



**HAL**  
open science

# Evolution microstructurale et comportement mécanique de l'alliage de titane beta21S après vieillissement sous air

Héloïse Vigié

## ► To cite this version:

Héloïse Vigié. Evolution microstructurale et comportement mécanique de l'alliage de titane beta21S après vieillissement sous air. Matériaux. Institut National Polytechnique de Toulouse - INPT, 2017. Français. NNT : 2017INPT0133 . tel-04647983

**HAL Id: tel-04647983**

**<https://theses.hal.science/tel-04647983v1>**

Submitted on 15 Jul 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.



Université  
de Toulouse

# THÈSE

En vue de l'obtention du

## DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

**Délivré par :**

Institut National Polytechnique de Toulouse (Toulouse INP)

**Discipline ou spécialité :**

Science et Génie des Matériaux

---

**Présentée et soutenue par :**

Mme HELOISE VIGIE

le samedi 17 juin 2017

**Titre :**

Evolution microstructurale et comportement mécanique de l'alliage de titane beta21S après vieillissement sous air

---

**École doctorale :**

Sciences de la Matière (SDM)

**Unité de recherche :**

Centre Interuniversitaire de Recherche et d'Ingénierie des Matériaux (CIRIMAT)

**Directeur de Thèse :**

M. BERNARD VIGUIER

**Rapporteurs :**

M. PATRICK VILLECHAISE, ENSMA POITIERS

M. THIERRY GLORANT, INSA DE RENNES

**Membres du jury :**

M. JOËL ALEXIS, ECOLE NATIONALE D'INGENIEUR DE TARBES, Président

M. BERNARD VIGUIER, TOULOUSE INP, Membre

MME AURELIE SOULA, GROUPE SAFRAN, Membre

MME ELISABETH GAUTIER, CNRS, Membre



*« If you can dream it, you can do it.  
Always remember that this whole thing was started  
with a dream and a mouse.”  
Walt Disney*



## Résumé

L'un des principaux enjeux des acteurs aéronautiques est l'allègement des structures afin de réduire la consommation de carburant et donc les coûts de fonctionnement. A cette fin, les alliages de titane sont de plus en plus utilisés du fait de leurs très bonnes propriétés mécaniques notamment à hautes températures, pour une densité relativement faible. C'est dans ce contexte que s'inscrivent les travaux de cette thèse. L'alliage étudié est le Ti-β21S, utilisé actuellement dans la fabrication des systèmes d'éjection des gaz des moteurs d'avions. La problématique de la thèse est d'évaluer les potentialités du Ti-β21S, au-delà des limites conventionnelles. Pour cela, des vieillissements thermiques sous air à différentes températures (450°C - 700°C) pendant diverses durées (500h - 10000h) sont réalisés. La microstructure avant et après vieillissement est caractérisée afin de déterminer l'impact du vieillissement thermique. Ces observations montrent que les évolutions microstructurales sont directement liées à la température de vieillissement, et l'impact de la durée de vieillissement n'est pas identique pour toutes les températures de vieillissement. L'enjeu suivant de cette thèse est d'étudier le comportement mécanique en traction et en fatigue à température ambiante et à 550°C après vieillissement. Le comportement mécanique en traction est très dépendant des conditions de traitement thermique, et de ce fait de la microstructure de l'alliage. De plus, les comportements mécaniques sont également très dépendants de la température d'essai. Un autre enjeu est la compréhension des phénomènes d'oxydation sur cette plage de températures de vieillissement. La diffusion de l'oxygène dans le matériau entraîne des modifications microstructurales en proche surface, et impacte fortement la tenue mécanique de l'alliage en fragilisant le matériau. Un lien entre paramètres microstructuraux et teneur en oxygène a été mis en évidence. De même, la résistance mécanique en traction a été reliée à la microstructure.

Mots-clés : titane, Ti-β21S, vieillissements, microstructure, traction, fatigue, oxydation

## Abstract

One of the main issues of the aeronautic industry is to decrease the weight of structures in order to reduce fuel consumption. Titanium alloys are more and more used due to their good mechanical properties at high temperatures, with a low density. Ti- $\beta$ 21S, currently used in the manufacturing of nozzles, was investigated. The aim of this work is to study the potential of this alloy beyond conventional limits. Thermal treatments on air are carried out at different temperatures (450°C - 700°C) for various durations (500h - 10000h). The microstructure is characterized before and after aging in order to determine the impact of aging thermal. The observations show that microstructural evolutions are related to aging temperature, and impact of time aging is not the same for all temperatures. Another aim is to study the mechanical behavior with tensile and fatigue tests at room temperature and 550°C after aging. Mechanical tensile behavior depends on the aging temperature and the microstructure of the alloy. Moreover, mechanical behavior depends on test temperature. Another issue is the understanding of oxidation phenomena over the range of temperatures, and to determine the effects of oxidation on both microstructure and mechanical behavior. The diffusion of oxygen in the material leads to the microstructural evolution near the surface, and impacts mechanical strength by weakening the material. A link between microstructure and oxygen content is demonstrated. Similarly, the tensile strength is connected to microstructure.

Key-words: titanium, Ti- $\beta$ 21S, microstructure, tensile tests, fatigue, oxidation

## Remerciements

Au cours de ces années de thèse, j'ai eu la chance d'être entourée de personnes qui m'ont beaucoup appris, et pas seulement d'un point de vue scientifique. Les pages qui suivent sont l'occasion pour moi de remercier ces personnes.

Tout d'abord, je souhaite remercier Joël Alexis, professeur à l'ENI de Tarbes d'avoir accepté de présider le jury de soutenance de ces travaux, ainsi que Thierry Gloriant, professeur à l'INSA de Rennes et Patrick Villechaise, directeur de recherche à l'Institut Pprime de Poitiers d'avoir accepté de rapporter ces travaux. Je remercie également Elisabeth Aeby-Gautier, directrice de recherche de l'Institut Jean Lamour de Nancy d'avoir examiné ces travaux de recherches. Je vous remercie tous pour l'intérêt que vous avez porté sur mes travaux, ainsi que pour la richesse de la discussion au cours de la soutenance.

Je souhaite ensuite remercier Bernard Viguier, professeur au CIRIMAT ENSIACET à Toulouse, qui a encadré ces travaux de thèse. Merci infiniment de m'avoir accompagnée en tant que professeur pendant mes années d'études à l'ENSIACET, puis de m'avoir permis de faire cette thèse au CIRIMAT. J'ai énormément appris à tes côtés, tant d'un point de vue scientifique que personnel, merci également de m'avoir aidée à trouver ma voie.

Je remercie Aurélie Soula, ingénieure de recherche à Safran Nacelles qui a co-encadré cette thèse, ainsi que toute l'équipe Matériaux Métalliques de Safran Nacelles, Karl de Jesus, Pierre-François Behaguel, Anne Mahieu, sans oublier Immanuel Freiherr Von Thungen de Safran Tech. J'ai pris beaucoup de plaisir à partager et à échanger avec vous et mes déplacements (ou plutôt expéditions !) au Havre ou Paris auront été toujours très enrichissants.

Je souhaite remercier l'ensemble du personnel du Centre de micro-caractérisation Raimond Castaing de m'avoir accueillie et permis de réaliser de nombreuses analyses au cours de cette thèse. Merci à Claudie Josse, Stéphane Le Blond du Plouy, Laurent Weingarten, Philippe de Parseval, Sophie Gouy et Theresa Hungria.

Il est maintenant tant de remercier ma grande famille de thèse. Au cours de cette folle aventure, j'ai eu la chance de rencontrer des gens qui m'ont accompagnée, soutenue, et avec qui j'ai pris beaucoup de plaisir à échanger sur nos travaux respectifs ou sur (souvent) bien d'autres sujets ! Je tiens ainsi à remercier une nouvelle fois mon papa de

thèse, Bernard Viguier, qui a très bien tenu ce rôle. Je remercie également mon parrain et ma marraine de thèse, Eric Andrieu et Dominique Poquillon. Vous avez tous deux été mes professeurs à l'ENSIACET, un grand merci de m'avoir épaulée au cours de projets étudiants et stage de fin d'étude, et de m'avoir encouragée au cours de toutes ces années. Un grand merci également à mon jeune papi de thèse, Jacques Lacaze, pour tes boutades, tes gâteaux et pour ces discussions sur la vie qui valent de l'or. Je remercie également les oncles et tantes de thèse, qui sont tous les permanents du labo. Ce fut un plaisir d'apprendre à vos côtés, je nomme donc dans cette catégorie Christine, Moukrane, Benoit, Ghislaine, David, Christophe, Christèle, Olivier, Cédric, Yannick, Djar, Aurélie, Daniel M., Julitte, Jérémy, Lydia, Alessandro, Daniel S., Diane, Olivier et Marie-Christine. Une immense merci (et encore le mot est faible) pour les tantines du labo (ou greluches !), Katia, Caro, Dominique B. et Jany, ça a été un réel plaisir de venir discuter de tout sauf de ma thèse dans vos bureaux ; ne changez rien, vous êtes parfaites ! Je souhaite remercier les grands cousins qui sont Ronan et Alexandre F., pour leur patience et leur aide précieuse pour les préparations des échantillons et aussi le soutien logistique pour la mise en place des essais, sans vous rien ne tournerait en bas ! Dans cette grande famille, il y a aussi tous les cousins de thèse, compagnons de galère. Dans le désordre, je nomme Loïc, Charlotte, Nathan, Rémi, Jacques, Adrien, Antoine, Camille P., Maëla, Pierre G., Manue, Pierre P., Pancou, Bruno, Aurélien, Andréas, Elodie, Alexandra, Rosanne, Franck, Marlette, Tom, Alexandre M., Mathieu et André. Je vous souhaite à tous bonne continuation et beaucoup de réussite dans tous ce que vous entreprendrez. Un grand merci également à Thalita pour l'aide précieuse qu'elle m'a apporté au cours de son stage et pour son implication. J'ai gardé le meilleur de cette belle famille pour la fin. Au cours de cette thèse, j'ai également fait la connaissance de mes frères et sœurs de thèse, avec qui j'ai eu la chance de partager mon bureau. Je remercie du fond du cœur mes deux grands frères Bertrand et Maxime de m'avoir si bien accueillie, et de m'avoir rapidement ouvert les yeux sur la vraie vie d'un thésard ! Un énormissime merci à ma jumelle de thèse Coralie avec qui j'ai eu la chance de partager de merveilleux moments et qui a été la témouine d'une autre belle aventure. Un immense merci à Romain, le petit frère qui m'a accompagnée sur les derniers mois de la thèse et qui a su tellement bien me rassurer en restant parfois beaucoup trop tard au labo ! Enfin, je remercie également Clément pour son arrivée tardive dans ce bureau mais qui a su très bien s'adapter aux crises de folie d'une personne en pleine préparation de soutenance.

Je finirai bien sûr par remercier ma famille, présente depuis le début, toujours là pour m'encourager et me soutenir. Merci de m'avoir écoutée au cours de ces trois années, en

me faisant croire que le sujet vous intéressait, merci de me suivre dans toutes mes idées plus farfelues les unes que les autres, merci d'être là tout simplement. Vous êtes présents dans les bons et les mauvais moments mais tout ce qui compte c'est qu'on soit ensemble. Un incommensurable merci à mes parents et à mon frère pour leur soutien au jour le jour et de votre amour. Merci enfin à celui qui partage ma vie depuis tant d'années, Guillaume. Tu sais trouver les mots pour m'encourager et m'aider à avancer au quotidien, tu m'aides à grandir et à réaliser mes rêves. Merci.



---

## Table des matières

Introduction .....	1
Chapitre I. Revue bibliographique.....	5
<i>1.1. Généralités sur le titane pur et ses alliages.....</i>	<i>7</i>
1.1.1. Structure cristalline du titane pur.....	7
1.1.2. Les alliages de titane .....	8
1.1.3. Les différentes phases du titane .....	11
<i>1.2. Les alliages de titane <math>\beta</math>-métastables.....</i>	<i>20</i>
1.2.1. Traitements thermomécaniques et microstructures .....	20
1.2.2. Propriétés mécaniques des alliages $\beta$ -métastables .....	24
<i>1.3. Oxydation des alliages de titane.....</i>	<i>35</i>
1.3.1. Cinétiques d'oxydation et oxydes.....	35
1.3.2. Diffusion de l'oxygène.....	39
1.3.3. Oxygène et microstructure .....	41
1.3.4. Oxygène et comportement mécanique.....	42
<i>1.4. L'alliage Ti-<math>\beta</math>21S.....</i>	<i>43</i>
Chapitre II. Matériaux de l'étude et techniques expérimentales .....	49
<i>II.1. Matériaux d'étude.....</i>	<i>51</i>
II.1.1. Les différents lots matière .....	51
II.1.2. Etat de réception : état mis en solution .....	52
II.1.3. Traitements thermiques industriels : état CBDP .....	53
II.1.4. Traitement thermique standard : état traité TIMET .....	55
<i>II.2. Mise en place des traitements thermiques de vieillissement.....</i>	<i>55</i>
II.2.1. Mise en place des traitements thermiques .....	55
II.2.2. Planification des traitements thermiques .....	57

II.2.3.	Suivi des prises de masse.....	58
<i>II.3.</i>	<i>Méthodes de caractérisation.....</i>	<i>58</i>
II.3.1.	Géométrie des coupons.....	58
II.3.2.	Préparation des échantillons.....	59
II.3.3.	Caractérisation en microscopie électronique.....	59
II.3.4.	<b>Analyse d'images</b> .....	61
II.3.5.	Microdureté.....	66
<i>II.4.</i>	<i>Caractérisation des propriétés mécaniques.....</i>	<i>67</i>
II.4.1.	Géométrie des éprouvettes.....	67
II.4.2.	Essais réalisés.....	68
Chapitre III. Evolutions microstructurales.....		77
<i>III.1.</i>	<i>Microstructure avant vieillissement.....</i>	<i>79</i>
<i>III.2.</i>	<i>Microstructure à cœur après vieillissement.....</i>	<i>79</i>
III.2.1.	Effet de la température de vieillissement.....	80
III.2.2.	Effet de la durée de vieillissement.....	82
III.2.3.	Quantification des paramètres microstructuraux.....	84
<i>III.3.</i>	<i>Microstructure en surface après vieillissement.....</i>	<i>93</i>
III.3.1.	Observations métallographiques.....	93
III.3.2.	Fraction volumique de la phase $\alpha$ .....	97
Chapitre IV. <b>Effets de l'oxydation</b> .....		101
<i>IV.1.</i>	<i>Prise de masse.....</i>	<i>103</i>
<i>IV.2.</i>	<i>Epaisseur de la couche d'oxyde.....</i>	<i>107</i>
<i>IV.3.</i>	<i>Evolution de la teneur en oxygène.....</i>	<i>112</i>
IV.3.1.	<b>Profil de diffusion de l'oxygène</b> .....	112
IV.3.2.	Modélisation des profils de diffusion.....	115
IV.3.3.	<b>Calcul de l'oxygène dissout</b> .....	116

---

<i>IV.4. Evolution de la microdureté.....</i>	<i>118</i>
IV.4.1. Profil de microdureté.....	118
IV.4.2. Lien avec la teneur en oxygène .....	122
<b>Chapitre V. Comportement mécanique de l'alliage de Ti-<math>\beta</math>21S.....</b>	<b>127</b>
<i>V.1. Comportement en traction du matériau avant vieillissement.....</i>	<i>129</i>
V.1.1. Influence de la microstructure.....	129
V.1.2. Influence de la température.....	131
V.1.3. <b>Sensibilité de la contrainte d'écoulement</b> à la vitesse de déformation.....	135
<i>V.2. Comportement en traction du matériau après vieillissement.....</i>	<i>140</i>
V.2.1. Etude du comportement en traction à température ambiante	140
V.2.2. Etude du comportement en traction à 550°C.....	146
V.2.3. Evolution des paramètres caractéristiques .....	151
<i>V.3. Comportement en fatigue du matériau après vieillissement .....</i>	<i>156</i>
V.3.1. Etude du comportement en fatigue à température ambiante	156
V.3.2. Etude du comportement en fatigue à 550°C .....	162
<b>Chapitre VI. Discussion .....</b>	<b>169</b>
<i>VI.1. Evolution de la microstructure et rôle de l'oxydation.....</i>	<i>172</i>
<i>VI.2. Evolution des propriétés mécaniques .....</i>	<i>175</i>
VI.2.1. Module <b>d'Young</b> .....	175
VI.2.2. Seuil de plasticité.....	177
VI.2.3. Amplitude de déformation.....	182
VI.2.4. Fatigue.....	184
<i>VI.3. Synthèse.....</i>	<i>186</i>

---

Conclusion et perspectives .....	189
Annexes .....	193
Références bibliographiques .....	231

## Introduction

---

Les alliages de titane possèdent de bonnes propriétés mécaniques pour une densité relativement faible. Leur tenue mécanique en température est élevée, ainsi que leur résistance à la corrosion. De plus, les alliages de titane sont également des matériaux biocompatibles. Toutes ces caractéristiques font des alliages de titane des matériaux de plus en plus utilisés dans de nombreux domaines, comme ceux de l'aéronautique, de l'énergie, de la chimie, ou encore du biomédical. Les applications aéronautiques représenteront bientôt plus de la moitié de la consommation annuelle mondiale de titane, cette part passant de 30 % en 2003 à 57 % prévue en 2017. Ainsi, les alliages de titane sont utilisés dans la partie compresseur des avions civils. Par exemple, l'alliage Ti-6Al-4V, communément appelé TA6V, constitue les disques, alors que le Ti17 est utilisé dans les aubes de fan ainsi que dans les premiers étages de compression. Le TA6V est également utilisé pour les mâts réacteurs ; les nacelles et les pièces de raccordement sur l'aile des moteurs emploient des alliages de titane plus performants tels que le Ti- $\beta$ 21S, le Ti5553 et le Ti-10-2-3.

Safran est un groupe international de haute technologie et un des équipementiers principaux dans les domaines de l'aéronautique, de l'espace et de la défense. Parmi les différentes sociétés du groupe, Safran Aircraft Engines conçoit et commercialise des moteurs pour avions civils, militaires et pour satellites. Safran Landing System est le leader mondial des fonctions d'atterrissage et de freinage pour aéronef. Safran Helicopter Engine est le leader mondial des turbines pour hélicoptères, et Safran Nacelles un des leaders des nacelles de moteurs d'avions. Les travaux présentés dans ce manuscrit sont le résultat d'une collaboration entre le CIRIMAT (Centre Inter-universitaire de Recherche et d'Ingénierie des MATériaux) de Toulouse, et la société Safran Nacelles.

La société Safran Nacelles conçoit, intègre et assure le support ainsi que le service après-vente des nacelles de moteurs d'avions (cf. Figure 1). La tuyère fait partie du système d'éjection du flux primaire du turboréacteur. Le système d'échappement est constitué de trois parties : une tuyère primaire (ou *nozzle*), le plug avant (*front plug*, le plus proche du moteur) et le plug arrière (*rear plug*, le plus éloigné du moteur). Elle contribue également fortement à la maîtrise de l'acoustique du moteur. Lorsqu'il est nécessaire de diminuer le bruit de l'ensemble propulsif, le front plug et la tuyère primaire sont traités acoustiquement. Dans ce cas, ces éléments sont constitués d'une structure sandwich, grâce au brasage d'une structure « nid d'abeille ». Lorsque la tuyère n'est pas traitée

acoustiquement, la structure consiste en une tôle laminée, appelée structure monolithique.

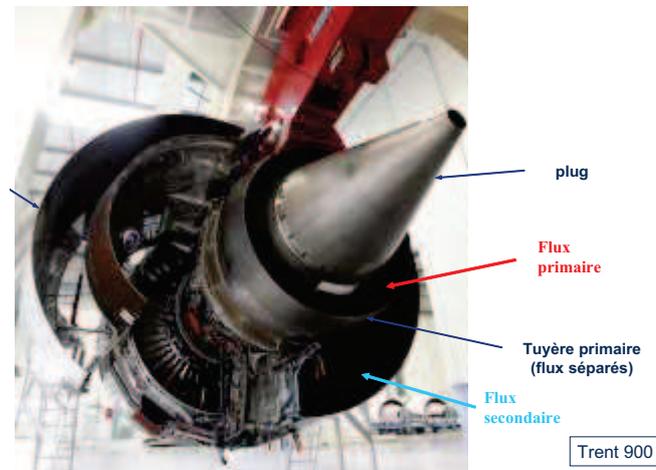


Figure 1 : Nacelle et système d'éjection du moteur Rolls Royce Trent 900 de l'Airbus A380

L'un des principaux enjeux des acteurs aéronautiques est l'allègement des structures afin de réduire la consommation de carburant et donc les coûts de fonctionnement. A cette fin, les alliages de titane sont de plus en plus utilisés du fait de leurs bonnes propriétés spécifiques. Alors que les structures des avions civils, comme l'A320, n'utilisaient que peu d'alliages de titane (3 à 5 % du poids total), les nouvelles structures (A350) font appel à de plus grandes quantités de pièces en alliages de titane pour atteindre entre 15 et 18 % du poids total. Cette démarche d'allègement des structures est très présente chez Safran Nacelles. C'est dans ce contexte que s'inscrivent les travaux de cette thèse. Le titane  $\beta$ 21S est déjà largement employé dans la fabrication des nacelles, notamment dans l'élaboration des systèmes d'échappement. La problématique de la thèse est d'évaluer les potentialités du Ti- $\beta$ 21S au-delà des limites conventionnelles, afin d'étudier la possibilité d'utiliser cet alliage là où aujourd'hui les alliages base nickel sont présents. Pour cela, des vieillissements thermiques à l'air à différentes températures (450°C - 700°C) pendant diverses durées (500h - 10000h) sont réalisés. La microstructure avant et après vieillissement est caractérisée afin de déterminer l'impact du vieillissement. L'enjeu suivant est d'étudier le comportement mécanique en traction et en fatigue après traitement thermique. Un autre enjeu est la compréhension des phénomènes d'oxydation sur cette plage de température de vieillissement, et de déterminer l'effet de l'oxygène à la fois sur la microstructure et sur le comportement mécanique. Les liens entre les évolutions microstructurales, le comportement mécanique et l'oxydation seront ensuite établis.

Afin de répondre à ces différents objectifs, le manuscrit de cette thèse s'articule en six chapitres. Le premier chapitre expose une étude bibliographique sur le titane et ses alliages. Nous nous focaliserons sur les titanés  $\beta$  métastables, catégorie d'alliages à laquelle appartient le Ti- $\beta$ 21S. Les différentes microstructures et le comportement mécanique de ces alliages seront abordés. Les phénomènes d'oxydation seront également traités dans ce chapitre ainsi que leurs effets sur la microstructure et le comportement mécanique. Dans le deuxième chapitre, le Ti- $\beta$ 21S est présenté ainsi que les différents états microstructuraux analysés dans cette étude. Les moyens expérimentaux et les méthodologies employées sont également détaillés dans cette partie. Dans le troisième chapitre, les résultats de caractérisation de la microstructure avant et après vieillissement sont présentés. Les évolutions microstructurales à cœur de tôles et en surface d'échantillons sont étudiées. Dans le chapitre IV, nous nous intéresserons aux phénomènes d'oxydation. Différentes méthodes ont été utilisées afin de caractériser ces phénomènes, qui sont la croissance des couches d'oxydes et la diffusion de l'oxygène dans le matériau. Le comportement mécanique de l'alliage avant et après vieillissement est présenté dans le cinquième chapitre. Les tenues en traction et en fatigue sont étudiées afin d'évaluer l'impact du vieillissement sur le comportement mécanique de l'alliage. Enfin, le dernier chapitre fait l'objet d'une analyse plus globale des liens entre les évolutions microstructurales, le comportement mécanique et les effets de l'oxygène.



## Chapitre I. Revue bibliographique

<i>1.1. Généralités sur le titane pur et ses alliages.....</i>	<i>7</i>
1.1.1. Structure cristalline du titane pur.....	7
1.1.2. Les alliages de titane .....	8
1.1.2.1. <b>Les différents éléments d’alliage</b> .....	8
1.1.2.1.1. Les éléments $\alpha$ -gènes .....	8
1.1.2.1.2. Les éléments $\beta$ -gènes .....	9
1.1.2.1.3. Les éléments neutres.....	9
1.1.2.2. Classification des alliages de titane .....	9
1.1.3. Les différentes phases du titane .....	11
1.1.3.1. <b>Les phases d’équilibre</b> .....	11
1.1.3.1.1. Transformation allotropique $\beta \rightarrow \alpha$ .....	11
1.1.3.1. Les différentes morphologies de la phase $\alpha$ .....	12
1.1.3.2. Les différentes morphologies de la phase $\beta$ .....	15
1.1.3.3. Les phases hors équilibre .....	16
1.1.3.3.1. Les martensites $\alpha'$ et $\alpha''$ .....	16
1.1.3.3.2. Les phases $\omega$ .....	17
1.1.3.3.3. La phase $\beta'$ .....	20
1.1.3.3.4. La phase $Ti_3Al$ ou $\alpha_2$ .....	20
<i>1.2. Les alliages de titane <math>\beta</math>-métastables.....</i>	<i>20</i>
1.2.1. Traitements thermomécaniques et microstructures .....	20
1.2.2. Propriétés mécaniques des alliages $\beta$ -métastables .....	24
1.2.2.1. Systèmes de glissement des alliages de titane .....	24
1.2.2.1.1. Déformation de la phase $\beta$ .....	24
1.2.2.1.2. Déformation de la phase $\alpha$ .....	25
1.2.2.1.3. Durcissement structural .....	27
1.2.2.1.4. Ordre à courte distance .....	28
1.2.2.2. Propriétés en traction.....	28
1.2.2.3. Propriétés en fatigue.....	31

1.2.2.3.1. Généralités sur les essais de fatigue.....	31
1.2.2.3.2. Comportement en fatigue des alliages de titane.....	33
<i>1.3. Oxydation des alliages de titane.....</i>	<i>35</i>
1.3.1. <b>Cinétiques d'oxydation et oxydes.....</b>	<b>35</b>
1.3.2. <b>Diffusion de l'oxygène.....</b>	<b>39</b>
1.3.3. Oxygène et microstructure.....	41
1.3.4. Oxygène et comportement mécanique.....	42
<i>1.4. L'alliage Ti-<math>\beta</math>21S.....</i>	<i>43</i>

## 1.1. Généralités sur le titane pur et ses alliages

Le titane est le quatrième élément le plus abondant sur la Terre, après l'aluminium, le fer et le magnésium, puisqu'il représente près de 0,6 % de la croûte terrestre. Il est présent sous deux formes : le rutile ( $\text{TiO}_2$ ) et l'ilménite ( $\text{FeTiO}_3$ ). C'est sous forme d'ilménite que le minéralogiste et pasteur britannique Gregor le découvre en 1791. Quatre ans plus tard, le chimiste allemand l'identifie dans le rutile, et lui donne son nom, en référence aux Titans de la mythologie grecque. Jusqu'à la fin de la première moitié du XX<sup>ème</sup> siècle, le titane est uniquement utilisé sous sa forme oxydée pour sa pigmentation blanche. En 1939, Kroll met au point un procédé permettant de réduire le titane métallique. Commence alors l'utilisation du titane sous sa forme métallique. Cependant, ce procédé relativement cher, restreint l'utilisation du titane à des secteurs à haute valeur ajoutée.

### 1.1.1. Structure cristalline du titane pur

Le titane pur possède une structure hexagonale compacte (phase  $\alpha$ ) à température ambiante et à pression atmosphérique. Les paramètres de maille  $a$  et  $c$  de la maille hexagonale de la phase  $\alpha$ , présentée en Figure I-1 (a), valent respectivement 0,295 nm et 0,468 nm. Le rapport  $c/a$  du titane pur vaut ainsi 1,587, ce qui est inférieur à la valeur théorique de 1,633 correspondant à la compacité maximale. A 882°C, le métal pur subit une transformation allotropique au cours de laquelle la structure hexagonale compacte se transforme en une structure cubique centrée (phase  $\beta$ ). Cette température est appelée température de transus  $\beta$ . Le paramètre de maille de cette structure cubique centrée de la phase  $\beta$ , présentée en Figure I-1 (b) est de 0,332 nm.

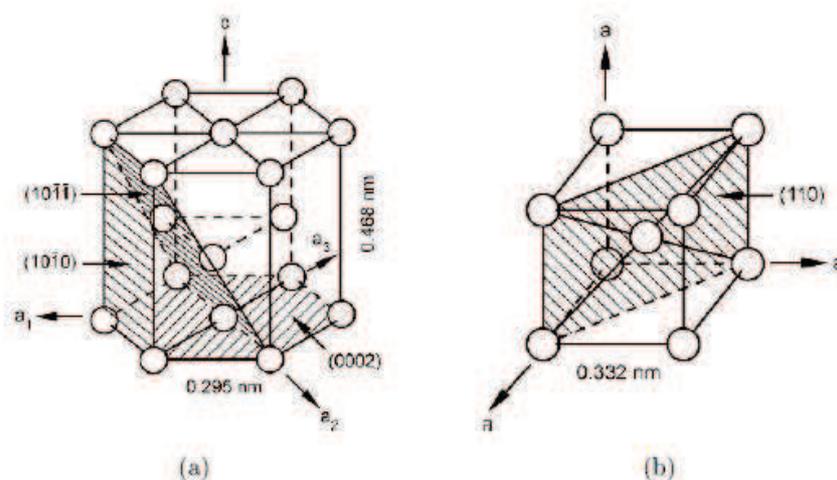


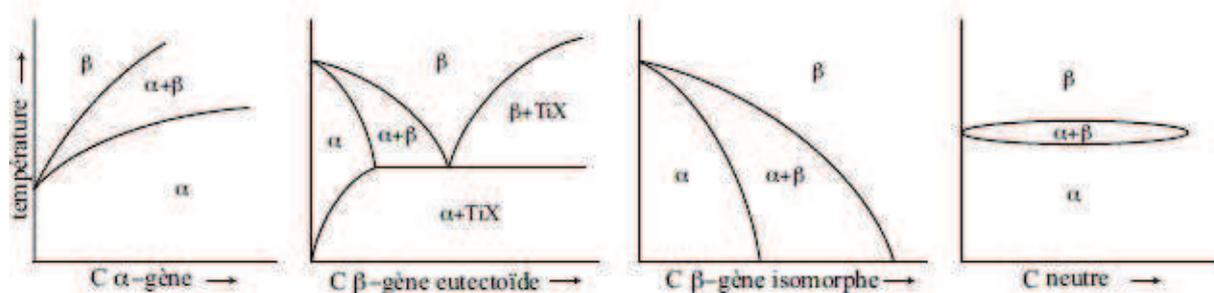
Figure I-1 : Représentations cristallographiques de la maille hexagonale compacte de la phase  $\alpha$  (a) et de la maille cubique de la phase  $\beta$  (b) [Lütjering, 2007]

### 1.1.2. Les alliages de titane

L'ajout d'éléments d'alliage au titane pur permet d'obtenir une grande variété de compositions chimiques. Les éléments chimiques stabilisant l'une ou l'autre des phases principales du titane, permettent ainsi d'obtenir différentes microstructures.

#### 1.1.2.1. Les différents éléments d'alliage

Les éléments d'addition présents dans les alliages de titane sont classés suivant leur affinité avec la phase  $\alpha$  ou  $\beta$  [Combres, 2010]. Deux catégories d'éléments sont ainsi distingués, les éléments  $\alpha$ -gènes et les éléments  $\beta$ -gènes. La Figure 1-2 présente les différents diagrammes de phases en fonction de la nature des éléments d'addition.



#### 1.1.2.1.1. Les éléments $\alpha$ -gènes

Les éléments dit  $\alpha$ -gènes stabilisent la phase  $\alpha$  en augmentant la température de transformation allotropique, comme le montre le premier schéma de la Figure 1-2. Les principaux éléments  $\alpha$ -gènes sont l'aluminium, l'oxygène, l'azote, le carbone et le bore. L'aluminium forme une solution solide de substitution tandis que les autres s'insèrent dans les sites interstitiels de la maille hexagonale, du fait de leur faible rayon atomique.

L'aluminium est l'élément d'alliage le plus utilisé du fait de sa grande solubilité dans les deux phases  $\alpha$  et  $\beta$ . Dans la phase  $\alpha$ , l'aluminium formant une solution solide de substitution, augmente le rapport  $c/a$ . L'augmentation de la teneur en aluminium entraîne une augmentation de la cission critique des systèmes de glissement prismatiques [Sakai, 1974]. La ductilité est ainsi diminuée, alors que la résistance mécanique est augmentée.

L'oxygène est considéré comme un élément d'alliage puisqu'il augmente la résistance mécanique, notamment dans le cas des grades de titane commercialement purs.

### 1.1.2.1.2. Les éléments $\beta$ -gènes

Les éléments  $\beta$ -gènes stabilisent, quant à eux, la phase  $\beta$  et diminuent la température de transus  $\beta$ . Dans cette catégorie d'éléments d'addition, deux types sont différenciés. Les éléments d'alliage isomorphes, comme le molybdène, le vanadium, le niobium, et le tantale, stabilisent la phase  $\beta$  à température ambiante et sont tous substitutionnels. Les éléments eutectoïdes forment quant à eux des composés intermétalliques. Parmi ces éléments eutectoïdes, on retrouve le manganèse, le fer, le chrome, le silicium, le nickel et le cuivre, mais encore l'hydrogène qui s'insère dans les sites interstitiels du réseau.

### 1.1.2.1.3. Les éléments neutres

Certains éléments tels que le zirconium et l'étain n'ont aucune affinité avec l'une ou l'autre des phases. Ils sont donc considérés comme neutres.

### 1.1.2.2. Classification des alliages de titane

Pour classer les différents éléments d'alliage de titane, deux paramètres  $Al_{eq}$  et  $Mo_{eq}$  sont calculés. Ils quantifient le poids respectif des éléments  $\alpha$ -gènes et  $\beta$ -gènes. Les relations suivantes servent à calculer ces deux paramètres [Molinier, 1974].

$$Al_{eq}(\%mass.) = Al + \frac{Sn}{3} + \frac{Zr}{6} + 10 * O_2 \quad \text{Équation 1-1}$$

$$Mo_{eq}(\%mass.) = Mo + \frac{V}{1,5} + \frac{Cr}{0,6} + \frac{Fe}{0,35} + \frac{Cu}{1,3} + \frac{Ni}{3,6} \quad \text{Équation 1-2}$$

Trois grandes familles d'alliages de titane sont ainsi déterminées en fonction de leur  $Al_{eq}$  et  $Mo_{eq}$ , caractérisant leur proportion de phase  $\alpha$  et  $\beta$  stables à température ambiante. Les propriétés mécaniques caractéristiques de ces différentes classes d'alliages sont représentés schématiquement dans la Figure I-3.

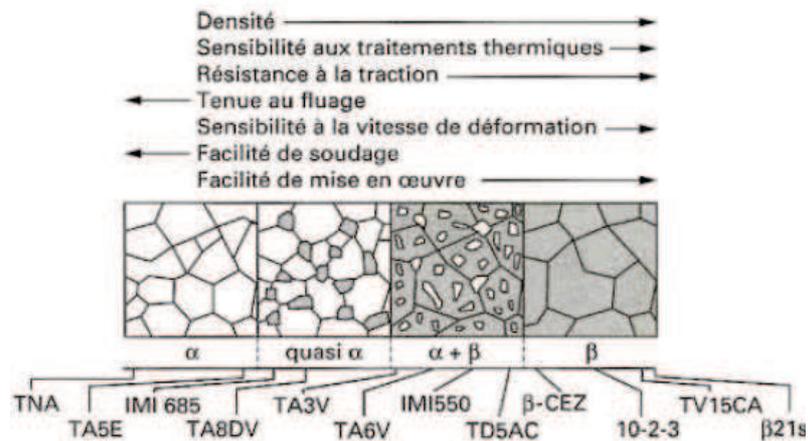


Figure 1-3 : Représentation schématique des structures micrographiques d'équilibre des alliages de titane [Combres, 1995]

Le groupe des alliages  $\alpha$  et quasi- $\alpha$  est essentiellement constitué d'alliages de grade commercialement pur ainsi que d'alliages composés essentiellement de phase  $\alpha$ . La phase  $\beta$  peut être présente à température ambiante, mais en très faible quantité. Ces alliages se caractérisent par une bonne résistance à l'oxydation, mais présentent des propriétés mécaniques plus faibles que celles des alliages des autres familles.

Les alliages  $\alpha+\beta$  sont constitués à la fois d'éléments  $\alpha$ -gènes et  $\beta$ -gènes, et possèdent un mélange de phases  $\alpha$  et  $\beta$  stables à température ambiante. La fraction volumique de chaque phase dépend de la quantité d'éléments  $\alpha$ -gènes et  $\beta$ -gènes présents dans l'alliage. Une grande diversité de compositions et de microstructures est donc possible, et ainsi de propriétés mécaniques. L'alliage le plus connu et aussi le plus utilisé de cette catégorie d'alliage est le TA6V, aussi nommé Ti-6Al-4V. Cet alliage est très utilisé dans le domaine aéronautique, du fait de son bon compromis entre résistance mécanique et ductilité mais ne peut être utilisé que pour des températures inférieures à 300°C [Lütjering and Williams, 2007].

La dernière classe d'alliages de titane est celle des alliages  $\beta$ -métastables et  $\beta$ . La phase  $\beta$  compose essentiellement ces alliages. La phase  $\alpha$  peut également être retrouvée dans certains alliages, d'où l'appellation de  $\beta$ -métastables. Ces alliages sont constitués de 100 % de phase  $\beta$  après un refroidissement rapide depuis le domaine  $\beta$ . La phase  $\alpha$  se forme à la suite de traitements thermiques de revenu. La température de transus des alliages  $\beta$  est plus faible que celle des alliages  $\alpha$  ou  $\alpha+\beta$ . La mise en forme à chaud est donc facilitée. Les propriétés mécaniques de ces alliages peuvent être très élevées grâce au contrôle de la morphologie des précipités  $\alpha$ . Notre alliage d'étude le Ti- $\beta$ 21S appartient à cette catégorie d'alliage. La Figure 1-4 représente l'évolution de la

température de transus  $\beta$  en fonction de la valeur du  $Mo_{eq}$ , pour différents alliages, et entre autres des alliages  $\beta$  métastables.

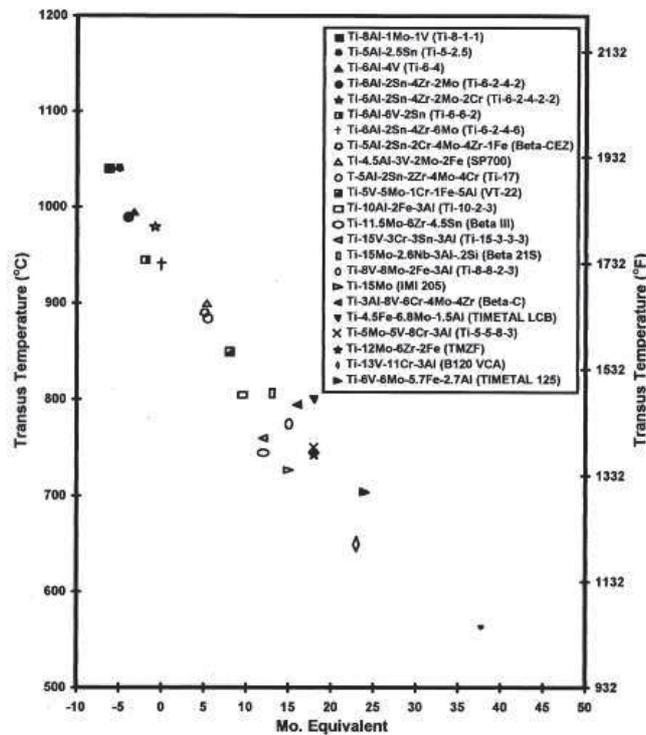


Figure 1-4 : Evolution de la température de transus  $\beta$  en fonction de la proportion d'éléments  $\beta$ -gènes [Weiss, 1998]

### 1.1.3. Les différentes phases du titane

#### 1.1.3.1. Les phases d'équilibre

##### 1.1.3.1.1. Transformation allotropique $\beta \rightarrow \alpha$

Burgers a proposé un mécanisme décrivant la transformation allotropique  $\beta \rightarrow \alpha$  dans le zirconium, pouvant être appliqué à celle observée dans le titane [Burgers, 1934]. Ainsi, lors de la transformation martensitique, les atomes se déplacent et se réarrangent selon les relations de Burgers explicitées ci-dessous, sans aucune diffusion, permettant le passage de la phase cubique à la phase hexagonale compacte. Cette transformation se produit par un mécanisme de cisaillement avec germination athermique.

$$(110)_{\beta} \parallel (0001)_{\alpha}$$

$$[111]_{\beta} \parallel [11\bar{2}0]_{\alpha}$$

Au cours de cette transformation, une distorsion du réseau cristallin se crée et génère des contraintes internes. Les correspondances cristallographiques entre la phase  $\beta$  et la phase  $\alpha$ , en accord avec les relations de Burgers, sont représentés dans la Figure I-5.

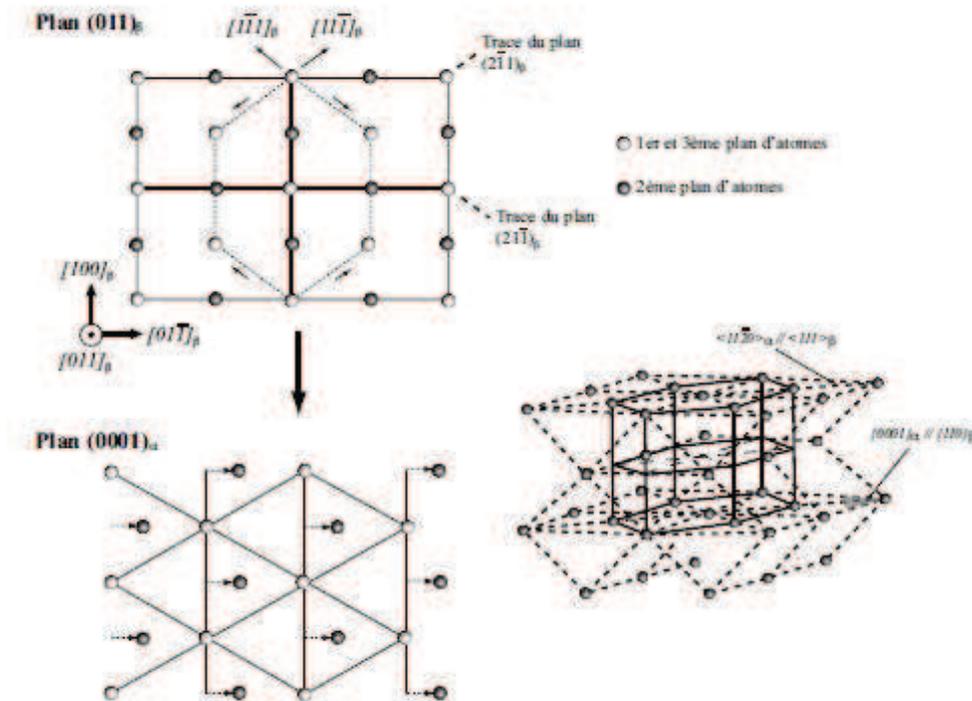


Figure I-5 : Transformation allotropique  $\beta \rightarrow \alpha$  [Burgers, 1934, Campagnac, 1988]

#### 1.1.3.1. Les différentes morphologies de la phase $\alpha$

Différentes morphologies de phase  $\alpha$  qui précipite quand la température est inférieure au transus  $\beta$  sont observables.

##### La phase $\alpha$ aux joints des grains $\beta$ ( $\alpha_{GB}$ )

La phase  $\alpha_{GB}$  précipite aux joints des grains  $\beta$ , pour des températures proches du transus  $\beta$ . A ces températures, la force motrice de germination est faible, et la précipitation se réalise sur les sites les plus favorables. Deux morphologies sont observées pour les précipités  $\alpha_{GB}$  : soit ils sont sous forme globulaire ( $\alpha_1$  sur la Figure I-6), soit ces mêmes précipités forment un liseré continu le long des joints des grains  $\beta$  ( $\alpha_2$  sur la Figure I-6).

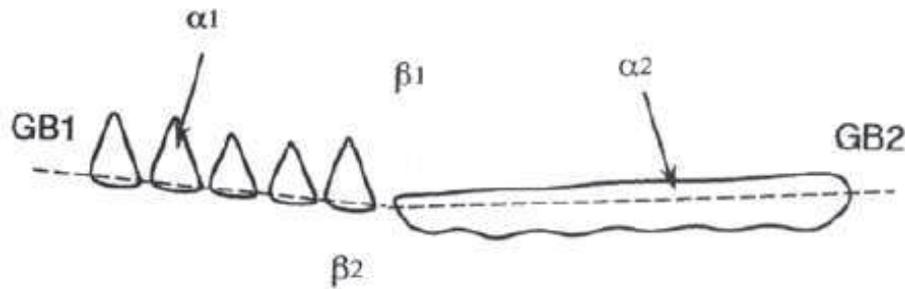


Figure 1-6 : Illustration schématique des deux morphologies de précipités  $\alpha_{GB}$  [Furuhara, 1996]

La précipitation aux joints des grains est régie par les relations d'orientations spécifiques avec les grains  $\beta$  adjacents. La germination  $\alpha$  se réalise lorsque l'énergie d'activation est la plus faible, ce qui est le cas lorsque la direction de précipitation du précipité  $\alpha$  forme un angle minimal avec le plan du joint de grains. Dans un même joint de grains  $\beta$ , il est possible de retrouver une seule morphologie de précipités  $\alpha$ , dans ce cas, un variant unique de précipitation a été sélectionné, les précipités  $\alpha_{GB}$  coalescent alors pour former un film  $\alpha$  le long du joint de grains. Lorsque les précipités  $\alpha_{GB}$  sont de forme globulaire, plusieurs variants de précipitation ont été sélectionnés, attestant d'une forte désorientation entre les grains  $\beta$  adjacents [Furuhara, 1996].

#### La phase $\alpha$ lamellaire dite de Widmanstätten aux joints des grains $\beta$ ( $\alpha_{WGB}$ )

La phase  $\alpha_{WGB}$  germe à partir des joints de grains  $\beta$  et croît vers l'intérieur du grain  $\beta$ , sous forme de lattes enchevêtrées (cf. Figure 1-7). La germination et la croissance de ces lattes s'accompagnent d'une diffusion des différents éléments de l'alliage. Les éléments  $\alpha$ -gènes diffusent vers les précipités  $\alpha_{WGB}$  tandis que les éléments  $\beta$ -gènes se concentrent à l'extérieur de ces lamelles  $\alpha_{WGB}$ .

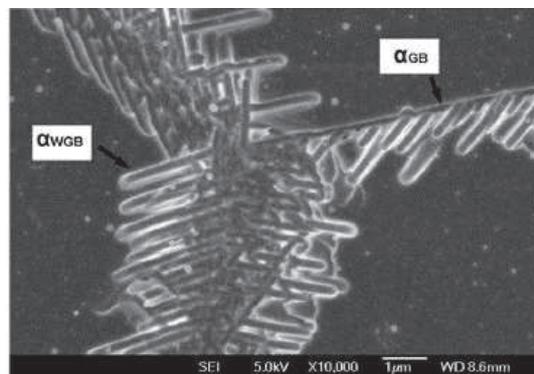


Figure 1-7 : Observation en MEB d'un joint de grain triple avec précipités  $\alpha_{GB}$  et  $\alpha_{WGB}$  dans un alliage de Ti- $\beta$ 21S revenu à 870°C pendant 1h puis vieilli à 600°C pendant 1h [Xu, 2015]

La phase  $\alpha$  lamellaire dite de Widmanstätten intra-granulaire ( $\alpha_{WI}$ )

La phase  $\alpha_{WI}$  germe directement à l'intérieur des grains  $\beta$ . Les sites préférentiels de germination sont les défauts cristallins tels que les dislocations. Les précipités  $\alpha_{WI}$  se présentent sous forme de lattes, soit parallèles soit enchevêtrées (cf. Figure I-8). Deux ou trois orientations sont privilégiées, désorientées de  $60^\circ$ , correspondant à l'angle entre les six variants de transformation de la phase  $\beta$  en  $\alpha$ . Les durées des traitements thermiques et les vitesses de refroidissement conditionnent les largeurs des précipités  $\alpha_{WI}$ .

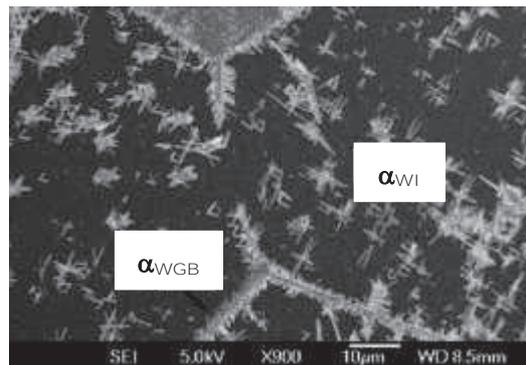


Figure I-8 : Observation en MEB de grains  $\beta$  avec précipités  $\alpha_{WGB}$  et  $\alpha_{WI}$  dans un alliage de Ti- $\beta$ 21S revenu à  $840^\circ\text{C}$  pendant 1h puis vieilli à  $500^\circ\text{C}$  pendant 1h [Xu, 2015]

La phase  $\alpha$  primaire nodulaire ( $\alpha_{PN}$ )

La phase  $\alpha_{PN}$  se forme à la suite de traitements thermomécaniques dans le domaine de température  $\alpha+\beta$ . Les précipités déjà formés sont brisés, et au cours du traitement thermique coalescent pour former des nodules. La taille de ces nodules dépend de la température et de la durée des traitements thermiques. Des nodules  $\alpha_{PN}$  apparaissent également au cours de traitements de revenu avec des températures inférieures à la température de transus.

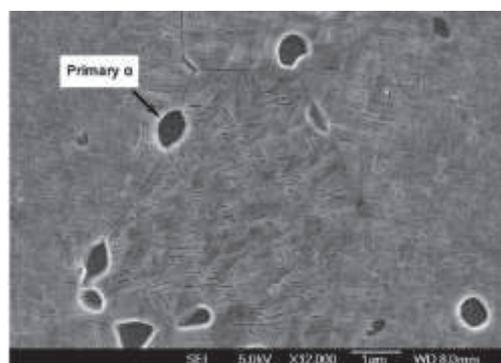


Figure I-9 : Observation en MEB de précipités  $\alpha_{PN}$  dans un alliage de Ti- $\beta$ 21S après revenu à  $780^\circ\text{C}$  pendant 1h puis vieilli à  $500^\circ\text{C}$  pendant 8h [Xu, 2015]

### La phase $\alpha$ secondaire lamellaire ( $\alpha_s$ )

La phase  $\alpha_s$  se forme suite à la décomposition de la phase  $\beta$  au cours de traitements thermiques de vieillissement. Elle se présente sous la forme de lamelles très fines. La largeur des lamelles dépend fortement de la température de vieillissement ou encore de la vitesse de refroidissement.

#### 1.1.3.2. Les différentes morphologies de la phase $\beta$

Quatre types de phases  $\beta$  sont communément distingués pour caractériser les différentes morphologies de la phase  $\beta$ .

### La phase $\beta$ primaire ( $\beta_p$ )

La phase  $\beta_p$  est stable pour des températures supérieures à la température de transus  $\beta$ . Sa structure cristalline est cubique centrée. Les grains de cette phase sont équiaxes et la taille des grains  $\beta$  augmente avec l'élévation de la température de traitement thermique. Lorsque la température est inférieure à la température de transus, la phase  $\beta_p$  devient instable, d'autres phases se forment tout en conservant l'ex-structure équiaxe des grains  $\beta_p$ .

### La phase $\beta$ métastable ( $\beta_m$ )

Cette phase  $\beta_m$  correspond à la phase  $\beta_p$  hors équilibre, obtenue à la température ambiante, lorsque localement la composition chimique est identique à celle présente à hautes températures.

### La phase $\beta$ stable à température ambiante ( $\beta_s$ )

La phase  $\beta_s$  résulte de la phase  $\beta_p$ , stabilisée à température ambiante du fait de sa concentration en éléments  $\beta$ -gènes suffisamment importante. Contrairement à la phase  $\beta_m$ , la phase  $\beta_s$  n'est pas transformable au cours de traitements thermiques en dessous du transus  $\beta$ .

### La phase $\beta$ transformée ( $\beta_t$ )

Cette dénomination ne désigne pas réellement une phase mais plutôt un grain biphasé, composé de lamelles de phase  $\alpha$  dans une matrice  $\beta$ . Ainsi, la matrice  $\beta_p$  s'est transformée en  $\beta_m$  au cours du refroidissement dans le domaine  $\alpha+\beta$ , et la phase  $\alpha$  a commencé à se former.

### 1.1.3.3. Les phases hors équilibre

En fonction de la composition chimique de l'alliage, et de sa teneur en éléments  $\alpha$ -gènes et  $\beta$ -gènes, des phases hors-équilibre, dites métastables peuvent se former au cours de traitements thermiques à basses températures, ou de refroidissement rapide depuis le domaine  $\beta$  ou encore lorsque le matériau est soumis à des sollicitations mécaniques. Un diagramme d'équilibre métastable a été proposé et amélioré par différents auteurs et est présenté dans la Figure I-10 [Williams, 1971, Davis, 1979, Settefrati, 2012, Kolli, 2015]. Ce schéma représente les zones de formation des différentes phases métastables présentes dans les alliages de titane. Les structures  $\alpha'$  et  $\alpha''$  sont principalement observées dans les alliages  $\alpha$  et  $\alpha+\beta$ , elles apparaissent au cours d'une transformation martensitique lors de la trempe de l'alliage depuis le domaine  $\beta$ . Les phases  $\omega$  et  $\beta'$  peuvent quant à elles apparaître dans les alliages  $\beta$ -métastables.

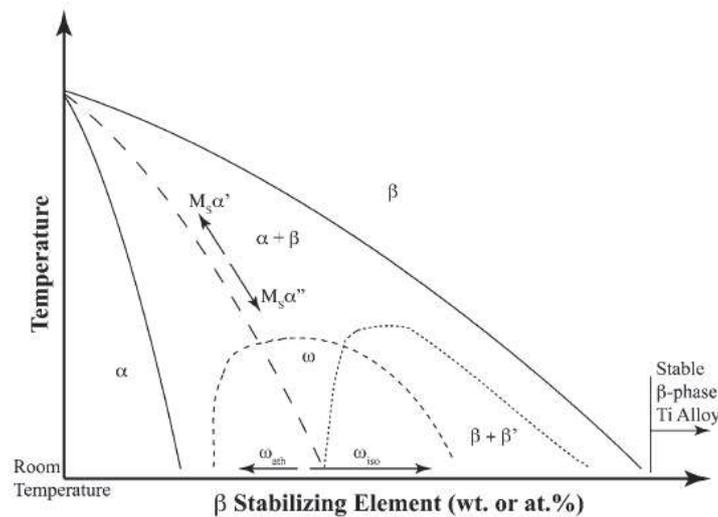


Figure I-10 : Coupe binaire d'un diagramme de phase  $\beta$  isomorphe avec les domaines de précipitation des phases métastables  $\omega$  et  $\beta'$  [Kolli, 2015]

#### 1.1.3.3.1. Les martensites $\alpha'$ et $\alpha''$

La martensite  $\alpha'$  se forme pour de faibles concentrations en éléments  $\beta$ -gènes, alors que la martensite  $\alpha''$  apparaît pour des concentrations plus importantes en éléments  $\beta$ -gènes. Ces phases apparaissent au cours de la trempe de l'alliage depuis le domaine  $\beta$ . Davis et al. [Davis, 1979] ont ainsi montré que dans le cas des alliages Ti-Mo, la martensite  $\alpha'$  apparaissait pour des teneurs massiques en molybdène comprises entre 1 % et 4 % tandis que la martensite  $\alpha''$  se formait pour des teneurs massiques comprises entre 4 % et 10 %. Si la teneur en éléments  $\beta$ -gènes est suffisamment importante, la transformation martensitique ne s'effectue plus [Davis, 1979, Ankem, 1999, Doraiswamy, 2003].

La martensite  $\alpha'$ , de structure cristallographique hexagonale compacte identique à la phase  $\alpha$ , se forme par un mécanisme displacif à partir d'une température  $M_s$  (cf. Figure I-10). Sa structure cristallographique est identique à celle la phase  $\alpha$ , mais sa composition chimique est la même que celle de la phase  $\beta$ . La martensite  $\alpha'$  présente les mêmes relations d'orientation que la phase  $\alpha$  par rapport à la phase  $\beta$ .

La martensite  $\alpha''$  présente une structure cristallographique orthorhombique. Cette structure est intermédiaire entre la structure cubique centrée de la phase  $\beta$  et celle hexagonale compacte de la phase  $\alpha$ . La phase  $\alpha''$  se forme également par un mécanisme displacif. Une transformation martensitique peut également être induite par déformation de la structure  $\beta$  à température ambiante [Koul, 1970, Davis, 1979, Duerig, 1982, Grosdidier, 2000]. La formation de la phase  $\alpha''$  a été observée suite à des traitements de revenu et des traitements isothermes à des températures proches de 400C° [Ivasishin, 2005].

#### I.1.3.3.2. Les phases $\omega$

Les phases  $\omega$  se forment pour des concentrations importantes en éléments  $\beta$ -gènes, et sont donc uniquement observables dans les alliages  $\beta$ -métastables. Il existe deux types de phases  $\omega$ , la première est appelée phase  $\omega$  athermique ( $\omega_{ath}$ ) et se forme au cours de la trempe de l'alliage depuis le domaine  $\beta$ , et la seconde est nommée phase  $\omega$  isotherme ( $\omega_{iso}$ ), formée au cours du revenu du matériau préalablement trempé.

##### Phase $\omega$ athermique

La phase  $\omega$  athermique se forme au cours de la trempe du matériau depuis le domaine  $\beta$ , quelle que soit la vitesse de refroidissement [Duerig, 1980]. La phase  $\omega_{ath}$  présente une symétrie trigonale dans les alliages fortement stabilisés  $\beta$  et une symétrie hexagonale dans les alliages  $\beta$  contenant moins d'éléments  $\beta$ -gènes [Lütjering and Williams, 2007] (cf. Figure I-11). La transformation  $\beta \rightarrow \omega_{ath}$  présente un caractère displacif sans diffusion et est complètement réversible [De Fontaine, 1971, Cook, 1974]. La taille des précipités  $\omega_{ath}$  est extrêmement faible, de l'ordre de quelques nanomètres, cette phase n'est donc observable qu'en microscopie en transmission.

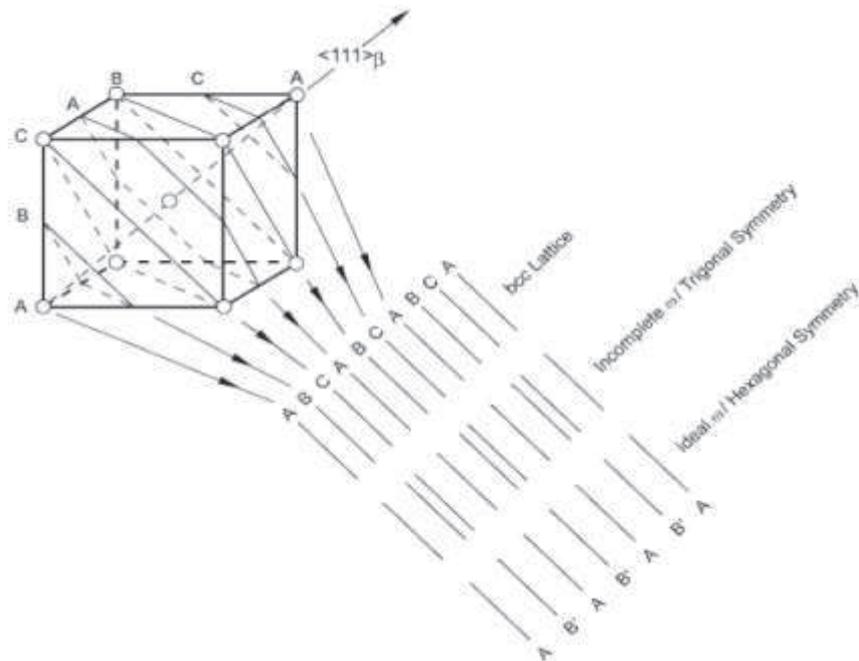


Figure I-11 : Représentation de la transformation  $\beta \rightarrow \omega$  montrant les plans (221) de la maille cubique centrée [Lütjering and Williams, 2007]

### Phase $\omega$ isotherme

La phase  $\omega_{iso}$  se forme au cours du revenu du matériau trempé depuis le domaine  $\beta$ . Le domaine de température de formation de cette phase s'étend de 100°C à 500°C [Hickman, 1969], en fonction de la composition chimique de l'alliage. Cette phase présente la même structure cristalline que la phase  $\omega_{ath}$ . Plusieurs auteurs ont émis diverses hypothèses pour expliquer la croissance de cette phase. En effet, la précipitation de cette phase semble directement liée à la présence de la phase  $\omega_{ath}$ , puisqu'au cours de la réversion de  $\omega_{ath}$  en  $\beta$ , des défauts sont générés au sein de la matrice [Williams, 1973, Kuan, 1977, Sanchez, 1978]. Ces défauts seraient alors des sites de germination pour la phase  $\omega_{iso}$ . Les éléments d'alliage diffusent sur de courtes distances au cours de la croissance des précipités  $\omega_{iso}$  [Hickman, 1969]. D'autres auteurs ont quant à eux observé que l'augmentation d'oxygène dans le matériau retardait la formation de la phase  $\omega$  ; comme Froes et al. dans le Beta III, qui en augmentant la teneur en oxygène de 0,17 % à 0,28 % massique, observent une diminution de la précipitation de la phase  $\omega$  [Froes, 1980].

Les différentes études antérieures ont mis en évidence diverses morphologies de précipités  $\omega_{iso}$ . Certains auteurs ont observé des précipités de forme cubique, comme ceux représentés dans la Figure I-12 (a) [Hickman, 1968, Williams, 1969, Williams, 1973, Campagnac, 1988]. D'autres auteurs ont quant à eux observé des précipités  $\omega_{iso}$  de forme

ellipsoïdale, dans des alliages Ti-Mo (cf. Figure I-12 (b)) [Croutzeilles, 1961, Devaraj, 2009] ou encore dans des alliages Ti-Nb [Brammer, 1967]. Williams et al. ont ainsi supposé que la morphologie des précipités  $\omega_{iso}$  était directement liée à la valeur des écarts de paramètres de maille entre les phase  $\beta$  et  $\omega$  [Williams and Blackburn, 1969]. Pour des alliages comme Ti-Mo ou Ti-Nb, l'écart paramétrique est très faible et donc, la forme des précipités  $\omega$  est ellipsoïdale. A contrario, les alliages type Ti-V, Ti-Fe ou encore Ti-Cr, ont un fort écart paramétrique entre  $\beta$  et  $\omega$  et la forme des précipités  $\omega_{iso}$  est alors cubique.

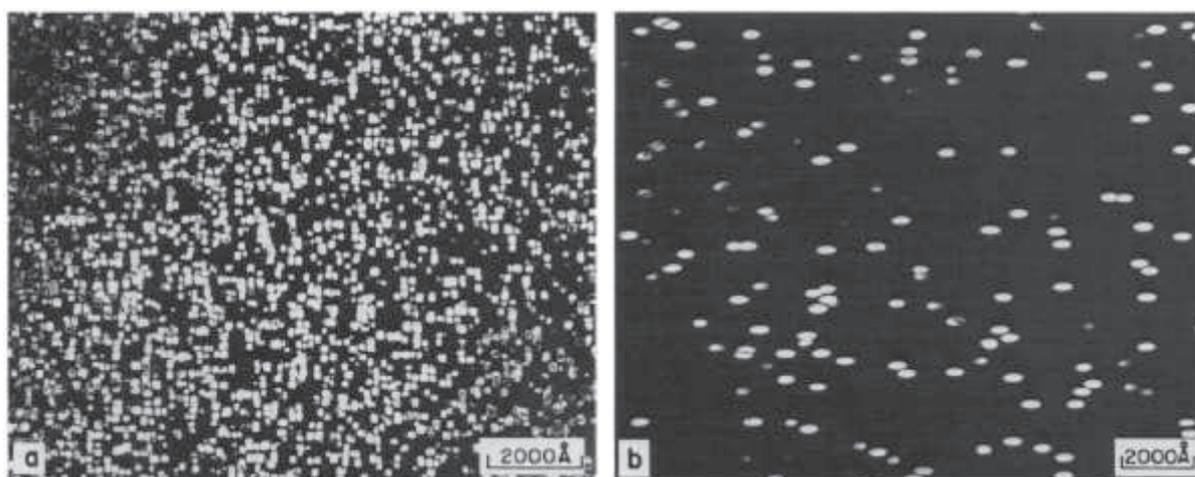


Figure I-12 : Précipités  $\omega$  de forme cubique dans un alliage Ti-8Fe (a) et précipités  $\omega$  de forme ellipsoïdale dans un alliage Ti-11,5Mo-5,5Zr-4,5Sn (b) [Williams, 1973]

De nombreux auteurs ont étudié le rôle de la phase  $\omega$  sur la formation de la phase  $\alpha$ . Même si les mécanismes de germination de la phase  $\alpha$  sont discutés, tous s'accordent à dire que la phase  $\omega$  joue un rôle majeur comme site de germination hétérogène pour la formation de la phase  $\alpha$  [Gloriant, 2008, Xu, 2016, Zheng, 2016]. Ainsi, la présence de la phase  $\omega_{iso}$  engendre une précipitation de phase  $\alpha$  très fine, améliorant les propriétés mécaniques de l'alliage. Pour certains auteurs, un enrichissement local en aluminium près des interfaces  $\omega/\beta$  entraîne la précipitation de la phase  $\alpha$  [Azimzadeh, 1998]. Williams et al. [Williams and Blackburn, 1969] affirment que les précipités  $\alpha$  germent à l'interface  $\omega/\beta$  et croissent en consommant la phase  $\omega$ . Zheng et al. [Zheng, 2016] ajoutent que l'association du changement local de composition chimique et des déformations locales liées à la désorientation entre les phases  $\beta$  et  $\omega$  contribuent à la formation de la phase  $\alpha$ . Enfin, d'autres auteurs affirment que la précipitation de la phase  $\alpha$  résulte d'une transformation displacive au cœur des précipités  $\omega$  [Prima, 2006] (cf. Figure I-13).

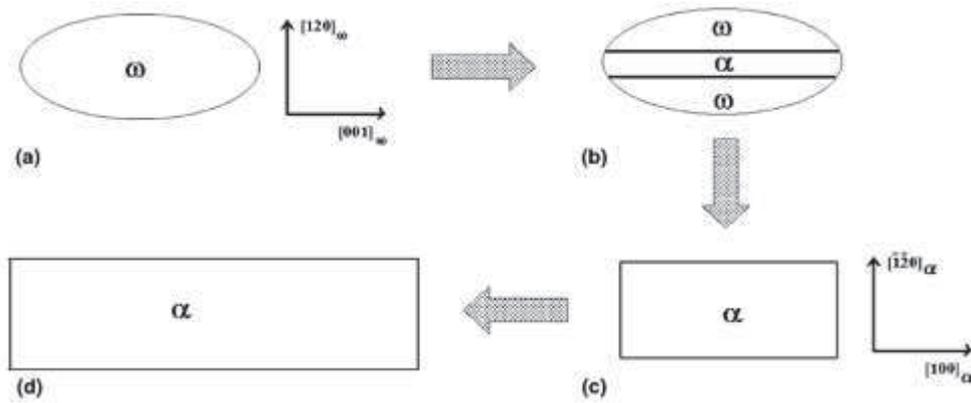


Figure I-13 : Modèle de germination et croissance (a) germination hétérogène de la phase  $\omega$ , (b) croissance du précipité  $\alpha$  avec consommation de la phase  $\omega$ , (c) disparition de la phase  $\omega$  et (d) croissance du précipité  $\alpha$  avec consommation de la phase  $\beta$  [Prima, 2006]

#### 1.1.3.3.3. La phase $\beta'$

Lorsque la teneur en éléments  $\beta$ -gènes est trop importante, la phase  $\omega$  devient instable et ne précipite plus [Williams, 1971]. La phase  $\beta$  se décompose en phase  $\beta'$  par décomposition spinodale.

#### 1.1.3.3.4. La phase $Ti_3Al$ ou $\alpha_2$

La phase  $\alpha_2$  est la première phase ordonnée du binaire Ti-Al. Elle apparaît lors de traitements de revenu à des températures intermédiaires (500°C-600°C), et lorsque la teneur en éléments  $\alpha$ -gènes est suffisante. La concentration en oxygène peut aussi favoriser la formation de la phase  $\alpha_2$ . L'oxygène étant un élément  $\alpha$ -gène, il se substitue alors à l'aluminium dans la formation de  $Ti_3Al$ .

### 1.2. Les alliages de titane $\beta$ -métastables

Notre alliage d'étude, le Ti- $\beta$ 21S, appartient à la catégorie des alliages  $\beta$  métastables. Après avoir étudié les différents types de microstructures possibles pour cette classe d'alliages, ainsi que les traitements thermomécaniques nécessaires à l'élaboration de ces microstructures, nous nous intéresserons aux propriétés en traction et en fatigue de ces mêmes alliages.

#### 1.2.1. Traitements thermomécaniques et microstructures

Au vu de la grande variété de compositions et de traitements thermiques existant, une grande diversité de microstructures existe dans les alliages de titane. Dans cette partie les différentes microstructures possibles des alliages de titane  $\beta$ -métastables sont

présentées, ainsi que les traitements thermomécaniques nécessaires à l'élaboration de ces différentes microstructures.

Deux types de microstructures sont communément observés dans les alliages de titane  $\beta$ -métastables :

- La microstructure équiaxe, composée de grains de phase  $\beta$ , avec des traces possibles de phase  $\alpha$  aux joints des grains  $\beta$
- La microstructure lamellaire, composée de phase  $\alpha$  lamellaire dans une matrice  $\beta$ . Les vitesses de refroidissement et les durées de maintien en température conditionnent les proportions de phase et les tailles des lamelles  $\alpha$
- La microstructure bimodale, composée d'une matrice cubique centrée, avec précipitation à la fois de nodules ou plaquettes  $\alpha_P$  et de lamelles  $\alpha_S$

La première étape de traitement thermique des alliages de titane  $\beta$ -métastables est une étape d'homogénéisation, à une température supérieure à la température de transus  $\beta$  de l'alliage. La plupart des éléments d'alliage sont ainsi remis en solution. S'ensuit une étape de mise en forme à une température soit supérieure soit inférieure à  $T_\beta$ . Le matériau subit alors une déformation plastique importante. Ces deux étapes sont toujours réalisées, quelle que soit la microstructure finale souhaitée.

La première microstructure observable dans les alliages de titane  $\beta$ -métastables est la structure équiaxe, composée de grains  $\beta$  équiaxes. Les joints des grains sont décorés de précipités  $\alpha_{GB}$ . Pour obtenir cette microstructure, une étape de recristallisation dans le domaine  $\beta$  est réalisée à la suite de l'étape de mise en forme. La température de cette étape conditionne la taille des grains  $\beta$ . La vitesse de refroidissement à l'issue de l'étape de recristallisation impacte quant à elle la précipitation des lamelles  $\alpha_{GB}$ . En effet, plus la vitesse de refroidissement est lente, et plus les lamelles  $\alpha_{GB}$  sont larges.

La dernière étape du processus thermomécanique classique des alliages de titane  $\beta$ -métastables est une étape de précipitation, où les précipités  $\alpha$  intragranulaires germent dans les grains  $\beta$ . Ce dernier traitement thermique stabilise également la microstructure et relâche les contraintes internes dues à l'étape de mise en forme. Dans cette dernière étape, la vitesse de chauffe ainsi que la température de recuit conditionnent la distribution, la taille et la fraction volumique des lamelles  $\alpha$ . Par exemple, une température plus élevée entraîne une augmentation de largeur des lamelles  $\alpha$ . L'ensemble de ces étapes de traitements thermomécaniques est présenté dans la Figure I-14.

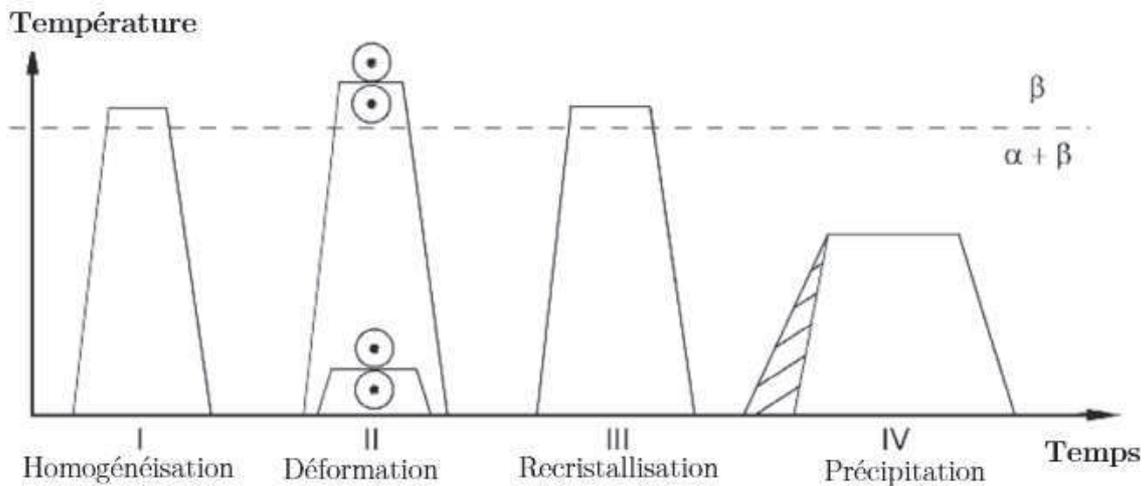


Figure I-14 : Processus thermomécanique classique dans les alliages  $\beta$  métastables fortement alliés en éléments  $\beta$ -gènes [Lütjering and Williams, 2007]

La Figure I-15 présente les microstructures obtenues dans l'alliage Ti- $\beta$ 21S après le processus thermomécanique précédemment décrit, à deux températures de précipitation 500°C (a) et 725°C (b). L'importance de la température du traitement de précipitation est ainsi mise en évidence, puisque les lamelles  $\alpha_{GB}$  et  $\alpha_{WI}$  sont plus larges pour la température la plus élevée. Remarquons également la présence de PFZ (Precipitate Free Zone) près des joints de grains  $\beta$ . Cette zone sans précipités  $\alpha$  peut entraîner une diminution de la résistance mécanique de l'alliage [Lütjering, 2007].

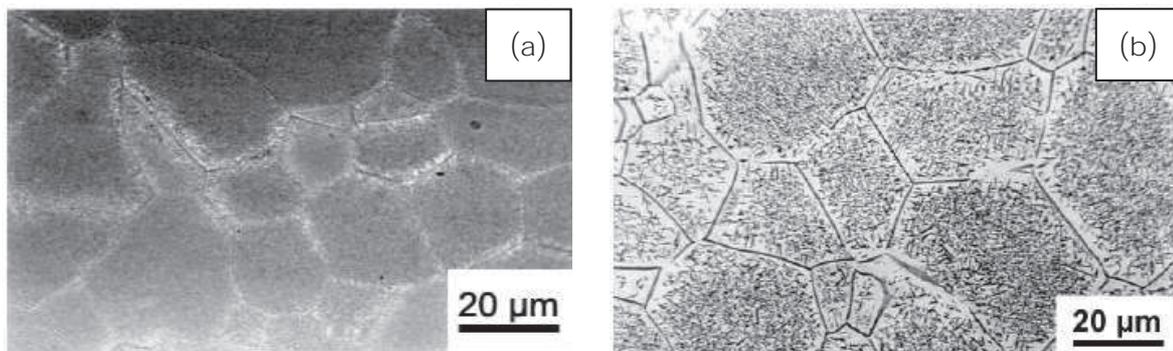


Figure I-15 : Observations des microstructures du titane  $\beta$ -21S obtenues après traitement de recristallisation et précipitation à 500°C pendant 8h (a) et 725°C pendant 24h (b) [Busongo, 2012]

Il est parfois difficile d'obtenir une précipitation homogène des lamelles  $\alpha$ , notamment pour les températures de précipitation plus élevées. Des précurseurs de germination  $\alpha$  ( $\omega$  ou  $\beta'$ ) sont parfois nécessaires pour assurer une distribution homogène de précipités  $\alpha$ . L'étape de précipitation est donc divisée en deux (cf. Figure I-16). La première étape de précipitation se réalise à basses températures, dans les domaines de précipitation des

phases  $\omega$  et  $\beta'$  qui conduit à une précipitation  $\alpha$  est alors fine et homogène. Au cours de la deuxième étape de précipitation, les lamelles  $\alpha$  grossissent et coalescent.

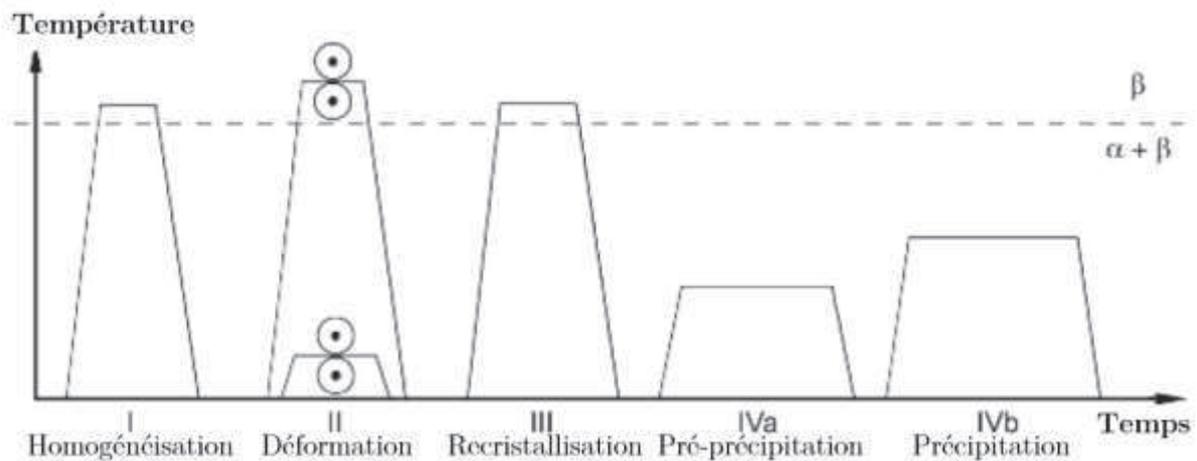


Figure I-16 : Processus thermomécanique pour l'obtention d'une microstructure  $\alpha$  lamellaire dans les alliages  $\beta$ -métastables fortement alliés en éléments  $\beta$ -gènes [Lütjering and Williams, 2007]

La Figure I-17 présente les deux microstructures obtenues avec pré-traitement de précipitation (a) et sans pré-traitement de précipitation (b). Le traitement de pré-précipitation entraîne une précipitation homogène de lamelles  $\alpha$ . La microstructure obtenue sans pré-traitement de précipitation (cf. Figure I-17 (b)) présente quant à elle des zones sans précipités  $\alpha$ . La première étape de précipitation est donc primordiale pour obtenir une distribution homogène en taille et en fraction volumique de lamelles  $\alpha$ .

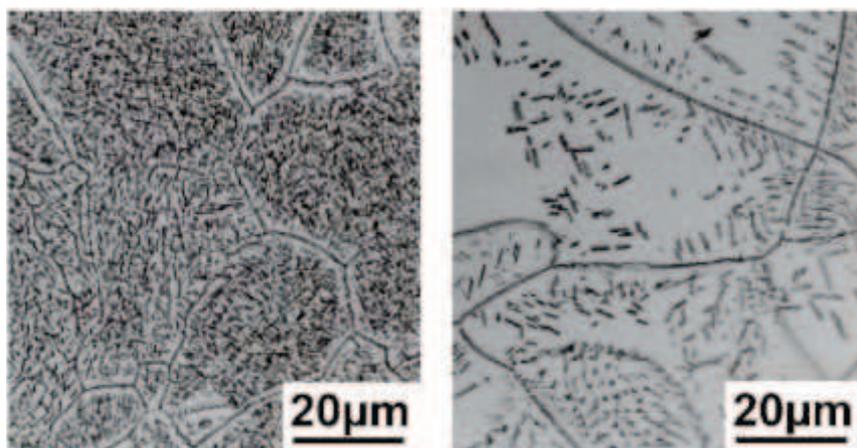


Figure I-17 : Effet du pré-traitement de précipitation sur la microstructure du titane  $\beta$ -21S : 500°C-8h + 725°C-24h (a) et 725°C-24h (b)

Le Tableau I-1 résume l'ensemble des paramètres importants de chaque étape du processus de traitements thermomécaniques des alliages de titane  $\beta$ -métastables.

Tableau I-1 : Paramètres importants des processus thermomécaniques et effets sur la microstructures des alliages de titane  $\beta$ -métastables

	Paramètres importants	Caractéristiques microstructurales
III - Recristallisation	Température - durée Vitesse de refroidissement	Taille des grains $\beta$ Largeur $\alpha_{GB}$
IV(a) - Pré-vieillissement	Température - durée	Distribution homogène des $\alpha_{WI}$
IV(b) - Vieillissement	Température - durée	Taille et fraction volumique de $\alpha_{WI}$

### 1.2.2. Propriétés mécaniques des alliages $\beta$ -métastables

Les propriétés mécaniques des alliages de titane (limite d'élasticité, ductilité,...) sont liées au comportement des dislocations lors de leur mouvement dans chacune des phases  $\alpha$  et  $\beta$ . Pour optimiser les propriétés mécaniques, des matériaux présentant des microstructures de plus en plus complexes sont élaborés. L'ajout d'obstacles au mouvement des dislocations conduit à un durcissement du matériau.

#### 1.2.2.1. Systèmes de glissement des alliages de titane

Il est souvent admis que la phase  $\beta$  est « plus dure » que la phase  $\alpha$  car elle se déforme plus difficilement que cette dernière. La limite d'élasticité de la phase  $\alpha$  est de 350 MPa contre 1000 MPa pour celle de la phase  $\beta$  [Ankem, 1986]. A 500°C, la limite d'élasticité est de l'ordre de 550 MPa pour la phase  $\beta$  contre 250 MPa pour la phase  $\alpha$  [Bourgeois, 1997]. Les alliages de titane  $\beta$ -métastables étant composés de phase  $\beta$  et de phase  $\alpha$ , nous étudierons les mécanismes de déformation de chacune de ces deux phases.

##### 1.2.2.1.1. Déformation de la phase $\beta$

Les systèmes de glissement les plus fréquemment activés dans la phase  $\beta$  sont  $\{1\bar{1}0\}\langle 111\rangle$ ,  $\{1\bar{2}1\}\langle 111\rangle$  et  $\{2\bar{3}1\}\langle 111\rangle$  (cf. Figure I-18). Les traces de glissement sont sinueuses et les lignes de dislocations se coupent souvent, attestant d'un changement de plan de glissement des dislocations dans leur course. Les dislocations changent ainsi facilement de système. [Prima, 2000].

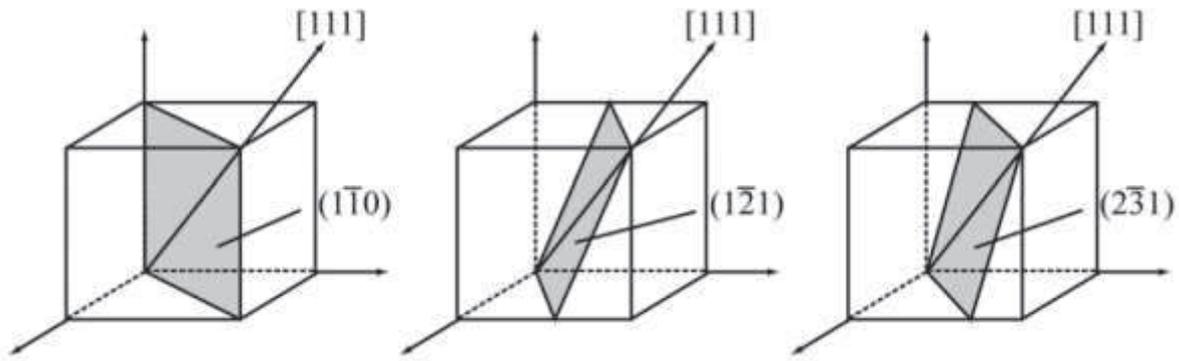


Figure I-18 : Plans de glissement de la phase  $\beta$  cubique centrée [Escale, 2012]

Outre le glissement des dislocations, le maillage est un autre mode de déformation de la phase  $\beta$ . Sous l'action d'une contrainte extérieure, un cisaillement d'une partie du cristal par rapport à l'autre entraîne l'apparition d'une macle dite mécanique. Ce mode de déformation entre en compétition avec le glissement. Les systèmes de maillage couramment observés dans les alliages de titane  $\beta$  sont de type  $\{112\}\langle 111\rangle$  et  $\{332\}\langle 113\rangle$  [Oka, 1979, Grosdidier, 1997].

