bimodal metastable β titanium Ti–7Mo–3Nb–3Cr–3Al alloy, *Mater. Sci. Eng. A*, 824, p141821. 2021.
- [Chichili, 1998] Chichili D.R., Ramesh K.T., Hemker K.J.. The high-strain-rate response of alpha-titanium : Experiments, deformation mechanisms and modeling, *Acta mater*, 46 (3), p1025-1043, 1998.
- [Chini, 2016] Chini M. R., Germain L., Gey N., Andrieu S., Duval T.. Advanced microtexture analysis of Ti-1023 product for better understanding of local variations in mechanical behavior, *Proceedings of the 13th World Conference on Titanium, TMS (The Minerals, Metals & Materials Society)*. 2016.
- [Chong, 2017] Chong Y., Bhattacharjee T., Yi J.-H., Shibata A., Tsuji N.. Mechanical properties of fully martensite microstructure in Ti-6Al-4V alloy transformed from refined beta grains obtained by rapid heat treatment (RHT), *Scr. Mater.*, 138, p66-70. 2017.
- [Chong, 2018] Chong Y., Bhattacharjee T., Park M.-H., Shibata A., Tsuji N.. Factors determining room temperature mechanical properties of bimodal microstructures in Ti-6Al-4V alloy, *Materials Science & Engineering A730*, p217-222, 2018.
- [Chong, 2019] Chong Y., Deng G.Y., Yi J.H., Shibata A., Tsuji N.. On the strain hardening abilities of $\alpha+\beta$ titanium alloys: The roles of strain partitioning and interface length density. *J. Alloys Compd.* 811, p152040. 2019.
- [Chong (2), 2019] Chong Y., Deng G.Y., Gao S., Yi J., Shibata A., Tsuji N.. Yielding nature and Hall-Petch relationships in Ti-6Al-4V alloy with fully equiaxed and bimodal microstructures, *Scripta Materialia*, 172, p77-82. 2019.
- [Clément, 2010] Clément N.. Phase transformations and mechanical properties of the Ti-5553 beta-metastable titanium alloy. Thèse. Ecole polytechnique de Louvain, 2010.
- [Combres, 2010] Combres Y.. Mise en forme des alliages de titane, *Techniques de l'ingénieur : Matériaux | Mise en forme des métaux et fonderie, réf : M3160 V2*, 2010.
- [Combres, 2016] Combres Y.. Métallurgie et recyclage du titane et de ses alliages, *Techniques de l'Ingénieur, Réf : M2355V2*, 2016.
- [Cotton, 2007] Cotton J.D., Boyer R.R., Briggs R.D., Baggerly R.G., Meyer C.A., Carter M.D., Wood W., Tewksbury G., Li V., Yao X.. *Ti-2007 Science and Technology*, edited by M. Ninomi, S. Akiyama, M. Ikeda. M. Hagiwara, K. Maruyama, 2007.
- [Daming, 2017] Daming N., Zhen L., Kaifeng Z.. Grain Size Effect of Commercial Pure Titanium Foils on Mechanical Properties, Fracture Behaviors and Constitutive Models *JMEPEG*, 26, p1283–1292. 2017.

- [Danard, 2019] Danard Y., Poulain R., Garcia M., Guillou R., Thiaudière D., Mantri S., Banerjee R., Sun F., Prima F.. Microstructure design and in situ investigation of TRIP/TWIP effects in a forged dual-phase Ti–10V–2Fe–3Al alloy, *Materialia*, Elsevier, 8, p100507. 2019
- [De Fontaine, 1971] De Fontaine D., Paton N.E., Williams J.C.. The omega phase transformation in titanium alloys as an example of displacement controlled reactions, *Acta Metall.*, 19, p1153–1162. 1971.
- [Devaraj, 2012] Devaraj A., Nag S., Srinivasan R., Williams R.E.A., Banerjee S., Banerjee R., Fraser H.L.. Experimental evidence of concurrent compositional and structural instabilities leading to ω precipitation in titanium–molybdenum alloys, *Acta Mater.*, 60, p569–609. 2012.
- [Deleuze, 2009] Deleuze C., Barrallier L., Fabre A., Esberard C., Etude de la microstructure d'un alliage de titane biphasé de nuance Ti-10V-2Fe-3Al et de son influence sur l'élargissement des pics de diffraction, 19^{ème} Congrès Français de Mécanique, Marseille, 2009.
- [Delfosse, 2005] Delfosse J.. Forgeage β du Ti-17 Propriétés en fatigue. Thèse, Mécanique, Ecole Centrale Paris, 2005.
- [Delmar, 1974] Delmar V., Miley G., Gauger G.. Influence of sample size and geometry on the tensile properties of beryllium. RFP 2240. 1974.
- [Dieter, 1988] Dieter G. E.. *Mechanical Metallurgy*, McGraw-Hill Book Co. Singapore. 1988.
- [Dillamore, 1965] Dillamore I. L., Roberts W. T.. Preferred orientation in wrought and annealed metal, *Metallurgical reviews*, 10, p271, 1965.
- [Drugan, 1996] Drugan W.J., Willis J.R.. A micromechanics-based nonlocal constitutive equation and estimates of representative volume element size for elastic composites, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 44, p497-524. 1996.
- [Dugua, 1996] Dugua J., Sibony M.. Chloration des métaux et carbochloration des oxydes, *Techniques de l'Ingénieur*, Réf : J5630V2, 1996.
- [Duval, 2013] Duval T.. Analyse multi-échelles des relations microstructure/propriétés mécaniques sous sollicitation monotone et cyclique des alliages de titane β -métastable, Thèse, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, Poitiers, 2013.
- [Echlin, 2016] Echlin M.P., Stinville J.C., Miller V.M., Lenthe W.C., Pollock T.M.. Incipient slip and long range plastic strain localization in microtextured Ti-6Al-4V titanium, *Acta Materialia* 114, p164-175, 2016.
- [Evans, 2005] Evans W.J., Jones J.P., Whittaker M.T.. Texture effects under tension and torsion loading conditions in titanium alloys, *International Journal of Fatigue* 27, p1244-1250, 2005.
- [Fan, 2013] Fan J.K., Kou H.C., Lai M.J., Tang B., Chang H., Li J.S.. Hot deformation mechanism and microstructure evolution of a new near β titanium alloy, *Mater.Sci. Eng. A.*, 584, p121–132. 2013.

[Fan, 2016] Fan J., Li J., Kou H., Hua K., Tang B., Zhang Y.. Microstructure and mechanical property correlation and property optimization of a near β titanium alloy Ti-7333, *J. Alloys Compd.*, 682, p517–524, 2016.

[Fisher, 1970] Fisher E. S., Dever D.. Relation of the c' elastic modulus to stability of bcc transition metals, *Acta Metall*, 18, p265-269. 1970.

