Étude de la plasticité du TA6V entre 25°C et 800°C

Jean-Sébastien Lecomte

▶ **To cite this version:**

Jean-Sébastien Lecomte. Étude de la plasticité du TA6V entre 25°C et 800°C. Matériaux. Université Paul Verlaine - Metz, 2000. Français. NNT : 2000METZ025S . tel-01775393

HAL Id: tel-01775393
https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01775393

Submitted on 24 Apr 2018

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.

AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4
Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10
http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php
http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm

INSTITUT SUPERIEUR DE GENIE MECANIQUE
ET PRODUCTIQUE

THESE

Présentée à

UNIVERSITE DE METZ

Par

Jean-Sébastien LECOMTE

Pour l'obtention du grade de :

DOCTEUR de L'UNIVERSITE de METZ

SPECIALITE : *Sciences de l'Ingénieur*
OPTION : *Sciences des Matériaux*

Soutenue le 13 Juillet 2000 à Metz

ETUDE DE LA PLASTICITE DE L'ALLIAGE TA6V ENTRE 25°C ET 800°C

M^me^	M.J. PHILIPPE	Professeur de l'Université de Metz	Directeur de Thèse
MM	P. KLIMANEK	Professeur de l'Université de Freiberg (Allemagne)	Directeur de Thèse
MM.	R. SCHWARZER	Professeur de l'Université de Clausthal (Allemagne)	Rapporteur
	J. DRIVER	Professeur de l'Ecole des Mines de Saint-Etienne	Rapporteur
MM	Y. COMBRES	Docteur-Ingénieur, Chargé de Recherche à Cezus	Examinateur
	F. ZIMMERMANN	Docteur es Science, NRU Präzisionstechnologie	Examinateur

Ecole Doctorale PROMENA

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE - METZ

N° inv.	2000 009 S
Cote	S/M3 00/25
Loc	Magasin

REMERCIEMENTS

Le travail présenté dans ce mémoire a été effectué pour une part au sein du Laboratoire d'Étude des Textures et Application aux Matériaux (LETAM) de l'Université de Metz et pour une part au sein de l'Institut für Metallkunde de la Technische Universität Bergakamie Freiberg en Allemagne.

Je tiens à remercier Messieurs les Professeurs Claude Esling et Francis Wagner, directeurs consécutifs du LETAM, ainsi que le Professeur Heinrich Oettel, directeur de l'Institut für Metallkunde, qui ont bien voulu m'accueillir dans leur laboratoire et de m'avoir accorder leur confiance.

J'exprime ma gratitude à M. Yves Combres pour avoir accepté de présider ce jury de thèse. Je prie Messieurs les Professeurs Julian Driver et Robert Schwarzer de recevoir les plus vifs remerciements pour avoir accepté d'être les rapporteurs de mon mémoire de thèse et de m'avoir fait bénéficier de leurs critiques constructives.

Je tiens à exprimer ma reconnaissance à Madame le Professeur Marie-Jeanne Philippe ainsi que Monsieur le Professeur Peter Klimanek pour avoir assuré la direction scientifique de cette thèse.

J'adresse également mes remerciements à M. Frank Zimmermann qui a accepté de participer au Jury.

Je ne saurais oublier les personnes qui ont apporté leurs compétences, leur savoir-faire et un peu de leur temps comme Jean-Jacques Fundenberger pour son aide lors du développement des programmes, Stefan Zaefferer qui m'a initié à la Microscopie électronique à Transmission, Emmanuel Bouzy pour ses conseils en cristallographie.

Enfin mes derniers remerciements mais non des moindres iront pour ma femme Cathy qui m'a soutenu durant toutes ses années.

Table des matières

1 INTRODUCTION..... 10

2 ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE..... 12

2.1 Généralités sur la métallurgie du titane et ses alliages..... 12

2.1.1 Cristallographie du titane..... 12

2.1.1.1 Maille hexagonale..... 12

2.1.1.2 Maille cubique..... 13

2.1.1.3 Relation d'orientation..... 13

2.1.2 Les alliages de titane..... 14

2.1.2.1 Les éléments d'alliage..... 14

2.1.2.2 Les classes d'alliages..... 14

2.1.2.3 Impuretés interstitielles..... 15

2.1.2.4 Transformations de phase et phases intermédiaires dans les alliages de titane..... 16

2.1.3 L'alliage TA6V..... 18

2.1.3.1 Transformations de phases dans le TA6V..... 18

2.1.3.2 Traitements thermomécaniques classiques du TA6V..... 21

2.1.4 La texture dans les alliages de titane..... 21

2.1.4.1 Généralités..... 22

2.1.4.2 Alliages α..... 24

2.1.4.3 Alliages α+β..... 27

2.1.5 Conclusions..... 30

2.2 Comportement mécanique microscopique du TA6V..... 31

2.2.1 La Déformation de la phase α et son comportement en température..... 31

2.2.1.1 Généralités sur les systèmes de glissement dans les métaux hexagonaux compacts..... 32

2.2.1.2 Les critères pour la facilité relative des systèmes de glissement..... 36

2.2.1.3 Bilan..... 42

2.2.2 Les systèmes activés dans le TA6V. 42
2.2.2.1 Influence des impuretés et des éléments d'alliages. 42
2.2.3 Conclusion. 43
2.2.4 Le rôle de la température 43
2.2.4.1 Rôle de la température sur la cission critique 46
2.2.4.2 Rôle de la température sur les impuretés interstitielles. 47
2.2.4.3 Rôle de la température sur le maclage 49
2.2.4.4 Synthèse 49
2.2.5 Déformation de la phase β 50
2.2.5.1 Systèmes de glissement. 50
2.2.5.2 Influence des éléments d'alliage. 51
2.2.5.3 Synthèse 51
2.2.6 Accommodation de la déformation. 51
2.2.6.1 Relation d'orientation. 51
2.2.6.2 Rôle des interfaces. 52
2.2.6.3 Dureté relative des deux phases. 52
2.2.6.4 Synthèse 53
2.2.7 Conclusions 53
2.3 Comportement mécanique macroscopique du TA6V 53
2.3.1 Anisotropie élastique 53
2.3.1.1 Calcul macroscopique du module d'Young E 54
2.3.1.2 Les dislocations dans un milieu anisotrope élastique 55
2.3.1.3 L'énergie totale 55
3 TECHNIQUES EXPERIMENTALES 58
3.1 Essais Mécaniques 58
3.1.1 Machine de traction. 58
3.1.2 Eprouvettes de traction 58
3.1.3 Machine de compression 59
3.1.4 Eprouvettes de compression. 59
3.2 Caractérisation de la microstructure 59

3.2.1 Préparation des échantillons 59

3.2.2 Caractérisation et analyse des phases. 60

3.3 Détermination des systèmes de déformation en MET 60

3.3.1 Détermination de l'orientation du grain 60

3.3.2 Origine des lignes de Kikuchi 60

3.3.3 Acquisition et Indexation des diagrammes de Kikuchi 62

3.3.4 Procédure d'indexation des diagrammes de Kikuchi 64

3.3.5 Contraste des dislocations et détermination du vecteur de Burgers 67

3.3.6 Détermination du plan de glissement 67

3.3.6.1 Direction de la ligne de dislocation 67

3.3.6.2 Le plan de glissement 68

3.4 Le Maclage 69

3.5 Le calcul de la cission 70

3.5.1 Passage du repère cristallin au repère cristallin triorthonormé dans le cas général 70

3.5.2 Passage du repère du cristal hexagonal $K_{B,C}$ au repère du cristal orthonormé $K_{B,O}$ 71

3.5.3 Passage du repère de l'échantillon K_A au repère $K_{B,O}$ 72

3.5.4 Le tenseur des contraintes macroscopique 73

3.5.5 Mode de calcul 73

3.6 Epaisseur de la lame mince 73

4 RESULTATS 76

4.1 Caractérisation microstructurale 76

4.1.1 Analyse chimique 76

4.1.2 microscopie optique 76

4.1.3 Texture 77

4.1.4 Le sens de prélèvement des éprouvettes 78

4.1.5 Evolution de la taille des grains et de la fraction volumique de la phase β en fonction de la température 78

4.2 Comportement macroscopique 80

4.2.1 Influence de la vitesse de déformation. 80

4.2.2 Influence de la température. 81

4.2.3 Influence de l'orientation de la découpe de l'éprouvette. 87

4.2.4 Influence du sens de la contrainte sur la limite élastique 87

4.2.5 Observation de la surface de rupture des éprouvettes. 88

4.3 Comportement microscopique 90

4.3.1 Eprouvettes déformées à 25°C 90

4.3.2 Eprouvettes déformées à 350°C à 0°/DL 91

4.3.3 Eprouvettes déformées à 350°C à 45°/DL 92

4.3.4 Eprouvettes déformées à 350°C à 90°/DL 92

4.3.5 Eprouvettes déformées à 800°C à 0°/DL à 45°/DL et à 90°/DL 96

5 DISCUSSION 100

5.1 La déformation dans les grains α 100

5.1.1 Mise en évidence d'un plateau athermique dans les courbes d'écoulement 100

5.1.2 Corrélations du plateau athermique avec les observations en MET 100

5.1.3 Nos hypothèses concernant le plateau athermique de la limite élastique 101

5.1.3.1 Cas I : Augmentation de la force de l'obstacles 102

5.1.3.2 Cas II : Augmentation de la fréquence des obstacles 104

5.1.3.3 BILAN 108

5.2 La déformation dans les grains β 108

5.2.1 Etude des relations d'orientations α/β 108

5.2.2 Conséquences des relations d'orientation sur les systèmes de glissement 108

6 CONCLUSIONS ET PERPECTIVES..... 110

7 EINLEITUNG..... 112

8 BIBLIOGRAPHISCHE STUDIE..... 114

8.1 Allgemeine Informationen über die Metallurgie des Titans und seiner Legierungen. 114

8.1.1 Kristallographie des Titans 114

8.1.1.1 Hexagonale Struktur..... 114

8.1.1.2 Kubisch raumzentrierte Struktur 115

8.1.1.3 Orientierungsbeziehung 115

8.1.2 Titanlegierungen 116

8.1.2.1 Legierungselemente 116

8.1.2.2 Interstitielle Verunreinigungen..... 117

8.1.2.3 Phasenumwandlungen und intermediäre Phasen in Titanlegierungen 118

8.1.2.4 Verfestigungsvorgänge..... 121

8.1.3 Die klassischen thermomechanischen Behandlungen des TiAl6V4 122

'-Martensitgefüge..... 122

8.1.4 Die Textur in Titanlegierungen..... 122

-Legierungen 125

+β Legierungen..... 129

8.1.5 Zusammenfassungen..... 132

8.2 Mikroskopisches mechanisches Verhalten von TiAl6V4 133

8.2.1 Verformung und Temperaturverhalten der α-Phase..... 133

8.2.1.1 Allgemeine Informationen über die Gleitsysteme in hexagonale-dichtest-gepackten Metallen 133

8.2.1.2 Kriterien für den "Ease-Of-Glide" der Gleitsysteme..... 137

8.2.1.3 Ergebnis 142

8.2.2 Verformungsverhalten von TiAl6V4 142

8.2.2.1 Einfluß der Verunreinigungen und Legierungselemente..... 143

8.2.3 Zusammenfassung..... 143

8.2.4 Die Rolle der Temperatur 144

8.2.4.1 Einfluß der Temperatur auf die kritische Schubspannung 144
8.2.4.2 Rolle der Temperatur auf die interstitielle Verunreinigung 145
8.2.4.3 Einfluß der Temperatur auf die Zwillingsbildung 147
8.2.4.4 Synthese 147