#### 1.2.2.1.2. Déformation de la phase $\alpha$

Dans la phase  $\alpha$  de structure cristallographique hexagonale compacte, il existe cinq plans de glissement possibles, présentés dans la Figure I-19. La direction la plus dense de la phase hexagonale est  $\langle 2\bar{1}\bar{1}0\rangle//\langle a\rangle$ , et correspond au vecteur de Burgers le plus favorable pour activer les dislocations dans les trois systèmes de glissement : le glissement basal, prismatique de première et deuxième espèces et pyramidal de première espèce. Pour permettre la déformation selon l'axe  $\langle c\rangle$ , des dislocations possédant un vecteur de Burgers de type  $\langle 11\bar{2}3\rangle//\langle c+a\rangle$  sont activées. Ces dislocations glissent dans les plans pyramidaux de premier et de deuxième espèce.

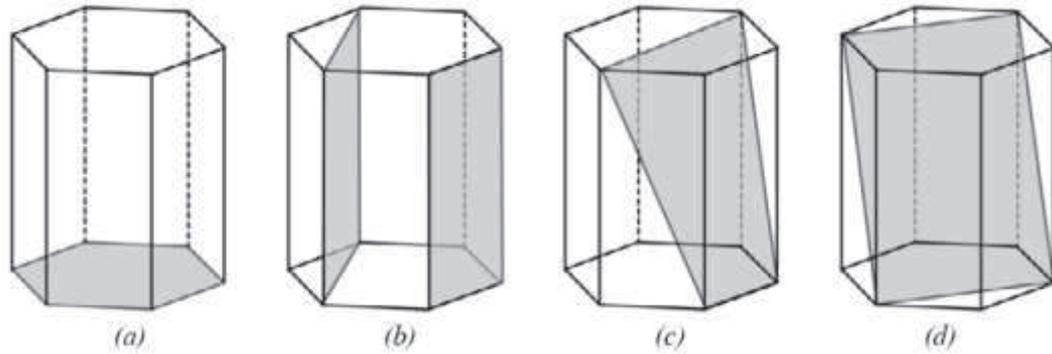


Figure I-19 : Plan de base  $\{0001\}$  (a), plan prismatique de première espèce  $\{10\bar{1}0\}$  et de deuxième espèce  $\{11\bar{2}0\}$  (b), plan pyramidal de première espèce  $\{10\bar{1}1\}$  (c) et plan pyramidal de deuxième espèce  $\{11\bar{2}2\}$  (d) [Escale, 2012]

Selon les alliages, les différents systèmes énumérés ci-dessus sont activés préférentiellement. Ainsi, dans les alliages de Cd, Zr, Mg, Co ou Be, le glissement basal est de préférence activé. Pour les alliages de Ti, le glissement préférentiellement activé est le glissement prismatique de première espèce, suivi de près par le glissement basal. En effet, comme le montre la Figure I-20, la contrainte de cisaillement critique projetée du système prismatique (CRSS – Critical Resolved Shear Stress) est légèrement inférieure à celle du système basal.

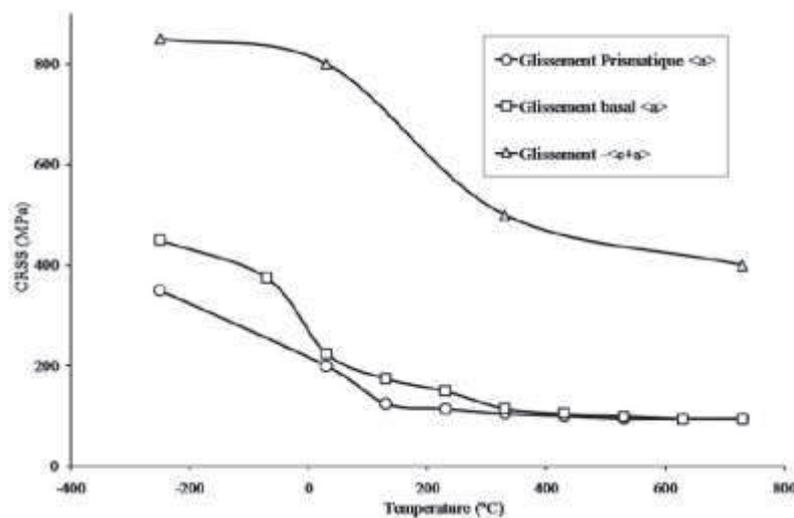


Figure I-20 : Evolution de la valeur de la CRSS en fonction de la température pour les systèmes de glissement prismatique et basal suivant  $\langle a \rangle$  et pour le système de glissement pyramidal de première espèce suivant  $\langle c+a \rangle$  d'un monocristal Ti-6,6Al [Lütjering and Williams, 2007]

L'ajout d'éléments d'addition impacte fortement la valeur de la CRSS. Ainsi contrairement au titane  $\alpha$  pur, le mode de glissement prismatique ne prédomine pas

systématiquement sur le glissement basal dans les alliages  $\alpha/\beta$ . L'ajout d'éléments d'addition (Al,..) entraîne une augmentation de la CRSS du glissement prismatique et rend ainsi les autres modes de glissement moins difficiles, comme le mode de glissement basal [Sakai, 1974].

La déformation par maclage de la phase  $\alpha$  est rencontrée pour des déformations plastiques à basses températures. Cette déformation est activée lorsque l'axe de sollicitation est parallèle à l'axe  $\langle c \rangle$ , et lorsque les dislocations possédant un vecteur de Burgers basal sont bloquées [Pelissie, 1996]. Les études récentes sur le Ti-5553, un alliage de titane  $\beta$  métastable, montrent que ni maclage, ni dislocation de type  $\langle c+a \rangle$  dans la phase  $\alpha$  ne sont observés [Clément, 2010].

#### 1.2.2.1.3. Durcissement structural

Le durcissement structural d'un matériau consiste en la formation de précipités de taille nanométrique qui gênent le mouvement des dislocations, et donc augmentent la limite d'élasticité du matériau. Ce mécanisme, observé dans les aciers et les alliages d'aluminium [Maruyama, 2001, Delmas, 2002, Delmas, 2004] se retrouve également dans les alliages de titane. Ainsi Gysler et al. ont mis en évidence la formation de petits précipités ordonnés  $Ti_3Al$  dans la phase  $\alpha$  d'un Ti-6Al-4V [Gysler, 1982], Cotton et al. ont mis en évidence la présence de ces mêmes précipités nanométriques de  $Ti_3Al$  dans un alliage Ti5553 [Cotton, 2007]. Dans le Ti- $\beta$ 21S, la présence de précipités  $\alpha$  très fins entraîne un durcissement du matériau [Sun, 2010, Mantri, 2015].

La précipitation d'obstacles nanométriques, quelle que soit leur nature, gêne le déplacement des dislocations. En effet, ces obstacles n'ont pas la même structure cristallographique que la matrice dans laquelle ils ont été formés. Les dislocations se trouvent alors stoppées et épinglées par ces obstacles nanométriques. Le franchissement des obstacles peut se faire de deux manières. Dans un premier cas, la dislocation cisaille le précipité. Cette méthode de franchissement intervient lorsque le précipité est cohérent avec la matrice, la dislocation franchit l'interface et se propage dans le précipité. La seconde manière de franchir l'obstacle est de le contourner. La dislocation forme alors une boucle de dislocation autour du précipité. Ce mécanisme est appelé mécanisme d'Orowan.

#### 1.2.2.1.4. Ordre à courte distance

L'ordre à courte distance (OCD) se traduit par la présence d'un mouvement collectif d'empilement de dislocations : mouvements coordonnés de dislocations appariées ou mouvements collectifs d'empilements de dislocation. Dans un alliage binaire AB avec OCD, le nombre de paires A-B est supérieur au nombre de paires A-A ou B-B (cf. Figure I-21). L'OCD contribue à la résistance des alliages de titane, lorsque la concentration massique totale en éléments  $\alpha$ -gènes (Al, O, Sn) est supérieure à 5 % massique [Neeraj, 2000, Castany, 2007]. L'ordre à courte distance entraîne une friction qui s'oppose au libre déplacement des dislocations nécessitant une contrainte plus importante et donc une augmentation de la limite d'élasticité du matériau. En effet, la contrainte appliquée n'est pas suffisante pour faire déplacer une dislocation à travers l'OCD. L'empilement de plusieurs dislocations génère alors une accumulation de contrainte en tête de celui-ci et permet ainsi le déplacement des dislocations. Les premières dislocations se propagent et détruisent l'OCD favorisant la propagation des dislocations suivantes.

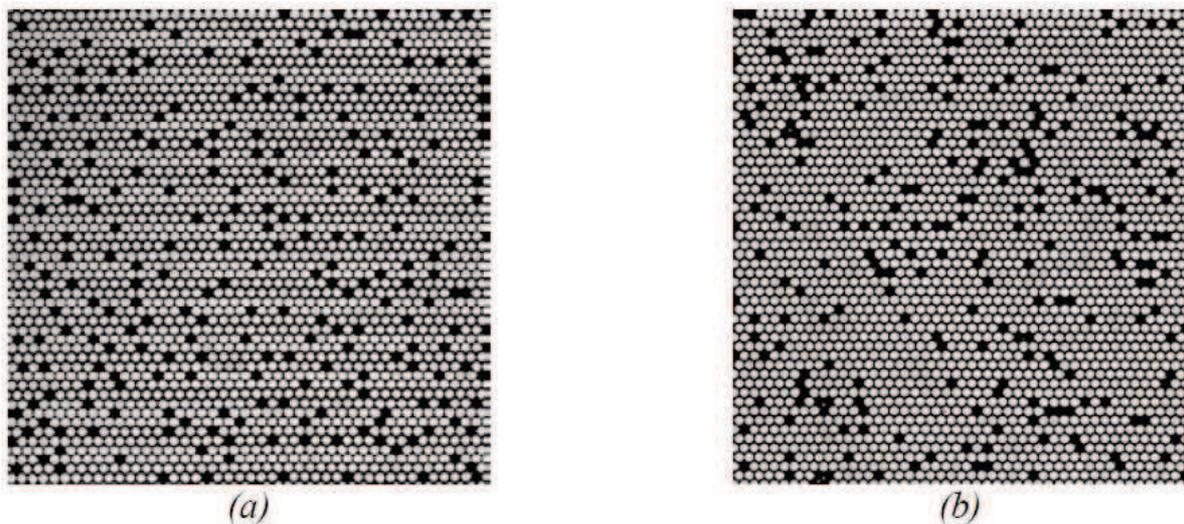


Figure I-21 : Représentation d'une structure avec OCD (a) et désordonnée (b) [Schwander, 1992]

#### 1.2.2.2. Propriétés en traction

L'essai de traction est l'un des essais mécaniques le plus souvent réalisé, servant à déterminer le comportement élastique mais aussi la résistance à la rupture du matériau. Au vu de la grande variété de microstructures des alliages de titane, les propriétés mécaniques en traction sont également très variées puisque directement liées à la microstructure du matériau.

De nombreuses études ont mis en évidence le lien direct entre la présence de phase  $\alpha$  et les propriétés en traction. Plusieurs paramètres caractéristiques de la précipitation de la phase  $\alpha$  ont été étudiés afin d'évaluer leur impact sur les propriétés mécaniques. Gordon et Hagemeyer ont mis en évidence que plus la fraction volumique de phase  $\alpha$  était importante et plus la résistance maximale en traction à température ambiante était élevée [Gordon, 1975].

La déformation plastique du matériau se réalise principalement le long des précipités  $\alpha$  qui bordent les joints des grains  $\beta$ . La Figure I-22 représente le glissement le long d'un joint de grain  $\beta$  au cours d'un essai de traction. La direction de sollicitation est horizontale et la ligne grise permet de repérer le glissement le long des  $\alpha_{GB}$  bordant le joint de grain. Cependant, lorsque les  $\alpha_{GB}$  ne forment pas un liseré continu le long du joint de grain  $\beta$  (cf. Figure I-6, précipités  $\alpha_1$ ), la résistance en traction à température ambiante est moins bonne que lorsque les  $\alpha_{GB}$  forment un liseré continu le long du joint de grain [Chesnutt, 1977, Kumar, 2015].

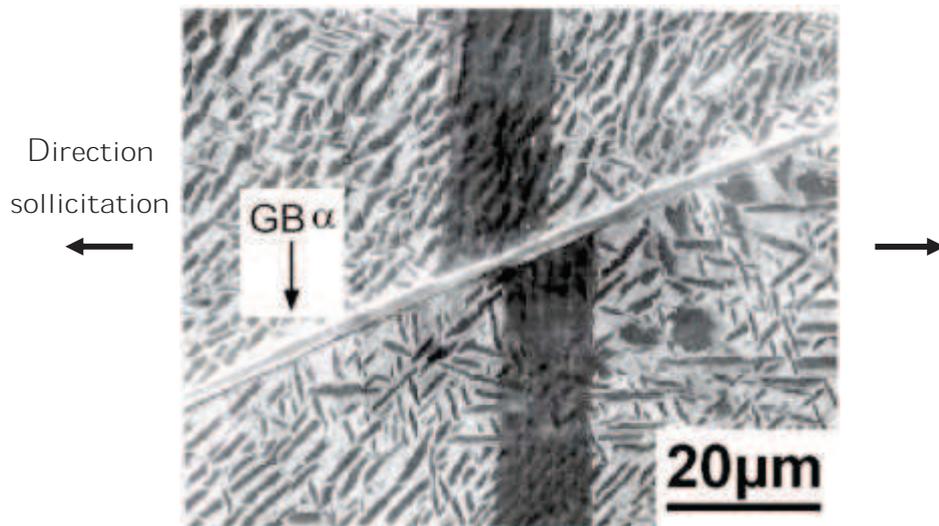


Figure I-22 : Déformation plastique le long d'un joint de grain  $\beta$  [Lütjering and Williams, 2007]

La présence de précipités  $\alpha$  à l'intérieur des grains  $\beta$  ( $\alpha_{WI}$ ) entraîne un durcissement structural du matériau (cf. partie I.2.2.1.3). Ainsi, dans le  $\beta 21S$ , la précipitation de phase  $\alpha$  augmente la limite d'élasticité de près de 100 MPa à température ambiante par rapport au matériau 100 %  $\beta$  [Sansoz, 2004]. De nombreuses études ont montré que plus les précipités  $\alpha$  sont fins et plus la résistance à la traction est élevée [Agarwal, 2008, Mantri, 2015]. Cependant, l'augmentation de la résistance mécanique se réalise au

détriment de l'allongement à rupture, puisque celui-ci diminue lorsque la limite d'élasticité augmente [Sun, 2010, Xu, 2015].

Outre les effets de la microstructure sur le comportement mécanique en traction, les paramètres liés aux conditions d'essai impactent la résistance mécanique de l'alliage. L'un de ces paramètres est la température d'essai. De nombreux auteurs ont étudié l'effet de la température sur la limite d'élasticité et la résistance maximale en traction [Gysler and Lütjering, 1982, Rosen, 1999, Jousset, 2008, Surand, 2013]. Ainsi, il a été démontré que la résistance en traction diminue avec l'augmentation de la température d'essai, comme le montre la Figure I-23 pour différents alliages de titane. Notons la présence de trois domaines de températures, les limites de ces domaines sont plus ou moins marquées et dépendent de la nature de l'alliage. Pour les plus basses températures d'essai, la limite d'élasticité diminue fortement avec l'augmentation de la température. Puis, pour les températures intermédiaires, la limite d'élasticité semble se stabiliser pour diminuer de nouveau fortement pour les plus hautes températures. Le palier des températures intermédiaires est plus marqué pour les alliages Ti- $\beta$ 21S et TA6V. Le choix de la température d'essai au cours d'une étude est donc primordial.

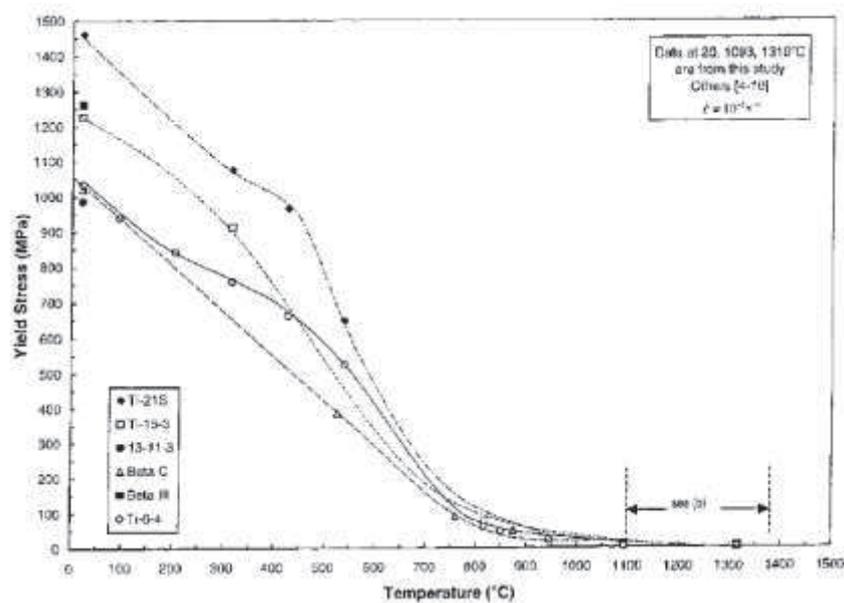


Figure I-23 : Evolution de la limite d'élasticité avec la température d'essai pour divers alliages de titane [Rosen, 1999]

### 1.2.2.3. Propriétés en fatigue

#### 1.2.2.3.1. Généralités sur les essais de fatigue

On parle de fatigue lorsqu'une pièce ou éprouvette est soumise à un chargement cyclique pendant une certaine durée. Sous l'action de contraintes ou déformations variables, les propriétés locales du matériau sont modifiées. Ce processus peut engendrer des fissures au sein du matériau, voire la rupture de la structure. Il existe différents types de fatigue, on parle de fatigue thermique lorsque le matériau subit des variations de températures au cours du temps. Lorsque ces variations de températures sont accompagnées de sollicitations mécaniques, on parle de fatigue thermomécanique. La fatigue corrosion se caractérise par la répétition de sollicitations en milieu corrosif.

Il existe deux grands types d'essais de fatigue. Le premier type est celui des essais sous amplitude de charge constante. On peut distinguer les essais d'endurance, qui servent à déterminer la limite de fatigue ou la durée de vie à rupture ; mais aussi les essais de fissure, afin de mesurer les vitesses de propagation des fissures. Le deuxième grand type d'essais de fatigue est celui des essais à déplacement imposé. Il existe également différents types de sollicitations cycliques, que l'on peut classer selon la nature des efforts exercés sur la pièce. On trouve alors les essais de flexion plane ou rotative, les essais sous efforts axiaux (traction ou compression) et les essais de torsion. Dans la suite de cette partie, nous étudierons uniquement les essais sous efforts axiaux, et principalement en traction.

L'essai de fatigue le plus simple consiste à soumettre l'éprouvette à des efforts cycliques, d'amplitude maximale et de fréquence constantes, jusqu'à rupture de l'éprouvette. Le nombre de cycle à rupture est ensuite reporté en fonction de la contrainte maximale. Le diagramme obtenu est appelé courbe S-N (Stress – Numbers of cycles) ou diagramme de Wöhler où chaque éprouvette correspond à un point ( $\sigma$ , N) (cf. Figure I-24). Trois domaines caractéristiques sont distingués. Le premier domaine est le domaine de fatigue oligocyclique, ou faibles nombres de cycles (Low Cycles Failure). Sous de fortes contraintes, l'éprouvette rompt après un nombre réduit de cycles. Le deuxième domaine est la zone d'endurance limitée, où le nombre de cycles à rupture décroît rapidement avec la diminution de contrainte. Enfin le dernier domaine est celui de l'endurance illimitée où sous faibles contraintes, la rupture ne se produit pas en dessous d'un nombre de cycles fixé (typiquement  $N \geq 10^7$  cycles). Une asymptote horizontale définit une valeur limite de la contrainte en dessous de laquelle la probabilité de rupture est quasi-nulle. Cette valeur  $\sigma_D$  est appelée limite d'endurance.

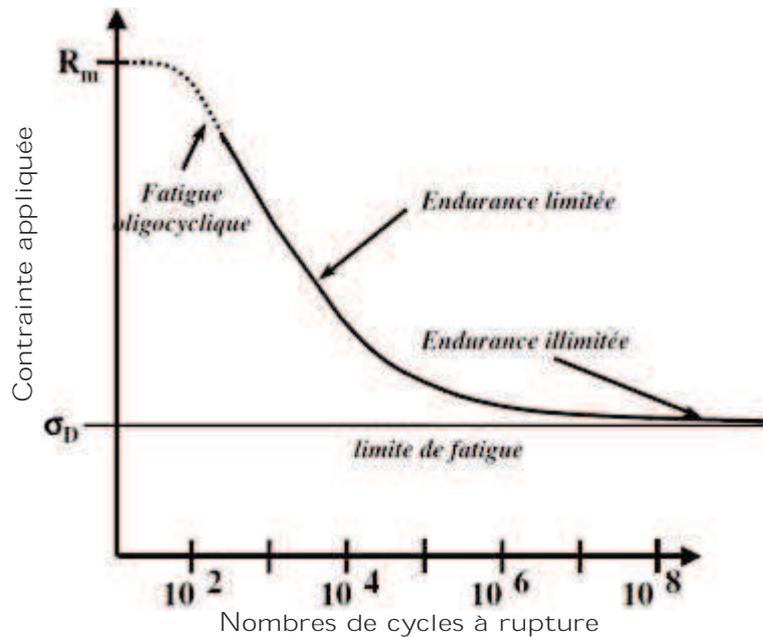


Figure I-24 : Diagramme de Wöhler

Plusieurs modèles de fatigue ont été proposés pour modéliser la courbe de Wöhler. Le premier modèle a été proposé par Wöhler lui-même (cf. Équation I-3).

$$\ln(N) = a - b * \sigma \quad \text{Équation I-3}$$

Avec  $N$  le nombre de cycles à rupture,  $\sigma$  la contrainte appliquée,  $a$  et  $b$  des constantes dépendantes du matériau.

D'autres expressions ont également été proposées pour décrire la courbe S-N comme le modèle de Weibull (Équation I-4).

$$N * (\sigma - \sigma_D) = C \quad \text{Équation I-4}$$

Avec  $\sigma_D$  la limite d'endurance,  $C$  une constante propre au matériau.

La loi de Basquin quant à elle, décrit plus particulièrement le domaine d'endurance limitée, avec  $C$  et  $a$  des constantes du matériau :

$$\sigma = C * N^a \quad \text{Équation I-5}$$

La loi de Bastenaire décrit également le comportement oligocyclique, avec  $A$  et  $C$  des constantes du matériau :

$$N = \frac{A}{\sigma - \sigma_D} * e^{-C(\sigma - \sigma_D)} \quad \text{Équation I-6}$$

De nombreux facteurs influencent le comportement en fatigue du matériau, comme par exemple l'état de surface du matériau. En effet, quel que soit le mode de sollicitation, les microfissures en surface s'amorcent plus facilement. Tout traitement de surface, mécanique ou physico-chimique influence le comportement à l'amorçage. Un autre facteur influençant la tenue en fatigue du matériau est la fréquence d'essai puisque certains matériaux sont plus sensibles que d'autres à la vitesse de déformation. L'effet de l'environnement est à prendre en compte lors des essais de fatigue. De nombreuses études ont montré que sous vide, la durée de vie en fatigue des métaux est plus grande que sous air [Sugano, 1998, Mendez, 1999].

#### 1.2.2.3.2. Comportement en fatigue des alliages de titane

La tenue en fatigue des alliages de titane est fortement liée à la microstructure. En effet, l'amorçage et la propagation de la fissure sont fortement influencés par la microstructure. Globalement, les sites d'amorçage de fissures sont les interfaces entre la phase  $\alpha$  et la phase  $\beta$  [Laziou, 1976]. Ainsi, dans les alliages composés de phase  $\beta$  avec des précipités  $\alpha_{GB}$ , les fissures s'amorcent à l'interface entre les  $\alpha_{GB}$  et la phase  $\beta$  [Hall, 1997, Huang, 2017]. Lorsque la microstructure est bimodale ou lamellaire, le même type d'amorçage de fissures est retrouvé (interfaces  $\alpha_{GB}/\beta$ ), mais également les fissures démarrent à l'interface entre les lamelles  $\alpha_{WI}$  et la phase  $\beta$ .

De nombreuses études ont été menées pour déterminer l'influence de la microstructure sur la tenue en fatigue [Chait, 1977, Herteman, 1986, Jha, 2000, Sauer, 2001, Lütjering, 2007]. Les alliages de titane  $\beta$  avec précipitation  $\alpha$  ont une meilleure tenue en fatigue que les alliages uniquement composés de phase  $\beta$ . En effet, le durcissement par précipitation résulte des interactions entre précipités  $\alpha$  et dislocations. Ce durcissement par précipitation est illustré sur la Figure I-25. Les courbes S-N pour deux microstructures de l'alliage  $\beta$ -CEZ sont représentées. Ainsi, la microstructure bimodale a une meilleure tenue en fatigue que la microstructure mise en solution  $\beta$  [Lütjering and Williams, 2007].

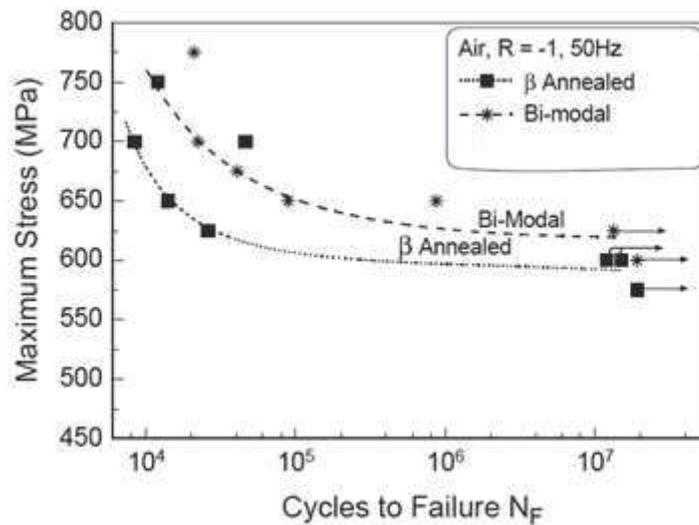


Figure 1-25 : Courbes d'endurance à température ambiante pour différentes morphologies de l'alliage  $\beta$ -CEZ [Lütjering and Williams, 2007]

La précipitation de phase  $\alpha$  après vieillissement, parfois hétérogène en distribution, impacte fortement la tenue en fatigue. Une étude sur l'influence de la distribution de précipités  $\alpha$  dans le Ti- $\beta$ 21S a été menée par Busongo et Lütjering [Busongo and Luetjering, 2012]. Ainsi, la présence de zones sans précipités près des joints de grains  $\beta$  (cf. Figure I-15) a un effet plutôt défavorable sur les propriétés en fatigue (cf. Figure I-26).

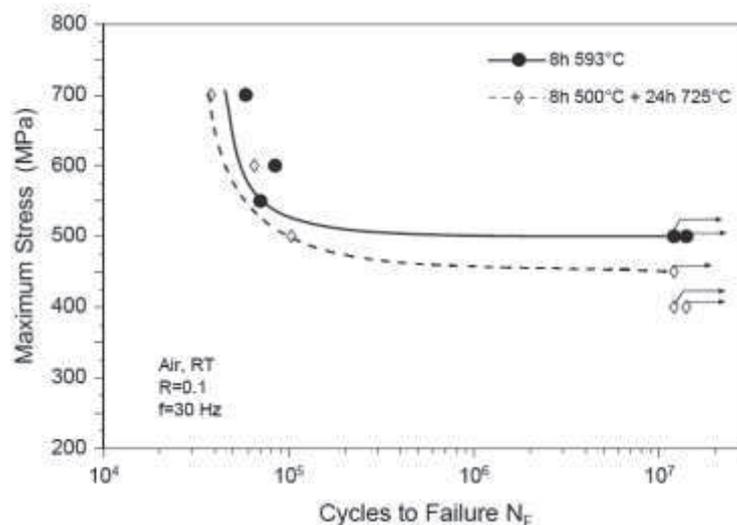


Figure 1-26 : Courbes d'endurances à température ambiante pour l'alliage de titane  $\beta$ 21S après traitements thermiques [Lütjering and Williams, 2007]

### 1.3. Oxydation des alliages de titane

Le titane possède une très grande affinité avec l'oxygène présent dans l'air. A température ambiante ou au cours de traitements thermiques, une réaction d'oxydation se produit. L'oxydation du titane est régie par deux phénomènes : la formation et la croissance d'une couche d'oxyde en surface, et la diffusion de l'oxygène dans le métal. Ces deux aspects sont abordés dans cette partie. Nous verrons ensuite les différents impacts de l'oxygène sur la microstructure et le comportement mécanique du titane.

#### 1.3.1. Cinétiques d'oxydation et oxydes

Au contact de l'air, une réaction chimique à la surface du métal s'effectue entre le métal M et l'oxygène présent dans l'air, selon l'Équation 1-7 suivante :



La formation d'une couche d'oxyde en surface s'accompagne d'une augmentation de la masse. La méthode la plus simple pour étudier les cinétiques d'oxydation du métal est la détermination des variations de masse en fonction du temps. La prise de masse prend ainsi en compte l'oxygène servant à former la couche d'oxyde en surface, mais également l'oxygène pénétrant dans le matériau et diffusant dans celui-ci. La diffusion de l'oxygène dans le métal sera étudiée plus en détail dans la partie 1.3.2. Les mesures de prise de masse peuvent être continues ou discontinues. Les mesures continues sont effectuées grâce à des thermo balances qui enregistrent les variations de masse d'un même échantillon maintenu à une température dans une atmosphère oxydante. Deux types de mesures discontinues sont réalisables : le premier consiste à peser un seul échantillon après chaque cycle d'oxydation à des durées déterminées, le second consiste à réaliser des pesées sur plusieurs échantillons, chacun subissant un traitement thermique à la même température, mais pour des durées différentes.

D'autres grandeurs peuvent être utilisées afin de suivre l'oxydation du métal, comme le suivi de l'épaisseur de la couche d'oxyde. Ainsi, l'observation de sections polies d'échantillons traités thermiquement à une même température mais après différentes durées, permet également de remonter à l'évolution de l'épaisseur de la couche d'oxyde en fonction du temps.

Les lois cinétiques les plus utilisées pour l'oxydation des métaux sont les lois logarithmique, parabolique et linéaire.

La loi logarithmique est observée pour les basses températures ( $T < 400^\circ\text{C}$  pour le TA6V [Kofstad, 1958]) et suit l'Équation I-8 :

$$X = k_{log} * \log(t + t_0) + A \quad \text{Équation I-8}$$

Avec  $X$  la grandeur suivie,  $t$  le temps d'oxydation,  $A$  une constante et  $k_{log}$  la constante logarithmique d'oxydation.

La loi parabolique (cf. Équation I-9) est utilisée lorsque la réaction d'oxydation s'initie rapidement puis ralentit au cours du temps. Cette loi est utilisée pour des températures comprises entre  $400^\circ\text{C}$  et  $850^\circ\text{C}$  [Garnaud, 1975, Du, 1994].

$$X^2 = k_p * t + C \quad \text{Équation I-9}$$

Avec  $k_p$  la constante parabolique d'oxydation et  $C$  une constante.

Enfin, la loi linéaire (cf. Équation I-10) est utilisée lorsque l'oxydation du métal est constante. En effet, l'écaillage régulier de la couche d'oxyde, trop épaisse et poreuse, met à nu le métal, et entraîne une réaction chimique d'oxydation avec une vitesse constante.

$$X = k_l * t + C \quad \text{Équation I-10}$$

Avec  $k_l$  la constante linéaire d'oxydation et  $C$  une constante.

Lorsque la grandeur mesurée est la prise de masse, l'équation obtenue est ainsi la suivante :

$$\left(\frac{\Delta m}{S}\right)^n = k_n * t \quad \text{Équation I-11}$$

Avec  $\Delta m$  la prise de masse,  $S$  la surface de l'échantillon,  $t$  le temps d'oxydation et  $k_n$  la constante d'oxydation où  $n$  décrit le type de cinétique, soit linéaire avec  $n=1$ , soit parabolique avec  $n=2$ . Une loi d'Arrhenius décrit l'évolution de la constante  $k_n$  avec l'inverse de la température.

Le titane est un métal extrêmement oxydable. Au contact de l'air, une couche principalement constituée de  $\text{TiO}_2$  se forme à la surface du métal. Cette couche, de seulement quelques nanomètres, est très adhérente et résistante, et protège ainsi le métal. Trois types de  $\text{TiO}_2$  existent, à savoir le rutile, l'anatase et la brookite. La pression et la température régissent les domaines de stabilité de ces oxydes [Dachille, 1968]. La forme observée pour le  $\text{TiO}_2$  est le rutile dans le domaine de température entre  $400^\circ\text{C}$  et  $600^\circ\text{C}$ .

---

Dans ce domaine de température, l'oxygène peut également être dissout dans le métal en proportion conséquente, à savoir jusqu'à 30 % at. dans la phase  $\alpha$  et 8 % at. dans la phase  $\beta$  [Kofstad, 1988]. Le diagramme de phase du système binaire Ti-O est présenté en Figure I-27, où différents oxydes stables pouvant se former sont distingués, comme  $Ti_3O_5$ ,  $Ti_2O_3$ , ou encore  $Ti_3O_2$ .

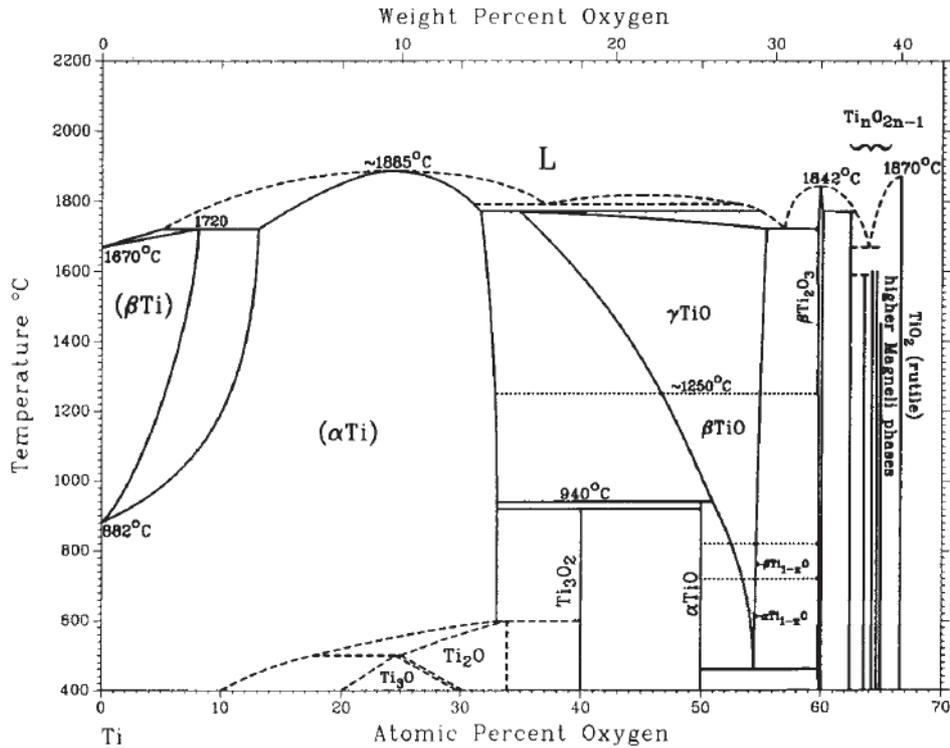


Figure I-27 : Diagramme de phase du système binaire Ti-O [Murray, 1987]

Au début de la réaction de formation de la couche d'oxyde, le métal est directement en contact avec l'oxygène. Lorsque la réaction démarre, la fine couche d'oxyde formée sépare le métal de l'atmosphère et donc de l'oxygène. Lorsque la diffusion de l'oxygène sous forme d'anions  $O^{2-}$  dans la couche d'oxyde vers le substrat se produit, on parle de croissance anionique de l'oxyde. En revanche, lorsque les cations métalliques  $M^{2-}$  diffusent dans la couche d'oxyde vers l'extérieur, on parle de croissance cationique. La réaction de formation de l'oxyde de titane pur est une réaction anionique [Dechamps, 1977]. De nombreux auteurs ont étudié la formation de la couche d'oxyde à la surface du titane pur [Stringer, 1960, Gomes, 1980] [Unnam, 1986]. Quatre étapes sont nécessaires à la formation de la couche d'oxyde  $TiO_2$ , présentées dans la Figure I-28 : la première étape est l'adsorption de l'oxygène par le métal (a), la seconde est la nucléation de l'oxyde (b), la troisième est la croissance latérale de l'oxyde (c) et enfin la dernière est la formation d'une couche compacte d'oxyde (d).

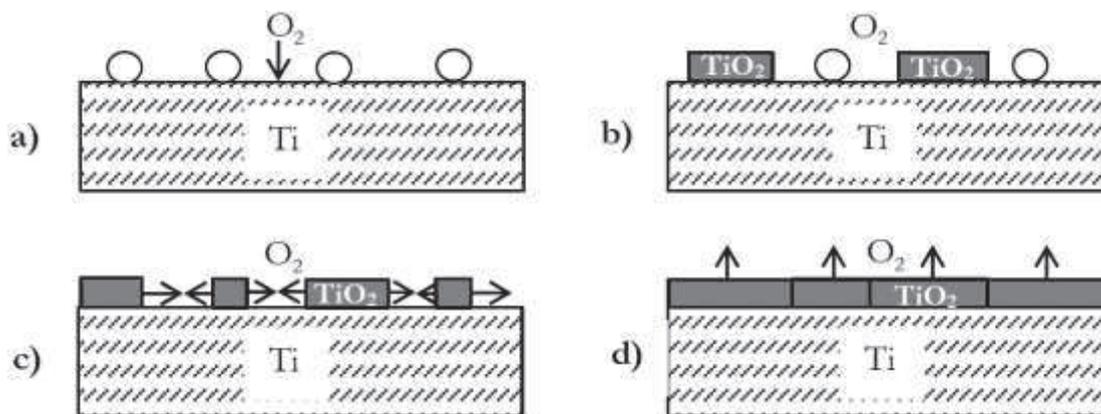


Figure 1-28 : Schémas de la croissance d'oxyde dans le titane pur [Baillieux, 2015]

Les éléments d'alliages ont des effets différents sur les cinétiques d'oxydation. Les différents alliages de titane résistent alors plus ou moins bien à l'oxydation, en fonction des éléments d'addition qui les composent. Globalement, les alliages  $\beta$  métastables présentent une meilleure résistance à l'oxydation [Champin, 1980]. Cependant, l'effet d'éléments d'addition considérés individuellement peut-être différent. Ainsi l'ajout de vanadium entraîne une diminution de la résistance à l'oxydation, le silicium et le zirconium augmentent la résistance à l'oxydation. L'aluminium tend également à diminuer la vitesse d'oxydation de l'alliage [Champin, 1980, Chaze, 1982, Chaze, 1987]. De plus, plus la teneur en aluminium est élevée et plus l'alliage résiste à l'oxydation. La présence d'aluminium dans l'alliage entraîne aussi la formation d'une couche d'oxyde plus complexe en surface, à savoir un mélange entre rutile  $\text{TiO}_2$  et alumine  $\alpha$   $\text{Al}_2\text{O}_3$ . La Figure 1-29 présente les schémas de formation des couches d'oxydes à la surface de l'alliage TA6V. Ainsi, une fois que la couche de rutile  $\text{TiO}_2$  est formée (a), la couche d'alumine  $\alpha$  se forme à la surface de cette couche (b), l'aluminium diffusant à travers la couche d'oxyde vers l'extérieur.

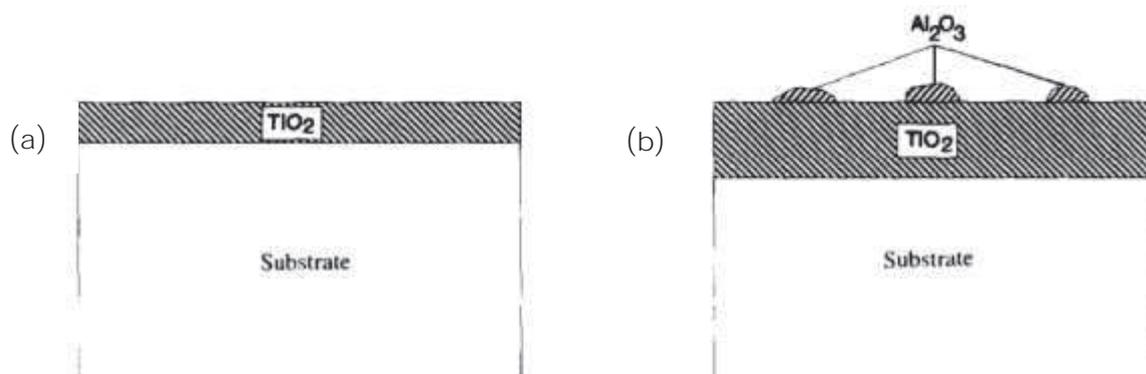


Figure 1-29 : Schémas de la croissance des couches d'oxyde sur le TA6V [Du, 1994]

### 1.3.2. Diffusion de l'oxygène

La diffusion de l'oxygène dans le métal est un deuxième phénomène intervenant au cours de l'oxydation du titane. Deux types de mécanismes de diffusion contrôlent le déplacement des atomes dans un monocristal. La Figure I-30 présente ces deux types de mécanismes. Le premier est la diffusion lacunaire (a), qui a lieu lorsqu'un atome se déplace de son site actuel vers un site adjacent vacant. La diffusion interstitielle (b) se réalise lorsqu'un atome se déplace au travers des sites interstitiels voisins. Ce mécanisme a lieu pour des atomes de faible rayon atomique comme l'oxygène et l'hydrogène. Dans un polycristal, les atomes diffusent également grâce aux joints des grains et aux dislocations, appelés courts-circuits de diffusion.

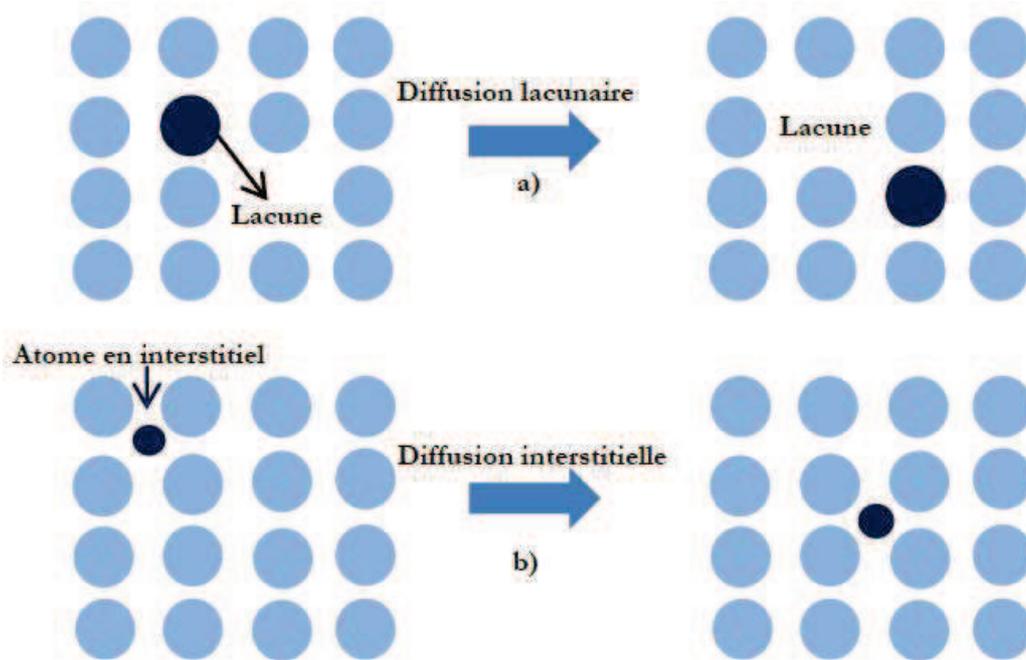


Figure I-30 : Mécanismes de diffusion lacunaire (a) et interstitielle (b) [Baillieux, 2015]

La première loi de Fick (cf. Équation I-12) permet de décrire le flux d'atomes sur une direction  $x$ , lorsque l'on se place dans un système unidirectionnel avec un gradient de concentration  $dC/dx$  :

$$J = -D \frac{dC}{dx} \quad \text{Équation I-12}$$

Avec  $D$  le coefficient de diffusion et  $C$  la concentration de l'espèce qui diffuse.

En régime non permanent, le gradient de concentration varie avec le temps, et la seconde loi de Fick s'applique alors (cf. Équation I-13) :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left( D \frac{\partial C}{\partial x} \right) \quad \text{Équation I-13}$$

L'Équation I-13 se simplifie lorsque le coefficient de diffusion  $D$  est indépendant de la concentration. L'Équation I-14 est alors obtenue :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad \text{Équation I-14}$$

La solution de cette équation (cf. Équation I-14) est celle donnée par l'Équation I-15, lorsque la diffusion se réalise dans un solide semi-infini et avec une concentration de surface constante  $C_s$ .  $C_0$  est alors la concentration initiale de l'espèce, qui diffuse à cœur du solide, et  $C_x$  la concentration de l'espèce à une distance  $x$ .

$$\frac{C_x - C_0}{C_s - C_0} = 1 - \operatorname{erf} \left( \frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right) \quad \text{Équation I-15}$$

Les coefficients de diffusion sont dépendants de la température. Une loi d'Arrhenius permet de décrire cette dépendance à la température (cf. Équation I-16).

$$D = D_0 * \exp \left( \frac{-Q}{RT} \right) \quad \text{Équation I-16}$$

Avec  $D_0$  une constante,  $Q$  l'énergie d'activation et  $R$  la constante des gaz parfaits.

De nombreux auteurs ont déterminé les coefficients de diffusion de différents alliages [Wasilewski, 1954, Claisse, 1956, Roe, 1960, Rosa, 1970, Dechamps and Lehr, 1977, David, 1979, David, 1983, Liu, 1988, Song, 2008]. Ces différents coefficients de diffusion de l'oxygène dans le titane  $\alpha$  et dans le titane  $\beta$  sont résumés dans la Figure I-31.

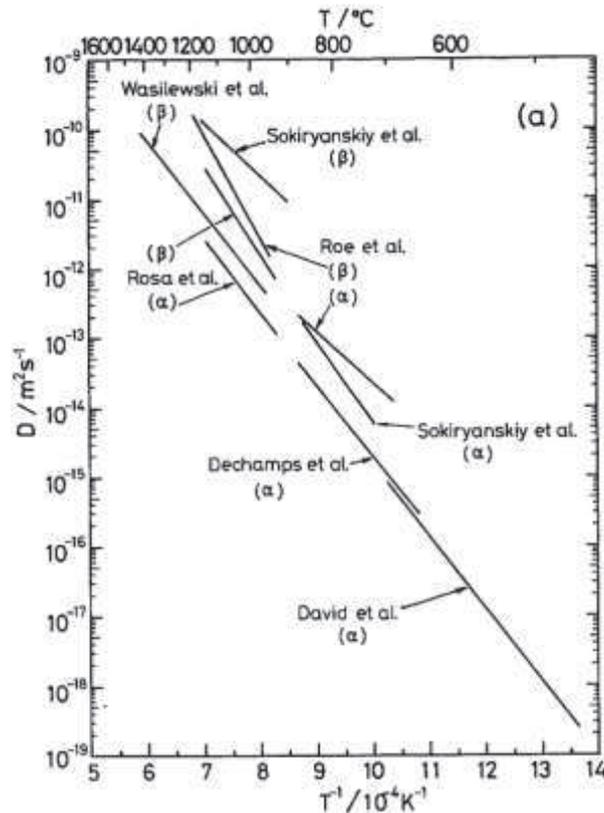


Figure 1-31 : Evolution des coefficients de diffusion de l'oxygène avec la température  
[Nakajima, 1991]

### 1.3.3. Oxygène et microstructure

Au cours de l'oxydation du titane, l'oxygène diffuse dans le matériau. En très proche surface, une zone d'une profondeur dépendant de la température et du temps d'exposition se trouve enrichie en oxygène. Cet enrichissement en oxygène a ainsi plusieurs effets sur la microstructure.

L'oxygène étant un élément  $\alpha$ -gène, la microstructure en proche surface se trouve affectée par la diffusion de l'oxygène dans le matériau. Une augmentation de la proportion de phase  $\alpha$  est observée en très proche surface des échantillons. Cette zone enrichie en phase  $\alpha$  est communément appelée  $\alpha$ -case par les auteurs [Gaddam, 2015]. Cette augmentation de proportion de fraction volumique de phase  $\alpha$  est également observée pour le TA6V [Liu and Welsch, 1988] et pour le titane  $\beta$ 21S [Wallace, 1992, Parris, 1993, Sansoz, 2004, Tiley, 2012].

Un autre effet de la pénétration d'oxygène dans le métal et plus particulièrement dans la maille  $\alpha$  est la modification des paramètres de maille. L'insertion dans les sites

octaédriques de la maille  $\alpha$  hexagonale compacte entraîne une augmentation du paramètre  $c$  de la maille et donc du rapport  $c/a$  [Behera, 2013].

Un autre impact de la diffusion de l'oxygène dans le matériau est l'augmentation de la température de transus  $\beta$ . Ainsi, plus la teneur en oxygène augmente dans le matériau et plus la température de transus  $\beta$  augmente. Ce résultat se retrouve dans le titane pur grâce au diagramme de phase Ti-O (cf. Figure I-27) mais aussi dans les alliages de titane. Des modélisations par ANN (Artificial Neural Network) ont permis de mettre en relation la température de transus avec la concentration équivalente en aluminium et en molybdène  $[Al_{eq}]$  et  $[Mo_{eq}]$  [Guo, 2005].

#### 1.3.4. Oxygène et comportement mécanique

L'oxygène est un élément d'addition qui durcit considérablement la phase  $\alpha$  par l'incorporation interstitielle de celui-ci dans la maille et par ses interactions avec les dislocations mobiles [Kratohvil, 1970]. Des mesures de dureté à différentes profondeurs permettent ainsi de déterminer la zone affectée par l'oxygène [Jenkins, 1954, Stringer, 1960, Behera, 2013]. Les coefficients de diffusion de l'oxygène dans le matériau peuvent également être déterminés grâce à ces profils de microdureté, remplaçant les termes relatifs à la teneur en O dans l'Équation I-15 par des termes relatifs à la microdureté comme dans l'Équation I-17 [Göbel, 2001] :

$$\frac{H_x - H_0}{H_s - H_0} = 1 - \operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) \quad \text{Équation I-17}$$

Avec  $H_x$  la dureté du matériau à une distance  $x$ ,  $H_0$  la dureté à cœur du matériau, et  $H_s$  la dureté à l'interface.

Le comportement en traction est fortement impacté par la diffusion de l'oxygène dans le titane. Un des effets est l'augmentation du module d'Young avec la teneur en oxygène, comme l'exemple donné sur la Figure I-32. Un autre effet de l'oxygène est la fragilisation du matériau en traction. L'observation de nombreux faciès de rupture après essais de traction à température ambiante sur éprouvettes oxydées montre des zones de rupture fragile en proche surface [Sansoz, 2004].

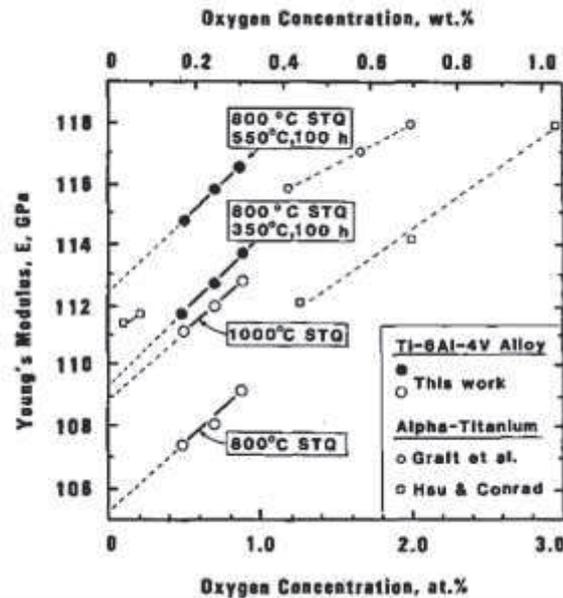


Figure 1-32 : Evolution du module d'Young avec la teneur en oxygène dans le TA6V [Lee, 1990]

Concernant les propriétés en fatigue, il a été montré que la diffusion de l'oxygène et donc que la présence d'une zone affectée par l'oxygène réduisait la durée de vie en fatigue des alliages de titane. En effet, cette zone en proche surface étant plus fragile, les fissures s'initient principalement dans cette zone, à l'interface entre le métal et l'oxyde. [Gray, 1990, Hornberger, 2015].

#### 1.4. L'alliage Ti-β21S

L'alliage de notre étude est l'alliage de titane β21S, aussi nommé Timetal 21S. Cet alliage a été développé par TIMET USA, pour une application initiale en tant que matrice dans les composites à matrice métallique. Cet alliage a remplacé le Ti-15-3 précédemment utilisé, du fait de sa meilleure résistance à la corrosion, notamment pour des températures supérieures à 815°C [Grauman, 1992, Bania, 1994, Schutz, 1994]. Grâce à ses très bonnes propriétés mécaniques à hautes températures, cet alliage est maintenant utilisé dans l'aéronautique, notamment dans la fabrication des conduits et tuyères de moteurs. Ainsi, Boeing l'utilise dans la fabrication des nacelles du 777, tout comme SAFRAN Nacelles, en remplacement des alliages base nickel. L'utilisation de cet alliage à la place l'Inconel 625 dans le Boeing 777 permet un gain non négligeable de près de 164 kg [Cotton, 2015].

Le Tableau 1-2 présente la composition de notre alliage en % massique, décrit dans le brevet déposé par Bania et Parris [Bania, 1990]. Le molybdène est le principal élément β-gène, et sa teneur à hauteur de 15 %wt. a été choisie pour optimiser la

résistance à l'oxydation. L'alliage est nommé « Ti- $\beta$ 21S » car il appartient à la classe des alliages  $\beta$ -métastables, et contient 21 %wt. d'éléments d'alliage.

*Tableau I-2 : Composition de l'alliage de titane  $\beta$ 21S en % massique [Bania and Parris, 1990]*

	Al	Nb	Mo	Si	Fe	C	O2	N2	H2	Ti
Max	3,5	3,0	16,0	0,25	0,4	0,05	0,15	0,05	0,015	Bal
Min	2,5	2,4	14,0	0,15	0,2	-	0,11	-	-	Bal

Le Ti- $\beta$ 21S est mis en solution après un traitement thermique à une température supérieure au transus  $\beta$  de 807°C pendant 3 à 30 min. Des durées de traitement thermique plus longues entraînent un fort grossissement des grains  $\beta$ . Différents traitements thermiques peuvent ensuite être réalisés, en fonction de l'utilisation finale de l'alliage. Ces traitements permettent la précipitation de la phase  $\alpha$ . Pour des températures de service basses, inférieures à 427°C, le traitement préconisé par TIMET se réalise à 593°C pendant 8h. Pour des températures en service plus élevées, un traitement thermique à deux étapes est conseillé, à 690°C pendant 8h puis à 650°C pendant 9h.

Comme pour les autres alliages de titane  $\beta$ , une grande diversité de microstructures peut être obtenue grâce à différents traitements thermiques. La Figure I-33 présente le diagramme TTT mettant en évidence les domaines de précipitation des différentes phases que l'on peut trouver dans le titane. Remarquons l'importance de la vitesse de refroidissement après le traitement thermique de mise en solution. En effet, un refroidissement très rapide (comme un refroidissement à l'air) entraîne la précipitation de la phase  $\alpha$  aux joints des grains  $\beta$  ( $\alpha_{GB}$ ). Lors d'un refroidissement plus lent (refroidissement en four), la phase  $\omega$  précipite, comme vu dans la partie I.1.3.3.2. Des traitements thermiques de précipitation de la phase  $\alpha$  sont ensuite réalisés.

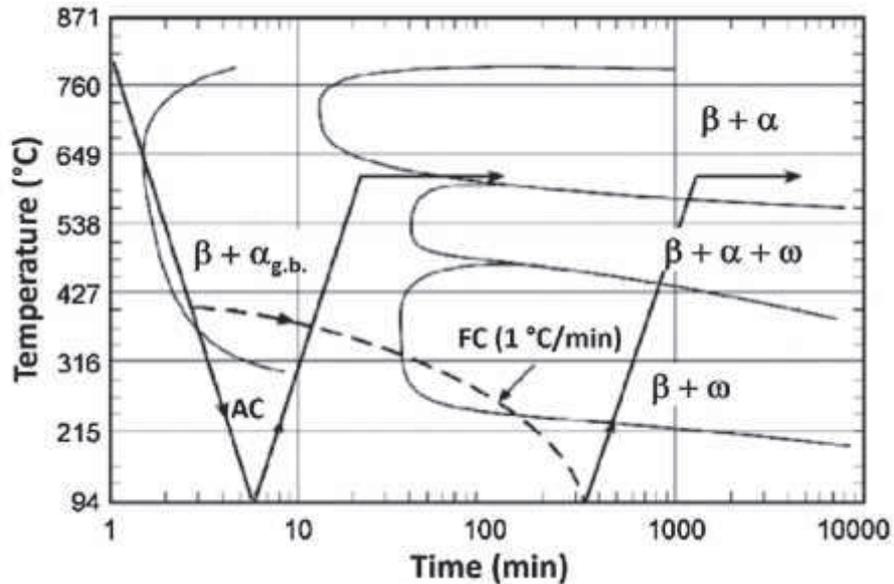


Figure I-33 : Diagramme Temps-Température-Transformation de l'alliage Ti- $\beta$ 21S trempé [Cotton, 2015]

De nombreux auteurs ont étudié l'influence de la température du traitement thermique sur la morphologie, la distribution et la taille des lamelles de phase  $\alpha$  [Mahoney, 1993, Upadhyaya, 1993, Chaudhuri, 1994, Huang, 1994, Behera, 2013, Xu, 2016]. Ainsi, la taille des précipités  $\alpha$  augmente avec l'élévation de la température de traitement thermique, de même que la fraction volumique de phase  $\alpha$  augmente jusqu'à saturation avec l'augmentation du temps de traitement thermique. Xu et al. ont proposé un schéma récapitulatif des différentes conditions de traitements thermiques de précipitation (cf. Figure I-34) [Xu, 2015]. Ils déterminent ainsi quatre domaines de températures de précipitation. Le premier domaine (*field 1*) concerne celui des hautes températures où la phase  $\alpha$  précipite principalement aux joints des grains et dans les zones proches des joints de grains ( $\alpha_{GB}$  et  $\alpha_{WGB}$ ). Les lamelles  $\alpha_{GB}$  germent dans les joints des grains  $\beta$  et croissent selon un liseré plutôt continu. Les lamelles  $\alpha_{WGB}$  germent sur des sites préférentiels près des joints des grains, et croissent en lattes vers les centres des grains  $\beta$ . Dans le deuxième domaine de températures inférieures aux températures précédentes (*field 2*), la précipitation de phase  $\alpha$  à l'intérieur des grains s'ajoute aux précipitations  $\alpha_{GB}$  et  $\alpha_{WGB}$ . La précipitation de cette phase  $\alpha_{WI}$  se retrouve dans le troisième domaine (*field 3*), mais en quantité plus importante. Enfin, le dernier domaine des très basses températures n'est concerné que par la précipitation de la phase  $\omega$  (*field 4*). Cette dernière peut servir de précurseur à la précipitation de phase  $\alpha$  très fine, lors d'un traitement thermique à deux étapes.

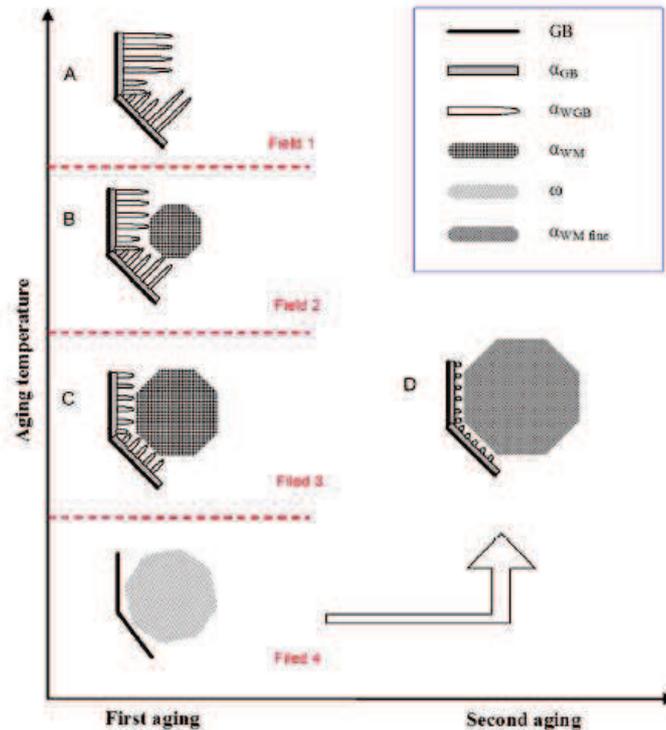


Figure I-34 : Schéma de la précipitation de la phase  $\alpha$  dans l'alliage Ti- $\beta$ 21S trempé et vieilli à différentes températures [Xu, 2015]

En ce qui concerne les propriétés mécaniques de l'alliage Ti- $\beta$ 21S, celles-ci sont intimement liées à la microstructure. Fanning a dans un premier temps étudié l'effet de la température d'essai sur la résistance mécanique [Fanning, 1993]. Grâce à l'évolution de la limite d'élasticité avec la température d'essai, Fanning retrouve les domaines de températures typiques des alliages de titane (cf. partie I.2.2.2). Ivasishin et al., quant à eux, ont comparé les propriétés en traction à température ambiante de l'alliage de Ti- $\beta$ 21S avec d'autres alliages de titane  $\beta$  métastables [Ivasishin, 2008]. Ainsi, l'alliage Ti- $\beta$ 21S possède une résistance maximale en traction et un allongement à rupture légèrement supérieur à ceux du Ti-15-3 et du Timetal LCB à l'état précipité. D'autres auteurs ont étudié l'impact de la morphologie des lamelles  $\alpha$  sur le comportement mécanique [Agarwal, 2008, Mantri, 2015]. Ainsi, plus la précipitation  $\alpha$  est fine et plus la résistance mécanique est élevée à température ambiante, au détriment de l'allongement à rupture.

L'oxydation de l'alliage Ti- $\beta$ 21S a été étudiée par de nombreux auteurs. La résistance à l'oxydation de cet alliage est en effet bien meilleure que celle d'autres alliages de titane, comme le montre la Figure I-35, avec l'évolution de la prise de masse en fonction du temps à 650°C pour trois alliages de titane dont le Ti- $\beta$ 21S.

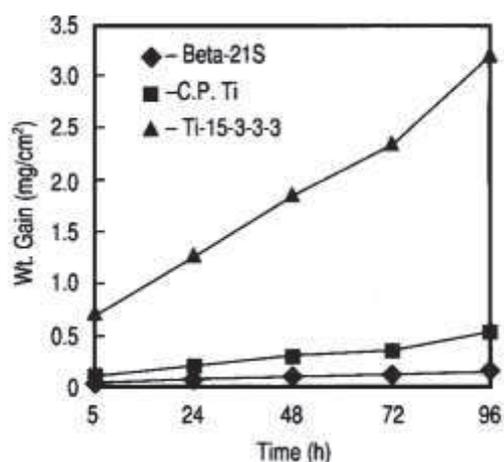


Figure 1-35 : Résistance à l'oxydation de différents alliages de titane  $\beta$  à 650°C [Schutz, 1994]

L'oxydation du Ti- $\beta$ 21S impacte à la fois la microstructure et les propriétés mécaniques de celui-ci. Les études ont ainsi montré que, dans les zones riches en oxygène, notamment en proche surface grâce à la diffusion de l'oxygène dans le matériau, la fraction volumique en phase  $\alpha$  augmente fortement [Wallace, 1992, Parris and Bania, 1993]. L'augmentation de la teneur en oxygène ainsi que l'augmentation de la fraction volumique de phase  $\alpha$  s'accompagnent aussi de l'augmentation de la dureté [Behera, 2013]. L'oxydation impacte également les propriétés mécaniques en traction à température ambiante, notamment en réduisant l'allongement à rupture en fragilisant le matériau [Sansoz, 2004].

Dans ce chapitre, nous avons introduit le titane ainsi que ses alliages, en nous attardant plus particulièrement sur les alliages de titane  $\beta$ -métastables. L'alliage de notre étude, le Ti- $\beta$ 21S appartient en effet à cette catégorie d'alliage. Le lien entre microstructure et propriétés mécaniques en traction et en fatigue a été étudié, au vu de la grande diversité de microstructures qui peut être obtenue grâce aux différents traitements thermomécaniques. L'effet de l'oxygène, à la fois sur la microstructure et sur les propriétés mécaniques, est également prépondérant. Cependant, il existe très peu d'informations sur des vieillissements à hautes températures et/ou de très longues durées.

Au cours de cette étude, nous nous attacherons à déterminer les évolutions microstructurales et les propriétés mécaniques à la suite de nos divers traitements thermiques, tout en étudiant le rôle de l'oxydation.



---

## Chapitre II. Matériaux de l'étude et techniques expérimentales

---

<i>II.1. Matériaux d'étude</i> .....	51
II.1.1. Les différents lots matière .....	51
II.1.2. Etat de réception : état mis en solution .....	52
II.1.3. Traitements thermiques industriels : état CBDP .....	53
II.1.4. Traitement thermique standard : état traité TIMET .....	55
<i>II.2. Mise en place des traitements thermiques de vieillissement</i> .....	55
II.2.1. Mise en place des traitements thermiques .....	55
II.2.2. Planification des traitements thermiques .....	57
II.2.3. Suivi des prises de masse .....	58
<i>II.3. Méthodes de caractérisation</i> .....	58
II.3.1. Géométrie des coupons .....	58
II.3.2. Préparation des échantillons .....	59
II.3.3. Caractérisation en microscopie électronique .....	59
II.3.3.1. Microscopie électronique à balayage .....	59
II.3.3.2. Microsonde de Castaing .....	60
II.3.4. <b>Analyse d'images</b> .....	61
II.3.4.1. Mesure de la taille de grains .....	61
II.3.4.2. Détermination de la fraction volumique de phase $\alpha$ .....	61
II.3.4.3. Mesure de la largeur moyenne des lamelles $\alpha$ .....	63
II.3.4.4. Mesure de la distance inter-lamellaire $\alpha$ .....	64
II.3.5. Microdureté .....	66
<i>II.4. Caractérisation des propriétés mécaniques</i> .....	67
II.4.1. Géométrie des éprouvettes .....	67
II.4.2. Essais réalisés .....	68
II.4.2.1. <b>Machine d'essai</b> .....	68
II.4.2.2. Essais de traction .....	70
II.4.2.2.1. Protocole d'essais .....	70

11.4.2.2.2.	Traitement des données des essais de traction monotone .....	71
11.4.2.2.3.	Traitement des données des essais avec sauts de vitesse de déformation..	72
11.4.2.3.	Essais de fatigue .....	73
11.4.2.3.1.	Protocole d'essais .....	73
11.4.2.3.2.	Traitement des données des essais de fatigue.....	74

## II.1. Matériaux d'étude

La présente étude porte sur l'alliage de titane  $\beta$ 21S. La composition chimique de cet alliage est donnée en pourcentage massique dans le tableau ci-dessous:

*Tableau II-1 : Composition chimique en % wt. de l'alliage de titane  $\beta$ 21S (Procès Verbal matière)*

Mo	Al	Nb	Si	Fe	C	O	N	Ti
15,90	3,25	2,65	0,23	0,31	0,010	0,13	0,019	Bal

### II.1.1. Les différents lots matière

Plusieurs tôles de microstructures différentes ont été utilisées lors de cette étude. Elles seront identifiées selon les noms suivants :

- Matière à l'état mis en solution : état de réception de l'alliage, tôles de 500x500 mm<sup>2</sup>, épaisseur 1,058 mm
- Matière à l'état CBDP : état après traitements thermiques industriels, tôles de 500x500 mm<sup>2</sup>, épaisseur 1,006 mm
- Matière à l'état traité TIMET : état après traitement thermique TIMET, tôles de 250x250 mm<sup>2</sup>, épaisseur 1,029 mm

Les conditions de traitements thermiques pour chacun des états précédemment cités sont précisées dans les parties II.1.2, II.1.3 et II.1.4. Les deux premiers états sont issus du même lot matière H18322. Un lot de matière différent a été utilisé pour la troisième série d'échantillons, à l'état traité TIMET.

Des observations et analyses ont été effectuées sur des échantillons issus d'études antérieures de SAFRAN Nacelles. Ces échantillons ont été prélevés dans différents lots matière. Les conditions de traitement et l'histoire thermomécanique de ces échantillons seront précisées au fil du document.

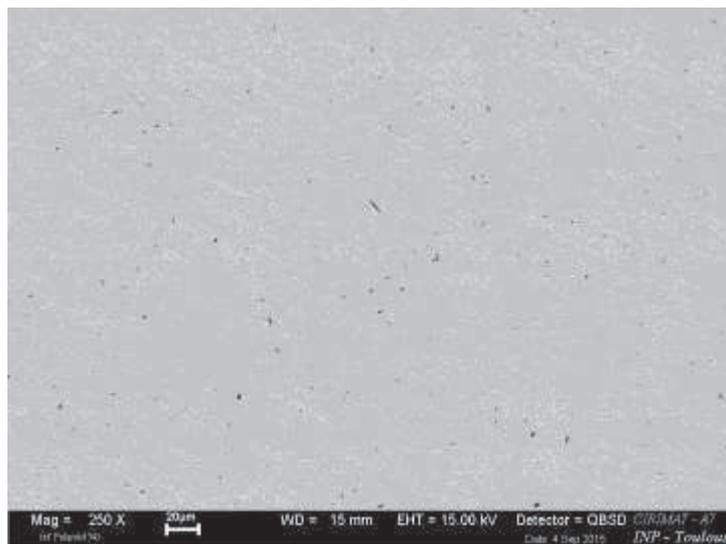
Des coupons de 50x50 mm<sup>2</sup> ont été utilisés pour les différentes observations métallographiques ainsi que les suivis de prises de masse, des éprouvettes plates de traction et de fatigue ont été quant à elles utilisées pour caractériser mécaniquement le matériau avant et après vieillissement. De plus amples renseignements (plans d'usinage et technique de découpe) sont à retrouver dans les parties II.3.1 et II.4.1 de ce chapitre.

### II.1.2. Etat de réception : état mis en solution

Le premier lot de matière étudié est à l'état microstructural brut TIMET, c'est-à-dire après étapes de laminage et recuit. Les coupons et éprouvettes ont été usinés dans des tôles issues du même lot ayant subi la même gamme d'élaboration, mise en forme et recuit.

Les tôles sont obtenues après une étape de laminage à froid, pour atteindre une épaisseur de l'ordre de 1,05 mm d'épaisseur. Plusieurs passes sont nécessaires pour obtenir l'épaisseur souhaitée et des traitements de recuit intermédiaires peuvent être réalisés pour une totale recristallisation des grains, tout en limitant le grossissement des grains  $\beta$ . A la fin du procédé de laminage à froid, un traitement final de recuit à une température supérieure à la température de transus est réalisé pour obtenir une microstructure composée uniquement de grains  $\beta$ . De plus, les bords des tôles reçues par SAFRAN Nacelles sont découpés après laminage et recuit, pour supprimer les effets de bords dus aux traitements de mise en forme.

Des observations au microscope électronique à balayage en mode électrons rétrodiffusés ont été réalisées sur l'alliage à l'état mis en solution (cf. Figure II-1). Les joints de grains ne sont pas visibles, et les tâches noires observables sont des résidus de polissage, des grains de carbure de silicium issus des tapis de polissage. La microstructure est uniquement constituée de grains équiaxes  $\beta$ , avec une taille moyenne de 20  $\mu\text{m}$ .



*Figure II-1 : Observation en MEB de l'alliage en cœur de tôle à l'état mis en solution*

Dans un état de solution solide, l'alliage est uniquement composé de grains  $\beta$ , sans précipitation de phase  $\alpha$ . Des pointés EDX ont été réalisés grâce à un microscope

---

électronique à balayage équipé d'un canon à émission de champs, pour obtenir la composition initiale de la phase  $\beta$ . Les résultats en pourcentage massique sont donnés dans le Tableau II-2. Ces résultats sont en accord avec ceux donnés par le procès-verbal des tôles. Remarquons tout de même le pourcentage élevé en oxygène, s'expliquant par la contamination en surface de l'échantillon.

Tableau II-2 : Résultats d'analyses EDX sur la phase  $\beta$  (en % wt.)

Al	Nb	Mo	Si	O	Ti
2.57	2.36	15.97	0.22	2.05	76.84

### II.1.3. Traitements thermiques industriels : état CBDP

Un deuxième lot d'échantillons a été traité selon le cycle industriel utilisé pour la réalisation des pièces aéronautiques comprenant des étapes de mise en forme et de précipitation sous vide à partir de l'état mis en solution. La Figure II-2 présente les conditions de temps et de température pour les quatre traitements thermiques industriels réalisés.

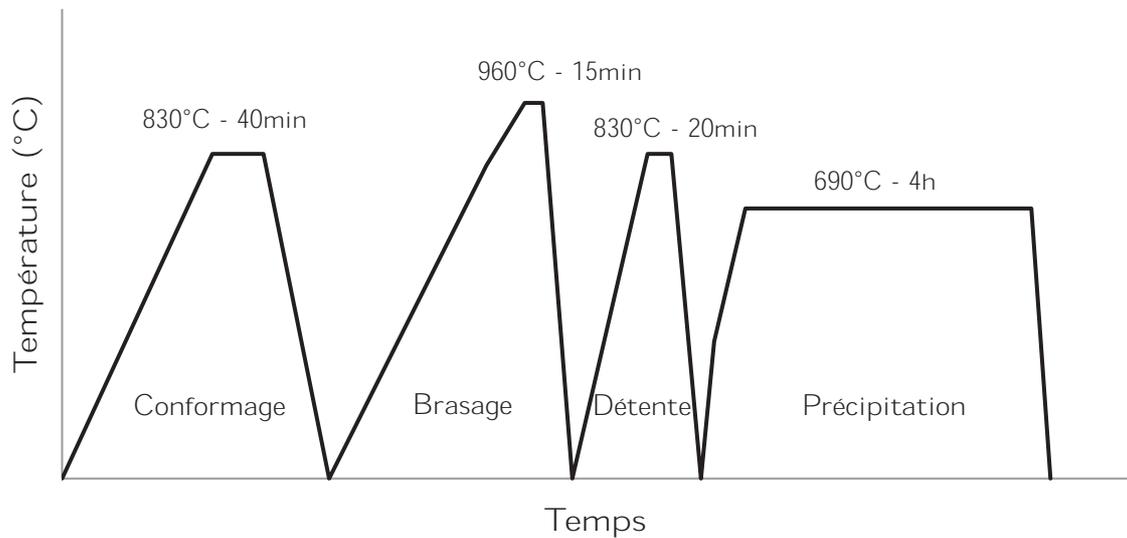


Figure II-2 : Ensemble des traitements thermiques industriels réalisés

Les coupons et éprouvettes ont été traités après découpe, de la même manière que les tôles utilisées pour la fabrication des pièces aéronautiques avec raidisseurs. Les pièces aéronautiques sont conformées à 830°C pendant 40 minutes. Une étape de brasage à 960°C pendant 15 minutes est ensuite nécessaire pour fixer les raidisseurs. Une double étape de détente et de précipitation est ensuite réalisée pour obtenir la microstructure

souhaitée. Les coupons et éprouvettes ont suivi les quatre traitements thermiques, sans mise en forme ni soudure.

Ces étapes sont nécessaires pour l'élaboration des pièces, mais aussi pour obtenir une microstructure optimale pour la bonne tenue mécanique des pièces en service. Plusieurs modifications microstructurales résultent de ces différents traitements thermiques : la précipitation de la phase  $\alpha$  qui durcit l'alliage et l'augmentation de la taille des grains  $\beta$ . La Figure II-3 présente la microstructure de l'alliage à l'état précipité. La phase  $\alpha$  (noire) précipite aux joints des grains,  $\alpha_{GB}$ , et en cœur de grains  $\alpha_{WI}$ . La taille des précipités est hétérogène, des zones près des joints de grains présentent des précipités  $\alpha$  plus grossiers qu'en cœur de grains  $\beta$ . La fraction volumique de phase  $\alpha$  s'élève à 33 %. Les grains  $\beta$  sont équiaxes, et leur taille moyenne est de 115  $\mu\text{m}$ .

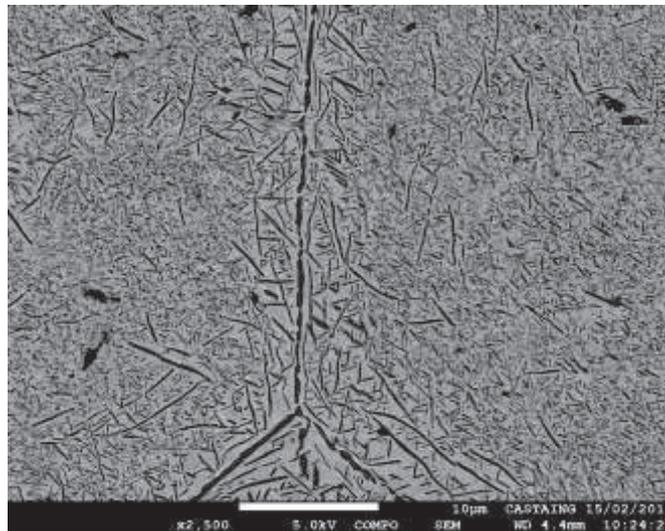


Figure II-3 : Observation en MEB-FEG de la microstructure à l'état CBDP

Des pointés EDX ont été réalisés pour obtenir la composition initiale des phases  $\alpha$  et  $\beta$ . Les résultats indicatifs sont donnés en pourcentage massique dans le Tableau II-3.

Tableau II-3 : Résultats EDX sur les phases  $\alpha$  et  $\beta$  (en % wt.)

	Al	Nb	Mo	Si	C	O	Ti
Phase $\beta$	2,19	3,16	22,35	0,20	0,56	1,78	69,58
Phase $\alpha$	4,20	0,59	0,50	0,46	0,42	3,05	90,78

Les éléments majoritaires dans la phase  $\beta$  sont, outre le titane, le molybdène et le niobium, tous deux stabilisateurs de cette phase. Au contraire, l'aluminium et l'oxygène sont plus solubles dans la phase  $\alpha$ .

#### II.1.4. Traitement thermique standard : état traité TIMET

Un troisième lot d'éprouvettes de microstructure différente a été utilisé durant cette étude. Les tôles de Ti- $\beta$ 21S ont été traitées directement par TIMET USA®, à 538°C pendant 8 heures sous argon. La Figure II-4 présente la microstructure précipitée  $\alpha$  après ce traitement thermique particulier. La phase  $\alpha$  précipite aux joints des grains et également aux cœurs des grains  $\beta$ . La taille des précipités  $\alpha$  est homogène, les précipités sont toutefois beaucoup plus fins que ceux obtenus pour l'état CBDP. La fraction volumique de phase  $\alpha$  pour cette microstructure s'élève à 50 %. Les grains  $\beta$  sont équiaxes, et leur taille moyenne est de 22  $\mu\text{m}$ .

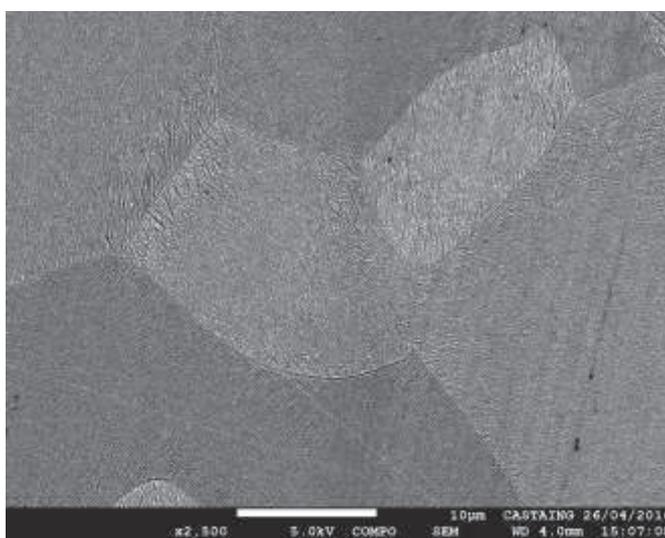


Figure II-4 : Observation en MEB-FEG de la microstructure à l'état traité TIMET

### II.2. Mise en place des traitements thermiques de vieillissement

Des traitements thermiques de vieillissement sous air ont été réalisés sur les coupons et éprouvettes de traction et de fatigue. Les schémas des coupons et éprouvettes sont présentés plus tard dans ce chapitre, dans les parties II.3.1 et II.4.1. Les vieillissements ont été menés à six températures, de 450°C à 700°C, tous les 50°C, et pour différentes durées.

#### II.2.1. Mise en place des traitements thermiques

Des étuves de 60 litres ont été dédiées à ces traitements thermiques de longue durée. Trois étuves, de la marque Carbolithe, et avec une température d'utilisation maximale de 600°C ont été utilisées pour les traitements thermiques à basse température : 450°C à 550°C. Deux autres étuves, de la marque Nabertherm, avec une température maximale

de 850°C ont servi à traiter thermiquement les échantillons à haute température : 600°C et 700°C (cf. Figure II-5). Enfin, pour les traitements à 650°C, la plupart des vieillissements ont été réalisés dans un four à résistances avec une température maximale de 1200°C. Du fait des écarts constatés sur le comportement en oxydation, quelques coupons supplémentaires ont été traités en étuve.



*Figure II-5 : Modèle d'étuve de la marque Nabertherm destinée aux traitements thermiques de longues durées à 600°C et 700°C*

Les tranches des éprouvettes de fatigue ont été polies au papier SiC du grade 180 jusqu'au grade 2400 avant la mise en température. Tous les coupons et éprouvettes ont également été rincés à l'acétone puis à l'éthanol dans un bain à ultrasons, avant le traitement thermique de vieillissement.

Pour chaque température, les coupons d'observation et éprouvettes de traction et de fatigue d'un même couple Température - temps sont suspendus à une même tige en alumine, pour faciliter la sortie de l'étuve ou du four. Des tiges crochetées sont utilisées pour sortir les tiges en alumine de l'étuve (cf. Figure II-6). Les tiges sont disposées dans l'étuve froide, et la vitesse de chauffe est comprise entre 6 et 7°C/s.