[Fitzner, 2016] Fitzner A., Prakash D.G.L., Fonseca J.Q., Thomas M., Zhang S.-Y., Kelleher J., Manuel P., Preuss M.. The effect of aluminium on twinning in binary alpha-titanium, *Acta Materialia* 103, p341-351, 2016.

[Foltz, 2011] Foltz J.W., Welk B., Collins P.C., Fraser H.L., Williams J.C.. Formation of Grain Boundary α in β Ti Alloys: Its Role in Deformation and Fracture Behavior of These Alloys. *Mater. Trans A*, 42A, p645–650. 2011.

[Fulop, 2006] Fulop T., Brekelmans W.A.M., Geers M.G.D.. Size effects from grain statistics in ultra-thin metal sheets, *Journal of Materials Processing Technology*, 174, p233–238. 2006.

[Gao, 2018] Gao J., Huang Y., Guan D., Knowles A.J., Ma L., Dye D., Rainforth W.M.. Deformation mechanisms in a metastable beta titanium twinning induced plasticity alloy with high yield strength and high strain hardening rate, *Acta Materialia*. 152, p301-314. 2018.

[Furuhara, 1991] Furuhara T., Howe J.M., Aaronson H.I.. Interphase boundary structures of intragranular proeutectoid α plates in a hypoeutectoid Ti-Cr alloy, *Acta Metallurgica et Materialia*, 39(11), p2873–2886. 1991.

[Geetha, 2009] Geetha M., Singh A.K., Asokamani R., Gogia A.K.. *Prog Mater Sci*, 54, p397. 2009.

[Gey, 2012] Gey N., Bocher P., Uta E., Germain L., Humbert M.. Texture and microtexture variations in a near- α titanium forged disk of bimodal microstructure, *Acta Materialia* 60, p2647-2655, 2012.

[Ghaderi, 2011] Ghaderi A., Barnett M.R.. Sensitivity of deformation twinning to grain size in titanium and magnesium, *Acta Mater.*, 59, p7824–7839. 2011.

[Gurao, 2009] Gurao N. P., Ali A A., Suwas S.. Study of texture evolution in metastable β -Ti alloy as a function of strain path and its effect on α transformation texture, *Materials Science and Engineering A*, 504, 1-2, p24-35. 2009.

[Guo, 2014] Guo Y., Britton T.B, Wilkinson A.J.. Slip band-grain boundary interactions in commercial-purity titanium, *Acta Materialia*, 76, p1-12. 2014.

[Han, 2009] Han L., Reynolds N., Dargue I., Williams G.. The Effect of Specimen Dimensions on Obtained Tensile Properties of Sheet Metals, *Engineering Materials*, 410-411, p481-491. 2009.

[Hashin, 1983] Hashin Z.. Analysis of composite materials – a survey, *J Appl. Mech.*, 50, p481–505. 1983.

- [Helstroffer, 2018] Helstroffer A.. Anisotropie de propriétés mécaniques d'origine morphologique et cristallographique de l'alliage de titane β -métastable Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr : Influence sur la durabilité en fatigue, Thèse, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, Poitiers, 2018.
- [Hemery, 2017] Hémery S., Villechaise P.. Influence of β anisotropy on deformation processes operating in Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr at room temperature, *Acta Materialia* 141, p285-293, 2017.
- [Héméry, 2018] Hémery S., Nizou P., Villechaise P.. In situ SEM investigation of slip transfer in Ti-6Al-4V : Effect of applied stress, *Materials Science & Engineering A* 709, p277-284, 2018.
- [Héméry (2), 2018] Hémery S., Dang V.T., Signoer L., Villechaise P.. Influence of Microtexture on Early Plastic Slip Activity in Ti-6Al-4V Polycrystals, *Metall. Mater. Trans. A*, 49(6), p1–9, 2018.
- [Hémery, 2019] Hémery S., Tromas C., Villechaise P.. Slip-stimulated grain boundary sliding in Ti6Al-4 V at room temperature, *Materialia*, Elsevier, 5, p100189. 2019.
- [Hemery, 2020] Hémery S., Villechaise P., Banerjee D.. Microplasticity at room temperature in α/β titanium alloys, *Metallurgical and materials trans A*, 51, 10, p4931-69. 2020.
- [Herichet, 2004] Herichet T L.. Contribution à la modélisation des transformations de phase dans les alliages de titane. Application à l'alliage β -CEZ, Institut national polytechnique de Lorraine, p178, 2004.
- [Hill, 1963] Hill R.. Elastic properties of reinforced solids: some theoretical principles, *J. Mech. Phys. Solids*, 11, 5, p357–372. 1963.
- [Hou, 2020] Hou Y., Mi X., Xie H., Zhang W., Huang G., Peng L., Feng X., Yang Z.. Size Effect on Mechanical Properties and Deformation Behavior of Pure Copper Wires Considering Free Surface Grains, *Materials*, 13, p4563. 2020.
- [Hounkpati, 2016] Hounkpati V., Freour S., Gloaguen D., Legrand V., Kelleher J., Kockelmann W., Kabra S.. In situ neutron measurements and modelling of the intergranular strains in the near- β titanium alloy Ti- β 21S, *Acta Materialia* 109, p341-352, 2016.
- [Hua, 2017] Hua K., Zhang Y., Kou H., Li J., Gan W., Fundenberger J.-J., Esling C.. Composite structure of α phase in metastable β Ti alloys induced by lattice strain during β to α phase transformation, *Acta Materialia*, 132, p307-326. 2017.
- [Huang, 2011] Huang J., Wang Z.R., Xue K.M.. Cyclic deformation response and micromechanisms of Ti alloy Ti-5Al-5V-5Mo-3Cr-0.5Fe, *Mater. Sci. Eng. A*, 528, p8723–8732. 2011.
- [Huang, 2021] Huang S.X., Zhao Q.Y., Lin C., Wu C., Zhao Y.Q., Jia W.J., Mao C.L.. In-situ investigation of tensile behaviors of Ti-6Al alloy with extra low interstitial, *Mater. Sci. Eng. A*, 809, p140958. 2021.
- [Inagaki, 2014] Inagaki I., Shirai Y., Takechi T., Ariyasu N.. Application and Features of Titanium for the Aerospace Industry, Nippon steel & sumitomo metal technical report, 106. 2014.

[Janssen , 2006] Janssen P.J.M., Th.H. de Keijser, Geers M.G.D.. An experimental assessment of grain size effects in the uniaxial straining of thin Al sheet with a few grains across the thickness, *Materials Science and Engineering A*, 419, p238–248. 2006.

[Jiang, 2023] Jiang X.J., Zhang L.W., Sun G.W., Yang J.H., Ran Q.X., Wu H.Y.. Excellent mechanical properties of a Ti-based alloy via optimizing grain boundary α phase, *Materials Letters*, 333, p133662. 2023.

[Jones, 2008] Jones N.G., Dashwood R.J., Dye D., Jackson M.. Thermomechanical processing of Ti–5Al–5Mo–5V–3Cr, 490, 1-2, p369–377. 2008.