9 Ergebnisse. 148

9.1 Mikrostrukturelle Charakterisierung. 148

9.1.1 Chemische Analyse. 148

9.1.2 Lichtmikroskopische und TEM-Untersuchung. 148

9.1.3 Probenbeschreibung. 148

9.1.4 Einfluß der Temperatur auf die Entwicklung der Korngröße und des Volumenanteils der β-Phase. 149

9.2 Makroskopisches Verhalten. 149

9.2.1 Einfluß der Verformungsgeschwindigkeit auf die Streckgrenze. 149

9.2.2 Einfluß der Temperatur auf die Streckgrenze. 149

9.2.3 Einfluß der Orientierung der Proben. 150

9.2.4 Einfluß der Spannungsrichtung auf die Streckgrenze 150

9.2.5 Beobachtung der Bruchflächen der Proben. 150

9.3 Mikroskopisches Verhalten. 150

9.3.1 Bei Raumtemperatur verformte Proben 150

9.3.2 Proben, bei 350°C in 0°/WR 10% verformt. 150

9.3.3 Proben, bei 350°C in 45°/WR 10% verformt. 151

9.3.4 Proben, bei 350°C in 90°/WR 10% verformt. 151

9.3.5 Proben, bei 800°C in 0°, 45° und 90° gegen WR verformt 151

10 DISKUSSION. 152

10.1 Das athermische Plateau der Streckgrenze 152

10.2 Korrelation des athermischen Plateaus mit den Beobachtungen im TEM. 152

10.3 Annahmen über das athermische Plateau der Streckgrenze 153

10.3.1 Fall I: Zunahme des Hinderniswiderstands 154

10.3.1.1 Gitterwiderstandsänderungen. 154
10.3.1.2 Der Suzuki Effekt 154
10.3.1.3 Einfluß der Temperatur auf die Stapelfehlerenergie 154

10.3.2 Fall II: Zunahme der Häufigkeit der Hindernisse 155

10.3.2.1 Ausdehnung des Versetzungskerns 155
10.3.2.2 Interaktion mit einem anderen Gleitsystem. 155
10.3.2.3 Verunreinigungsgesteuerte Mechanismen. 156

11 ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK. 159

12 Articles écrits durant la thèse 160

13 Bibliographie 161

1 INTRODUCTION

Le titane a d'abord été découvert dans un minerai de Menachanite par le révérend anglais William Gregor en 1791, un passionné de minéralogie. Puis en 1795, il fut redécouvert dans le minerai de rutile par un chimiste allemand, Martin Heinrich Klaproth. Il faut attendre 1910 pour que Matthew A. Hunter extrait l'élément pur métallique, en chauffant du $TiCl_4$ à 700-800°C en présence de sodium.
L'origine du nom titane vient de "Titan": les fils de la déesse de la Terre dans la mythologie grecque. Titan c'est aussi un des plus gros satellites de la planète Saturne. Le seul corps du système solaire à posséder une atmosphère de composition similaire à celle de la Terre.

C'est leurs caractéristiques mécaniques élevées (limite d'élasticité, charge à la rupture) associées à leur masse volumique faible (4,5 g/cm^3) qui ont rendu l'utilisation des alliages de titane particulièrement attrayant dans des domaines tels que l'aéronautique et l'aérospatiale (pâle d'hélicoptère, turbine, axe de rotation…). Ils conservent de très bonnes propriétés mécaniques même à basse température, d'où leur intérêt dans les domaines cryogéniques (réservoir de fluide cryogénique, pièce de pompe). Le domaine médical a été attiré par leur biocompatibilité (remplacement osseux, prothèse dentaire…). Enfin depuis quelques années nous pouvons rencontrer les alliages de titane dans des domaines grand public (cadres de vélo, montures de lunette, bracelets de montre…).
Les alliages de titane, pour toutes les raisons citées ci dessus, en particulier l'alliage TA6V (composé en poids de 6% d'aluminium et de 4% de vanadium), ont fait l'objet de nombreuses études métallurgiques tant fondamentales que pratiques. Pour preuve, la quantité impressionnante d'articles et de livres consacrés à ce sujet.
Cependant, même si l'alliage TA6V a été très largement étudié à la fois du point de vue caractérisation et des propriétés mécaniques à température ambiante, il y a peu de résultats sur les données microstructurales et les mécanismes de déformation dans la gamme des températures 25°C – 600°C. Cette présente étude a donc été entreprise en vue de clarifier le comportement mécanique microscopique de l'alliage TA6V en température. Par ailleurs l'alliage TA6V est un produit industriel qui contient toujours un certain nombre d'impuretés ou d'éléments mineurs, ceux-ci peuvent modifier de façon sensible le comportement de l'alliage par rapport au système ternaire Ti–Al-V. De plus, les techniques de caractérisation et de détermination des mécanisme de déformation ne cessant d'évoluer et de s'affiner (MEB et MET) permettent d'obtenir maintenant des informations plus précises qu'auparavant.

Nous nous sommes intéressés à l'alliage TA6V avec une microstructure équiaxe et une texture très marquée dans le sens travers. Nous avons étudié cet alliage dans une gamme de température allant de 25°C à 800°C en le soumettant à des sollicitations diverses (traction et compression). Nous avons observé l'évolution des mécanismes de déformations activés avec la température et les sollicitations. A cet effet nous avons utilisé la microscopie électronique à transmission (MET).

Le mémoire est scindé en quatre partie. La première partie est consacrée à l'étude bibliographique sur les thèmes principaux : généralités sur le titane et ses textures, comportement microscopique du TA6V, comportement macroscopique du TA6V.
Le deuxième chapitre présente les techniques expérimentales utilisées ainsi que les différents programmes mis au point durant cette étude.
Le troisième chapitre est consacré aux résultats: les résultats macroscopiques (limite d'élasticité, charge en rupture,…) et les résultats des observations microscopiques.

Une synthèse micro - macro est réalisée dans la quatrième partie. Elle relie les observations microscopiques aux propriétés macroscopiques que sont la limite élastique, le taux de consolidation

et la ductilité. Un modèle développé dans la littérature est appliqué à notre étude afin de confirmer l'influence des éléments interstitiels sur la limite élastique et les mécanismes de déformation.

2 ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE.

Ce chapitre présente l'étude bibliographique. Il est conçu en trois parties: généralités sur la métallurgie du titane, le comportement mécanique microscopique et le comportement mécanique macroscopique des alliages de titane.

La première partie décrit les phases rencontrées dans les alliages de titane, les traitements thermiques classiques et les différents types de texture rencontrés. La deuxième partie traite des mécanismes de déformation plastique dans l'alliage biphasé ($\alpha+\beta$) polycristallin (le TA6V), les modes de déformation de la phase α sont spécialement développés (systèmes de glissement, configuration des dislocations et mécanismes activant le mouvement des dislocations). La dernière partie est consacrée à l'étude du comportement macroscopique du TA6V, nous nous attacherons à soulever les problèmes d'anisotropie élastique en fonction de la température.

2.1 Généralités sur la métallurgie du titane et ses alliages.

Cette première partie est consacrée à la description des différentes phases observées dans le titane et ses alliages. Nous allons aborder la cristallographie des phases, les transformations de phases et le rôle des éléments d'alliages. La dernière partie décrit plus particulièrement l'alliage TA6V et les transformations susceptibles d'y apparaître. Nous verrons aussi les différents types de textures qui se développent suivant la température et le traitement thermomécanique.

2.1.1 Cristallographie du titane

Le titane pur subit une transformation allotropique à 882,5°C (température du transus-β). La structure stable à basse température est la phase α hexagonale compacte. Au-dessus du transus-β, cette structure se transforme en phase β cubique centrée.

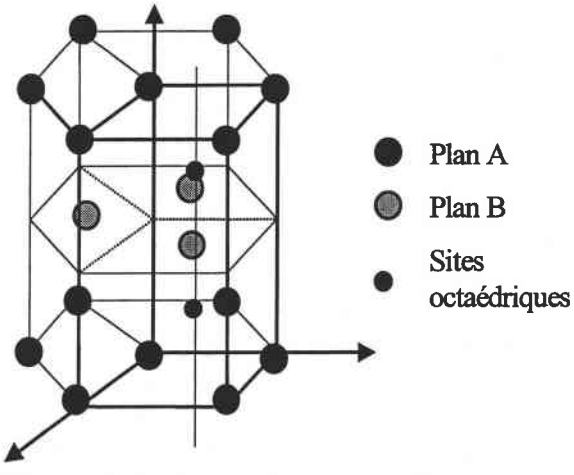


Figure 2-1: Structure hexagonale compacte

2.1.1.1 Maille hexagonale

La structure hexagonale compacte est constituée d'un empilement de plans denses parallèles au plan de base, suivant une séquence ABABAB (Figure 2-1).

La maille élémentaire est constituée de deux atomes occupant les positions (000) et $\left(\frac{2}{3}\frac{1}{3}\frac{1}{2}\right)$. Les sites interstitiels octaédriques de la maille sont situés en $\left(\frac{1}{3}\frac{2}{3}\frac{1}{4}\right)$ et $\left(\frac{1}{3}\frac{2}{3}\frac{3}{4}\right)$. Ces sites peuvent être occupés par des atomes d'impuretés interstitielles tels que O, C, N. Les sites interstitiels tétraédriques sont situés en $\left(00\frac{3}{8}\right)$, $\left(00\frac{5}{8}\right)$, $\left(\frac{2}{3}\frac{1}{3}\frac{1}{8}\right)$ et $\left(\frac{2}{3}\frac{1}{3}\frac{7}{8}\right)$. Ils sont plus petits que les sites octaédriques. Les paramètres de maille du titane α sont a = 2,950 Å, c = 4,686 Å et c/a = 1,5885.

2.1.1.2 Maille cubique

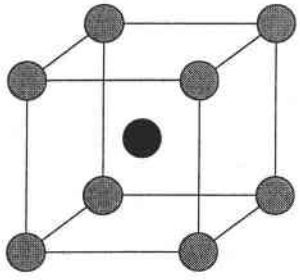


Figure 2-1 : Structure cubique centrée

La maille cubique centrée est composée de deux atomes en (000) et $\left(\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\right)$. Les sites interstitiels octaédriques se situent en $\left(\frac{2}{3}\frac{1}{3}\frac{1}{2}\right)$ et les sites tétraédriques en $\left(\frac{2}{3}\frac{1}{3}\frac{1}{2}\right)$. Le paramètre de maille est a = 3,21 Å (Figure 2-1).

2.1.1.3 Relation d'orientation

Un mécanisme de transformation cristallographique a été proposé par Burgers pour expliquer le passage d'une structure cubique centrée (cc) à une structure hexagonale compacte (hc) [Burgers 57]. Il s'agit d'une transformation par cisaillement des plans {110} de la phase β suivant la direction ⟨111⟩ en plans compacts (Figure 2-1). Les relations d'orientations observées en diffraction électronique sont alors : $\{110\}_\beta \Rightarrow (0001)_\alpha$ *et* $\langle 111\rangle_\beta \Rightarrow \langle 11\bar{2}0\rangle_\alpha$.