*Figure II-6 : Photographie du positionnement des éprouvettes dans l'étuve*

Les phénomènes d'oxydation de Ti- $\beta$ 21S se sont avérés très sensibles aux conditions de vieillissement. Ainsi pour les échantillons traités à 650°C en four, nous avons constaté une oxydation bien moins importante (prise de masse inférieure) que pour les éprouvettes vieilles en étuve. Une nouvelle série de vieillissement a alors été réalisée en étuve à 650°C et les résultats sont présentés dans ce manuscrit. Par ailleurs, des phénomènes de suroxydation locaux sont apparus pour les vieillissements à 700°C en étuve, dans des zones confinées. Ces zones étant liées à l'empilement des éprouvettes ainsi qu'à des contacts entre éprouvettes sur les tiges d'alumine. Ceci nous a conduit à mettre en place des entretoises entre les coupons et les éprouvettes pour éviter qu'ils glissent le long de la tige en alumine, pour les traitements thermiques aux trois plus hautes températures (600°C à 700°C). Ces phénomènes de suroxydation sont détaillés dans le rapport interne de De Paula [De Paula, 2016].

### II.2.2. Planification des traitements thermiques

Le Tableau II-4 présente les divers traitements réalisés pour chaque température, ainsi que le nombre de coupons et éprouvettes pour chaque couple Température - temps pour le lot de matière à l'état CBDP.

En parallèle, des vieillissements de plus courtes durées (24h, 48h, 96h et 192h) ont été réalisés aux températures 450°C et 700°C. Pour chaque durée, un seul coupon a été traité thermiquement, et les observations au MEB-FEG ont ainsi été réalisées.

Tableau II-4 : Planification des traitements thermiques de vieillissement à partir de l'état CBDP (CP = coupon, TA = éprouvette de traction, FA = éprouvette de fatigue)

	450°C	500°C	550°C	600°C	650°C	700°C
500h	3 CP 6 TA + 9 FA					
1000h	3 CP 6 TA + 9 FA					
2500h	3 CP 6 TA + 9 FA					
5000h	3 CP 6 TA + 6 FA		3 CP 6 TA + 6 FA	3 CP 6 TA + 6 FA		3 CP 6 TA + 6 FA
10000h	3 CP 6 TA + 6 FA		3 CP 6 TA + 6 FA	3 CP 6 TA + 6 FA		3 CP 6 TA + 6 FA

### II.2.3. Suivi des prises de masse

Pour le suivi de la prise de masse au cours du vieillissement thermique, chaque coupon a été repéré et pesé trois fois à température ambiante avant la mise en température et après le traitement thermique de vieillissement. La différence entre la masse moyenne avant et après vieillissement est ensuite utilisée pour le calcul des cinétiques d'oxydation.

Deux balances ont été utilisées pour ce suivi de prise de masse. La première de la marque RADWAG est de modèle P5750/C1 et a une précision de 1 mg. Elle a été utilisée pour peser les échantillons des vieillissements de longues durées ( $\geq 500$ h). Pour les vieillissements de plus courtes durées ( $< 500$ h), une balance SANTORIUS Genius, de précision 0,01 mg a été utilisée.

## II.3. Méthodes de caractérisation

Au cours de cette étude, de nombreuses techniques expérimentales ont été utilisées afin de caractériser l'effet du vieillissement thermique sur le Ti- $\beta$ 21S d'un point de vue métallurgique. Les appareils utilisés, ainsi que les méthodes de préparation sont décrits dans cette partie.

### II.3.1. Géométrie des coupons

Les coupons utilisés pour les observations métallographiques et les suivis de prise de masse sont des coupons plats usinés par découpe laser avant traitement thermique. Le plan d'usinage se trouve sur la Figure II-7. Les coupons, de dimension 50x50 mm<sup>2</sup> possèdent un trou afin de les suspendre lors des traitements thermiques.

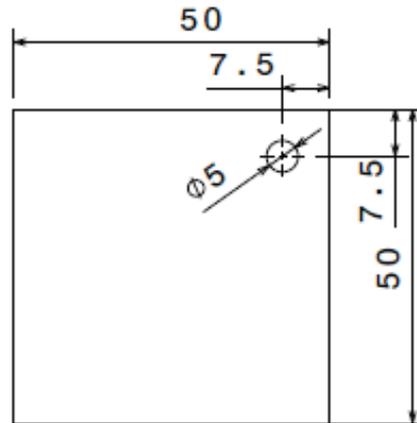


Figure II-7 : Schéma du plan d'usinage d'un coupon

### II.3.2. Préparation des échantillons

Les observations métallographiques en microscopie électronique à balayage (MEB et MEB-FEG) ont été menées sur des échantillons enrobés à chaud. Un polissage manuel est ensuite réalisé pour chaque enrobage sur papier SiC, d'un grade 600 à 2400, puis sur un drap tissé enduit de pâte diamanté 3  $\mu\text{m}$ . Le polissage se termine sur un feutre lubrifié avec une solution diluée d'OPS. Pour finir, l'enrobage est nettoyé à l'eau savonneuse pour éliminer toute trace de solution de polissage. Aucune attaque chimique n'est réalisée pour l'observation des échantillons en MEB, ni en MEB-FEG. Les mêmes étapes de préparation ont été suivies pour les analyses en microsonde électronique.

### II.3.3. Caractérisation en microscopie électronique

#### II.3.3.1. Microscopie électronique à balayage

Deux microscopes ont été utilisés pour observer les échantillons en microscopie électronique à balayage. Le premier, situé au CIRIMAT à Toulouse est un LEO 435-VP. Il a été utilisé sous une tension de 15kV. Les observations en coupe des échantillons ont été réalisées en mode électrons rétrodiffusés. Un second microscope, localisé au Centre de Microcaractérisation Raimond Castaing, de marque JEOL, modèle JSM 7800 Prime, possède un canon à effet de champ. Il est utilisé pour la caractérisation de la microstructure à haute résolution et en particulier pour caractériser la précipitation fine de la phase  $\alpha$ .

### 11.3.3.2. Microsonde de Castaing

Des analyses chimiques en microsonde électronique ont été menées sur des échantillons en coupe, pour étudier entre autre le profil de diffusion de l'oxygène de la surface vers le cœur de l'échantillon. L'appareil utilisé est une microsonde CAMECA® SXFive, équipée de cinq spectromètres d'analyse dispersive en longueur d'onde (WDS). Ces analyses ont été réalisées par M. Philippe de Parseval au Centre de Microcaractérisation R. Castaing. Au cours de l'analyse, l'échantillon est bombardé avec un faisceau d'électrons afin d'analyser le spectre des rayons X émis par l'émission des photons provenant de la désexcitation des atomes. L'erreur relative sur la mesure quantitative est de  $\pm 0,5\%$ . Un profil de mesures a été réalisé de la surface vers le cœur de l'échantillon, avec des pointés espacés de  $3\ \mu\text{m}$ . La profondeur d'analyse varie en fonction de la température et de la durée de traitement de l'échantillon. Cette série de mesures a été répétée trois fois par échantillon.

Un profil de diffusion de l'oxygène est ainsi obtenu, identique à celui représenté sur la Figure 11-8.

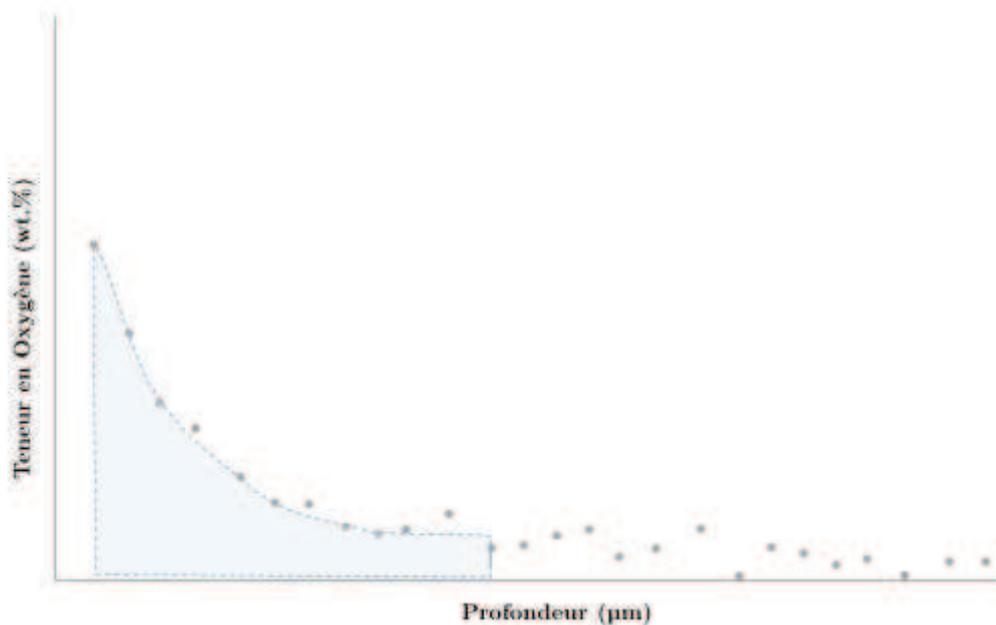


Figure 11-8 : Profil de diffusion type obtenu

L'aire sous la courbe de ce profil correspond à la quantité d'oxygène dissout. Afin de calculer cette aire, une intégration numérique de la courbe depuis le premier point de mesure jusqu'à la limite de diffusion est réalisée. Pour obtenir la valeur de la prise de

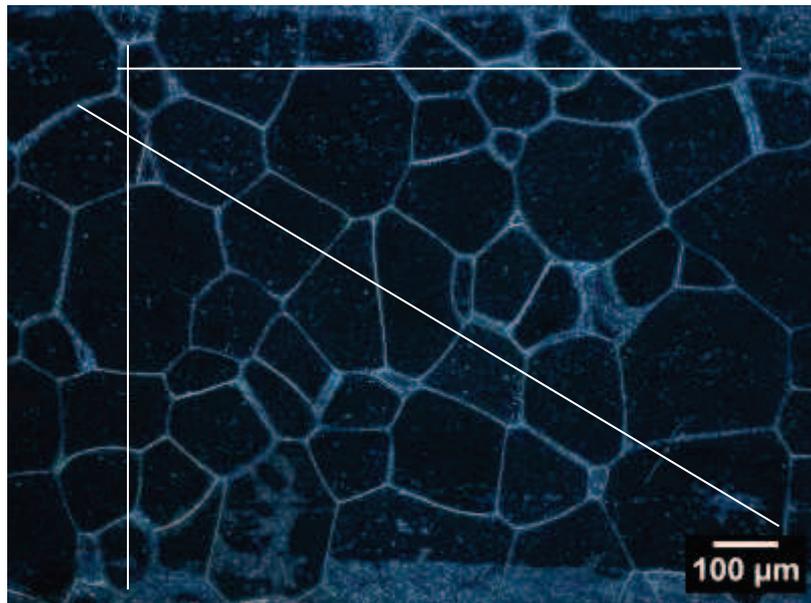
masse d'oxygène dissout, il suffit alors de multiplier le résultat de cette intégration numérique avec la densité de notre alliage, à savoir  $4,93 \text{ g/cm}^3$ .

#### II.3.4. Analyse d'images

Des analyses d'images ont été réalisées grâce au logiciel *ImageJ*, afin de déterminer la taille des grains des différentes microstructures étudiées, la fraction volumique de phase  $\alpha$  présente pour chacune de ces microstructures, ainsi que la largeur moyenne des lamelles  $\alpha$  et la distance inter-lamellaire.

##### II.3.4.1. Mesure de la taille de grains

Pour mesurer la taille des grains, la méthode des interceptes linéaires a été utilisée à partir d'images réalisées au microscope optique. Cette méthode consiste à compter le nombre d'intersections entre une ligne de longueur connue et les joints des grains  $\beta$ . Cette mesure est réalisée sur un nombre conséquent de grains, entre 200 et 300 grains pour chaque échantillon. Trois lignes horizontales, trois verticales et deux en diagonales sont tracées, les grains  $\beta$  étant équiaxes (cf. Figure II-9).



*Figure II-9 : Méthode des interceptes linéaires sur une image au MO d'un échantillon vieilli à  $450^\circ\text{C}$  pendant 500h à partir de l'état initial CBDP*

##### II.3.4.2. Détermination de la fraction volumique de phase $\alpha$

Pour le calcul de la fraction volumique de la phase  $\alpha$ , les images réalisées en MEB-FEG sont seuillées, pour sélectionner uniquement la phase  $\alpha$ , comme montré sur la Figure II-10. Le niveau de seuillage est très dépendant de l'opérateur. Ainsi l'intégralité

des valeurs reportées dans ce mémoire ont été mesurées directement par l'auteure. A noter également que le seuillage d'images sur des microstructures avec des précipités très fins et très enchevêtrés est complexe. La fraction volumique de phase  $\alpha$  supposée égale à sa fraction surfacique sur les images est calculée en mesurant le niveau moyen de l'image binaire constituée de pixels noirs (0) pour la phase  $\alpha$  et de pixels blancs (255) pour la phase  $\beta$ .

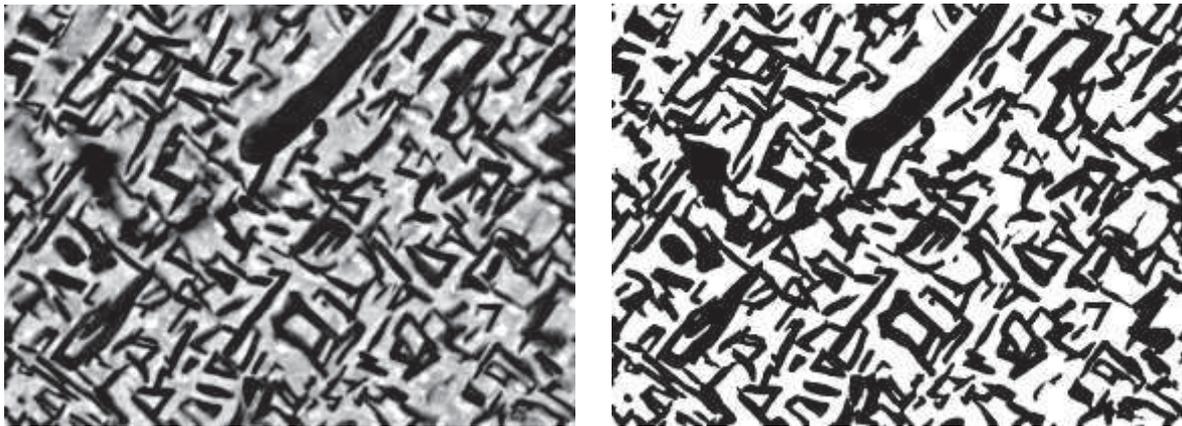


Figure 11-10 : Images MEB-FEG avant seuillage (à gauche) et après seuillage (à droite)

Un programme Matlab a été codé pour réaliser le calcul de la fraction volumique de phase  $\alpha$  sur une image panoramique. L'image seuillée est découpée en plusieurs bandes, la largeur de la bande et le pas sont fixés par l'utilisateur (cf. Figure 11-11). Le calcul de la fraction volumique de phase  $\alpha$  est réalisé sur chacune des bandes, et le résultat est reporté sur un graphe montrant l'évolution de la fraction volumique de phase  $\alpha$  en fonction de la profondeur.

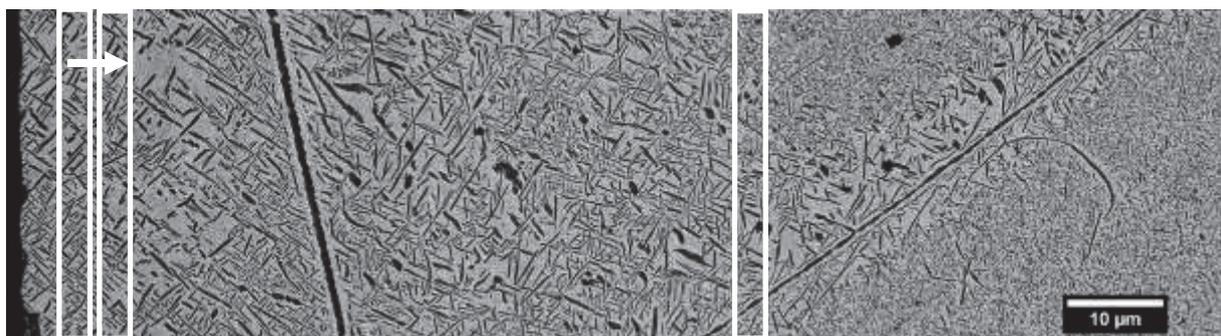
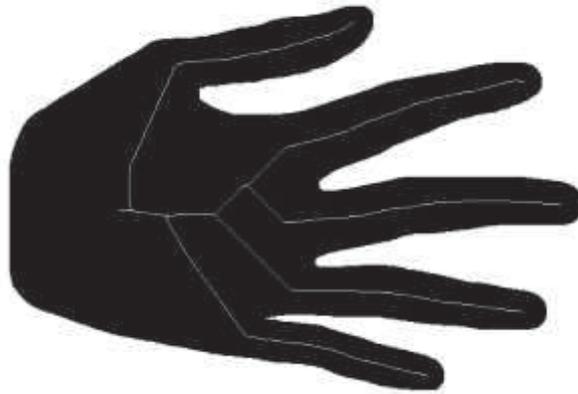


Figure 11-11 : Image panoramique seuillée et exemple de bandes isolées pour le calcul de la fraction volumique de phase  $\alpha$

L'évolution de la fraction volumique de phase  $\alpha$  à cœur et en proche surface a donc pu être caractérisée grâce aux analyses d'images. Ces mesures ont été réalisées sur tous les échantillons après traitements thermiques de vieillissement.

#### II.3.4.3. Mesure de la largeur moyenne des lamelles $\alpha$

Au vue de la microstructure particulière de cet alliage, les lamelles  $\alpha$  étant très enchevêtrées, il est difficile d'isoler chacune des lamelles pour mesurer leur longueur moyenne. Le choix a ainsi été fait de déterminer une largeur moyenne des lamelles  $\alpha$ . Pour ce faire, une procédure de squelettisation des images a été mise en place. La squelettisation d'une image est une étape qui consiste à extraire le squelette d'une image binaire. Le squelette est ainsi une représentation compacte de la forme, puisqu'il est la ligne centrée dans la forme (cf. Figure II-12).



*Figure II-12 : Squelette d'une forme de main [Arlicot, 2012]*

Il existe différentes méthodes de squelettisation, telles que la méthode par amincissement ou celle basée sur les cartes des distances. Dans le cadre de cette étude, la première méthode a été utilisée. La squelettisation d'une image par amincissement consiste à retirer au fur et à mesure les points du contour d'une forme. Les points du squelette se placent au fur et à mesure lorsque les points du contour se rejoignent ou lorsqu'il y a formation d'un coin.

Le protocole utilisé est le suivant, l'ensemble des étapes a été réalisé sur le logiciel *ImageJ*. A partir d'une image réalisée au MEB-FEG et seuillée, une étape d'érosion est réalisée. Vient ensuite l'étape de squelettisation, entièrement codée sur le logiciel *ImageJ* (cf. Figure II-13). Une analyse du squelette est ensuite lancée, pour isoler chaque branche du squelette pour en déterminer sa longueur.

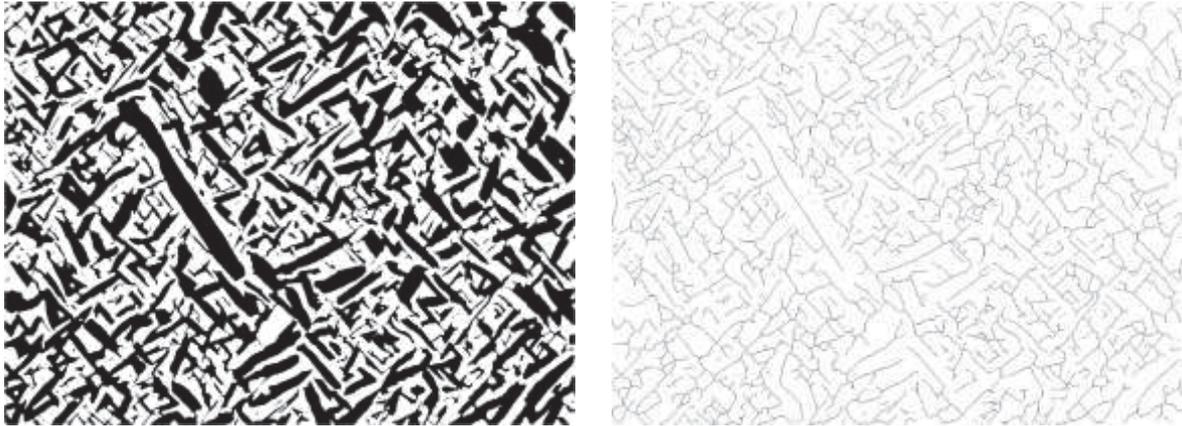


Figure 11-13 : Image seuillée et érodée (à gauche) puis squeletisée (à droite)

Trois données sont nécessaires pour extraire la largeur moyenne des lamelles  $\alpha$  de l'image. Dans un premier temps, les dimensions de l'image sont relevées, pour calculer la surface totale de l'image  $S_{tot}$ . La fraction volumique de la phase  $\alpha$   $fv_{\alpha}$  est ensuite mesurée sur l'image seuillée de départ, avant l'étape d'érosion. Enfin, la longueur totale du squelette  $L_{tot\alpha}$ , somme des longueurs de toutes les branches isolées, est nécessaire. La largeur moyenne est ainsi calculée grâce à l'Équation 11-1.

$$l_{moy} = \frac{fv_{\alpha} * S_{tot}}{L_{tot\alpha}} \quad \text{Équation 11-1}$$

Les calculs de largeurs moyennes de lamelles  $\alpha$  ont été réalisés sur l'échantillon à l'état CBDP non vieilli, ainsi que sur les échantillons après vieillissement à partir de l'état initial CBDP. Pour une grande majorité des couples Température - temps, trois images prises au MEB-FEG dans trois grains différents ont été analysées. L'évolution de la largeur moyenne des lamelles  $\alpha$  a ainsi été étudiée et mise en relation avec la température et la durée de vieillissement.

#### 11.3.4.4. Mesure de la distance inter-lamellaire $\alpha$

Pour compléter l'étude sur l'évolution de la largeur moyenne des lamelles  $\alpha$ , une étude sur l'évolution de la distance inter-lamelles  $\alpha$  a également été menée. Le logiciel *ImageJ* a été utilisé pour le traitement d'images, afin d'obtenir la distance inter-lamelles  $\alpha$  moyenne. A partir d'une image réalisée au MEB-FEG, un seuillage est réalisé pour isoler la phase  $\alpha$ . Les couleurs sont ensuite inversées pour faire apparaître en noir la phase  $\beta$  (cf. Figure 11-14). La fraction volumique de phase  $\beta$  est ensuite mesurée. S'ensuit une succession d'étapes d'érosion et de dilation, sachant qu'à chaque incrément de pas, une

érosion et une dilation sont rajoutées, et que la fraction volumique de phase  $\beta$  est mesurée à chaque étape.

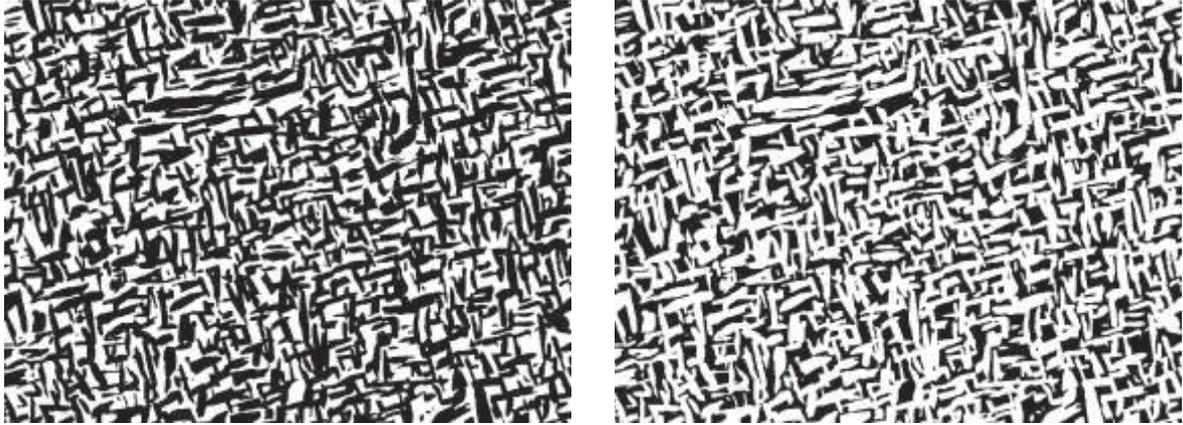


Figure II-14 : Image seuillée avec la phase  $\alpha$  en noire (à gauche) puis avec couleurs inversées avec la phase  $\beta$  en noire (à droite)

A chaque étape d'érosion, deux pixels sont supprimés sur le contour de la forme noire (la phase  $\beta$ ). Ainsi, en connaissant l'échelle de notre image, et la correspondance pixel/ $\mu\text{m}$ , l'évolution de la fraction volumique  $\beta$  est tracée en fonction de la distance inter-lamelles  $\alpha$  (cf. Figure II-15).

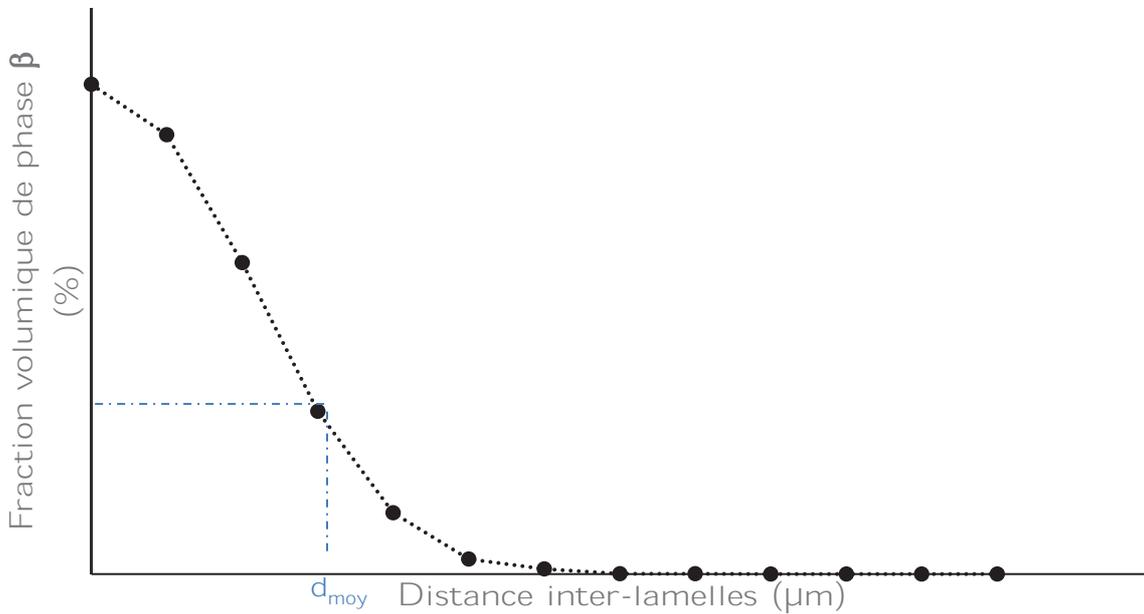


Figure II-15 : Evolution de la fraction volumique de phase  $\beta$  en fonction de la distance inter-lamelles  $\alpha$

Une distance moyenne entre lamelles  $\alpha$  est calculée grâce à l'Équation II-2, avec  $d_i$ , la distance inter-lamelle,  $f_{v_i}$  la fraction volumique correspondante.

$$d_{moy} = \frac{\sum_{i=0}^n (fv_{i-1} - fv_i) * d_i}{fv_0} \quad \text{Équation II-2}$$

Les calculs de distances inter-lamelles  $\alpha$  moyennes ont été réalisés sur les images de l'échantillon à l'état CBDP non vieilli, et après vieillissement. Pour une grande majorité des couples Température - temps, trois images prises au MEB-FEG dans trois grains différents ont été analysées. L'évolution de la distance moyenne inter-lamelles  $\alpha$  a ainsi été étudiée et mise en relation avec la température et la durée de vieillissement.

### II.3.5. Microdureté

Pour étudier l'évolution de la dureté en fonction de la température et de la durée de vieillissement, des pointés de microdureté ont été réalisés sur toute l'épaisseur de l'échantillon. Le microduromètre utilisé est un Omnimet 2100 équipé d'un éclairage KL1500CD. Doté d'un indent pyramidal Vickers, il permet d'utiliser des charges de 10 g à 1 kg afin de mesurer la dureté du matériau, à noter que seules les charges supérieures à 100 g sont calibrées. Les diagonales des empreintes de dureté sont ensuite mesurées à l'aide du logiciel Omnimet MHTSA. Dans le cadre de notre étude, une masse de 100 g a été utilisée, la longueur des diagonales de l'empreinte varie ainsi de 20  $\mu\text{m}$  à 25  $\mu\text{m}$ , en fonction de la dureté du matériau. Un second microduromètre a été utilisé, pour les échantillons vieillis lors des plus longues durées (5000h et 10000h). Ce microduromètre est un Tukon 1202, également doté d'un indent pyramidal Vickers ; la masse utilisée est de 100 g.

La même procédure de filiation pour les profils de microdureté en coupe a été suivie pour chaque échantillon (cf. Figure II-16 ). Une première mesure à 50  $\mu\text{m}$  de profondeur de la surface est réalisée, puis 9 autres tous les 100  $\mu\text{m}$  jusqu'à l'autre bord de l'échantillon. Cette série de mesure est menée 3 fois. Des mesures complémentaires à 20  $\mu\text{m}$ , 30  $\mu\text{m}$ , 40  $\mu\text{m}$  et 50  $\mu\text{m}$  de profondeur sont ensuite réalisées sur les deux bords de l'échantillon. Ainsi 38 mesures de dureté sont réalisées pour chaque échantillon.

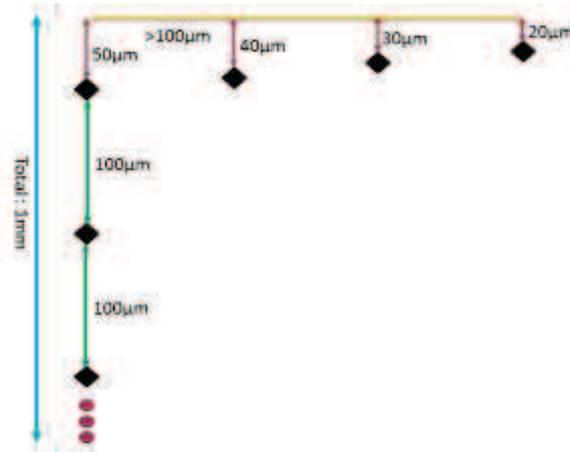


Figure II-16 : Schéma du protocole de mesure de microdureté

#### II.4. Caractérisation des propriétés mécaniques

Une caractérisation des propriétés mécaniques en traction et en fatigue a été réalisée sur les différents lots matière précédemment exposés (cf. partie II.1).

##### II.4.1. Géométrie des éprouvettes

Les éprouvettes utilisées pour réaliser les essais de traction et de fatigue sont des éprouvettes plates, usinées par découpe laser sur des tôles de Ti- $\beta$ 21S. Les plans d'usinage des éprouvettes se trouvent sur la Figure II-17. Les éprouvettes de traction possèdent une zone utile de 7 mm de largeur sur une longueur utile de 30 mm. Les éprouvettes de fatigue ont une largeur de 10 mm et une zone amincie de largeur 7 mm est présente afin de concentrer les contraintes sur cette zone, le coefficient de concentration de contrainte est ainsi égal à 1,2.

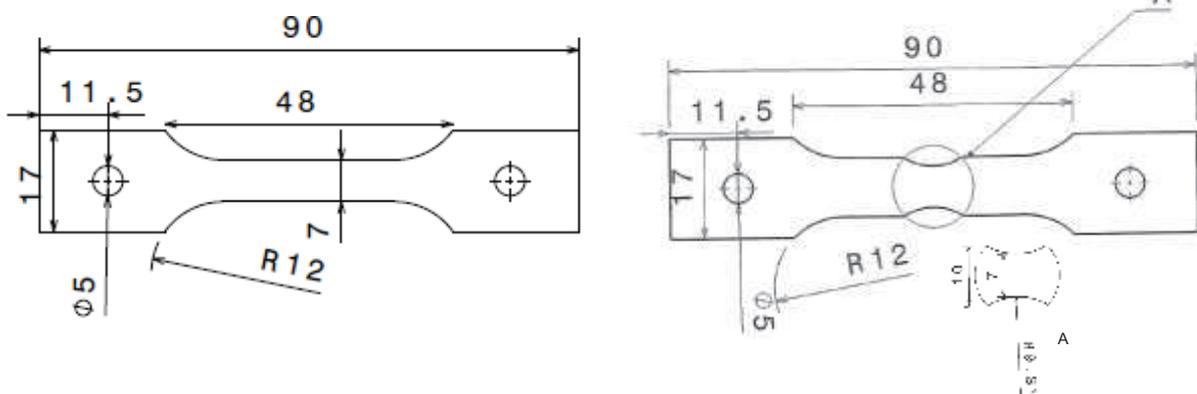


Figure II-17 : Schémas des plans d'usinage des éprouvettes de traction (à gauche) et de fatigue (à droite)

#### II.4.2. Essais réalisés

Au cours de cette étude, des essais de traction et de fatigue ont été réalisés. Les dispositifs mis en place ont permis de mener des essais jusqu'à 700°C. Dans cette partie, la machine d'essai est présentée ainsi que les équipements utilisés. Les protocoles expérimentaux et les méthodes de dépouillement des essais sont ensuite détaillés.

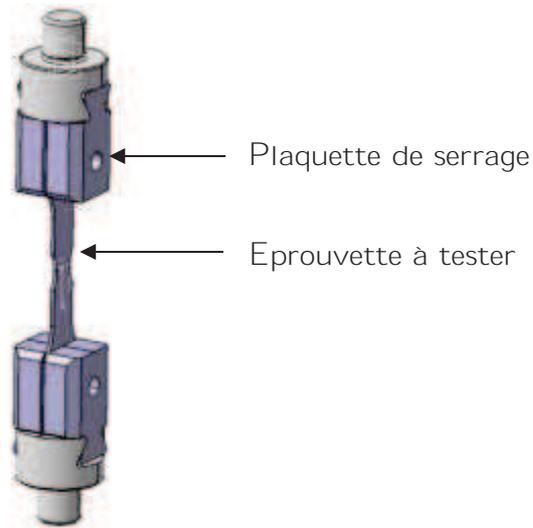
##### II.4.2.1. Machine d'essai

Les essais de traction et de fatigue ont été réalisés sur une machine servohydraulique MTS 810 de capacité 100 kN. Pour des essais à haute température, un four à lampe trois zones est utilisé, pouvant atteindre une température maximale de 1000°C, avec des vitesses de chauffe de 40°C/s jusqu'à 600°C.



*Figure II-18 : Photographie de la machine d'essai équipée d'un four à lampe*

Un système de fixation a été adapté sur la machine d'essai, compatible avec un four à lampes trois zones. Les têtes d'éprouvettes sont chacune placées entre deux plaquettes, serrées par des vis. Le montage est schématisé sur la Figure II-19.



*Figure II-19 : Schéma du montage des éprouvettes sur la machine d'essai*

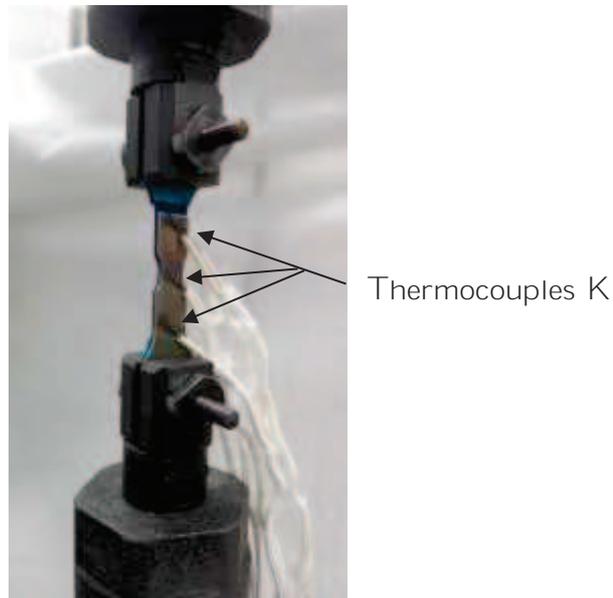
Lors des premiers essais de fatigue, des amorçages de rupture récurrentes apparaissaient au niveau des trous dans les têtes des éprouvettes. Ces ruptures étaient provoquées par le frottement entre les plaquettes de serrage et l'éprouvette. Des têtes d'éprouvettes polies au grade 2400 ont été rajoutées entre les plaquettes et l'éprouvette à tester.



*Figure II-20 : Montage des éprouvettes de fatigue*

Pour les essais à hautes températures, trois thermocouples K de pilotage sont soudés sur une éprouvette sacrificielle, celle-ci étant accolée à l'éprouvette à tester (cf. Figure II-21). Deux raisons justifient ce montage. La couche d'oxyde présente sur certaines éprouvettes traitées thermiquement ne permet pas de souder les thermocouples directement sur l'éprouvette à tester. De plus, souder directement les thermocouples sur l'éprouvette de

fatigue à tester peut engendrer des défauts en surface, devenant ainsi des zones d'amorçage de la rupture.



*Figure 11-21 : Eprouvette de fatigue et éprouvette sacrificielle avec les thermocouples K soudés par point*

#### 11.4.2.2. Essais de traction

##### 11.4.2.2.1. Protocole d'essais

Lors des essais de traction monotone, la déformation est pilotée par la vitesse de déplacement de la traverse  $1,3 \cdot 10^{-2} \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ , soit  $4,3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Pour les essais à haute température, une précharge à 500N est appliquée lors de la chauffe. Une fois la température d'essai atteinte, l'éprouvette est déchargée pour atteindre une force nulle, puis l'éprouvette est de nouveau mise en charge avec la vitesse de déplacement de la traverse imposée. Lors des essais de traction, la déformation est mesurée par le déplacement de la traverse, ce qui englobe la déformation de la ligne et le glissement éventuel de l'éprouvette dans le système de fixation. Pour les essais à température ambiante, un extensomètre est également utilisé pour mesurer la déformation de l'éprouvette.

Des essais de traction avec sauts de vitesse de déformation ont été réalisés lors de la déformation plastique afin d'étudier la sensibilité de l'alliage à la vitesse de déformation. L'essai débute à la même vitesse de déformation que pour les essais de traction monotone, à savoir  $\dot{\epsilon}_4 = 4,3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , cette vitesse référence est appliquée lors de la déformation élastique, ainsi que lors des premiers pourcentages de déformation plastique. La vitesse

de déformation est ensuite successivement augmentée et diminuée d'un facteur 10. Les vitesses de déformation sont alors de  $\dot{\epsilon}_3=4,3.10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $\dot{\epsilon}_5=4,3.10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . Pour chaque palier, une déformation plastique de 2 % est appliquée, avant chaque changement de vitesse de déformation.

Sur les lots de matières CDBP et traité TIMET, des essais de traction monotone et avec des sauts de vitesse de déformation ont été menés de 20°C à 700°C pour étudier l'effet de la température sur le comportement mécanique de l'alliage, ainsi que sa sensibilité à la vitesse de déformation.

Sur les lots de matières brut TIMET et CDBP, des essais de traction à 20°C ont été réalisés sur les éprouvettes avant et après vieillissement thermique, pour étudier l'effet du vieillissement sur le comportement mécanique de l'alliage. Pour le lot de matière à l'état CDBP, des essais à 550°C ont également été réalisés avant et après vieillissement.

A noter également que pour chaque condition thermique de vieillissement et chaque condition d'essai, les essais ont été doublés pour s'assurer de la bonne réalisation de l'essai.

#### II.4.2.2.2. Traitement des données des essais de traction monotone

A partir des données obtenues au cours d'un essai de traction monotone, les contraintes et déformation réelles sont calculées grâce aux Équation II-3 et Équation II-4, avec  $L_0$  la longueur initiale et  $S_0$  la section initiale de la partie utile de l'éprouvette.

$$\epsilon = \ln\left(1 + \frac{L - L_0}{L_0}\right) \quad \text{Équation II-3}$$

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \left(1 + \frac{L - L_0}{L_0}\right) \quad \text{Équation II-4}$$

La Figure II-22 représente une courbe de traction type, ainsi que les valeurs caractéristiques qui en sont extraites. La limite d'élasticité ( $\sigma_{0,2}$ ) est la contrainte d'écoulement pour 0,2 % de déformation plastique. La résistance maximale en traction ( $\sigma_M$ ) correspond à la contrainte maximale atteinte au cours de l'essai. Le module d'Young  $E$  est la pente du domaine d'élasticité. La valeur du module d'Young est fortement sous-estimée lorsque la déformation n'est pas mesurée par un extensomètre localisé sur la partie utile de l'éprouvette. C'est le cas des essais à une température supérieure à la température ambiante. Le module d'Young obtenu est alors une combinaison des modules d'Young de l'éprouvette mais aussi de l'ensemble de la ligne de la machine. Enfin,

l'allongement à rupture ( $\epsilon\%$ ) correspond à la déformation totale de l'éprouvette lors de la rupture. Pour les essais de traction à température ambiante, l'allongement à rupture est mesuré directement à l'aide de l'extensomètre. Pour les essais de traction aux autres températures, la déformation est mesurée par le seul déplacement de la traverse, englobant la déformation de la ligne, de l'éprouvette et aussi le glissement éventuel de l'éprouvette dans le système de fixation. L'allongement final de l'éprouvette a alors été mesuré par analyses d'images. Les éprouvettes ont été photographiées après essais, puis mesurées à l'aide du logiciel *ImageJ*.

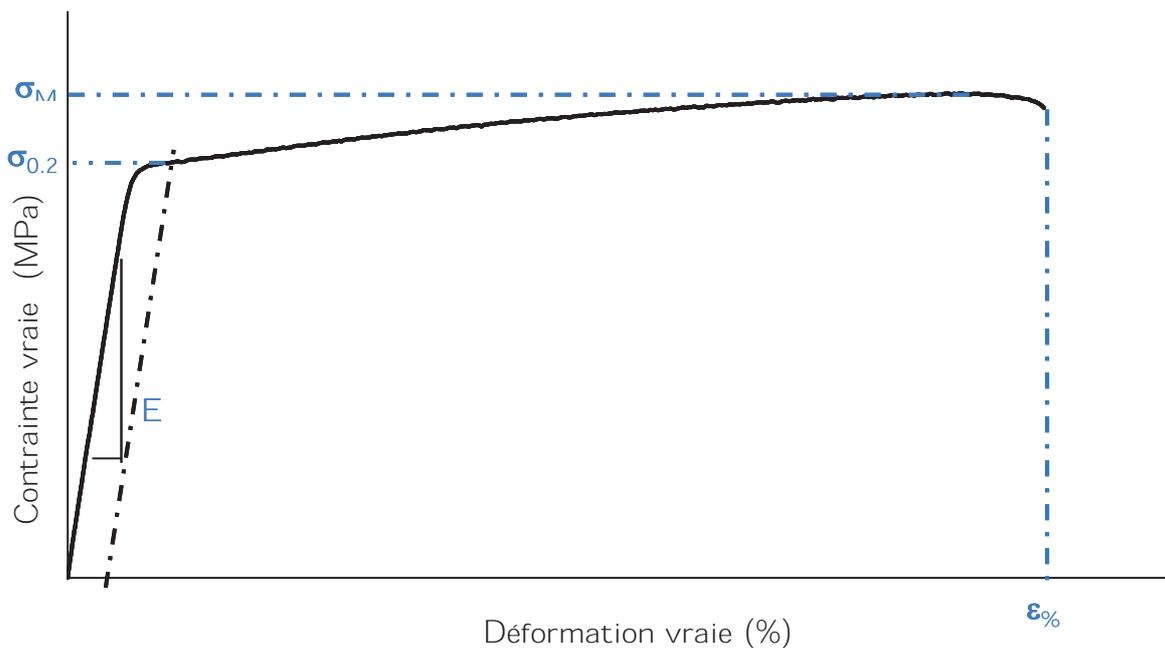


Figure 11-22 : Courbe de traction avec les caractéristiques mécaniques extraites

#### 11.4.2.2.3. Traitement des données des essais avec sauts de vitesse de déformation

Comme pour les essais de traction monotone, les courbes de traction avec sauts de vitesse de déformation sont tracées à l'aide des déformations et contraintes vraies calculées. Pour caractériser la sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation, le paramètre  $m$  est calculé grâce à l'Équation 11-5, où  $\sigma_1$  et  $\dot{\epsilon}_1$  représente respectivement la contrainte et la vitesse de déformation avant le saut de vitesse et  $\sigma_2$  et  $\dot{\epsilon}_2$  la contrainte et vitesse de déformation après le saut de vitesse.

$$m_{21} = \left( \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \right)_T = \frac{\ln \frac{\sigma_2}{\sigma_1}}{\ln \frac{\dot{\epsilon}_2}{\dot{\epsilon}_1}} \quad \text{Équation 11-5}$$

La Figure II-23 représente une courbe de traction avec sauts de vitesses de déformation ainsi que les positions des différents paramètres  $m$ .

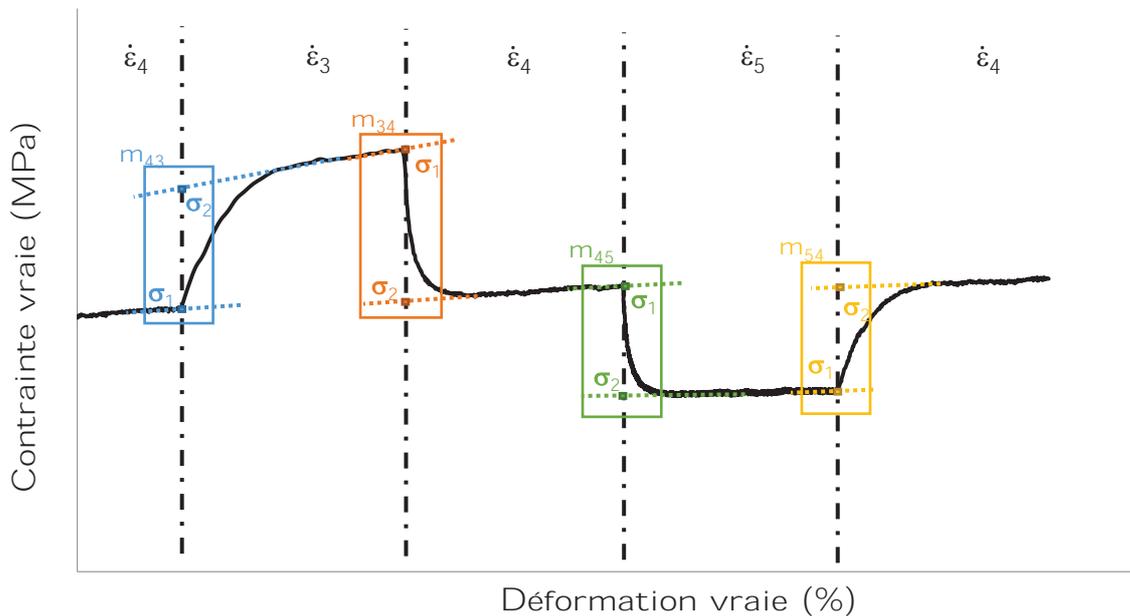


Figure II-23 : Courbe de traction avec sauts de vitesse de déformation et position des différents paramètres  $m$

#### II.4.2.3. Essais de fatigue

##### II.4.2.3.1. Protocole d'essais

Les essais de fatigue uniaxiale ont été réalisés à force imposée, à une fréquence de 50 Hz, pour un rapport de contraintes  $R \geq 0,1$ , en utilisant un signal de type sinusoïdal. La majorité des essais de fatigue a été réalisée avec un rapport de contraintes de 0,1. Pour les essais à 550°C à faible contrainte, ce rapport a été augmenté jusqu'à 0,21 pour assurer la mise en tension de l'éprouvette, la force minimale appliquée a été maintenue à 300 N. Pour les essais à une température supérieure à la température ambiante, une précharge à 500 N est appliquée lors de la chauffe. Une fois la température d'essai atteinte, le chargement cyclique commence. La contrainte de non-rupture  $\sigma_{NR}$  du matériau, pour chaque état métallurgique étudié, a été déterminée pour un nombre de cycles à rupture supérieur à  $10^7$  cycles.

La valeur de la force appliquée  $F_{appliquée}$  est déterminée grâce à l'Équation II-6, où  $\sigma_{max}$  est la contrainte maximale souhaitée, et  $S_0$  la section minimale au centre du chanfrein.

$$F_{appliquée} = \sigma_{max} * S_0 \quad \text{Équation II-6}$$

Des essais de fatigue à 20°C et 550°C ont été réalisés sur des éprouvettes du lot de matière CDBP, avant et après traitements thermiques de vieillissement, pour étudier l'effet du vieillissement thermique sur la tenue en fatigue de l'alliage. A température ambiante, toutes les conditions Température - temps ont été étudiées. A 550°C, seules les éprouvettes vieilles à 450°C, 550°C, 600°C et 700°C pendant 500h, 2500h, 5000h et 10000h ont été testées en fatigue.

#### 11.4.2.3.2. Traitement des données des essais de fatigue

Ce type d'essai fournit une information sur le nombre de cycles à rupture  $N_f$  pour une contrainte maximale, déterminée par la rupture de l'éprouvette. Les courbes d'endurance, aussi appelée courbes de Wöhler, représentent la contrainte maximale en fonction d'un nombre de cycles à rupture. Ainsi pour chaque état métallurgique étudié, une courbe identique à celle représentée en Figure 11-24 est obtenue. Du fait du nombre limité d'éprouvettes par condition de vieillissement, 3 à 4 essais de fatigue ont été réalisés pour tracer la courbe de Wöhler correspondante.

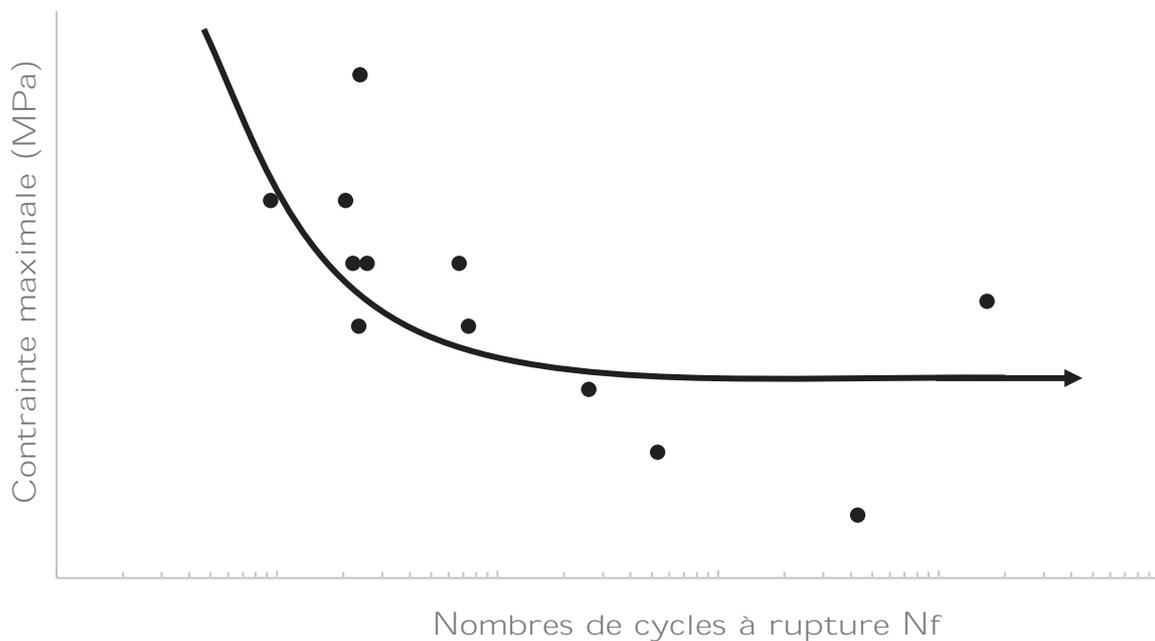


Figure 11-24 : Courbe de Wöhler type obtenue





---

## Chapitre III. Evolutions microstructurales

---

<i>III.1. Microstructure avant vieillissement</i> .....	79
<i>III.2. Microstructure à cœur après vieillissement</i> .....	79
III.2.1. Effet de la température de vieillissement .....	80
III.2.2. Effet de la durée de vieillissement .....	82
III.2.3. Quantification des paramètres microstructuraux .....	84
III.2.3.1. Fraction volumique de phase $\alpha$ .....	85
III.2.3.2. Largeur moyenne des lamelles $\alpha$ .....	87
III.2.3.3. Distance inter-lamelles $\alpha$ .....	89
<i>III.3. Microstructure en surface après vieillissement</i> .....	93
III.3.1. Observations métallographiques .....	93
III.3.2. Fraction volumique de la phase $\alpha$ .....	97



Une étude microstructurale de l'alliage Ti- $\beta$ 21S a été réalisée avant et après les traitements thermiques de vieillissement, pour étudier leur impact sur les paramètres caractéristiques de la microstructure. L'étude de la microstructure a été menée sur les lots de matière mis en solution et CBDP, seule l'étude de l'évolution microstructurale après vieillissement sur le lot CBDP est présentée dans cette partie, l'étude sur le lot mis en solution est présentée dans l'Annexe I.

### III.1. Microstructure avant vieillissement

La Figure III-1 présente la microstructure avant vieillissement du Ti- $\beta$ 21S, du lot matière CBDP. La microstructure initiale se caractérise par des grains  $\beta$  équiaxes de taille moyenne 115  $\mu\text{m}$ . La phase  $\alpha$  précipite le long des joints de grains, nommée  $\alpha_{\text{GB}}$ , formant un liseré quasi-continu. A partir de cette précipitation, des colonies de plaquettes de phase  $\alpha$ ,  $\alpha_{\text{WGB}}$ , se développent et croissent vers les centres des grains  $\beta$ . Enfin, au cœur des grains, la phase  $\alpha$  précipite sous forme de lamelles plus fines,  $\alpha_{\text{WI}}$ . La taille des lamelles  $\alpha$  est hétérogène puisque les lamelles  $\alpha_{\text{WI}}$  sont plus fines que les lamelles  $\alpha_{\text{WGB}}$ . Au cœur des grains, la fraction volumique de phase  $\alpha$  s'élève à 33 %, la largeur moyenne des lamelles est de 0,11  $\mu\text{m}$ , pour une distance inter-lamelles  $\alpha$  de 0,20  $\mu\text{m}$ .

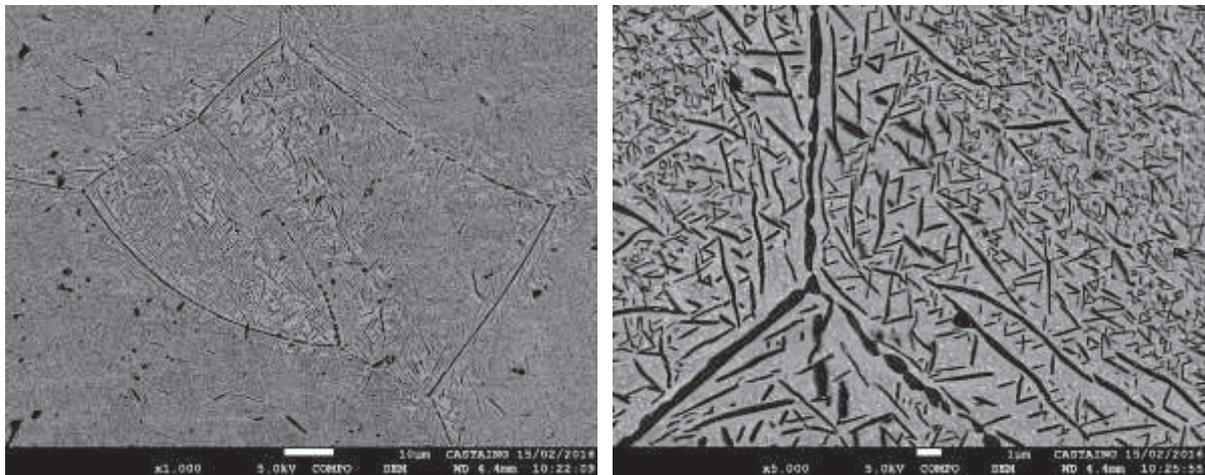


Figure III-1 : Microstructures à cœur de l'échantillon avant vieillissement

### III.2. Microstructure à cœur après vieillissement

Dans un premier temps, l'évolution de la microstructure à cœur de tôle est étudiée pour l'ensemble des vieillissements. Tout d'abord, nous étudierons l'effet de la température puis de la durée de vieillissement. L'ensemble des microstructures après vieillissement est représenté dans l'Annexe II, nous ne reprenons ici que quelques exemples de vieillissement les plus représentatifs.

### III.2.1. Effet de la température de vieillissement

La Figure III-2 présente les microstructures après vieillissements à 450°C (a), 550°C (b), 600°C (c) et 700°C (d) pendant 500h. Sur toutes ces microstructures, les morphologies présentes à l'état initial sont retrouvées, à savoir la précipitation aux joints des grains  $\beta$   $\alpha_{GB}$ , ainsi que les précipitations intragranulaires  $\alpha_{WGB}$  depuis les joints de grains et  $\alpha_{WI}$  à l'intérieur des grains. Une hétérogénéité de taille de lamelles  $\alpha$  est remarquée, mais elle est différente selon la température de vieillissement. En effet, pour les températures 450°C et 550°C, les lamelles  $\alpha_{WGB}$ , de part et d'autre des joints des grains  $\beta$ , sont plus grossières que les lamelles  $\alpha_{WI}$  au cœur des grains  $\beta$ . A 600°C, cette différence de taille entre les deux types de lamelles est toujours notable, mais moins marquée. A 700°C, certaines lamelles à l'intérieur des grains  $\alpha_{WI}$  grossissent fortement pour atteindre la même largeur que les lamelles près des joints de grains  $\alpha_{WGB}$ . D'autres lamelles  $\alpha_{WI}$  grossissent beaucoup moins. Ainsi, on retrouve une hétérogénéité au sein de la distribution de taille  $\alpha_{WI}$  à l'intérieur des grains à 700°C, alors que pour les plus faibles températures, on note plutôt une hétérogénéité entre la précipitation à l'intérieur des grains et aux joints de grains. La dernière observation porte sur la largeur des lamelles  $\alpha_{GB}$  tapissant les joints des grains  $\beta$  qui augmente au fur et à mesure de l'élévation de la température de vieillissement.

Un complément de précipitation  $\alpha$  est observé pour les deux plus basses températures 450°C et 500°C. (cf. Figure III-3 (a) et (b)). Des lamelles  $\alpha$  très fines se forment entre les précipités  $\alpha$  présents avant vieillissement. Cette précipitation  $\alpha$  fine secondaire n'est plus observée pour les vieillissements aux températures supérieures à 500°C.

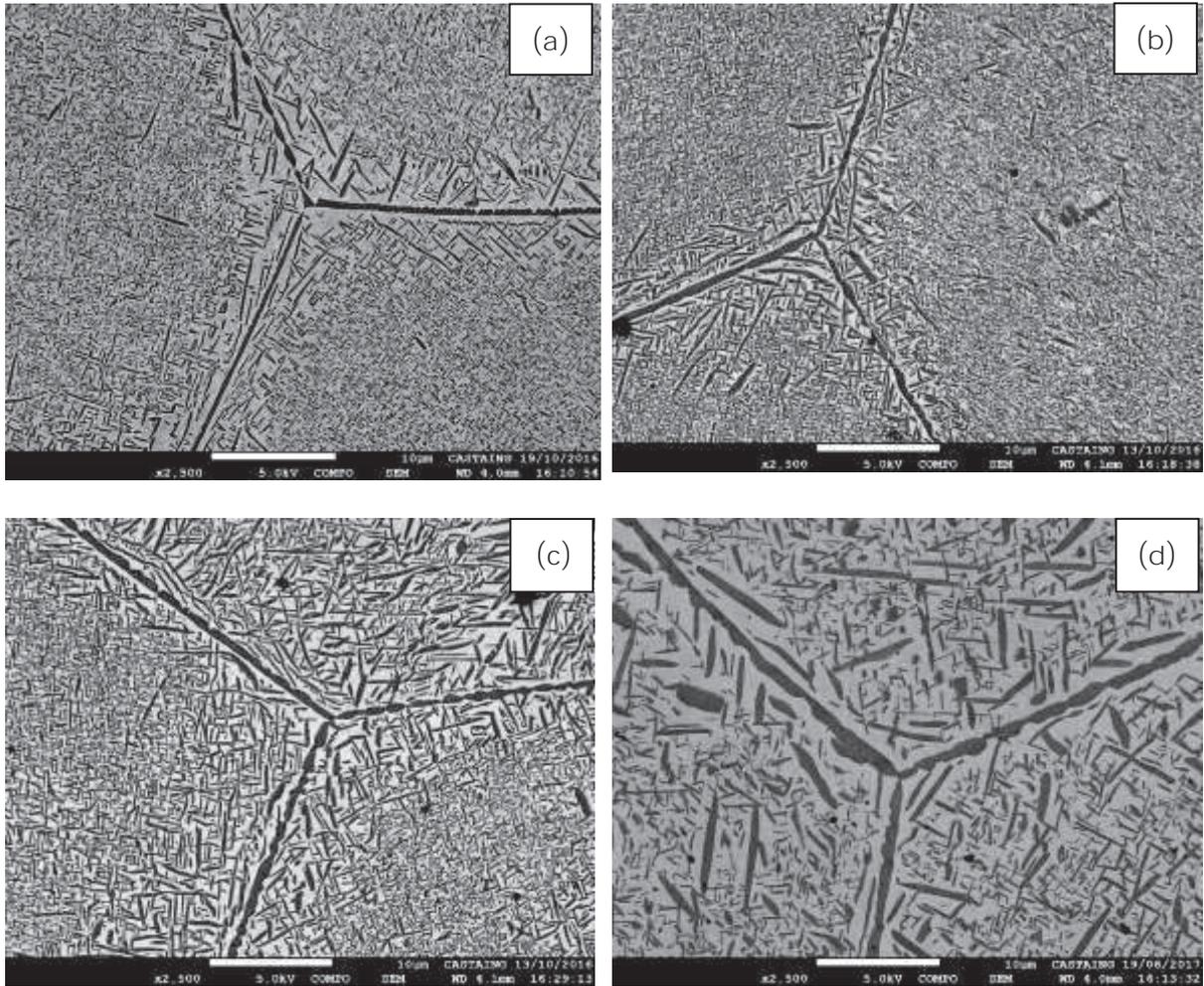


Figure III-2 : Microstructures après vieillissement pendant 500h à 450°C (a), 550°C (b), 600°C (c) et 700°C (d)

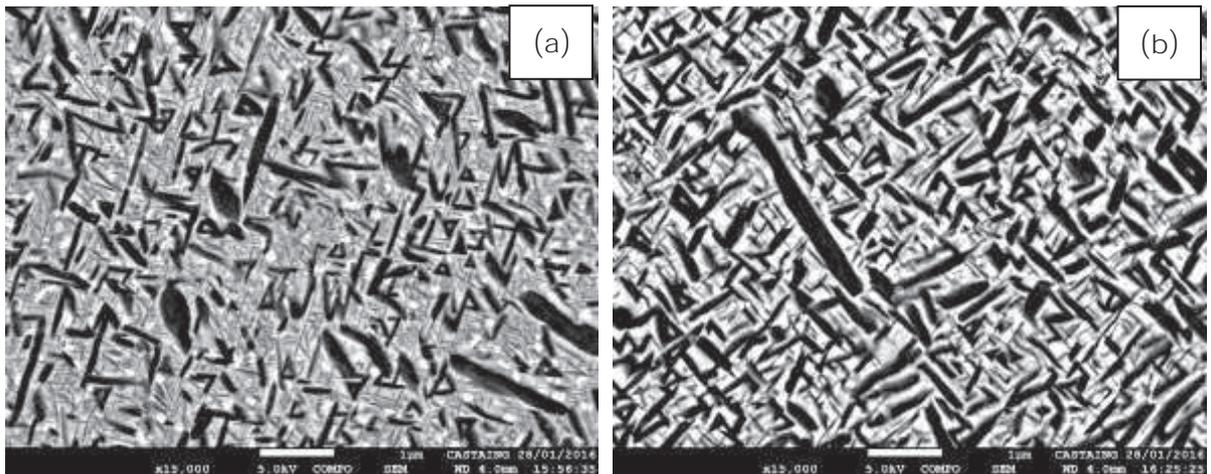


Figure III-3 : Microstructures après vieillissement pendant 500h à 450°C (a) et 500°C (b)

Des vieillissements thermiques complémentaires à 450°C pendant de plus courtes durées (24h à 120h) ont été menés pour déterminer à partir de quand la phase  $\alpha$  secondaire fine précipite. La Figure III-4 présente la microstructure obtenue au bout de 24h de traitement thermique à 450°C. Les lamelles  $\alpha$  fines secondaires sont ainsi déjà observables entre les précipités  $\alpha$  primaires. La précipitation de cette population secondaire de lamelles  $\alpha$  commence donc à des durées inférieures à 24h.

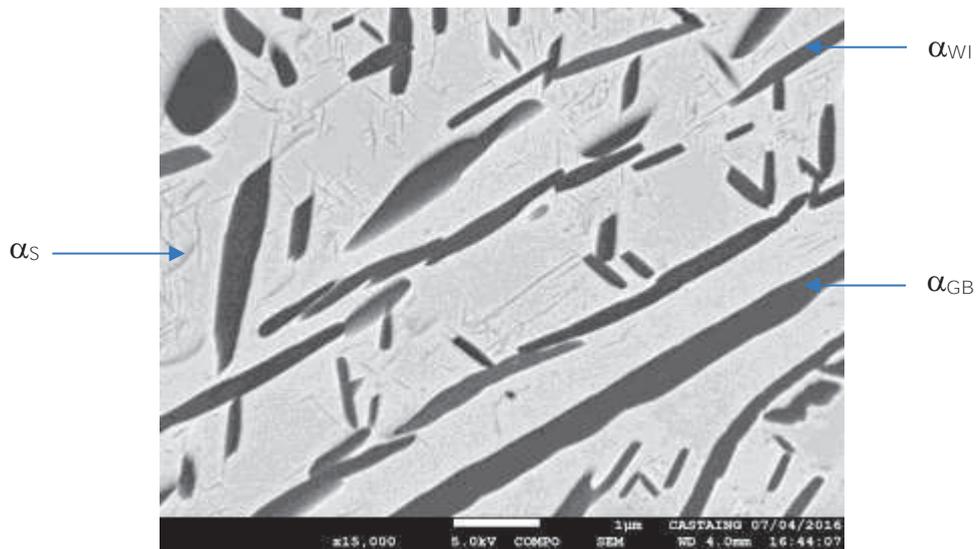


Figure III-4 : Microstructure après vieillissement à 450°C pendant 24h

### III.2.2. Effet de la durée de vieillissement

Pour illustrer l'effet de la durée de vieillissement, deux températures représentatives ont été choisies 450°C et 600°C. Les microstructures des échantillons vieillis à ces deux températures pendant 500h, 5000h et 10000h sont présentées sur la Figure III-5.

Intéressons-nous dans un premier temps à la plus basse température de vieillissement 450°C. Les microstructures des échantillons vieillis pendant 500h, 5000h et 10000h sont présentés sur la Figure III-5, respectivement (a), (b) et (c). Pour les trois durées de vieillissement, aucune évolution de la microstructure ne semble visible. Les lamelles  $\alpha_{GB}$ ,  $\alpha_{WGB}$  et  $\alpha_{WI}$  ne semblent pas grossir ni coalescer. La taille de ces lamelles  $\alpha$  primaires reste très hétérogène, les précipités  $\alpha_{WGB}$  sont ainsi plus grossiers que les lamelles  $\alpha_{WI}$  au cœur des grains, pour chaque durée de vieillissement. La précipitation  $\alpha$  fine secondaire est observable quelle que soit la durée du traitement thermique. Aucun effet de la durée n'est à noter pour les deux températures de vieillissement supérieures 500°C et 550°C, la population de lamelles  $\alpha$  secondaire est retrouvée à 500°C quelle que soit la durée, mais n'est plus présente à 550°C.

La Figure III-5 présente les microstructures des échantillons vieillis à 600°C pendant 500h (d), 5000h (e) et 10000h (f). A cette température de vieillissement, l'effet de la durée de vieillissement s'observe très clairement. Alors qu'après 500h de traitement thermique, les deux types de précipités,  $\alpha_{WGB}$  et  $\alpha_{WI}$  se distinguaient par leur taille et épaisseur, ils se différencient de moins en moins, voire plus du tout pour la plus longue durée de traitement 10000h. Cependant, il semble que certains précipités grossissent et coalescent au détriment d'autres lamelles plus fines, et ce dans tout le grain  $\beta$  sans distinction entre la zone proche des joints des grains  $\beta$  et le cœur du grain. Ainsi, des précipités  $\alpha$  grossiers côtoient des plus fins dans tout le grain. De plus, une zone sans précipité est observée autour des plus larges lamelles  $\alpha$ , attestant d'un enrichissement de la matrice en éléments  $\beta$ -gènes. La dernière remarque concerne l'épaississement des joints des grains  $\beta$ , attestant d'un grossissement des lamelles  $\alpha_{GB}$  quand la durée de vieillissement thermique augmente. Des zones sans lamelles  $\alpha$  sont également observables autour des  $\alpha_{GB}$ . Cet effet de la durée de vieillissement se retrouve pour les températures de vieillissement supérieures, à savoir 650°C et 700°C, avec les mêmes conséquences sur la croissance et la coalescence favorisées pour certaines lamelles  $\alpha$ , ainsi que l'épaississement des  $\alpha_{GB}$ . L'effet de la durée de vieillissement est exacerbé quand la température de vieillissement augmente.

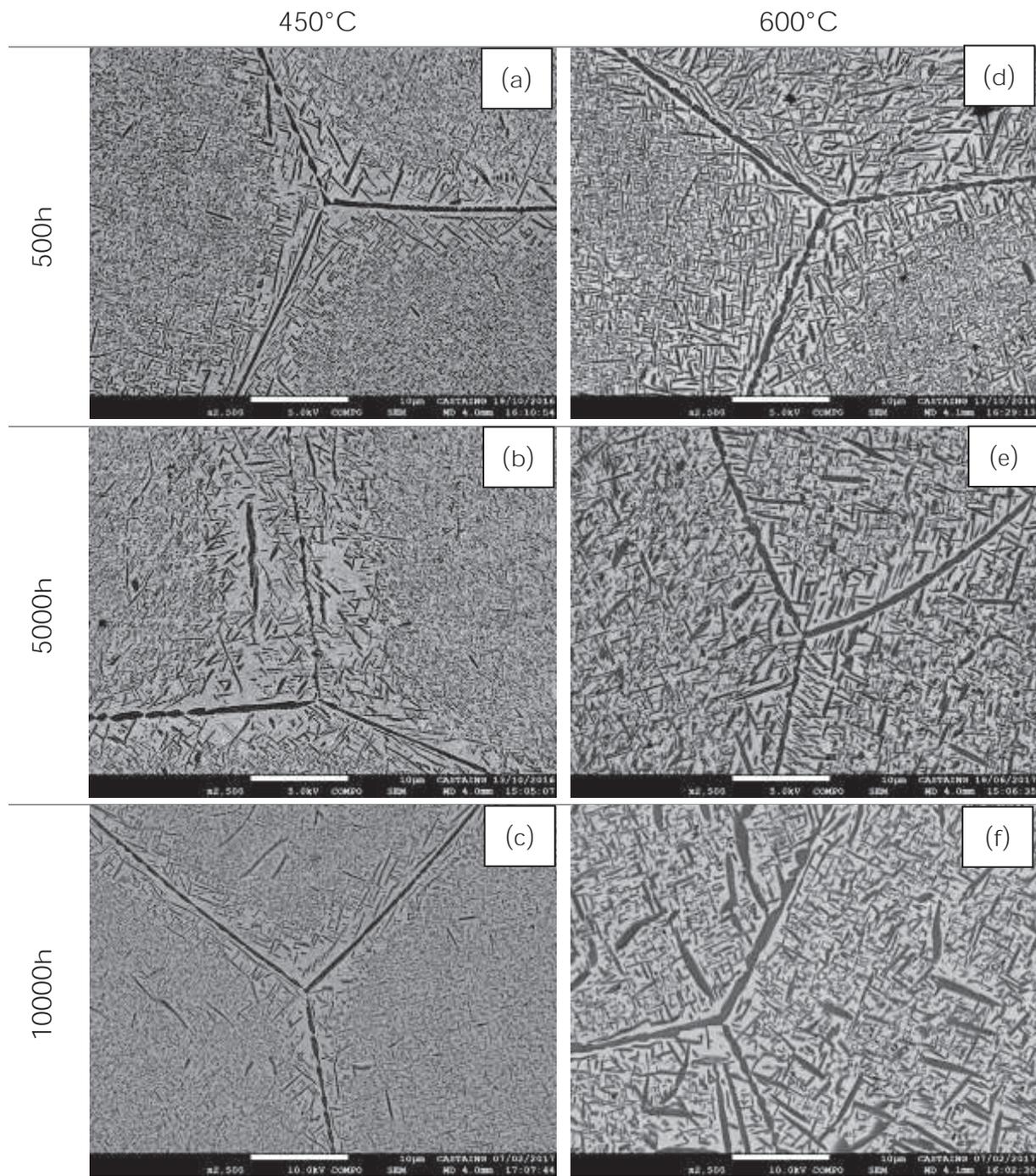


Figure III-5 : Microstructures après vieillissements à 450°C (colonne de gauche) et 600°C (colonne de droite) pendant 500h (a) et (d), 5000h (b) et (e) et 10000h (c) et (f)

### III.2.3. Quantification des paramètres microstructuraux

Différents paramètres ont été étudiés pour quantifier l'évolution de la microstructure de l'alliage Ti- $\beta$ 21S après vieillissement. Ainsi, la fraction volumique de la phase  $\alpha$ , la largeur moyenne des lamelles  $\alpha$ , et la distance inter-lamelles  $\alpha$  ont été quantifiées pour chaque couple Température - temps de vieillissement.

III.2.3.1. Fraction volumique de phase  $\alpha$ 

Intéressons-nous dans un premier temps à l'évolution de la fraction volumique de phase  $\alpha$  avec la température et la durée de vieillissement, comme présentée sur la Figure III-6. La procédure de mesure de la fraction volumique de phase  $\alpha$  est présentée dans la partie II.3.4.2. Pour les deux plus basses températures, les deux populations de lamelles  $\alpha$  primaire et  $\alpha$  secondaire fine ont été prises en compte dans la mesure de la fraction volumique de la phase  $\alpha$ . Rappelons qu'avant vieillissement, la fraction volumique de la phase  $\alpha$  s'élève à 33 %. La fraction volumique de phase  $\alpha$  après vieillissement est toujours supérieure à celle du matériau non vieilli. Bien que supérieure au niveau du non vieilli pour les plus basses températures, la fraction volumique de phase  $\alpha$  diminue progressivement quand la température de vieillissement augmente. En effet, pour le matériau vieilli à 450°C pendant 500h, la fraction volumique de phase  $\alpha$  s'élève à 61 %, et après le vieillissement à 700°C pendant 500h, elle est de 36 %. Rappelons que la température de transus de l'alliage de Ti- $\beta$ 21S est de 805°C, et qu'au-delà de cette température, seule la phase  $\beta$  est présente dans l'alliage. Cela explique la diminution de la fraction volumique de la phase  $\alpha$  lorsque la température de vieillissement se rapproche de la température de transus  $\beta$ .

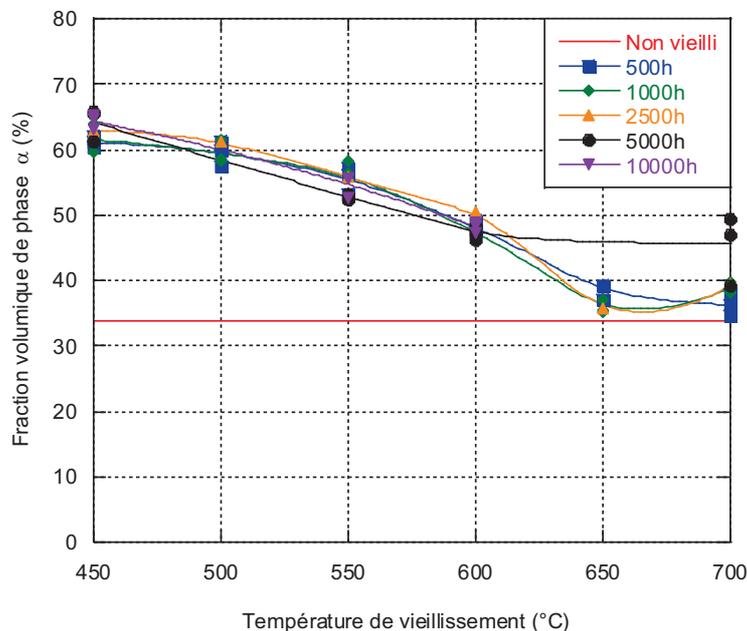


Figure III-6 : Evolution de la fraction volumique de phase  $\alpha$  en fonction de la température de vieillissement pour toutes les durées de vieillissement

La durée de vieillissement n'a pas la même influence pour toutes les températures de vieillissement. La Figure III-7 présente l'évolution de la fraction volumique de la phase  $\alpha$

pour trois températures 450°C, 600°C et 700°C en fonction de la durée de vieillissement. Comme vu précédemment, la fraction volumique de phase  $\alpha$  augmente dès 500h de vieillissement pour les trois températures. Pour la température 450°C, les deux populations de lamelles  $\alpha$  primaire et secondaire ont été prises en compte. La fraction volumique de phase  $\alpha$  augmente légèrement avec l'augmentation de la durée. Cette tendance se retrouve pour la température 500°C. A 600°C, l'effet de la durée est tout autre. En effet, la fraction volumique de phase  $\alpha$  diminue légèrement avec l'augmentation de la durée. Cette évolution est identique à celles obtenues pour les températures de vieillissement 550°C et 650°C. A 700°C, la fraction volumique de phase  $\alpha$  augmente très fortement avec la durée de vieillissement. Remarquons également qu'à 700°C pour 5000h de vieillissement, une forte dispersion des valeurs atteste d'une forte hétérogénéité de la microstructure.

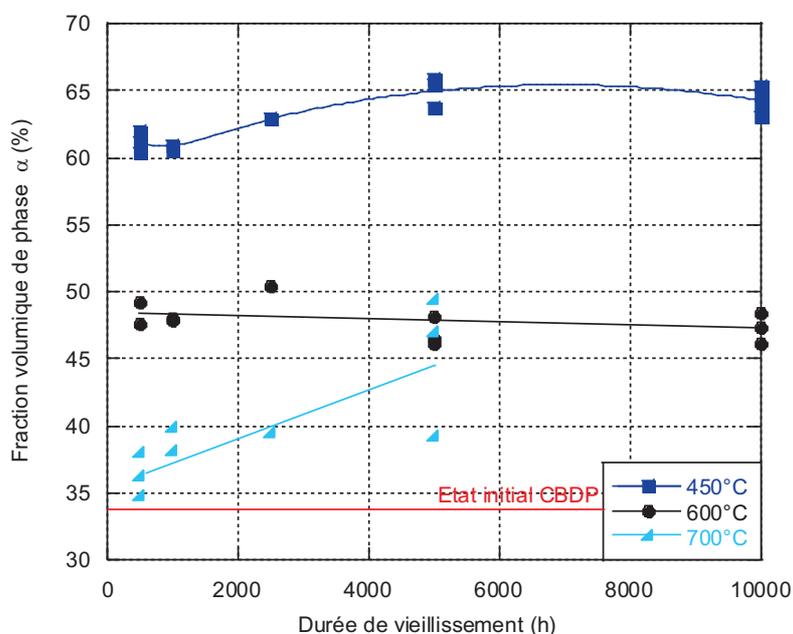


Figure III-7 : Evolution de la fraction volumique de phase  $\alpha$  en fonction de la durée de vieillissement pour les températures 450°C, 600°C et 700°C

Au paragraphe III.2.1, nous avons mentionné l'existence d'une population complémentaire de phase  $\alpha$  avec des lamelles plus fines que celles initialement présentes avant vieillissement. La fraction volumique de cette seconde population de lamelles  $\alpha$  a été quantifiée et les résultats sont présentés sur la Figure III-8. La fraction volumique de la phase  $\alpha$  fine s'élève ainsi à 16 % après vieillissement à 450°C, et diminue à 11 % à 500°C. Cette population secondaire n'est plus présente à cœur pour des températures supérieures à 500°C. A noter qu'un effet de la durée de vieillissement est visible pour la

température de vieillissement 500°C, puisque la fraction volumique diminue de près de 4 % entre 500h et 2500h de vieillissement.

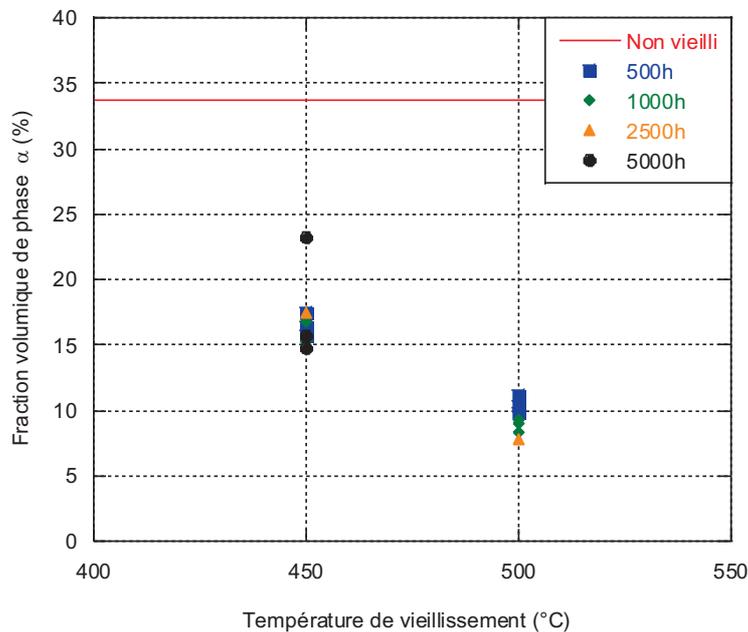


Figure III-8 : Evolution de la fraction volumique de phase  $\alpha$  secondaire fine en fonction de la température de vieillissement 450°C et 500°C pour toutes les durées de vieillissement

### III.2.3.2. Largeur moyenne des lamelles $\alpha$

L'évolution de la largeur des lamelles  $\alpha$  a été étudiée en fonction de la température et de la durée du traitement thermique. La largeur moyenne des lamelles  $\alpha$  est mesurée grâce à la procédure présentée dans la partie II.3.4.3. La Figure III-9 présente cette évolution de largeur des lamelles  $\alpha$  en fonction de la température de traitement thermique, pour toutes les durées de vieillissement. Pour les basses températures (450°C et 500°C), les deux populations de lamelles  $\alpha$  primaire et secondaire ont été prises en compte. Constante et égale à celle du matériau non vieilli pour les deux plus basses températures de vieillissement 450°C et 500°C, la largeur moyenne de lamelles  $\alpha$  augmente progressivement avec l'augmentation de la température de vieillissement. Ainsi pour les vieillissements de 500h, la largeur moyenne évolue de 0,11  $\mu\text{m}$  pour l'échantillon vieilli à 450°C à 0,21  $\mu\text{m}$  pour celui vieilli à 700°C. Cette augmentation de la largeur moyenne des lamelles  $\alpha$  est due à deux phénomènes : la croissance et la coalescence des lamelles  $\alpha$ . Ces deux phénomènes ont déjà été observés grâce aux observations métallographiques.