[Jones, 2009] Jones N.G., Dashwood R.J., Dye D., Jackson M.. The flow behavior and microstructural evolution of Ti–5Al–5Mo–5V–3Cr during subtransus isothermal forging. *Metallurgical and Materials Transactions A - Physical Metallurgy and Materials Science*, 40(8), p1944-1954. 2009.

[Kacher, 2014] Kacher J., Eftink B.P., Cui B., Robertson I.M.. Dislocation interactions with grain boundaries, *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 18(4), p227-243. 2014.

[Kals, 2000] Kals T.A., Eckstein R.. Miniaturization in sheet metal working, *Journal of Materials Processing Technology*, 103, p95–101. 2000.

[Kanit, 2003] Kanit T., Forest S., Galliet I., Mounoury V., Jeulin D.. Determination of the size of the representative volume element for random composites: statistical and numerical approach, *Methods in applied mechanics and engineering*, 195, p3960–3982. 2003.

[Kar, 2006] Kar S., Searles T., Lee E., Viswanathan G.B., Tiley J., Banerjee R., Fraser H.L.. Modeling the Tensile Properties in β -Processed α/β Ti Alloys, *Metallurgical and materials trans A*, 37, p559, 2006.

[Kar, 2014] Kar S.K., Suman S., Shivaprasad S., Chaudhuri A., Bhattacharjee A.. Processing–microstructure–yield strength correlation in a near β Ti alloy, Ti–5Al–5Mo–5V–3Cr, *Mater. Sci. Eng. A*, 610, p171–180. 2014.

[Kawakami, 2002] Kawakami A.. Study on segregation behavior of alloying elements in titanium alloys during solidification, Thesis. 2002.

[Keller, 2011] Keller C., Hug E., Feaugas X.. Microstructural size effects on mechanical properties of high purity nickel, *International Journal of Plasticity*, 27, p635–654. 2011.

[Klein, 2001] Klein M., Hadrboletz A., Weiss B., Khatibi G.. The ‘size effect’ on the stress–strain, fatigue and fracture properties of thin metallic foils, *Materials Science and Engineering A* 319–321, p924–928. 2001.

[Kohyama, 1991] Kohyama A., Hamada K., Matsui H.. Specimen size effects on tensile properties of neutron irradiated steels, *Journal of Nuclear Materials*, 179-181, p417-420. 1991.

[Kolli, 2018] Kolli R. P., Devaraj A.. A Review of Metastable Beta Titanium Alloys, *Metals*, 8, p506. 2018.

- [Kuhlman, 1984] Kuhlman G.W., Pishko R.. Proc. of Titanium Science and Technology 84, Munich, vol. 1, p469, 1984.
- [Kwasniak, 2019] Kwasniak P., Clouet E.. Influence of simple metals on the stability of $\langle a \rangle$ basal screw dislocations in hexagonal titanium alloys, Elsevier, 2019.
- [Laheurte, 2010] Laheurte P., Prima F., Eberhardt A., Gloriant T., Wary M., Patoor E.. Mechanical properties of low modulus beta titanium alloys designed from the electronic approach. J. Mech. Behav. Biomed. Mater. 3, 8, p565-573. 2010.
- [Lai, 2015] Lai M.J., Tasan C.C., Raabe D.. Deformation mechanism of ω -enriched Ti–Nb-based gum metal: Dislocation channeling and deformation induced ω – β transformation, Acta Mater., 100, p290–300. 2015.
- [Lai, 2016] Lai M.J., Tasan C.C., Raabe D.. On the mechanism of 332 twinning in metastable β titanium alloys, Acta Materialia, 111, p173-186. 2016.
- [Lai, 2018] Lai M.J., Li T., Raabe D.. Ω phase acts as a switch between dislocation channeling and jointtwinning- and transformation-induced plasticity in a metastable β titanium alloy, Acta Materialia, 151, p67 - 77. 2018.
- [Lavogiez, 2020] Lavogiez C., Hémerly S., Villechaise P.. Analysis of deformation mechanisms operating under fatigue and dwell-fatigue loadings in an α/β titanium alloy, International Journal of Fatigue, 131, 2020.
- [Lebrun, 2015] Lebrun E., Microstructures et transformations de phases dans l’alliage quasi béta Ti-18 pour applications aéronautiques, Université Pierre et Marie Curie. 2015.
- [Le Corre, 2016] Le Corre S., Forestier R., Brisset F., Mathon M-H. Solas D.. Influence of β -forging on texture development in Ti 6246 alloy, Proceedings of the 13th World Conference on Titanium, 2016.
- [Lee, 1990] Lee T. C., Robertson I. M., Birnbaum H. K.. TEM in situ deformation study of the interaction of lattice dislocations with grain boundaries in metals, Philosophical Magazine A, 62:1, 131-153, 1990.
- [Lesoult, 2012] Lesoult G.. Solidification - Cristallisation et microstructures, Techniques de l’ingénieur. Matériaux métalliques, M58, 2012.
- [Lhadi, 2018] Lhadi S., Berbenni S., Gey N., Richeton T., Germain L.. Micromechanical modeling of the effect of elastic and plastic anisotropies on the mechanical behavior of β -Ti alloys, International Journal of Plasticity, Elsevier 109, p88-107, 2018.
- [Lhadi (2), 2018] Lhadi S., Chini M.-R., Richeton T., Gey N., Germain L., Berbenni S.. Micromechanical Modeling of the elasto-Viscoplastic behavior and incompatibility stresses of β -Ti Alloys. Materials, 11, 1227. 2018.