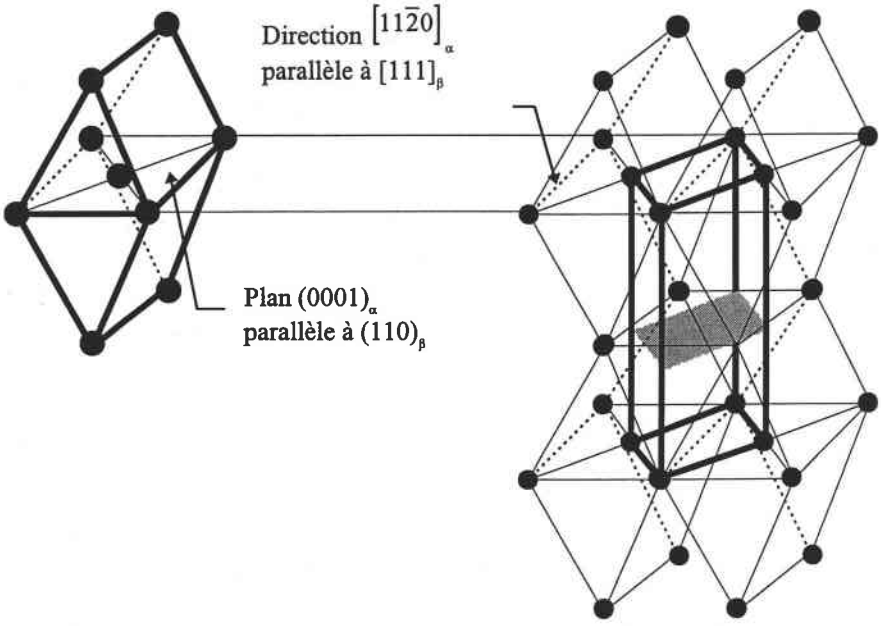


Figure 2-1 : Relation d'orientation hc - cc

2.1.2 Les alliages de titane.

2.1.2.1 Les éléments d'alliage.

On distingue deux catégories d'éléments d'alliages selon qu'ils stabilisent la phase α ou la phase β. Les éléments alphagènes (Al par exemple) se substituent aux atomes de titane dans la maille hexagonale. Ils provoquent un durcissement de solution solide important par rapport au titane pur [Conrad 81]. D'autre part, pour des teneurs supérieures à 10%, ils peuvent former des composés définis comme le Ti_3Al.

Les éléments bétagènes stabilisent la phase β soit par solution solide (ce sont les éléments betaisomorphes comme Mo, V, Ta...) soit en donnant naissance à des composés eutectoïdes (les éléments betaeutectoïdes comme Fe, Cr, Mn, Si...) [Mc Quillian 63]. Enfin, les éléments Sn et Zr sont plutôt indifférents.

L'hydrogène, quant à lui, tient une place à part. A l'inverse des autres éléments il est aussi facile à additionner qu'à enlever. S'il a un effet bénéfique sur la déformation à chaud dans les alliages de titane où son addition produit une augmentation significative de la ductilité et une diminution de la résistance [Senkov 92], il les fragilise par contre en déformation à froid. Ce phénomène est toujours imputé à une phase hydrure [Williams 62].

2.1.2.2 Les classes d'alliages.

Les alliages de titane sont divisés en trois catégories α, α+β et β selon la nature des phases présentes à température ambiante.

Les alliages α présentent une bonne tenue au fluage et sont utilisés dans des applications à haute température (par exemple TA5E). Les alliages α+β sont les plus répandus dans le domaine aéronautique. Ils présentent une meilleure réponse aux traitements thermiques c'est-à-dire que la microstructure est facilement modifiée par traitement thermique. Ils possèdent également de meilleures propriétés mécaniques en traction. Leur domaine d'utilisation s'étend de la température ambiante à 450°C (ex TA6V). Les alliages β présentent une faible densité et une résistance mécanique très élevée mais une faible ductilité (ex β-Cez).

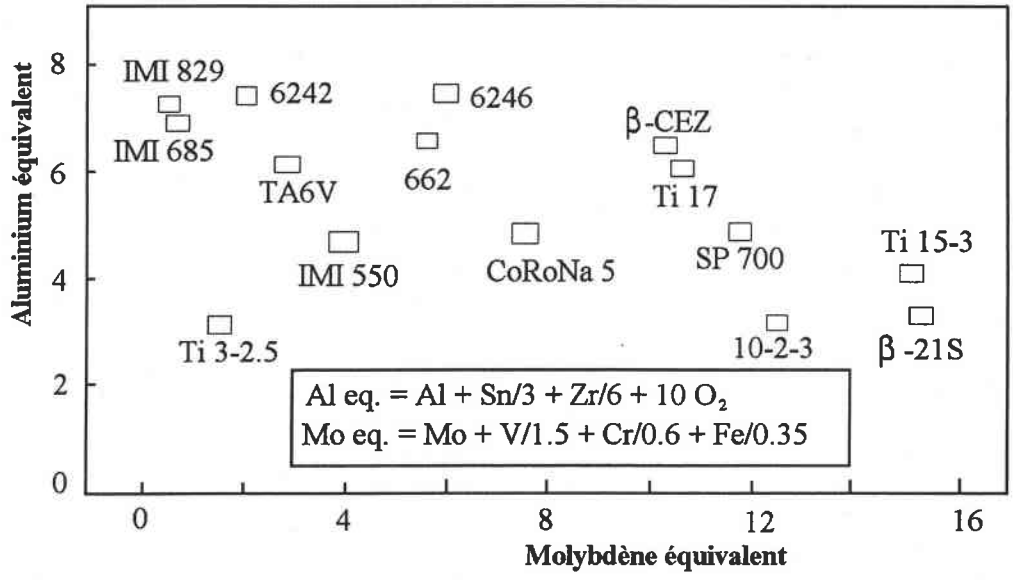


Figure 2-1 : Les alliages de titane.

On peut placer chaque classe d'alliage sur le diagramme présentant la composition en éléments alphagènes ($Al_{équ}$) et la composition en éléments bétagènes ($Mo_{équ}$) (Figure 2-1). Les alliages α ont une valeur $Al_{équ}$ élevée, les alliages β se situent dans le domaine des grands $Mo_{équ}$ et les alliages (α+β) sont intermédiaires.

2.1.2.3 Impuretés interstitielles.

2.1.2.3.1 Distorsion du réseau.

Quand on compare la taille des atomes d'impuretés et la taille des sites interstitiels (Tableau 1 et Tableau 2) ; il est clair que le carbone, l'oxygène et l'azote sont les éléments alphagènes qui occupent les sites octaédriques de la phase hexagonale. L'hydrogène est un élément bétagène qui occupe les sites tétraédriques [Conrad 81].

	sites octaédriques	sites tétraédriques
α	0,61 Å	0,33 Å
β	0,25 Å	0,48 Å

Tableau 1 : Rayons des sites interstitiels dans les mailles cubique et hexagonale

atome	Rayon atomique (Å)	distorsion volumique ($Å^3$ / % at.)	Maximum de solubilité (% atom.)
C	0,77	0,49	2
N	0,71	0,18	19
O	0,60	0,13	30
H	0,46	-	8

Tableau 2 : rayons des impuretés et distorsion volumique de la maille hc

D'autre part, l'insertion d'impuretés interstitielles dans les sites octaédriques distord le réseau (Tableau 2) et entraîne une augmentation des paramètres de maille. Cette distorsion est très importante et anisotrope (plus importante selon l'axe <c>). On peut schématiser ce comportement sur la courbe suivante en appliquant les lois de variation linéaire établies par Conrad (Figure 2-1) [Conrad 81].

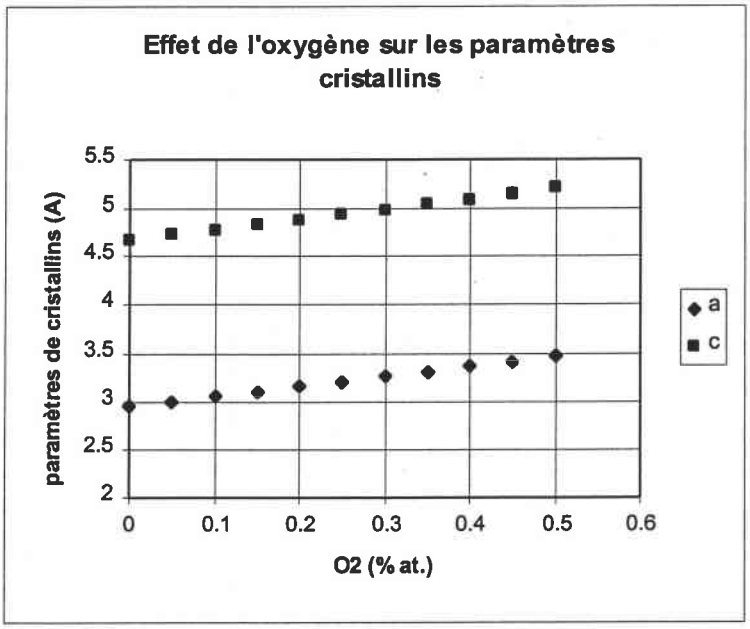


Figure 2-1 : Evolution des paramètres de maille de la phase hexagonale en fonction de la concentration en impuretés interstitielles

2.1.2.3.2 Mise en ordre de l'oxygène dans le Ti-α

En plus de la distorsion de réseau, la mise en ordre des atomes d'oxygène peut jouer un rôle sur le durcissement du matériau. Hirabayashi a étudié la transformation ordre - désordre du système Ti - O. Il a montré qu'à partir de concentrations d'environ 10%, les atomes occupent un site sur deux dans les plans parallèles au plan (0001) et s'organisent suivant une direction préférentielle du type $\langle 11\bar{2}3 \rangle$. Pour des concentrations inférieures (de l'ordre de 1% atomique) Moskalenko et Putsova ont émis l'hypothèse de la formation de paires d'atomes [Moskalenko 74].

2.1.2.4 Transformations de phase et phases intermédiaires dans les alliages de titane.

En plus de la transformation allotropique α→β, les alliages de titane subissent des transformations de phases intermédiaires. Des précipitations peuvent également être observées aussi bien dans la phase α que dans la phase β.

2.1.2.4.1 Transformation martensitique.

Au cours d'une trempe rapide, deux types de martensite peuvent se former à partir de la phase β: la phase α' de structure hexagonale compacte et la phase α'' orthorhombique [Mc Quillian 63]. Ces phases présentent la morphologie typique d'une transformation martensitique: une structure composée de fines aiguilles organisées en colonies de même orientation cristallographique correspondant aux variants de la relation d'orientation [Bowen 88].

La martensite hexagonale α' se forme suivant le mécanisme de Burgers et présente des paramètres de maille très proches de la phase α [Campagnac 88]. Imam *et al* ont mesuré par diffraction en microscopie électronique en transmission (MET) les paramètres de mailles suivants sur une nuance de TA6V trempé: a_α = 2,95 Å, c_α= 4,75 Å et $a_{\alpha'}$= 2,931 Å, $c_{\alpha'}$= 4,70 Å (du fait de la mauvaise précision des mesures en MET, ces valeurs ne sont qu'indicatives). La cinétique de transformation étant très rapide, les éléments bétagènes diffusent peu. La composition de cette phase est très proche de la phase β.

La deuxième martensite α'' présente une structure orthorhombique intermédiaire entre les structures cc et hc. Elle n'est observée que dans les alliages fortement alliés (typiquement pour des teneurs en Mo > 4%) [Singh 93].

2.1.2.4.2 Transformation β→α.

La phase α se forme en dessous du transus β soit lors d'un maintien en température, soit pendant un refroidissement lent (trempe à l'air ou refroidissement au four). Dans ce dernier cas, la phase α germe à partir des joints suivants les plans $\{110\}_\beta$ et forme une structure de plaquettes appelée structure de Widmanstätten (Figure 2-1) [Donachie 88].