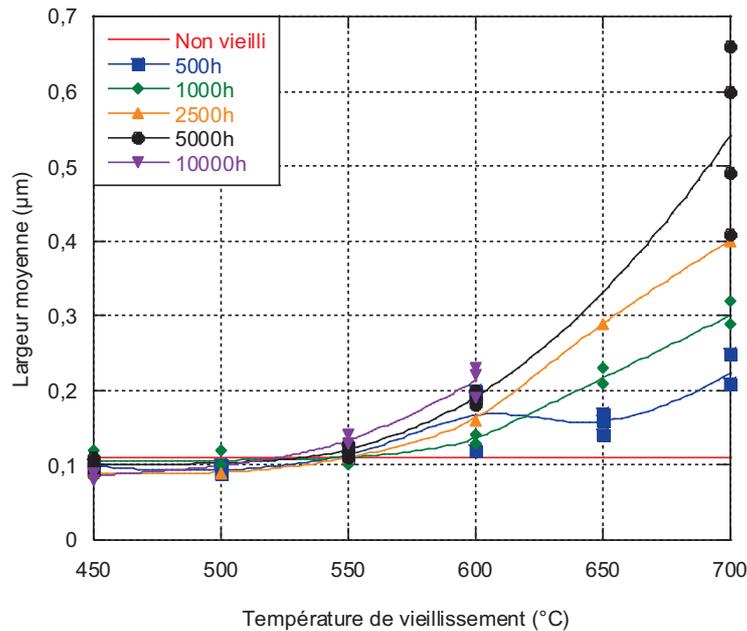


Figure III-9 : Evolution de la largeur moyenne des lamelles  $\alpha$  en fonction de la température de vieillissement pour chacune des durées de vieillissement

L'effet de la durée de vieillissement est différent en fonction de la température de vieillissement. La Figure III-10 présente l'évolution de la largeur moyenne de lamelles  $\alpha$  en fonction de la durée de vieillissement pour les trois températures 450 $^{\circ}\text{C}$ , 600 $^{\circ}\text{C}$  et 700 $^{\circ}\text{C}$ . A 450 $^{\circ}\text{C}$ , la largeur moyenne de lamelles  $\alpha$  est relativement constante jusqu'à 10000h de traitement thermique. La même évolution se retrouve pour les échantillons vieillis à 500 $^{\circ}\text{C}$ . Quand les échantillons sont vieillis à 600 $^{\circ}\text{C}$ , la largeur moyenne des lamelles  $\alpha$  augmente au fur et à mesure de l'augmentation de la durée d'exposition, atteignant 0,20  $\mu\text{m}$  au bout de 10000h de vieillissement. Remarquons également la dispersion des résultats obtenus à cette température pour 500h, caractéristique d'une forte hétérogénéité de la largeur des lamelles  $\alpha$  au cœur des grains  $\beta$ . Cette dispersion n'est pas observée pour les autres durées, attestant d'une homogénéisation de la taille des précipités  $\alpha$ . Cette évolution est commune aux températures de vieillissement 550 $^{\circ}\text{C}$ , 650 $^{\circ}\text{C}$  et 700 $^{\circ}\text{C}$ . Pour toutes ces températures de vieillissement, la largeur de lamelles  $\alpha$  augmente quand la durée d'exposition augmente. De plus, l'effet de la durée s'amplifie avec l'augmentation de la température. Sur la Figure III-10, la courbe représentant l'évolution de la largeur moyenne des lamelles  $\alpha$  à 700 $^{\circ}\text{C}$  et montre bien la forte augmentation de celle-ci avec l'augmentation du temps d'exposition. Notons également la forte dispersion des valeurs après vieillissement pendant 5000h, signe de la forte hétérogénéité de taille des précipités  $\alpha$ , déjà observée dans la partie précédente lors des observations métallographiques. Cette augmentation de la largeur des lamelles  $\alpha$  atteste

d'un phénomène de coalescence des précipités  $\alpha$ . La forte dispersion des valeurs après vieillissement à 700°C pendant 5000h met en exergue le fait que certains précipités grossissent plus que d'autres, certains coalesçant au détriment des plus petits.

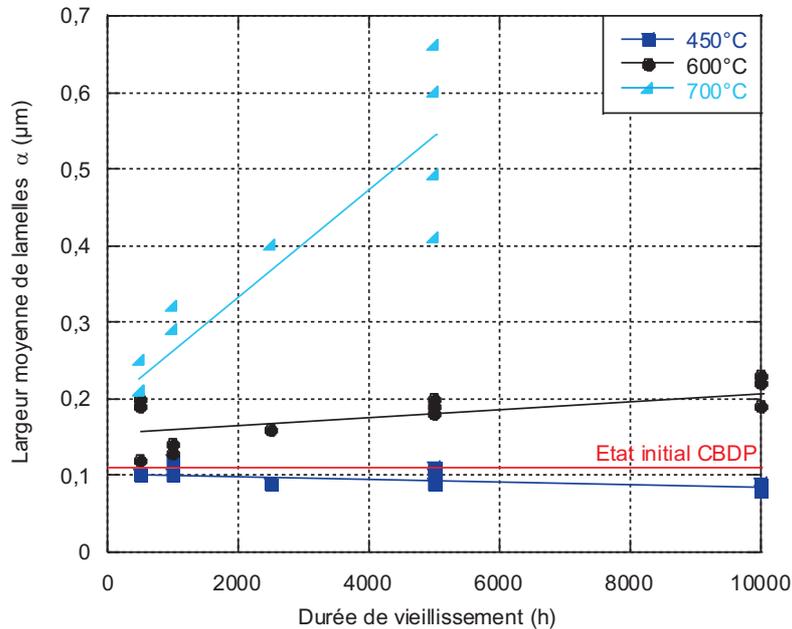


Figure III-10 : Evolution de la largeur moyenne de lamelles  $\alpha$  en fonction de la durée de vieillissement pour les trois températures 450°C, 600°C et 700°C

### III.2.3.3. Distance inter-lamelles $\alpha$

Le dernier paramètre caractéristique de la microstructure est la distance entre les lamelles  $\alpha$ . La distance moyenne inter-lamelles  $\alpha$  est mesurée grâce à la procédure présentée dans la partie II.3.4.4. L'évolution de la distance inter-lamelles en fonction de la température de vieillissement est présentée dans la Figure III-11 pour chaque durée de traitement thermique. Pour les deux plus basses températures, l'ensemble des lamelles  $\alpha$  a été pris en compte, c'est-à-dire les lamelles  $\alpha$  primaires et secondaires. La distance inter-lamelles  $\alpha$  pour le matériau non vieilli s'élève à 0,20  $\mu\text{m}$ . La distance moyenne entre les précipités  $\alpha$  augmente progressivement avec l'élévation de la température de vieillissement. S'élevant à 0,05  $\mu\text{m}$  après vieillissement à 450°C pendant 500h, elle atteint 0,44  $\mu\text{m}$  après vieillissement à 700°C pour une même durée. Pour les trois températures de vieillissement les plus basses, de 450°C à 550°C, la distance inter-lamelles  $\alpha$  est inférieure à celle du non vieilli, quelle que soit la durée de vieillissement.

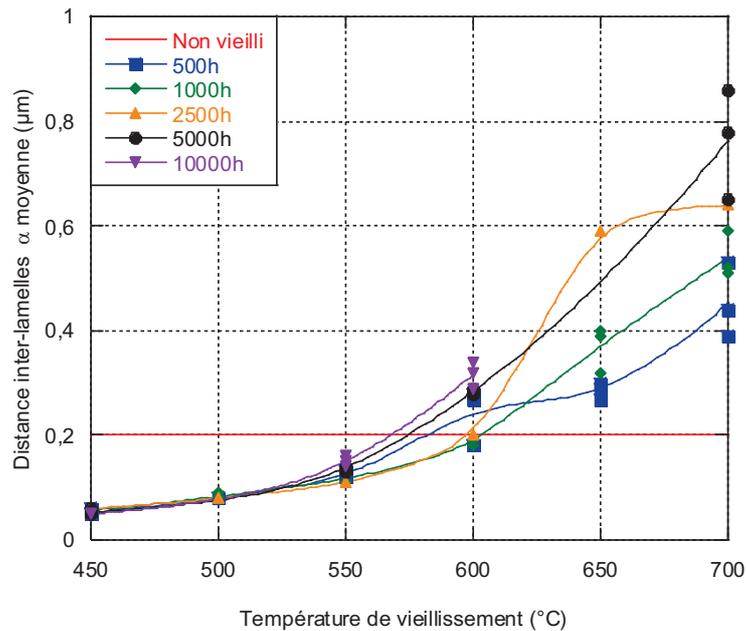


Figure III-11 : Evolution de la distance inter-lamelles  $\alpha$  en fonction de la température de vieillissement pour chaque durée de vieillissement

L'effet de la durée de vieillissement est nettement différent en fonction de la température de vieillissement. La Figure III-12 présente l'évolution de la distance moyenne entre les précipités  $\alpha$  en fonction de la durée de vieillissement pour trois températures caractéristiques 450 $^{\circ}\text{C}$ , 600 $^{\circ}\text{C}$  et 700 $^{\circ}\text{C}$ . Pour la première température 450 $^{\circ}\text{C}$ , la distance inter-lamelles  $\alpha$ , inférieure à celle du matériau non vieilli, n'évolue pas avec l'augmentation de la durée de vieillissement, et reste constante à 0,05  $\mu\text{m}$ . Cette constance de la distance inter-lamelles  $\alpha$  se retrouve à 500 $^{\circ}\text{C}$ . Ce phénomène est le résultat de la germination de la seconde population de précipités  $\alpha$  fins entre ceux présents initialement, diminuant ainsi la distance moyenne entre les précipités. De plus, la fraction volumique et la largeur des précipités  $\alpha$  n'évoluant pas pour ces deux températures, il est tout à fait logique de ne pas observer d'évolution de la distance inter-lamelles  $\alpha$ .

Pour les deux températures 600 $^{\circ}\text{C}$  et 700 $^{\circ}\text{C}$ , la distance moyenne entre les précipités  $\alpha$  augmente avec de la durée de vieillissement. Cette augmentation en fonction de la durée plutôt légère à 600 $^{\circ}\text{C}$ , s'amplifie à 700 $^{\circ}\text{C}$ . Remarquons toutefois la dispersion des résultats obtenus à 600 $^{\circ}\text{C}$  pour 500h, caractéristique d'une forte hétérogénéité de la distance inter-lamelles  $\alpha$  au cœur des grains  $\beta$ . Cette dispersion n'est pas observée pour les autres durées. Cette évolution de la distance inter-lamelles  $\alpha$  est cohérente avec celles de la fraction volumique et de la largeur moyenne de lamelles  $\alpha$ . En effet, pour les températures intermédiaires (550 $^{\circ}\text{C}$  et 600 $^{\circ}\text{C}$ ), la fraction volumique diminue légèrement, et la largeur

des précipités  $\alpha$  augmente modérément avec la durée de vieillissement. Les précipités  $\alpha$  grossissent et coalescent à ces températures au fur et à mesure de l'augmentation de la durée d'exposition. Cette coalescence des précipités explique donc l'augmentation modérée de la distance entre les précipités  $\alpha$  observée ici. A 700°C, la distance inter-lamelles  $\alpha$  augmente fortement avec l'augmentation de la durée de vieillissement. Rappelons qu'à cette température, la fraction volumique ainsi que la largeur moyenne de lamelles  $\alpha$  augmentent également avec la durée d'exposition. Les précipités grossissent et coalescent, la distance inter-lamelles  $\alpha$  augmente ainsi plus fortement. Il est toutefois intéressant de noter la très forte dispersion des résultats à 700°C de vieillissement pour tous les paramètres caractéristiques, attestant d'une forte hétérogénéité de la taille des précipités et donc de la distance inter-lamelles  $\alpha$ . En effet, les observations métallographiques avaient montré la présence de très gros précipités  $\alpha$  côtoyant des plus petits, preuve de la coalescence des précipités  $\alpha$ .

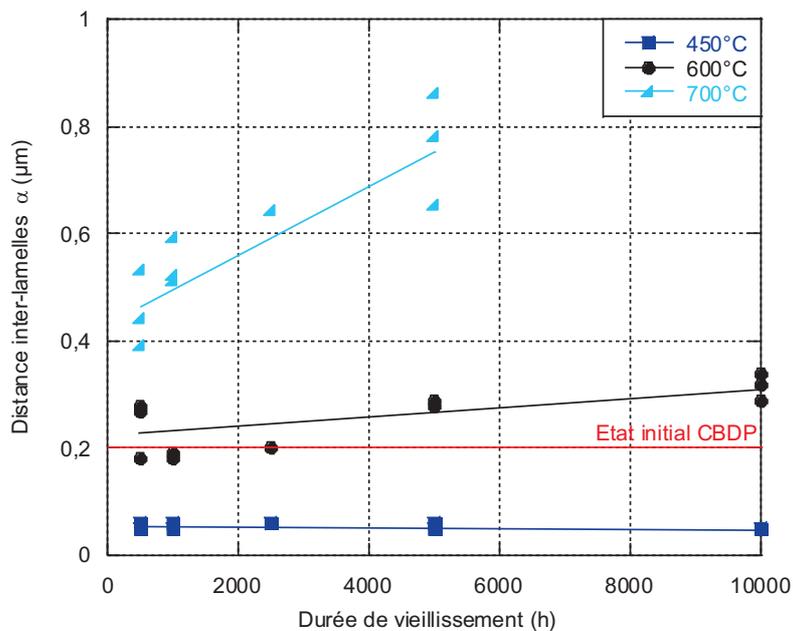


Figure III-12 : Evolution de la distance moyenne entre les lamelles  $\alpha$  en fonction de la durée de vieillissement pour les trois températures 450°C, 600°C et 700°C

### Synthèse sur les évolutions microstructurales à cœur après vieillissement

L'alliage Ti- $\beta$ 21S à l'état CBDP présente une microstructure biphasée  $\alpha+\beta$ . La précipitation  $\alpha$  est présente au niveau des joints de grains ainsi qu'au centre des grains  $\beta$ . La microstructure à cœur du matériau après vieillissement varie fortement selon la température et de la durée de vieillissement. Trois domaines de températures sont ainsi distingués : le premier concerne les deux plus basses températures 450°C et 500°C, le

second les températures de vieillissement de 550°C à 650°C, et enfin le dernier est celui de la plus haute température de vieillissement 700°C.

Lorsque le matériau est vieilli aux basses températures 450°C et 500°C, un complément de précipitation de phase  $\alpha$  apparaît. Cette phase  $\alpha$  complémentaire est appelée phase  $\alpha$  secondaire. La fraction volumique de phase  $\alpha$  est donc élevée (65 % à 450°C et 60 % à 500°C) et supérieure à celle du matériau non vieilli. Ces lamelles  $\alpha$  secondaires étant très fines, la largeur moyenne de l'ensemble des lamelles  $\alpha$  est très légèrement inférieure à celle du matériau non vieilli. Enfin, la distance inter-lamelles est inférieure à celle du matériau non vieilli du fait de la précipitation de phase  $\alpha$  secondaire entre les précipités  $\alpha$  primaires. Une légère augmentation de la fraction volumique de phase  $\alpha$  avec la durée est à noter pour 450°C, mais la largeur moyenne et la distance inter-lamelles  $\alpha$  évoluent peu avec la durée.

À des températures intermédiaires (550°C - 650°C), aucune précipitation  $\alpha$  secondaire n'est observée. La fraction volumique de phase  $\alpha$  diminuant avec l'augmentation de la température, passe ainsi d'environ 55 % à 550°C à 38 % à 650°C, restant ainsi toujours supérieure à celle du matériau avant vieillissement. La largeur moyenne des lamelles  $\alpha$ , similaire après vieillissement à 550°C à celle du matériau non vieilli, augmente avec la température de vieillissement. A 550°C, la fraction volumique est ainsi bien supérieure à celle du matériau non vieilli, tandis que la largeur moyenne des lamelles  $\alpha$  est identique à celle du matériau non vieilli. En combinant ces deux paramètres, nous en déduisons que les lamelles  $\alpha$  sont présentes en plus grand nombre à 550°C qu'avant vieillissement, pour des morphologies similaires. Ce constat explique le fait que la distance inter-lamelles  $\alpha$  à cette température soit inférieure à celle du matériau non vieilli. Pour les températures de vieillissement supérieures à 550°C, les lamelles  $\alpha$  croissent et coalescent, expliquant l'augmentation de la largeur moyenne de lamelles  $\alpha$  mais aussi celle de la distance inter-lamelles. Notons également que dans ce domaine de température, la durée de vieillissement impacte la microstructure. Remarquons ainsi la diminution très légère de la fraction volumique de phase  $\alpha$ , mais la très nette augmentation de la largeur moyenne des précipités  $\alpha$ , ainsi que de la distance inter-lamelles  $\alpha$ . Ces variations des paramètres microstructuraux s'amplifient avec l'augmentation de la température de vieillissement.

Les évolutions microstructurales à 700°C, plus haute température de vieillissement de cette étude, se distinguent des autres. La fraction volumique de phase  $\alpha$ , proche de celle du non vieilli après 500h de vieillissement, augmente avec la durée de vieillissement. La

largeur moyenne de lamelles  $\alpha$  ainsi que la distance inter-lamelles augmentent également avec la durée de vieillissement, attestant de la croissance et coalescence des précipités  $\alpha$ .

### III.3. Microstructure en surface après vieillissement

Dans un second temps, l'évolution de la microstructure en proche surface est étudiée pour l'ensemble des vieillissements. Tout d'abord, nous étudierons l'effet de la température et de la durée de vieillissement, puis l'évolution de la fraction volumique de la phase  $\alpha$  sera présentée pour caractériser les modifications de microstructures. L'ensemble des microstructures en surface après vieillissement est représentée dans l'Annexe III, nous ne reprenons ici que quelques exemples de vieillissement les plus représentatifs.

#### III.3.1. Observations métallographiques

La Figure III-13 présente les microstructures en proche surface des échantillons vieillis pendant 500h à 450°C (a), 550°C (b), 600°C (c), et 700°C (d). Pour la plus basse température 450°C, la précipitation  $\alpha$  secondaire fine s'ajoute à la précipitation  $\alpha$  primaire initialement présente (cf. Figure III-14 (a)). Une hétérogénéité de taille des précipités  $\alpha$  primaires est observée, les lamelles  $\alpha$  sont plus grossières sur une dizaine de microns. La précipitation de cette deuxième population est également observable pour la température de vieillissement de 500°C. Avec l'augmentation de la température de vieillissement, la taille des lamelles  $\alpha$  primaire augmente. Cette observation a déjà été faite lors des observations de la microstructure à cœur. A des températures plus élevées ( $T \geq 550^\circ\text{C}$ ), des différences de taille de lamelles  $\alpha$  sont observées entre la surface et le cœur. Ainsi pour le vieillissement à 550°C, la microstructure, plutôt grossière en proche surface, devient plus fine à partir de 79  $\mu\text{m}$  de profondeur, puis redevient grossière à 111  $\mu\text{m}$  de profondeur. A 600°C, les précipités  $\alpha$  sont longs et épais sur les quatre-vingts premiers microns. Après vieillissement à 700°C, la taille des précipités  $\alpha$  est régulière jusqu'à 103  $\mu\text{m}$  de profondeur, puis des précipités  $\alpha$  grossiers viennent côtoyer des précipités plus fins. Notons que la profondeur limite déterminant un changement de microstructure entre la proche surface et le cœur n'a pas été déterminée pour tous les échantillons vieillis.

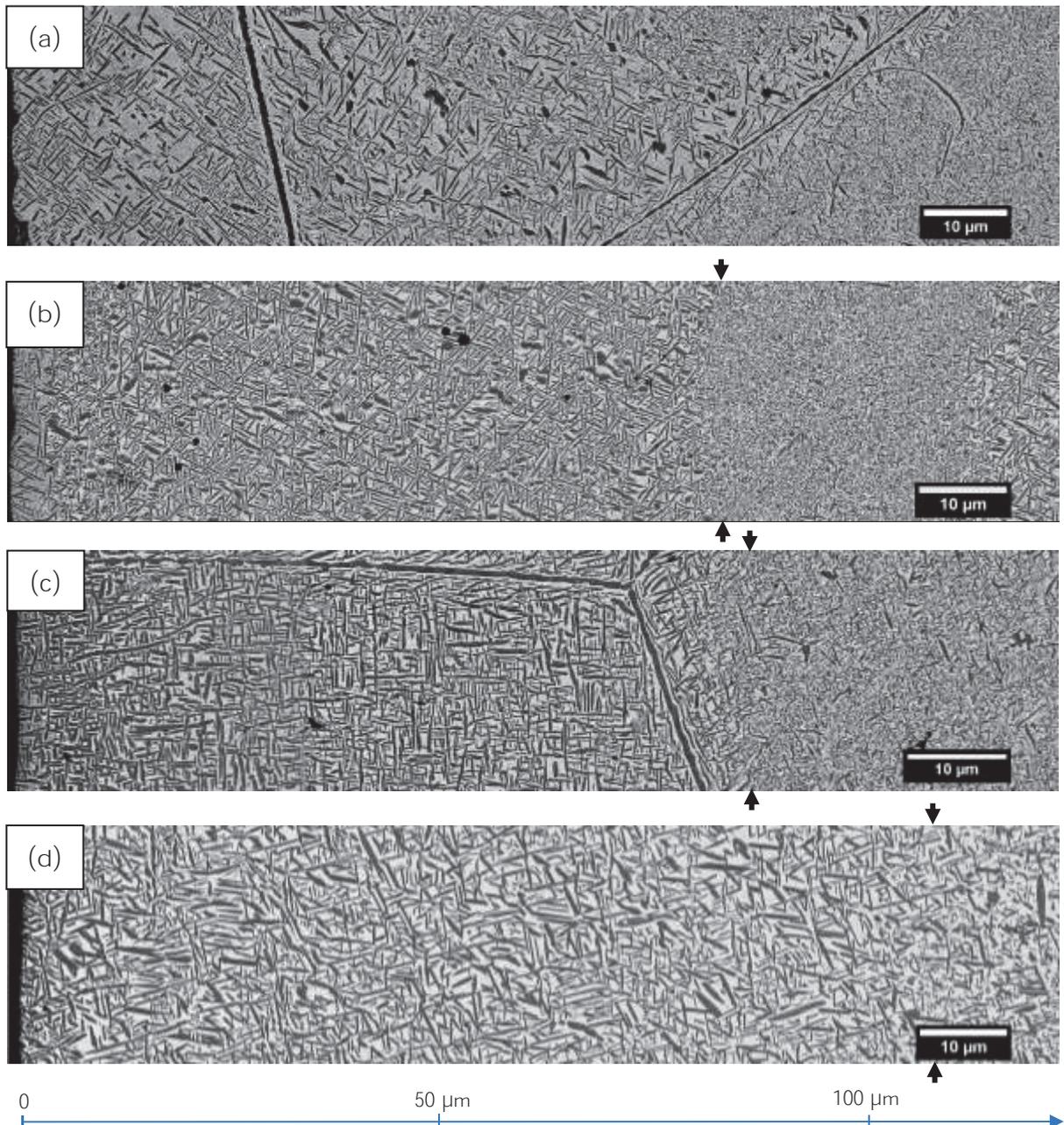


Figure III-13 : Microstructures en proche surface des échantillons vieillis pendant 500h à 450°C (a), 550°C (b), 600°C (c) et 700°C (d)

La microstructure en proche surface de l'échantillon vieilli pendant 500h à 550°C se distingue des autres microstructures en proche surface (cf. Figure III-14 (b)). En effet, alors qu'il n'y a pas de précipitation  $\alpha$  secondaire fine en cœur d'échantillon, celle-ci précipite en proche surface, sur 5,5  $\mu m$  de profondeur uniquement. Cette précipitation  $\alpha$  fine en proche surface est également présente pour des durées de vieillissement plus élevées, mais uniquement pour cette température de vieillissement. De plus, dans cette zone en très proche surface, la précipitation  $\alpha$  primaire est également moins dense qu'en

cœur d'échantillon. La profondeur de cette zone où la phase  $\alpha$  secondaire est présente, n'évolue pas avec la durée de vieillissement.

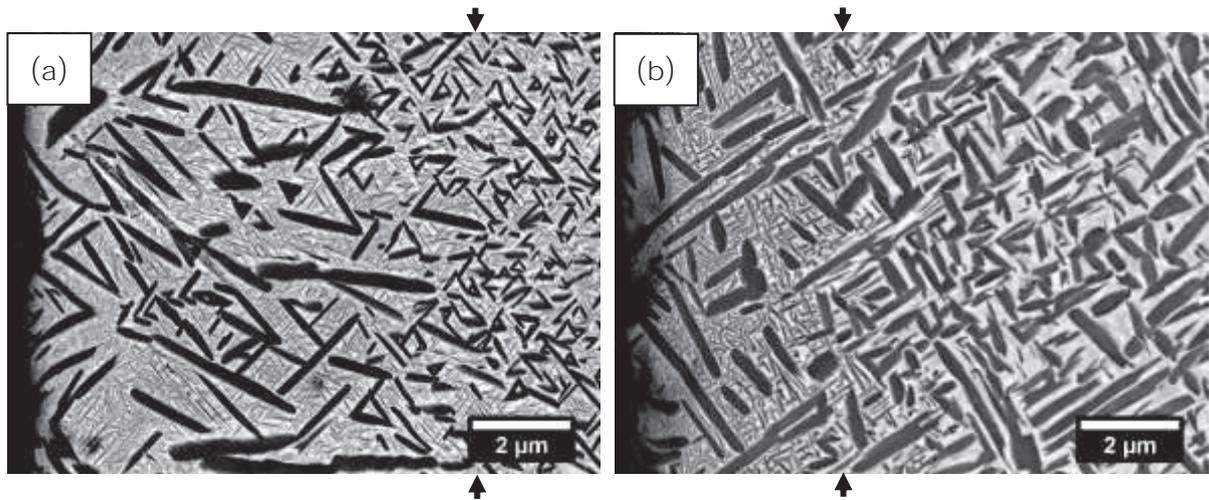


Figure III-14 : Microstructures en proche surface des échantillons vieillis pendant 500h à 450°C (a) et 550°C (b)

La Figure III-15 présente les microstructures en proche surface des échantillons vieillis à 450°C et à 600°C pour diverses durées de vieillissement 500h, 5000h et 10000h. Pour les vieillissements à 450°C, et quelle que soit la durée de vieillissement, la microstructure est hétérogène. Des précipités  $\alpha$  secondaires précipitent sur toute l'épaisseur de l'échantillon. La taille des précipités  $\alpha$  primaire est elle aussi hétérogène. Certaines lamelles  $\alpha$  primaires plus grossières bordent les joints des grains  $\beta$ . Pour les vieillissements à 600°C, la taille des précipités augmente légèrement avec la durée de vieillissement. De plus, les joints de grains  $\beta$  s'épaississent pour des maintiens plus longs. Cet effet de la durée de vieillissement est d'autant plus marqué que la température de vieillissement est élevée, notamment à 700°C.

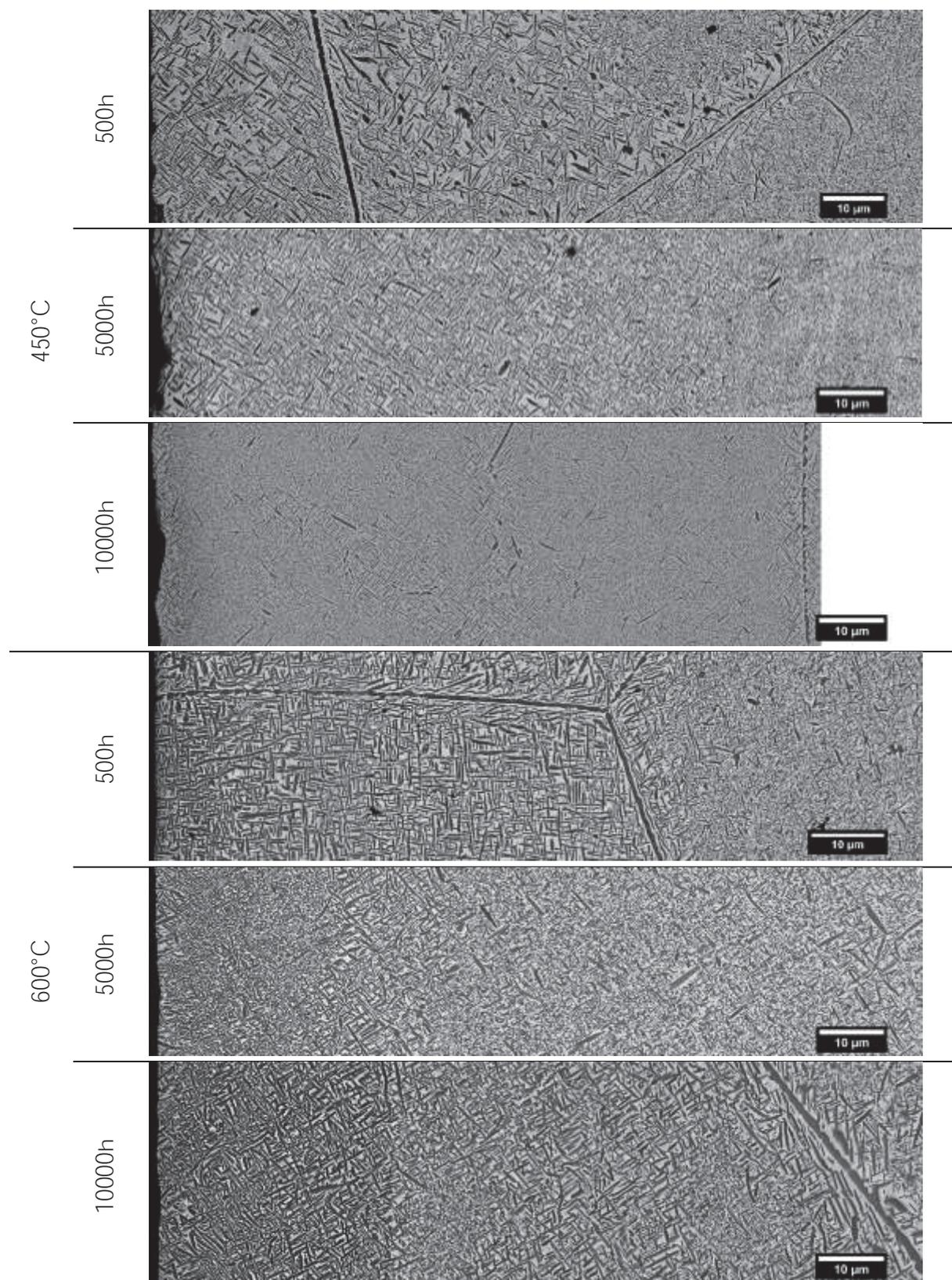


Figure III-15 : Microstructures en proche surface des échantillons vieillis à 450°C et 600°C

### III.3.2. Fraction volumique de la phase $\alpha$

Une étude de l'évolution de la fraction volumique de la phase  $\alpha$  avec la profondeur a été menée afin de caractériser les modifications de la microstructure avec la température et la durée de vieillissement en proche surface, suivant la procédure expliquée dans la partie II.3.4.2.

La Figure III-16 présente l'évolution de la fraction volumique de la phase  $\alpha$  avec la profondeur pour trois températures 550°C, 600°C et 700°C. Il nous a été impossible de réaliser cette étude pour les températures les plus basses (450°C et 500°C). En effet, les grandissements choisis pour les panoramas ne permettent pas d'avoir une résolution suffisante pour isoler convenablement les lamelles  $\alpha$  secondaires avec le seuillage de l'image, et ainsi d'obtenir des fractions volumiques de phase  $\alpha$  correctes. Pour les trois températures de vieillissement, la fraction volumique de la phase  $\alpha$  en très proche surface est plus élevée qu'en cœur. La fraction volumique décroît progressivement avec la profondeur. Pour la température de vieillissement 550°C, la fraction volumique de la phase  $\alpha$  en proche surface s'élève à 60 % et diminue jusqu'à 50 %. Dans la partie précédente (cf. Partie III.2.3.1), nous avons trouvé une fraction volumique de  $55 \pm 2$  % à cœur. A noter que la fraction volumique de phase  $\alpha$  est probablement sous-estimée en très proche surface ( $\approx 10 \mu\text{m}$ ), du fait de la présence de lamelles  $\alpha$  secondaires fines, malheureusement non observables à ce grandissement. Pour la température de vieillissement 600°C, la fraction volumique de la phase  $\alpha$  en surface s'élève à plus de 70 % pour atteindre un niveau légèrement inférieur à 50 % à cœur. Enfin pour la température de vieillissement de 700°C, la fraction volumique de la phase  $\alpha$  en proche surface s'élève à plus de 60 % et diminue progressivement pour atteindre près de 40 %. Au vu de l'allure des courbes pour les deux plus hautes températures, nous pouvons aisément penser que la fraction volumique à cœur n'a pas été atteinte, du fait de panoramas trop courts. Nous pouvons toutefois constater que la fraction volumique de la phase  $\alpha$  à cœur diminue avec l'augmentation de la température de vieillissement, ce que nous avons déjà observé dans la partie III.2.3.1.

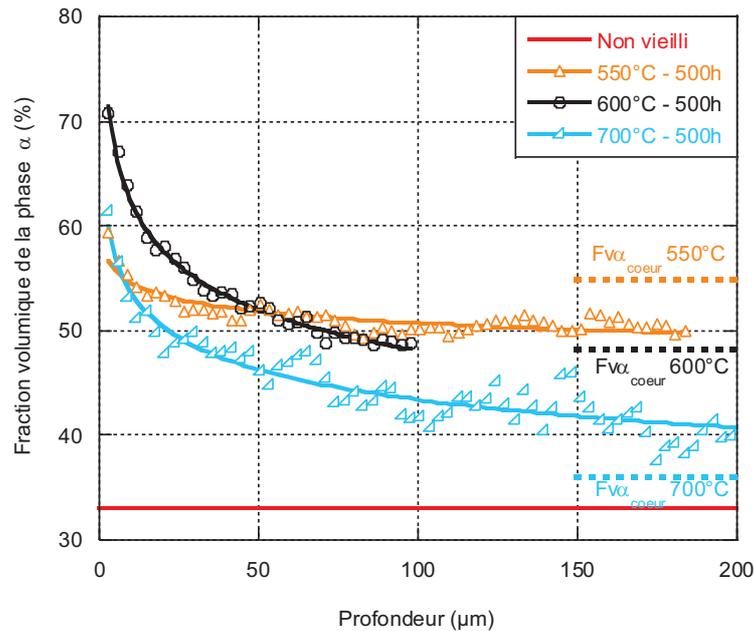


Figure III-16 : Evolution de la fraction volumique de la phase  $\alpha$  avec la profondeur pour les trois températures de vieillissement 550°C, 600°C et 700°C

Etudions maintenant l'effet de la durée de vieillissement. La Figure III-17 présente les évolutions de la fraction volumique de la phase  $\alpha$  pendant trois durées d'exposition, pour trois températures 550°C (a), 600°C (b) et 700°C (c). Quelles que soient la durée et la température de vieillissement, la fraction volumique de la phase  $\alpha$  décroît avec l'augmentation de la profondeur. De plus, pour toutes les températures d'exposition, la fraction volumique en très proche surface augmente avec la durée. Des différences sont toutefois à noter entre les températures. Pour les deux premières températures 550°C et 600°C, l'évolution de la fraction volumique à 5000h et 10000h est similaires, et les valeurs sont supérieures à celles des vieillissements à 500h. Si aucune évolution n'est observée entre 5000h et 10000h de vieillissement, cela indique que la microstructure est stabilisée à partir de 5000h d'exposition. A 700°C, seulement deux durées sont comparées, la microstructure après 10000h n'a pas été observée. Comme pour les températures précédentes, les fractions volumiques de la phase  $\alpha$  augmentent avec la durée. Toutefois, contrairement aux autres températures, la fraction volumique à cœur est plus élevée pour la plus longue durée. Cette particularité était déjà observée dans la partie III.2.3.1. Une forte dispersion des valeurs à partir de 130  $\mu\text{m}$  pour 500h et 100  $\mu\text{m}$  pour 5000h attestent de l'hétérogénéité de taille des précipités  $\alpha$ .

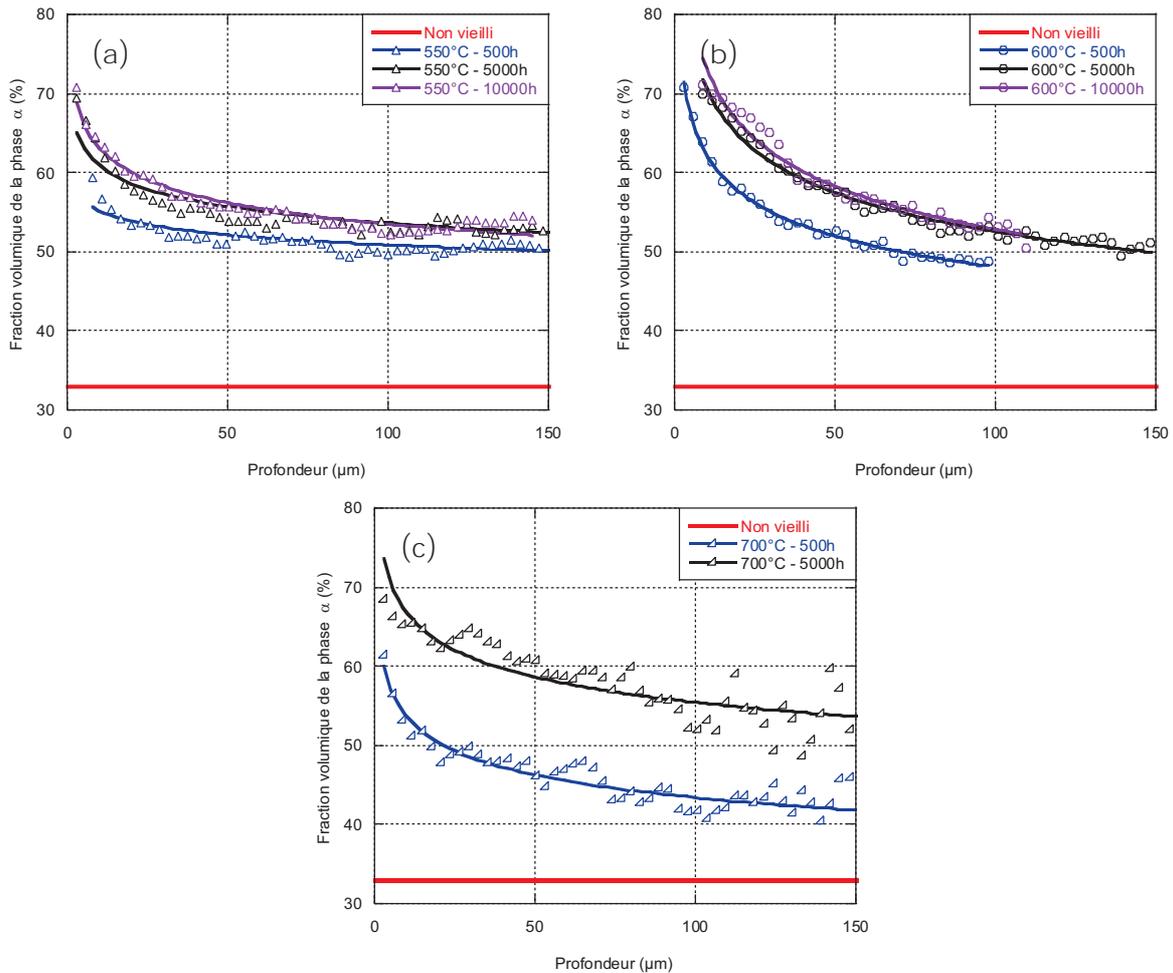


Figure III-17 : Evolution de la fraction volumique de la phase  $\alpha$  avec la profondeur après vieillissements pendant 500h, 5000h et 10000h à 550°C (a), 600°C (b) et 700°C (c)

### Synthèse des évolutions microstructurales en proche surface après vieillissement

Après vieillissement thermique, la microstructure évolue de façon particulière en très proche surface. En effet, qualitativement, la morphologie des lamelles  $\alpha$  est différente en très proche surface, celles-ci sont globalement plus grossières qu'en cœur. Notons également la présence de lamelles  $\alpha$  secondaires en très proche surface à 550°C, alors qu'à cœur, aucune lamelle  $\alpha$  secondaire n'est observée pour cette température.

L'évolution de la fraction volumique de phase  $\alpha$  de la surface vers le cœur a mis en évidence l'augmentation de celle-ci en très proche surface par rapport au cœur de l'échantillon. De plus, cette fraction volumique en très proche surface augmente à la fois avec la température de vieillissement mais aussi avec la durée de vieillissement.



---

## Chapitre IV. Effets de l'oxydation

---

<i>IV.1. Prise de masse</i> .....	103
<i>IV.2. <b>Epaisseur de la couche d'oxyde</b></i> .....	107
<i>IV.3. Evolution de la teneur en oxygène</i> .....	112
IV.3.1. <b>Profil de diffusion de l'oxygène</b> .....	112
IV.3.2. Modélisation des profils de diffusion .....	115
IV.3.3. <b>Calcul de l'oxygène dissout</b> .....	116
<i>IV.4. Evolution de la microdureté</i> .....	118
IV.4.1. Profil de microdureté.....	118
IV.4.2. Lien avec la teneur en oxygène .....	122



Dans ce chapitre, l'oxydation de l'alliage de titane  $\beta$ 21S a été étudiée grâce à différentes analyses et mesures, comme le suivi de la prise de masse, l'évolution de l'épaisseur de la couche d'oxyde ou encore celle de la teneur en oxygène par analyses en microsonde électronique. Seule l'étude de l'oxydation de l'alliage à l'état CDBP est présentée ici, les résultats pour le lot matière à l'état mis en solution se trouvent en Annexe I.

#### IV.1. Prise de masse

Lors de traitements thermiques sous air, deux phénomènes d'oxydation du matériau sont en jeu : la diffusion de l'oxygène dans le matériau et la formation et croissance d'une couche d'oxyde en surface du métal. Au cours du suivi de la prise de masse, les deux phénomènes sont pris en compte.

Chaque coupon a été pesé avant et après traitement thermique pour suivre la prise de masse due à la prise d'oxygène par le matériau. La Figure IV-1 présente le gain de masse par unité de surface en fonction de la durée du traitement thermique pour les trois plus basses températures 450°C, 500°C et 550°C (cf. Figure IV-1 (a)) et pour les trois plus hautes températures 600°C, 650°C et 700°C (cf. Figure IV-1 (b)). Notons que tous les vieillissements ont été réalisés en étuve. Pour les trois plus basses températures, les prises de masse sont relativement faibles, augmentant progressivement de manière parabolique avec la durée de vieillissement. Les prises de masse restent cependant toujours inférieures ou égales 0,5 mg/cm<sup>2</sup>, quelle que soit la température et la durée de vieillissement. Pour des températures supérieures à 550°C, les prises de masse sont plus importantes, et augmentent fortement avec l'élévation de la température. Notons que les résultats des prises de masse à 700°C pendant 10000h n'ont pas été reportés ici. Les coupons étant en effet très oxydés, la couche d'oxyde était écaillée et de ce fait, les prises de masse étaient faussées.

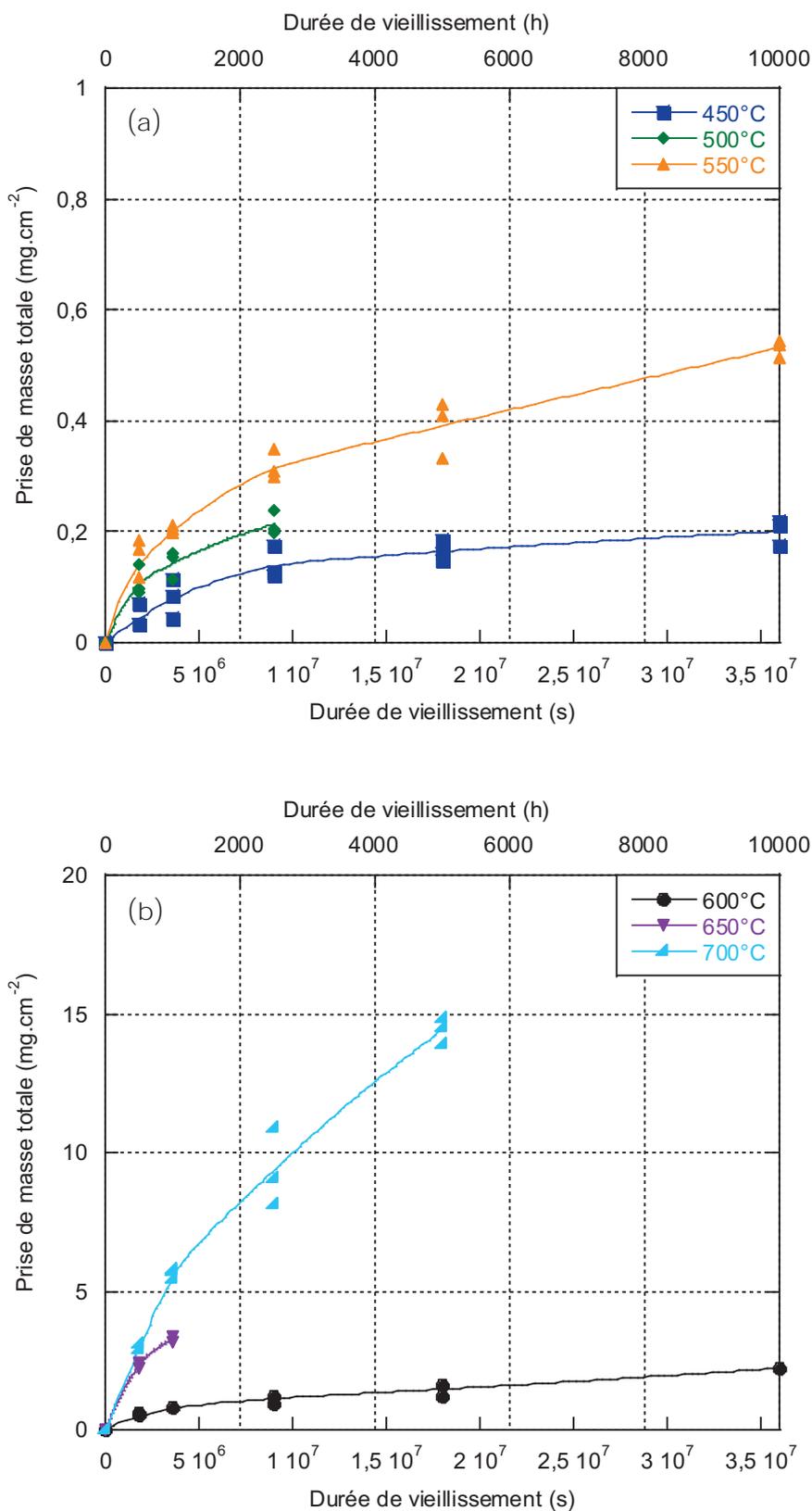


Figure IV-1 : Suivi de prise de masse après vieillissement pour les échantillons du lot CBDP pour les trois plus basses températures (a) et les trois plus hautes températures (b)

La prise de masse par unité de surface pour chaque température augmente de façon parabolique avec la durée du traitement thermique de vieillissement, comportement caractéristique des alliages de titane pour cet intervalle de température. Le gain de masse peut alors être exprimé suivant la loi parabolique suivante :  $\left(\frac{\Delta m}{S}\right)^2 = k_p * t$ , où  $\frac{\Delta m}{S}$  est le gain de masse par unité de surface,  $k_p$  la constante parabolique d’oxydation, et  $t$  la durée d’exposition. Les constantes paraboliques sont obtenues par régression linéaire (cf. Figure IV-2)

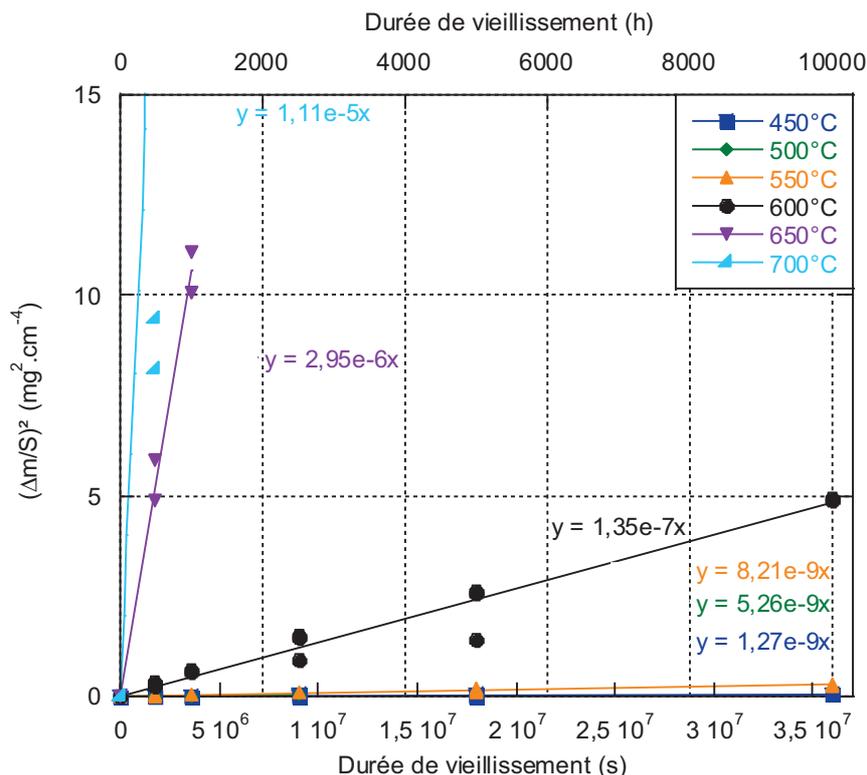


Figure IV-2 : Prise de masse par unité de surface au carré en fonction de la durée de vieillissement

Pour les trois plus basses températures, les cinétiques d’oxydation sont similaires, les valeurs des  $k_p$  sont en effet du même ordre de grandeur. Le  $k_p$  à 600°C augmente significativement de deux ordres de grandeur par rapport au  $k_p$  des températures inférieures, puis d’un facteur 20 quand la température de vieillissement augmente à 650°C et d’un facteur 4 à 700°C. Les valeurs de  $k_p$  pour chacune des températures de vieillissement sont résumées dans le Tableau IV-1.

Tableau IV-1 : Valeurs de  $k_p$  obtenus pour chaque température de vieillissement

	450°C	500°C	550°C	600°C	650°C	700°C
$k_p$ ( $10^{-8}$ mg <sup>2</sup> .cm <sup>-4</sup> .s <sup>-1</sup> )	0,127	0,526	0,821	13,5	295	1110

Une comparaison des  $k_p$  obtenus pour chacune des microstructures initiales (mis en solution et CBDP), avec les résultats référencés dans la littérature peut ainsi être réalisée. La Figure IV-3 présente le diagramme d'Arrhenius des constantes paraboliques d'oxydation en fonction de l'inverse de la température. Ces résultats sont comparés à ceux obtenus par Wallace et al. [Wallace, 1992] et par Sansoz et al. [Sansoz, 2004].

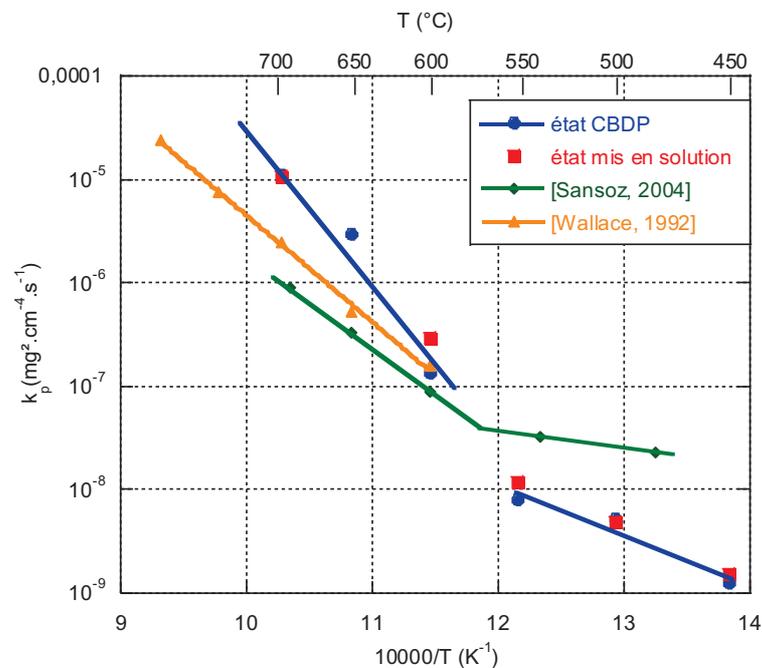


Figure IV-3 : Diagramme d'Arrhenius des cinétiques d'oxydation pour le Ti- $\beta$ 21S à l'état CBDP et mis en solution, comparées à celles de Sansoz et al. obtenues pour un alliage Ti $\beta$ 21S  $\alpha$ + $\beta$  [Sansoz, 2004] et Wallace et al. obtenues pour un alliage Ti $\beta$ 21S 100 %  $\beta$  [Wallace, 1992]

Les deux lots d'échantillons, à l'état mis en solution et à l'état CBDP, ont des cinétiques d'oxydation très similaires. Les constantes paraboliques sont identiques, quelle que soit la température de vieillissement. Ces résultats sont relativement proches de ceux obtenus lors des précédentes études de Wallace et al. et Sansoz et al. . Wallace et al. ont mené leur étude sur un alliage Ti- $\beta$ 21S à l'état mis en solution, tandis que Sansoz et al. ont réalisé des suivis de prise de masse sur un alliage de Ti- $\beta$ 21S à l'état précipité, similaire à l'état CBDP.

Des différences sont à noter entre nos résultats et ceux de la littérature. Pour des températures inférieures à 600°C, les cinétiques d'oxydation obtenues par Sansoz et al. sont plus élevées que celles obtenues lors de notre étude, et ce quelle que soit la microstructure initiale. Cette différence peut-être due à l'état de surface de nos échantillons, non polis avant oxydation, tandis que ceux de Sansoz ont été polis jusqu'au

grade 600. Ce polissage préalable élimine les couches d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  et de  $\text{TiO}_2$  qui se forment naturellement au contact de l'air ambiant à la surface des alliages de titane. Sans cette couche d'oxyde protectrice, la diffusion de l'oxygène est alors plus importante, d'où les cinétiques d'oxydation plus élevées pour Sansoz et al. Pour des températures supérieures à  $600^\circ\text{C}$ , nos constantes paraboliques sont légèrement supérieures à celles obtenues par Wallace et al.. Nos vieillissements ont été réalisés dans des étuves, tandis que les mesures de prise de masse réalisées par Wallace et al. ont été obtenues grâce à des analyses ATG avec un flux d'air pur de  $1\text{cc}/\text{sec}$ . Nous pouvons ainsi faire l'hypothèse que la circulation d'air dans nos étuves favorise l'oxydation de notre matériau.

Deux mécanismes d'oxydation sont mis en évidence : un premier mécanisme pour des températures supérieures à  $550^\circ\text{C}$ , et un second pour les températures inférieures. Ces deux mécanismes d'oxydation ont déjà été mis en évidence par Sansoz et al. [Sansoz, 2004]. Pour les températures supérieures à  $550^\circ\text{C}$ , le mécanisme d'oxydation est contrôlé par la diffusion de l'oxygène interstitiel dans le matériau. L'énergie d'activation dans ce domaine de température est calculée à partir de la pente de la droite. Ainsi, l'énergie d'activation est égale à  $74,0\text{ kcal}\cdot\text{mol}^{-1}$  pour les températures supérieures à  $550^\circ\text{C}$ . Sansoz et al. et Wallace et al. ont quant à eux trouvé des énergies d'activation plus basses de l'ordre de  $41,2\text{ kcal}\cdot\text{mol}^{-1}$ . Liu et Welsch trouvent que l'énergie d'activation dans ce domaine de températures est comprise entre  $45$  et  $68\text{ kcal}\cdot\text{mol}^{-1}$  dans le  $\text{Ti-}\beta$  et entre  $36$  et  $69\text{ kcal}\cdot\text{mol}^{-1}$  dans le  $\text{Ti-}\alpha$  [Liu and Welsch, 1988]. L'énergie d'activation obtenue dans notre étude est légèrement supérieure à celles obtenues dans la littérature mais reste tout de même très proche de celles-ci. Pour les températures inférieures à  $550^\circ\text{C}$ , l'énergie d'activation calculée s'élève à  $19,5\text{ kcal}\cdot\text{mol}^{-1}$  et correspond à un autre mécanisme d'oxydation. Ce mécanisme est expliqué dans le paragraphe suivant IV.2.

#### IV.2. Épaisseur de la couche d'oxyde

Pour chaque échantillon traité thermiquement, l'épaisseur de la couche d'oxyde formée a été mesurée grâce aux images en coupe, obtenues en MEB-FEG, comme celle de la Figure IV-4. Trois mesures ont été réalisées par échantillon et la moyenne des trois mesures a été utilisée pour la suite de l'étude.

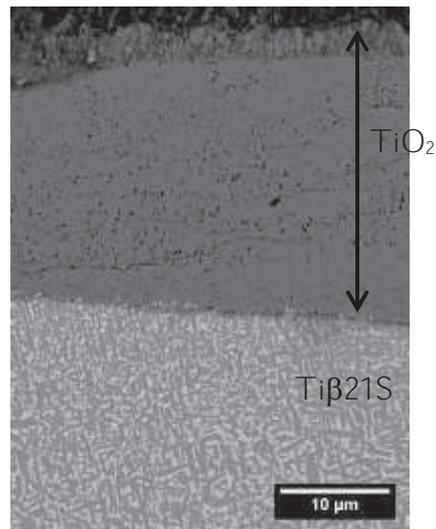


Figure IV-4 : Image en MEB-FEG de la couche d'oxyde formée à la surface de l'échantillon vieilli à partir de l'état CDBP à 700°C pendant 2500h

Pour les trois températures les plus basses ( $T \leq 550^\circ\text{C}$ ), aucune couche d'oxyde n'a été observée par MEB. Cependant, la coloration des échantillons après traitement thermique attestent de la formation de ces couches d'oxydes. Une comparaison avec des abaques colorimétriques obtenues sur Ti-6Al-4V [Luo, 2012] permet d'estimer une épaisseur d'environ 100 nm pour 450°C-500h, croissant avec la durée et la température de vieillissement. Les observations et mesures d'épaisseur de couche d'oxyde ont été réalisées pour deux températures 600°C et 700°C. Les épaisseurs résumées dans le Tableau IV-2 sont les moyennes des trois mesures d'épaisseurs de couche d'oxyde pour chaque échantillon.

Tableau IV-2 : Epaisseurs de couches d'oxyde mesurées sur les échantillons vieillis à 600°C et 700°C

Epaisseur ( $\mu\text{m}$ )	600°C	700°C
500h	1,4	1,3
1000h	1,8	9,8
2500h	-	19,7
5000h	3,7	24,6
10000h	5,8	-

A partir de l'épaisseur de la couche d'oxyde mesurée  $e$ , la prise de masse par unité de surface  $\frac{\Delta m_{\text{oxyde}}}{s}$  correspondant à la formation de la couche d'oxyde est calculée grâce à

l'Équation IV-1. Les hypothèses suivantes sont prises : l'oxyde formé est composé uniquement de rutile et la couche d'oxyde est compacte. La densité du rutile s'élève à  $\rho = 4,3 \text{ g.cm}^{-3}$ , et 40 % de la masse d'oxyde correspond à celle de l'oxygène.

$$\frac{\Delta m_{\text{oxyde}}}{S} = e * \rho * 0,4 \quad \text{Équation IV-1}$$

La Figure IV-5 présente l'évolution de la prise de masse totale et la prise de masse correspondant à la couche d'oxyde pour les échantillons vieillis à 600°C et 700°C. Logiquement, la prise de masse correspondant à la formation de la couche d'oxyde est inférieure à la prise de masse totale.

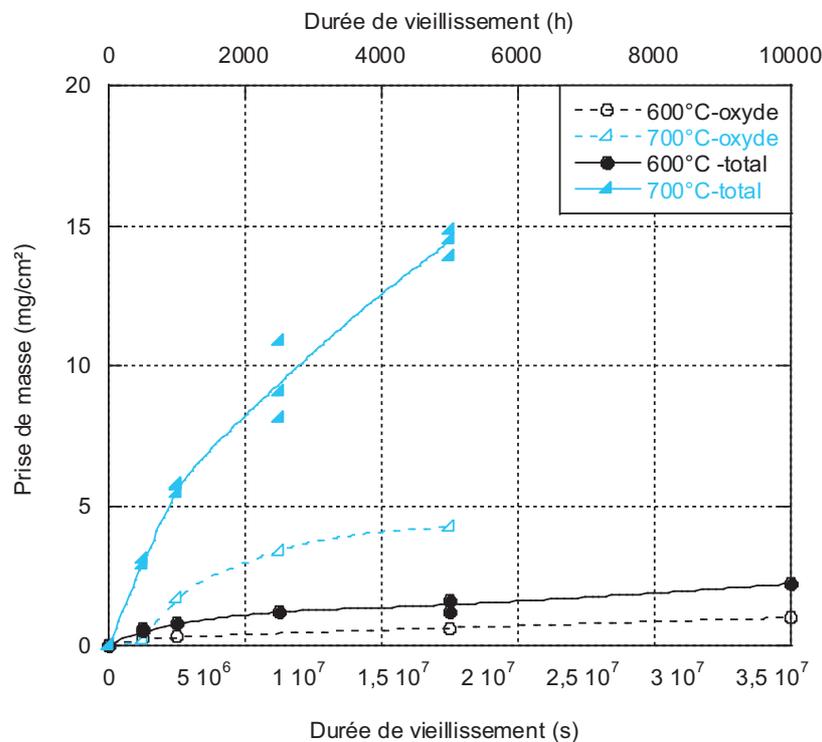


Figure IV-5 : Evolution de la prise de masse totale et celle correspondant à la couche d'oxyde en fonction de la durée d'exposition pour les échantillons vieillis à 600°C et 700°C

La différence entre les prises de masse totale,  $\Delta m$ , obtenues dans la partie IV.1 et les prises de masse correspondant à la couche d'oxyde  $\Delta m_{\text{oxyde}}$  nous donne une indication sur la quantité d'oxygène dissout dans le matériau. En effet, la prise de masse totale englobe deux phénomènes d'oxydation : formation de la couche d'oxyde et diffusion de l'oxygène dans le matériau. Le Tableau IV-3 résume les prises de masse correspondant à l'oxygène dissout.

Tableau IV-3 : Prises de masse en oxygène dissout à 600°C et 700°C

$\Delta m_{oxygène}$ (mg/cm <sup>2</sup> )	600°C	700°C
500h	0,30	2,85
5000h	0,83	10,2

Cette méthode de mesure de l'oxygène dissout est toutefois indirecte. Les valeurs de prises de masse correspondant à l'oxygène dissout dans le matériau doivent être vérifiées par une méthode dosant directement l'oxygène dans le matériau. Ainsi, des mesures en microsonde électronique ont été réalisées et sont présentées dans la partie IV.3.

L'épaisseur de couche d'oxyde suit la loi parabolique suivante :  $\frac{\Delta m_{oxyde}^2}{s} = k_p^{ox} * t$ . La Figure IV-6 présente l'évolution de la prise de masse correspondant à la formation de la couche d'oxyde au carré en fonction de la durée de vieillissement.

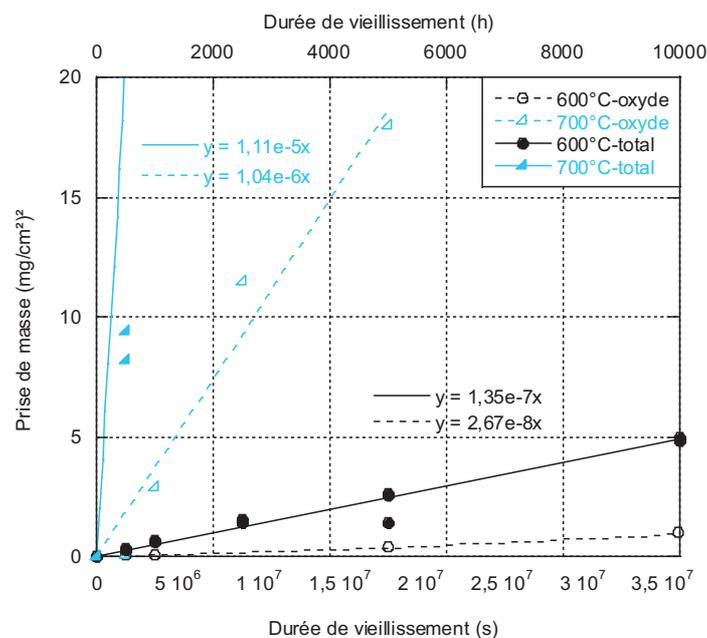


Figure IV-6 : Evolution de la prise de masse totale au carré et celle correspondant à la couche d'oxyde en fonction de la durée d'exposition pour les échantillons vieillis à 600°C et 700°C

Dans la partie IV.1, les cinétiques d'oxydation obtenues par prise de masse prenaient en compte à la fois la cinétique de formation et de croissance de l'oxyde et la diffusion de l'oxygène dans le matériau. Grâce aux mesures de l'épaisseur de couche d'oxyde, un nouveau  $k_p$  peut être calculé, quantifiant uniquement la croissance de l'oxyde, afin de découpler les deux cinétiques d'oxydation.

Grâce aux valeurs des pentes des régressions linéaires de la Figure IV-6, les  $k_p^{ox}$  correspondant à la formation et croissance de la couche d'oxyde sont ainsi calculés pour chaque température de vieillissement. Les valeurs de ces  $k_p^{ox}$  sont résumées dans le Tableau IV-4 .

Tableau IV-4 : Valeurs obtenues de  $k_p^{ox}$  à 600°C et 700°C

	600°C	700°C
$k_p^{ox}$ ( $\cdot 10^{-8} \text{ mg}^2 \cdot \text{cm}^{-4} \cdot \text{s}^{-1}$ )	2,67	10

Ces  $k_p^{ox}$  ont été reportés sur la Figure IV-3, afin de les comparer avec les cinétiques globale d'oxydation du matériau (cf. Figure IV-7). Les  $k_p^{ox}$  reportés à 600°C et 700°C forment une droite dont la pente donne une énergie d'activation de 19,5 kcal.mol<sup>-1</sup>. Cette observation semble indiquer que la formation de la couche d'oxyde est prépondérante par rapport à la diffusion de l'oxygène pour les basses températures. Des valeurs d'énergie d'activation du même ordre de grandeur sont référencées dans la littérature [Garnaud, 1975, Wallace, 1992].

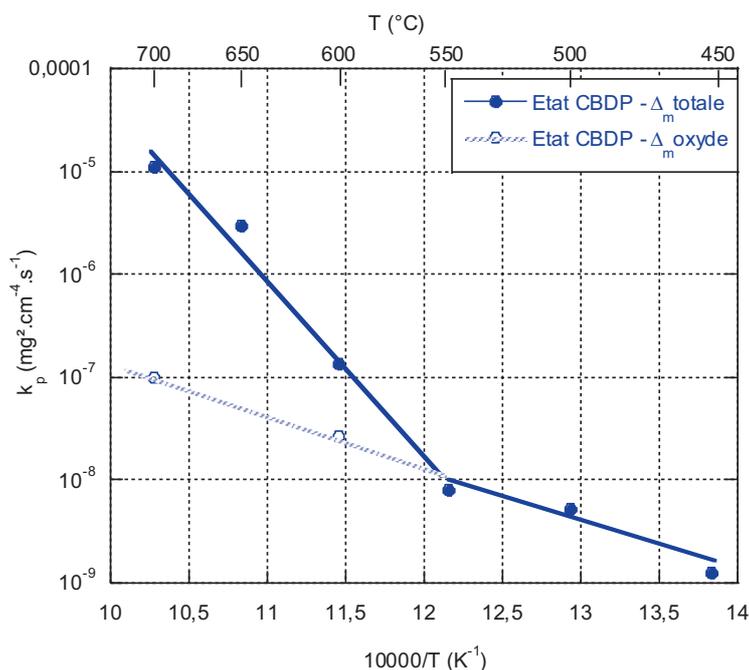


Figure IV-7 : Comparaison des cinétiques globales d'oxydation avec les cinétiques d'oxydation correspondant à la formation de la couche d'oxyde pour l'alliage Ti-β21S à l'état CBDP

### IV.3. Evolution de la teneur en oxygène

L'évolution de la teneur en oxygène au sein du métal a été étudiée après les différents vieillissements thermiques sous air. Dans un premier temps, l'effet de la température de vieillissement est étudié, ainsi que celui de la durée d'exposition. Les différents profils obtenus sont ainsi modélisés afin de déterminer les coefficients de diffusion de l'oxygène dans notre matériau pour différentes températures de vieillissement.

#### IV.3.1. Profil de diffusion de l'oxygène

Des analyses en microsonde électronique ont été menées pour étudier l'évolution de la teneur en oxygène, de la surface de l'échantillon vers le cœur de celui-ci. La Figure IV-8 montre l'évolution de la teneur en oxygène de la surface vers le cœur pour quatre échantillons. Le premier échantillon analysé est un échantillon non vieilli, afin d'avoir une teneur en oxygène de référence avant oxydation. Des analyses ont également été menées sur les échantillons vieillis à 450°C, 550°C, 600°C et 700°C pendant 500h. Pour l'échantillon non vieilli, la teneur en oxygène est constante et égale à 0,22 % massique sur toute l'épaisseur de l'échantillon. Cette valeur de 0,22 % massique, plus élevée que la teneur attendue (cf. partie II.1) a été considérée comme seuil de détection de la microsonde et utilisée pour recalibrer l'ensemble des courbes. Pour les autres échantillons vieillis, la teneur en oxygène est supérieure en proche surface et diminue progressivement quand la profondeur augmente. Plus la température de vieillissement augmente, et plus la teneur en oxygène en proche surface est élevée. Ainsi, en très proche surface, la teneur maximale pour l'échantillon vieilli à 450°C s'élève à près de 3 % massique, à près de 4 % massique pour l'échantillon vieilli à 550°C, 6 % massique pour celui vieilli à 600°C et enfin de 11 % massique pour l'échantillon vieilli à 700°C. Autre résultat notable, la profondeur de pénétration d'oxygène augmente avec la température de vieillissement. Une profondeur de pénétration de l'oxygène peut être déterminée, celle-ci correspond alors à la profondeur limite où la teneur en oxygène est égale à 3 % de la teneur moyenne en oxygène mesurée à cœur. La profondeur de pénétration pour l'échantillon traité à 450°C est de l'ordre de 10  $\mu\text{m}$ , alors qu'elle est de 30  $\mu\text{m}$  pour l'échantillon vieilli à 550°C, 63  $\mu\text{m}$  pour celui vieilli à 600°C et de près de 95  $\mu\text{m}$  après le traitement thermique à 700°C. La durée de traitement thermique pour les trois échantillons est identique, 500 heures. Ainsi, l'oxygène diffuse plus profondément dans le matériau d'autant que la température de vieillissement est élevée, le coefficient de diffusion augmentant lui-même avec la température. Enfin, notons que pour les températures de vieillissement inférieures à 700°C, la teneur en oxygène à cœur se situe au même niveau que celle obtenue pour

l'échantillon non vieilli, alors que pour l'échantillon vieilli à 700°C, le niveau à cœur est légèrement supérieur à celui du non vieilli.

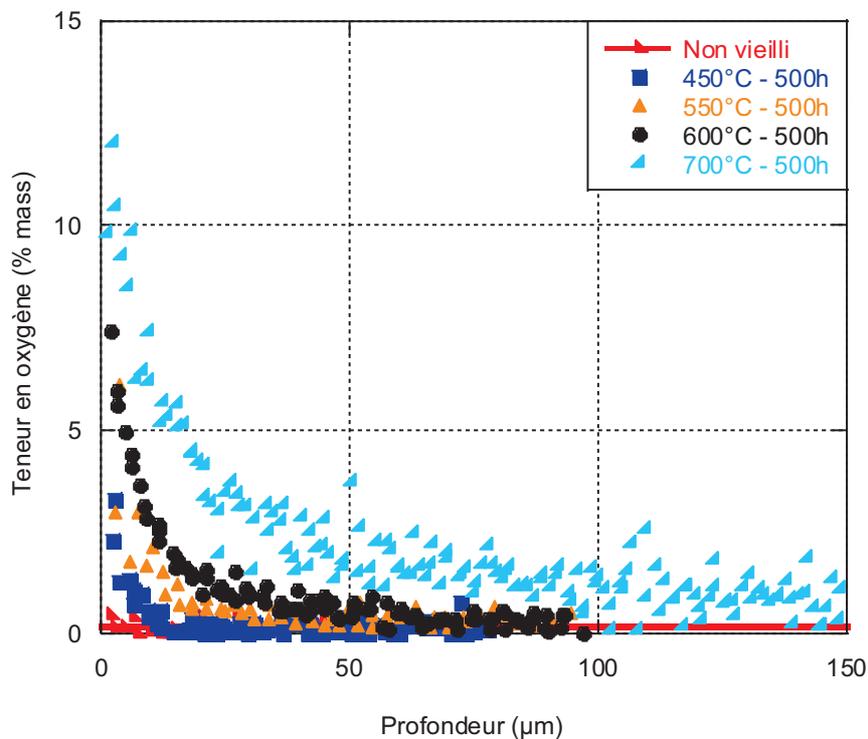


Figure IV-8 : Evolution de la teneur en oxygène de la surface vers le cœur pour les échantillons non vieillis et vieillis à 450°C, 550°C, 600°C et 700°C pendant 500h

Etudions maintenant l'effet de la durée de vieillissement. La Figure IV-9 présente les profils de diffusion des échantillons vieillis pendant 500h et 5000h à 550°C (a), 600°C (b) et 700°C (c). Pour les deux températures de vieillissement 550°C et 600°C, la teneur en oxygène est élevée en proche surface et diminue progressivement quand la profondeur augmente, quelle que soit la durée de vieillissement. La teneur en oxygène à l'interface métal-oxyde n'évolue pas avec la durée de vieillissement. La profondeur de pénétration d'oxygène augmente avec la durée de vieillissement. Ainsi à 550°C, la profondeur de pénétration de l'oxygène passe de 30 µm pour l'échantillon vieilli pendant 500h, à 51 µm pour celui vieilli pendant 5000h. A 600°C, l'oxygène diffuse jusqu'à 63 µm pour l'échantillon vieilli pendant 500h et jusqu'à 118 µm pour celui vieilli pendant 5000h. Pour les échantillons vieillis à 700°C, les résultats sont différents. Tandis que pour une durée de 500h, un profil de diffusion classique est retrouvé, pour un échantillon vieilli pendant 5000h, le profil de diffusion obtenu est particulier. En effet, pour cette durée de vieillissement importante, le profil est plat et les valeurs sont très dispersées. La valeur moyenne est de 3 % massique en oxygène. Ce profil s'explique par la diffusion de

l'oxygène dans toute l'épaisseur du matériau et donc une homogénéisation de la teneur en oxygène.

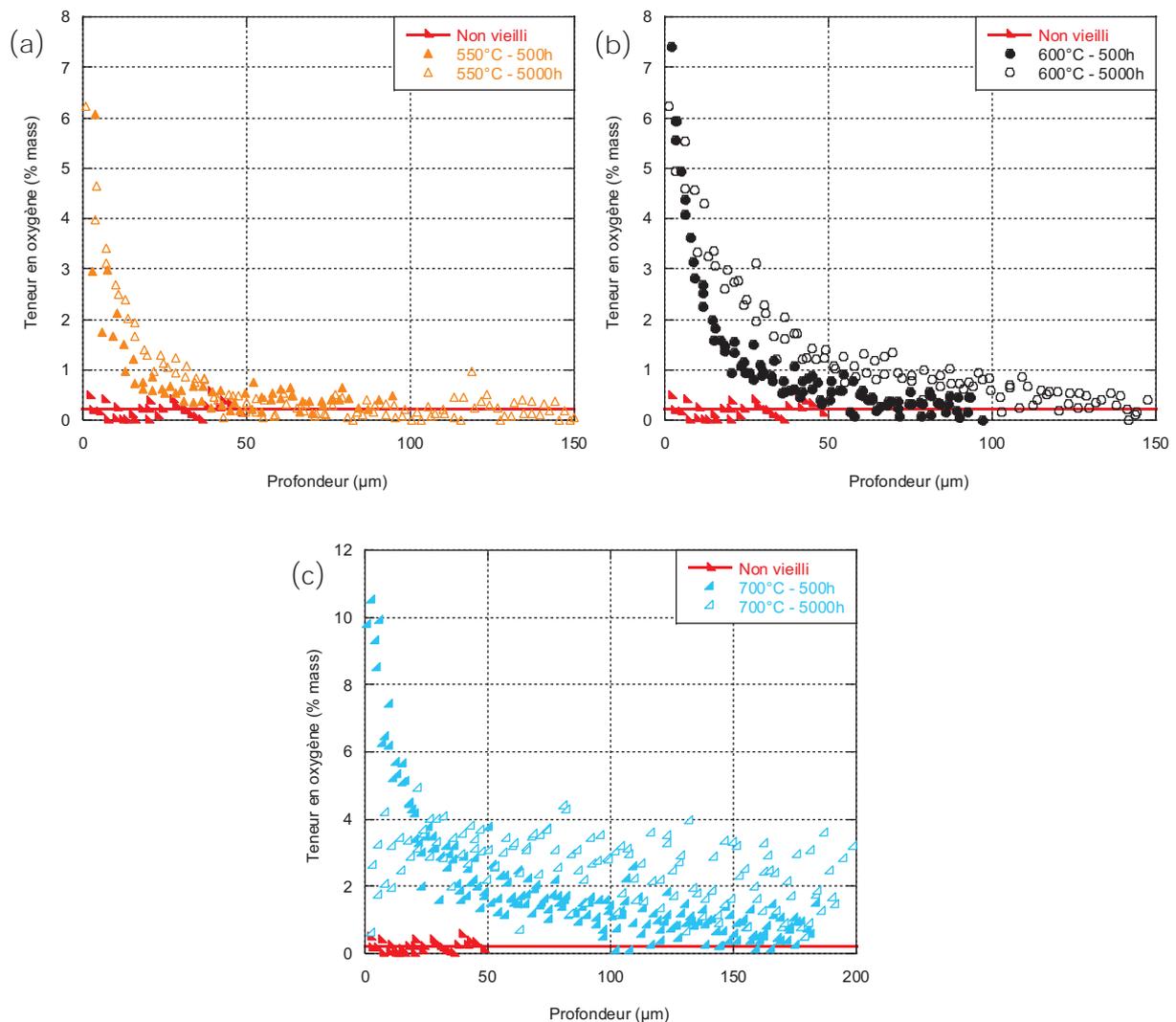


Figure IV-9 : Evolution de la teneur en oxygène de la surface vers le cœur pour les échantillons vieillis à 550°C (a), 600°C (b) et 700°C (c)

Les valeurs de profondeur de pénétration d'oxygène dans la matrice sont résumés dans le Tableau IV-5. Grâce à ces valeurs, nous pouvons remarquer que la pénétration d'oxygène augmente plus fortement pour des températures de vieillissement élevées. En effet, le coefficient de diffusion de l'oxygène augmentant avec la température, l'oxygène diffuse plus profondément à une température plus élevée qu'une autre, pour une même durée.

Tableau IV-5 : Profondeurs de pénétration d'oxygène pour les échantillons vieillis à 450°C, 550°C, 600°C et 700°C

Profondeur (µm)	450°C	550°C	600°C	700°C
500h	11	30	63	95
5000h	-	51	118	Épaisseur totale

#### IV.3.2. Modélisation des profils de diffusion

Les profils de diffusion de l'oxygène précédemment obtenus ont été modélisés grâce à la deuxième loi de Fick, afin de déterminer les coefficients de diffusion de l'oxygène :

$$\frac{C_x - C_0}{C_s - C_0} = 1 - \operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) \quad \text{Équation IV-2}$$

$C_x$  correspond à la teneur en oxygène à la distance  $x$ ,  $C_s$  est la teneur en oxygène à l'interface métal-oxyde,  $C_0$  est la concentration initiale en oxygène à cœur,  $D$  le coefficient de diffusion, et  $t$  le temps d'exposition.

La Figure IV-10 présente les profils expérimentaux et théoriques de diffusion de l'oxygène pour les échantillons vieillis à 550°C et 600°C pendant 500h. Les profils théoriques s'ajustent bien avec les profils expérimentaux.

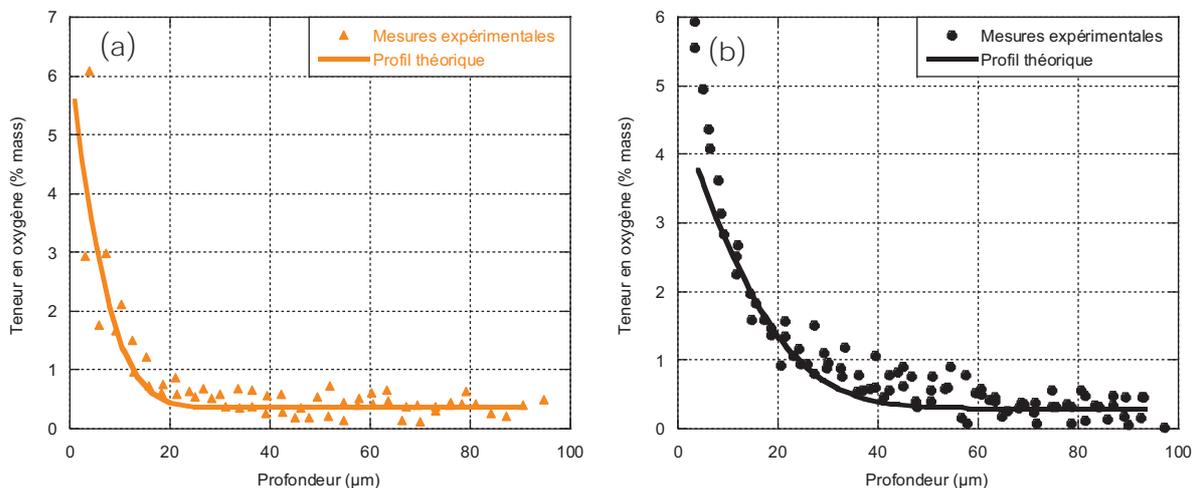


Figure IV-10 : Modélisation de l'évolution de la teneur en oxygène pour les échantillons vieillis pendant 500h à 550°C (a) et 600°C (b)

Les modélisations des profils expérimentaux ont été réalisées pour les échantillons vieillis à 450°C et 700°C pendant 500h, mais aussi pour les échantillons vieillis à 550°C et 600°C pendant 5000h. Les coefficients de diffusion de l'oxygène sont reportés dans le Tableau IV-6. Pour les deux températures 550°C et 600°C, deux valeurs du coefficient de diffusion

ont été reportées, pour deux durées d'exposition 500h et 5000h. Les valeurs de D pour chacune des températures sont relativement proches, validant ainsi la méthode de modélisation. Le coefficient de diffusion de l'oxygène augmente avec la température de vieillissement, ce qui est en accord avec la littérature.

*Tableau IV-6 : Coefficients de diffusion de l'oxygène D obtenus par analyses en microsonde électronique*

Température (°C)	450	550	600	700
Durée (h)	500	500	5000	500
Coefficient de diffusion D ( $10^{-18} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ )	6,0	25,4	11,8	73,0
		61,5	488,5	

Les coefficients de diffusion obtenus grâce aux analyses en microsonde électronique seront comparés à ceux obtenus grâce aux profils de microdureté et aux données de la littérature plus tard dans cette partie.

### IV.3.3. Calcul de l'oxygène dissout

L'aire sous la courbe de chacun des profils correspond à la quantité d'oxygène dissout dans le matériau pendant le traitement de vieillissement. La procédure de calcul de la masse d'oxygène dissout est détaillée dans la partie II.3.3.2. La masse d'oxygène dissout a ainsi été calculée pour l'ensemble des profils de diffusion réalisés et présentés dans le paragraphe précédent (cf. partie IV.3.1). La Figure IV-11 présente l'évolution de la quantité d'oxygène dissout dans le matériau en fonction de la température de vieillissement, pour deux durées de vieillissement 500h et 5000h. La quantité d'oxygène dissout dans le matériau augmente ainsi avec la température de vieillissement. Un effet de la durée de traitement thermique est notable pour les plus hautes températures ( $T > 550^\circ\text{C}$ ), puisque la quantité d'oxygène dissout augmente d'autant plus que la température et la durée de vieillissement augmentent. Aux plus basses températures, la diffusion de l'oxygène dans le matériau est limitée. Ce résultat est en accord avec le constat obtenu dans la partie IV.2, où le mécanisme d'oxydation prépondérant pour ce domaine de température est la formation de la couche d'oxyde, alors que la diffusion de l'oxygène dans le matériau domine pour le domaine des hautes températures ( $T > 550^\circ\text{C}$ ).