- [Lhadi, 2020] Lhadi S., Purushottam Raj Purohit R.R.P., Richeton T., Gey N., Berbenni S., Perroud O., Germain L.. Elasto-viscoplastic tensile behavior of as-forged Ti-1023 alloy: Experiments and micromechanical modeling, *Mater. Sci. Eng. A*, 139491, 2020.
- [Li, 2011] Li C., Wu X., Chen J. H., van der Zwaag S.. Influence of α morphology and volume fraction on the stress-induced martensitic transformation in Ti-10V-2Fe-3Al, *Mater. Sci. Eng. A*, 528, 18, p5854-5860. 2011.
- [Li, 2012] Li H., Boehlert C.J., Bieler T.R., Crimp M.A.. Analysis of slip activity and heterogeneous deformation in tension and tension-creep of Ti-5Al-2.5 Sn (wt%) using in-situ SEM experiments, *Philosophical Magazine*, 92(23), p2923-2946. 2012.
- [Li, 2017] Li W. B., Umezawa O.. A Review of Subsurface Crack Initiation Models in High-Cycle Fatigue for Titanium Alloys, *Key Engineering Materials*, 741, p76 81. 2017.
- [Li, 2018] Li H., Cai W.. Understanding the deformation mechanism of individual phases of a dual-phase beta type titanium alloy using in situ diffraction method, *Mater. Sci. Eng. A*, 728, p151-156. 2018.
- [Li (2), 2018] Li H., Zhao Z., Ning Y., Guo H., Yao Z.. Characterization of Microstructural Evolution for a Near- α Titanium Alloy with Different Initial Lamellar Microstructures, *Metals*, 8(12), p1045. 2018.
- [Lim, 2019] H. Lim, J. D. Carroll, J. R. Michael, C. C. Battaile, S. R. Chen, J. M. D. Lane. Investigating active slip planes in tantalum under compressive load: Crystal plasticity and slip trace analyses of single crystals. *Acta Materialia*, 185, p1-12. 2020.
- [Liu, 2010] Liu R., Hui S.X., Ye W.J., Xiong B.Q., Yu Y., Fu Y.Y.. Dynamic fracture toughness of TA15ELI alloy studied by instrumented impact test, *Rare Metals*, 29, p608-612. 2010.
- [Liu, 2012] Liu R., Hui S.X., Ye W.J., Yu Y., Fu Y.Y., Song X.Y., Deng X.G.. Tensile and fracture properties of Ti-62A alloy plate with different microstructures. *Rare Metals*, 31, p420-423. 2012.
- [Liu, 2017] Li W.T., Fu M.W., Shi S.Q.. Study of deformation and ductile fracture behaviors in micro-scale deformation using a combined surface layer and grain boundary strengthening model, *International Journal of Mechanical Sciences*, 131-132, p924-937. 2017.
- [Liu (2), 2017] Liu X., Zhao S., Qin Y., Wang C., Wan-Nawang W.-A.. Size effects on the springback of CuZn37 brass foils in tension and micro W-bending, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture*, 232(14). 2017.
- [Liu, 2020] Liu X., Qian Y., Fan Q., Zhou Y., Zhu X., Wang D.. Plastic deformation mode and α/β slip transfer of Ti-5Al-2.5Cr-0.5Fe-4.5Mo- 1Sn-2Zr-3Zn titanium alloy at room temperature, *J. Alloy. Compd*, 826, p154209. 2020.
- [Liu (2), 2020] Liu T., Germain L., Teixeira J., Aeby-Gautier E., Gey N.. Criteria for fast and selective α precipitation at β grain boundaries in Ti-alloys, Consequence for in-service microstructures, *MATEC Web of Conferences*, 321, 12040. 2020.

- [Liu, 2022] Liu J., Zhang K., Gao X., Wang H., Wu S., Yang Y., Zhu Y., Huang A.. Effects of the morphology of grain boundary α -phase on the anisotropic deformation behaviors of additive manufactured Ti-6Al-4V, *Materials & Design*, 223, p111150. 2022.
- [Louvigné, 2021] Louvigné P.. Etude de veille sur le marché du titane 2018-2020. 2021.
- [Lunt, 2021] Lunt D., Thomas R., Atkinson M.D., Smith A., Sandala R., Quinta da Fonseca J., Preuss M.. Understanding the role of local variation on slip activity in a two-phase titanium alloy, *Acta Materialia*, 216, 117111. 2021.
- [Luquiau, 1996] Luquiaud., Feaugas X., Clavel M., Campagnac M.H.. Comportement et endommagement de l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al en fatigue, *La Revue de Métallurgie-CIT/Science et Génie des Matériaux*, 1996.
- [Luster, 1995] Luster J., Morris M.A.. Compatibility of deformation in two-phase Ti-Al alloys: dependence on microstructure and orientation relationships, *Metallurgical and materials trans A* 26, p1745-1756, 1995.
- [Lutjering, 1998] Lutjering G.. Influence of processing on microstructure and mechanical properties of (α + β) titanium alloys, *Materials Science and Engineering A243*, p32-45, 1998.
- [Lutjering, 2007] Lutjering G., Williams J. C.. Titanium, 2nd edition, Springer, Engineering Materials and Processes, 2007.
- [Ma, 2018] Ma X., Li F., Cao J., Li J., Sun Z., Zhu G., Zhou S.. Strain rate effects on tensile deformation behaviors of Ti-10V-2Fe-3Al alloy undergoing stress-induced martensitic transformation, *Mater. Sci. Eng. A*, 710, p1-9. 2018.
- [Malek, 2013] Malek J., Hnilica F., Vesely J.. The influence of Zr on microstructure of β -titanium alloys, *Metals*, 15-17, 5. 2013.
- [Mantri, 2019] Mantri S.A., Choudhuri D., Behera A., Hendrickson M., Alam T., Banerjee R.. Role of isothermal omega phase precipitation on the mechanical behavior of a Ti-Mo-Al-Nb alloy S.A, *Materials Science & Engineering A*, 767, p138397. 2019.
- [Martin, 2012] Martin G.. Simulation numérique multi-échelles du comportement mécanique des alliages de titane β -métastable Ti-5553 et Ti-17, Thèse, 2012.
- [Masete, 2018] Masete M. S., Muchavi N. S., Chikosha S.. The effect of specimen geometry on tensile properties of titanium alloy metal sheet, *Materials Science and Engineering*, 430, p12015. 2018.
- [Matsumoto, 2011] Matsumoto H., Lee S.-H., Ono Y., Li Y.P., Chiba A.. Formation of ultrafinegrained microstructure of Ti-6Al-4V alloy by hot deformation of a' martensite starting microstructure, *Adv. Eng. Mater.*, 13, p470-474. 2011.
- [Mayeur, 2007] Mayeur J.R., McDowell D.L.. A three-dimensional crystal plasticity model for duplex Ti-6Al-4V, *International Journal of Plasticity* 23, p1457-1458, 2007.