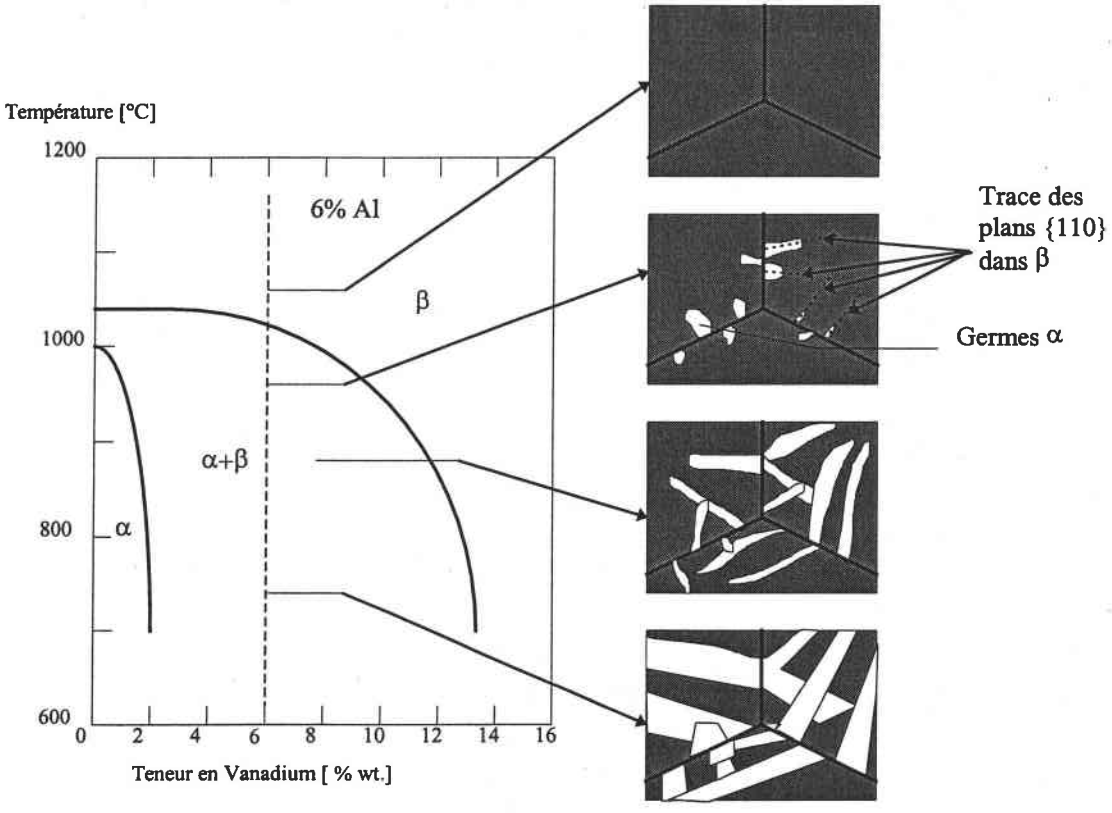


Figure 2-1 : Structure de Widmanstätten

Selon les traitements thermomécaniques, la morphologie de la phase α sera soit équiaxe soit aciculaire.

La structure équiaxe est obtenue après un corroyage dans le domaine α ou α+β qui fractionne les aiguilles de Widmanstätten. Un maintien à une température dans le domaine α+β produit alors une

structure mixte comportant des grains équiaxes et aciculaires. Cette structure sera automatiquement effacée lors d'un passage dans le domaine β [Donachie 88]. Un forgeage dans le domaine β produit une structure purement aciculaire.

Par la suite, on appellera α primaire les grains issus du forgeage qui ne peuvent disparaître que par un passage au-dessus du β transus. Les grains α secondaires sont les lamelles issues des traitements thermiques qui peuvent disparaître lors d'une remontée en température.

2.1.2.4.3 Phase β résiduelle.

La phase β est d'autant plus stable qu'elle est riche en éléments bétagènes. Ainsi, selon le type d'alliage, elle se retrouvera soit sous la forme de β transformée (c'est-à-dire d'aiguilles de martensite α'), soit sous la forme de β métastable susceptible de se transformer lors d'un revenu ou lors d'une contrainte extérieure permettant d'activer une transformation martensitique (β -> α" ou β -> α' par exemple). La phase β n'est stable qu'à partir de teneurs en éléments bétagènes de l'ordre de 17% en Mo_{equ}.

2.1.2.4.4 Phase ω.

Cette phase de structure hc se forme à partir de la phase β soit de manière athermique lors d'un refroidissement rapide soit de manière thermique pendant un revenu [Mc Quillian 63]. Elle est plus communément observée dans les alliages β [Williams 73]. De façon générale, cette phase durcissante se présente sous la forme de disques de petits diamètres (d'environ 10 nm). Elle est facilement identifiable par la présence de traînées sur les clichés de diffraction de la phase β.

La phase athermique se forme de manière martensitique mais ne suit pas les relations de Burgers. La formation de la phase ω thermique est contrôlée par la diffusion et suit les relations d'orientation suivantes:

$$(0001)_\omega \Rightarrow (011)_\beta \; et \langle 11\bar{2}0\rangle_\omega \Rightarrow \langle 1\bar{1}1\rangle_\beta .$$

2.1.2.4.5 Précipitation de la phase α_2 (Ti_3Al)

La phase α_2 (Ti_3Al) peut précipiter dans la phase α à partir d'une teneur en aluminium supérieure à 7 voire 8% en poids. Cette phase ordonnée de structure DO_{19} résulte de la mise en ordre de l'aluminium. Elle est fortement durcissante et fragilisante.

2.1.3 L'alliage TA6V.

Cet alliage est composé en poids de 90% de titane, 6% d'aluminium et 4% de vanadium (les tolérances sont de l'ordre de ±0,5%). Etant élaboré de façon industrielle, il contient toujours un certain nombre d'éléments mineurs :

- Les impuretés interstitielles.
- On s'efforcera de maintenir la somme des trois principales que sont l'oxygène, le carbone et l'azote inférieure à 0,25% en respectant :

  50 ppm < N < 200 ppm, 200 ppm < C < 500 ppm et O < 2000 ppm.

- Les impuretés en solution solide de substitution comme Fe et Si qui sont peu solubles dans la phase α. La teneur maximum tolérée est de 0,3%.

2.1.3.1 Transformations de phases dans le TA6V.

2.1.3.1.1 Influence des traitements thermiques.

Selon les vitesses de refroidissement et les températures de recuit (Figure 2-1), la diffusion des éléments d'alliage de β vers α sera facilitée ou non. Alors que la phase α est peu sensible aux traitements thermiques, la teneur en vanadium et les paramètres de maille β varient énormément.

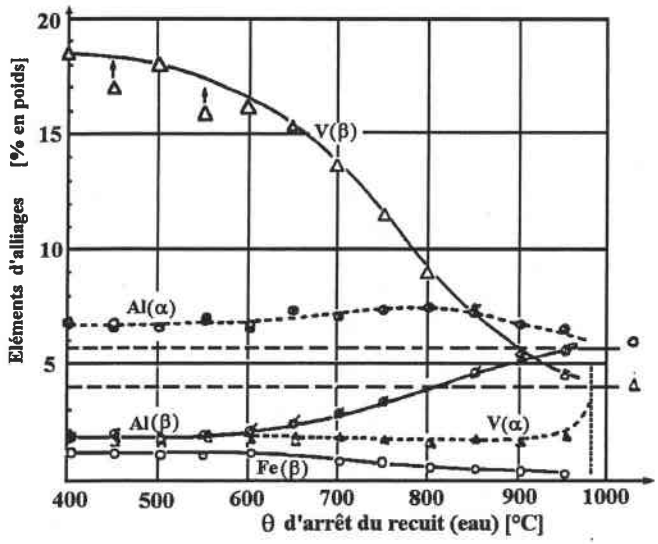


Figure 2-1 : Teneurs en Al et V des phases α et β selon la température de recuit.

2.1.3.1.2 Diagramme TTT.

Castro et Seraphin ont tracé le diagramme TTT du TA6V (Figure 2-1) [Castro 66]. Du fait des éléments d'alliage, la température de transus β du TA6V est supérieure à celle du titane pur (980°C au lieu de 882,5°C). De même, la température de début de transformation martensitique est diminuée par le Vanadium (Ms = 625°C).

L'alliage TA6V peut présenter la phase β à l'état métastable à température ambiante. Selon la vitesse de refroidissement et les températures de recuit, la morphologie de la phase β sera :

- Une structure aiguillée de martensite α'. Cette phase de même structure cristallographique que α a une composition chimique proche de β. Elle est donc métastable.
- Des grains de phase β métastable (à partir de 725°C quand la concentration en vanadium est suffisante).
- des grains de phase β renforcée par une précipitation secondaire de phase α vers 450°C

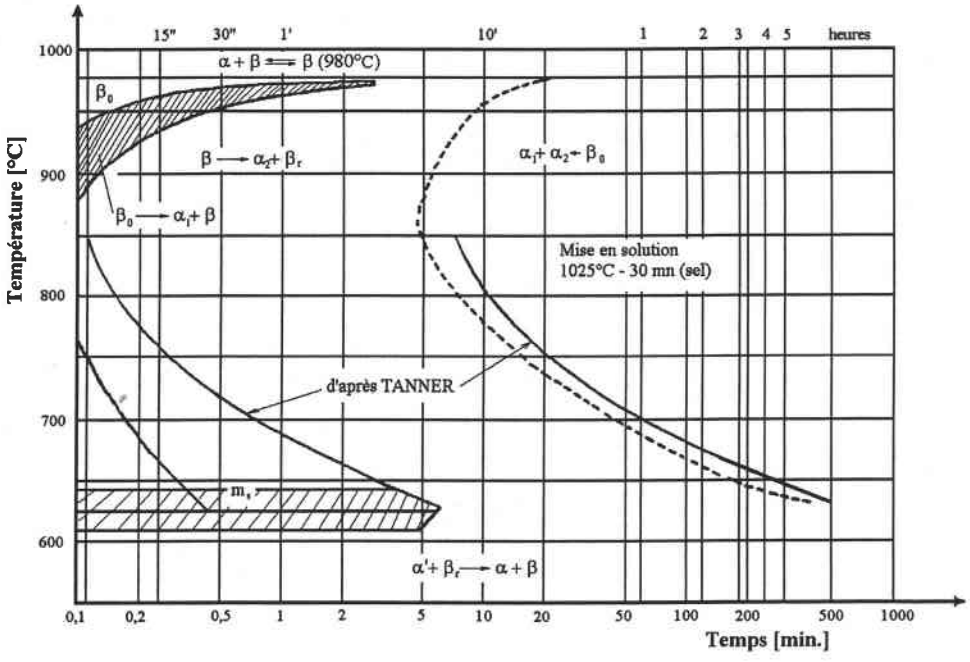


Figure 2-1 : Diagramme TTT du TA6V après mise en solution à 1025°C – 30 min.

2.1.3.1.3 Précipitation

Ti_3Al

La phase α de TA6V contient environ 7% d'aluminium en poids c'est-à-dire 11% atomique. La mise en ordre de l'aluminium est donc possible [Campagnac 88]. Castro et Séraphin ont observé la formation transitoire d'une précipitation durcissante α_2 lors de recuits entre 850°C et 750°C [Castro 66]. Si le temps de maintien est long, cette phase se redissout pour former α. Fopiano et Bever ont observé la précipitation de Ti_3Al lors d'un traitement de revenu à 500°C pour des temps de maintien importants (supérieurs à 24 heures) [Fopiano 69]. La cinétique de précipitation de la phase α_2 est donc d'autant plus rapide que la température est élevée.

Phase ω

Loubradou observe la précipitation de phase ω pendant des revenus à des températures comprises entre 310°C et 410°C [Loubradou 79]. La phase β se décompose suivant la réaction : $\beta \rightarrow \beta+\alpha+\omega \rightarrow \alpha+\beta$. La cinétique de cette décomposition est d'autant plus rapide que les températures de revenu et de trempe sont élevées. Par exemple sur des échantillons trempés depuis 800°C puis revenus, on observe une précipitation de phase ω pour des revenus à 360°C pendant 1 h Lors de revenus plus longs (à partir de 2h30), la phase ω est dissoute.

2.1.3.1.4 Mécanismes de durcissement

Contrairement aux aciers, la transformation martensitique n'entraîne pas de durcissement. Fopiano et Bever constatent que le durcissement est dû à la décomposition vers 500°C de la martensite en phase α+β (Figure 2-1) [Fopiano 69]. Le deuxième pic de durcissement est dû à la précipitation de phase α_2.