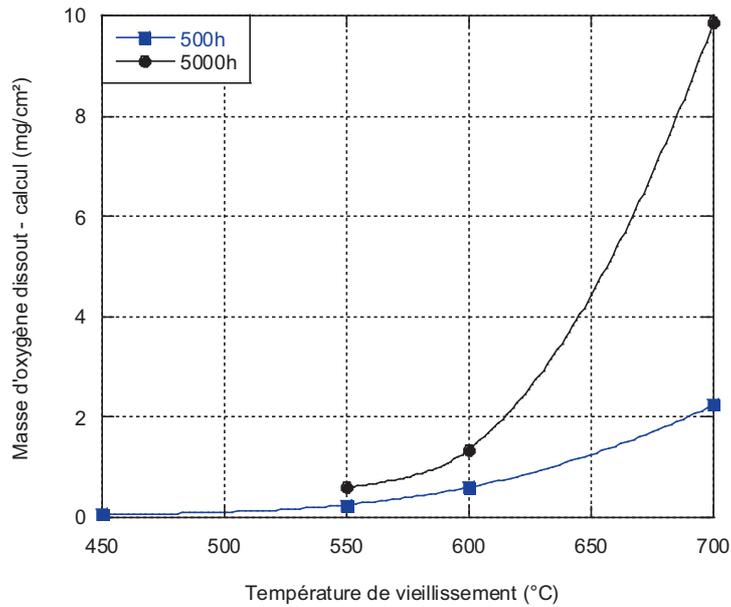


Figure IV-11 : Evolution de la masse d'oxygène dissout calculée par l'intégration des profils de concentration

Les quantités d'oxygène dissout ainsi obtenues avec l'intégration des profils de diffusion d'oxygène ont été comparées avec celles obtenues à partir des mesures de prises de masse et des épaisseurs de couche d'oxyde, dans la partie IV.2. La Figure IV-12 résume les teneurs en oxygène dissout obtenues par les deux méthodes, pour les différents couples Température - temps étudiés. Pour les basses températures 450°C et 550°C, la masse d'oxygène dissout reportée n'est autre que la prise de masse totale, vu qu'aucune couche d'oxyde n'a pu être observée au MEB pour ces températures. Les valeurs de prise de masse d'oxygène dissout obtenues par intégration des profils de diffusion sont supérieures à celles obtenues par l'intermédiaire des mesures d'épaisseur de couches d'oxyde pour les températures inférieures ou égales à 600°C. L'intégration des profils de concentration surestime ainsi la masse d'oxygène dissout dans le matériau. Cependant, l'accord entre ces deux méthodes reste satisfaisant pour les plus hautes températures.

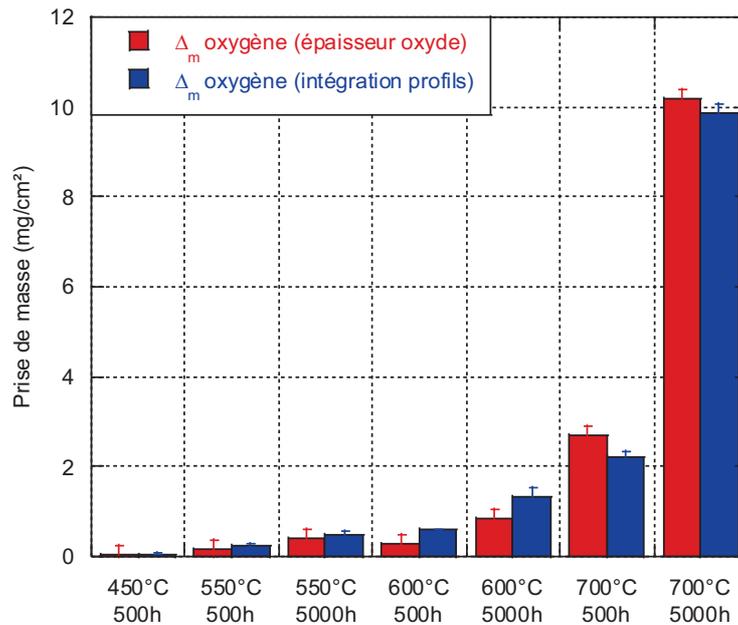


Figure IV-12 : Prises de masse d'oxygène dissout obtenues par les mesures d'épaisseur de couche d'oxyde et par les profils de diffusion

#### IV.4. Evolution de la microdureté

Des profils de microdureté ont été réalisés afin d'étudier l'évolution de la dureté du matériau en fonction de la température et de la durée du traitement thermique, sur toute l'épaisseur des échantillons. Le lien de proportionnalité entre la dureté du matériau et l'enrichissement en oxygène du matériau a été démontré par de nombreux auteurs [Kahveci, 1986, Liu and Welsch, 1988, Göbel, 2001]. Les profils de microdureté peuvent donc être un moyen intéressant pour caractériser la diffusion de l'oxygène dans le métal.

##### IV.4.1. Profil de microdureté

Des mesures de microdureté ont été réalisées d'une surface à l'autre de chacun des échantillons vieillis. La Figure IV-13 présente l'évolution de la dureté sur toute l'épaisseur des échantillons vieillis pendant 500h pour chacune des températures de vieillissement. La dureté de l'échantillon non vieilli est constante sur toute son épaisseur et est égale à 352 HV. Cette valeur de référence est également reportée sur le graphe. Pour les trois plus basses températures de vieillissement, la dureté du matériau est supérieure à celle du matériau non vieilli, la dureté diminuant avec l'augmentation de la température de vieillissement. Pour les températures supérieures à 550°C, la dureté est plus élevée sur les bords de l'échantillon qu'en cœur d'échantillon. De plus, la dureté en proche surface augmente avec la température de vieillissement. En cœur d'échantillon, la dureté diminue au fur et à mesure de l'augmentation de la température de vieillissement.

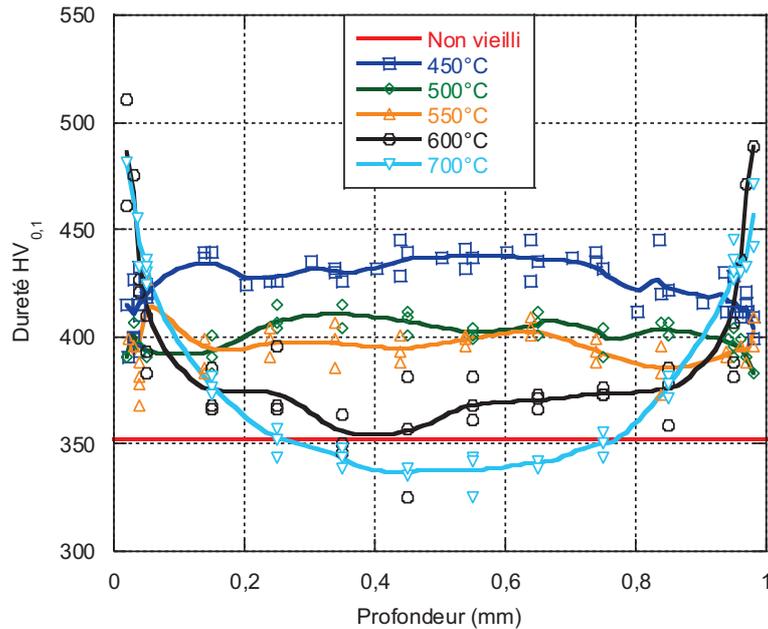


Figure IV-13 : Profils de dureté sur toute l'épaisseur des échantillons vieillis pendant 500h

Analysons dans un premier temps l'évolution de la dureté à cœur, en fonction des différents paramètres de vieillissement. La Figure IV-14 présente l'évolution de la dureté, en fonction de la température et de la durée du traitement thermique. La valeur référence de l'échantillon non vieilli a également été reportée. La dureté à cœur des échantillons vieillis jusqu'à 650°C est supérieure ou égale à celle de l'échantillon non vieilli, quelle que soit la durée de vieillissement. Cependant, la dureté diminue avec l'augmentation de la température de vieillissement. A 450°C, la dureté s'élève à 430 HV, pour atteindre une valeur similaire à celle du matériau non vieilli à 650°C. Pour les deux plus basses températures de vieillissement, aucun effet de la durée sur la dureté n'est observable. Au-delà de 500°C et pour des températures inférieures à 650°C, la dureté diminue quand la durée de vieillissement augmente. Pour les vieillissements à 700°C, l'effet de la durée est tout autre : la dureté augmente de façon significative avec l'augmentation de la durée de vieillissement. En effet, après 500h de vieillissement à 700°C, la dureté s'élève à 342 HV, tandis qu'elle est égale à 463 HV après 5000h de vieillissement.

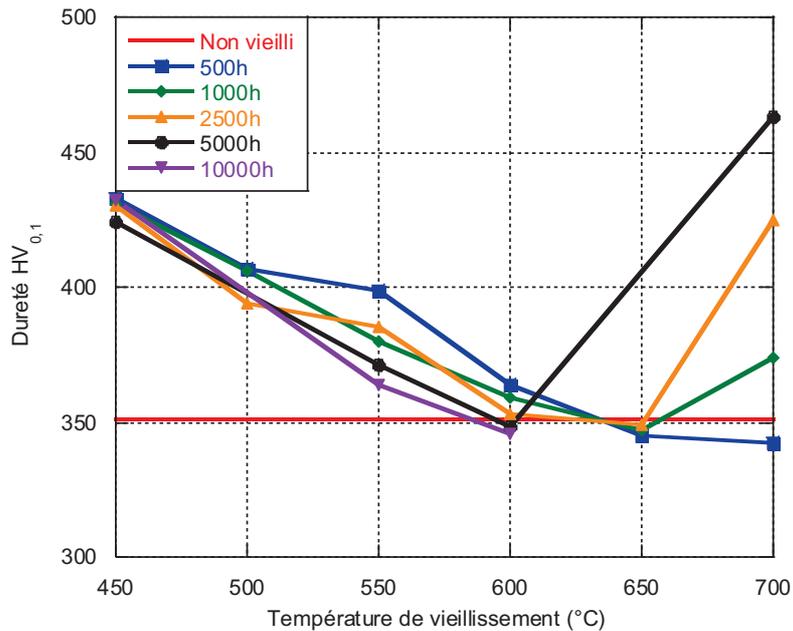


Figure IV-14 : Evolution de la dureté à cœur des échantillons vieillissants

Etudions maintenant l'effet de la durée de vieillissement en bords d'échantillons. La Figure IV-15 présente l'évolution de la dureté pour les échantillons vieillissants à 450°C (a), 550°C (b), 600°C (c) et 700°C (d) pour toutes les durées d'expositions. Pour la plus basse température, la dureté reste constante sur toute l'épaisseur de l'échantillon, sans effet de la durée de vieillissement. Pour les températures plus élevées, la dureté est plus élevée en proche surface qu'à cœur, et augmente en très proche surface avec la durée d'exposition. De plus, l'augmentation en très proche surface de la dureté est d'autant plus importante que la température de vieillissement est élevée.

Etant donné que la dureté du matériau est proportionnelle à la teneur en oxygène, l'augmentation de la dureté en proche surface est directement liée à la diffusion de l'oxygène dans le matériau pendant le traitement thermique. De plus, l'augmentation de la dureté à cœur des échantillons vieillissants à 700°C au fur et à mesure de l'augmentation de la durée du traitement thermique est directement liée à la pénétration de l'oxygène dans le matériau à cœur, constatée dans la partie IV.3.1.

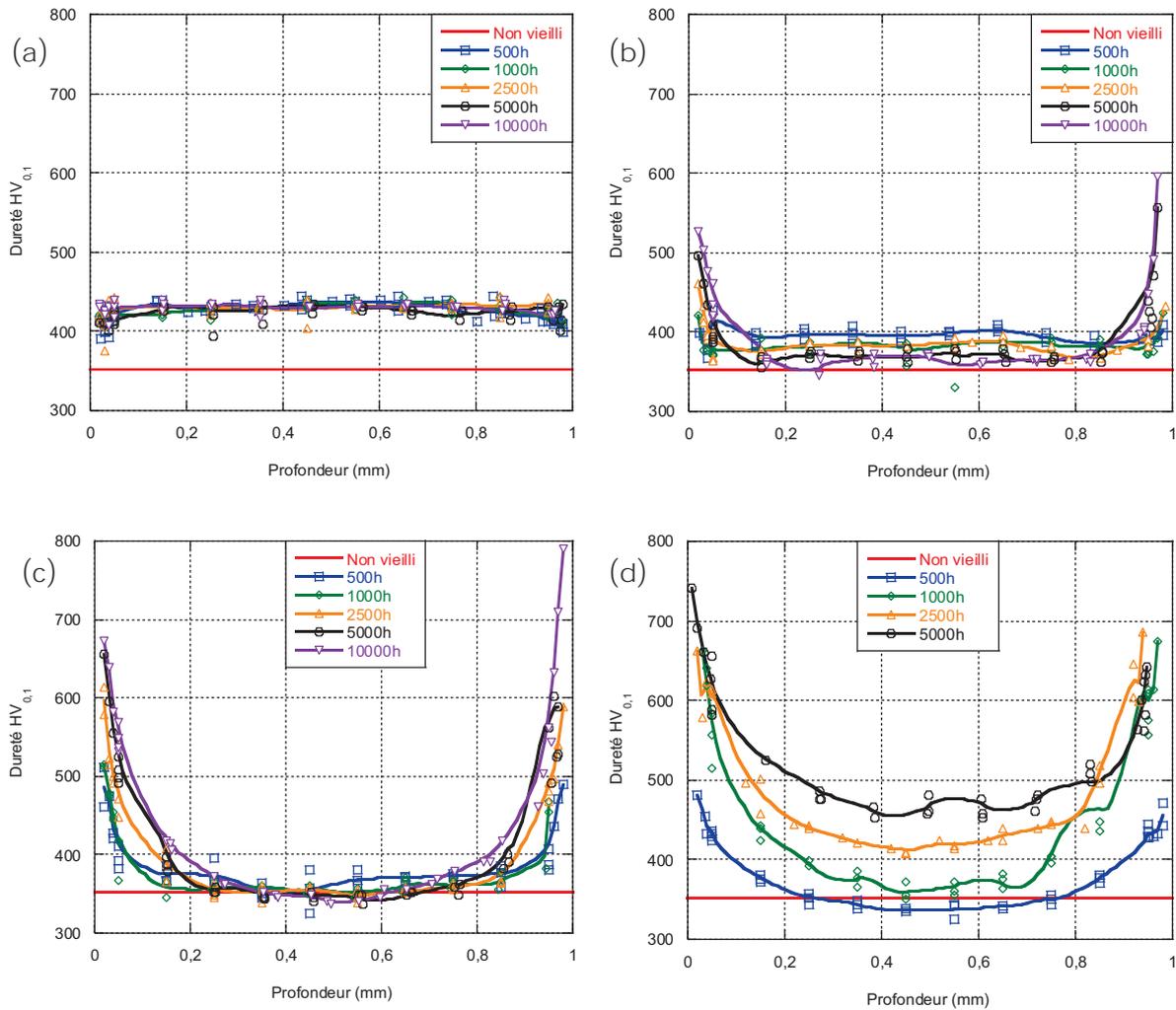


Figure IV-15 : Profils de dureté sur toute l'épaisseur des échantillons vieillis à 450°C (a), 550°C (b), 600°C (c) et 700°C (d)

Les profils de dureté sont un moyen intéressant de déterminer une zone affectée par l'oxygène. La profondeur de cette zone affectée correspond à la profondeur limite où la dureté est égale à 3 % de la dureté moyenne mesurée à cœur. Le Tableau IV-7 résume les profondeurs de la zone affectée par l'oxygène déterminées à partir des profils de dureté obtenus.

Tableau IV-7 : Profondeurs de la zone affectée par l'oxygène pour les échantillons vieillis à 450°C, 550°C, 600°C et 700°C

Profondeur ( $\mu\text{m}$ )	550°C	600°C	700°C
500h	-	150	250
5000h	50	254	384
10000h	160	378	-

#### IV.4.2. Lien avec la teneur en oxygène

Des mesures de dureté Knoop ont été réalisées sur l'échantillon vieilli à 600°C pendant 5000h. Le pénétrateur Knoop, est pyramidal comme l'indent Vickers, mais un côté du losange est plus étiré que l'autre. Ce type de mesure permet ainsi d'étudier l'évolution de la dureté sur des couches minces, avec des empreintes plus resserrées. Pour modéliser le profil expérimental de dureté, nous avons considéré que la microdureté et la teneur en oxygène sont proportionnelles. Ainsi, la deuxième loi de Fick (cf. Équation IV-2) a été adaptée, la teneur en oxygène ayant été remplacée par la dureté :

$$\frac{H_x - H_0}{H_s - H_0} = 1 - \operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) \quad \text{Équation IV-3}$$

$H_x$  correspond à la dureté à la distance  $x$ ,  $H_s$  est la dureté à l'interface métal-oxyde,  $H_0$  est la dureté à cœur,  $D$  le coefficient de diffusion, et  $t$  le temps d'exposition.

La Figure IV-16 présente les profils expérimental et théorique de la dureté de l'échantillon vieilli à 600°C pendant 5000h. Le profil théorique s'ajuste bien avec le profil expérimental. Le coefficient de diffusion de l'oxygène obtenu grâce à cette modélisation est de  $1,88 \cdot 10^{-16} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ . Ce coefficient est légèrement supérieur à ceux obtenus dans la partie IV.3.2.

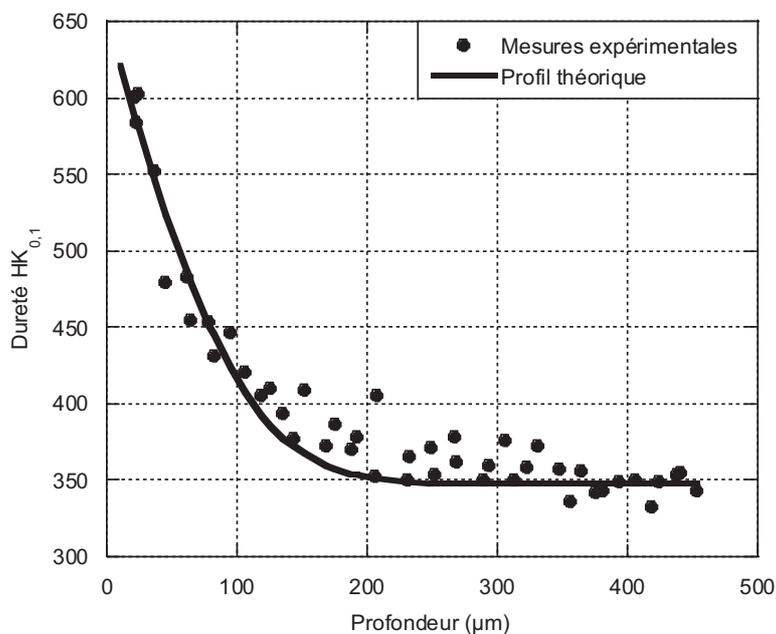


Figure IV-16 : Modélisation de l'évolution de la dureté pour l'échantillon vieilli à 600°C pendant 5000h

Les différents coefficients de diffusion obtenus dans cette partie grâce aux profils de microsonde et ceux de dureté sont résumés dans la Figure IV-17 et sont comparés à ceux de la littérature, pour un alliage de titane pur  $\alpha$  [David, 1983].

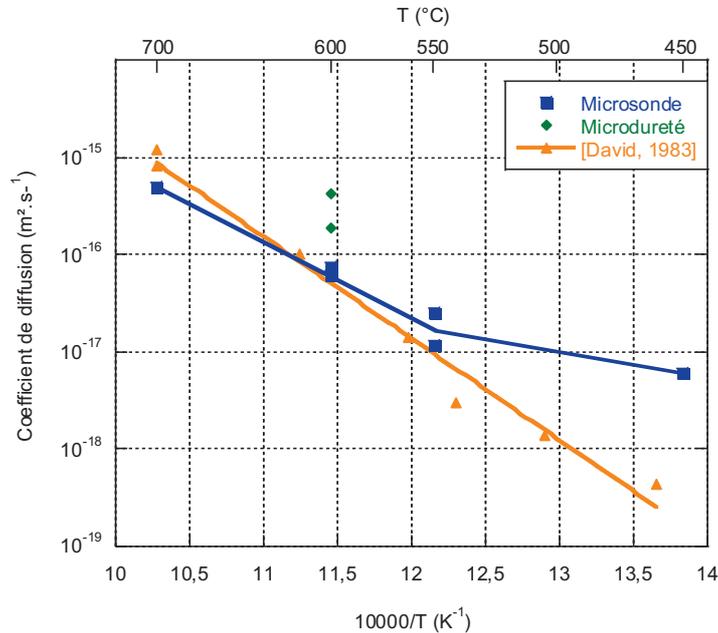


Figure IV-17 : Coefficients de diffusion déterminés grâce aux résultats obtenus par microsonde et par microdureté, comparés à ceux de la littérature

Les coefficients de diffusion obtenus sont très proches de la littérature pour les températures supérieures à  $550^{\circ}\text{C}$ . Cependant à  $450^{\circ}\text{C}$ , le coefficient de diffusion obtenu au cours de cette étude est bien supérieur à celui de la littérature. Ce résultat peut s'expliquer par la difficulté de modéliser le profil obtenu. En effet, la zone de diffusion de l'oxygène à cette température est très faible ( $< 10 \mu\text{m}$ ), et donc l'erreur sur le modèle est plus importante. Pour affiner notre coefficient, il faudrait réaliser un profil de diffusion de l'oxygène pour une durée de vieillissement plus grande (10000h) à cette température, avec une profondeur de pénétration d'oxygène plus importante, diminuant ainsi l'erreur sur le modèle.

### Synthèse sur l'oxydation de l'alliage Ti- $\beta$ 21S

Les suivis de prise de masse au cours des vieillissements ont mis en évidence deux comportements distincts. Pour les basses températures ( $\leq 550^{\circ}\text{C}$ ), les prises de masse sont relativement faibles et augmentent légèrement avec la durée de vieillissement. Au contraire, pour les températures supérieures à  $550^{\circ}\text{C}$ , les prises de masse sont bien plus importantes et augmentent considérablement avec la durée de vieillissement. Les

cinétiques d'oxydation pour chacune des températures étudiées ont été calculées. Grâce aux mesures des épaisseurs des couches d'oxyde, les cinétiques d'oxydation liées exclusivement à la formation de la couche d'oxyde ont été déterminées. Les différentes cinétiques d'oxydation obtenues ont été reportées sur un diagramme d'Arrhenius. L'oxydation du titane est la somme de deux phénomènes : le premier est la formation et croissance de la couche d'oxyde et le second est la diffusion de l'oxygène dans le métal. Pour les températures les plus basses ( $\leq 550^\circ\text{C}$ ), il semblerait que le mécanisme prépondérant est la formation et la croissance de la couche d'oxyde, avec une énergie d'activation s'élevant à  $19,1 \text{ kcal.mol}^{-1}$ . Pour les températures plus élevées ( $> 550^\circ\text{C}$ ), la diffusion de l'oxygène semble contrôler le processus d'oxydation de l'alliage. L'énergie d'activation de ce phénomène est de  $74,0 \text{ kcal.mol}^{-1}$ .

Les profils de diffusion de l'oxygène ont montré que la teneur en oxygène est plus importante en proche surface qu'à cœur, quelles que soient la température et la durée de vieillissement. De plus, la profondeur de diffusion de l'oxygène augmente avec la température et la durée de vieillissement. Un cas particulier à  $700^\circ\text{C}$  a été observé. Pour le vieillissement de 5000h, la teneur en oxygène est relativement constante sur toute l'épaisseur de l'échantillon, l'oxygène ayant ainsi diffusé jusqu'au cœur de l'échantillon. Les profils de dureté ont mis en évidence deux domaines de températures. La dureté des échantillons vieillis aux basses températures ( $\leq 550^\circ\text{C}$ ) est constante sur toute l'épaisseur de l'échantillon. Pour des températures plus élevées, la dureté est plus élevée en surface et diminue progressivement avec la profondeur. A cœur des échantillons, la dureté, toujours supérieure à celle du matériau non vieilli, diminue avec l'augmentation de la température de vieillissement. A  $700^\circ\text{C}$ , la dureté augmente à cœur avec la durée de vieillissement. La dureté étant proportionnelle à la teneur en oxygène, l'augmentation de la dureté en proche surface s'explique par la présence d'oxygène et la diffusion de celui-ci dans le matériau. De plus, à  $700^\circ\text{C}$ , l'augmentation à cœur de la dureté avec l'augmentation de la durée s'explique par la diffusion de l'oxygène dans toute l'épaisseur du matériau de l'oxygène. Les profils de diffusion de l'oxygène et de la dureté ont été modélisés afin d'obtenir les coefficients de diffusion pour chacune des températures étudiées, coefficients de diffusion en accord avec ceux de la littérature.





## Chapitre V. Comportement mécanique de l’alliage Ti-β21S

---

<i>V.1. Comportement en traction du matériau avant vieillissement .....</i>	<i>129</i>
V.1.1. Influence de la microstructure.....	129
V.1.2. Influence de la température.....	131
V.1.3. <b>Sensibilité de la contrainte d’écoulement à la vitesse de déformation</b> .....	135
<i>V.2. Comportement en traction du matériau après vieillissement .....</i>	<i>140</i>
V.2.1. Etude du comportement en traction à température ambiante.	140
V.2.1.1. Courbes de traction .....	140
V.2.1.2. Faciès de rupture.....	143
V.2.2. Etude du comportement en traction à 550°C.....	146
V.2.2.1. Courbes de traction à 550°C .....	146
V.2.2.2. Observation des fissures en surface des éprouvettes après traction	149
V.2.3. Evolution des paramètres caractéristiques .....	151
<i>V.3. Comportement en fatigue du matériau après vieillissement .....</i>	<i>156</i>
V.3.1. Etude du comportement en fatigue à température ambiante ..	156
V.3.1.1. Courbes de fatigue.....	156
V.3.1.2. Faciès de rupture.....	160
V.3.2. Etude du comportement en fatigue à 550°C .....	162
V.3.2.1. Courbes de fatigue.....	162
V.3.2.2. Faciès de fatigue .....	165



Au cours de ces travaux, nous avons étudié le comportement mécanique de l'alliage Ti-β21S à l'état initial et après vieillissement. Dans un premier temps, le comportement mécanique de la matière avant les traitements thermiques de vieillissement a été étudié, en faisant varier deux paramètres : la température d'essai et la vitesse de déformation. Ces différents essais de traction ont été réalisés sur les trois types d'états microstructuraux : mis en solution, CBDP et traité TIMET. Dans un second temps, l'effet du vieillissement sur le comportement mécanique en traction et en fatigue a été étudié, à température ambiante et à 550°C pour les échantillons vieillis à partir de l'état initial CBDP.

### V.1. Comportement en traction du matériau avant vieillissement

Nous présentons ici le comportement mécanique en traction à température ambiante pour l'état mis en solution et les états CBDP et traité TIMET. La définition précise de ces différents états ainsi que les microstructures associées ont été exposées dans la partie II.1. Les effets de la température et de la vitesse de déformation sont ensuite présentés pour les deux états microstructuraux précipités.

#### V.1.1. Influence de la microstructure

Des essais de traction à vitesse de déformation monotone ( $\dot{\epsilon} = 4,3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) ont été réalisés dans un premier temps à température ambiante, pour les trois types de microstructures. Pour rappel, à température ambiante, un extensomètre est utilisé pour mesurer la déformation de l'éprouvette. Une courbe représentant la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie pour chacune des microstructures est reportée sur la Figure V-1. Pour le matériau à l'état mis en solution, la limite d'élasticité à 0,2 % de déformation plastique s'élève à 922 MPa, le matériau s'écrouit ensuite modérément. Le matériau se rompt à la suite d'une striction importante, pour un allongement total autour de 20 %. Ce comportement en traction est caractéristique des matériaux monophasés à maille cubique centrée. Pour le matériau à l'état CBDP, la limite d'élasticité est légèrement supérieure à celle de la microstructure précédente,  $\sigma_{0,2} = 1012 \text{ MPa}$ , s'ensuit un écrouissage constant, jusqu'à rupture avec une très faible striction. L'allongement à rupture est plus faible que pour la microstructure précédente, autour de 15 %. Enfin, pour la troisième microstructure, la limite d'élasticité est bien supérieure à celle des deux premières microstructures,  $\sigma_{0,2} = 1457 \text{ MPa}$ . La contrainte d'écoulement augmente de manière constante par la suite, et le matériau se rompt après une légère striction, pour un allongement à rupture autour de 7 %.

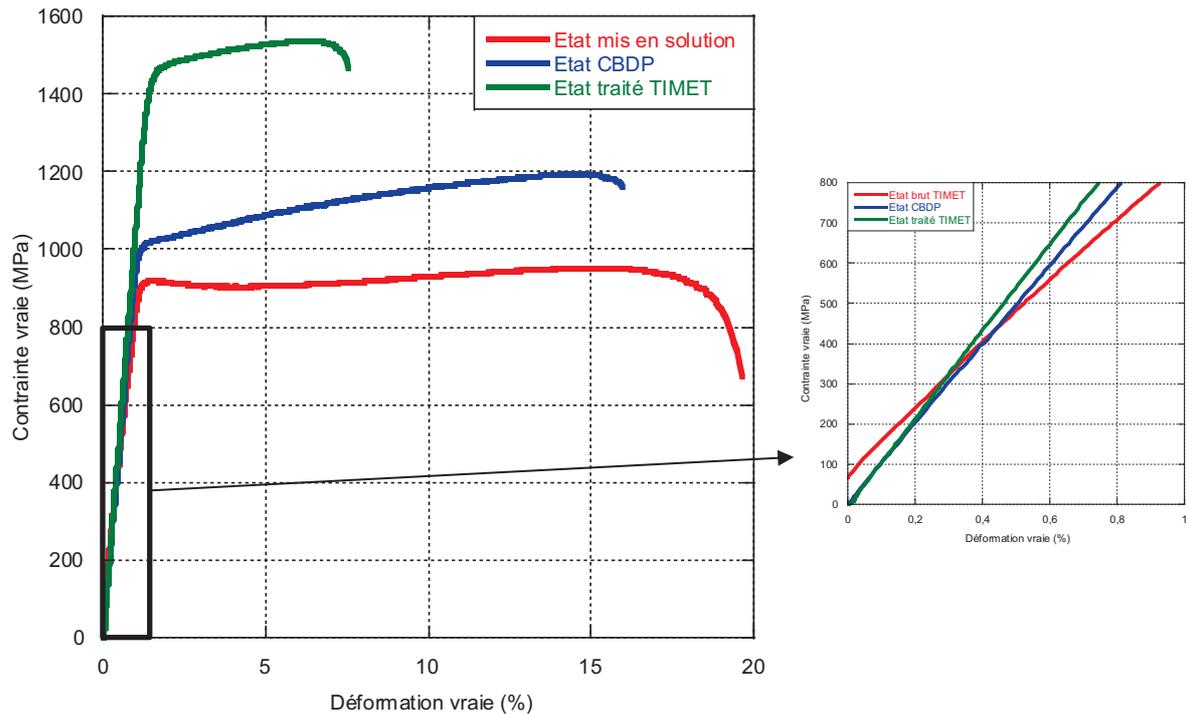


Figure V-1 : Courbes de traction à 20°C pour les trois types de microstructure étudiés, état mis en solution, état CBDP et état traité TIMET

Le comportement en traction à température ambiante est très différent pour ces trois microstructures. Les limites d'élasticité pour les deux états CBDP et traité TIMET sont supérieures à celle obtenue pour le matériau à l'état mis en solution. De plus, le matériau s'écroute de manière constante pour ces deux microstructures, alors que cet écrouissage n'est que très modéré pour la microstructure à l'état mis en solution. Pour le matériau à l'état mis en solution et le matériau traité TIMET, ayant une taille de grains similaire ( $\approx 20 \mu\text{m}$ ), l'augmentation de la contrainte d'écoulement est due à la présence de la phase  $\alpha$ . La précipitation de lamelles  $\alpha$  durcit le matériau en rajoutant des obstacles aux mouvements des dislocations. La diminution de la contrainte d'écoulement pour le matériau à l'état CBDP par rapport à celui à l'état traité TIMET résulte de plusieurs phénomènes. Le premier est l'augmentation de la taille de grains, 10 fois supérieure pour l'état CBDP (effet Hall-Petch). En effet, la limite d'élasticité est dépendante la taille de grains, et inversement proportionnelle à celle-ci [Sergueeva, 2001]. Le second phénomène est la diminution de la fraction volumique de phase  $\alpha$  ainsi que le grossissement des lamelles  $\alpha$  pour l'état CBDP. Enfin, une dernière conséquence de la présence de la phase  $\alpha$  dans l'alliage est la diminution de l'allongement à rupture. En effet, plus la fraction volumique de phase  $\alpha$  augmente et plus l'allongement à rupture diminue.

Un agrandissement du domaine élastique des trois courbes de traction met en évidence une différence de la valeur du module d'Young entre les différents états microstructuraux. Ainsi, les modules d'Young des deux états précipités CBDP et traité TIMET, respectivement 98 GPa et 113 GPa, sont supérieurs à celui de l'état mis en solution, 80 GPa. Ces valeurs sont à relier directement avec les fractions volumiques de phase  $\alpha$  de chacun de ces états métallurgiques, comme cela sera présenté en discussion. Une comparaison avec les modules d'Young obtenus par résonance acoustique (cf. Annexe IV) sera également présentée en partie Chapitre VI.

#### V.1.2. Influence de la température

L'effet de la température sur le comportement mécanique de l'alliage Ti-β21S a été étudié pour les deux types de microstructures précipitées, la première obtenue après traitements thermiques industriels (CBDP) et la seconde obtenue après traitement thermique TIMET.

Des essais de traction à vitesse de déformation monotone ( $\dot{\epsilon} = 4,3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) ont été réalisés pour étudier le comportement en traction de l'alliage à différentes températures, de 20°C à 700°C. A des températures d'essais autres que la température ambiante, la déformation est mesurée uniquement par le déplacement de la traverse, qui englobe la déformation de la ligne, le glissement éventuel de l'éprouvette et la déformation de l'éprouvette. Les valeurs de déformation relevées dans cette partie surestiment ainsi la déformation réelle de l'éprouvette. La Figure V-2 et la Figure V-3 montrent l'évolution de la contrainte d'écoulement en fonction de la déformation pour chacune des températures d'essai et ce pour les deux microstructures précipitées  $\alpha$ , respectivement état CBDP et état traité TIMET.

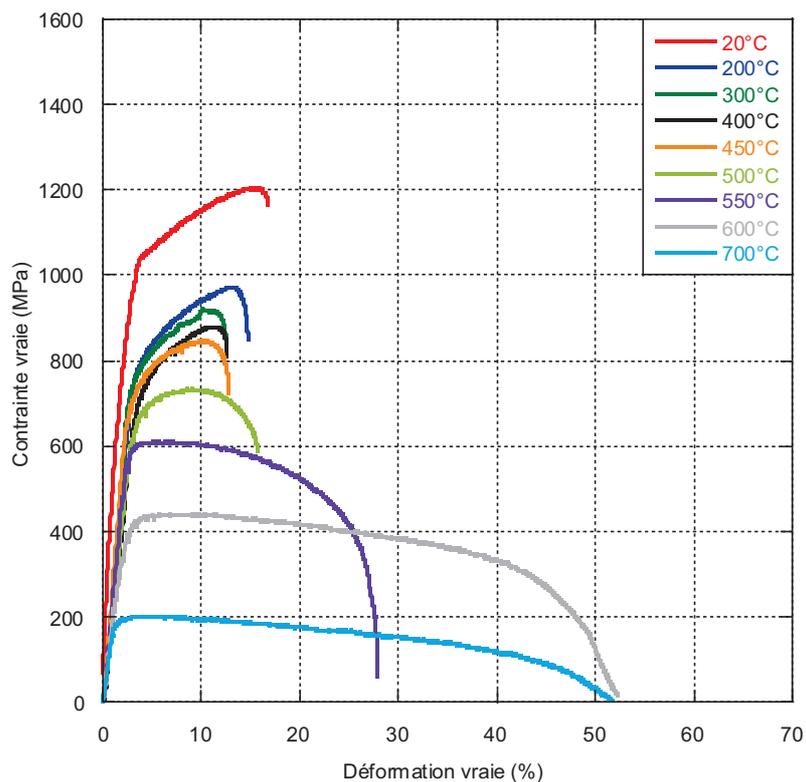


Figure V-2 : Evolution de la contrainte d'écoulement en fonction de la déformation pour chaque température d'essai pour l'état CBDP

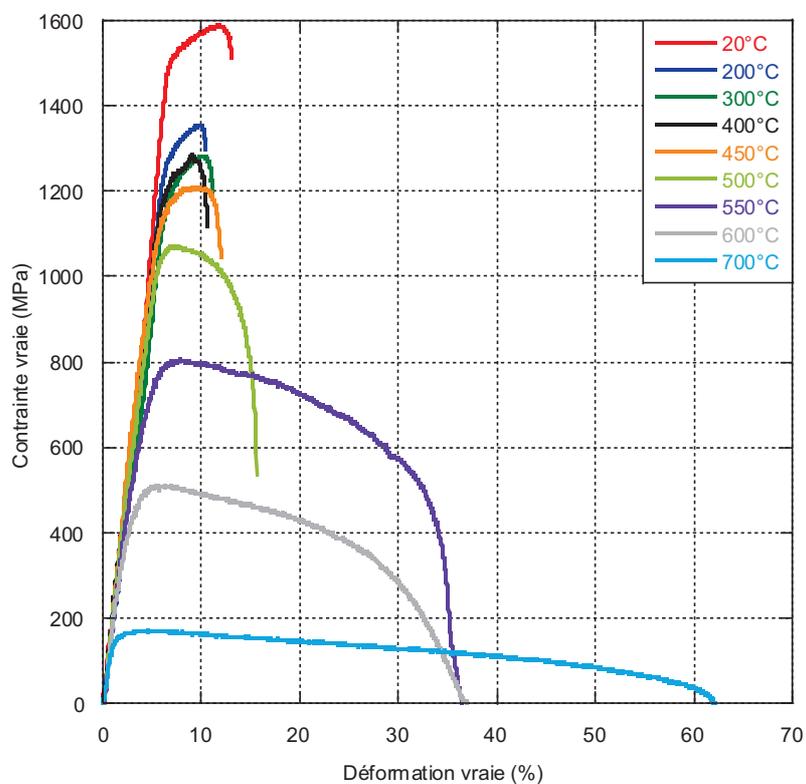


Figure V-3 : Evolution de la contrainte d'écoulement en fonction de la déformation pour chaque température d'essai pour l'état traité TIMET

L'évolution des courbes en fonction de la température nous montre que le taux d'écroutissage est stable jusqu'à 400°C mais diminue fortement au-delà de cette température. De plus, la contrainte d'écoulement n'évolue, quant à elle, pas linéairement avec la température. Enfin, la déformation à rupture reste relativement stable jusqu'à 500°C, mais augmente considérablement pour des températures supérieures, pour atteindre plus de 50 % de déformation à 700°C. Le comportement général du matériau est semblable pour les deux états microstructuraux. Cependant, le niveau de la contrainte d'écoulement est supérieur pour l'état traité TIMET, pour des températures inférieures à 600°C. De plus, comme vu précédemment (partie V.1.1), l'allongement à rupture est plus faible pour l'état traité TIMET. Ces différences sont directement liées aux microstructures initiales, l'état traité TIMET ayant une fraction volumique de phase  $\alpha$  plus élevée et des précipités  $\alpha$  plus fins.

Les paramètres caractéristiques des essais de traction, à savoir la limite d'élasticité à 0,2 % de déformation plastique, la résistance maximale et l'allongement à rupture, ont été tracés en fonction de la température d'essai sur les graphes de la Figure V-4 et de la Figure V-5. Comme observé précédemment,  $\sigma_{0.2}$  et  $\sigma_M$  n'évoluent pas linéairement avec la température. En effet, les deux contraintes caractéristiques diminuent fortement jusqu'à 200°C, puis se stabilisent entre 200°C et 500°C, et enfin diminuent drastiquement jusqu'à 700°C. L'allongement à rupture diminue très légèrement jusqu'à 200°C, puis se stabilise jusqu'à 500°C et enfin augmente fortement jusqu'à 700°C.

Quelques différences sont toutefois à noter entre les deux microstructures. En effet, pour la microstructure à l'état traité TIMET, les niveaux de contraintes sont plus élevés pour les températures inférieures à 600°C. L'allongement à rupture est similaire entre les deux états. Cependant, la stabilisation des contraintes entre 200°C et 500°C est moins marquée pour l'état traité TIMET que pour l'état CBDP.

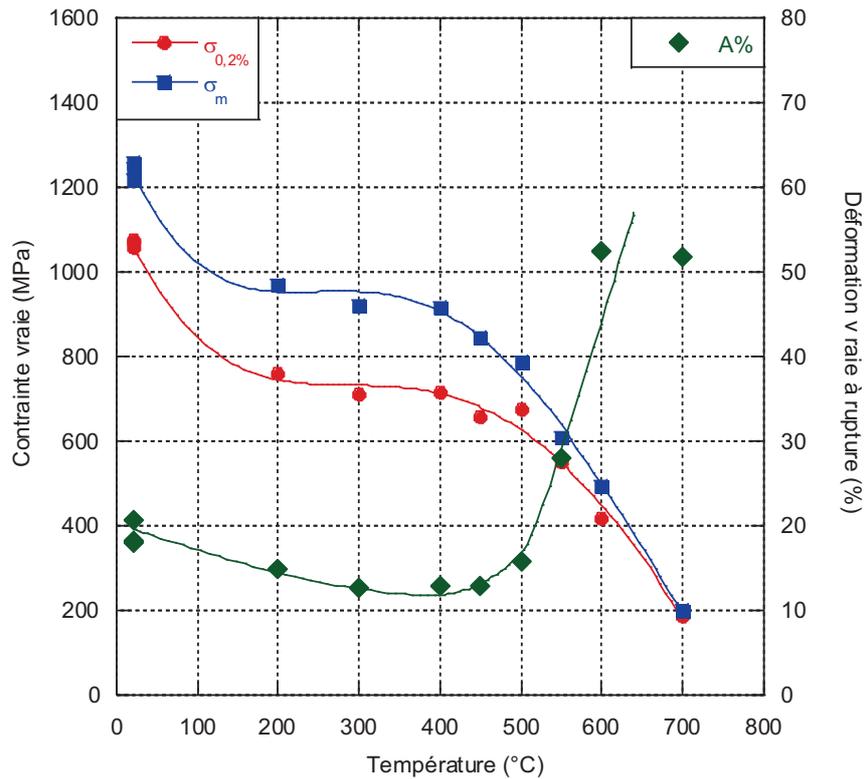


Figure V-4 : Evolution de la limite d'élasticité, de la résistance maximale et de la déformation à rupture en fonction de la température d'essai pour l'état CBDP

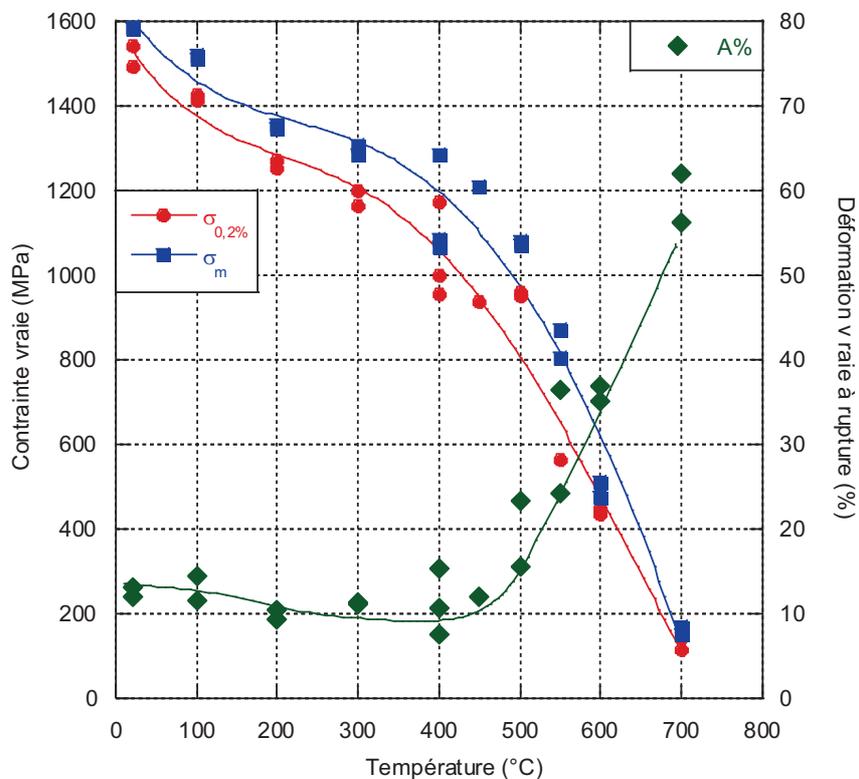


Figure V-5 : Evolution de la limite d'élasticité, de la résistance maximale et de la déformation à rupture en fonction de la température d'essai pour l'état traité TIMET

Ainsi, trois domaines de températures peuvent être déterminés. Un premier domaine, qui s'étend de la température ambiante à 200°C, est appelé domaine des basses températures. Le second domaine, de 200°C à 500°C, est celui des températures intermédiaires. Enfin, le troisième domaine, pour des températures supérieures à 500°C, est nommé domaine des hautes températures. Cette évolution des propriétés mécaniques en fonction de la température est couramment observée pour les alliages de titane [Rosen, 1999, Surand, 2013]. Fanning [Fanning, 1993] a en effet observé une même évolution des propriétés en traction avec la température sur le Ti-β21S.

### V.1.3. Sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation

Pour caractériser la sensibilité de la contrainte d'écoulement de l'alliage à la vitesse de déformation, des essais de traction avec des sauts de vitesse de déformation ont été réalisés sur les éprouvettes des lots matière traité TIMET et CBDP. Le protocole d'essai est présenté dans la partie II.4.2.2. Les trois valeurs des vitesses de déformation imposées sont les suivantes :  $\dot{\epsilon}_4 = 4,3 \cdot 10^{-4} s^{-1}$ ,  $\dot{\epsilon}_3 = 4,3 \cdot 10^{-3} s^{-1}$  et  $\dot{\epsilon}_5 = 4,3 \cdot 10^{-5} s^{-1}$ .

La Figure V-6 présente les courbes de traction avec sauts de vitesse de déformation pour les éprouvettes à l'état CBDP. Des essais ont été réalisés ponctuellement afin d'explorer la sensibilité à la vitesse de déformation dans les trois domaines de températures précédemment décrits. Quatre essais ont ainsi été réalisés : un premier à température ambiante dans le domaine des basses températures (20°C - 200°C), un second à 300°C dans le domaine des températures intermédiaires (200°C - 450°C) et enfin les deux derniers à 500°C et 700°C dans le troisième domaine des hautes températures (450°C - 700°C). A noter que pour les trois premiers essais, le premier saut a été réalisé dans le domaine élastique, il ne sera donc pas analysé. Pour le premier essai dans le domaine des basses températures, une diminution de la vitesse de déformation conduit à une diminution de la contrainte d'écoulement et inversement pour une augmentation de la vitesse de déformation. La sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation est donc positive. Pour les deux sauts, une perte ou un gain de 30 MPa est observé sur la contrainte d'écoulement. Pour le deuxième essai à 300°C, le comportement du matériau après les sauts de vitesse de déformation est différent. En effet, lorsque la vitesse de déformation diminue, la contrainte d'écoulement ne diminue pas mais tend à augmenter, et inversement lorsque la vitesse de déformation augmente. La sensibilité à la vitesse de déformation est alors négative. A cette température, des instabilités plastiques de faibles amplitudes sont observées dans le domaine plastique, en très grand

nombre lorsque la vitesse de déformation est faible  $\dot{\epsilon}_5$ . Ces instabilités plastiques sont typiques du phénomène Portevin-Le Chatelier, et sont couramment observées dans ce domaine de températures intermédiaires pour les alliages de titane. A ces températures, des interactions entre solutés et dislocations ont lieu, et les instabilités plastiques révèlent macroscopiquement ces interactions. Les deux dernières courbes représentent les essais réalisés à 500°C et 700°C dans le domaine des hautes températures. A ces températures, la sensibilité à la vitesse de déformation est de nouveau positive, ainsi lorsque la vitesse de déformation augmente, la contrainte d'écoulement augmente également et inversement lors d'une diminution de la vitesse de déformation. Cependant, l'amplitude des variations de la contrainte d'écoulement est bien plus importante qu'à 20°C (80 MPa à 700°C contre 30 MPa à 20°C).

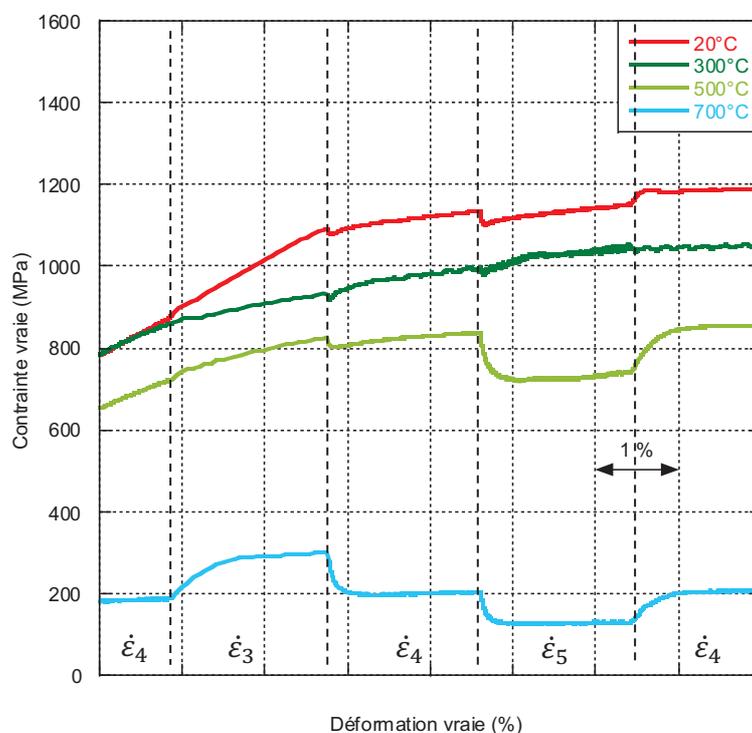


Figure V-6 : Courbes de traction avec sauts de vitesse déformation pour le matériau à l'état CBDP

La Figure V-7 représente les courbes de traction avec sauts de vitesse de déformation pour le matériau à l'état traité TIMET. Pour ce lot d'éprouvettes, les essais ont été réalisés de 20°C à 700°C tous les 100°C, et tous les 50°C entre 400°C et 600°C. Pour tous les essais, l'enchaînement des sauts de vitesse de déformation est identique, et le premier saut a été réalisé dans le domaine plastique. Les comportements observés pour le précédent lot d'éprouvettes à l'état CBDP se retrouvent pour ce lot de matière. Pour les

essais de traction à 20°C et pour des températures supérieures à 500°C, une augmentation de la vitesse de déformation entraîne une augmentation de la contrainte d'écoulement, et inversement pour une diminution de la vitesse de déformation. La sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation est ainsi positive. Les amplitudes des variations de contraintes sont toutefois plus importantes pour les essais dans le domaine des hautes températures que pour celui à 20°C. Le domaine des températures intermédiaires avec une sensibilité quasi nulle est également observé pour les essais entre 200°C et 450°C, où un saut de vitesse entraîne peu de variation de la contrainte d'écoulement.

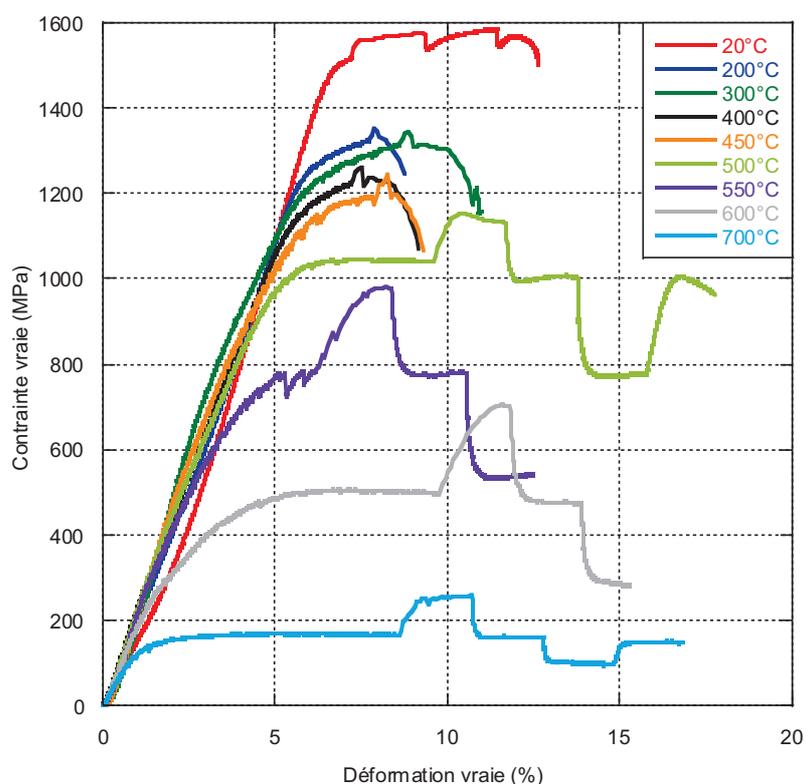


Figure V-7 : Courbes de traction avec sauts de vitesse de déformation pour le **matériau à l'état traité TIMET**

Pour caractériser la sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation, le paramètre  $m$  est calculé selon l'Equation II-5. Pour les essais réalisés sur les éprouvettes à l'état traité TIMET dans le domaine des températures intermédiaires, un seul saut a pu être réalisé. De plus, l'éprouvette s'est souvent rompue très peu de temps après le saut, ne permettant pas une stabilisation complète de la contrainte d'écoulement. Pour ces températures là (200°C, 400°C et 450°C), la valeur du paramètre  $m$  n'a donc pas pu être calculée de façon précise mais une valeur nulle a été estimée. La Figure V-8 présente l'évolution du paramètre  $m$  en fonction de la température d'essai. Pour les températures

inférieures à 200°C, la valeur du paramètre  $m$  est faible et n'évolue pas. Au-delà de 200°C, le paramètre  $m$  diminue puis se stabilise pour atteindre une valeur nulle voire négative. Pour les températures supérieures à 450°C, la valeur du paramètre  $m$  évolue fortement avec la température d'essai. La sensibilité de la contrainte d'écoulement est donc positive, l'alliage étant de plus en plus sensible à la vitesse de déformation avec l'augmentation de la température. Les valeurs des paramètres  $m$  entre les deux états microstructuraux sont similaires. Les grandes différences microstructurales entre les deux états sont une taille de grains  $\beta$  plus petite, une fraction volumique de phase  $\alpha$  plus élevée et des lamelles  $\alpha$  plus fines pour l'état traité TIMET. La sensibilité à la vitesse de déformation n'est donc pas liée à ces trois paramètres microstructuraux.

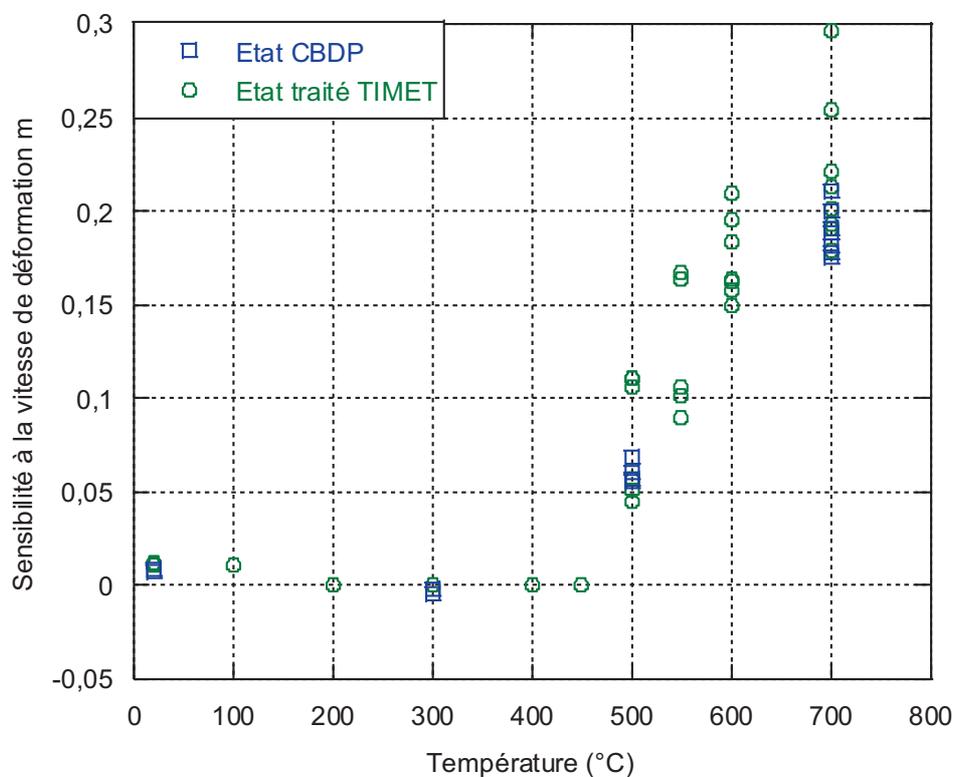


Figure V-8 : Evolution du paramètre  $m$  de sensibilité à la vitesse de déformation en fonction de la température pour les matériaux à l'état CBDP et à l'état traité TIMET

Synthèse sur le comportement du matériau avant vieillissement

Le comportement mécanique de l'alliage Ti- $\beta$ 21S a été étudié avant les traitements thermiques de vieillissement à température ambiante sur trois états microstructuraux : un premier état mis en solution, uniquement composé de phase  $\beta$  et deux états précipités (CBDP et traité TIMET) présentant des tailles de grains  $\beta$ , des fractions volumiques de phase  $\alpha$  et des morphologies de lamelles  $\alpha$  différents. Les différences de microstructures entraînent un comportement différent de l'alliage en traction, les états précipités présentent ainsi une résistance mécanique plus élevée que le matériau non précipité, mais une déformation à rupture réduite. Une différence de la valeur du module d'Young est également à noter entre les différents états microstructuraux.

Des essais de traction monotone ont été réalisés pour étudier le comportement mécanique de l'alliage de 20°C à 700°C, sur les deux états précipités CBDP et traité TIMET. Les propriétés mécaniques n'évoluent pas linéairement avec la température, ce qui permet de mettre en évidence trois domaines de températures. Un premier domaine de basses températures, entre 20°C et 200°C, se caractérise par une diminution des contraintes avec l'augmentation de la température, en conservant une certaine déformation à rupture. Dans le second domaine de températures intermédiaires, de 200°C à 500°C, les propriétés mécaniques restent stables avec la température. Enfin, le dernier domaine des hautes températures, de 550°C à 700°C, se caractérise par une forte diminution des contraintes mais une forte augmentation de l'allongement à rupture.

Des essais de traction avec sauts de vitesse de déformation ont permis d'étudier la sensibilité à la vitesse de déformation de l'alliage. Au vu des courbes, les trois domaines de températures sont retrouvés. Ainsi pour le domaine des basses températures, la sensibilité est positive, constante, et indépendante de la température. Pour le domaine des températures intermédiaires, l'alliage n'est plus sensible à la vitesse de déformation, la contrainte d'écoulement n'évoluant plus dans le sens du saut de vitesse. Dans ce domaine, des instabilités plastiques, correspondant à l'activation des phénomènes de vieillissement dynamique, sont également observées. Enfin, dans le troisième domaine des hautes températures, le matériau est de nouveau sensible à la vitesse de déformation et cette sensibilité s'accroît avec la température d'essai.

Outre une résistance mécanique plus élevée pour le matériau à l'état traité TIMET, on peut noter de grandes similarités quant à l'évolution des paramètres caractéristiques en traction et du paramètre  $m$  entre les deux états microstructuraux avec précipitation de

la phase  $\alpha$ . Les différences de taille de grains  $\beta$ , de fraction volumique de phase  $\alpha$  ou de morphologie des lamelles  $\alpha$  n'influent donc pas sur l'évolution de ces paramètres.

## V.2. Comportement en traction du matériau après vieillissement

Des essais de traction monotone ont été réalisés sur les éprouvettes après les traitements thermiques de vieillissement. Les essais à température ambiante ont été réalisés sur l'ensemble des conditions de vieillissement pour les deux états initiaux mis en solution et CBDP. Seuls les résultats des essais sur les éprouvettes vieilles à partir de l'état CBDP sont présentés dans cette partie, les résultats des essais pour celles vieilles à partir de l'état mis en solution sont présentés en Annexe I. Les essais de traction à 550°C ont uniquement été réalisés sur les éprouvettes du lot CBDP.

### V.2.1. Etude du comportement en traction à température ambiante

#### V.2.1.1. Courbes de traction

Dans un premier temps, les courbes de traction à température ambiante sont représentées dans la Figure V-9. Les essais ont été menés sur l'ensemble des conditions de vieillissements thermiques, mais seuls les vieillissements pendant 500h (a), 2500h (b), 5000h (c) et 10000h (d) sont présentés ici. Les résultats pour les vieillissements pendant 1000h sont à retrouver en Annexe V.

La Figure V-9 (a) représente les essais de traction réalisés sur les éprouvettes du lot CBDP avant vieillissement et après vieillissement pendant 500h pour toutes les températures de vieillissement. Le premier effet du vieillissement sur le comportement mécanique du matériau est la diminution drastique de l'allongement à rupture. En effet, avant vieillissement, le matériau rompt vers 15 % d'allongement alors qu'après vieillissement, l'allongement à rupture est inférieur à 3 % pour toutes les températures de vieillissement, sauf pour 550°C, où l'allongement à rupture s'élève à 7 %. Une deuxième conséquence du vieillissement thermique sur le comportement mécanique de l'alliage est l'augmentation de la résistance mécanique pour les plus faibles températures de vieillissement. En effet, la limite d'élasticité, de 1000 MPa pour le matériau non vieilli, s'élève à 1250 MPa après vieillissement à 450°C. La contrainte d'écoulement reste supérieure à celle du matériau non vieilli après vieillissements à des températures inférieures à 600°C, et elle est d'autant plus élevée que la température de vieillissement est basse. Après vieillissement à 650°C, la limite d'élasticité est bien inférieure à celle du matériau non vieilli, 900 MPa. L'éprouvette vieilli à 700°C pendant 500h a quant à elle

rompue de manière fragile dans le domaine élastique, à une contrainte maximale de 330 MPa. La Figure V-9 (b), (c) et (d) montre respectivement les courbes représentant l'évolution de la contrainte d'écoulement pour les échantillons vieillis pour des durées plus élevées, respectivement 2500h, 5000h et 10000h. Quelle que soit la durée du vieillissement, l'allongement à rupture diminue drastiquement après vieillissement. L'allongement à rupture des éprouvettes vieilles à 550°C est toutefois toujours plus élevé que celui des éprouvettes vieilles aux autres températures. De plus, pour chaque température de vieillissement, plus la durée augmente et plus l'allongement à rupture diminue.

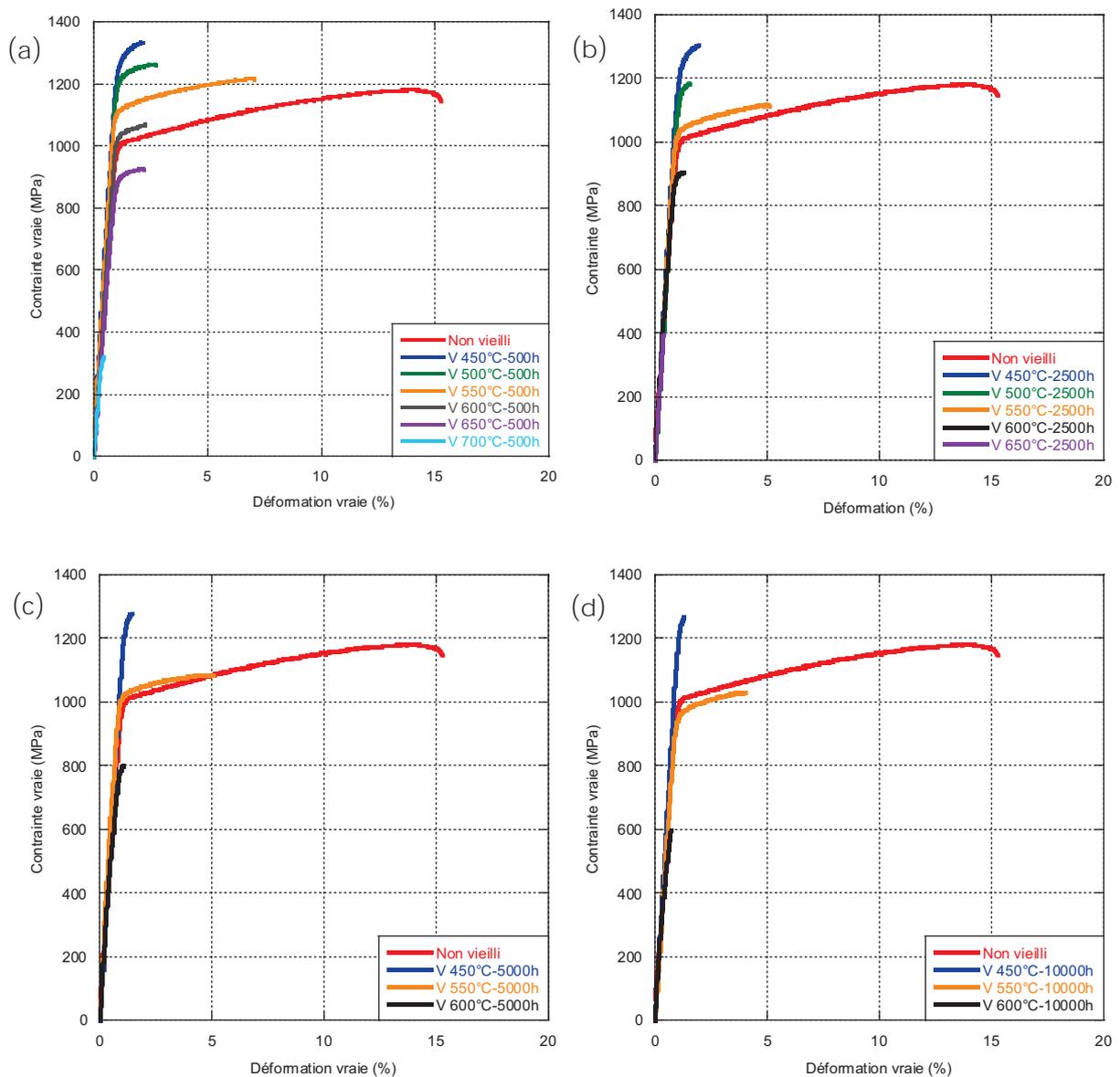


Figure V-9 : Courbes des essais de traction à température ambiante des éprouvettes vieilles pendant 500h (a), 2500h (b), 5000h (c) et 10000h (d)

Pour les vieillissements de 2500h (cf. Figure V-9 (b)), seules les éprouvettes vieilles à des températures inférieures à 550°C ont une résistance mécanique plus élevée que le matériau non vieilli. A 600°C, la contrainte d'écoulement est inférieure à celle du matériau non vieilli. A 650°C, l'éprouvette se rompt de manière fragile dans le domaine élastique autour de 400 MPa. Après 5000h et 10000h de traitement thermique (cf. Figure V-9 (c) et (d)), la résistance mécanique du matériau vieilli à 450°C reste encore bien supérieure à celle du matériau non vieilli. Pour ces mêmes durées, la contrainte d'écoulement des éprouvettes vieilles à 550°C est similaire à celle du matériau non vieilli. La résistance mécanique du matériau vieilli à 600°C pendant 5000h diminue par rapport à celle du matériau non vieilli, à 10000h, la rupture apparaît au début du domaine plastique à 600 MPa.

Au vu de ces résultats, le comportement mécanique en traction est fortement dépendant de la température de vieillissement, mais aussi de la durée d'exposition. Or l'effet de la durée n'est pas identique pour chaque température de vieillissement. L'effet de la durée est ainsi étudié pour deux températures de vieillissement représentatives des autres températures : 450°C et 600°C. La Figure V-10 représente les courbes de traction des éprouvettes vieilles à 450°C (a) et à 600°C (b) pour chaque durée de vieillissement. Pour la première température de vieillissement 450°C, la contrainte d'écoulement est quasiment identique quelle que soit la durée de vieillissement. L'allongement à rupture diminue légèrement quand la durée de vieillissement augmente. Ainsi, la résistance maximale diminue de moins de 100 MPa entre le vieillissement à 500h et celui à 10000h. La durée de traitement thermique est plus impactante pour les vieillissements à une température supérieure à 600°C. Pour cette température, la courbe (b) de la Figure V-10 montre l'évolution du comportement mécanique pour toutes les durées de vieillissement. Au fur et à mesure de l'augmentation de la durée d'exposition, la contrainte d'écoulement et la déformation à rupture diminuent drastiquement, avec une contrainte maximale passant de 1100 MPa à 500h à 600 MPa à 10000h, l'éprouvette rompant fragilement dans le domaine élastique pour la durée maximale. Cet effet de la durée se retrouve pour les températures supérieures à 550°C, l'impact de la durée s'amplifie avec l'augmentation de la température de vieillissement. Les éprouvettes vieilles à 700°C pour des durées supérieures à 2500h n'ont pu être testées à température ambiante car trop fragilisées par l'oxydation.

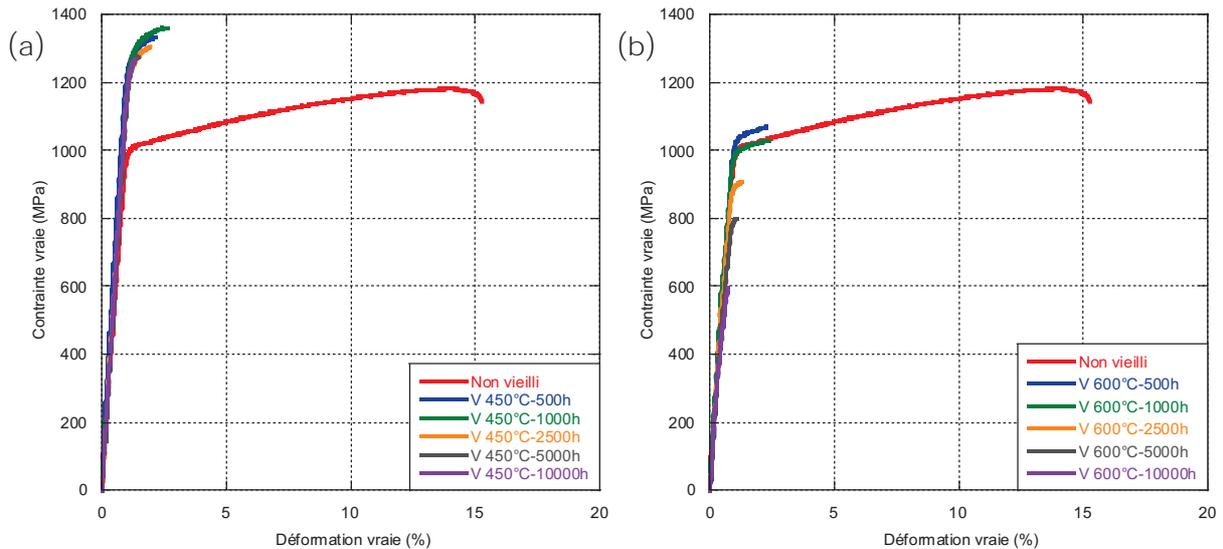


Figure V-10 : Courbes des essais de traction à température ambiante pour les échantillons vieillis à 450°C (a) et 600°C (b)

#### V.2.1.2. Faciès de rupture

Les faciès de rupture après les essais de traction à température ambiante ont été observés au MEB afin de déterminer les différents modes de rupture en fonction des températures de vieillissement. La Figure V-11 présente les faciès de rupture après essais sur éprouvettes non vieilles (a) et vieilles pendant 500h à 450°C (b), 550°C (c) et 700°C (d). La Figure V-12 présente quant à elle, des détails des faciès présentés dans la figure précédente. Le premier faciès de rupture est celui de l'éprouvette non vieilles. Des zones de rupture transgranulaire sont observables, mais également quelques facettes et arêtes de grains. En augmentant le grandissement, des cupules sont observables sur tout le faciès, que ce soit dans les zones de rupture transgranulaire ou intergranulaire (cf. Figure V-12 (a)). Le mode de rupture en traction à température ambiante avant vieillissement est ainsi un mode majoritairement transgranulaire ductile, avec quelques zones de rupture intergranulaire ductile. La Figure V-11 (b) présente le faciès de l'éprouvette rompue à température ambiante, après vieillissement pendant 500h à 450°C. Sur ce faciès, les faces et arrêtes des grains sont plus nombreuses que sur le faciès précédent, même si quelques zones de rupture transgranulaire sont encore présentes (35 % surf.). A la surface des faces, des cupules sont observables, témoins de la ductilité du matériau (cf. Figure V-12 (b)). Ainsi, après vieillissement à 450°C pendant 500h, le mode de rupture est majoritairement intergranulaire ductile, avec quelques zones de rupture transgranulaire. A cette température de vieillissement, une zone de rupture fragile est présente en très proche surface. Cette zone de rupture fragile a été retrouvée pour les éprouvettes vieilles

à 500°C, mais aussi à 550°C (cf. Figure V-12 (c)). L'évolution de l'épaisseur de cette zone très fragile en surface est présentée plus tard dans cette partie. La Figure V-11 (c) présente le faciès de rupture de l'éprouvette vieillie à 550°C pendant 500h. Sur ce faciès, les zones de rupture transgranulaire sont majoritairement présentes (70 % surf.). Quelques zones de rupture intergranulaire ductile sont toutefois toujours présentes. Rappelons également la présence d'une zone de rupture fragile en très proche surface, comme pour l'éprouvette vieillie à 450°C. Enfin, le dernier faciès présenté est celui de l'éprouvette vieillie à 700°C pendant 500h. Ce faciès présente un mode de rupture différent des autres, puisque des zones de clivage sont observables (cf. Figure V-12 (d)), témoins d'une rupture fragile du matériau au cours de l'essai. Rappelons qu'à cette température, l'éprouvette avait rompue de manière fragile dans le domaine élastique, ce qui est en accord avec le faciès observé. Quelques zones de rupture intergranulaire sont également présentes au cœur de l'éprouvette.

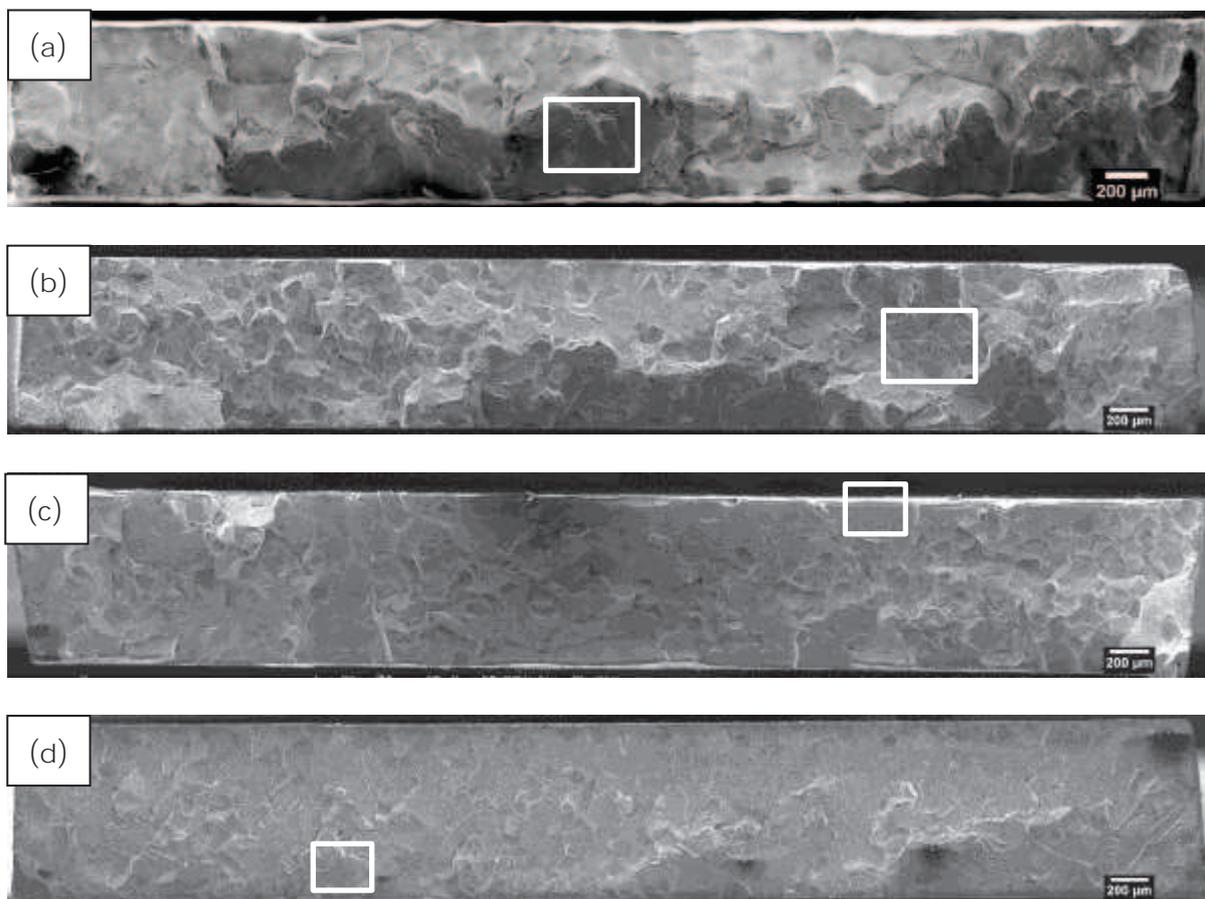


Figure V-11 : Faciès de rupture des éprouvettes rompues en traction à température ambiante, éprouvette non vieilli (a) et éprouvettes vieilles pendant 500h à 450°C (b), 550°C (c) et 700°C (d)

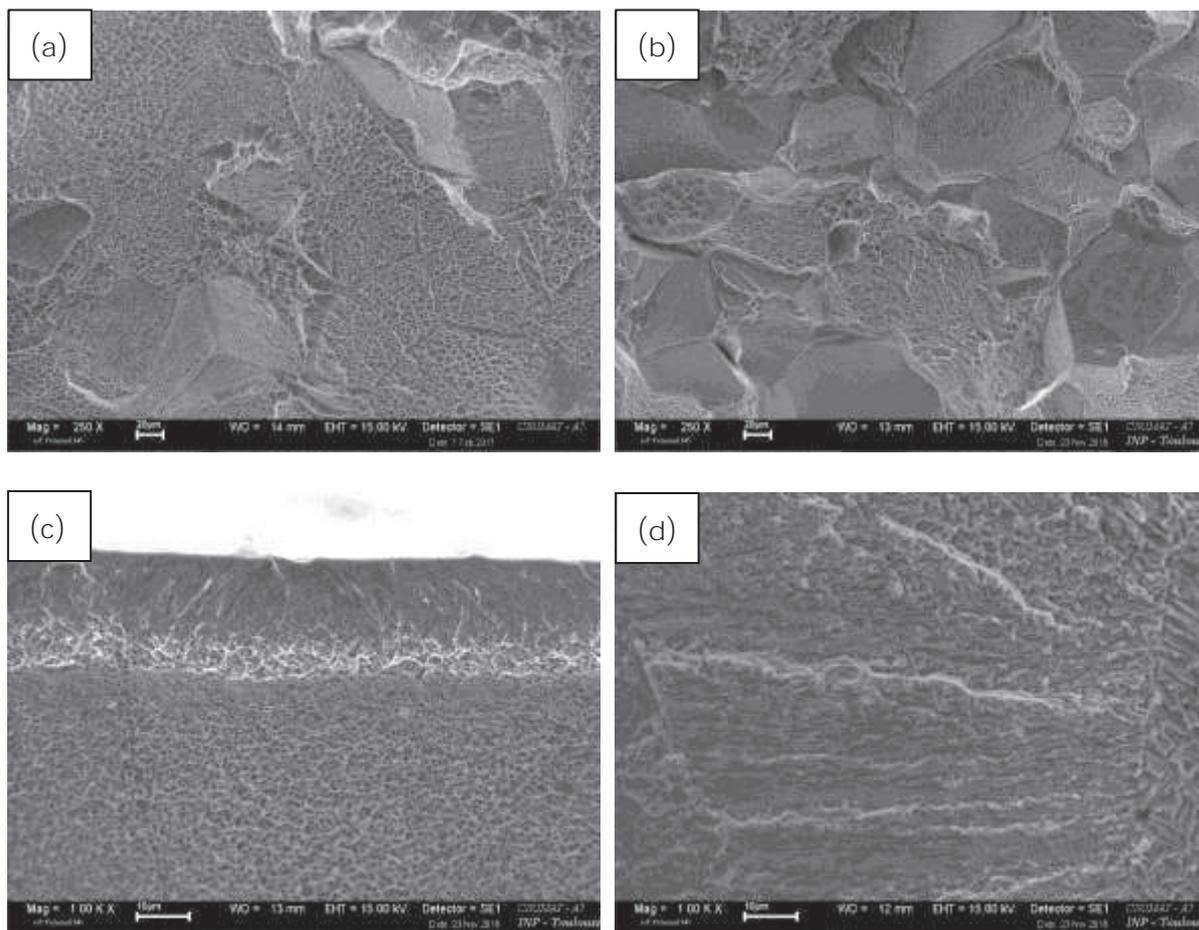


Figure V-12 : Détails des faciès présentés en Figure V-11, de l'éprouvette non vieillie (a) et des éprouvettes vieilles pendant 500h à 450°C (b), 550°C (c) et 700°C (d)

L'épaisseur de la zone fragile en très proche surface a été mesurée pour les faciès observés. L'évolution de cette épaisseur est représentée dans la Figure V-13. L'épaisseur de cette zone fragile, relativement stable pour les plus faibles températures de vieillissement augmente à partir de 550°C. L'augmentation de l'épaisseur de cette zone en proche surface est d'autant plus importante que la durée de vieillissement est importante. L'évolution de l'épaisseur de cette zone fragile sera analysée dans la partie discussion et mise en relation avec les effets de l'oxydation et les évolutions microstructurales déjà observés.

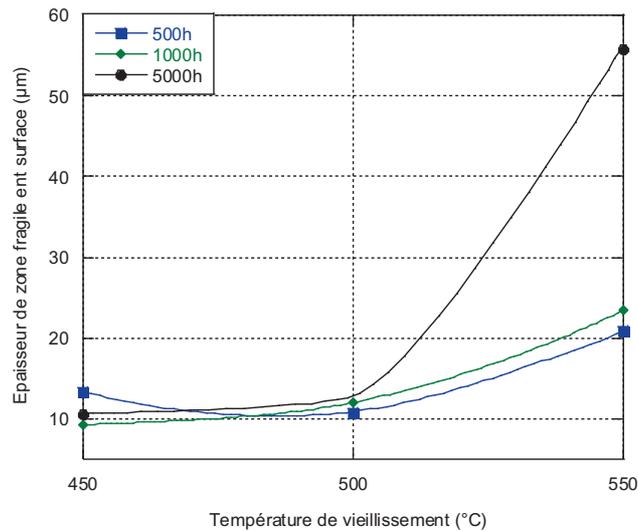


Figure V-13 : Evolution de l'épaisseur de la zone fragile en surface en fonction de la température de vieillissement

### V.2.2. Etude du comportement en traction à 550 $^{\circ}\text{C}$

Des essais de traction sur éprouvettes vieilles ont été réalisés à 550 $^{\circ}\text{C}$ , afin de compléter les résultats obtenus à température ambiante. Cette température d'essai a été choisie pour deux raisons, d'une part pour répondre aux exigences de l'industriel, et d'autre part car cette température se situe dans le domaine des hautes températures.