- [Meng, 2019] Meng L., Kitashima T., Tsuchiyama T., Watanabe M.. Effect of α precipitation on β texture evolution during β -processed forging in a near- β titanium alloy, *Materials Science & Engineering A*, 771(13), p138640. 2019.
- [Mikkelsen, 1999] Mikkelsen L. P.. Necking in rectangular tensile bars approximated by a 2-D gradient dependent plasticity model, *Eur. J. Mech. A/Solids*, 18, p805–818. 1999.
- [Millet, 2018] Millet Y.. Les alliages de titane, Document Power Point, Timet Savoie, 2018.
- [Mogielnicki , 2016] Mogielnicki K.. Numerical Simulation in Microforming for Very Small Metal Elements, *Modeling and Simulation in Engineering Sciences*. 2016.
- [Miyazaki, 1979] Miyazaki S., Shibata K., Fujita H.. Effect of specimen thickness on mechanical properties of polycrystalline aggregates with various grain sizes, *Acta Metallurgica*, 27, p855-862. 1979.
- [Morquio, 2004] Morquio A., Riera J. D.. Size and strain rate effects in steel structures, *Engineering Structures*, 26, p669–679. 2004.
- [Murty, 2014] Murty S.V.S.N., Nayan N., Kumar P., Narayanan P.R, Sharma S.C., George K.M.. Microstructure-texture-mechanical properties relationship in multi-pass warm rolled Ti-6Al-4V Alloy, *Materials Science & Engineering A* 589, p174-181, 2014.
- [Nag, 2012] Nag S., Zheng Y., Williams R.E.A., Devaraj A., Boyne A., Wang Y., Collins P.C., Viswanathan G.B., Tiley J.S., Muddle B.C., Banerjee R., Fraser H.L.. Non-classical homogeneous precipitation mediated by compositional fluctuations in titanium alloys, *Acta Materialia* 60, p6247-6256, 2012.
- [Naka, 1988] Naka S., Lasalmonie A., Costa P., Kubin L. P.. The low temperature plastic deformation of α -titanium and the core structure of a-type screw dislocation, *Philosophical Magazine A*, 57(5), p717-740. 1988.
- [Namboodhihi, 1982] Namboodhiri T. K. G.. On the Ti-Al Phase Diagram, *Materials Science and Engineering* 57, p21-22, 1983.
- [Nan, 2012] Nan X.-L., Wang H.-Y., Zhang L., Li J.-B., Jiang Q.-C.. Calculation of Schmid factors in magnesium : Analysis of deformation behaviors, *Scripta Materialia*, 67, p443-446, 2012.
- [Neelakantan, 2009] Neelakantan S., San Martin D., Rivera-Diaz-Del-Castillo P. E. J., Van Der Zwaag S.. Plasticity induced transformation in a metastable β Ti-1023 alloy by controlled heat treatments, *Materials Science and Technology*, 25(11), p1351-1358. 2009.
- [NF ISO 6892-1, 2019] NF ISO 6892-1 :2019, *Matériaux métalliques – Essai de traction – Partie 1 : Méthode d’essai à température ambiante*. 2019.
- [Ogi, 2004] Ogi H., Kals S., Ledbetter H., Tarumi R., Hirao M., Takashima K.. Titanium's high-temperature elastic constants through the hcp-bcc phase transformation, *Acta Materialia* 52, p2075-2080, 2004.

[Opini, 2016] Opini V.C., Salvador C.A.F., Campo K.N., Lopes E.S.N., Chaves R.R., Caram R.. α phase precipitation and mechanical properties of Nb-modified Ti-5553 alloy, *Mater. Sci. Eng., A* 670, p112–121. 2016.

[Ostoja-Starzewski, 2007] Ostoja-Starzewski M., Du X., Khisaeva Z. F., Li W.. Comparisons of the Size of the Representative Volume Element in Elastic, Plastic, Thermoelastic, and Permeable Random Microstructures, *5*(2), p73-82. 2007.

[Pan, 2021] Pan S., Fu M., Liu H., Chen Y., Yi D.. In Situ Observation of the Tensile Deformation and Fracture Behavior of Ti–5Al–5Mo–5V–1Cr–1Fe Alloy with Different Microstructures, *Materials*, 14, p5794. 2021.

[Panda, 2018] Panda S., Banerjee D., Avadhani G. S., Suwas S.. A variant selection mechanism in the deformed and recrystallized β matrix of a metastable β -titanium alloy, *Philosophical Magazine Letters*, 98, 7, p273-282. 2018.

[Partridge, 1967] Partridge P.G.. The crystallography and deformation modes of hexagonal close-packed metals, *Metall. Rev.*, 12, p169–194. 1967.

[Paton, 1970] Paton N.E., Backofen W.A.. Plastic deformation of titanium at elevated temperatures, *Metallurgical Transactions*, 1, p2839, 1970.

[Peters, 2003] Peters M., Kumpfert J., Ward C.H., Leyens C.. Titanium Alloys for Aerospace Applications, *Adv. Eng.Mater*, 5, p419–427. 2003.

[Petry, 1991] Petry W., Heiming A., Trampeau J., Alba M., Herzig C., Schober H.R., Vogl G.. Phonon dispersion of the bcc phase of group-IV metals. I. bcc titanium, *Phys. Rev B* 43, p10933-10947, 1991.

[Peyrin, 1988] Peyrin F., Goutte R., Amiel M.. Description d'un algorithme de reconstruction de volume à partir de projections coniques par déconvolution tri-dimensionnelle, *Traitement du Signal*, 5, 4, p223. 1988.

[Pilvin, 1998] Pilvin P.. Une approche simplifiée pour schématiser l'effet de surface sur le comportement mécanique d'un polycristal, *Journal de Physique IV*, 8 (4), p33-38. 1998.

[Preibisch, 2009] Preibisch S., Saalfeld S., Tomancak P.. Globally Optimal Stitching of Tiled 3D Microscopic Image Acquisitions, *Bioinformatics*, 25(11), p1463-5. 2009.

[Prima, 2000] Prima F.. Etude métallurgique d'un nouvel alliage de titane béta-métastable, thèse, INSA Rennes. 2000.

[Purohit, 2020] Purushottam Raj Purohit R., Lhadi S., Gey N., Castelneau O., Richeton T., Germain L., Berbenni S.. Stress partitioning in a near- β Titanium alloy induced by elastic and plastic phase anisotropies: experimental and modeling, *MATEC Web of Conferences*, 321, p11090. 2020.

[Purohit, 2021] Purushottam Raj Purohit R.R.P., Richeton T., Berbenni S., Germain L., Gey N., Connolley T., Castelnau O.. Estimating single-crystal elastic constants of

polycrystalline β metastable titanium alloy: A Bayesian inference analysis based on high energy X-ray diffraction and micromechanical modeling, *Acta Materialia*, 208, p116762. 2021.

[Qin, 2016] Qin D.Y., Li Y.L., Zhang S.Y., Zhou L.. On the tensile embrittlement of lamellar Ti–5Al–5V–5Mo–3Cr alloy, *J. Alloys Compd.*, 663, p581–593. 2016.

[Qin, 2018] Qin D., Guo D., Zheng L., Li Y.. Dynamic recrystallization of Ti-5553 alloy during subtransus thermomechanical processing: Mechanisms and its role in formation of a bi-modal structure, *J. Alloys Compd.*, 769, p725–731. 2018.

[Qui, 2015] Qiu D., Shi R., Zhang D., Lua W., Wang Y.. Variant selection by dislocations during a precipitation in α/β titanium alloys, *Acta Materialia*, 88, p218–23. 2015.

[Raghunathan, 2007] Raghunathan S.L., Stapleton A.M., Dashwood R.J., Jackson M., Dye D.. Micromechanics of Ti–10V–2Fe–3Al: In situ synchrotron characterisation and modelling, *Acta Materialia*, 55(20), p6861-6872. 2007.

[Raghunathan,2008] Raghunathan S.L., Dashwood R.J., Jackson M., Vogel S.C., Dye D.. The evolution of microtexture and macrotexture during subtransus forging of Ti–10V–2Fe–3Al, *Materials Science and Engineering A* 488, p8–15, 2008.