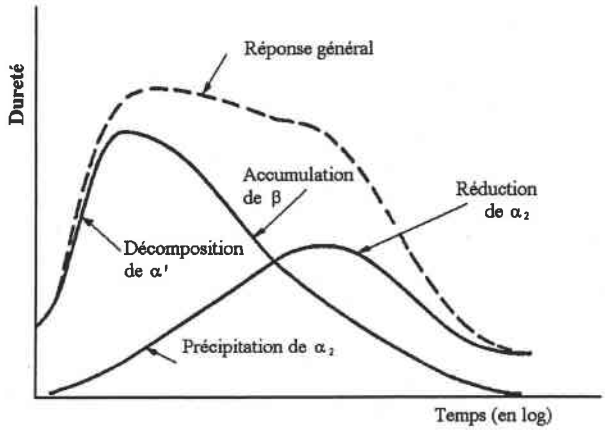


Figure 2-1 : Durcissement pendant un revenu à 500°C

En résumé, le durcissement de la phase α_2 est peu observé. Par contre, les traitements de revenu permettent de stabiliser les phases métastables (β, α') ce qui entraîne un durcissement important. Une fine précipitation α secondaire intervient très souvent dans la phase β qui englobe la phase α primaire ce qui permet de durcir l'alliage [Lasalmonie 79].

2.1.3.2 Traitements thermomécaniques classiques du TA6V

Selon le domaine de forgeage (β ou $\alpha+\beta$), la phase α sera aciculaire ou équiaxe. Le premier stade des traitements classiques vise l'obtention de phase α équiaxe par un corroyage dans le domaine $\alpha+\beta$.

Ensuite, une mise en solution dans le domaine $\alpha+\beta$ refroidie à l'eau ou lentement à l'air permet d'obtenir une structure mixte équiaxe (grains α primaires) et aciculaire (grains α secondaires formés lors du refroidissement). La proportion de phase α primaire (présente avant le refroidissement) peut varier entre 10 et 50% selon la température de maintien dans le domaine $\alpha+\beta$. La vitesse de refroidissement influence la structure secondaire: pour des refroidissements lents, des lamelles de phase α secondaire germent à partir des ex-joints β. Lors de la trempe, on observe l'apparition d'une structure martensitique α' aiguillée.

Enfin, un revenu peut compléter ces traitements thermomécaniques pour durcir l'alliage. Les phases métastables sont stabilisées par la diffusion des éléments bétagènes et alphagènes respectivement vers β et α. Des précipitations durcissantes sont également observées: la phase α_2 apparaît rapidement lors des revenus courts (1 heure) vers 350°C. La précipitation la plus couramment observée est la précipitation secondaire de phase α dans la phase β pendant un refroidissement.

2.1.4 La texture dans les alliages de titane

Pour expliquer les propriétés mécaniques des alliages de titane, en particulier ceux ayant un fort pourcentage de phase α, il faut tenir compte de leur composition chimique, de leur microstructure, de leur histoire thermomécanique mais aussi de leur texture (c'est-à-dire l'orientation cristallographique préférentielle). La mise en évidence de la texture et de son importance dans l'amélioration des propriétés mécaniques des alliages de titane a été présentée par Bowen (1977) et Larson et Zarkades (1978). Malheureusement il est souvent difficile de séparer la contribution de la microstructure et de la texture [Bowen 77], ce qui limite leurs utilisations comme outils pour optimiser les propriétés mécaniques de l'alliage en vue d'une application pratique.

Le tenseur de déformation associé aux différents types de processus a un effet important sur la texture cristallographique dans ce type d'alliage. Evidemment les autres conditions de déformation

(température, taux et vitesse de déformation), la composition chimique, et la microstructure doivent aussi être observées minutieusement.

2.1.4.1 Généralités

Historiquement le problème de l'analyse des textures consistant à déterminer à partir de fonctions bidimensionnelles (les fonctions densité de pôles) une fonction tridimensionnelle, la fonction de texture aussi appelée fonction de distribution des orientations (F.D.O. ou O.D.F. pour l'abréviation anglaise), a été résolue en 1965 par Bunge, et par Roe de manière tout à fait indépendante, en utilisant des développements en série sur des bases de fonctions harmoniques, simples ou généralisées.

Soient x_i et x_i^C deux repères orthonormés directs supposés liés à l'échantillon et à une cristallite respectivement. Nous admettons que ces deux repères ont la même origine. En effet, l'analyse des textures cristallographiques ne prend en considération que l'orientation d'une cristallite et non pas sa position par rapport au repère d'échantillon. Une orientation g sera définie comme un triplet d'angles (φ_1, ϕ, φ_2), les angles d'Euler par exemple, qui permettent d'amener le repère x_i en coïncidence avec x_i^C.

Il y a différentes façons de repérer le cristal (voir Tableau 3), la plus courante est celle donnée par Bunge [Bunge 82]. Ils existent d'autres paramètres qui permettent de définir une rotation dans l'espace.

Rot. N°	Axe	Roe	Bunge
1	x_3^C	ψ	$\varphi 1$
2	x_1^C x_2^C	θ	ϕ
3	x_3^C	ϕ	$\varphi 2$

Tableau 3 : Rotation et appellation des angles d'Euler (Bunge et Roe).

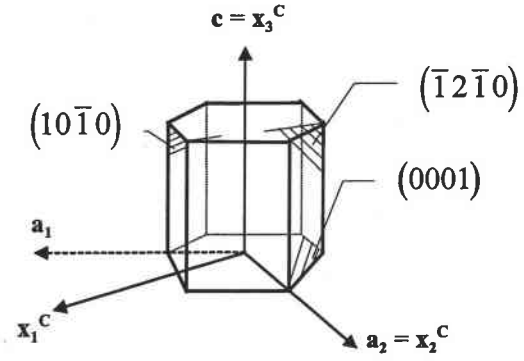


Figure 2-1 Les références pour définir les angles d'Euler dans un cristal hexagonal

C'est-à-dire, initialement les directions normales aux plans $(10\bar{1}0)$,$(\bar{1}2\bar{1}0)$ et (0001), ou x_1^C, x_2^C, x_3^C coïncident respectivement avec les directions x_1 (notée aussi Direction de Laminage ou DL), x_2 (notée Direction Transverse ou DT) et x_3 (notée Direction Normale ou DN).

Nous utiliserons aussi la notation classique en métallurgie (hkil)[uvtw] où (hkil) sont les indices du plan cristallin dont la normale est parallèle à la Direction Normale (DN) et (uvtw) les indices de la direction cristalline parallèle à la Direction de Laminage (DL).

Dans ce paragraphe, notre attention se portera sur les textures développées durant le processus de laminage et les traitements postérieurs possibles.

En fonction de la température, il y a trois types de textures développées dans les alliages α et $\alpha+\beta$:

- Aux températures inférieures à la température de recristallisation de la phase α, de fortes textures de déformations sont observées.
- Aux températures de laminage supérieures aux transus β, les textures de transformation sont dominantes.
- Si la déformation se fait à une température intermédiaire (entre le transus β et la température de recristallisation α) les textures développées sont fortes mais une faible proportion est induite par la recristallisation partielle [Inagaki 1990].

Les métaux hexagonaux et leurs alliages présentent des textures très marquées et comme les propriétés mécaniques des monocristaux sont intrinsèquement anisotropes, ils en résultent des propriétés mécaniques macroscopiques très anisotropes.

Les premières analyses de texture sur des métaux hc ont été faite par Wasserman et Grewen, Dillamore et Robert et Bunge. Ces études ont permis de mettre en évidence l'influence du rapport c/a sur les textures dans les métaux hc. Soumis à un laminage à froid, les textures se divisent en trois groupes fonction du rapport c/a des métaux hc.

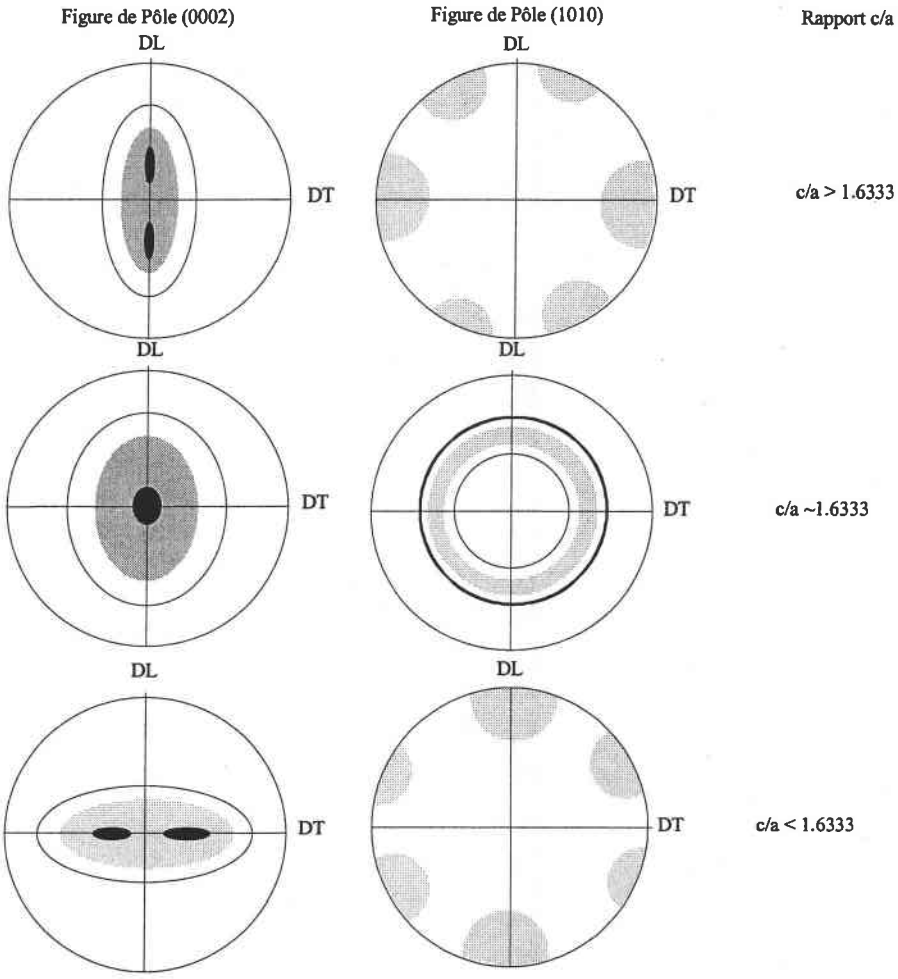


Figure 2-2 : Schéma des différentes textures de laminage pour les métaux hc en fonction du rapport c/a

Pour les métaux ou alliages avec un rapport c/a > 1,633, comme le Zn ou le Cd, la direction normale au pôle basal est inclinée de ± 15° à ±25° par rapport à la direction normale dans la direction de laminage.

Pour les métaux et alliages avec c/a ≈ 1,633, tels que le Mg ou le Co, le pôle basal se concentre dans la direction normale avec une symétrie axiale.

Pour les métaux ou alliages avec un rapport c/a < 1,633, comme le Ti ou le Zr, la direction normale au pôle basal est inclinée de ± 15° à ±25° par rapport à la direction normale dans la direction de transverse.

Dans notre approche nous allons d'abord distinguer deux classes :

- les alliages monophasés (α ou β),
- les alliages biphasés (α+β).

Puis nous ferons une classification suivant les traitements thermomécaniques subis.

2.1.4.2 Alliages α

2.1.4.2.1 laminage inférieure à la recristallisation α

Les premiers travaux expérimentaux sur différentes puretés de titane, et sur un alliage stabilisé en α, ont permis d'établir l'effet de la composition sur la texture résultante après un laminage à froid et un recuit.