#### V.2.2.1. Courbes de traction à 550 $^{\circ}\text{C}$

Dans cette partie, le comportement mécanique en traction à 550 $^{\circ}\text{C}$  est étudié pour toutes les températures et les durées 500h, 2500h, 5000h et 10000h. La Figure V-14 présente l'évolution de la contrainte d'écoulement en fonction de la déformation vraie. Les résultats pour les vieillissements pendant 1000h se trouvent en Annexe V.

La Figure V-14 (a) représente le comportement de l'alliage en traction à 550 $^{\circ}\text{C}$  avant et après vieillissement à toutes les températures pendant 500h. La résistance mécanique augmente après les vieillissements à 450 $^{\circ}\text{C}$  et 500 $^{\circ}\text{C}$ . Ainsi, la contrainte maximale qui est de 600 MPa pour le matériau non vieilli, s'élève à 740 MPa après vieillissement à 450 $^{\circ}\text{C}$  et 500 $^{\circ}\text{C}$ . Au fur et à mesure de l'augmentation de la température de vieillissement, la contrainte d'écoulement diminue progressivement. Pour les plus hautes températures supérieures à 600 $^{\circ}\text{C}$ , le comportement de l'alliage après vieillissement est proche de celui du matériau non vieilli. Rappelons que la déformation représentée est calculée depuis le

déplacement de la traverse. Une mesure de l'allongement réel de l'éprouvette sera présentée plus tard dans cette partie.

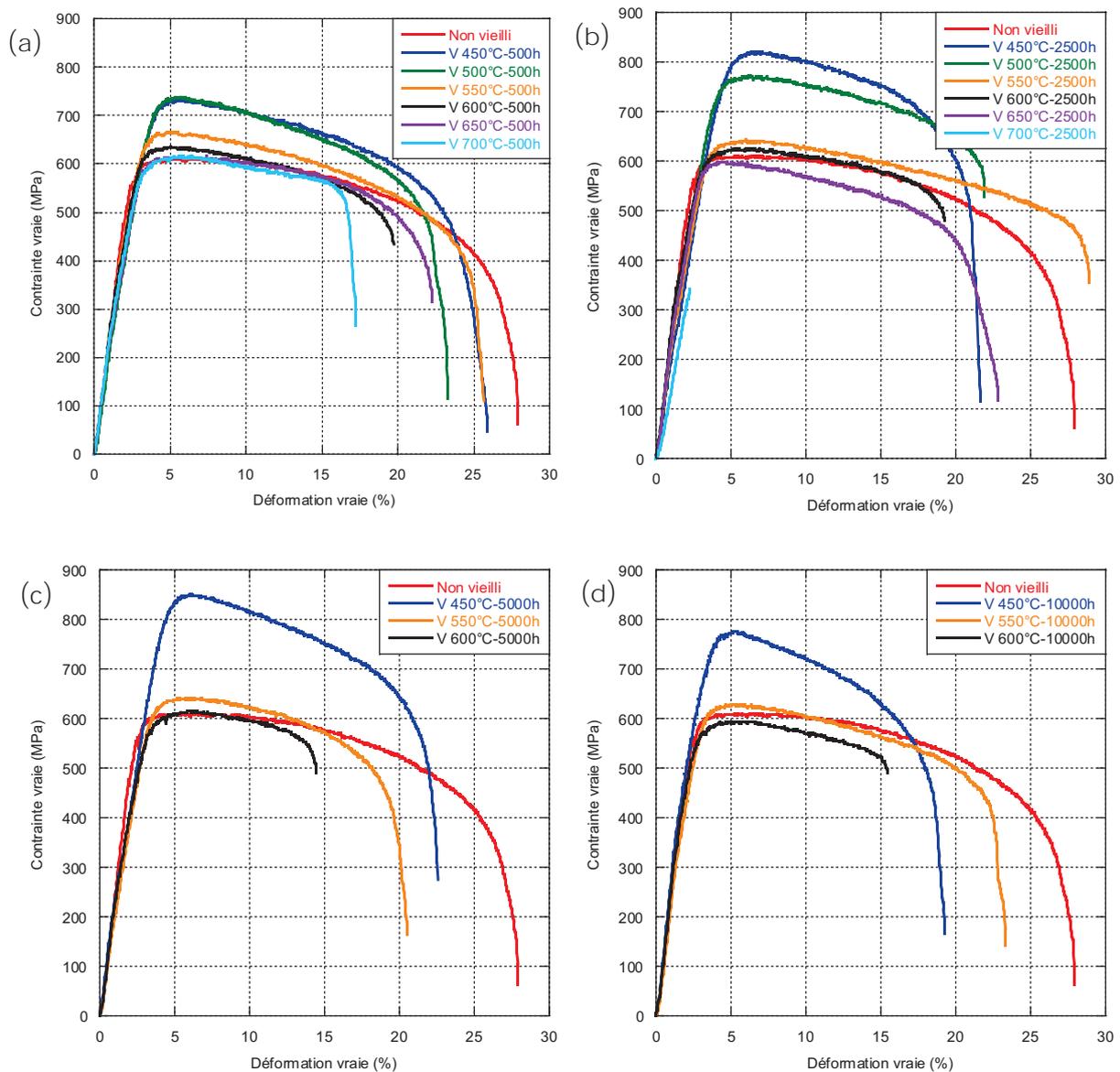


Figure V-14 : Courbes des essais de traction réalisés à 550°C sur les éprouvettes vieilles pendant 500h (a), 2500h (b), 5000h (c) et 10000h (d)

Pour les vieillissements pendant 2500h (cf. Figure V-14 (b)), la résistance mécanique de l'éprouvette vieillie à 450°C est bien supérieure à celles des éprouvettes vieilles aux autres températures, la contrainte maximale s'élevant à plus de 800 MPa. La contrainte d'écoulement de l'éprouvette vieillie à 500°C est aussi très élevée par rapport à celles des autres températures, sa contrainte maximale est de 780 MPa. Pour toutes les autres températures de vieillissement jusqu'à 650°C, la contrainte d'écoulement est similaire à celle du matériau non vieilli. Cependant, après vieillissement à 700°C, l'éprouvette rompt

fragilement dans le domaine élastique autour de 350 MPa. Après 5000h et 10000h de traitement thermique (cf. Figure V-14 (c) et (d)), le comportement mécanique des éprouvettes vieilles à 450°C se distingue toujours des autres comportements mécaniques. Sa contrainte maximale est toujours supérieure à celle du matériau non vieilli, et s'élève à plus de 800 MPa après 5000h de vieillissement et 780 MPa après 10000h de traitement thermique. Les éprouvettes vieilles à 550°C et 600°C conservent quant à elles un comportement proche de celui du matériau avant vieillissement. Les éprouvettes vieilles à 700°C pour des durées supérieures à 2500h n'ont pu être testées à chaud car trop fragilisées par l'oxydation.

Les courbes de traction pour différents temps de vieillissement à 450°C et 600°C sont représentées sur la Figure V-15, respectivement (a) et (b). Ces courbes montrent ainsi l'évolution du comportement mécanique avec la durée de traitement thermique de vieillissement. Pour la première température de vieillissement 450°C (cf. Figure V-15 (a)), et quelle que soit la durée de vieillissement, la contrainte d'écoulement est supérieure à celle du matériau non vieilli. La contrainte maximale augmente pour les durées de vieillissement jusqu'à 5000h, pour ensuite diminuer après 10000h de vieillissement et retrouver un niveau semblable aux plus courtes durées, mais avec un allongement à rupture moindre. Pour la température de vieillissement 600°C (cf. Figure V-15 (b)), la résistance mécanique de l'alliage ne semble pas impactée par la durée du vieillissement, alors que l'allongement à rupture varie avec la durée de vieillissement. La contrainte d'écoulement est similaire à celle du matériau non vieilli, légèrement supérieure pour les plus courtes durées, et diminuant quand la durée de vieillissement augmente. La contrainte maximale diminue de moins de 50 MPa entre les deux durées extrêmes de vieillissement. Cette réponse mécanique du matériau se retrouve pour les températures de vieillissement 550°C et 650°C. A 700°C, le matériau possède un comportement similaire à celui du non vieilli pour une durée de vieillissement de 500h, mais se fragilise pour des durées plus longues.

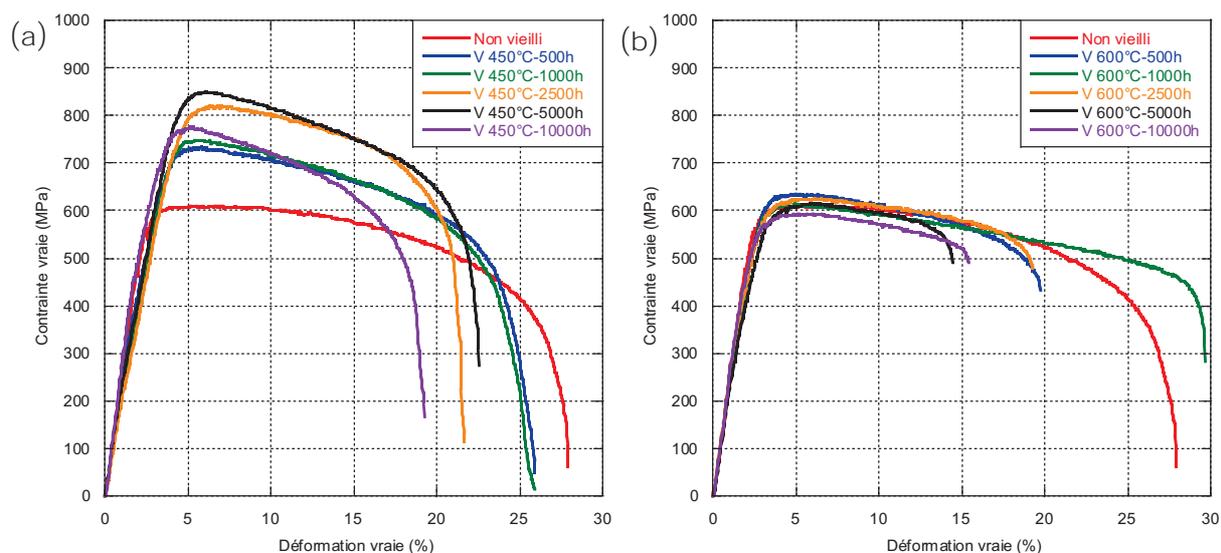


Figure V-15 : Courbes des essais de traction réalisés à 550°C sur les éprouvettes vieilles à 450°C et 600°C

#### V.2.2.2. Observation des fissures en surface des éprouvettes après traction

Les faciès de rupture des éprouvettes testées à 550°C n'ont pu être observés au MEB du fait de la très forte striction des éprouvettes en cours d'essai, ainsi que de l'oxydation des faciès. Les observations des faces des éprouvettes ont mis en évidence la présence de fissures de la couche d'oxyde.

A la suite des essais de traction à 550°C, les surfaces des éprouvettes rompues ont été observées au microscope optique afin d'analyser la fissuration de la couche d'oxyde au cours de l'essai. La Figure V-16 présente les surfaces de quatre éprouvettes rompues à 550°C, préalablement vieilles pendant 500h à 450°C (a), 550°C (b), 600°C (c) et 700°C (d). La direction de chargement est perpendiculaire à l'orientation des fissures. A la surface de l'éprouvette rompue à 550°C après vieillissement à 450°C, très peu de fissures sont visibles. On n'en observe que sur quelques grains et les fissures ne se développent pas sur toute la longueur du grain. A partir de la température de vieillissement 550°C, les fissures s'étendent sur plusieurs grains, et la période d'apparition des fissures est régulière. De plus, en augmentant la température de vieillissement, la distance entre les fissures augmente. Pour les températures de vieillissement 600°C et 700°C, un écaillage de la couche d'oxyde est également observable.

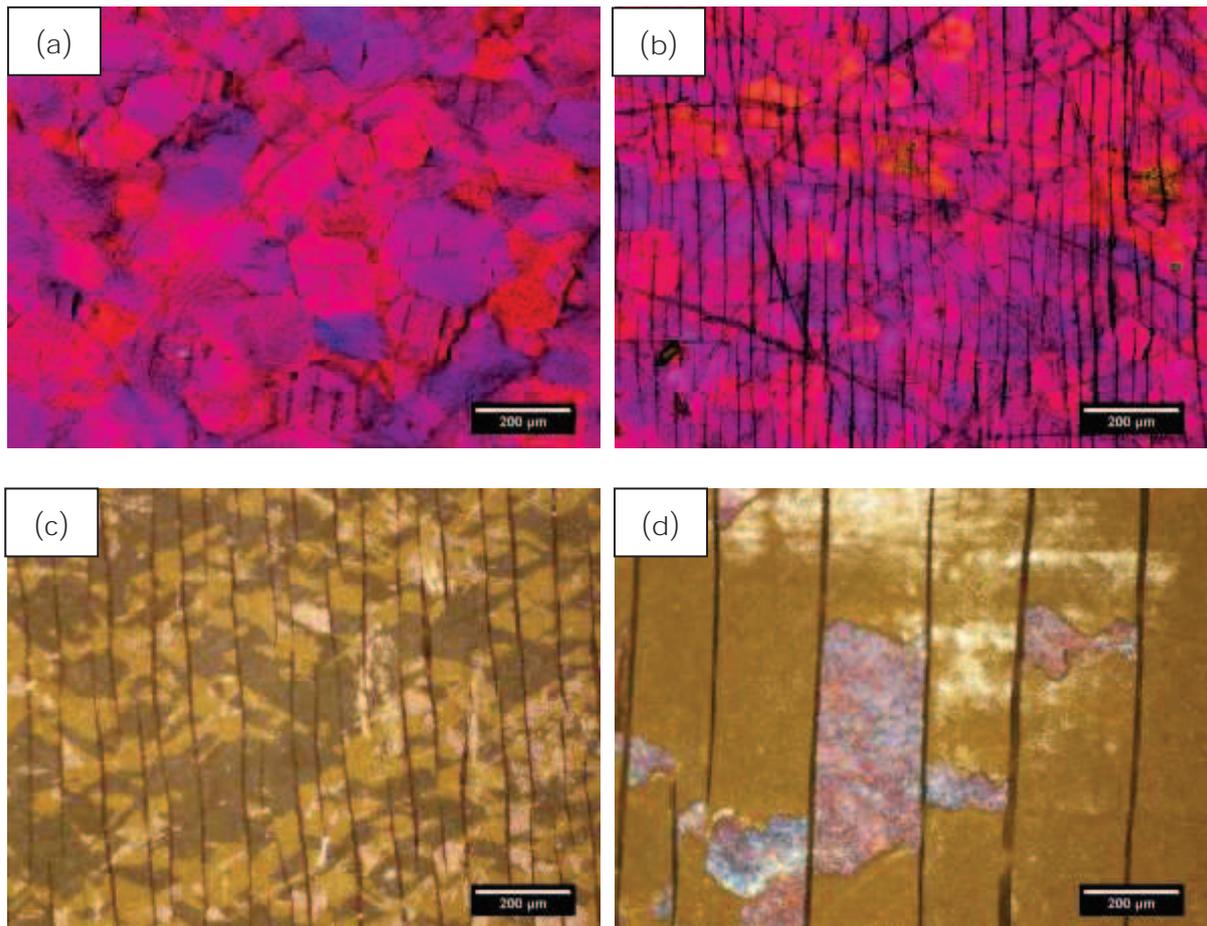


Figure V-16 : Photographies de la surface des éprouvettes rompues à 550°C après vieillissements thermiques à 450°C (a), 550°C (b), 600°C (c) et 700°C (d) pendant 500h

La distance entre les fissures a été mesurée pour l'ensemble des durées de vieillissement pour les quatre températures 450°C, 550°C, 600°C et 700°C. L'évolution de cette distance inter-fissures est présentée sur la Figure V-17. Comme vu précédemment grâce aux observations en surface, la distance entre les fissures augmente avec la température de vieillissement. Rajoutons que cette même distance augmente avec la durée de traitement thermique pour les températures de vieillissement supérieures à 550°C. Aucun impact de la durée d'exposition n'est observé sur l'évolution de la distance inter-fissures pour la température de vieillissement 450°C.

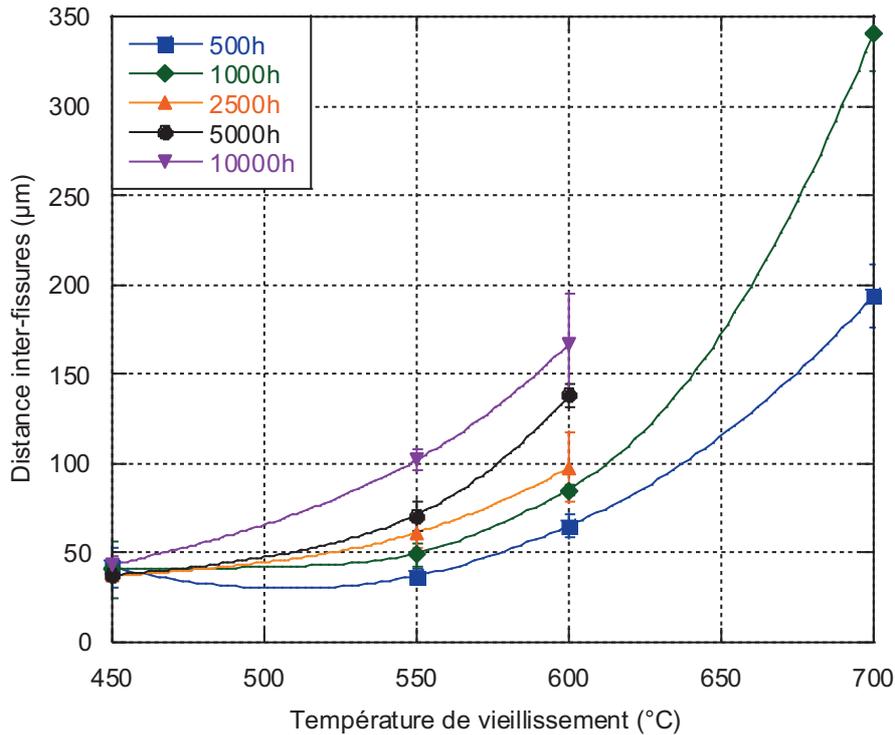


Figure V-17 : Evolution de la distance inter-fissures en surface des éprouvettes rompues à 550°C en fonction de la température de vieillissement pour toutes les durées

### V.2.3. Evolution des paramètres caractéristiques

Dans cette partie, les paramètres caractéristiques du comportement en traction à température ambiante et à 550°C sont étudiés pour chaque température et durée de vieillissement.

La limite d'élasticité  $\sigma_Y$  pour les essais à 20°C et 550°C est représentée respectivement sur la Figure V-18 (a) et (b). Pour les essais à température ambiante (cf. Figure V-18 (a)), la limite d'élasticité pour les vieillissements à plus basses températures de vieillissement (450°C et 500°C) est supérieure à celle du matériau non vieilli, quelle que soit la durée. Après vieillissement à 550°C,  $\sigma_Y$  est légèrement supérieure au niveau du matériau non vieilli, et diminue très peu avec l'augmentation de la durée. A 600°C et pour la plus courte durée de vieillissement, la limite d'élasticité est semblable à celle du matériau non vieilli mais l'effet de la durée est très importante à cette température puisque la limite d'élasticité perd plus de 100 MPa entre les deux durées extrêmes de vieillissement. A 650°C, seule la limite d'élasticité après 500h de vieillissement est reportée sur ce graphe, et est inférieure à celle du matériau non vieilli. Pour des durées de vieillissement plus longues à cette température, la rupture de l'éprouvette est apparue dans le domaine élastique. Enfin, aucune donnée du  $\sigma_Y$  n'est reportée pour le

vieillissement à 700°C, car la rupture fragile de l'éprouvette est apparue dès 500h de vieillissement. Pour les essais de traction réalisés à 550°C, rappelons que la déformation est calculée depuis le déplacement de la traverse. Ainsi la très faible raideur du montage implique une déformation élastique fortement surévaluée. Nous avons estimé que la limite d'élasticité correspond à un décalage de 1 % de déformation plastique ( $\sigma_Y = \sigma_1$ ). Pour les essais de traction à 550°C (cf. Figure V-18 (b)),  $\sigma_Y$  est supérieure à celle du non vieilli pour les trois températures de vieillissement les plus basses, de 450°C à 550°C. Pour les plus hautes températures, de 600°C à 700°C,  $\sigma_Y$  est très proche du niveau du non vieilli. L'effet de la durée est visible pour les deux plus basses températures (450°C et 500°C) puisque  $\sigma_Y$  augmente pour les durées intermédiaires de vieillissement (2500h et 5000h). Pour le vieillissement à 700°C, aucune donnée de limite d'élasticité n'est donnée pour des durées supérieures à 1000h puisque le matériau rompt fragilement pour les plus longues durées. Pour les températures intermédiaires de vieillissement, aucun effet de la durée n'est observé sur l'évolution de la limite d'élasticité.

L'évolution de la résistance mécanique maximale en traction à 20°C et 550°C est représentée dans la Figure V-18 (c) et (d). L'évolution du  $\sigma_M$  est très proche de celle de la limite d'élasticité pour les deux températures d'essai. Ainsi, pour les essais à 20°C,  $\sigma_M$  est plus élevée pour les basses températures par rapport au matériau non vieilli, et diminue progressivement avec l'augmentation de la température de vieillissement. Un effet de la durée est observable dès la température de vieillissement de 550°C, et l'impact de la durée de vieillissement augmente avec la température d'exposition. Pour les essais à 550°C (cf. Figure V-18 (d)), l'évolution de la résistance mécanique maximale est similaire à celle de la limite d'élasticité à 1 % de déformation.  $\sigma_M$  est supérieure à celle du matériau non vieilli pour les deux plus basses températures, avec une légère augmentation pour les durées intermédiaires. Pour les vieillissements à partir de 550°C, la résistance mécanique maximale se rapproche de celle du matériau non vieilli, sans effet de la durée d'exposition.

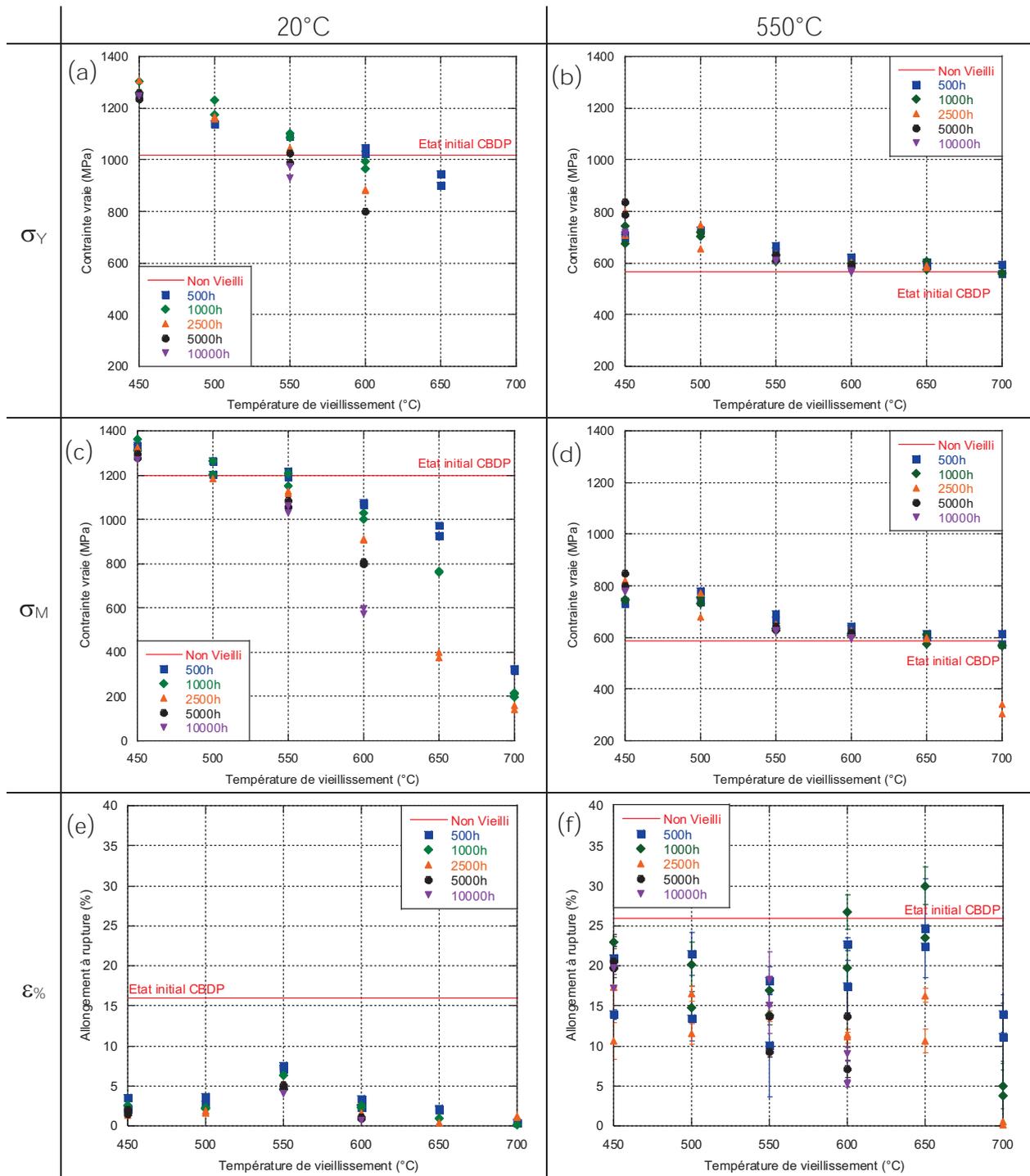


Figure V-18 : Evolution des paramètres caractéristiques du comportement en traction à température ambiante (à gauche) et à 550°C (à droite), i.e.  $\sigma_Y$  (a et b),  $\sigma_M$  (c et d), et  $\epsilon\%$  (e et f)

En ce qui concerne l'allongement à rupture, la Figure V-18 (e) et (f) représente respectivement celui des éprouvettes rompues à 20°C et 550°C. Pour les essais à 20°C (cf. Figure V-18 (e)), la première observation est la diminution drastique de l'allongement à rupture après vieillissement. Pour les températures 450°C, 500°C et 600°C, les

allongements à rupture sont similaires et diminuent progressivement avec l'augmentation de la durée du vieillissement. Pour des températures supérieures à 650°C, l'allongement à rupture diminue avec l'augmentation de la température et de la durée de vieillissement. L'allongement à rupture des éprouvettes vieilles à 550°C se distingue des autres. En effet, l'allongement à rupture, bien qu'inférieur à celui du matériau non vieilli, est toutefois supérieur de près de 5 % à celui des autres températures de vieillissement, à durée égale. Un effet de la durée est observé puisque l'allongement à rupture à cette température diminue avec l'augmentation de la durée d'exposition. Pour les essais à 550°C, l'allongement à rupture a été mesuré à la fin de l'essai, par analyses d'images. Cette méthode de mesure explique la forte dispersion des résultats. Pour les essais à 550°C (cf. Figure V-18 (f)), et pour les températures de vieillissement inférieures à 550°C, l'allongement à rupture est inférieur à celui du matériau non vieilli et diminue quand la température de vieillissement augmente. Pour ces trois températures de vieillissement, aucun effet de la durée d'exposition n'est observé. Pour des températures supérieures à 550°C et pour des durées inférieures ou égales à 1000h, l'allongement à rupture augmente avec la température de vieillissement jusqu'à atteindre la même valeur que pour le matériau non vieilli. Ainsi pour les vieillissements à 650°C pendant 500h et 1000h, l'allongement réel de l'éprouvette est similaire à celui du non vieilli. Pour ces deux températures de vieillissement 600°C et 650°C, un effet de la durée d'exposition est remarqué puisque l'allongement à rupture diminue pour des durées supérieures à 2500h. Pour la température de vieillissement 700°C, l'allongement à rupture est bien inférieur à celui du matériau non vieilli dès 500h d'exposition, et diminue drastiquement avec l'augmentation de la durée de traitement thermique.

Analysons plus particulièrement l'effet de la température d'essai sur la résistance mécanique en traction pour les deux températures de vieillissement 450°C et 600°C. La Figure V-19 présente l'évolution de la limite d'élasticité avec la durée de vieillissement pour ces deux températures. A 20°C, la limite d'élasticité du matériau vieilli à 450°C diminue très légèrement avec la durée de vieillissement, alors que celle du matériau vieilli à 600°C, diminue beaucoup plus, le matériau rompant même fragilement au bout de 10000h de vieillissement. A 550°C, le comportement du matériau est tout autre. La limite d'élasticité du matériau vieilli à 450°C augmente avec la durée de vieillissement jusqu'à 5000h, puis diminue de nouveau après 10000h de traitement thermique. A cette température d'essai, le comportement du matériau vieilli à 600°C est différent, puisque la limite d'élasticité ne diminue que très modérément avec l'augmentation de la durée de vieillissement. Le comportement du matériau est donc très différent en fonction de la

température d'essai, alors que la microstructure avant essai est la même. Les mécanismes de déformation mis en jeu à température ambiante et à 550°C sont donc très différents. Ces différences de mécanismes seront discutées dans la partie Chapitre VI.

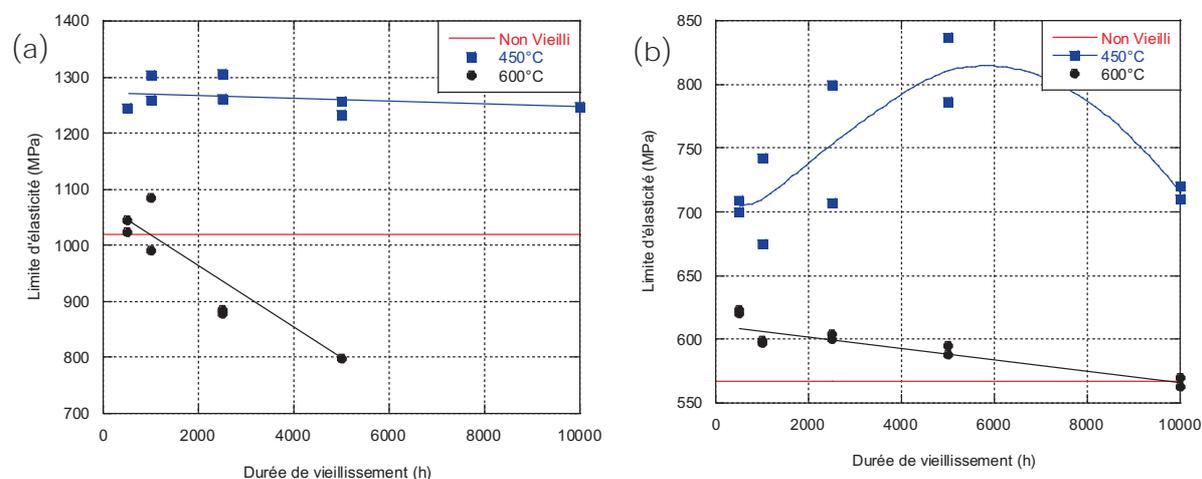


Figure V-19 : Evolution de la limite d'élasticité à température ambiante (a) et à 550°C (b) pour les deux températures de vieillissement 450°C et 600°C.

### Synthèse du comportement en traction à température ambiante et à 550°C après vieillissement

Le comportement mécanique en traction à température ambiante de notre alliage après vieillissement est très dépendant de la température et de la durée de vieillissement. Ainsi, deux comportements distincts sont observés. Après les vieillissements à basses températures (450°C et 500°C), la résistance mécanique de l'alliage se trouve augmentée par rapport à celle du matériau non vieilli, quelle que soit la durée. Pour les températures de vieillissement plus élevées, la contrainte d'écoulement diminue avec l'augmentation de la température et de la durée. Après vieillissement à 550°C, la résistance mécanique est plus élevée après 500h de vieillissement et se rapproche progressivement de celle du matériau non vieilli pour des durées plus élevées. Pour les températures de vieillissement supérieures à 550°C, la résistance mécanique est inférieure à celle du matériau non vieilli dès les premières durées de vieillissement. Enfin, l'éprouvette rompt fragilement dès 500h à 700°C, dès 2500h pour celle vieillie à 650°C et dès 10000h pour celle traitée à 600°C. La durée de vieillissement n'a donc pas le même impact sur le comportement mécanique du matériau selon la température de vieillissement.

Les observations des faciès de rupture ont montré une évolution dans le mode de rupture des éprouvettes. Le mode de rupture principal avant vieillissement étant un mode

transgranulaire ductile, il devient pour les éprouvettes vieilles à basses températures, intergranulaire ductile. Les faces des grains avec des cupules sont ainsi observables. En augmentant la température de vieillissement, le faciès devient majoritairement transgranulaire ductile, en gardant toutefois quelques zones intergranulaire ductile. Pour les températures de vieillissement inférieures ou égales à 550°C, une zone de rupture fragile en très proche surface est observée. Enfin, pour des températures supérieures à 550°C, le mode de rupture devient de plus en plus fragile, avec la présence de grains clivés. Des zones de rupture intergranulaire restent présentes en cœur d'éprouvette.

Le comportement mécanique en traction à 550°C de notre alliage est également très dépendant de la température et de la durée de vieillissement. Cependant, l'effet de la durée de vieillissement n'est pas identique pour toutes les températures de traitement thermique. Deux comportements sont à distinguer. Le premier concerne les deux plus basses températures de vieillissement (450°C et 500°C), la résistance mécanique de l'alliage est supérieure après vieillissement à celle du matériau non vieilli, et tend même à augmenter pour les durées intermédiaires. Pour les températures de 550°C à 650°C, la résistance mécanique de l'alliage est très proche de celle du matériau non vieilli quelle que soit la durée de vieillissement. Seul l'allongement à rupture diminue avec l'augmentation de la durée de traitement thermique. Enfin, le comportement de l'alliage après vieillissement à 700°C est très particulier. Pour la plus courte durée, il est similaire à celui du matériau non vieilli, mais le matériau se rompt fragilement dès 2500h de vieillissement.

### V.3. Comportement en fatigue du matériau après vieillissement

Des essais de fatigue ont été réalisés sur les éprouvettes après les traitements thermiques de vieillissement. Les essais ont été menés à deux températures, 20°C et 550°C, comme dans le cas des essais de traction. La procédure des essais de fatigue est présentée dans la partie II.4.2.3.

#### V.3.1. Etude du comportement en fatigue à température ambiante

##### V.3.1.1. Courbes de fatigue

Dans cette partie, la durabilité du matériau à température ambiante est étudiée pour toutes les températures et les durées 500h, 2500h, 5000h et 10000h. La Figure V-20 présente les courbes de l'évolution de la contrainte maximale appliquée en fonction du nombre de cycles à rupture. Pour modéliser les résultats de fatigue, le modèle de Weibull

a été utilisé, présenté dans la partie I.2.2.3. Les résultats pour les vieillissements pendant 1000h sont présentés en Annexe V.

La Figure V-20 (a) représente les essais de fatigue réalisés sur les éprouvettes avant vieillissement et après vieillissement pendant 500h pour toutes les températures de vieillissement. Les limites d'endurance n'ont pas été déterminées avec précision. Un premier essai a été réalisé sans que l'éprouvette ne se rompe pour chaque état, la contrainte appliquée de cet essai non rompu est nommée contrainte de non-rupture  $\sigma_{NR}$ . La durée de vie en fatigue à température ambiante du matériau traité aux trois plus basses températures 450°C, 500°C et 550°C, est relativement proche de celle du matériau non vieilli. Les contraintes de non-rupture des éprouvettes vieilles aux trois plus basses températures sont ainsi très proches de celle du matériau non vieilli, à savoir 450 MPa. Pour des températures supérieures à 550°C, la durabilité en fatigue à température ambiante se dégrade quand la température de vieillissement augmente. La contrainte de non-rupture de l'échantillon vieilli à 650°C pendant 500h s'élève ainsi à 200 MPa. La Figure V-20 (b), (c) et (d) représente les essais de fatigue à température ambiante pour des durées de vieillissement plus longues, respectivement 2500h, 5000h et 10000h. Quelle que soit la durée de traitement thermique, la durabilité pour les deux températures de vieillissement les plus basses, 450°C et 500°C reste proche de celle du matériau non vieilli. Pour des températures d'exposition supérieures à 500°C, la durabilité se détériore au fur et à mesure de l'augmentation de la durée. Cette détérioration est d'autant plus importante que la température de vieillissement est élevée.

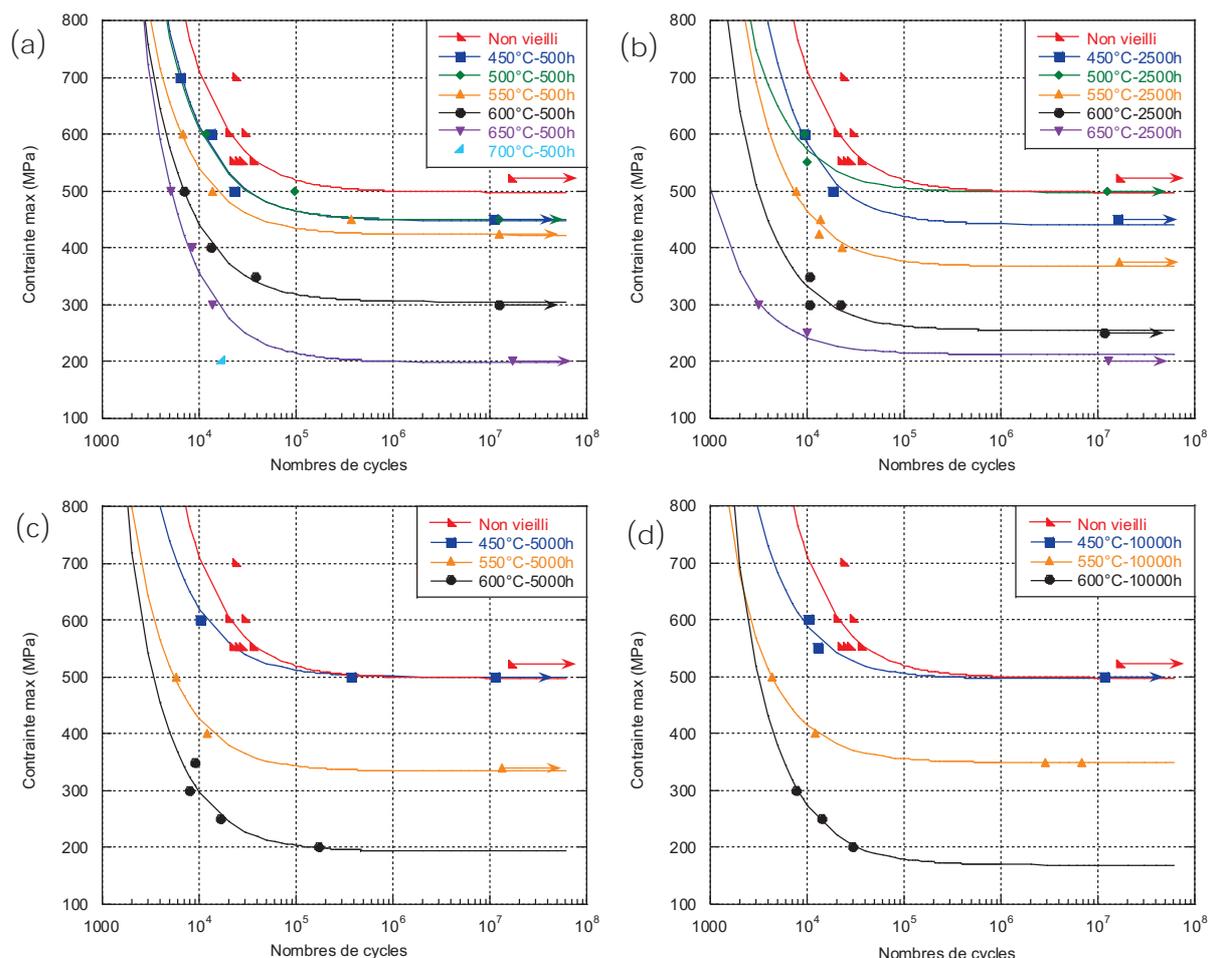


Figure V-20 : Essais de fatigue réalisés à température ambiante sur éprouvettes vieilles pendant 500h (a), 2500h (b), 5000h (c) et 10000h (d)

L'effet de la durée de vieillissement n'est pas identique en fonction de la température de vieillissement sur la durée de vie en fatigue à température ambiante pour le titane  $\beta$ 21S. La Figure V-21 montre la durabilité à température ambiante pour deux températures particulières 450°C et 600°C. Les essais de fatigue pour le matériau vieilli à 450°C sont représentés sur la Figure V-21 (a), pour toutes les durées de vieillissement. Ainsi, quelle que soit la durée de vieillissement, et comme observé précédemment, la durée n'a pas d'effet sur la durabilité du matériau vieilli à 450°C. De plus, il serait erroné de penser que la durée de vie est « améliorée » avec l'augmentation du temps de maintien, au vu de l'augmentation de la contrainte de non-rupture pour les échantillons vieillis pendant 5000h et 10000h. Rappelons que seulement un essai pour chaque état a été réalisé dans le domaine des grands nombres de cycles. Cette durabilité du matériau sans effet de la durée de maintien est retrouvée pour la température de vieillissement 500°C. La Figure V-21 (b) présente les essais de fatigue à température ambiante pour les échantillons vieillis à 600°C, pour toutes les durées de vieillissement. A cette température de

vieillessement, la durée d'exposition a un tout autre effet sur la durabilité en fatigue du matériau. Ainsi, la durée de vie en fatigue est stable pour des durées de vieillissement inférieures à 1000h, puis se détériore lorsque la durée augmente. Cet effet de la durée est retrouvé pour les températures de vieillissement 550°C et 650°C. L'impact de la durée de maintien est d'autant plus important que la température de vieillissement est élevée.

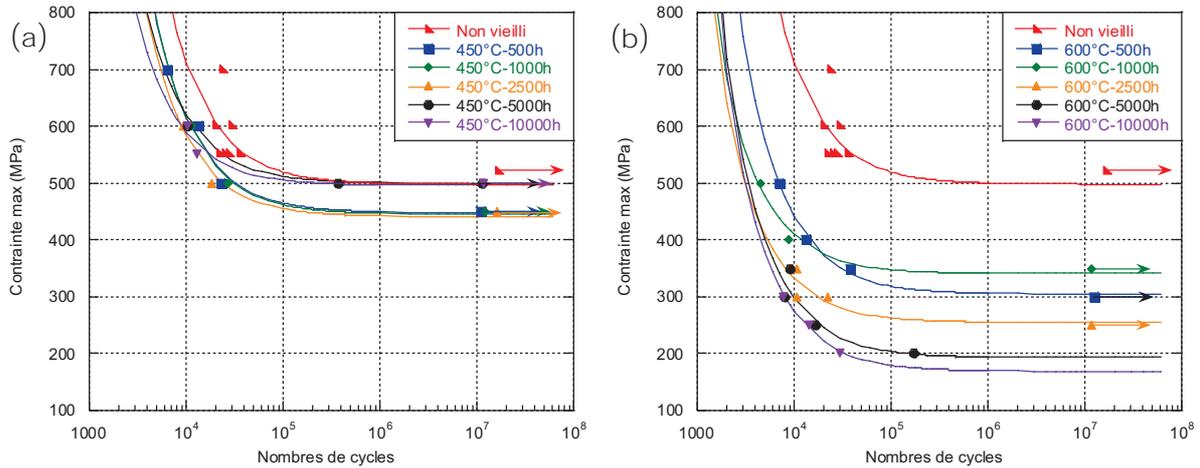


Figure V-21 : Essais de fatigue réalisés à température ambiante sur éprouvettes vieilleses à 450°C (a) et 600°C (b) pour toutes les durées de vieillissement

La Figure V-22 présente l'évolution de la contrainte de non-rupture en fonction de la température de vieillissement. Les contraintes de non-rupture  $\sigma_{NR}$  ici représentées sont celles obtenues grâce aux modélisations de nos courbes de Wöhler à l'aide du modèle de Weibull. Pour les plus basses températures de vieillissement 450°C et 500°C, la contrainte de non-rupture reste très proche de celle du matériau avant vieillissement. Pour des températures plus élevées,  $\sigma_{NR}$  diminue. Cette diminution est d'autant plus importante avec l'augmentation de la température et de la durée de vieillissement. L'effet de la durée s'amplifie grandement pour les températures les plus élevées.

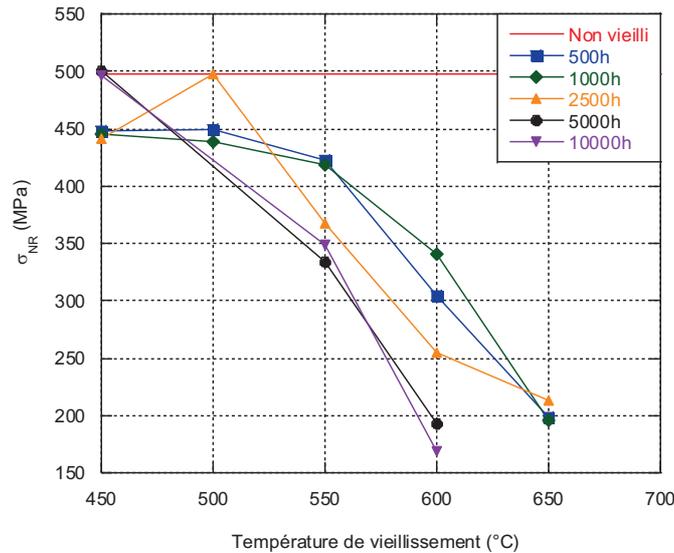


Figure V-22 : Evolution de la contrainte de non-rupture à température ambiante en fonction de la température de vieillissement

#### V.3.1.2. Faciès de rupture

La Figure V-23 présente les faciès de trois éprouvettes rompues en fatigue à température ambiante, l'éprouvette non vieilli (a) rompue à 550 MPa au bout de 22100 cycles, l'éprouvette vieilli à 450°C pendant 500h (b) rompue à 500 MPa après 22776 cycles et l'éprouvette vieilli à 600°C pendant 500h (c) rompue à 400 MPa après 13175 cycles. Des détails de ces trois faciès sont présentés sur la Figure V-24. Pour toutes ces éprouvettes, la rupture a été initiée sur un bord ou un coin de l'éprouvette, indiquée par une flèche sur les faciès (cf. Figure V-24 (b)), zone d'amorçage classique pour cette géométrie d'éprouvette. Le faciès de rupture de l'éprouvette non vieilli (cf. Figure V-23 (a)) présente des stries de fatigue, caractéristiques des faciès de fatigue (cf. Figure V-24 (a)). Ces stries sont observables près de la zone d'amorçage de la rupture. Près de cette zone, des grains clivés sont présents. Plus on s'éloigne de la zone d'amorçage, plus le mode de rupture devient transgranulaire ductile avec quelques zones intergranulaire ductile. Le faciès de l'éprouvette vieilli à 450°C pendant 500h (cf. Figure V-23 (b)), ne présente plus de stries de fatigue. La zone clivée près de la zone d'amorçage est moins importante que pour le faciès de l'éprouvette non vieilli. Ce faciès est majoritairement intergranulaire ductile, avec seulement quelques zones transgranulaires, à l'opposé de la zone d'amorçage (cf. Figure V-24 (c)). Enfin, le faciès de rupture de l'éprouvette vieilli à 600°C pendant 500h (cf. Figure V-24) est majoritairement transgranulaire ductile en dehors de la zone d'amorçage. Quelques faces et arêtes de grains sont tout de même observées, loin de la zone d'amorçage (cf. Figure V-24 (d)).

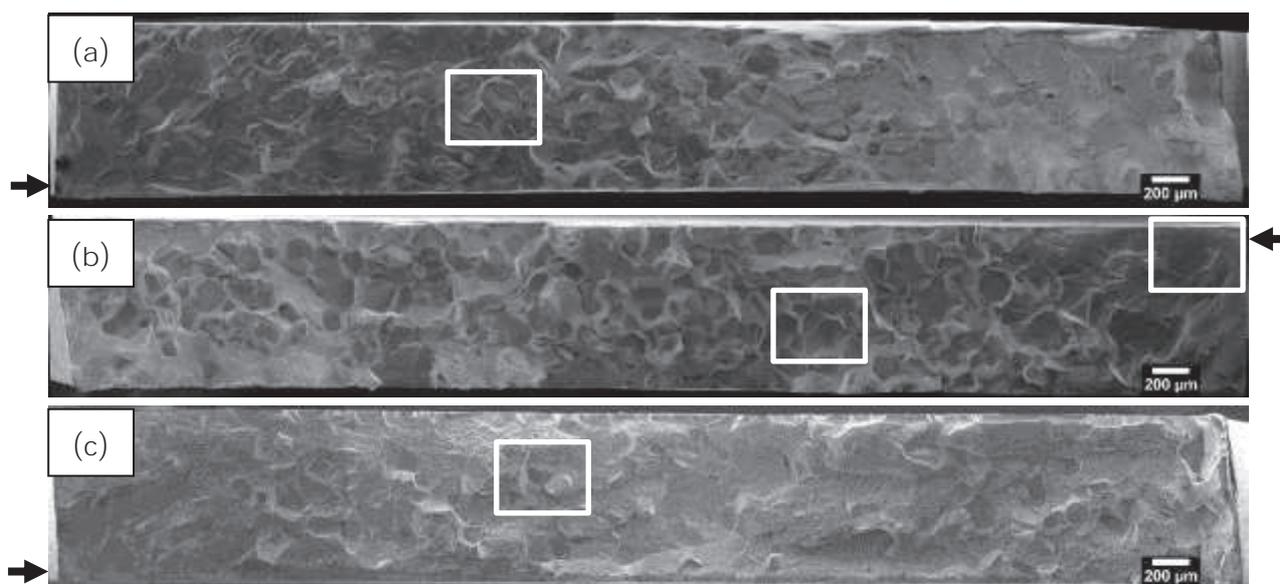


Figure V-23 : Faciès de rupture des éprouvettes rompues en fatigue à température ambiante, éprouvette non vieillie (a) et éprouvettes vieilles pendant 500h à 450°C (b) et 600°C (c)

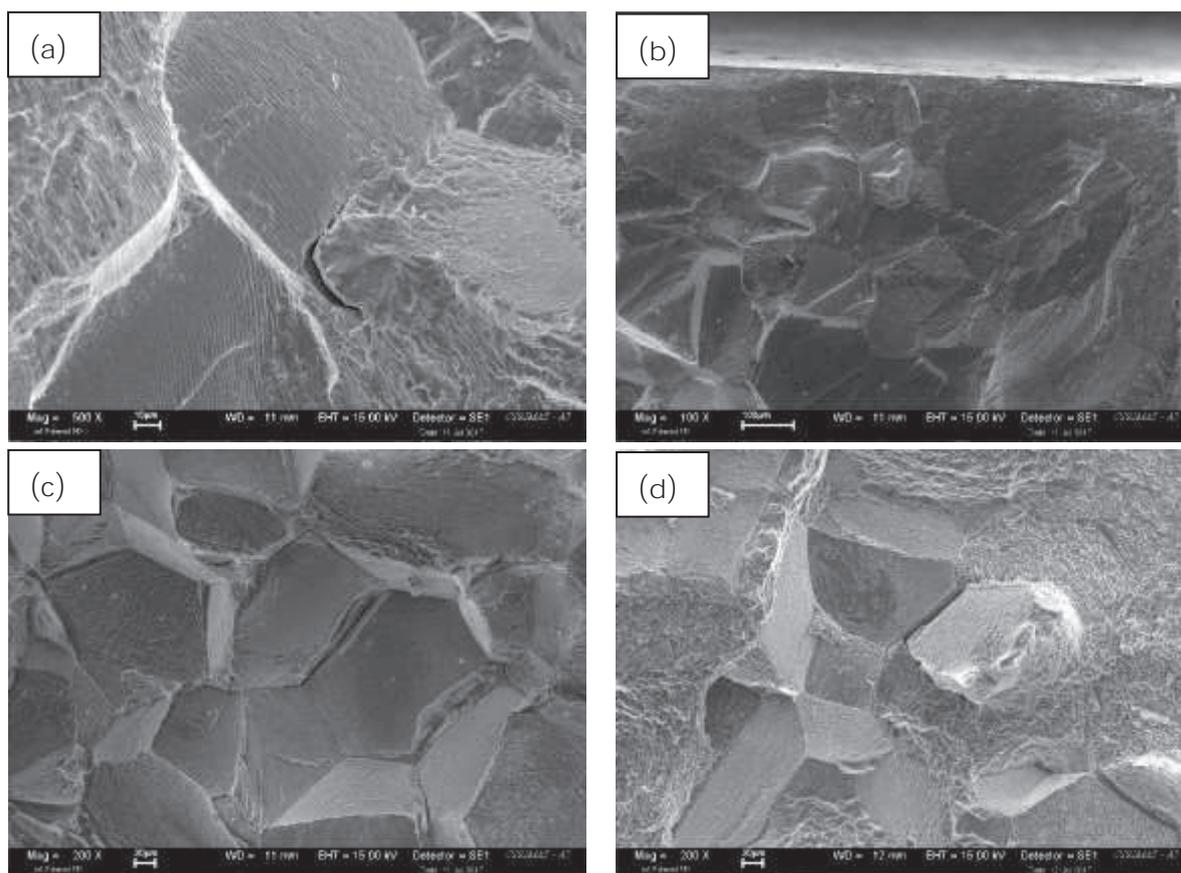


Figure V-24 : Détails des faciès présentés en Figure V-23 de l'éprouvette non vieillie (a) et des éprouvettes vieilles pendant 500h à 450°C (b et c) et 600°C (d)

### V.3.2. Etude du comportement en fatigue à 550°C

#### V.3.2.1. Courbes de fatigue

La durabilité en fatigue à 550°C a été étudiée pour le matériau non vieilli, ainsi que pour le matériau après vieillissement à 450°C, 550°C, 600°C et 700°C. La Figure V-25 présente l'évolution de la contrainte maximale appliquée en fonction du nombre de cycles à rupture, respectivement pour les durées d'exposition 500h (a), 2500h (b), 5000h (c) et 10000h (d). Le modèle de Basquin, présenté dans la partie 1.2.2.3, a été utilisé pour modéliser les courbes de fatigue obtenues à 550°C.

La Figure V-25 (a) présente les essais de fatigue à 550°C sur éprouvettes non vieilles et après traitements thermiques pendant 500h. Remarquons dans un premier temps la différence de réponse mécanique à la fatigue à cette température d'essai. En effet, le domaine d'endurance limitée s'étend sur un plus grand intervalle de contraintes appliquées qu'à température ambiante. Du fait de mécanismes de déformation différents à 550°C, la propagation de fissures est plus lente qu'à température ambiante, d'où le domaine particulièrement étendu en endurance limitée. La durée de vie en fatigue après vieillissement à 450°C et 550°C pendant 500h est très proche de celui du matériau non vieilli. La contrainte de non-rupture est identique à 450°C à celle du matériau non vieilli, à savoir 250 MPa. A 550°C,  $\sigma_{NR}$  n'a pas été déterminée, mais au vu de la courbe de tendance, elle doit être très légèrement inférieure à celle du matériau non vieilli. Après vieillissement à 600°C pour une même durée, la résistance en fatigue à 550°C est légèrement inférieure à celle du matériau non vieilli. La contrainte de non-rupture à cette température d'exposition s'élève à 200 MPa. Enfin, la durabilité en fatigue se détériore fortement après vieillissement à 700°C, à tel point que seuls deux essais ont pu être réalisés après vieillissement pendant 500h, et un seul après vieillissement de 2500h à cette température. Les Figure V-25 (b), (c) et (d) présentent les essais de fatigue à 550°C pour les éprouvettes vieilles pendant 2500h, 5000h et 10000h. Pour la température de vieillissement la plus basse, à savoir 450°C, la durée de vie du matériau est identique à celle du matériau non vieilli, quelle que soit la durée de maintien. Pour des températures de vieillissement plus élevées ( $\geq 550^\circ\text{C}$ ), la résistance en fatigue diminue au fur et à mesure de l'augmentation de la durée d'exposition. Cette diminution s'amplifie avec l'augmentation de la température de vieillissement.

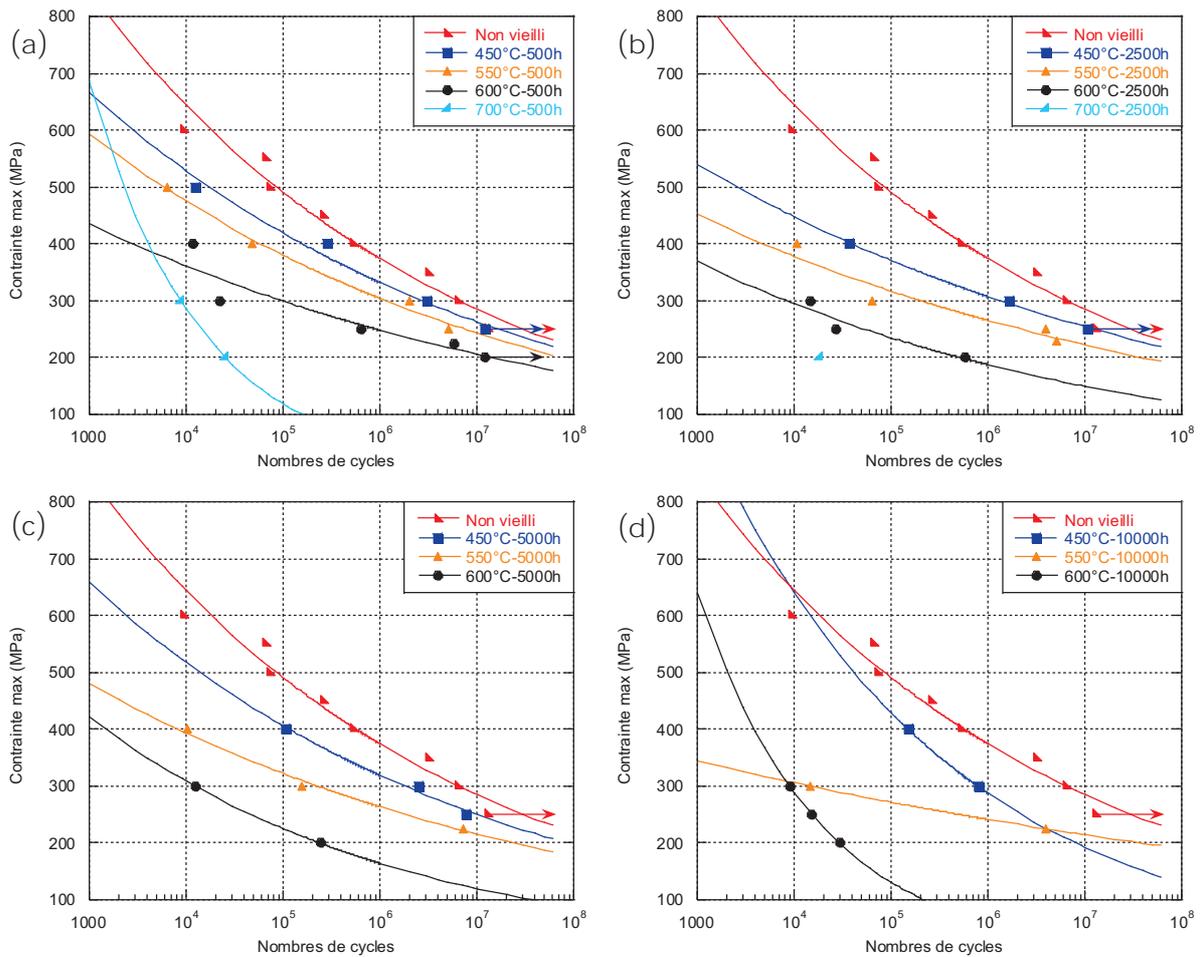


Figure V-25 : Essais de fatigue réalisés à 550°C sur éprouvettes vieilles pendant 500h (a), 2500h (b), 5000h (c) et 10000h (d)

L'influence de la durée de vieillissement n'est pas identique pour toutes les températures d'exposition. La Figure V-26 (a) et (b) présente les essais de fatigue après vieillissement à 450°C et 600°C pour chacune des durées d'exposition étudiées. Après vieillissement à 450°C et ce quelle que soit la durée de maintien, la résistance à la fatigue est identique à celle du matériau non vieilli. Après vieillissement à 600°C, la durabilité en fatigue diminue au fur et à mesure de l'augmentation de la durée de vieillissement. Cet effet de la durée se retrouve pour la température de vieillissement 550°C, mais avec un impact moins important sur le comportement en fatigue.

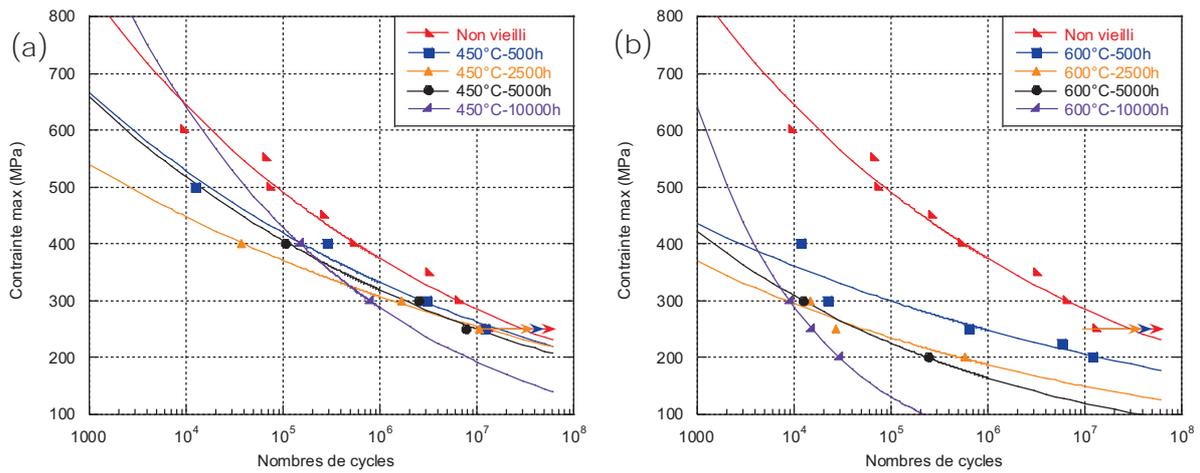


Figure V-26 : Essais de fatigue réalisés à 550°C sur éprouvettes vieilles à 450°C (a) et 600°C (b)

La Figure V-27 présente l'évolution de la contrainte maximale à 10<sup>5</sup> cycles à rupture en fonction de la température de vieillissement. Les courbes de fatigue obtenues à 550°C ne présentant pas systématiquement de contrainte de non-rupture, la contrainte maximale à un nombre fixe de cycles à rupture (10<sup>5</sup> cycles) est ainsi un moyen correct de suivre l'évolution de l'abattement en fatigue de notre matériau en fonction de la température de vieillissement. La contrainte maximale à 10<sup>5</sup> cycles à rupture a été obtenue pour chaque température et durée grâce à la modélisation de nos courbes avec le modèle de Basquin. La contrainte maximale à 10<sup>5</sup> cycles à rupture diminue avec la température de vieillissement, passant ainsi d'environ 500 MPa à 450°C à un peu plus de 100 MPa à 700°C. L'abattement en fatigue est ainsi d'autant plus important que la température de vieillissement est élevée.

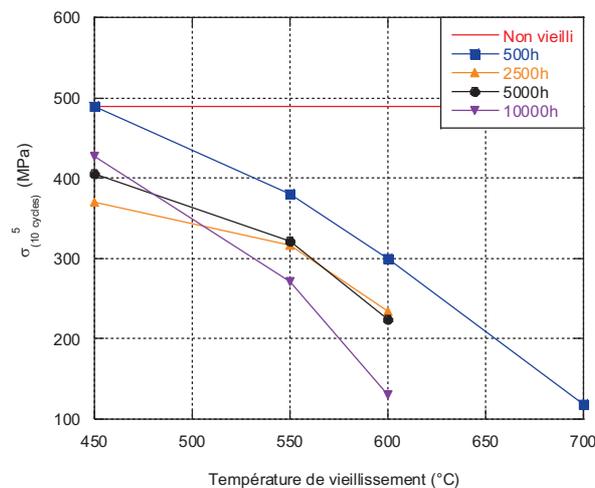


Figure V-27 : Evolution de la contrainte à 10<sup>5</sup> cycles à rupture à 550°C en fonction de la température de vieillissement

V.3.2.2. Faciès de fatigue

La Figure V-28 présente les faciès de trois éprouvettes rompues en fatigue à 550°C, l'éprouvette non vieillie (a) rompue à 450 MPa au bout de 259445 cycles, l'éprouvette vieillie à 450°C pendant 500h (b) rompue à 400 MPa après 284447 cycles et l'éprouvette vieillie à 600°C pendant 500h (c) rompue à 300 MPa après 22028 cycles. Des détails de ces trois faciès sont présentés sur la Figure V-29. Pour toutes ces éprouvettes, la rupture a été initiée sur un bord ou un coin de l'éprouvette (cf. Figure V-29 (a)), comme précédemment observée sur les faciès des essais de fatigue réalisés à température ambiante. Cette zone d'amorçage de la rupture se distingue grâce à la présence de rivières, indiquant la direction de propagation de la rupture, et des zones de clivage caractéristiques sont également observables (cf. Figure V-29 (a)). Le faciès de l'éprouvette non vieillie (cf. Figure V-28 (a)) présente des zones de rupture transgranulaire ductile, loin de la zone d'amorçage. Au contraire, les faciès des éprouvettes vieillies à 450°C et 600°C (cf. Figure V-28 (b) et (c)), présentent plutôt des zones de rupture intergranulaire ductile près de la zone d'amorçage, puis transgranulaire à l'opposé de la zone d'amorçage (cf. Figure V-28 (d)).

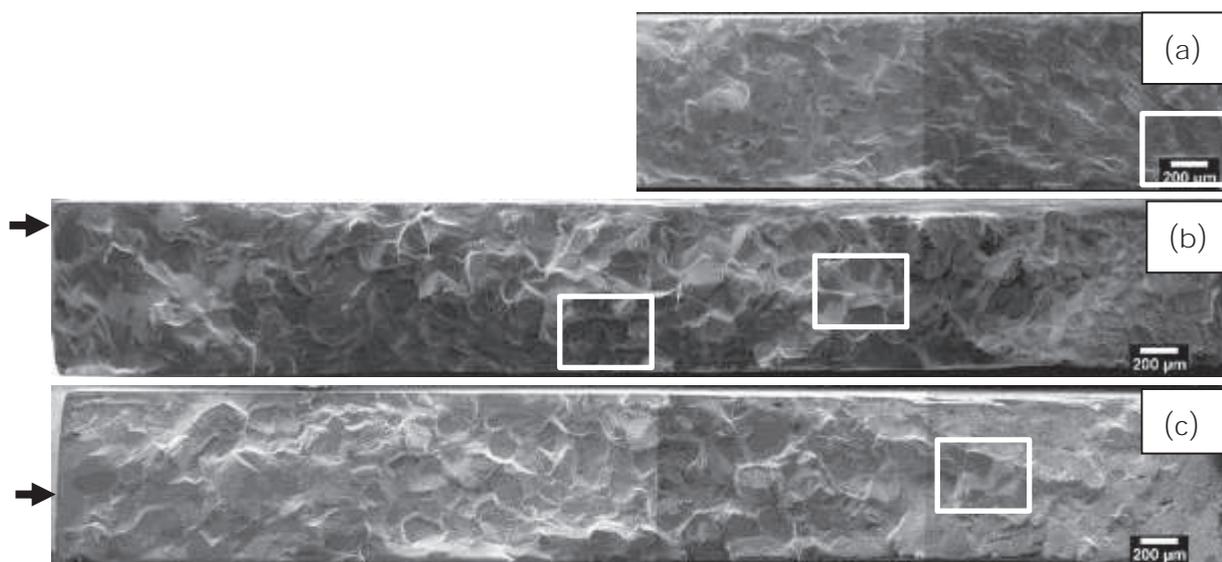


Figure V-28 : Faciès de rupture des éprouvettes rompues en fatigue à 550°C, éprouvette non vieillie (a) et éprouvettes vieillies pendant 500h à 450°C (b) et 600°C (c)

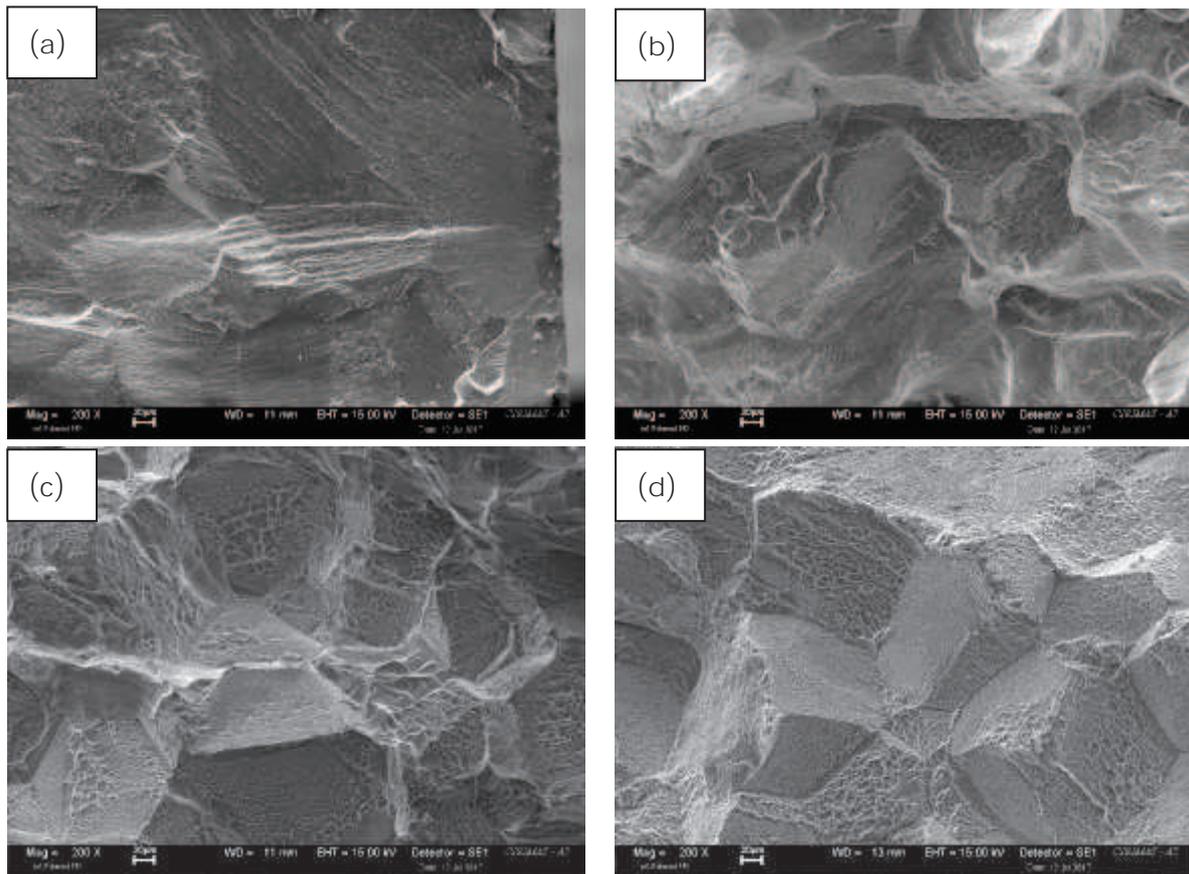


Figure V-29 : Détails des faciès présentés en Figure V-28 de l'éprouvette non vieillie (a) et des éprouvettes vieilles pendant 500h à 450°C (b et c) et 600°C (d)

### Synthèse du comportement en fatigue à température ambiante et à 550°C après vieillissement

La durabilité en fatigue de l'alliage Ti- $\beta$ 21S a été étudié avant et après les traitements thermiques de vieillissement à température ambiante et à 550°C. Les résultats ont montré que la résistance du matériau en fatigue est très dépendante à la fois de la température et de la durée de vieillissement. Ainsi pour les basses températures de vieillissement (450°C et 500°C), la durée de vie en fatigue est très proche du comportement du matériau avant vieillissement. L'augmentation de la durée d'exposition impacte très peu la résistance en fatigue pour ces deux températures de vieillissement. Pour les températures de vieillissement supérieures ( $\geq 550^\circ\text{C}$ ), la durabilité est très sensible à l'augmentation de la température et de la durée d'exposition. Cette sensibilité est d'autant plus importante que la température de vieillissement est élevée.

La résistance en fatigue est très différente pour les deux températures d'essai. La différence de résistance est observable dans le domaine d'endurance limitée. A 550°C, ce

domaine s'étant sur un plus grand intervalle de contraintes appliquées qu'à température ambiante. Du fait de mécanismes de déformation différents à 550°C, la propagation de fissures est plus lente qu'à température ambiante, d'où le domaine particulièrement étendu en endurance limitée.



---

## Chapitre VI. Discussion

---

<i>VI.1. Evolution de la microstructure et rôle de l'oxydation.....</i>	<i>172</i>
<i>VI.2. Evolution des propriétés mécaniques .....</i>	<i>175</i>
VI.2.1. <b>Module d'Young</b> .....	175
VI.2.2. Seuil de plasticité.....	177
VI.2.3. Amplitude de déformation.....	182
VI.2.4. Fatigue.....	184
<i>VI.3. Synthèse.....</i>	<i>186</i>



Dans les chapitres précédents, nous avons étudié l'effet du vieillissement thermique sur la microstructure, le comportement mécanique en traction et en fatigue et les différents comportements en oxydation. Nous proposons dans ce chapitre de relier les évolutions des différents paramètres microstructuraux, mécaniques et ceux liés à l'oxydation.

Aux cours des différents chapitres, des modifications de la microstructure ont été observées en proche surface (cf. partie III.3). De même un enrichissement en oxygène dans cette zone, ainsi qu'une augmentation de la dureté ont été mesurés dans le Chapitre IV. Enfin, une fragilisation du matériau notamment en traction, grâce aux observations des faciès de traction a été relevée dans la V.2.1.2. Ces différentes observations peuvent-elles être reliées entre elles ?

La Figure VI-1 présente les profondeurs de ces zones affectées en proche surface pour différentes conditions de vieillissement. Dans l'ensemble, les différentes profondeurs relevées grâce aux différentes analyses sont cohérentes les unes par rapport aux autres. Cette cohérence atteste donc d'un lien entre les évolutions microstructurales et la diffusion de l'oxygène dans le matériau. De plus, un lien entre les mécanismes de rupture en traction et la diffusion de l'oxygène peut également être établi. Quelques disparités entre les différentes valeurs sont toutefois à noter pour les plus hautes températures. En effet, la profondeur en proche surface où la dureté est supérieure à la dureté à cœur est bien supérieure à celle obtenue grâce aux observations métallographiques et la diffusion en oxygène. Ces écarts sont dus aux méthodes employées, qui du fait de la profondeur analysée, sous-estiment la profondeur affectée. Une analyse sur toute l'épaisseur de l'échantillon devrait être menée pour les plus hautes températures pour ne pas sous-estimer la profondeur de zone affectée. Cependant, cette analyse est difficile à mettre en place systématiquement.

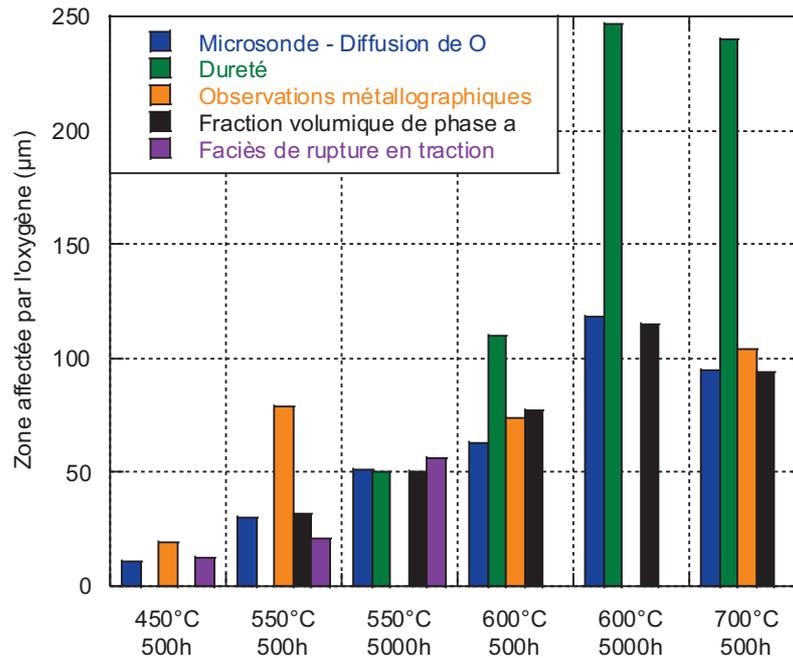


Figure VI-1 : Bilan des profondeurs de zone affectée par l'oxygène obtenues par différentes analyses

Dans cette partie, nous aborderons dans un premier temps les différents liens qui peuvent être établis entre les évolutions microstructurales et l'oxygène. Nous corrélerons ensuite les paramètres caractéristiques du comportement mécanique en traction avec la microstructure, puis nous relierons le comportement mécanique en fatigue avec la microstructure et la fragilisation par l'oxygène.

### VI.1. Evolution de la microstructure et rôle de l'oxydation

Le premier paramètre qui a permis de caractériser l'évolution de la microstructure après vieillissement dans la partie III.2 est la fraction volumique de la phase  $\alpha$  à cœur (cf. Figure III-6). La diminution de la fraction volumique de la phase  $\alpha$  avec la température de vieillissement est due à la transformation de la phase  $\alpha$  en phase  $\beta$  qui se réalise lorsque la température de vieillissement se rapproche de la température de transus ( $T_{\beta} = 805^{\circ}\text{C}$ ). L'évolution de la fraction volumique de phase  $\alpha$  est particulière à  $700^{\circ}\text{C}$ . En effet, cette fraction volumique augmente avec la durée de vieillissement. Or, nous avons vu grâce aux profils de diffusion de l'oxygène à cette même température (cf. partie IV.3), que l'oxygène diffuse jusqu'au cœur du matériau après vieillissement pendant 5000h. L'augmentation de la fraction volumique de phase  $\alpha$  à cœur semble ainsi liée à l'augmentation de la teneur en oxygène dans le matériau.

Ce lien entre fraction volumique de phase  $\alpha$  et diffusion d'oxygène est également observable en très proche surface. Cette corrélation entre l'augmentation de la teneur en oxygène et celle de la fraction volumique de phase  $\alpha$  résulte du caractère  $\alpha$ -gène de l'oxygène, souvent reporté dans la littérature [Wallace, 1992, Parris and Bania, 1993, Sansoz, 2004]. La pénétration d'oxygène impacte aussi probablement la morphologie des précipités  $\alpha$  mais n'a pas été quantifiée dans cette étude. La Figure VI-2 présente la microstructure en proche surface (surface à gauche de l'image) de l'échantillon vieilli à 700°C pendant 5000h. Une différence notable de morphologie entre les lamelles  $\alpha$  près de la surface et celles à cœur est observable. Les précipités  $\alpha$  sont plus fins et leur taille est homogène près de la surface alors que plus la profondeur augmente et plus les précipités  $\alpha$  deviennent grossiers, avec une forte hétérogénéité de taille entre les lamelles  $\alpha$ . Cependant, nous n'avons pas quantifié ce phénomène au cours de ces travaux.



*Figure VI-2 : Evolution de la microstructure en proche surface pour l'échantillon vieilli à 700°C pendant 5000h*

Grâce aux différents profils de diffusion de l'oxygène et à l'évolution de fraction volumique de phase  $\alpha$  avec la profondeur, nous pouvons déterminer la fraction volumique de phase  $\alpha$  en fonction de la teneur en oxygène, pour une température donnée. La Figure VI-3 présente la démarche adoptée pour l'échantillon vieilli à 600°C pendant 500h. Les profils de diffusion d'oxygène et l'évolution de la fraction volumique de phase  $\alpha$  avec la profondeur sont superposés. Pour une teneur de 3 % massique en oxygène, une profondeur est déterminée. La fraction volumique de phase  $\alpha$  à cette même profondeur est ensuite relevée.

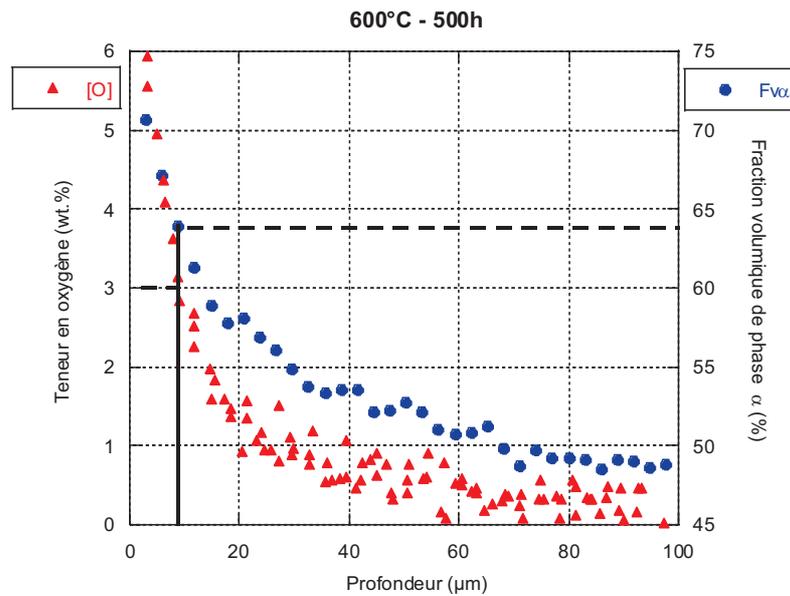


Figure VI-3 : Evolution de la teneur en oxygène et de la fraction volumique en phase  $\alpha$  en fonction de la profondeur pour l'échantillon vieilli à 600°C pendant 500h

Cette démarche a été adoptée pour les températures de vieillissement de 450°C, 550°C, 600°C et 700°C et pour des teneurs en oxygène variant de 1 % à 6 % massique. L'évolution de la fraction volumique de phase  $\alpha$  avec la teneur en oxygène pour chaque température est représentée sur la Figure VI-4. La fraction volumique de phase  $\alpha$  augmente avec la teneur en oxygène, quelle que soit la température de vieillissement considérée. De plus, à teneur en oxygène constante, la fraction volumique de phase  $\alpha$  diminue avec l'augmentation de la température de vieillissement. La très faible pénétration de l'oxygène à 450°C ne permet pas d'effectuer des mesures pour cette température. Cette évolution de la fraction volumique de phase  $\alpha$  en fonction de la teneur en oxygène a également été étudiée par Liu et al. dans le TA6V [Liu and Welsch, 1988]. Les premiers calculs Thermocalc ont confirmé ces résultats notamment à 550°C et 600°C.

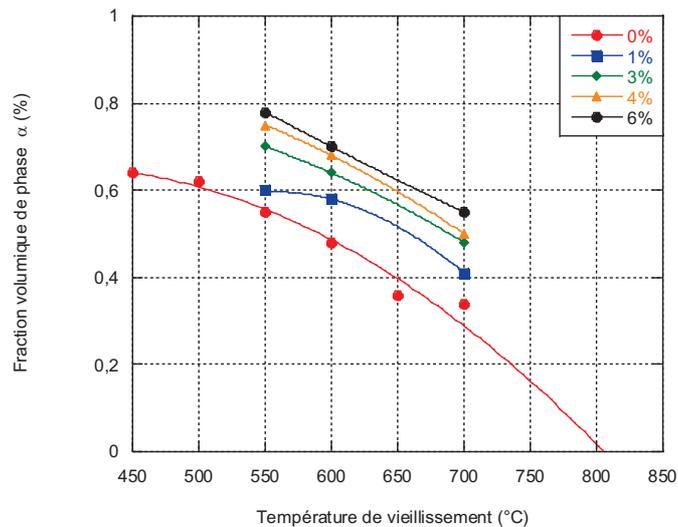


Figure VI-4 : Evolution de la fraction volumique de phase  $\alpha$  en fonction de la température de vieillissement pour différentes teneurs en O

Nous voyons ainsi que l'évolution de la microstructure au cours du vieillissement, en particulier en terme de fraction volumique de phase  $\alpha$ , dépend de deux paramètres distincts : la température de vieillissement et la teneur en oxygène. Ainsi, un vieillissement réalisé dans des conditions limitant ou bloquant l'oxydation (traitement thermique sous vide ou revêtement de pièces) induit aussi des évolutions microstructurales pouvant mener à une modification du comportement mécanique.