[Raulea, 2001] Raulea L. V., Goijaerts A. M., Govaert L.E., Baaijens F.P.T.. Size effects in the processing of thin metal sheets, *Journal of Materials Processing Technology*, 115, p44-48. 2001.

[Richelsen, 2001] Richelsen A. B., Van der Giessen E.. Size effects in sheet drawing, In *Host Publication*, p263 - 270. 2001.

[Romero, 2001] Romero P., Masad E.. Relationship between the Representative Volume Element and Mechanical Properties of Asphalt Concrete, *Journal of Materials in Civil Engineering*, 13(1), p77–84. 2001.

[Sadeghpour, 2018] Sadeghpour S., Abbasi S.M., Morakabati M., Karjalainen L.P., Porter D.A.. Effect of cold rolling and subsequent annealing on grain refinement of a beta titanium alloy showing stress-induced martensitic transformation, *Materials Science and Engineering: A*, 731, p465-478. 2018.

[Sandala, 2012] Sandala R. S.. *Deformation Mechanisms of Two-Phase Titanium Alloys*, Thesis. 2012.

[Roy, 2017] Roy S., Suwas S.. Orientation dependent spheroidization response and macro-zone formation during sub β -transus processing of Ti-6Al-4V alloy, *Acta Materialia*, 134, p283-301. 2017.

[Roy, 2018] Roy S., Suwas S.. Unique texture transition during sub β -transus annealing of warm-rolled Ti-6Al-4V alloy: Role of orientation dependent spheroidization. *Scripta Materialia*, 154, p1–7. 2018.

[Santhosh, 2014] Santhosh R., Geetha M., Saxena V.K., Nageswararao M.. Studies on single and duplex aging of metastable beta titanium alloy Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn, *Journal of Alloys and Compounds* 605, p222-229, 2014.

[Sauer, 2001] Sauer C., Lütjering G.. Influence of α layers at grain boundaries on mechanical properties of Ti-alloys, *Materials Science and Engineering A*, 319–321, p393–397. 2001.

[Sauzay, 1999] Sauzay M., Gilormini P.. Surface effect, fatigue and microplasticity. In : 4th International Conference on Constitutive Laws in Engineering Materials, Troy, USA. 1999.

[Savage, 2004] Savage M.F., Tatalovich J., Mills M.J.. Anisotropy in the room temperature deformation of α - β colonies in titanium alloys : role of the α - β interface, Philosophical Magazine, V.84, No.11, p1127-1154, 2004.

[Schmid, 1935] Schmid E., Boas I.W.. Kristallplastizität: mit besonderer Berücksichtigung der Metalle, 1935.

[Seal, 2012] Seal J.R., Crimp M.A., Bieler T.R., Boehlert C.J.. Analysis of slip transfer and deformation behavior across the α/β interface in Ti-5Al-2.5Sn (wt.%) with an equiaxed microstructure, Materials Science and Engineering A, 552, p61-68, 2012.

[Semiati, 2020] Semiati S.L.. An overview of the thermomechanical processing of α/β titanium alloys: Current status and future research opportunities. Metallurgical and Materials Transactions A, 51, p2593-2625, 2020.

[Serghat, 1994] Serghat M.. Etude du laminage à froid d'alliages de titane : mécanismes de déformation et évolutions de texture, Thèse, Université Paul Verlaine, Metz, 1994.

[Sergueeva, 2009] Sergueeva A.V., Zhou J., Meacham B.E., Branagan D.J.. Gage length and sample size effect on measured properties during tensile testing, Materials Science and Engineering A, 526, p79-83. 2009.

[Settefrati, 2011] Settefrati A., Aeby-Gautier E., Dehmas M., Geandier G., Appolaire B., Audion S., Delfosse J.. Precipitation in a near β titanium alloy on ageing: Influence of heating rate and chemical composition of the β -metastable phase, Solid State Phenomena, 172-174, p760-765. 2011.

[Sakai, 1974] Sakai T., Fine M.E.. Plastic deformation of Ti-Al single crystals in prismatic slip, Acta Metallurgica, 22, p1359-1372. 1974.

[Shahbeyk, 2019] Shahbeyk S., Voyiadjis G.Z., Habibi V., Astaneh S. H., Yaghoobi M.. Review of Size Effects during Micropillar Compression Test: Experiments and Atomistic Simulations, Crystals, 9(11), p591. 2019.

[Shao, 2013] Shao H., Zhao Y.Q., Ge P., Zeng W.D.. Crack initiation and mechanical properties of TC21 titanium alloy with equiaxed microstructure, Materials Science and Engineering: A, 586, p215-22. 2013.

[Shechtman, 1978] Shechtman D., Eylon D.. On the unstable shear in fatigued beta-annealed ti-11 and imi-685 alloys, Metallurgical and Materials Transactions A, 9, 7, p1018-1020. 1978.

[Shekhar, 2015] Shekhar S., Sarkar R., Kar S.K., Bhattacharjee A.. Effect of solution treatment and aging on microstructure and tensile properties of high strength β titanium alloy, Ti-5Al-5V-5Mo-3Cr, Materials and Design 66, p596-610, 2015.

- [Shen, 1988] Shen Z., Wagoner R.H., Clark W.A.T.. Dislocation and grain boundary interactions in metals. *Acta Metall.* 36, p3231-3242, 1988.
- [Simbi, 1996] Simbi D.J., Scully J.C.. *Mater. Letters*, 26, p35-39, 1996.
- [Srinivasu, 2013] Srinivasu G., Natraj Y., Bhattacharjee A., Nandy T.K., Rao G.V.S.N.. Tensile and fracture toughness of high strength β Titanium alloy, Ti-10V-2Fe-3Al, as a function of rolling and solution treatment temperatures, *Mater. Des.* 47, p323-330. 2013.
- [Stefansson, 2003] Stefansson N., Semiatin S.L.. Mechanisms of globularisation of Ti-6Al-4V during static heat treatment, *Metallurgical and Materials Transactions A* V.34A, p691, 2003.
- [Stinville, 2017]. Stinville J.C, Echlin P., Texier D., Bridier F., Bocher P., Pollock T.M.. Sub-grain scale digital image correlation by electron microscopy for polycrystalline materials during elastic and plastic deformation, *Experimental Mechanics*, *Experimental Mechanics*, 56 (2), p197-216. 2016.
- [Strnadel, 2013] Strnadel B., Brumek J.. Effect of tensile test specimen size on ductility of R7T steel, 15-17, 5, Brno, Czech Republic, EU. 2013.
- [Suh, 2010] Suh C. H., Jung Y.-C., Kim Y. S.. Effects of thickness and surface roughness on mechanical properties of aluminum sheets, *Journal of Mechanical Science and Technology*, 24, p2091-2098. 2010.
- [Sun, 2011] Sun Q., Guo Q., Yao X., Xiao L., Greer J. R., Sun J.. Size effects in strength and plasticity of single-crystalline titanium micropillars with prismatic slip orientation, *Scripta Materialia*, 65, p473-476. 2011.
- [Sun, 2013] Sun F., Zhang J.Y., Marteleur M., Gloriant T., Vermaut P., Lail'e D., Castany P., Curfs C., Jacques P.J., Prima F.. Investigation of early stage deformation mechanisms in a metastable β titanium alloy showing combined twinning-induced plasticity and transformation-induced plasticity effects, *Acta Mater.*, 61, p6406-6417. 2013.
- [Suri, 1999] Suri S., Viswanathan G.B., Neeraj T., Hou D.-H., Mills M.J.. Room temperature deformation and mechanisms of slip transmission in oriented single-colony crystals of α/β titanium alloy, *Acta mater.* Vol. 47, No. 3, p1019-1034, 1999.
- [Timet, 2022] Fiches techniques TIMETAL 10-2-3, site internet Timet : <https://www.timet.com/assets/local/documents/datasheets/metastablebetaalloys/10-2-3.pdf>, juin 2022.
- [Tan, 2018] Tan C.S., Sun Q.Y., Xiao L., Zhao Y.Q., Sun J.. Characterization of deformation in primary α phase and crack initiation and propagation of TC21 alloy using in-situ SEM experiments, *Mater. Sci. Eng. A*, 725, p33-42. 2018.
- [Tan (2), 2018] Tan C.S., Sun Q.Y., Xiao L., Zhao Y.Q., Sun J.. Cyclic deformation and microcrack initiation during stress controlled high cycle fatigue of a titanium alloy, *Materials Science and Engineering: A*, 711C, p212-222. 2018.
- [Taylor, 1926] Taylor G.I., Elam C.F.. The Distortion of Iron Crystals, *Proceedings of the Royal Society A, Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 112, 761, p337-361. 1926.