Deux types de textures se présentent dans le cas du titane pur qui dépendent de la concentration en oxygène de l'alliage. Dans les deux cas, le pôle basal apparaît être tourné de DN vers DT. Si l'angle est supérieur à 35°, la texture obtenue est associée à une teneur en oxygène faible O_2 (< 2500 ppm) avec la direction $[10\bar{1}0]$ parallèle à la direction de laminage DL. Si au contraire, la teneur en O_2 est supérieure à 2500 ppm, les mêmes caractéristiques sont observées, l'angle étant inférieur à 35° [Philippe *et al.* 1988].

C'est pour avoir une idée de l'influence du laminage à froid sur le titane que l'on a analysé la texture obtenue du titane avec différentes teneurs en O_2. Dans les deux cas il y a une déformation critique à partir de laquelle une combinaison de maclage et de glissement conduisent à la texture spécifique. La Figure 2-1 illustre, dans le cas d'une concentration de O_2 de 900 ppm avec des taux élevés de déformation, que la texture prédominante est $(\bar{1}2\bar{1}4)[10\bar{1}0]$ avec une déformation critique qui se situe à un taux de réduction d'environ 50% [Inoue et Inakazu 1988]. Dans le cas du titane avec ~2500 ppm de O_2 (déformation critique de l'ordre de 60%), la texture obtenue, pour des déformations élevées, est du type $(\bar{2}115)[0\bar{1}10]$ [Davies et al. 1978, Naka *et al.* 1978].

Dans les deux cas, la texture de recristallisation obtenue (avec un taux de réduction préalable élevée et une température de recuit supérieure à 450°C) a été expliquée par un processus de nucléation et de croissance orientée. Pour une teneur faible en O_2 (900 ppm), nous avons une texture de recristallisation $(02\bar{2}5)[2\bar{1}\bar{1}0]$ qui s'intensifie au fur et à mesure que le taux de réduction et la température de recuit augmentent (Figure 2-1).

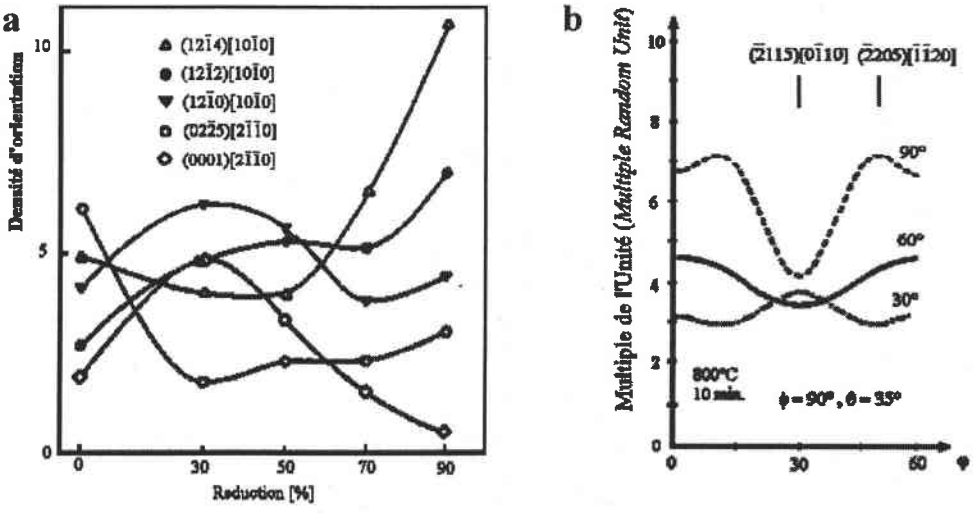


Figure 2-1 a) influence du taux de réduction sur l'intensité des orientations principales (O_2 = 900 ppm) pour le laminage à froid b) Influence du taux de réduction et de la température de recuit en fonction de l'intensité de l'orientation $(\bar{2}115)[0\bar{1}10]$

Une description de l'influence du taux de réduction avec le temps et la température de recuit pour une teneur de O_2 de 2500 ppm est donnée par Naka *et al.* [1978].

Quant au processus de laminage à chaud, avec une déformation raisonnable (~ 100%), et avec une température inférieure à 800°C, les textures obtenues sont du même types que celles obtenues par laminage à froid. Il peut se présenter de la recristallisation partielle. L'orientation préférentielle est $(\bar{2}115)[0\bar{1}10]$ [Inagaki 1990].

L'addition d'aluminium au titane pur réduit le maclage durant le laminage à froid, et induit une augmentation de la texture basale [Thornburg et Piehler 1973]. Un effet similaire se produit durant le laminage à chaud, dans lequel la température de recristallisation augmente avec la teneur en alphagène. Une petite atténuation de la texture du à la recristallisation partielle contribue, durant le laminage à chaud (94%) à 750°C, à ce que la texture basale diminue avec la teneur en aluminium équivalent (Figure 2-2).

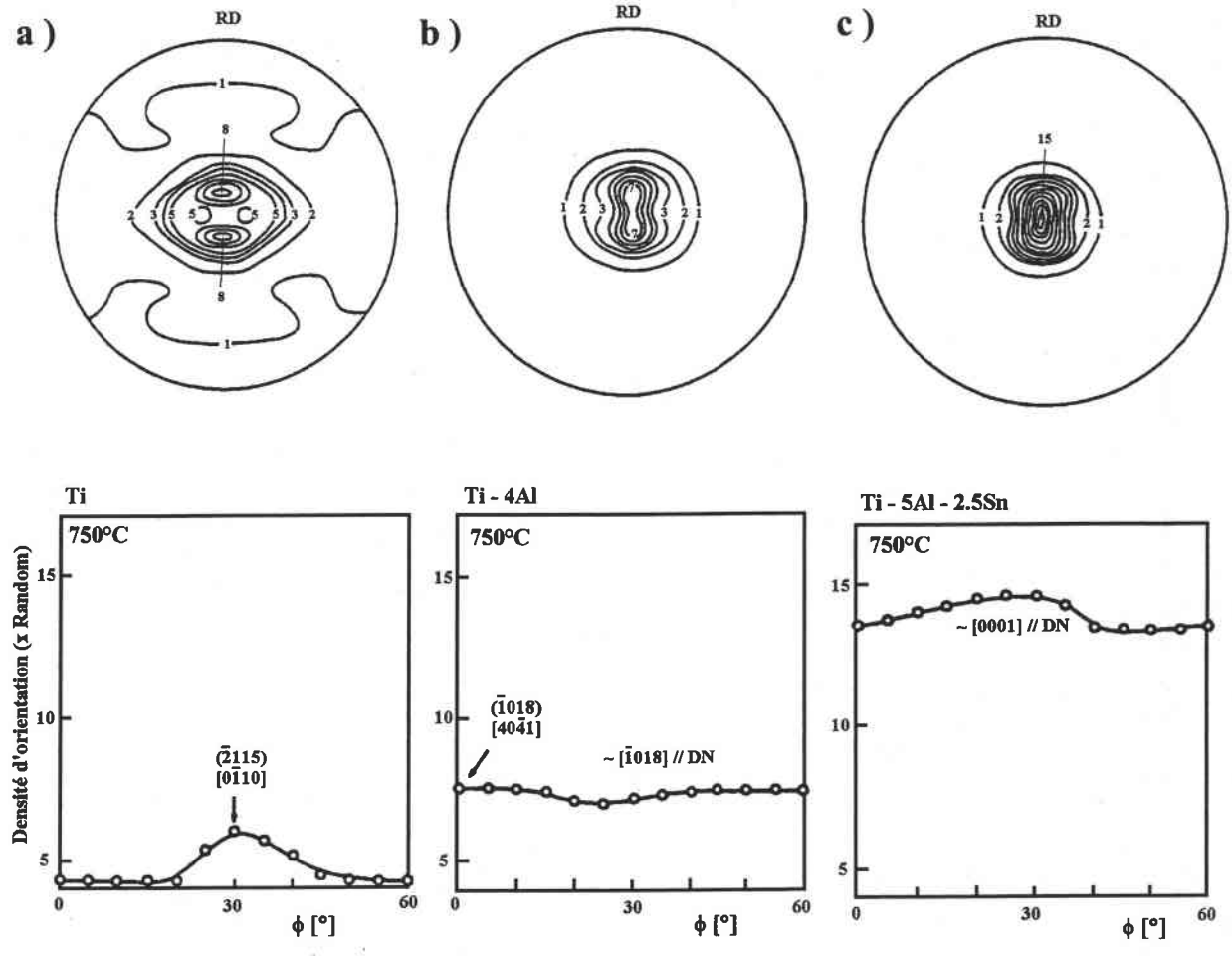


Figure 2-2 : Figures de Pôles (0002) avec le maximum de densité d'orientation pour les sections ϕ de l'espace FDO ($\psi\theta\phi$). a) Titane (530 ppm) b) Ti-4Al c) Ti-5Al-2.5Sn. Laminage à chaud à 750°C, réduction de 94% et refroidi à l'air

2.1.4.2.2 laminage entre la température du transus β et la recristallisation de α

Le titane pur laminé à chaud (entre 800 et 850°C, avec une réduction ~100%) avec un refroidissement à l'air développe une texture intense du type $(\bar{2}118)[8\bar{4}\bar{4}3]$ et $(\bar{2}110)[0\bar{1}10]$. Durant le processus et aussi durant le refroidissement on a pu détecter de la recristallisation et la croissance de grains α. Cette croissance de grains corrèle bien le développement d'orientations préférentielles.

2.1.4.2.3 laminage avec une température supérieure au transus β

De fortes textures de transformations résultent du laminage du titane pur aux températures supérieures à 880°C. En utilisant les relations d'orientation, on peut expliquer l'orientation principale $(\bar{2}110)[0\bar{1}10]$ qui tient son origine à la texture de déformation de la phase β $(100)[011]$. Cette texture de transformation sera encore plus forte si le refroidissement se réalise de façon plus sévère.

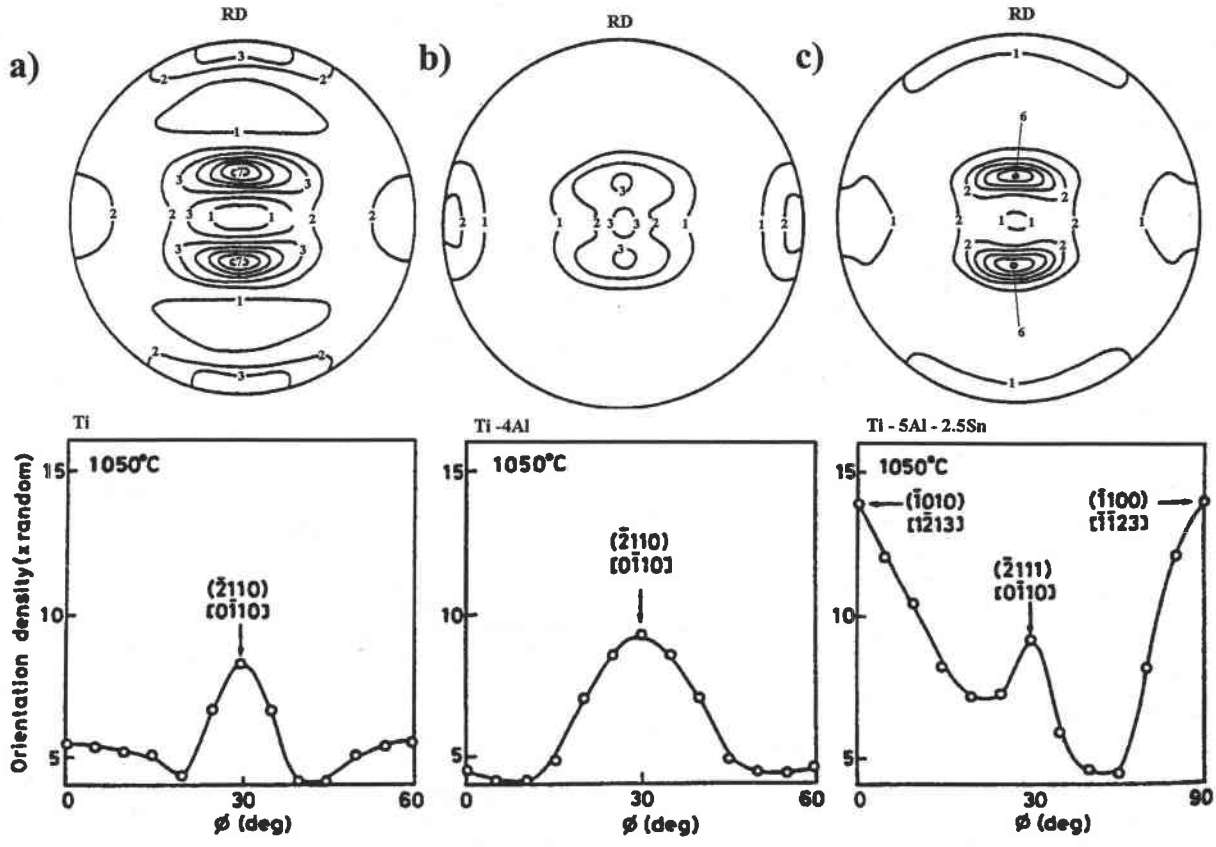


Figure 2-1 : Figures de Pôles (0002) et maximum de densité d'orientation pour les sections ϕ de l'espace FDO ($\psi\theta\phi$). a) Titane (530 ppm) b) Ti-4Al c) Ti-5Al-2.5Sn. Laminage à chaud à 1050°C, réduction de 94% et refroidi à l'air