Dans les paragraphes suivants, nous examinerons l'effet de ces modifications microstructurales d'une part et de l'enrichissement en oxygène d'autre part sur le comportement mécanique du Ti- $\beta$ 21S.

## VI.2. Evolution des propriétés mécaniques

### VI.2.1. Module d'Young

Dans la partie V.1, les propriétés mécaniques en traction ont été étudiées pour trois microstructures différentes de l'alliage Ti- $\beta$ 21S, afin de définir un lien entre les différentes microstructures et la résistance mécanique en traction. Le lien entre la microstructure et la mécanique est remarqué grâce à l'évolution du module d'Young en fonction des différentes microstructures (cf. Figure V-2). Ainsi, les modules d'Young des états microstructuraux précipités sont plus élevés que celui du matériau à l'état mis en solution. Cette augmentation du module d'Young pour les états précipités est directement liée avec la présence de la phase  $\alpha$  dans le matériau. En effet, le module d'Young de la phase  $\alpha$  est plus élevé (100 - 145 GPa) que celui de la phase  $\beta$

(72 - 85 GPa) [Veiga, 2012]. Nous pouvons estimer simplement la valeur du module d'Young en fonction de la fraction volumique de phase  $\alpha$  grâce à une simple loi des mélanges :

$$E_{\alpha+\beta} = f v_{\alpha} * E_{\alpha} + (1 - f v_{\alpha}) * E_{\beta} \quad \text{Équation VI-1}$$

Avec  $E_{\alpha+\beta}$ ,  $E_{\alpha}$  et  $E_{\beta}$  les modules d'Young du matériau composé de phases  $\alpha$  et/ou  $\beta$ ,  $f v_{\alpha}$  la fraction volumique de phase  $\alpha$ .

Pour faire ce calcul, des valeurs moyennes du module d'Young de 122 GPa pour la phase  $\alpha$  et de 79 GPa pour la phase  $\beta$  ont été utilisées. La valeur obtenue pour une fraction volumique de phase  $\alpha$  de 33 % est de 93 GPa, tandis que lorsque la fraction volumique s'élève à 55 %, le module d'Young est de 103 GPa.

Des mesures du module d'Young ont été effectuées par résonance acoustique pour différents échantillons et à différentes températures. Les analyses complètes sont présentées en Annexe IV. La mesure du module d'Young a notamment été réalisée sur un matériau à l'état mis en solution, à différentes températures grâce à une chauffe jusqu'à 700°C puis un refroidissement jusqu'à température ambiante. La microstructure, 100 %  $\beta$  au début de la mesure, évolue au cours du cycle de traitement thermique avec la précipitation de phase  $\alpha$ . Le module d'Young évolue ainsi en conséquence. En début de cycle, la valeur du module d'Young est de 80 GPa. En fin de cycle, le module s'élève à 105 GPa attestant d'une précipitation de phase  $\alpha$  au cours du cyclage. La même analyse a été réalisée sur le matériau à l'état CBDP. La valeur du module d'Young obtenue à 20°C est de 95 GPa.

Les différentes valeurs des modules d'Young obtenues grâce aux différentes analyses et essais ont été représentées sur la Figure VI-5 en fonction de la fraction volumique de phase  $\alpha$ . Sur ce graphe, les valeurs des modules d'Young des échantillons vieillis à 450°C et 650°C pendant 500h, obtenues par résonance acoustique à température ambiante, ont également été reportés.

Les valeurs des modules d'Young obtenues au cours des essais à température ambiante sur les échantillons vieillis n'ont pas été reportées sur ce graphe. Nous pouvons toutefois indiquer que les valeurs expérimentales sont toujours supérieures à celles calculées grâce à la loi des mélanges. Ce résultat s'explique par le fait que le module d'Young n'est pas uniquement lié à la fraction volumique de phase  $\alpha$ , mais aussi à la teneur en oxygène

dans le matériau. La diffusion de l'oxygène dans le matériau entraîne alors une augmentation du module d'Young.

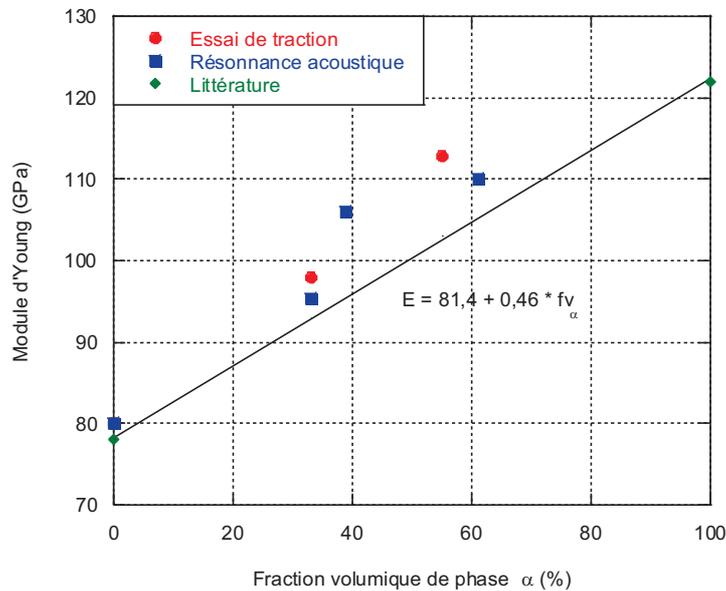


Figure VI-5 : Evolution du module d'Young avec la fraction volumique de phase  $\alpha$

Un premier lien entre un paramètre de la microstructure, à savoir la fraction volumique de la phase  $\alpha$ , avec une propriété caractéristique de la tenue en traction, le module d'Young, a été établi. Relions maintenant un autre paramètre caractéristique du comportement mécanique avec la microstructure.

### VI.2.2. Seuil de plasticité

Au cours de notre étude, de fortes variations de la limite d'élasticité ont été observées. En effet, la limite d'élasticité à température ambiante et à 550°C est fortement dépendante à la fois de la température et de la durée de vieillissement. Dans cette partie, nous essaierons de relier ce paramètre clé de la tenue mécanique du matériau en traction avec la microstructure, grâce aux paramètres caractérisant les évolutions microstructurales.

Le paramètre le plus courant pour caractériser la microstructure est la fraction volumique de la phase  $\alpha$ . Ce paramètre a déjà été utilisé dans la partie précédente pour établir un lien de proportionnalité avec le module d'Young de notre matériau. Après chaque vieillissement thermique, la fraction volumique de la phase  $\alpha$  a été mesurée (cf. partie III.2.3.1). Les essais de traction à température ambiante et à 550°C ont également été réalisés sur les éprouvettes vieilles, et les limites d'élasticité ont ainsi été déterminées

pour l'ensemble des couples Température - temps de vieillissement (cf. partie V.2). La Figure VI-6 présente l'évolution de la limite d'élasticité à température ambiante et à 550°C pour l'ensemble des vieillissements en fonction de la fraction volumique de phase  $\alpha$ . Concentrons-nous dans un premier temps sur la tendance obtenue à température ambiante. Cette représentation fait apparaître une très forte dispersion des points expérimentaux qui ne semble pas révéler une corrélation forte entre la limite d'élasticité à température ambiante et la fraction volumique de phase  $\alpha$ . De plus, le point représentant l'état CBDP non vieilli est clairement en dehors de cette corrélation. Pour rappel, la fraction volumique des échantillons après vieillissement est toujours supérieure à celle du matériau non vieilli alors que la limite d'élasticité du matériau non vieilli est inférieure à celle des échantillons vieillis à des températures inférieures à 550°C, et supérieure à celle des échantillons vieillis au-delà. En ce qui concerne l'évolution de la limite d'élasticité à 550°C avec la fraction volumique, la conclusion est toute autre. La limite d'élasticité semble bien corrélée à la fraction volumique de phase  $\alpha$ . Le point du matériau non vieilli (33 % - 570 MPa) est ici tout à fait cohérent. Rappelons que la limite d'élasticité à 550°C du matériau non vieilli est toujours inférieure ou égale à celles des échantillons vieillis.

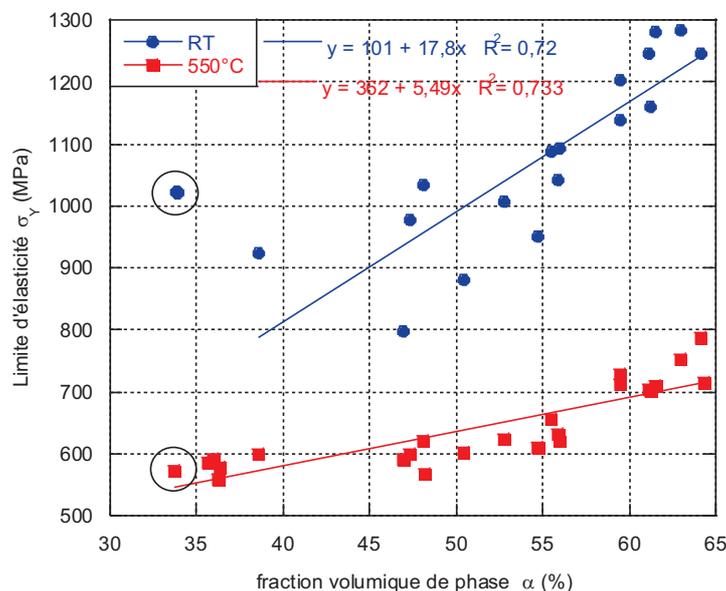


Figure VI-6 : Evolution de la limite d'élasticité  $\sigma_y$  avec la fraction volumique de phase  $\alpha$  ; les deux points encadrés correspondent à l'état CBDP non vieilli

Le lien entre la limite d'élasticité à 550°C et la fraction volumique de phase  $\alpha$  est ainsi établi. Au contraire, ce paramètre de la microstructure n'est pas celui permettant d'expliquer l'évolution de la limite d'élasticité à température ambiante. Un autre

paramètre de la microstructure doit être sélectionné afin de lier la limite d'élasticité avec la microstructure. Ce deuxième paramètre clé est la distance inter-lamelles  $\alpha$ . Ce paramètre a été déterminé dans la partie III.2.3.3. La Figure VI-7 présente l'évolution de la limite d'élasticité à température ambiante et à 550°C en fonction de l'inverse de la distance inter-lamelles  $\alpha$ . A température ambiante, une très bonne corrélation entre ces deux paramètres apparait. De plus, le point correspondant au matériau non vieilli (0,20  $\mu\text{m}$  – 1004 MPa) est cohérent avec cette tendance. En effet, la distance inter-lamelles  $\alpha$  du matériau non vieilli est intermédiaire entre les échantillons vieillis en dessous de 550°C et en dessus de cette température. En ce qui concerne l'évolution de la limite d'élasticité à 550°C avec l'inverse de la distance inter-lamelles  $\alpha$ , on observe une bonne corrélation.

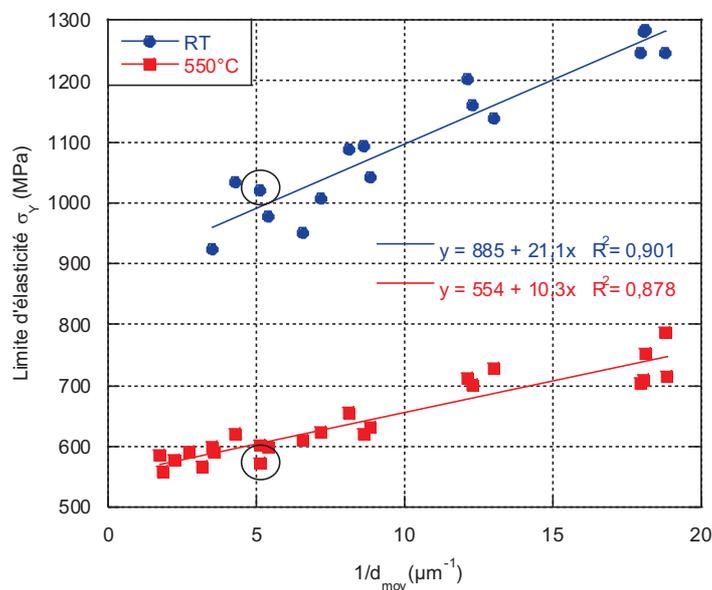


Figure VI-7 : Evolution de la limite d'élasticité avec l'inverse de la distance inter-lamelles  $\alpha$ , les deux points encadrés correspondent à l'état CBDP non vieilli

En conclusion, à température ambiante, la limite d'élasticité est directement liée à l'inverse de la distance inter-lamelles  $\alpha$ . A 550°C, l'évolution de la limite d'élasticité semble corrélée avec la fraction volumique de la phase  $\alpha$  et la distance inter-lamelles, qui pourtant ne sont pas directement liés entre elles pour toutes les durées et températures de vieillissement. Il convient donc d'affiner l'analyse en examinant l'évolution des paramètres en fonction de la durée de vieillissement à 450°C et 600°C.

Rappelons tout d'abord les évolutions des fractions volumiques de phase  $\alpha$  et l'inverse de la distance inter-lamelles avec la durée de vieillissement pour les températures 450°C et 600°C. La Figure VI-8 présente l'évolution de l'inverse de la distance inter-lamelles  $\alpha$

(a) et de la fraction volumique de phase  $\alpha$  (b) avec la durée pour ces deux températures. Concernant l'inverse de la distance inter-lamelles  $\alpha$ , celle-ci est relativement stable après vieillissement à 450°C, quelle que soit la durée de vieillissement. Au contraire, après vieillissement à 600°C, la distance inter-lamelles  $\alpha$  diminue avec la durée de vieillissement. A 450°C, la fraction volumique de phase  $\alpha$  augmente avec la durée de vieillissement, passant ainsi de 60 % au bout de 500h de vieillissement à près de 65 % après 5000h de vieillissement. La fraction volumique de phase  $\alpha$  diminue très légèrement au-delà de 5000h de vieillissement. Pour les échantillons vieillis à 600°C, la fraction volumique de phase  $\alpha$  diminue très légèrement avec la durée de vieillissement. Quoiqu'il en soit, la fraction volumique des échantillons vieillis est toujours supérieure à la fraction volumique du matériau non vieilli.

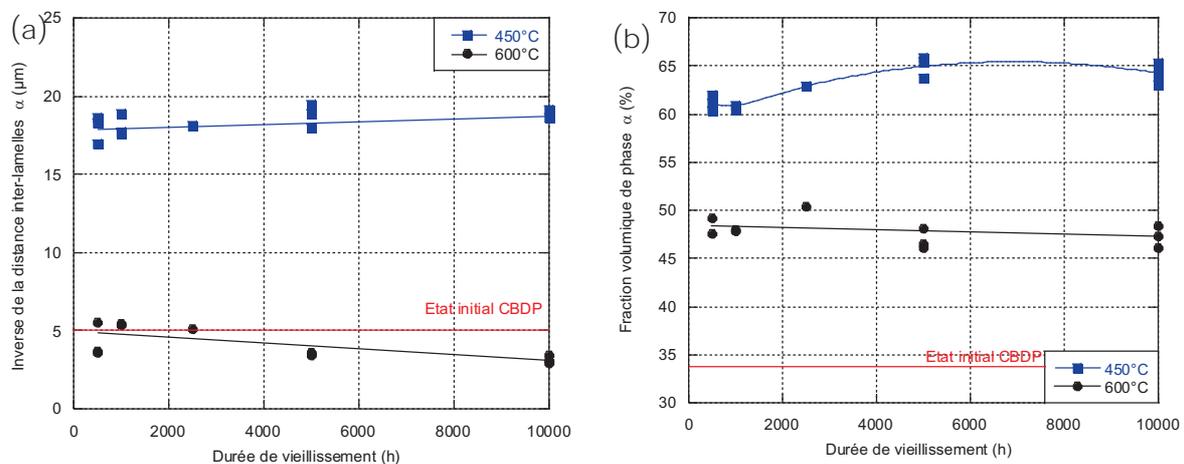


Figure VI-8 : Evolution de l'inverse de distance inter-lamelles  $\alpha$  (a) et de la fraction volumique de phase  $\alpha$  (b) en fonction de la durée de vieillissement pour deux températures 450°C et 600°C

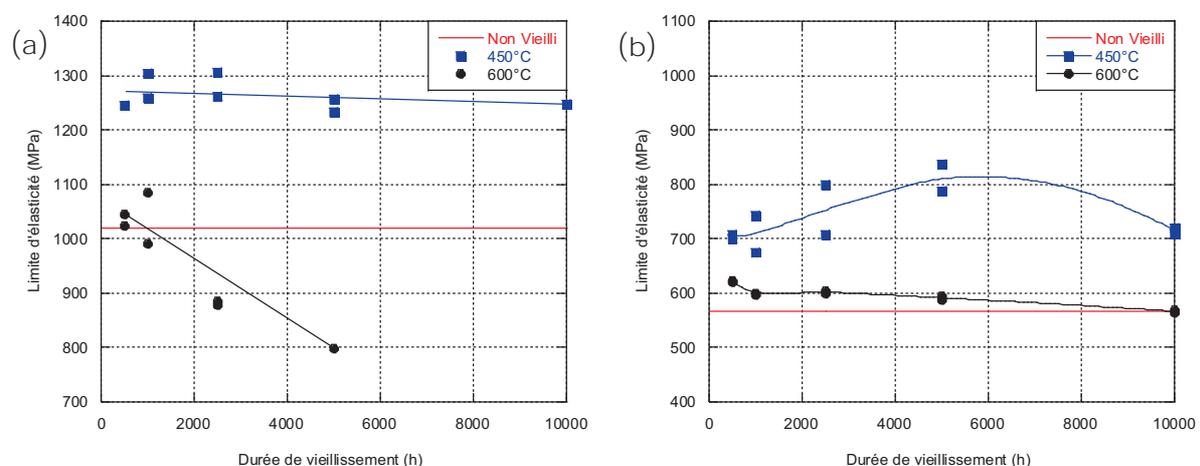


Figure VI-9 : Evolution de la limite d'élasticité à température ambiante (a) et à 550°C (b) en fonction de la durée pour deux températures 450°C et 600°C

Rappelons-nous maintenant des évolutions de la limite d'élasticité à température ambiante et à 550°C pour les échantillons vieillis à 450°C et 600°C (cf. Figure VI-9). A température ambiante, la limite d'élasticité du matériau vieilli à 450°C diminue très légèrement avec la durée de vieillissement. Après vieillissement à 600°C, la diminution de la limite d'élasticité en fonction de la durée est beaucoup plus forte. A 550°C, l'évolution de la limite d'élasticité est tout autre. Après vieillissement à 450°C, la limite d'élasticité augmente jusqu'à 5000h de vieillissement, et diminue au-delà. A 600°C, la limite d'élasticité ne diminue que très légèrement avec la durée de vieillissement.

Nous pouvons valider la relation de proportionnalité établie à température ambiante entre la limite d'élasticité et l'inverse de la distance inter-lamelles  $\alpha$ . En effet, après vieillissement à 450°C, l'inverse de la distance inter-lamelles et la limite d'élasticité sont relativement stables avec la durée de vieillissement. Pour les vieillissements à 600°C, l'inverse de la distance inter-lamelles  $\alpha$  et la limite d'élasticité diminue avec la durée. Pour les essais réalisés à 550°C, l'évolution de la limite d'élasticité ne semble pas corrélérer avec l'évolution de l'inverse de la distance inter-lamelles  $\alpha$ , à la fois après vieillissement à 450°C et 600°C. Par contre, un lien de proportionnalité est clairement visible entre la limite d'élasticité et la fraction volumique de phase  $\alpha$ . En effet, ces deux paramètres évoluent de façon similaire à la fois après vieillissement à 450°C et 600°C.

L'évolution de la limite d'élasticité mesurée à température ambiante et à 550°C n'est pas liée aux mêmes caractéristiques de la microstructure. Ces différences de relations entre propriétés mécaniques et microstructure pour ces deux températures sont directement liées aux mécanismes de déformation mis en jeu à ces deux températures. Ces mécanismes ont été appréhendés grâce à l'étude du comportement mécanique en traction à différentes températures réalisée dans la partie V.1.2 (cf. Figure V-4). Les deux températures d'essai appartiennent à deux domaines de températures distincts, celui des basses températures ( $T < 200^\circ\text{C}$ ) et celui des hautes températures ( $T > 500^\circ\text{C}$ ).

A température ambiante, la relation entre la limite d'élasticité et l'inverse de la distance inter-lamelles  $\alpha$  est expliquée par le mécanisme de durcissement du matériau par précipitation. De nombreuses études mettant en évidence l'augmentation de la limite d'élasticité avec la microstructure sont courantes dans la littérature [Agarwal, 2008, Mantri, 2015, Xu, 2015]. Le mécanisme qui régit ce phénomène est le mécanisme d'Orowan. Le déplacement des dislocations est freiné par la présence de précipités. Une manière de franchir ces obstacles est de les contourner en formant des boucles de

dislocations autour des précipités. La contrainte nécessaire pour courber la dislocation est calculée par l'Équation VI-2.

$$\sigma_Y = \sigma_0 + \frac{M\mu b}{d} \quad \text{Équation VI-2}$$

$$\text{Avec } \mu = \frac{E}{2(1+\nu)} \approx \frac{3}{8} * E \quad \text{Équation VI-3}$$

Avec  $M$  facteur de Taylor,  $\mu$  module de cisaillement,  $\nu$  le coefficient de poisson et  $b$  la norme du vecteur de Burgers.

La valeur théorique du coefficient directeur peut être calculée avec la valeur du module d'Young de la phase  $\beta$  obtenue par résonance acoustique (80 GPa), la valeur du facteur de Taylor  $M = 3$  et la norme du vecteur de Burgers  $b = 2,9 \cdot 10^{-10}$  m. Le coefficient  $\frac{3}{8}MEb$  est égal à 26 MPa.m. Pour rappel, le coefficient directeur expérimental obtenu par régression linéaire est égal à 21 MPa.m (cf. Figure VI-7). Ces deux valeurs sont du même ordre de grandeur, validant ainsi le mécanisme d'Orowan.

Ainsi à température ambiante, la déformation plastique est activée seulement dans la phase  $\beta$ . Les précipités  $\alpha$  de très petites tailles s'avèrent infranchissables et sont contournés. C'est donc la distance inter-lamelles  $\alpha$  qui est pertinente. Pour les essais à 550°C, du fait de la forte activation thermique de la déformation dans la phase  $\alpha$  au-delà de 500°C [Surand, 2013], celle-ci devient déformable et le paramètre pertinent est alors la fraction volumique de phase  $\alpha$ . Des observations en microscopie à transmission n'ont pas encore pu être réalisées sur les éprouvettes déformées. Ces observations pourraient mettre en évidence les mécanismes de déformation différents à 20°C et à 550°C.

### VI.2.3. Amplitude de déformation

La déformation du matériau à travers l'allongement à rupture de celui-ci a été étudiée dans la partie V.2. De fortes différences, à la fois entre les échantillons vieillis à différentes températures, et à la fois entre les deux températures d'essai, ont été relevées. Nous tenterons dans cette partie d'expliquer qualitativement les différences observées.

A température ambiante, l'allongement à rupture diminue drastiquement après vieillissement, quelle que soit la température de vieillissement (cf. Figure V-18 (e)). La température de vieillissement 550°C se distingue des autres puisque l'allongement à rupture après essai est plus important pour celle-ci que pour les autres températures d'essai. Différentes causes sont responsables de la forte diminution de l'allongement à

rupture après vieillissement. Pour les plus basses températures de vieillissement ( $T < 550^{\circ}\text{C}$ ), la présence de précipités  $\alpha$  secondaires fins empêche la déformation de la phase  $\beta$ . Le déplacement des dislocations est alors freiné par la présence de ces petits précipités. La diminution de l'allongement à rupture après précipitation de phase  $\alpha$  très fine est régulièrement observée dans la littérature [Sun, 2010, Mantri, 2015]. Pour les températures de vieillissement supérieures à  $550^{\circ}\text{C}$ , l'explication de la diminution de l'allongement à rupture est tout autre. A ces températures, l'oxygène devient la première cause expliquant la rupture soudaine du matériau. La formation en très proche surface d'une zone enrichie en oxygène plus fragile, dont la profondeur augmente avec la température et la durée de vieillissement, est la cause de la rupture fragile du matériau en traction. Les faciès de rupture ont confirmé cette explication. En effet, pour les plus hautes températures ( $T > 550^{\circ}\text{C}$ ), le mode de rupture fragile par clivage est le mode dominant de rupture. La présence d'une zone fragile en proche surface entraîne une modification de la réponse mécanique du matériau. De nombreuses études ont ainsi comparé le comportement du matériau à celui d'un matériau composite avec une couche dure et fragile en surface [Bendersky, 1984, Parthasarathy, 2011]. Les conséquences de cette couche fragile sur le comportement du matériau sont multiples. Ainsi, plus la profondeur de la couche fragile est importante et plus l'allongement à rupture diminue. De plus, les fissures formées en surface jouent un rôle similaire à celui d'une entaille. La profondeur de la couche fragile affecte le comportement mécanique de la même manière qu'une entaille de taille similaire.

La température de vieillissement  $550^{\circ}\text{C}$  se distingue des autres. L'allongement à rupture après vieillissement à cette température est conservé, et diminue très légèrement avec la durée de vieillissement. A cette température, aucune précipitation de lamelles  $\alpha$  fine n'est présente, ce n'est donc pas la cause de la rupture de l'éprouvette. Toujours à cette température et pour la plus courte durée, la zone fragile en proche surface n'est pas encore suffisante pour fragiliser le matériau et entraîner la rupture fragile du matériau. Cependant, au fur et à mesure de l'augmentation de la durée de vieillissement, la profondeur de la zone fragile en proche surface augmente, entraînant la diminution de la ductilité. La profondeur de cette zone fragile n'est toutefois pas suffisante pour fragiliser complètement le matériau et entraîner la rupture anticipée de l'éprouvette, même pour de très longues durées.

En ce qui concerne les essais de traction à  $550^{\circ}\text{C}$ , une très forte dispersion des valeurs des allongements à rupture a été observée. Cette dispersion est en partie due à la méthode

de mesure des allongements à rupture. La dispersion des résultats s'explique aussi par les mécanismes de déformation mis en jeu dans ce domaine de température. En effet, dans le domaine des hautes températures ( $T > 500^\circ\text{C}$ ), la striction de l'éprouvette est diffuse, et se réalise sur l'ensemble de la longueur utile de l'éprouvette, jusqu'à ce qu'elle se localise en un point jusqu'à rupture. Aucun effet de la température et de la durée de vieillissement n'a pu être tiré des résultats obtenus. Les allongements à rupture sont toutefois bien plus importants que ceux obtenus à température ambiante. De très nombreuses fissures ont été observées en surface des éprouvettes. Malgré le grand nombre de défauts en surface, l'allongement en rupture est important. Au contraire, à température ambiante, peu voire aucune fissure n'a été observée à la surface des éprouvettes. La tolérance aux dommages est donc plus importante à  $550^\circ\text{C}$  qu'à température ambiante. La couche d'oxyde et la zone enrichie en oxygène fissurent rapidement en début de chargement car la ténacité de ces deux couches est bien plus faible que celle du matériau à cœur. Cependant à température ambiante, la première fissure se propage rapidement dans le métal entraînant la rupture rapide de l'éprouvette. Au contraire à  $550^\circ\text{C}$ , la fissure ne se propage pas dans le matériau, l'allongement à rupture est donc plus important à  $550^\circ\text{C}$  qu'à température ambiante.

#### VI.2.4. Fatigue

Le comportement en fatigue est, tout comme le comportement en traction, intimement lié à la microstructure.

A température ambiante, la limite d'endurance à proprement parlé n'a pas été déterminée précisément. Cependant, une estimation de la contrainte de non-rupture a été obtenue, puisque pour une grande partie des vieillissements, un essai dans le domaine de l'endurance illimitée a été réalisé. A  $550^\circ\text{C}$ , aucune limite d'endurance n'a pu être déterminée, le domaine de l'endurance limité étant très étendu. Cette différence de comportement mécanique en fatigue entre la température ambiante et  $550^\circ\text{C}$  est directement liée à la tolérance aux dommages du matériau. Cette tolérance aux dommages est plus importante à  $550^\circ\text{C}$ , les fissures se propageant moins facilement dans le matériau.

Le comportement en fatigue est lié à la résistance mécanique en traction du matériau. Un des moyens de relier ces deux comportements est de représenter le rapport entre la contrainte appliquée en fatigue et la limite d'élasticité du matériau en fonction du nombre de cycles à rupture. La Figure VI-10 présente l'évolution de ce rapport à température

ambiante (a) et à 550°C (b) pour les échantillons non vieillis et vieillis pendant 500h. A température ambiante, deux comportements se distinguent. Pour les températures de vieillissement les plus basses ( $T \leq 550^\circ\text{C}$ ), les rapports  $\sigma_{\text{app}}/\sigma_Y$  sont similaires pour ces trois températures et relativement proches de celui du matériau non vieilli. Au-delà de cette température, le comportement en fatigue se dégrade. Cette différence de comportement mécanique entre les basses températures ( $T \leq 550^\circ\text{C}$ ) et les températures plus élevées rappelle l'évolution singulière de l'évolution de l'allongement à rupture à température ambiante du matériau après vieillissement (cf. partie VI.2.2). Cette détérioration du matériau lors des vieillissements à hautes températures s'explique par la fragilisation du matériau en surface, du fait de la diffusion de l'oxygène dans le matériau. L'effet de la zone fragile en surface sur la tenue en fatigue est abordée dans la littérature [Hornberger, 2015, Satko, 2016].

A 550°C, les rapports  $\sigma_{\text{app}}/\sigma_Y$  sont similaires pour les températures de vieillissement inférieures ou égales à 600°C, puisque les courbes de comportement en fatigue sont quasiment superposées. Au-delà de 600°C, la tenue en fatigue est fortement dégradée. Cette tenue en fatigue conservée à 550°C pour des températures de vieillissement inférieures ou égales à 600°C rappelle l'évolution particulière de l'allongement à rupture en traction à 550°C. L'explication précédemment donnée quant à la tolérance aux dommages plus grande à 550°C qu'à température ambiante est valable pour expliquer la meilleure tenue en fatigue à 550°C qu'à température ambiante

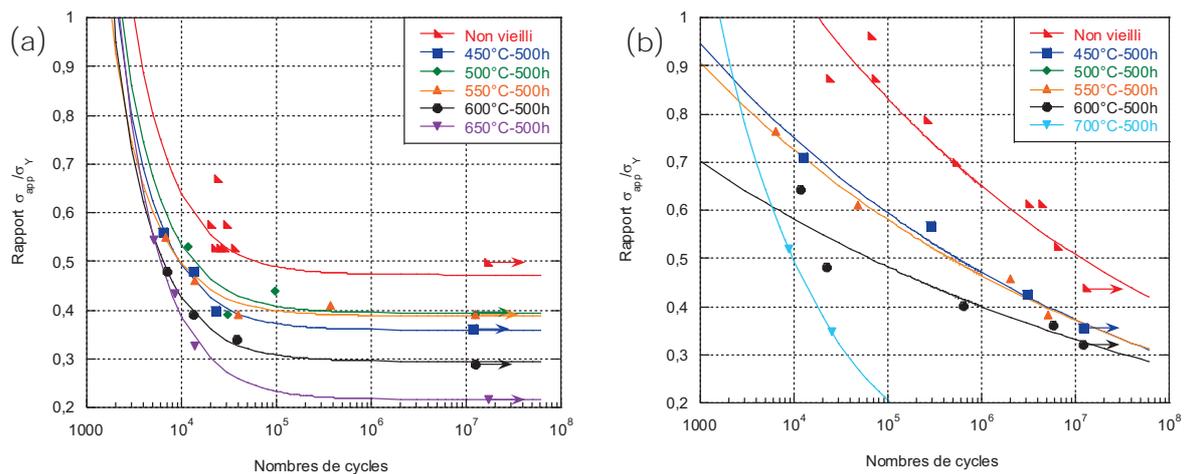


Figure VI-10 : Rappports  $\sigma_{\text{app}}/\sigma_Y$  à température ambiante (a) et 550°C (b)

### VI.3. Synthèse

Le vieillissement de tôles d'alliages de titane  $\beta$ 21S induit des modifications de microstructure et du comportement mécanique en lien avec les phénomènes de pénétration de l'oxygène. Ces mécanismes sont fortement liés et leur interaction, ainsi que la prédominance de chaque phénomène dépend fortement de la température. Il est toutefois possible de distinguer deux domaines de température de vieillissement.

Le premier domaine de températures est celui des températures inférieures à 550°C. Pour ces deux basses températures, 450°C et 500°C, le premier effet notable du vieillissement est la précipitation de lamelles  $\alpha$  fines, entraînant une forte augmentation de la fraction volumique de phase  $\alpha$ . Cette précipitation fine impacte fortement le comportement mécanique de l'alliage. En effet, la résistance en traction est augmentée, résultat du durcissement du matériau par précipitation. Cette précipitation  $\alpha$  fine entraîne cependant la perte de la ductilité du matériau à température ambiante. Le comportement mécanique en fatigue à ces températures est très proche de celui du matériau non vieilli. L'oxydation n'est pas un facteur de premier ordre à ces températures. Dans ce domaine de températures, la diffusion de l'oxygène est présente mais relativement modérée, puisque le mécanisme d'oxydation majeur est la formation de la couche d'oxyde en surface.

La température de vieillissement de 550°C est une température clé de vieillissement. C'est la température limite entre les deux domaines. A cette température, aucune précipitation de phase  $\alpha$  secondaire n'est observée. L'allongement à rupture du matériau vieilli à 550°C est donc relativement conservé en traction à température ambiante. De plus à cette température, la pénétration de l'oxygène commence à être plus importante et engendre des modifications microstructurales en proche surface.

Le second domaine de températures de vieillissement est celui des températures supérieures à 550°C. Pour ces températures, l'oxydation est un facteur prépondérant dans l'explication des effets du vieillissement sur le comportement global du matériau. En effet, à ces températures, la diffusion de l'oxygène dans le matériau est importante, d'autant plus que la durée et la température de vieillissement sont élevées. Cette diffusion de l'oxygène impacte fortement la microstructure mais également le comportement mécanique puisque la zone riche en oxygène en surface fragilise le matériau.

D'un point de vue mécanique, des essais ont été réalisés à température ambiante et à 550°C et mettent en évidence l'effet des évolutions décrites ci-dessus sur le comportement

---

mécanique. La mesure du module d'Young est ainsi un indicateur de l'évolution microstructurale, puisque directement lié à la fraction volumique de phase  $\alpha$ .

Des mécanismes de déformation différents en traction ont été mis en évidence à température ambiante et à 550°C. Ainsi, le seuil de plasticité du matériau est directement lié à la présence de précipités  $\alpha$ , du fait du phénomène de durcissement par précipitation. A température ambiante, une relation entre la limite d'élasticité et l'inverse de la distance inter-lamelles  $\alpha$  a été établie, sur le modèle du mécanisme d'Orowan. Au contraire, à 550°C, le seuil de plasticité du matériau est relié à la fraction volumique de phase  $\alpha$ .

Le taux de déformation à rupture à température ambiante est fortement affecté par les vieillissements mais pour des raisons différentes en fonction de la température de vieillissement. Pour des températures de vieillissement inférieures à 550°C, la diminution drastique de l'allongement résulte de la précipitation de phase  $\alpha$  secondaire fine, fragilisant le matériau. Pour cette même température d'essai, mais pour des températures de vieillissement supérieures à 550°C, la diffusion de l'oxygène entraîne la formation d'une couche fragile en surface. A 550°C, l'alliage présente une sensibilité bien moindre à l'endommagement.



---

## Conclusion et perspectives

---

Les travaux présentés dans ce manuscrit sont le résultat d'une collaboration entre le CIRIMAT (Centre Inter-universitaire de Recherche et d'Ingénierie de MATériaux) et la société Safran Nacelles. L'un des principaux enjeux des acteurs aéronautiques est d'alléger les structures afin de diminuer les coûts de fonctionnement. Les alliages de titane sont de très bons candidats pour remplacer des alliages plus lourds (comme les alliages base nickel), grâce à leurs bonnes propriétés spécifiques. Safran Nacelles utilise le Ti- $\beta$ 21S dans la fabrication des nacelles, et plus particulièrement pour les systèmes d'éjection. La problématique de cette étude est d'évaluer les potentialités de l'alliage Ti- $\beta$ 21S au-delà des limites conventionnelles d'utilisation. Pour cela, des traitements thermiques de vieillissement sous air ont été réalisés à différentes températures (450°C - 700°C) pendant diverses durées (500h - 10000h). Après chaque vieillissement, les évolutions microstructurales ainsi que le comportement en fatigue et en traction ont été étudiés. Les phénomènes d'oxydation ont également été appréhendés. Au cours de cette étude, le couplage entre évolutions microstructurales, comportement mécanique et oxydation a été mis en évidence. Deux domaines de température de vieillissement ont ainsi été distingués : celui des deux plus basses températures 450°C et 500°C et celui des températures supérieures à 550°C.

A 450°C et 500°C, la microstructure est modifiée dès les premières heures de traitements thermiques, grâce à la précipitation de phase  $\alpha$  secondaire. Ce complément de précipitation améliore la résistance mécanique au détriment de la ductilité. La microstructure évolue très peu avec la durée d'exposition. L'oxygène, à ces températures, ne pénètre cependant pas suffisamment pour fragiliser le matériau. L'utilisation du Ti- $\beta$ 21S est donc possible pour ces températures, quelle que soit la durée d'exposition. Pour des températures supérieures à 550°C, la pénétration de l'oxygène dans le matériau est plus importante dès les premières heures d'exposition. Lorsque la pénétration d'oxygène est trop importante, le matériau est fragilisé. En fonction de la température de vieillissement, la durée d'exposition limite, avant fragilisation totale du matériau due à l'oxygène, est différente. Les durées limites d'exposition sont donc de 5000h à 550°C, 2500h à 600°C, mais inférieures à 500h à 700°C. Pour des durées supérieures, des précautions doivent être prises, comme le dépôt d'un revêtement en surface, ralentissant la diffusion de l'oxygène dans le matériau.

De nombreux champs d'investigation restent encore à explorer offrant ainsi de nombreuses perspectives aux travaux de cette thèse. Dans un premier temps, il serait intéressant d'approfondir les recherches sur les différents mécanismes de déformation mis en jeu à température ambiante et à hautes températures grâce au moyen d'observation en microscopie en transmission. Il serait également intéressant de poursuivre l'analyse sur les relations entre microstructure et propriétés mécaniques en fatigue.

Au cours de cette étude, nous avons réalisé des traitements thermiques de vieillissement isothermes. Dans la réalité, les pièces subissent différents cycles thermiques lors de la mise en fonctionnement puis lors de l'arrêt des moteurs. L'effet du cyclage thermique serait ainsi intéressant à étudier. La couche d'oxyde pouvant s'écailler lors du cyclage, cela favoriserait alors la diffusion de l'oxygène dans le matériau. L'impact sur la microstructure et la mécanique serait alors intéressant à investiguer.

Les évolutions microstructurales sont intimement liées à l'oxydation du matériau. Ce couplage a été notamment observé en très proche surface, avec l'augmentation de la précipitation de la phase  $\alpha$  directement en lien avec la diffusion de l'oxygène dans le titane. Il serait intéressant de réaliser des traitements de vieillissement sous vide, afin d'étudier uniquement l'effet de la température sur les modifications microstructurales. En complément, l'effet d'un revêtement protecteur sur le vieillissement du Ti- $\beta$ 21S pourrait être étudié.

Les essais de traction et de fatigue ont été réalisés après traitements thermiques de vieillissement. Dans la réalité, les pièces sont soumises aux différentes sollicitations mécaniques pendant l'oxydation. L'installation d'un système de mise en charge de l'éprouvette pendant les vieillissements serait un bon moyen de coupler mécanique et oxydation.

---



---

**Annexes**

---

Annexe I - Vieillissement thermique sur le lot matière mis en solution .....	195
Annexe II - <b>Observations microstructurales à cœur après vieillissement à partir de l'état CBDP</b> .....	207
Annexe III - Observations microstructurales en surface après vieillissement à partir de l'état CBDP .....	219
Annexe IV - Mesures de Module d'Young .....	225
Annexe V - <b>Résultats mécaniques complémentaires pour l'état CBDP</b> .....	229



Annexe I - Vieillissement thermique sur le lot matière mis en  
solution

Des traitements thermiques de vieillissement ont été réalisés sur le lot de matière à l'état mis en solution. Dans cette annexe, les effets de ces vieillissements sur la microstructure et le comportement mécanique sont présentés, les résultats de l'étude de prise de masse sur cet alliage, ainsi que les essais de traction à température ambiante.

### Al.1 Planification des traitements thermiques

Le Tableau Al-1 présente les divers traitements réalisés pour chaque température, ainsi que le nombre de coupons et éprouvettes pour chaque couple Température - temps.

*Tableau Al-1 : Planification des traitements thermiques de vieillissements à partir de l'état mis en solution (CP = coupon, TA = éprouvette de traction, FA = éprouvette de fatigue)*

	450°C	500°C	550°C	600°C	650°C	700°C
500h	3 CP 6 TA + 10 FA	6 CP 12 TA + 20 FA	3 CP 6 TA + 10 FA	3 CP 6 TA + 10 FA	3 CP 6 TA + 10 FA	3 CP 6 TA + 10 FA
1000h	3 CP 6 TA + 10 FA	3 CP 6 TA + 10 FA	3 CP 6 TA + 10 FA			
1500h					3 CP 6 TA + 10 FA	
2000h	6 CP 12 TA + 20 FA		6 CP 12 TA + 20 FA	14 CP 23 TA + 30 FA		6 CP 12 TA + 20 FA
2450h	6 CP 16 TA + 10 FA					6 CP 16 TA + 10 FA
2950h			8 CP 10 TA + 10 FA			

### Al.2 Effet des traitements thermiques sur la microstructure de l'alliage à partir de l'état mis en solution

Les microstructures à cœur sont présentées dans cette partie pour chaque température de vieillissement de 450°C à 700°C, pour des durées allant de 500h à 2000h.

Planche Al.1 - Etat mis solution – 450°C

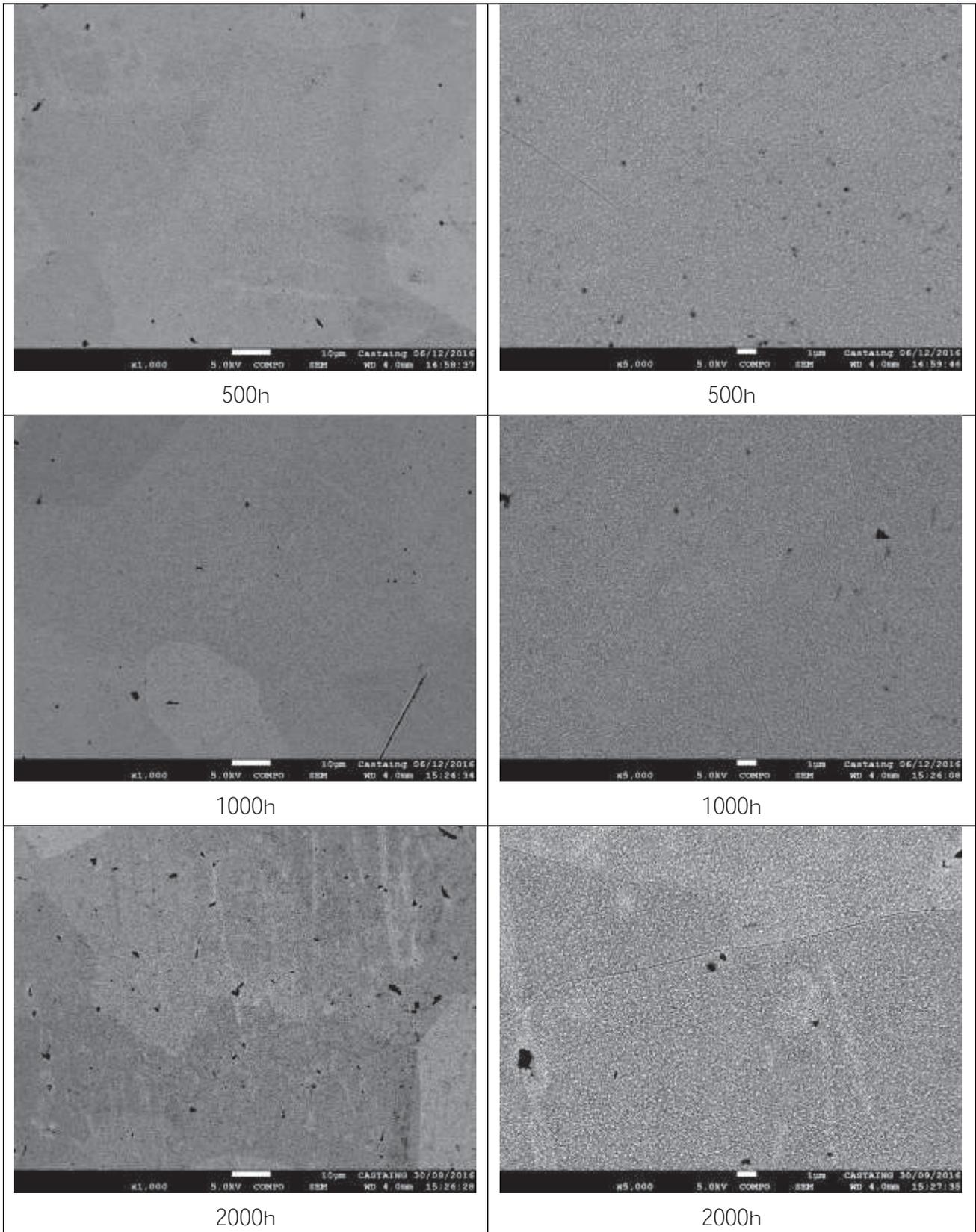


Planche Al.2 Etat mis en solution – 500°C

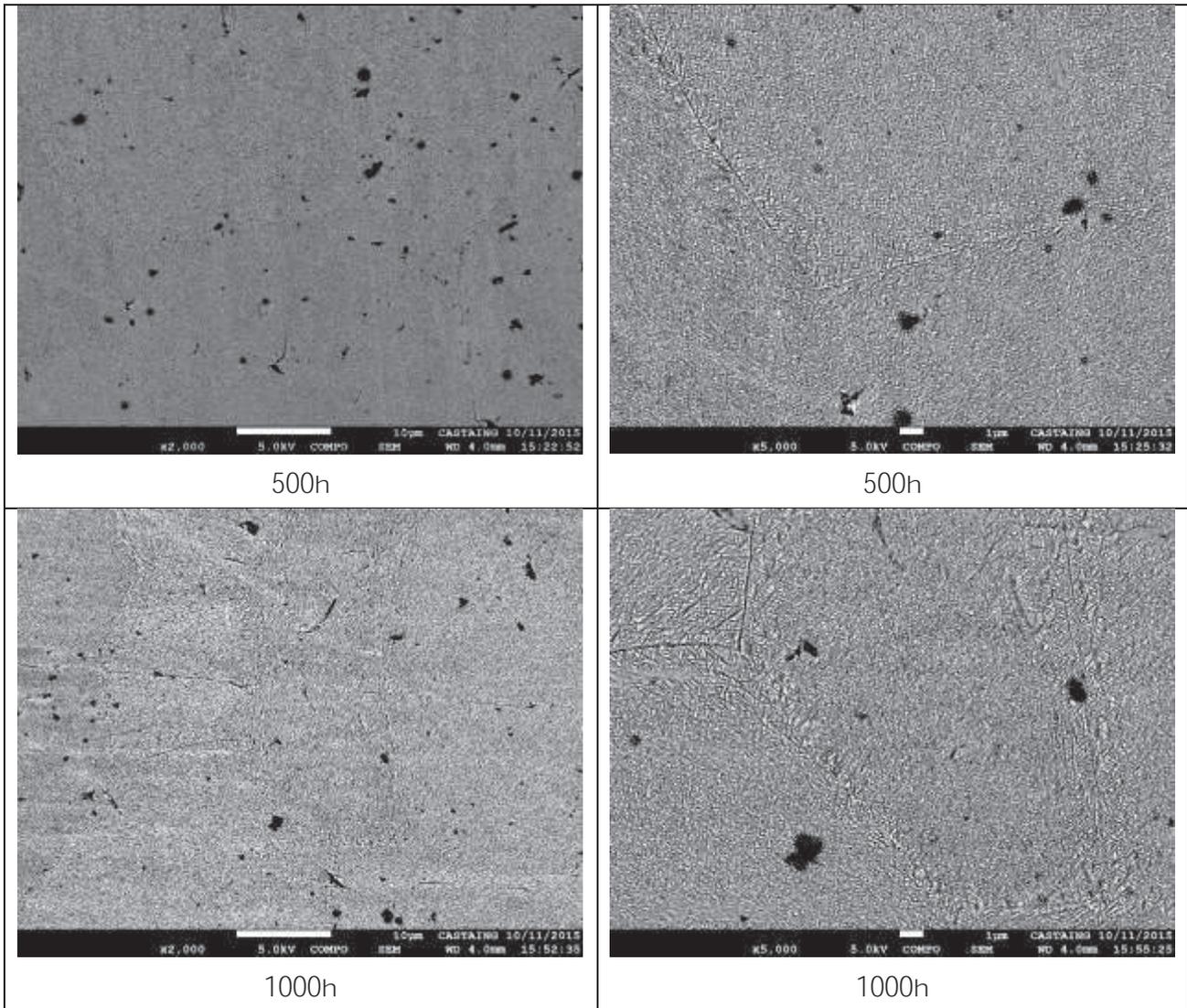


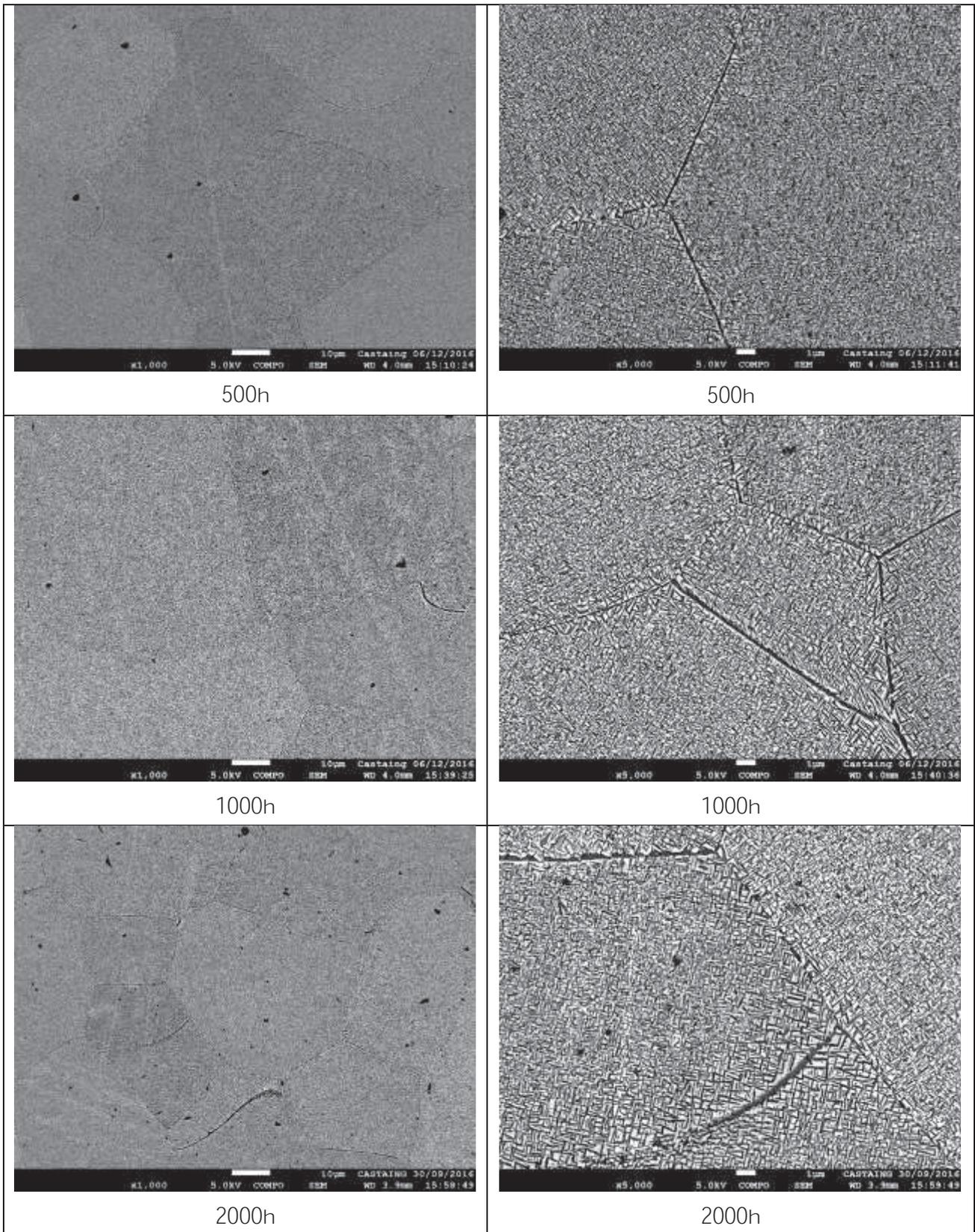
Planche Al.3 - Etat mis en solution – 550°C

Planche A1.4 - Etat mis en solution – 600°C

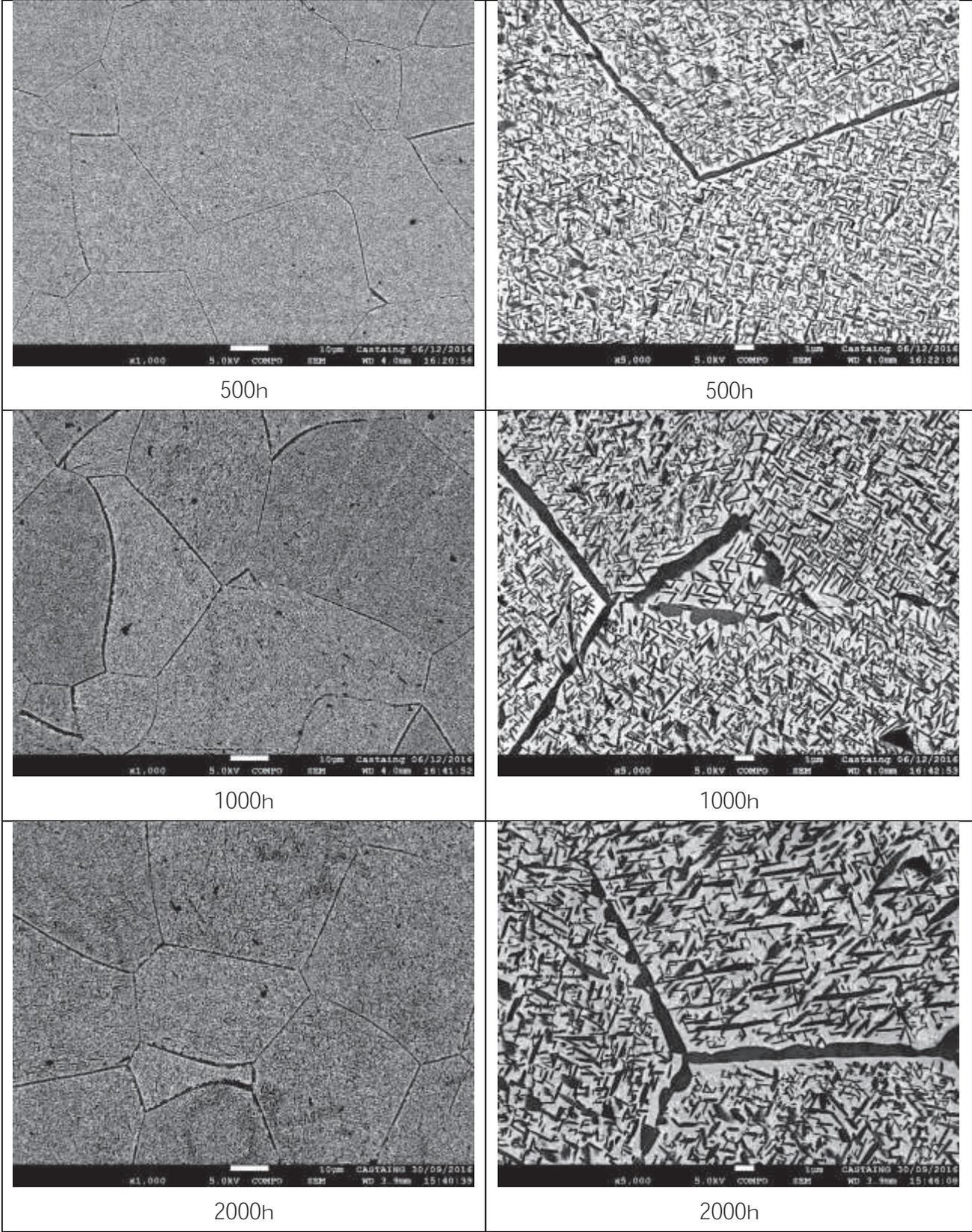
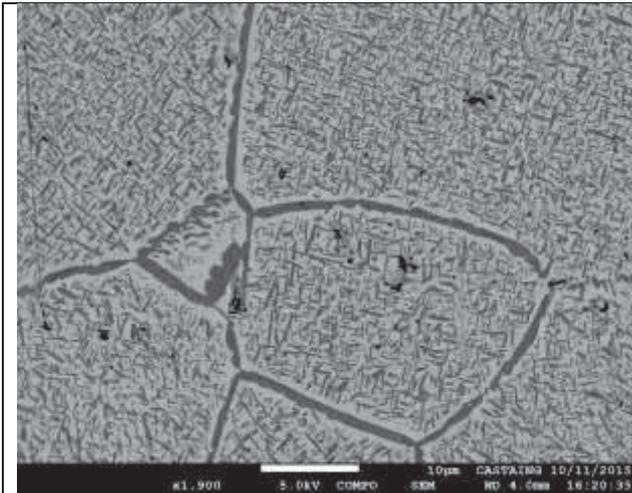
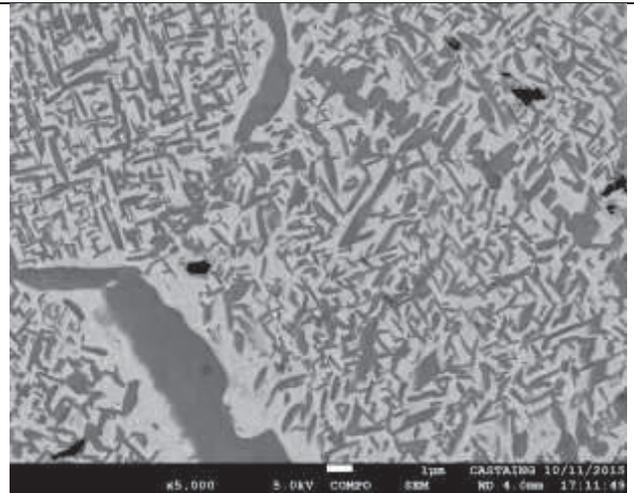


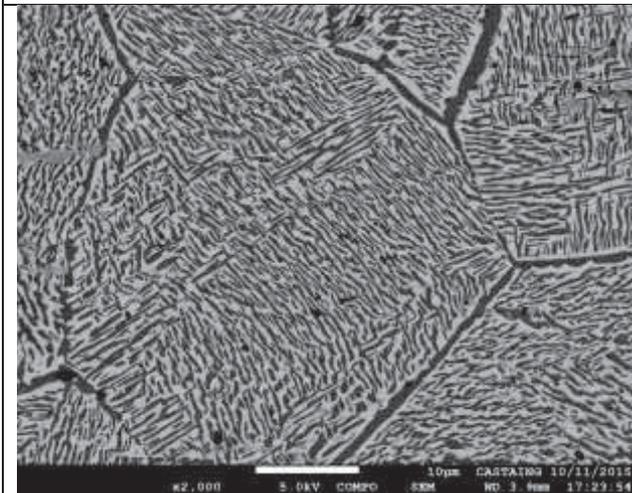
Planche Al.5 - Etat mis en solution – 650°C



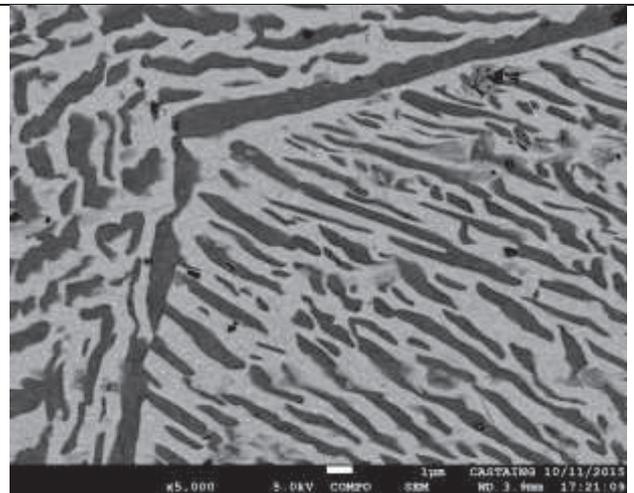
500h



500h

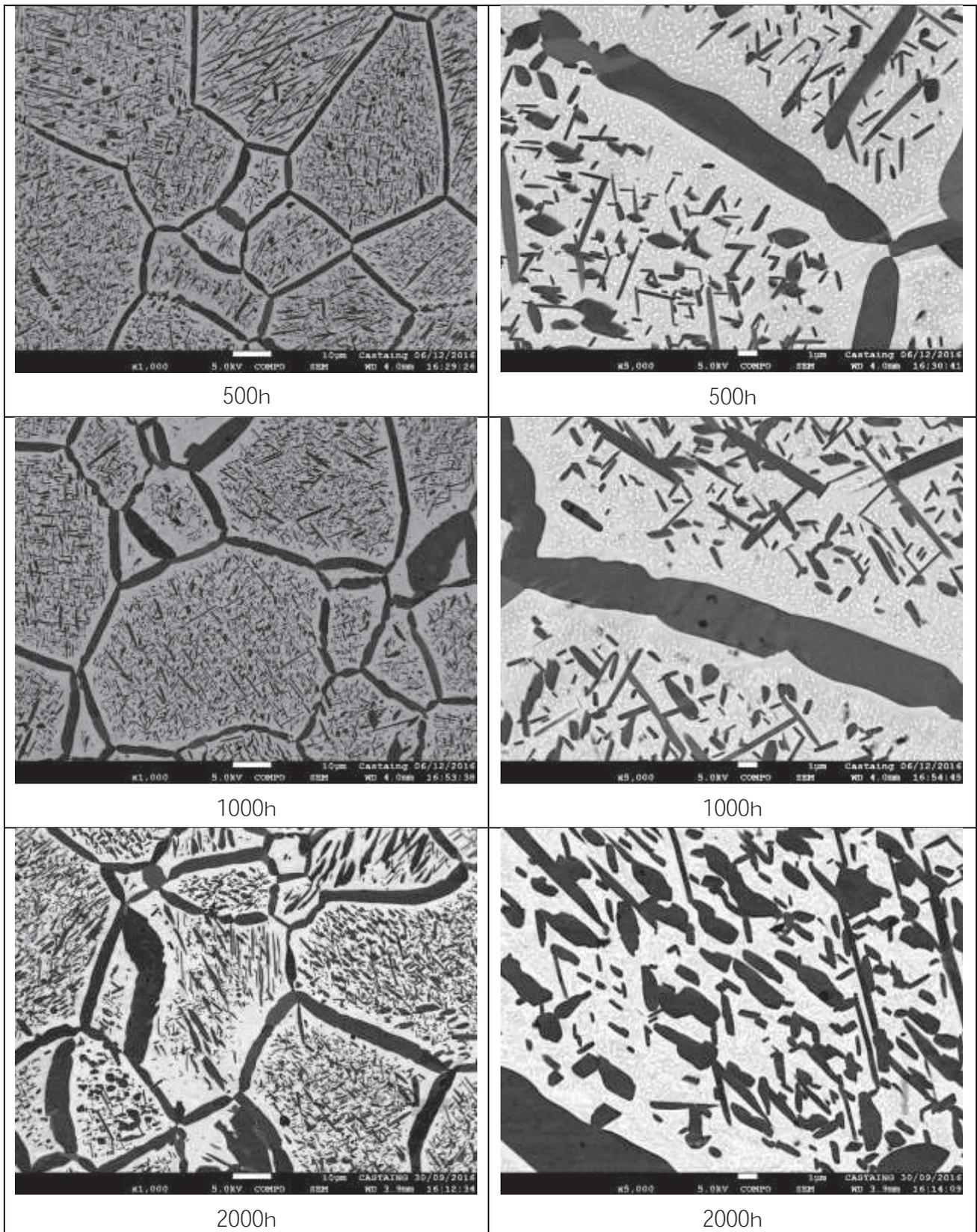


1000h



1000h

Planche A1.6 - Etat mis en solution – 700°C



### Al.3 Etude de l'oxydation de l'alliage pour le lot mis en solution

La Figure 2 (a) présente l'évolution de la prise de masse par unité de surface en fonction de la durée de vieillissement pour chacune des températures étudiées. La Figure (b) présente l'évolution de la prise de masse par unité de surface au carré en fonction de la durée de vieillissement. Les constantes paraboliques obtenues par régression linéaire sont comparées à celles obtenues pour le lot CBDP dans la partie IV.1.

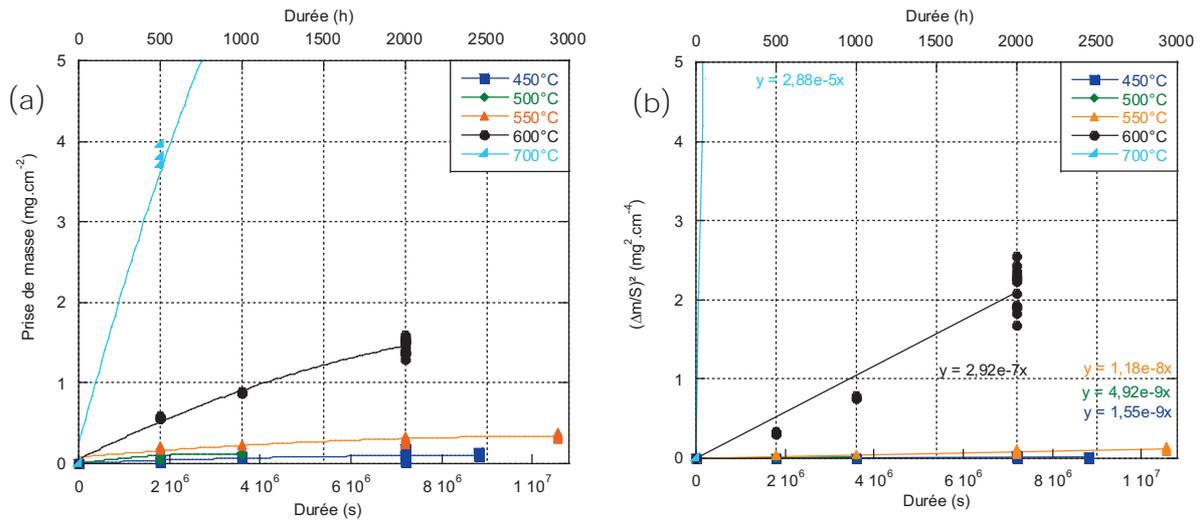


Figure Al-2 : Suivi de prise de masse après vieillissement pour les échantillons du lot mis en solution (a) et prise de masse par unité de surface au carré en fonction de la durée de vieillissement (b)

### Al.4 Comportement mécanique en traction après vieillissement à partir de l'état mis en solution

Des essais de traction à température ambiante ont été réalisés sur les éprouvettes avant et après vieillissement. Les courbes contrainte vraie - déformation vraie sont présentées sur la Figure Al-3 après vieillissement pendant 500h, 1000h et 2000h. Pour les essais sur éprouvettes vieilles à 450°C, les ruptures se sont réalisées dans les têtes des éprouvettes, au niveau des trous.

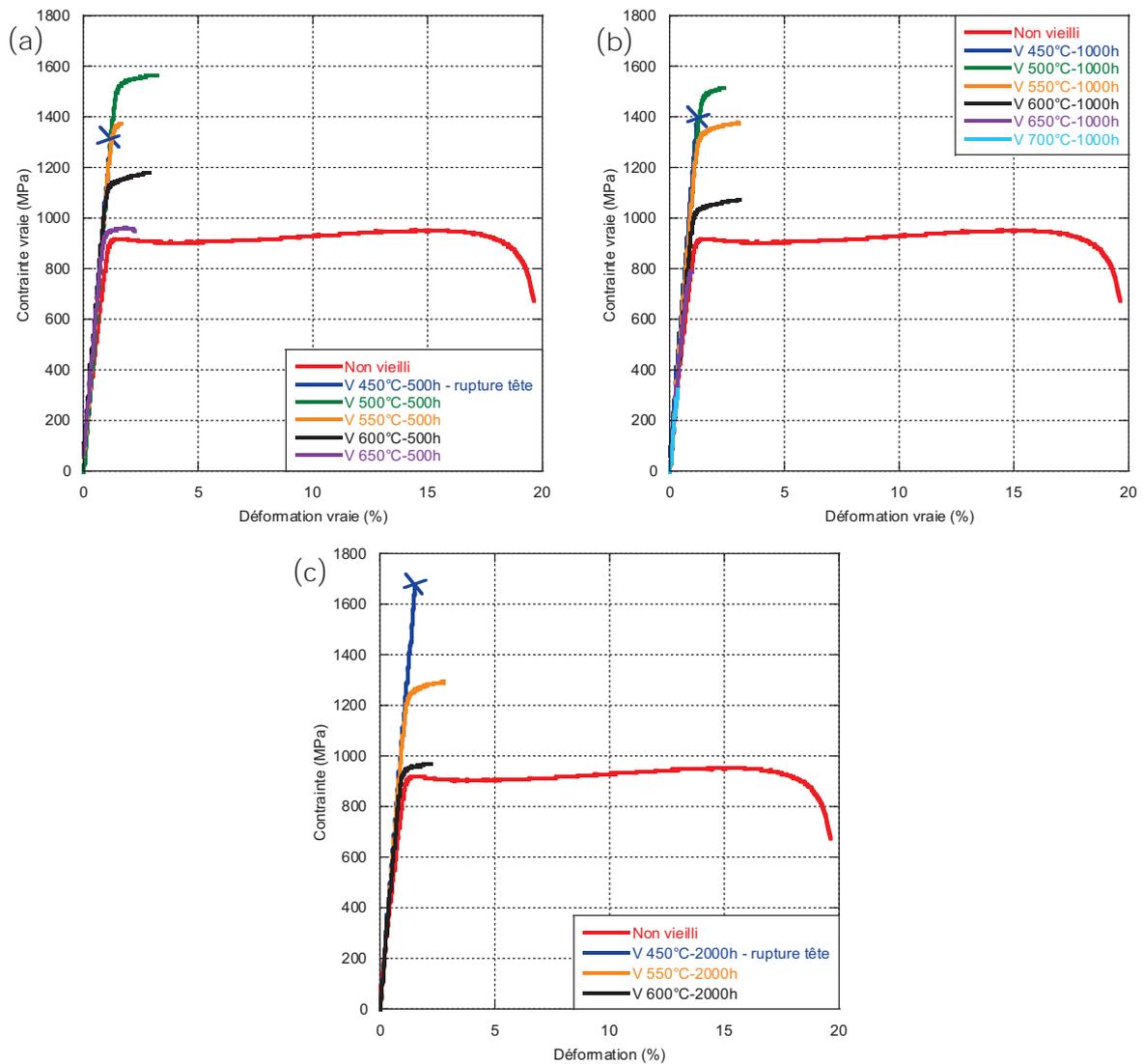


Figure A1-3 : Courbes des essais de traction réalisés à 20°C sur les éprouvettes vieilles pendant 500h (a), 1000h (b) et 2000h (c)

La Figure A1- présente l'évolution des paramètres caractéristiques du comportement en traction, à savoir limite d'élasticité, résistance maximale en traction et allongement à rupture, pour les essais sur éprouvettes vieilles à partir de l'état mis en solution.