- [Tenckloff, 1978] Tenckloff E.. The development of the deformation texture in zirconium during rolling in sequential passes, *Metallurgical Transactions A*, Vol. 9A, p 1978-1401, 1978.
- [Terada, 2000] Terada K., Hori M., Kyoya T., Kikuchi, N.. Simulation of the multi-scale convergence in computational homogenization approaches, *Int. J. Solids. Struct.*, 37, p2285–2133. 2000.
- [Terlinde, 1983] Terlinde G.T., Duerig T.W., Williams J.C.. Microstructure, Tensile Deformation, and Fracture in Aged Ti 10V-2Fe-3Al, *Metallurgical Transactions A*, 14A, p2101–2115, 1983.
- [Toge, 1998] Toge T., Muraki M., Komatsubara M., Obara T.. Origin of Recrystallization Texture Evolution and Active Slip Systems in Cold Rolled 3% Si-Fe (100)[011] Single Crystal, *ISIJ Int.*, 38, p524–530. 1998.
- [Tong, 2017] Tong V., Joseph S., Ackerman A.K., Dye D., Britton T.B.. Using transmission Kikuchi diffraction to characterise α variants in an $\alpha+\beta$ titanium alloy, *Journal of Microscopy*, 267(3), p318–329. 2017.
- [Trinite, 2006] Trinite V.. Etude théorique des phases du titane. Thèse. Physique. Ecole Polytechnique X. 2006.
- [Truax 1974] Truax D.J., Mc Mahon C.J.. Jr. Plastic behavior of titanium-aluminum alloys, *Materials Science and Engineering*, 13, p125-139, 1974.
- [Trusov, 1997] Trusov P.V., Keller I.E.. Theory of constitutive relation. Part I. Perm State Technical University, Perm. 1997.
- [Van Mier, 1997] Van Mier J.G.M.. Fracture processes of concrete, CRC Press, Inc., Engineering & Technology, Physical Sciences, p464. 1997.
- [Vollertsen, 2008] Vollertsen F.. Categories of size effects, *Prod. Eng. Res. Devel*, 2, p377–383. 2008.
- [Voyiadjis, 2017] Voyiadjis G.Z., Yaghoobi M.. Review of nanoindentation size effect: Experiments and atomistic simulation, *Crystals*, 7, p321. 2017.
- [Wang, 2010] Wang L., Yang Y., Eisenlohr P., Bieler T.R., Crimp M.A., Maso D.E.. Twin Nucleation by Slip Transfer across Grain Boundaries in Commercial Purity Titanium, *Metallurgical and materials trans A* 41, p421, 2010.
- [Wang, 2022] Wang J., Zhao Y., Zhao Q., Lei C., Zhou W., Zeng W.. In-Situ Study on Tensile Deformation and Fracture Mechanisms of Metastable β Titanium Alloy with Equiaxed Microstructure, *Materials*, 15, 1325. 2022.
- [Weibull, 1951] Weibull W.. *Journal of applied mechanics*, 18:293–297. 1951.
- [Weinberger, 2013] Weinberger C.R., Boyce B.L., Battaile C.C.. Slip planes in bcc transition metals, *Int. Mater. Rev.*, 58, p296–314. 2013.

[Williams, 2002] Williams J.C., Baggerly R.G., Paton N.E.. Deformation behavior of HCP Ti-Al alloy Single Crystals, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 33A, p837, 2002.

[Won, 2017] Woo Won J., Choi S.-W., Yeom J.-T., Hyun Y.-T., Lee C.S., Park S.H.. Anisotropic twinning and slip behaviors and their relative activities in rolled alpha-phase titanium, *Materials Science & Engineering A* 698, p54-62, 2017.

[Wu, 1997] Wu Y., Koo C.H.. Effect of temperature on the anisotropic superplasticity of textured Ti-25Al-10Nb alloy, *Scripta Materialia* 38(2), p267-271, 1997.

[Wu, 2013] Wu G.Q., Shi C.L., Sha W., Sha A.X., Jiang, H.R.. Microstructure and high cycle fatigue fracture surface of a Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe titanium alloy, *Mater. Sci. Eng. A*, 575, p111-118. 2013.

[Wu, 2020] Wu D., Liu L.B., Zhang L.G., Wang W.L., Zhou K.C.. Tensile deformation mechanism and micro-void nucleation of Ti-55531 alloy with bimodal microstructure, *J. Mater. Res. Technol.* 9, p15442-15453. 2020.

[Yadav, 2020] Yadav P., Saxena K.K.. Effect of heat-treatment on microstructure and mechanical properties of Ti alloys: An overview, *Mater. Today Proc.* 26, 2546-2557. 2020.

[Yalçinkaya, 2017] Yalçinkaya T., Ozdemir I., Simonovski I.. Micromechanical modeling of intrinsic and specimen size effects in microforming, *International Journal of Material Forming*, 11(5), p729-741. 2017.

[Yang, 2010] Yang Y., Wu S.Q., Li G.P., Li Y.L., Lu Y.F., Yang K., Ge P.. Evolution of deformation mechanisms of Ti-22.4Nb-0.73Ta-2Zr-1.34O alloy during straining, *Acta Mater.*, 58, p2778-2787. 2010.