Une comparaison entre le titane pur et l'alliage (Ti-4Al et Ti-5Al-2.5Sn) permet d'observer comment l'orientation $(\bar{2}110)[0\bar{1}10]$ est toujours forte, bien que dans le cas du Ti-5Al-2.5Sn, les orientations $(\bar{1}010)[1\bar{2}13]$ et $(\bar{1}100)[\bar{1}123]$ soient les principales(Figure 2-1). Les intensités du dernier alliage sont plus accentuées. Les textures de transformation sont inhérentes aux textures de laminages de la phase β.

2.1.4.3 Alliages α+β

2.1.4.3.1 laminage unidirectionnel à une température inférieure à la température de recristallisation

Si on compare la texture des alliages α avec celle obtenue, dans des conditions similaires c'est-à-dire pour un laminage à chaud dans cette gamme de température, dans les alliages α+β on peut mettre en évidence une différence claire : les α+β présentent une intensité plus forte (voir Figure 2-1). Pour un matériau biphasé la forme et les phases constitutives ont une forte influence.

En effet la modification des textures de la phase α est principalement liée au développement à chaud de la texture de la phase β du fait de la déformation et de la statistique d'apparition des variantes cristallographiques dans la transformation de phase β→α. C'est du essentiellement à la transformation de β→α suivant la relation de Burgers: $\{110\}_\beta \Rightarrow (0001)_\alpha \; et \langle 111\rangle_\beta \Rightarrow \langle 11\bar{2}0\rangle_\alpha$

Ainsi, une orientation β donne lors du refroidissement au maximum 12 orientations possibles α, appelées variantes cristallographiques, complètement définies par la relation d'orientation. [Bowen et Clark, 1984, Lütjering et Wagner, 1988].

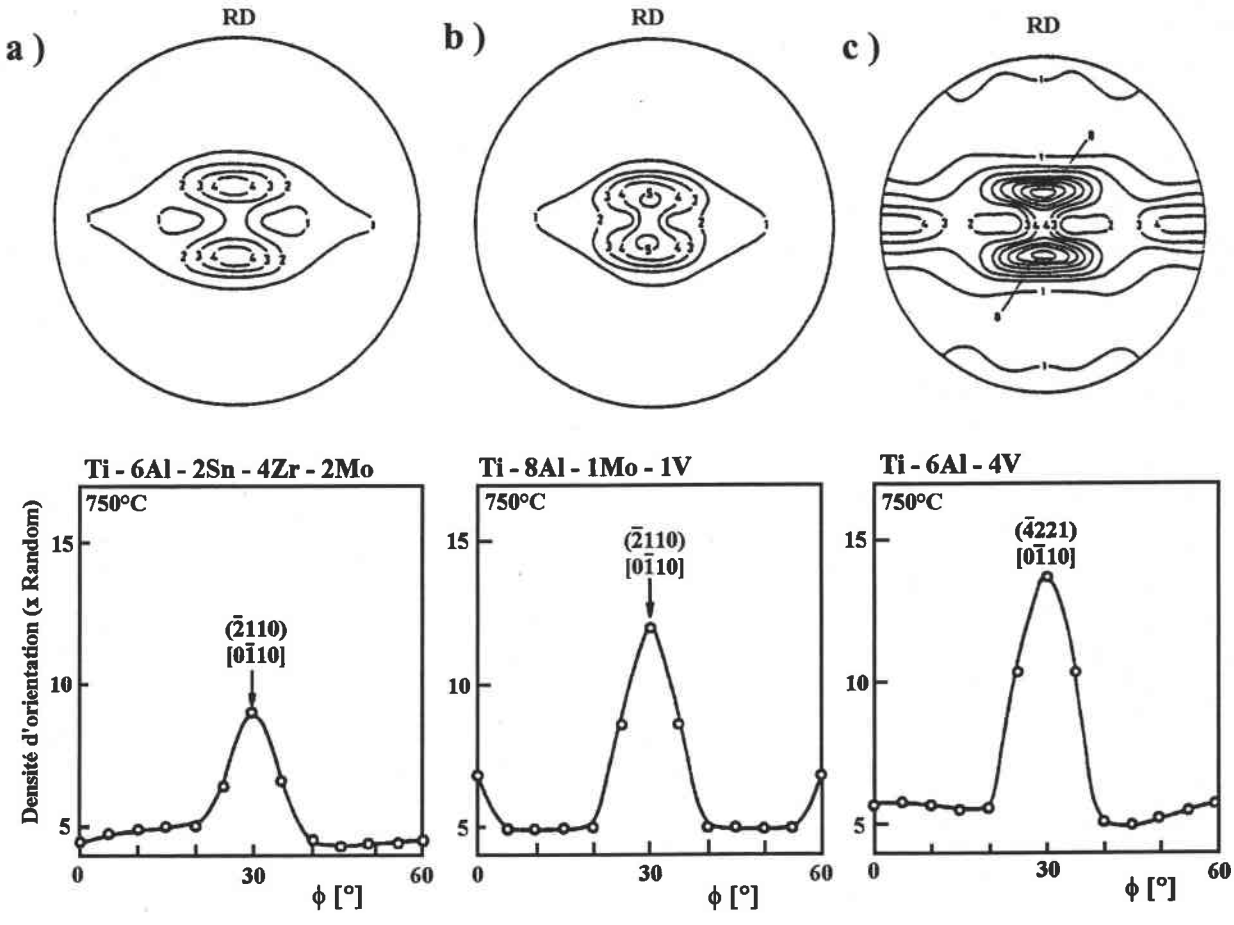


Figure 2-1 : Figures de Pôles (0002) avec le maximum de densité d'orientation pour les sections ϕ de l'espace FDO ($\psi\theta\phi$). a)) Ti-6Al- 2Sn-4Zr-2Mo b) Ti-8Al-1Mo-1V c) Ti-6Al-4V. Laminage à chaud à 750°C, réduction de 94% et refroidi à l'air

Les différentes orientations des grains α d'une même colonie, comme dans les structures lamellaires, proviennent tous de la même orientation β

2.1.4.3.2 laminage entre la température du transus β et la recristallisation de α

Les textures observées dans cette gamme de température présentent une combinaison de texture de laminage et de recristallisation de la phase α et de textures de transformation produites de la texture de laminage de la phase β (voir Figure 2-1).

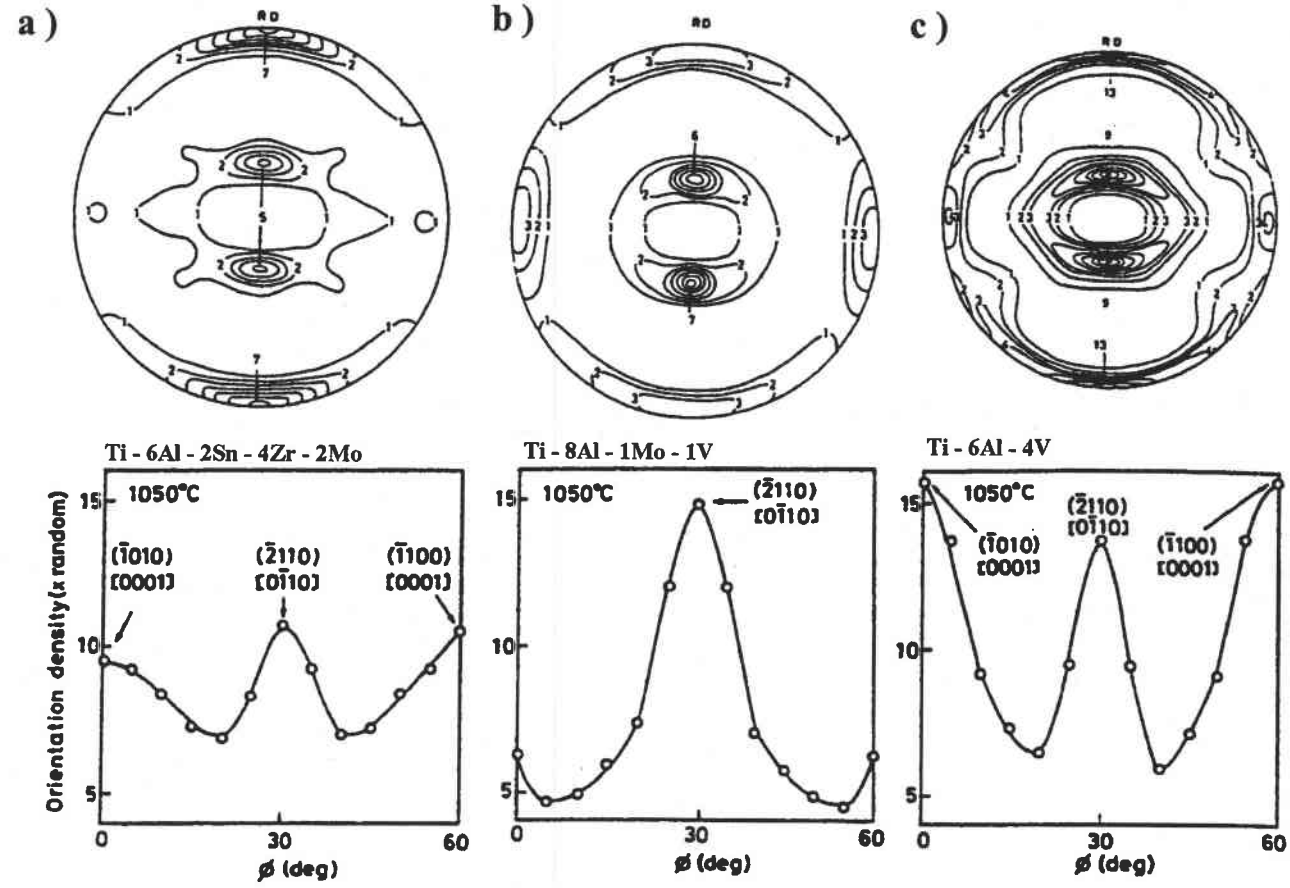


Figure 2-1 Figures de Pôles (0002) avec le maximum de densité d'orientation pour les sections ϕ de l'espace FDO ($\psi\theta\phi$). a)) Ti-6Al- 2Sn-4Zr-2Mo b) Ti-8Al-1Mo-1V c) Ti-6Al-4V. Laminage à chaud à 1050°C, réduction de 94% et refroidi à l'air

Les intensités des textures observées dues à l'influence des éléments d'alliages et de la seconde phase comme inhibiteurs de la croissance des grains sont moins fortes. On a détecté que la texture est moins intense si le matériau est plutôt refroidi à l'air que si on le refroidit à l'eau à la fin du processus (contrairement aux alliages α).