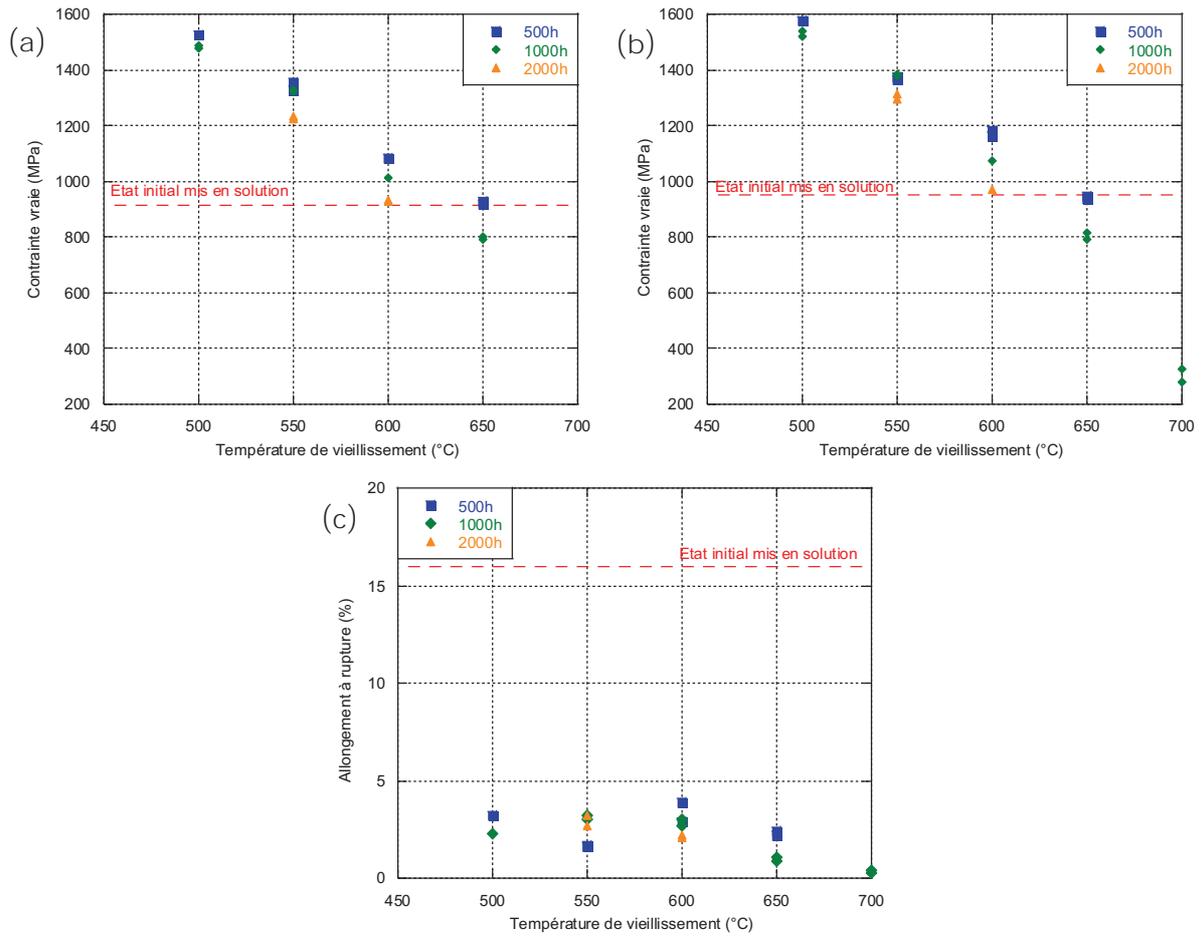


Figure A1-4 : Evolution des paramètres caractéristiques du comportement en traction à température ambiante  $\sigma_Y$  (a),  $\sigma_M$  (b) et  $\epsilon\%$  (c)



**Annexe II - Observations microstructurales à cœur après  
vieillessement à partir de l'état CBDP**

Planche AII.1 - Etat CBDP – 450°C

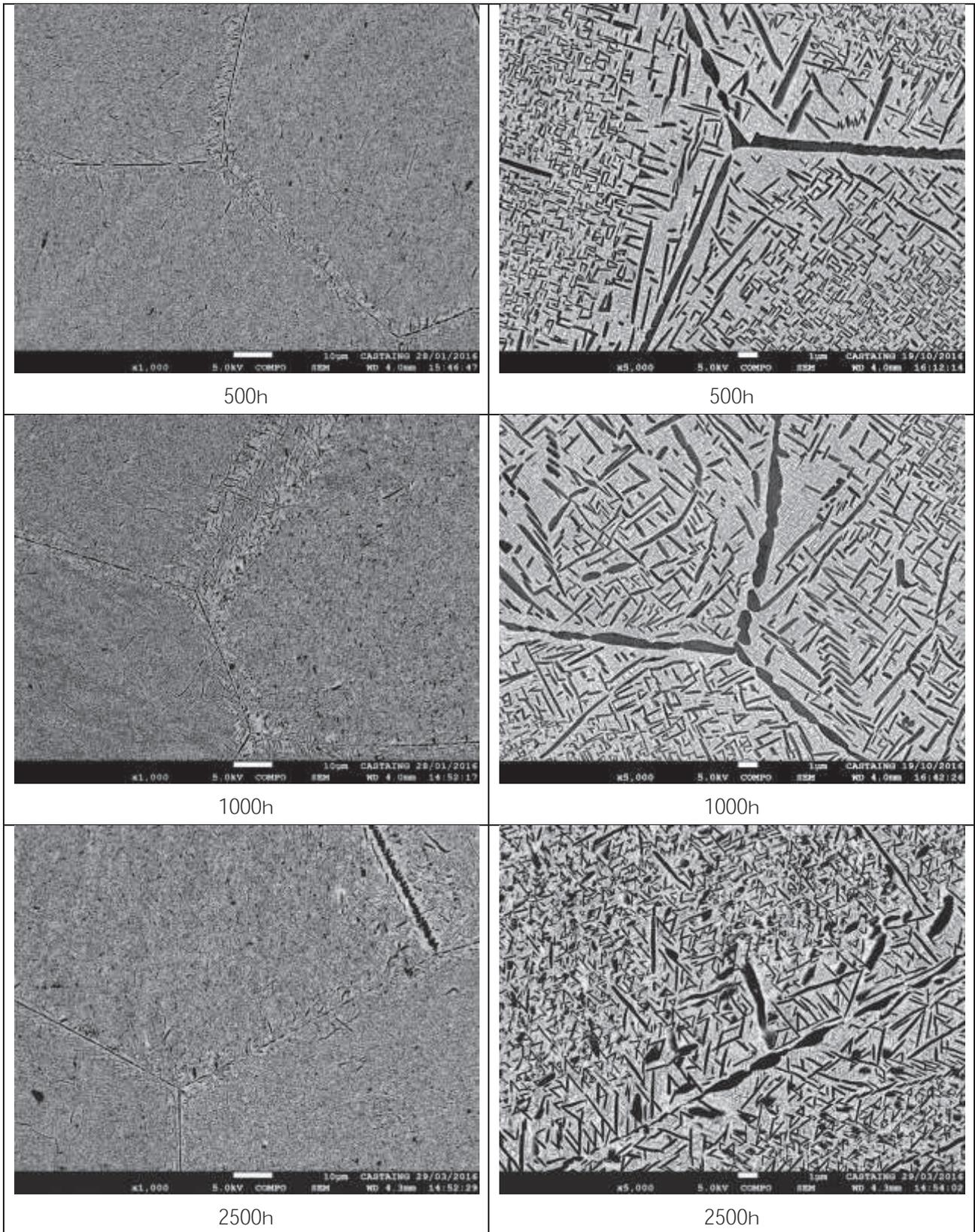


Planche All.1 - Etat CBDP – 450°C (suite)

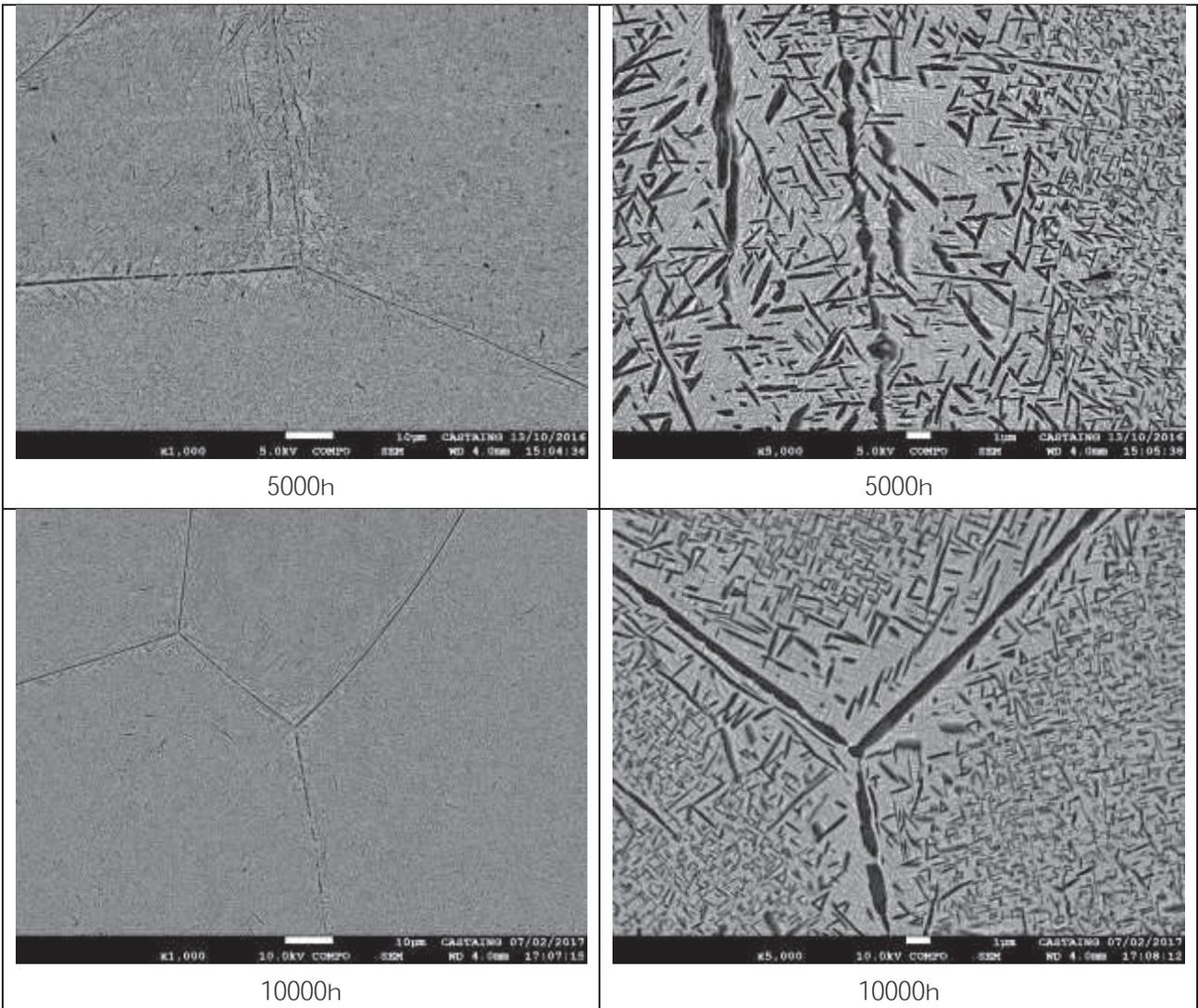
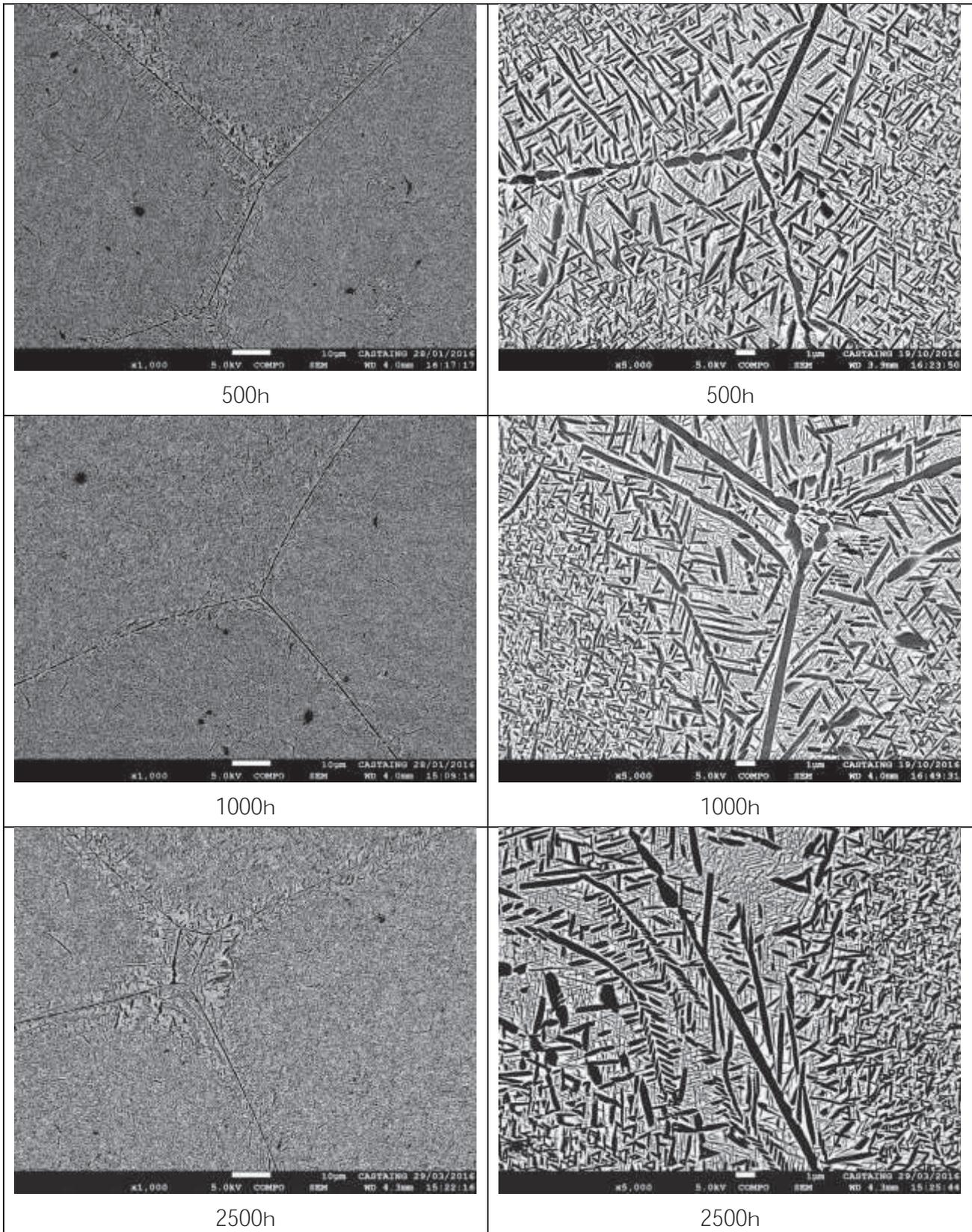


Planche AII.2 - Etat CBDP – 500°C



## Planche AII.3 - Etat CBDP – 550°C

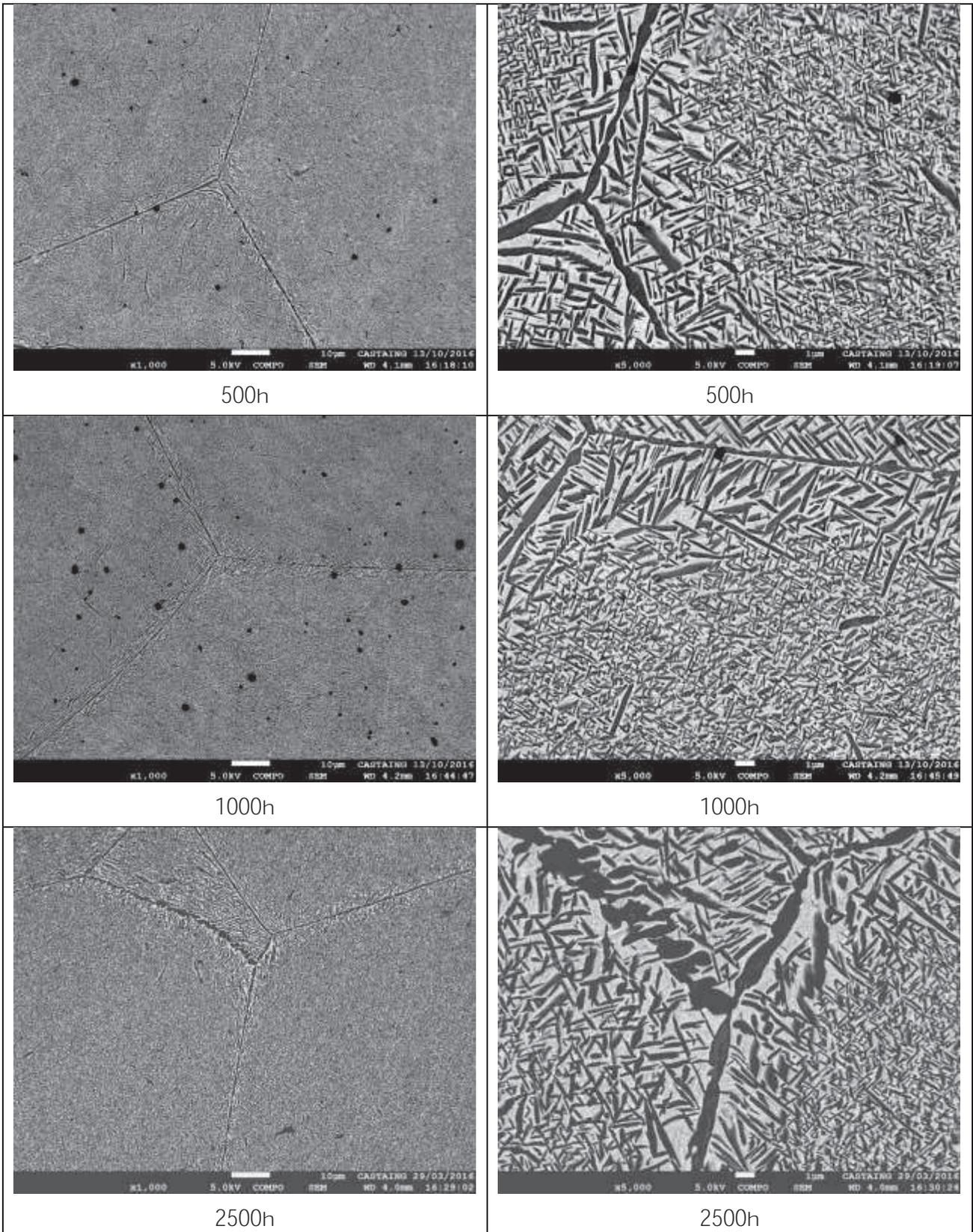


Planche A11.3 - Etat CBDP – 550°C (suite)

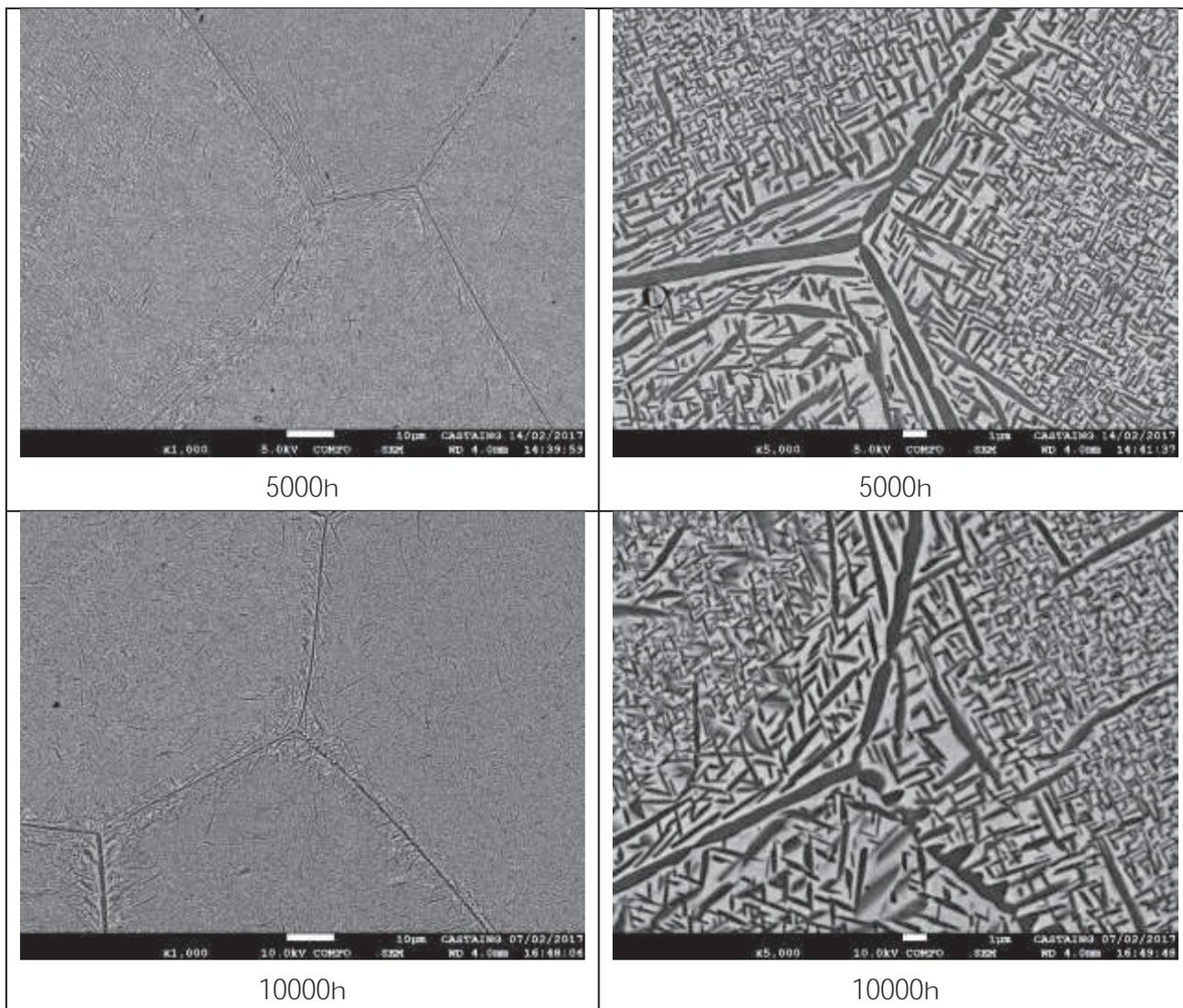


Planche AII.4 - Etat CBDP – 600°C

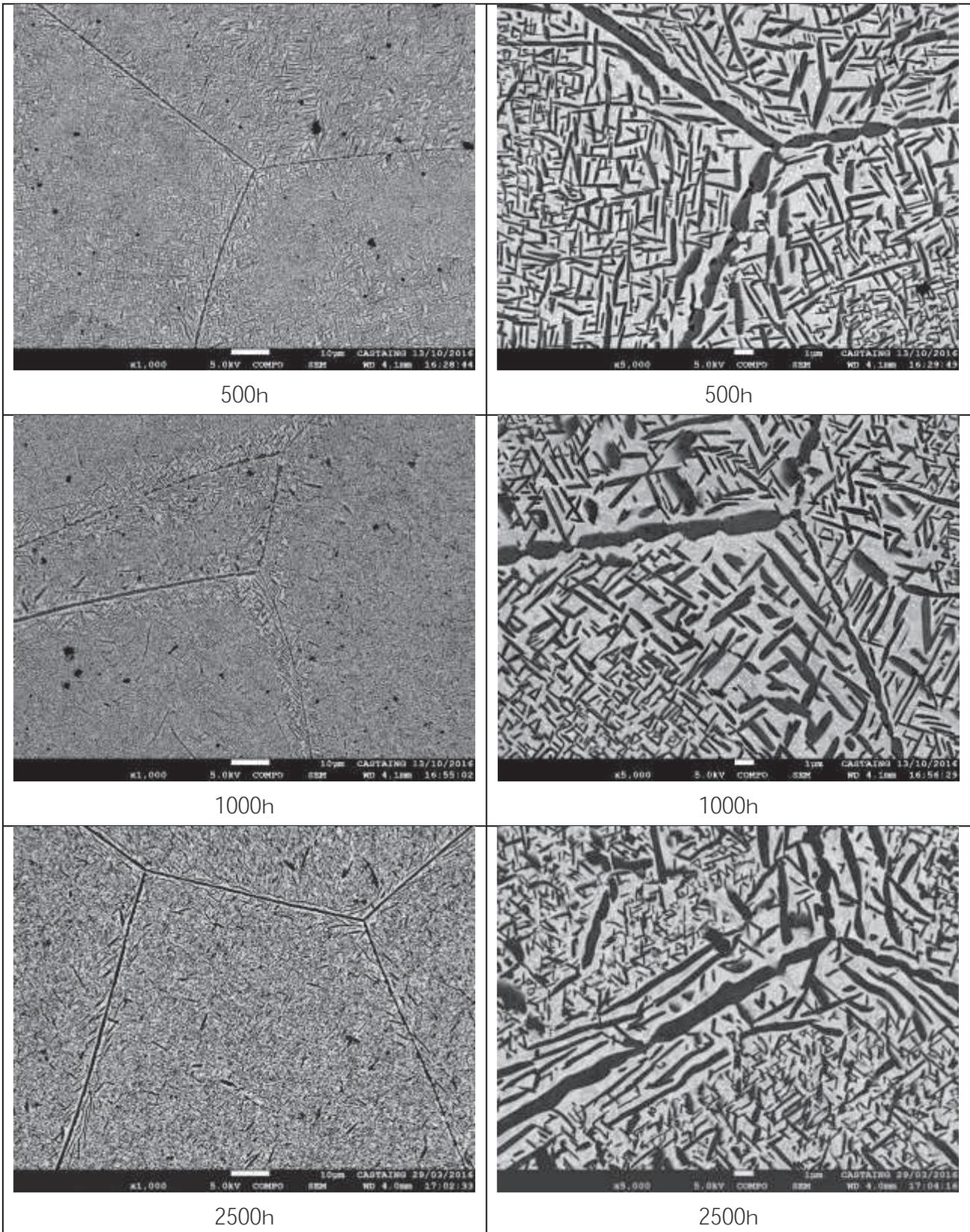


Planche AII.4 - Etat CBDP – 600°C (suite)

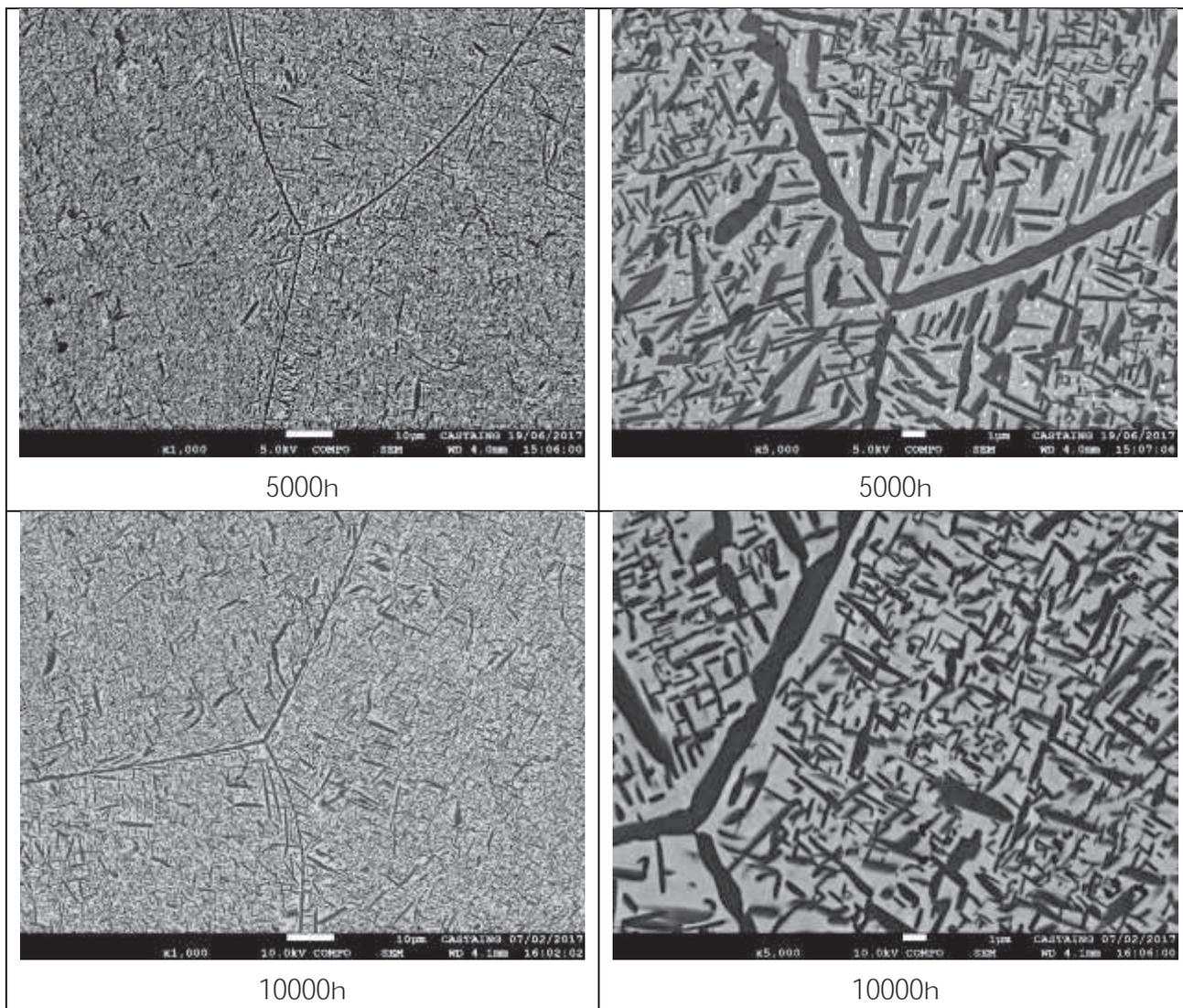


Planche AII.5 - Etat CBDP – 650°C

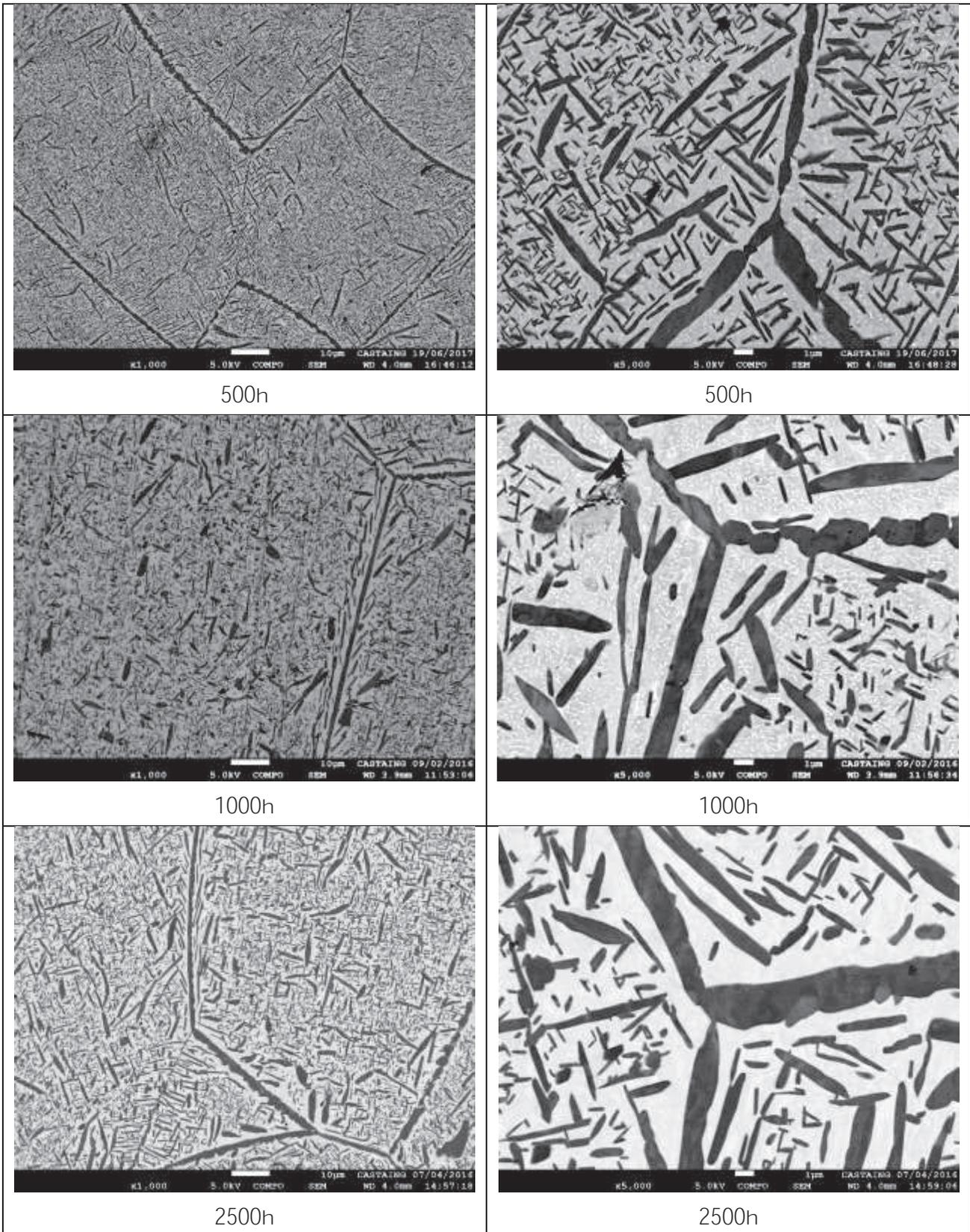


Planche AII.6 - Etat CBDP – 700°C

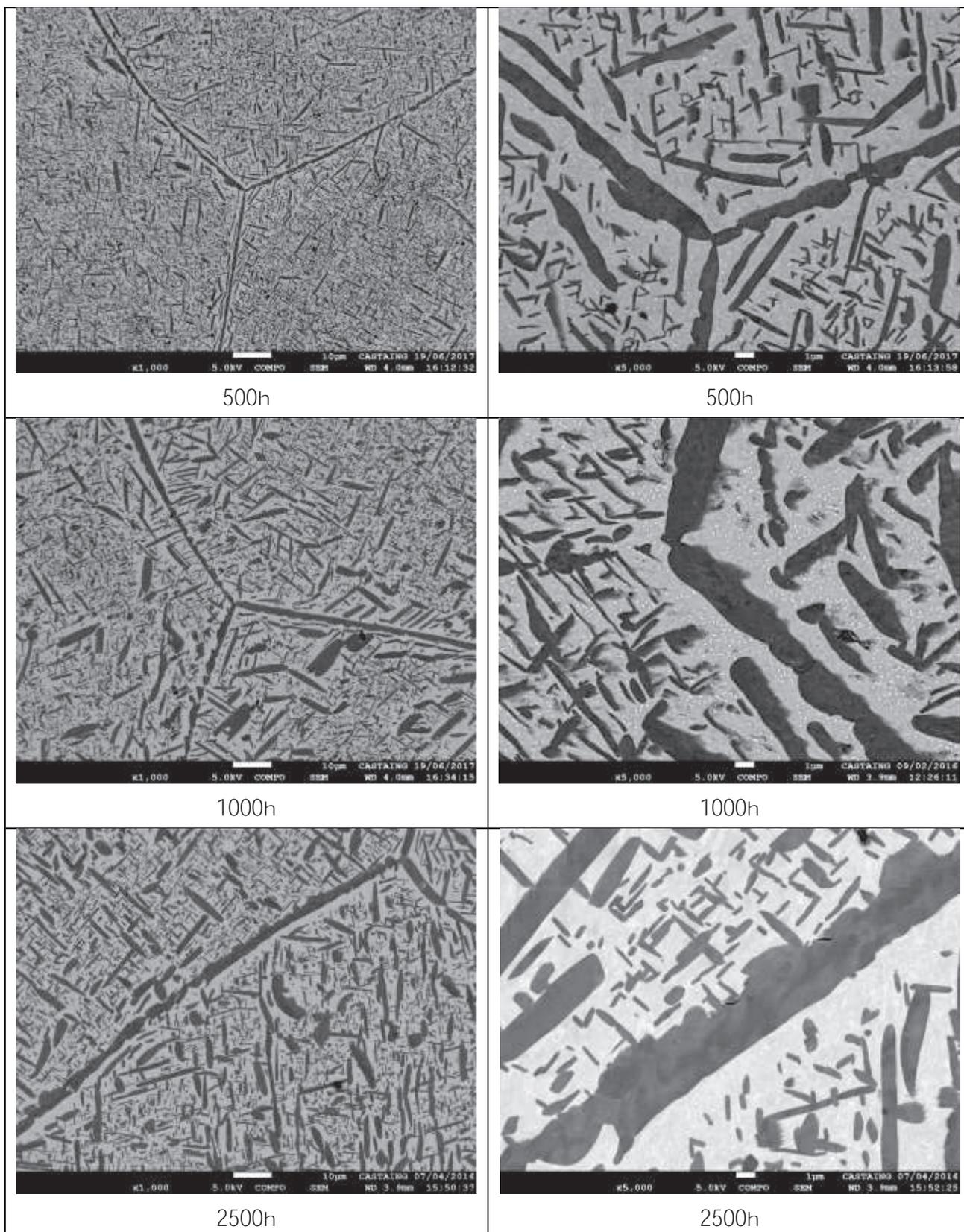
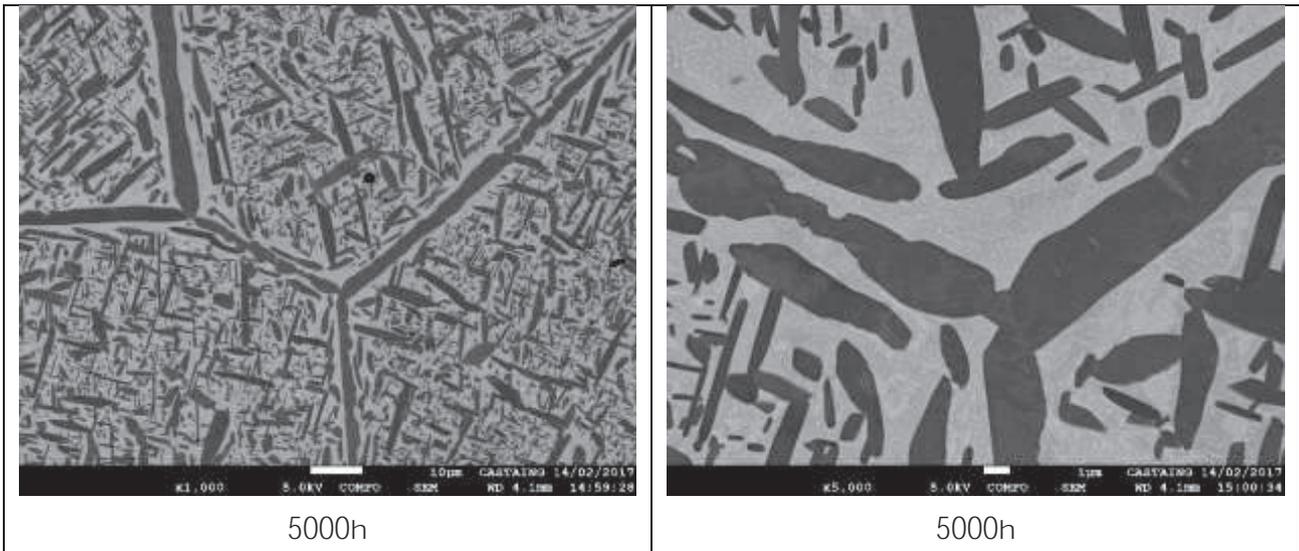


Planche AII.6 - Etat CBDP – 700°C (suite)



Annexe III - Observations microstructurales en surface après  
vieillessement à partir de l'état CDBP

Planche AIII.1 - Etat CBDP - 450°C

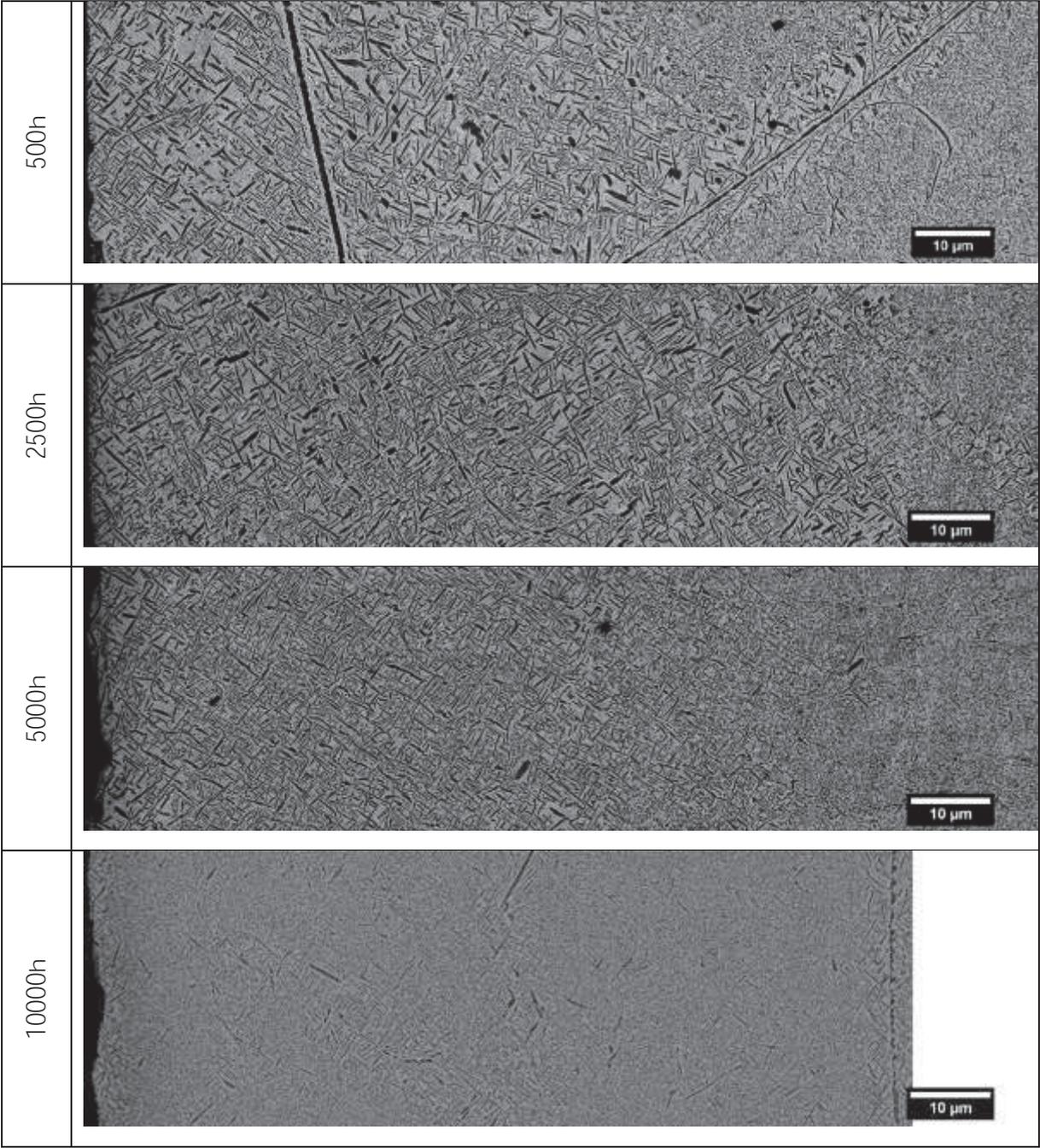


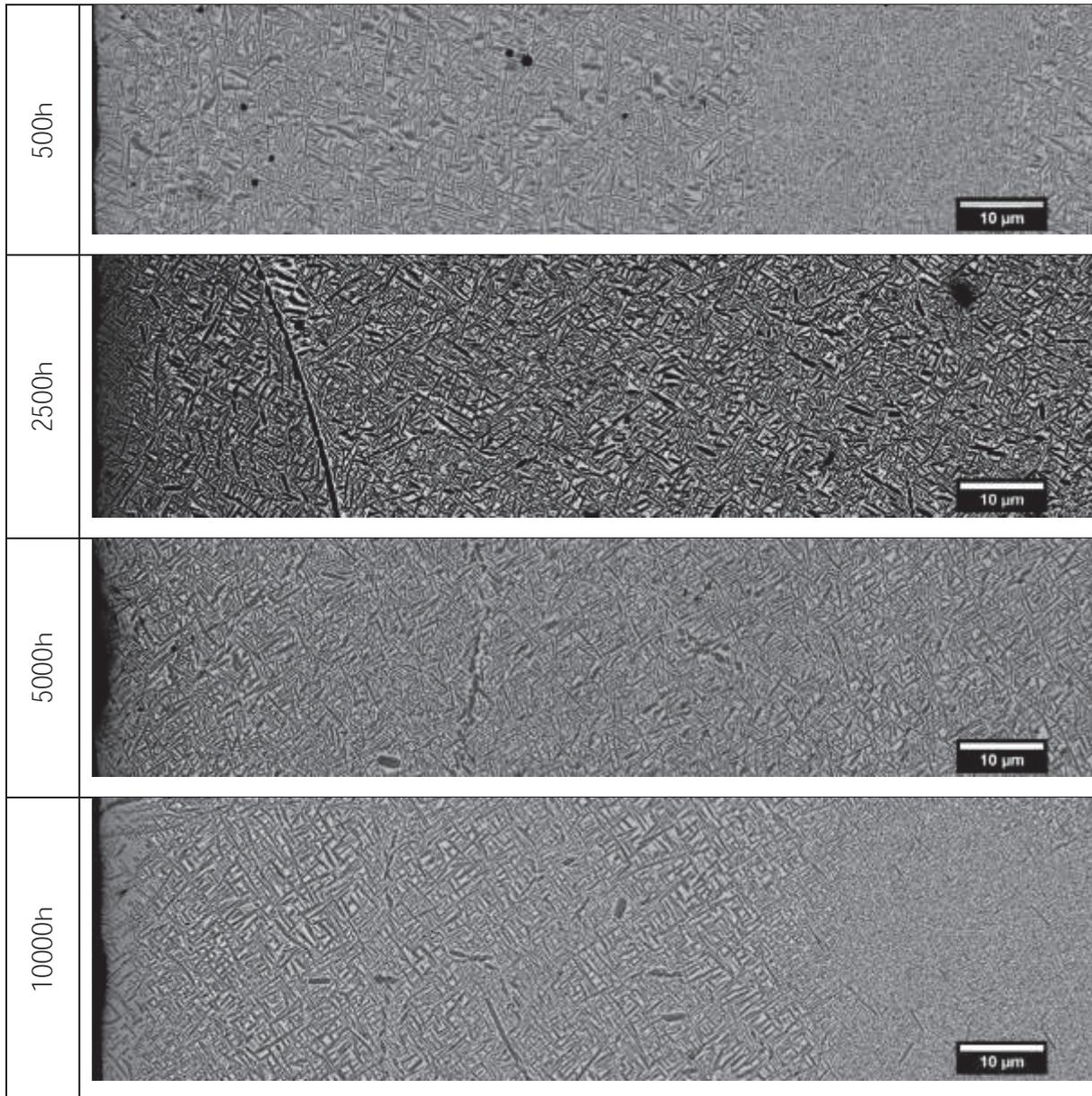
Planche AIII.2 - Etat CBDP - 550°C

Planche AIII.3 - Etat CBDP - 600°C

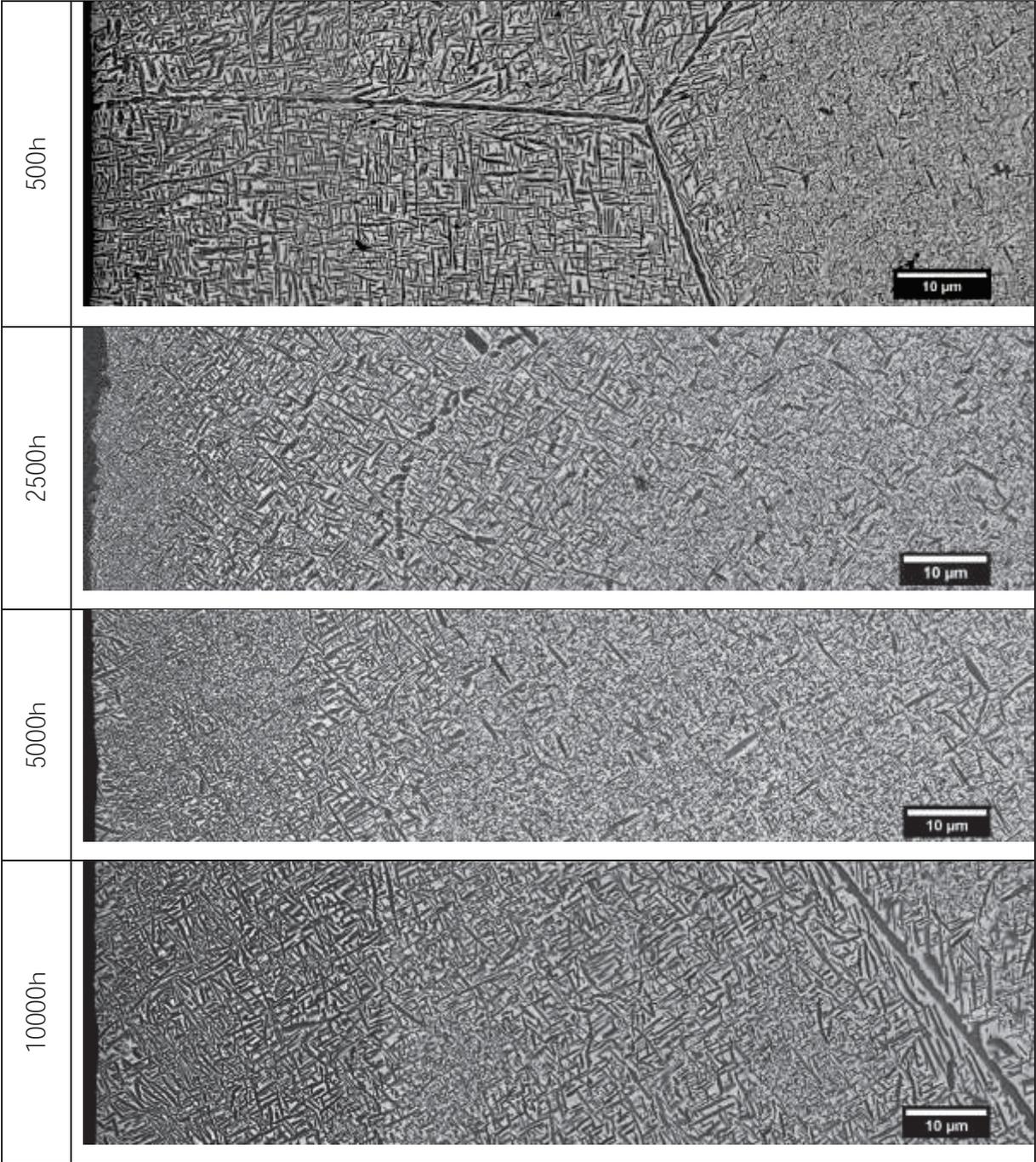
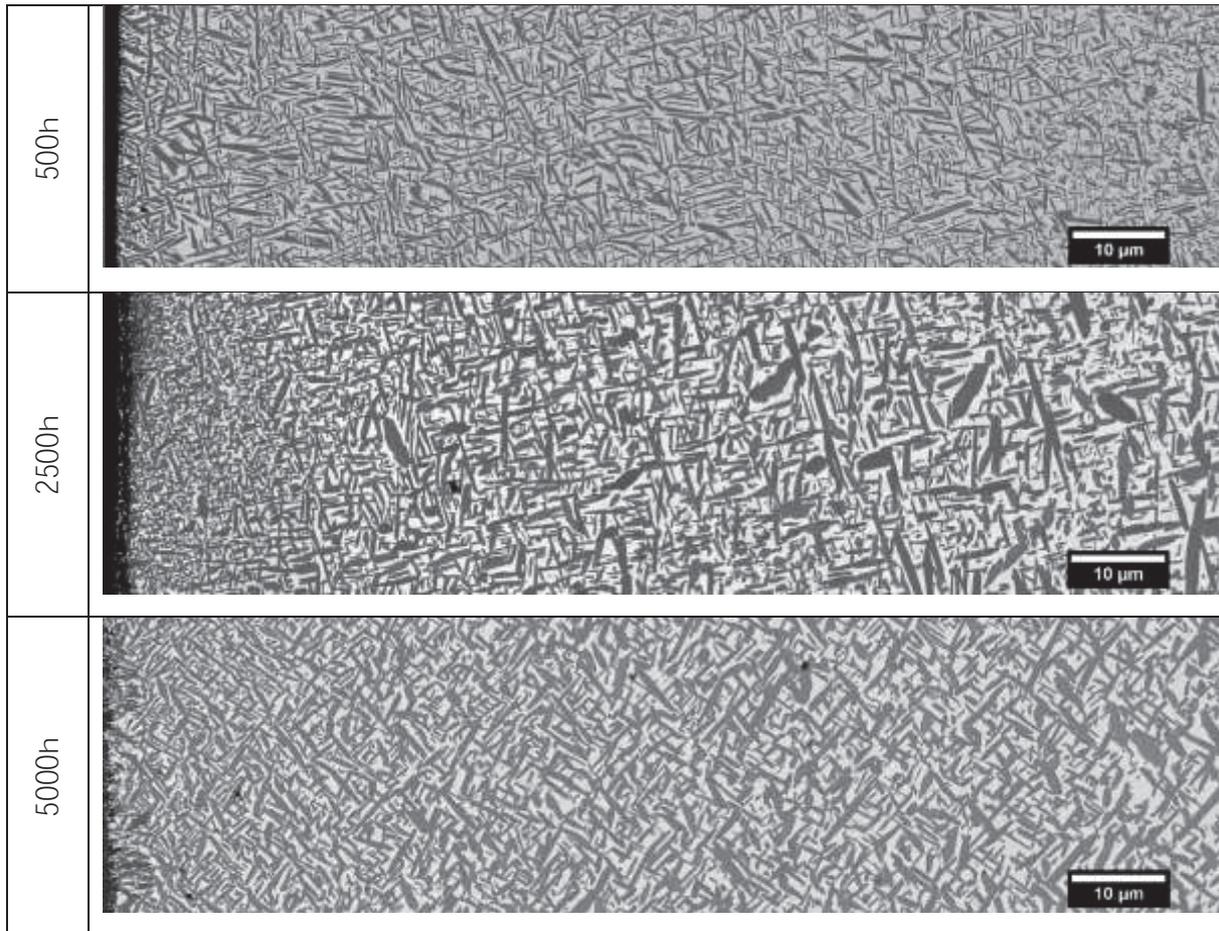


Planche AIII.4 - Etat CBDP - 700°C



## Annexe IV - Mesures de Module d'Young

### AIV.1 Méthode expérimentale

Des mesures de fréquences propres de vibration, afin de déterminer le module d'Young du matériau, ont été réalisées afin d'étudier l'évolution de ce même module d'Young en fonction de la température, et ce pour différents états microstructuraux. Les essais ont été réalisés par M. Olivier Valentin de la société Aurock à Albi, et suivent les normes ASTM E1876-09 et ASTM C1259-15. Les fréquences des modes propres de vibration sont dépendantes des propriétés physiques et géométriques de l'éprouvette. Il est ainsi possible de déterminer ces fréquences pour une structure simple (ici, une poutre rectangulaire) et de déduire des propriétés caractéristiques du matériau comme le module d'Young.

Au cours de la mesure, une impulsion est imposée au matériau à l'aide d'un marteau afin d'exciter la structure. Les fréquences de vibrations sont relevées à l'aide d'un microphone, relié à un analyseur. L'éprouvette est disposée sur des supports dont l'emplacement correspond aux points nodaux fondamentaux. Les essais sont réalisés dans un four, des thermocouples en contrôlent la température. Les essais ont été réalisés sur une plage de température de 20°C à 750°C, avec une vitesse de chauffe et de refroidissement de 1,5°C par minute. Un palier de 10 minutes est réalisé à 750°C. Les acquisitions se font à la montée et à la descente en température. Le signal sonore est analysé grâce à une transformée de Fourier. Cela permet de définir les fréquences propres de l'éprouvette, et d'en déduire les valeurs du module d'Young sur la plage de température choisie.

Pour les essais de mesure de résonance acoustique, des éprouvettes plates rectangulaires ont été usinées par électroérosion. Les dimensions choisies étaient les suivantes : 12 mm de largeur, 50 mm de longueur et 1 mm d'épaisseur.

### AIV.2 Courbes expérimentales

La fréquence modale du mode de flexion  $f$  pour une poutre homogène est liée au module d'Young  $E$  selon l'Équation AIV-1, avec  $m$  la masse de la poutre,  $l$  la largeur de la poutre,  $L$  la longueur de la poutre,  $e$  l'épaisseur et  $C$  un facteur correctif relatif à la géométrie.

$$E = 0,9465 * \left( \frac{m * f^2}{l} \right) * \left( \frac{L^3}{e^3} \right) * C \quad \text{Équation AIV-1}$$

Les courbes représentées sur la Figure AIV-11 sont celles de l'évolution du module d'Young lors de la chauffe et du refroidissement des échantillons non vieilli CBDP (a), à

l'état mis en solution (b), état CBDP + vieilli à 450°C - 500h (c) et état CBDP + vieilli à 650°C - 500h (d).

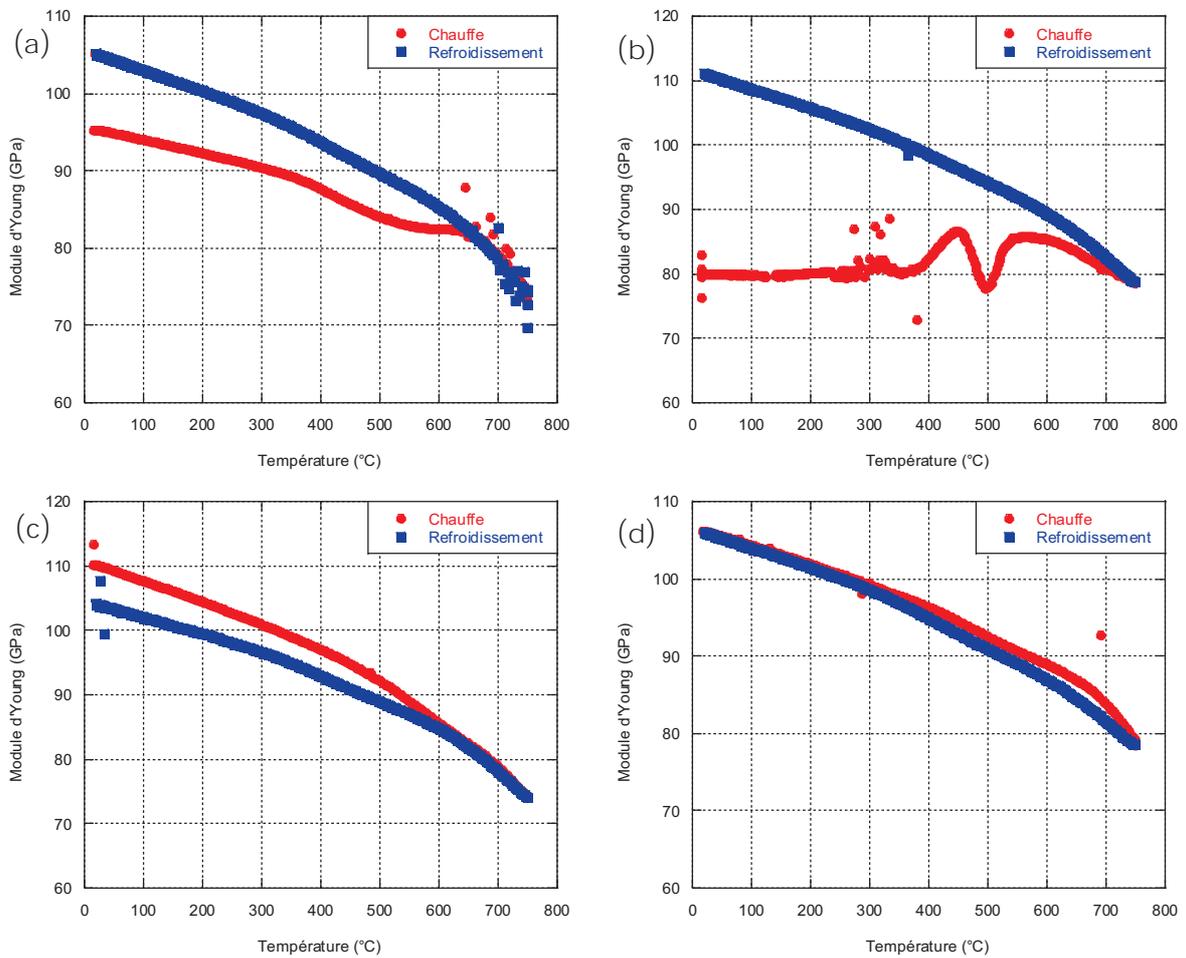


Figure AIV-1 : Evolution du module d'Young avec la température des échantillons CBDP non vieilli (a), mis en solution non vieilli (b), CBDP + 450°C - 500h (c) et CBDP + 650°C - 500h



Annexe V - **Résultats mécaniques complémentaires pour l'état**  
CBDP

### AV.1 Essais de traction pour les vieillissements pendant 1000h

La Figure AV-1 présente les courbes de traction à température ambiante (a) et à 550°C (b) sur les éprouvettes vieilles pendant 1000h.

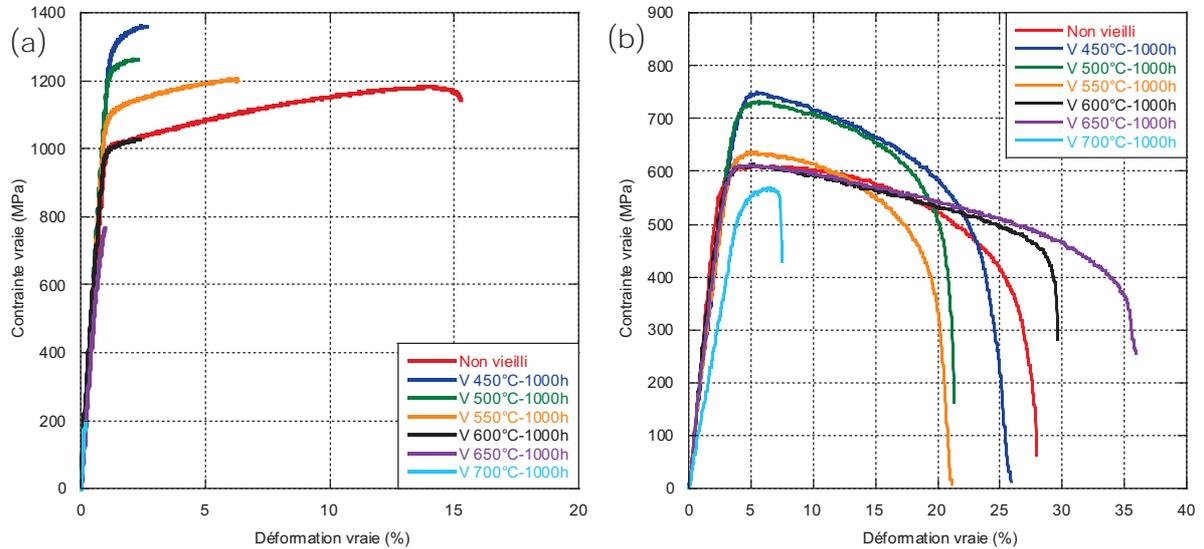


Figure AV-1 : Essais de traction sur éprouvettes vieilles pendant 1000h à température ambiante (a) et à 550°C (b)

### AV.2 Essais de fatigue pour les vieillissements pendant 1000h

La Figure AV-2 présente les courbes de fatigue obtenues pour les échantillons vieillis pendant 1000h.

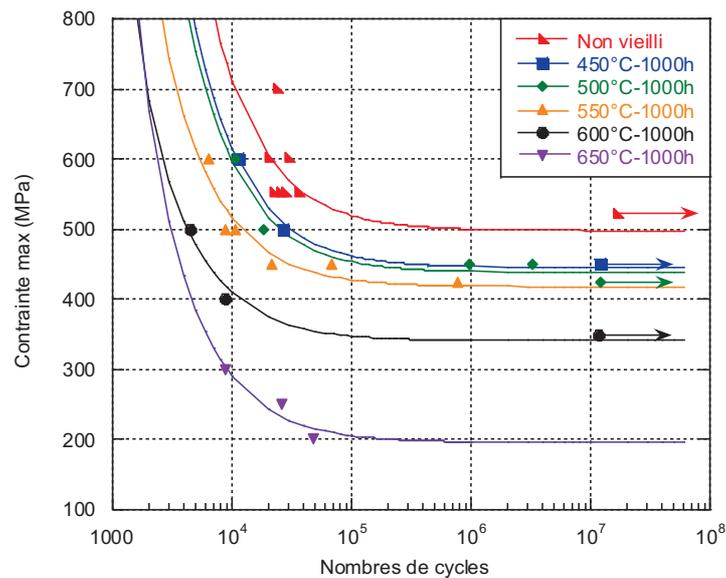


Figure AV-2 : Essais de fatigue réalisés à température ambiante sur éprouvettes vieilles pendant 1000h

## Références bibliographiques

- AGARWAL, N., BHATTACHARJEE, A., GHOSAL, P., NANDY, T. K. and SAGAR, P. K. (2008). "Heat treatment, microstructure and mechanical properties of a metastable  $\beta$  titanium alloy timetal<sup>®</sup> 21s." *Transactions of the Indian Institute of Metals* **61**(5): 419-425.
- ANKEM, S. and GREENE, C. A. (1999). "Recent developments in microstructure/property relationships of beta titanium alloys." *Materials Science and Engineering: A* **263**: 127-131.
- ANKEM, S. and MARGOLIN, H. (1986). "Modeling Deformation in Two-Phase Alloys." *JOM* **38**(4): 25-29.
- ARLICOT, A. (2012). "Squelettisation en un balayage. Application à la caractérisation osseuse." Thèse de doctorat, L'Université Nantes Angers Le Mans.
- AZIMZADEH, S. and RACK, H. J. (1998). "Phase transformations in Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5Al." *Metallurgical and Materials Transactions A* **29**(10): 2455-2467.
- BAILLIEUX, J., POQUILLON, D. and MALARD, B. (2015). "Observation using synchrotron X-ray diffraction of the crystallographic evolution of  $\alpha$ -titanium after oxygen diffusion." *Philosophical Magazine Letters* **95**(5): 245-252.
- BANIA, P. J. (1994). "Beta titanium alloys and their role in the titanium industry." *JOM* **46**(7): 16-19.
- BANIA, P. J. and PARRIS, W. M., (1990)"Oxidation resistant titanium-base alloy". U. S. Patent. US 4980127 A.
- BEHERA, A. (2013). "A study of mechanisms to engineer fine scale alpha phase precipitation in beta titanium alloy, beta 21S." Thèse de doctorat, University of North Texas.
- BEHERA, A., NAG, S., MAHDAK, K., MOHSENI, H., TILEY, J. and BANERJEE, R. (2013). "Influence of oxygen ingress on fine scale precipitation of  $\alpha$ -Ti during oxidation of Beta21S  $\beta$ -Ti alloy." *Journal of Materials Science* **48**(19): 6700-6706.
- BENDERSKY, L. and ROSEN, A. (1984). "The effect of exposure on the mechanical properties of the Ti-6Al-4v alloy." *Engineering Fracture Mechanics* **20**(2): 303-311.
- BOURGEOIS, M. (1997). "Etude du comportement viscoplastique à 773 K d'alliages de titane biphasés Ti-6246." Thèse de doctorat, Université de Compiègne.
- BRAMMER, W. G. and RHODES, C. G. (1967). "Determination of omega phase morphology in Ti-35% Nb by transmission electron microscopy." *Philosophical Magazine* **16**(141): 477-486.
- BURGERS, W. G. (1934). "On the process of transition of the cubic-body-centered modification into the hexagonal-close-packed modification of zirconium." *Physica* **1**(7): 561-586.

BUSONGO, F. N. and LUETJERING, G. (2012). "Dependence of Fatigue Macrocrack Propagation Resistance of Titanium Beta 21S on Precipitate Size Distribution." *Journal of Materials Science and Engineering B 2*: 136-141.

CAMPAGNAC, M.-H. (1988). "Structures et propriétés mécaniques d'alliages de titane  $\alpha$  bas transus Ti-10V-2Fe-3Al et Ti-10V-3Cu-Al." Thèse de doctorat, Paris 6.

CASTANY, P., PETTINARI-STURMEL, F., CRESTOU, J., DOUIN, J. and COUJOU, A. (2007). "Experimental study of dislocation mobility in a Ti-6Al-4V alloy." *Acta Materialia* **55**(18): 6284-6291.

CHAIT, R. and DESISTO, T. S. (1977). "The influence of grain size on the high cycle fatigue crack initiation of a metastable beta Ti alloy." *Metallurgical Transactions A* **8**(6): 1017-1020.

CHAMPIN, B., GRAFF, L., ARMAND, M., BÉRANGER, G. and CODDET, C. (1980). "Oxydation des alliages de titane au voisinage des températures d'utilisation dans les turbomoteurs." *Journal of the Less Common Metals* **69**(1): 163-183.

CHAUDHURI, K. and PEREPEZKO, J. H. (1994). "Microstructural study of the titanium alloy Ti-15Mo-2.7Nb-3Al-0.2Si (TIMETAL 21S)." *Metallurgical and Materials Transactions A* **25**(6): 1109-1118.

CHAZE, A. and CODDET, C. (1987). "Influence of alloying elements on the dissolution of oxygen in the metallic phase during the oxidation of titanium alloys." *Journal of materials science* **22**(4): 1206-1214.

CHAZE, A. M., CODDET, C. and BÉRANGER, G. (1982). "Influence de l'aluminium sur la tenue à l'oxydation du titane entre 550 et 750 °C." *Journal of the Less Common Metals* **83**(1): 49-70.

CHESNUTT, J. and FROES, F. (1977). "Effect of  $\alpha$ -phase morphology and distribution on the tensile ductility of a metastable beta titanium alloy." *Metallurgical and Materials Transactions A* **8**(6): 1013-1017.

CLAISSE, F. and KOENIG, H. P. (1956). "Thermal and forced diffusion of oxygen in  $\beta$ -titanium." *Acta Metallurgica* **4**(6): 650-654.

CLÉMENT, N. (2010). "Phase transformations and mechanical properties of the Ti-5553 beta-metastable titanium alloy." Thèse de doctorat, Ecole polytechnique de Louvain.

COMBRES, Y. (2010). "Propriétés du titane et de ses alliages." *Techniques de l'ingénieur* **M4**.

COMBRES, Y. and CHAMPIN, B. (1995). "Traitements Thermiques des alliages de titane." *Techniques de l'ingénieur*. **m1335**.

COOK, H. E. (1974). "A theory of the omega transformation." *Acta Metallurgica* **22**(2): 239-247.

COTTON, J. D., BOYER, R. R., BRIGGS, R. D., BAGGERLY, R. G., MEYER, C. A., CARTER, M. D., WOOD, W., TEWKSBURY, G., LI, V. and YAO, X. (2007). "Phase transformations in

---

Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr-0.5 Fe." *Proceedings of Ti-2007 Science and Technology, The Japan Institute of Metals*.

COTTON, J. D., BRIGGS, R. D., BOYER, R. R., TAMIRISAKANDALA, S., RUSSO, P., SHCHETNIKOV, N. and FANNING, J. C. (2015). "State of the Art in Beta Titanium Alloys for Airframe Applications." *JOM* **67**(6): 1281-1303.

CROUTZEILLES, M., SAULNIER, A. and MIRAND, P. (1961). "Etude par micrographie électronique directe et microdiffraction des électrons de la phase omega des alliages de titane." 253, Comptes rendus hebdomadaires des séances de l'Académie des Sciences.

DACHILLE, F., SIMONS, P. and ROY, R. (1968). "Pressure-temperature studies of anatase, brookite, rutile and TiO<sub>2</sub>-II." *Am. Mineral* **53**: 1929-1939.

DAVID, D., BERANGER, G. and GARCIA, E. (1983). "A Study of the Diffusion of Oxygen in  $\alpha$ -Titanium Oxidized in the Temperature Range 460°–700° C." *Journal of The Electrochemical Society* **130**(6): 1423-1426.

DAVID, D., GARCIA, E., LUCAS, X. and BERANGER, G. (1979). "Etude de la diffusion de l'oxygène dans le titane  $\alpha$  oxyde entre 700 C et 950 C." *Journal of the Less Common Metals* **65**(1): 51-69.

DAVIS, R., FLOWER, H. M. and WEST, D. R. F. (1979). "The decomposition of Ti-Mo alloy martensites by nucleation and growth and spinodal mechanisms." *Acta Metallurgica* **27**(6): 1041-1052.

DE FONTAINE, D., PATON, N. E. and WILLIAMS, J. C. (1971). "The omega phase transformation in titanium alloys as an example of displacement controlled reactions." *Acta Metallurgica* **19**(11): 1153-1162.

DE PAULA, T. (2016). "Rapport d'observation : Oxydation des éprouvettes vieilles à 700°C." Rapport interne. CIRIMAT - Institut Carnot.

DECHAMPS, M. and LEHR, P. (1977). "Sur l'oxydation du titane  $\alpha$  en atmosphère d'oxygène: rôle de la couche oxydée et mécanisme d'oxydation." *Journal of the Less Common Metals* **56**(2): 193-207.

DELMAS, F., CASANOVE, M.J., COURET, A. and COUJOU, A. (2002). "Study of the nanoscale precipitation in 6056 alloy (AlMgSi) by conventional Transmission Electron Microscopy and TEM in-situ straining experiments." *Materials Science Forum, Trans Tech Publ*.

DELMAS, F., CASANOVE, M.J., LOURS, P., COURET, A. and COUJOU, A. (2004). "Quantitative TEM study of the precipitation microstructure in aluminium alloy Al (MgSiCu) 6056 T6." *Materials Science and Engineering: A* **373**(1): 80-89.

DEVARAJ, A., WILLIAMS, R. E. A., NAG, S., SRINIVASAN, R., FRASER, H. L. and BANERJEE, R. (2009). "Three-dimensional morphology and composition of omega precipitates in a binary titanium–molybdenum alloy." *Scripta Materialia* **61**(7): 701-704.

- DORAISWAMY, D. and ANKEM, S. (2003). "The effect of grain size and stability on ambient temperature tensile and creep deformation in metastable beta titanium alloys." *Acta materialia* **51**(6): 1607-1619.
- DU, H. L., DATTA, P. K., LEWIS, D. B. and BURNELL-GRAY, J. S. (1994). "Air oxidation behaviour of Ti-6Al-4V alloy between 650 and 850°." *Corrosion Science* **36**(4): 631-642.
- DUERIG, T., TERLINDE, G. and WILLIAMS, J. (1980). "The Omega-Phase Reaction in Titanium Alloys." DTIC Document.
- DUERIG, T. W., ALBRECHT, J., RICHTER, D. and FISCHER, P. (1982). "Formation and reversion of stress induced martensite in Ti-10V-2Fe-3Al." *Acta Metallurgica* **30**(12): 2161-2172.
- ESCALE, N. (2012). "Étude par microscopie électronique en transmission des microstructures et des micromécanismes de déformation d'alliages de titane béta-métastables." Thèse de doctorat, Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier.
- FANNING, J. (1993). "Timetal 21 S Property Data." *The Minerals, Metal & Materials Society(USA)*: 397-410.
- FROES, F. H., YOLTON, C. F., CAPENOS, J. M., WELLS, M. G. H. and WILLIAMS, J. C. (1980). "Relationship between microstructure and age hardening response in the metastable beta-titanium alloy Ti-11,5Mo-6Zr-4,5Sn (Beta III)." *Metallurgical Transactions A - Physical Metallurgy and Materials Science* **11**(1): 21-31.
- FURUHARA, T., TAKAGI, S., WATANABE, H. and MAKI, T. (1996). "Crystallography of grain boundary  $\alpha$  precipitates in a  $\beta$  titanium alloy." *Metallurgical and Materials Transactions A* **27**(6): 1635-1646.
- GADDAM, R., SEFER, B., PEDERSON, R. and ANTTI, M.-L. (2015). "Oxidation and alpha-case formation in Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo alloy." *Materials Characterization* **99** (Supplement C): 166-174.
- GARNAUD, G. (1975). "Détermination thermogravimétrique des énergies d'activation de l'oxydation d'un métal présentant trois formes oxydées : le titane." *Thermochimica Acta* **11**(3): 267-275.
- GLORANT, T., TEXIER, G., SUN, F., THIBON, I., PRIMA, F. and SOUBEYROUX, J.-L. (2008). "Characterization of nanophase precipitation in a metastable  $\beta$  titanium-based alloy by electrical resistivity, dilatometry and neutron diffraction." *Scripta Materialia* **58**(4): 271-274.
- GÖBEL, M., HAANAPPEL, V. A. C. and STROOSNIJDER, M. F. (2001). "On the Determination of Diffusion Coefficients of Oxygen in One-Phase Ti ( $\alpha$ -Ti) and Two-Phase Ti-4Nb ( $\alpha$ - and  $\beta$ -Ti) by Micro-Hardness Measurements." *Oxidation of Metals* **55**(1): 137-151.
- GOMES, J. L. and HUNTZ, A. (1980). "Correlation between the oxidation mechanism of titanium under a pure oxygen atmosphere, morphology of the oxide scale, and diffusional phenomena." *Oxidation of Metals* **14**(3): 249-261.

- GORDON, D. E. and HAGEMeyer, J. W. (1975). "Relationships of strength to composition and phase constitution for 3 aged beta titanium-alloys." *Journal of Materials Science* **10**(10): 1725-1731.
- GRAUMAN, J. S. (1992). "Corrosion Behavior of Timetal 21S for Non-aerospace Applications." *Titanium'92 : Science and technology* **92** : 2737-2742.
- GRAY, G. T., LUETJERING, G. and WILLIAMS, J. C. (1990). "The influence of oxygen on the structure, fracture, and fatigue crack propagation behavior of Ti-8.6 Wt Pct Al." *Metallurgical Transactions A* **21**(1): 95-105.
- GROSDIDIER, T. and PHILIPPE, M. J. (2000). "Deformation induced martensite and superelasticity in a  $\beta$ -metastable titanium alloy." *Materials Science and Engineering: A* **291**(1-2): 218-223.
- GROSDIDIER, T., ROUBAUD, C., PHILIPPE, M.-J. and COMBRES, Y. (1997). "The deformation mechanisms in the  $\beta$ -metastable  $\beta$ -Cez titanium alloy." *Scripta materialia* **36**(1): 21-28.
- GUO, Z., MALINOV, S. and SHA, W. (2005). "Modelling beta transus temperature of titanium alloys using artificial neural network." *Computational materials science* **32**(1): 1-12.
- GYSLER, A. and LÜTJERING, G. (1982). "Influence of test temperature and microstructure on the tensile properties of titanium alloys." *Metallurgical Transactions A* **13**(8): 1435-1443.
- HALL, J. (1997). "Fatigue crack initiation in alpha-beta titanium alloys." *International journal of fatigue* **19**(93): 23-37.
- HERTEMAN, J.-P. (1986). "Les relations entre structures et propriétés de fatigue des alliages de titane." *Matériaux et techniques* **39**.
- HICKMAN, B. (1968). "Precipitation of omega-phase in titanium-vanadium alloys." *J. Inst. Metals* **96**(11): 330-337.
- HICKMAN, B. S. (1969). "The formation of omega phase in titanium and zirconium alloys: A review." *Journal of Materials Science* **4**(6): 554-563.
- HORNBERGER, H., RANDOW, C. and FLECK, C. (2015). "Fatigue and surface structure of titanium after oxygen diffusion hardening." *Materials Science and Engineering: A* **630**(Supplement C): 51-57.
- HUANG, C., ZHAO, Y., XIN, S., TAN, C., ZHOU, W., LI, Q. and ZENG, W. (2017). "Effect of microstructure on high cycle fatigue behavior of Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr-1Zr titanium alloy." *International Journal of Fatigue* **94**, Part 1: 30-40.
- HUANG, X., CUDDY, J., GOEL, N. and RICHARDS, N. L. (1994). "Effect of heat treatment on the microstructure of a metastable  $\beta$ -titanium alloy." *Journal of Materials Engineering and Performance* **3**(4): 560-566.

- IVASISHIN, O. M., MARKOVSKY, P. E., MATVIYCHUK, Y. V., SEMIATIN, S. L., WARD, C. H. and FOX, S. (2008). "A comparative study of the mechanical properties of high-strength  $\beta$ -titanium alloys." *Journal of Alloys and Compounds* **457**(1-2): 296-309.
- IVASISHIN, O. M., MARKOVSKY, P. E., SEMIATIN, S. L. and WARD, C. H. (2005). "Aging response of coarse-and fine-grained  $\beta$  titanium alloys." *Materials Science and Engineering: A* **405**(1): 296-305.
- JENKINS, A. (1954). "The oxidation of titanium at high temperatures in an atmosphere of pure oxygen." *J. Inst. Metals* **82**.
- JHA, S. K. and RAVICHANDRAN, K. S. (2000). "High-cycle fatigue resistance in beta-titanium alloys." *JOM* **52**(3): 30-35.
- JOUSSET, H. (2008). "Viscoplasticité et microstructures d'un alliage de titane : effets de la température et de la vitesse de sollicitation." Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- KAHVECI, A. I. and WELSCH, G. E. (1986). "Effect of oxygen on the hardness and alpha/beta phase ratio of Ti-6Al-4V alloy." *Scripta Metallurgica* **20**(9): 1287-1290.
- KOFSTAD, P. (1988). "High temperature corrosion." *Elsevier Applied Science Publishers, Crown House, Linton Road, Barking, Essex IG 11 8 JU, UK, 1988*.
- KOFSTAD, P., HAUFFE, K. and KJOLLESDAL, H. (1958). "Investigation on the oxidation mechanism of titanium." *Acta Chemica Scandinavica* **12**(2): 239-266.
- KOLLI, R. P., JOOST, W. J. and ANKEM, S. (2015). "Phase Stability and Stress-Induced Transformations in Beta Titanium Alloys." *JOM* **67**(6): 1273-1280.
- KOUL, M. K. and BREEDIS, J. F. (1970). "Phase transformations in beta isomorphous titanium alloys." *Acta Metallurgica* **18**(6): 579-588.
- KRATOCHVIL, J. and CONRAD, H. (1970). "Strengthening of alpha titanium by interstitial solutes." *Scripta Metallurgica* **4**(10): 815-824.
- KUAN, T. S. and SASS, S. L. (1977). "The direct imaging of a linear defect using diffuse scattering in Zr-Nb b.c.c. solid solutions." *Philosophical Magazine* **36**(6): 1473-1498.
- KUMAR, K. N., MUNESHWAR, P., SINGH, S. K., JHA, A. K., PANT, B. and GEORGE, K. M. (2015). "Effect of Grain Boundary Alpha on Mechanical Properties of Ti5.4Al3Mo1V Alloy." *JOM* **67**(6): 1265-1272.
- LAZIOU, J. (1976). "Caractères micrographiques et microfractographiques de l'alliage de titane TA6V sollicité en fatigue et en corrosion sous tension." *Journal of the Less Common Metals* **46**(2): 251-270.
- LEE, Y. T. and WELSCH, G. (1990). "Young's modulus and damping of Ti-6Al-4V alloy as a function of heat treatment and oxygen concentration." *Materials Science and Engineering: A* **128**(1): 77-89.

- LIU, Z. and WELSCH, G. (1988). "Effects of oxygen and heat treatment on the mechanical properties of alpha and beta titanium alloys." *Metallurgical Transactions A* **19**(3): 527-542.
- LUO, Z. (2012). "Effect of the coloration on Ti alloys by thermal oxidation." Internship report, INPT - ENSIACET.
- LÜTJERING, G., ALBRECHT, J., SAUER, C. and KRULL, T. (2007). "The influence of soft, precipitate-free zones at grain boundaries in Ti and Al alloys on their fatigue and fracture behavior." *Materials Science and Engineering: A* **468-470**: 201-209.
- LÜTJERING, G. and WILLIAMS, J. C. (2007). "Titanium Based Intermetallics". *Titanium*. Berlin, Heidelberg, Springer Berlin Heidelberg: 337-366.
- MAHONEY, M. W., MARTIN, P. L. and HARDWICK, D. (1993). "Microstructural stability of Beta 21 S (Ti-Mo-Nb-Al-Si alloy)." *Titanium'92 : Science and technology* 161-168.
- MANTRI, S. A., CHOUDHURI, D., BEHERA, A., COTTON, J. D., KUMAR, N. and BANERJEE, R. (2015). "Influence of Fine-Scale Alpha Precipitation on the Mechanical Properties of the Beta Titanium Alloy Beta-21S." *Metallurgical and Materials Transactions A* **46**(7): 2803-2808.
- MARUYAMA, K., SAWADA, K. and KOIKE, J.-i. (2001). "Strengthening mechanisms of creep resistant tempered martensitic steel." *ISIJ international* **41**(6): 641-653.
- MENDEZ, J. (1999). "On the effects of temperature and environment on fatigue damage processes in Ti alloys and in stainless steel." *Materials Science and Engineering: A* **263**(2): 187-192.
- MOLINIER, R., SÉRAPHIN, L., TRICOT, R. and CASTRO, R. (1974). "Les alliages de titane alpha-bêta-traitements thermiques et propriétés comparées des alliages Ti-6 Al-4 V, Ti-6 Al-6 V-2 Sn et Ti-6 Al-6 V-2 Sn-6 Zr." *Revue de Métallurgie* **71**(1): 37-50.
- MURRAY, J. L. and WRIEDT, H. A. (1987). "The O-Ti (Oxygen-Titanium) system." *Journal of Phase Equilibria* **8**(2): 148-165.
- NAKAJIMA, H. and KOIWA, M. (1991). "Diffusion in titanium." *ISIJ International* **31**(8): 757-766.
- NEERAJ, T., HOU, D.-H., DAEHN, G. and MILLS, M. (2000). "Phenomenological and microstructural analysis of room temperature creep in titanium alloys." *Acta materialia* **48**(6): 1225-1238.
- OKA, M. and TANIGUCHI, Y. (1979). "{332} Deformation twins in a Ti-15.5 pct V alloy." *Metallurgical and Materials Transactions A* **10**(5): 651-653.
- PARRIS, W. M. and BANIA, P. J. (1993). "Oxygen effects on the mechanical properties of Timetal-21 S." *Titanium'92: Science and technology*: 153-160.

- PARTHASARATHY, T. A., PORTER, W. J., BOONE, S., JOHN, R. and MARTIN, P. (2011). "Life prediction under tension of titanium alloys that develop an oxygenated brittle case during use." *Scripta Materialia* **65**(5): 420-423.
- PELISSIE, C., GUETAZ, L., BAILLIN, X., MORET, F., GUICHARD, D. and DE MONICAULT, J. (1996). "Etude par microscopie électronique en transmission in situ de la plasticité en conditions cryogéniques de deux microstructures de l'alliage Ti-6Al-4V." *Revue de Métallurgie* **93**(12): 1509-1519.
- PRIMA, F. (2000). "Etude métallurgique d'un nouvel alliage de titane-metastable." Thèse de doctorat, INSA RENNES.
- PRIMA, F., VERMAUT, P., TEXIER, G., ANSEL, D. and GLORANT, T. (2006). "Evidence of  $\alpha$ -nanophase heterogeneous nucleation from  $\omega$  particles in a  $\beta$ -metastable Ti-based alloy by high-resolution electron microscopy." *Scripta Materialia* **54**(4): 645-648.
- ROE, W. P., PALMER, H. R. and OPIE, W. R. (1960). "Diffusion of oxygen in alpha and beta titanium." *Trans. ASM* **52**: 191.
- ROSA, C. J. (1970). "Oxygen diffusion in alpha and beta titanium in the temperature range of 932 to 1142 C." *Metallurgical Transactions* **1**(9): 2517-2522.
- ROSEN, R. S., PADDON, S. P. and KASSNER, M. E. (1999). "The variation of the yield stress of Ti alloys with strain rate at high temperatures." *Journal of Materials Engineering and Performance* **8**(3): 361-367.
- SAKAI, T. and FINE, M. (1974). "Failure of Schmid's law in Ti-Al alloys for prismatic slip." *Scripta Metallurgica* **8**(5): 541-544.
- SAKAI, T. and FINE, M. E. (1974). "Plastic deformation of Ti-Al single crystals in prismatic slip." *Acta Metallurgica* **22**(11): 1359-1372.
- SANCHEZ, J. M. and DE FONTAINE, D. (1978). "Anomalous diffusion in omega forming systems." *Acta Metallurgica* **26**(7): 1083-1095.
- SANSOZ, F., ALMESALLMY, M. and GHONEM, H. (2004). "Ductility exhaustion mechanisms in thermally exposed thin sheets of a near- $\beta$  titanium alloy." *Metallurgical and Materials Transactions A* **35**(10): 3113-3127.
- SATKO, D. P., SHAFFER, J. B., TILEY, J. S., SEMIATIN, S. L., PILCHAK, A. L., KALIDINDI, S. R., KOSAKA, Y., GLAVICIC, M. G. and SALEM, A. A. (2016). "Effect of microstructure on oxygen rich layer evolution and its impact on fatigue life during high-temperature application of  $\alpha/\beta$  titanium." *Acta Materialia* **107**: 377-389.
- SAUER, C. and LÜTJERING, G. (2001). "Influence of  $\alpha$  layers at  $\beta$  grain boundaries on mechanical properties of Ti-alloys." *Materials Science and Engineering: A* **319-321**: 393-397.
- SCHUTZ, R. W. (1994). "Environmental behavior of beta titanium alloys." *JOM* **46**(7): 24-29.

- SCHWANDER, P., SCHÖNFELD, B. and KOSTORZ, G. (1992). "Configurational Energy Change Caused by Slip in Short-Range Ordered Ni–Mo." *Physica Status Solidi (b)* **172**(1): 73-85.
- SERGUEEVA, A. V., STOLYAROV, V. V., VALIEV, R. Z. and MUKHERJEE, A. K. (2001). "Advanced mechanical properties of pure titanium with ultrafine grained structure." *Scripta Materialia* **45**(7): 747-752.
- SETTEFRATI, A. (2012). "Etude expérimentale et modélisation par champ de phase de la formation de  $\alpha$  dans les alliages de titane  $\beta$  -métastable." Thèse de doctorat, Université de Lorraine.
- SONG, M. H., HAN, S. M., MIN, D. J., CHOI, G. S. and PARK, J. H. (2008). "Diffusion of oxygen in  $\beta$ -titanium." *Scripta Materialia* **59**(6): 623-626.
- STRINGER, J. (1960). "The oxidation of titanium in oxygen at high temperatures." *Acta metallurgica* **8**(11): 758-766.
- SUGANO, M., TSUCHIDA, Y., SATAKE, T. and IKEDA, M. (1998). "A microstructural study of fatigue fracture in titanium–molybdenum alloys." *Materials Science and Engineering: A* **243**(1): 163-168.
- SUN, F., PRIMA, F. and GLORANT, T. (2010). "High-strength nanostructured Ti–12Mo alloy from ductile metastable beta state precursor." *Materials Science and Engineering: A* **527**(16): 4262-4269.
- SURAND, M. (2013). "Etude du comportement viscoplastique en traction et en fluage de l'alliage TA6V de 20°C à 600°C." Thèse de doctorat, Université de Toulouse.
- TILEY, J., BEHERA, A., MAHDAK, K., MOHSENI, H., NAG, S. and BANERJEE, R. (2012). "Phase Transformations in the Oxygen-Enriched Case Layer of Beta Titanium Alloys Formed During Oxidation (Preprint)." University of North Texas Denton.
- UNNAM, J., SHENOY, R. and CLARK, R. (1986). "Oxidation of commercial purity titanium." *Oxidation of Metals* **26**(3): 231-252.
- UPADHYAYA, D., BLACKKETTER, D. M., SURYANARAYANA, C. and FROES, F. H. (1993). "Microstructure and mechanical properties of beta-21 S titanium alloy." *Titanium'92: Science and technology*: 447-454.
- VEIGA, C., DAVIM, J. P. and LOUREIRO, A. J. R. (2012). "Properties and Applications of Titanium Alloys: A brief review." **32**: 133-148.
- WALLACE, T. A., CLARK, R. K. and WIEDEMANN, K. E. (1992). "Oxidation Characteristics of Beta-21s in Air in the Temperature Range 600 to 800 C." Report, National Aeronautics and Space Administration, Hampton, VA (United States). Langley Research Center.
- WASILEWSKI, R. and KEHL, G. (1954). "Diffusion of nitrogen and oxygen in titanium." *J. Inst. Metals* **83**.

WEISS, I. and SEMIATIN, S. L. (1998). "Thermomechanical processing of beta titanium alloys—an overview." *Materials Science and Engineering: A* **243**(1): 46-65.

WILLIAMS, J. and BLACKBURN, M. (1969). "The influence of misfit on the morphology and stability of the omega phase in titanium -- Transition metal alloys." North American Rockwell Science Center, Thousand Oaks, Calif.

WILLIAMS, J., HICKMAN, B. and LESLIE, D. (1971). "The effect of ternary additions on the decomposition of metastable beta-phase titanium alloys." *Metallurgical Transactions* **2**(2): 477-484.

WILLIAMS, J. C., FONTAINE, D. d. and PATON, N. E. (1973). "The  $\omega$ -phase as an example of an unusual shear transformation." *Metallurgical Transactions* **4**(12): 2701-2708.

XU, T. W., KOU, H. C., LI, J. S., ZHANG, F. S. and FENG, Y. (2015). "Effect of Phase Transformation Conditions on the Microstructure and Tensile Properties of Ti-3Al-15Mo-3Nb-0.2Si Alloy." *Journal of Materials Engineering and Performance* **24**(8): 3018-3025.

XU, T. W., LI, J. S., ZHANG, S. S., ZHANG, F. S. and LIU, X. H. (2016). "Cold deformation behavior of the Ti-15Mo-3Al-2.7Nb-0.2Si alloy and its effect on  $\alpha$  precipitation and tensile properties in aging treatment." *Journal of Alloys and Compounds* **682**: 404-411.

XU, T. W., ZHANG, S. S., ZHANG, F. S., KOU, H. C. and LI, J. S. (2016). "Effect of  $\omega$ -assisted precipitation on  $\beta \rightarrow \alpha$  transformation and tensile properties of Ti-15Mo-2.7Nb-3Al-0.2Si alloy." *Materials Science and Engineering: A* **654**: 249-255.

ZHENG, Y., WILLIAMS, R. E. A., SOSA, J. M., ALAM, T., WANG, Y., BANERJEE, R. and FRASER, H. L. (2016). "The indirect influence of the  $\omega$  phase on the degree of refinement of distributions of the  $\alpha$  phase in metastable  $\beta$ -Titanium alloys." *Acta Materialia* **103**: 165-173.

ZHENG, Y., WILLIAMS, R. E. A., WANG, D., SHI, R., NAG, S., KAMI, P., SOSA, J. M., BANERJEE, R., WANG, Y. and FRASER, H. L. (2016). "Role of  $\omega$  phase in the formation of extremely refined intragranular  $\alpha$  precipitates in metastable  $\beta$ -titanium alloys." *Acta Materialia* **103**: 850-858.