[Yang, 2013] Yang L., Lu L.. The influence of sample thickness on the tensile properties of pure Cu with different grain sizes, *Scripta Materialia*, 69, p242-245. 2013.

[Yoo, 1991] Yoo M.H., Lee J.K.. Deformation twinning in h.c.p. metals and alloys, *Philos. Mag. A*, 63, p987-1000. 1991.

[Yuan, 2012] Yuan W.J., Zhang Z.L., Su Y.J., Qiao L.J., Chu W.Y.. Influence of specimen thickness with rectangular cross-section on the tensile properties of structural steels, *Materials Science and Engineering A*, 532, p601-605. 2012.

[Yumak, 2020] Yumak N., Aslantas K.. A review on heat treatment efficiency in metastable β titanium alloys: the role of treatment process and parameters, *Journal of materials research and technology*, 9(6) p15360-15380. 2020.

[Zener, 1947] Zener C.. Contributions to the theory of beta-phase alloys, *Phys. Rev.*, 71, p846. 1947.

[Zhan, 2016] Zhan H., Wang G., Kent D., Dargusch M.. The dynamic response of a metastable β Ti-Nb alloy to high strain rates at room and elevated temperatures, *Acta Mater.*, 105, p104-113. 2016.

[Zhang, 2017] Zhang S.F., Zeng W.D., Zhao Q.Y., Ge L.L., Zhang M.. In situ SEM study of tensile deformation of a near- β titanium alloy, *Mater. Sci. Eng. A*, 708, p574–581. 2017.

[Zhao, 2008] Zhao Y.H., Guo Y.Z., Wei Q., Dangelewicz A.M., Xu C., Zhu Y.T., Langdon T.G., Zhou Y.Z., Lavernia E.J.. Influence of specimen dimensions on the tensile behavior of ultrafine-grained Cu, *Scripta Materialia*, 59, p627–630. 2008.

[Zhao, 2009] Zhao Y.H., Guo Y.Z., Wei Q., Topping T.D., Dangelewicz A.M., Zhu Y.T., Langdon T.G., Lavernia E.J.. Influence of specimen dimensions and strain measurement methods on tensile stress–strain curves, *Materials Science and Engineering A*, 525, p68–77. 2009.

[Zheng, 2016] Zheng Z., Balint D.S., Dunne F.P.E.. Discrete dislocation and crystal plasticity analyses of load shedding in polycrystalline titanium alloys, *International Journal of Plasticity* 87, p15-31, 2016.

[Zheng, 2018] Zheng Z., Balint D.S., Dunne F.P.E., Waheed S.. Slip transfer across phase boundaries in dual phase titanium alloys and the effect on strain rate sensitivity, *International Journal of Plasticity*, 104, p23-38. 2018.

[Zheng (2), 2018] Zheng Y., Williams R.E.A., Viswanathan G.B., Clark W.A.T., Fraser H.L.. Determination of the structure of a-b interfaces in metastable b-Ti alloys, *Acta Materialia*, 150, p25-39. 2018.

Mots clés RAMEAU

Anisotropie / Anisotropy

Déformations (mécanique) / Deformations (Mechanics)

Essais dynamiques / Dynamic testing

Microstructure (physique) / Microstructure

Titanes--Alliages--Ductilité / Titanium alloys--Ductility

Titanes--Alliages--Propriétés thermomécaniques / Titanium alloys--Thermomechanical properties

Titane--Alliages--Ruptures / il n'existe pas de descripteur équivalent validé par la Bibliothèque du Congrès

Mots clés libres

Ti-10V-2Fe-3Al, Alliage de titane β -métastable, Grain β , Volume sollicité

Résumé en français

Les alliages de titane β -métastable sont utilisés dans le domaine aéronautique pour leur résistance spécifique élevée. En particulier, l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al est employé pour certains composants de trains d'atterrissage. Un enjeu important pour l'utilisation de ces alliages est la compréhension de l'anisotropie et de la variabilité considérable des propriétés mécaniques en traction, notamment concernant la ductilité. Ces alliages présentent une fraction élevée de phase β à température ambiante (environ 40 %) et son implication dans l'anisotropie des propriétés mécaniques a été relativement peu étudiée. Ce travail de thèse s'est donc focalisé sur la compréhension de l'impact respectif des textures morphologiques et cristallographiques de la phase β sur les propriétés mécaniques en traction de l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al. Des essais de traction monotone à température ambiante avec différentes directions de prélèvement ont permis de mettre en évidence le rôle non négligeable de la phase β sur l'anisotropie du comportement mécanique du Ti-10V-2Fe-3Al. Un suivi de la déformation réalisé in-situ sous microscope optique a permis de montrer que la localisation de la déformation est gouvernée par l'anisotropie élastique et l'orientation morphologique de la phase β . La répartition de la déformation est primordiale à prendre en compte car elle est corrélée à l'allongement à rupture, qui dépend également des mécanismes d'endommagement actifs. En particulier, les orientations morphologique et cristallographique du grain β sont déterminants vis-à-vis du mécanisme d'endommagement, trans- ou inter-granulaire. L'influence du volume sollicité sur la variabilité des propriétés mécaniques a également été considérée, étant donné la taille millimétrique des grains β . L'augmentation du volume sollicité entraîne une homogénéisation de la déformation et améliore la résistance à l'endommagement à l'échelle de l'éprouvette. Cependant, l'augmentation du volume sollicité entraîne également une augmentation de la probabilité de contenir des configurations de microstructures critiques, responsables de la rupture des éprouvettes. Il existe ainsi une relation complexe entre les dimensions des éprouvettes et la ductilité.

Résumé en anglais

High strength metastable β titanium alloys are increasingly employed in the aircraft industry due to their outstanding strength-to-weight ratio. In particular, the Ti-10V-2Fe-3Al alloy has been successfully used in landing gears of modern aircrafts. A major challenge for their use is to understand the anisotropy and variability of tensile properties, particularly for ductility. These alloys have a high β -phase fraction at room temperature (around 40%), and its involvement in the anisotropy of mechanical properties has been relatively understudied. This thesis focused on understanding the respective impact of β -phase morphological and crystallographic textures on the tensile properties of the Ti-10V-2Fe-3Al alloy. Monotonic tensile tests at room temperature with multiple sampling directions highlighted the non-negligible role of the β -phase on the anisotropy of the mechanical behavior. In-situ DIC during tensile tests under an optical microscope has shown that strain localization is governed by elastic anisotropy and the morphological orientation of the β -phase. Strain distribution is correlated with elongation, which also depends on active damage mechanisms. In particular, the morphological and crystallographic orientations of the β -grain are decisive for the damage mechanism, whether trans- or inter-granular. The influence of stressed volume on the variability of mechanical properties was also considered due to the millimetric size of β -grains. Increasing the stressed volume leads to strain homogenization and improves damage resistance at the specimen scale. However, increasing the stressed volume also increases the probability of containing critical microstructure configurations, responsible for specimen failure. There is a complex relationship between specimen size and ductility.