Cet effet devient moins prédominant avec l'augmentation de la température de déformation. Cette situation ne peut pas seulement s'expliquer en termes de recristallisation et de croissance de grains.

La contribution de la phase β sur la texture totale est importante dans la mesure où la fraction volumique s'accroît avec l'augmentation de la température de laminage. La texture de laminage, qui se développe dans la phase β, se répercutera sur la texture de transformation inhérente à la phase α [Inagaki, 1990].

2.1.4.3.3 laminage à une température supérieure au transus β

Dans le cas d'un laminage dans le domaine β, la déformation imposée est entièrement accommodée par la phase β. Les mécanismes alors mis en jeu par cette phase sont à l'origine du développement de sa texture. Lors du refroidissement, la majorité de la phase β se transforme en phase α. A température ambiante, la texture de la phase α est entièrement héritée de la texture de la phase β à haute température, du fait de la relation d'orientation observée lors du changement de phase β→α entre le réseau cubique centrée et hexagonal compact. Ainsi, une orientation β donne lors du refroidissement au maximum 12 variantes cristallographiques, complètement définies par la relation d'orientation. Toutefois, l'étude de la transformation des textures de la phase β se complique avec les modifications de l'état métallurgique de la phase β avant transformation. En effet, l'état

métallurgique peut influencer les mécanismes de la transformation de phase et notamment la statistique d'apparition des variantes α. Au moyen de simulations numériques, Gey *et al.* [1997] ont montré que les sites privilégiés pour l'apparition des variantes α sont liés aux systèmes de glissement actifs durant la déformation à chaud de la phase β. Leur modèle permet d'expliquer la formation de la composante principale (axe $\vec{c}$ dans DT) de la texture α après 75% de déformation à 1050°C dans le TA6V.

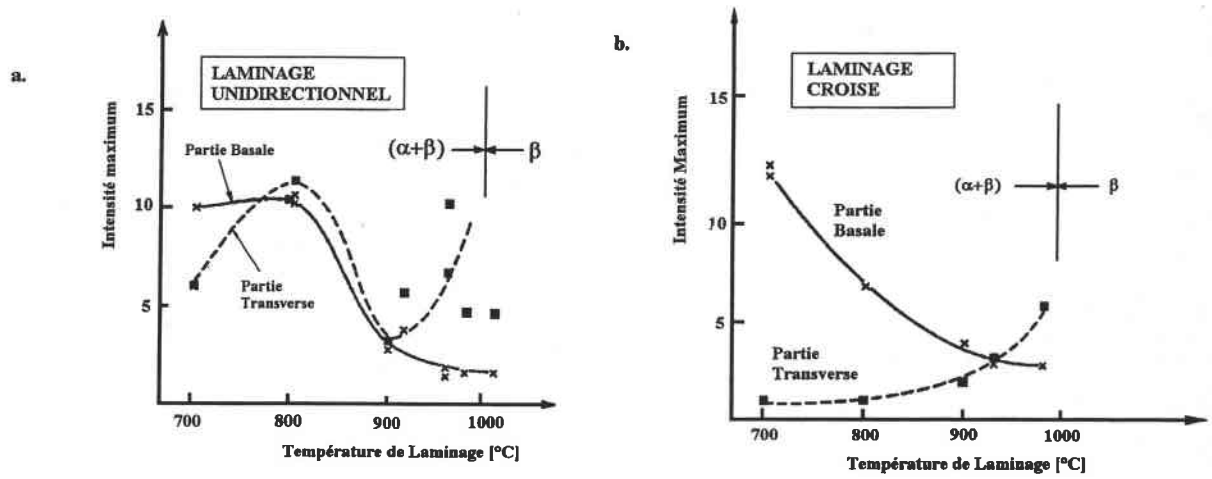


Figure 2-1: Comparaison de l'évolution des composantes transverses et basales de la texture dans le TA6V à différentes températures de laminage. a) laminage unidirectionnel b) laminage croisé

2.1.5 Conclusions

L'alliage TA6V est un alliage (α+β) classique. Il présente une grande diversité de microstructures et de textures suivant le traitement thermomécanique. La phase α de structure hexagonale compacte est la phase stable aux basses températures. Au-dessus de transus β (980°C) la phase stable est la phase cubique centrée β. Cette dernière est stabilisée à température ambiante par le vanadium et le fer. La fraction volumique de phase β peut ainsi atteindre 15%.

La phase α se présente sous forme de grains équiaxes ou de lamelles aciculaires selon la température du forgeage. La proportion volumique de phase équiaxe peut varier de 15 à 50% selon la température d'hypertrempe.

La structure secondaire de phase α est issue du refroidissement. Selon la vitesse elle est constituée de lamelles de phase α ou d'aiguilles de martensite α'. Cette phase martensitique est de structure hexagonale compacte et présente des paramètres de mailles très proches de la phase α. Enfin, les précipitations durcissantes classiques des alliages de titane peuvent apparaître dans l'alliage TA6V. La phase ω, α2 sont obtenues après des revenus (revenus de courte durée vers 350°C pour ω et revenus vers 700°C pour α2 ou plus long (8h) à 500°C) ; Lors de traitements thermomécaniques classiques, le durcissement principal de l'alliage est provoqué par une fine précipitation de la phase α dans les phases métastables (telles que α' ou β) plutôt que par un durcissement de la phase α elle-même.

Des textures intenses ont été obtenues dans les alliages de titane spécialement quand le matériau est déformé dans le domaine biphasé. Ces textures tout à fait différentes peuvent se diviser en trois groupes (voir Figure 2-1). Le type de texture est avant tout déterminé par les divers traitements thermomécaniques subit : par exemple :

- un laminage unidirectionnel en dessous de 900°C donne une texture B/T

- un laminage croisé en dessous de 900°C donne une texture B
- un laminage unidirectionnel au-dessus de 900°C donne une texture T.

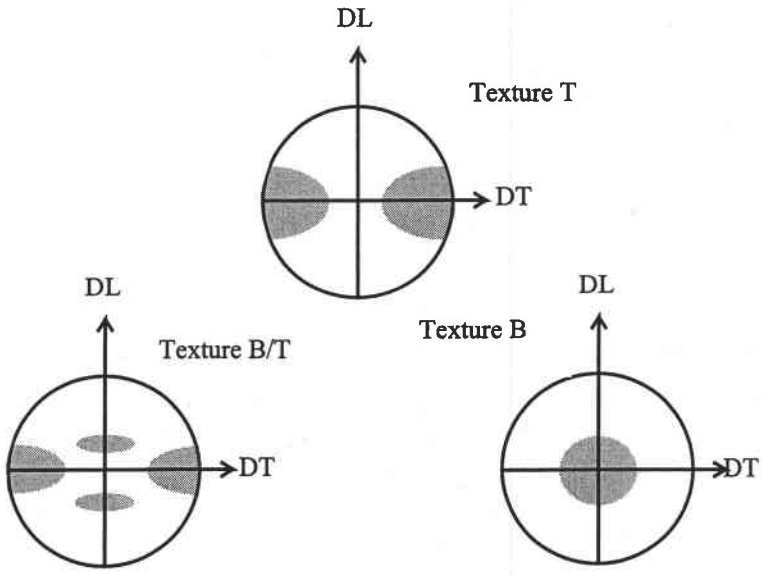


Figure 2-1 :Schéma des figures de pôles (0002) pour les différents types de textures dans les alliages de titane biphasés

2.2 Comportement mécanique microscopique du TA6V

Ce chapitre décrit les modes de déformation de l'alliage TA6V. Cet alliage est constitué de deux phases, l'une majoritaire (la phase α) et l'autre minoritaire (la phase β). Nous focaliserons notre étude bibliographique sur la déformation de la phase majoritaire, la phase α, et de son comportement en température. Après avoir passé en revue les différents systèmes de glissement et de maclage, les différents types de dislocations parfaites et imparfaites, nous nous arrêterons sur les différents critères permettant d'expliquer la facilité relative de glissement de certains systèmes (le prismatique par exemple). Nous en viendrons à parler de la structure de cœur des dislocations, facteur primordial contrôlant la géométrie des dislocations et la dépendance de la limite élastique avec la température et l'orientation. La structure de cœur des dislocations nous permettra d'expliquer certains phénomènes propres au hc (étalement du cœur des dislocations hors de leur plan de glissement, dissociation des dislocations, asymétrie de la dissociation). Cette étude bibliographique servira de support lors de la discussion (§ 4). Du fait des éléments d'alliages, les deux phases subissent un durcissement par solution solide. Des précipitations peuvent également produire un durcissement de l'alliage. Nous nous intéresserons aux différents modèles permettant d'expliquer le plateau athermique de la limite élastique (vieillissement au bleu,…). Nous développerons ensuite, mais de façon succincte, la déformation dans la phase β de titane, en nous appuyant sur celle des métaux à structure cubique centrée en général (modes de déformation, influence des éléments d'alliages et l'accommodation de cette déformation par la phase β).

2.2.1 La Déformation de la phase α et son comportement en température.

La plupart des études en plasticité de l'alliage TA6V ne portent que sur la phase α. Les auteurs considèrent généralement que la déformation de l'alliage est contrôlé par la phase α en raison de son importante fraction volumique [Welsch 77, Welsch 82].

On présente les différents modes de déformation du titane α ainsi que les mécanismes thermiquement activés qui contrôlent le glissement en température.

Un rappel sur les métaux de structure hexagonale compacte (hc) est présenté (systèmes de glissement principal et secondaire, les types de dislocations parfaites et imparfaites). Nous aborderons ensuite la structure de cœur des dislocations, la dissociation des dislocations, les énergies de fautes d'empilement et enfin les mécanismes thermiquement activés.

2.2.1.1 Généralités sur les systèmes de glissement dans les métaux hexagonaux compacts

2.2.1.1.1 Plans de glissement

Les métaux de structure hc se déforment suivant quatre plans :

- le plan de base (0001),
- les plans prismatiques $\{10\bar{1}0\}$,
- les plans pyramidaux de première espèce π_1 $\{10\bar{1}1\}$
- et les plans pyramidaux de deuxième espèce π_2 $\{11\bar{2}2\}$(Figure 2-1) .

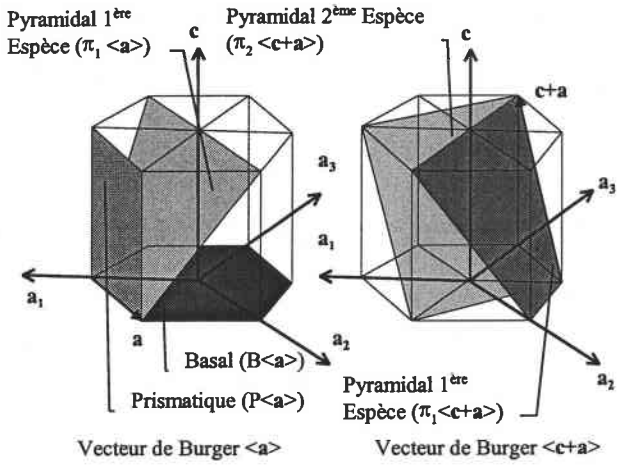


Figure 2-1 : Plans de glissement des métaux de structure hc

2.2.1.1.2 Les dislocations.

2.2.1.1.2.1 Dislocations parfaites dans la structure hc.

Il existe trois types de dislocations parfaites stables dans les métaux hc. Les dislocations $\vec{a}$ (notées <**a**>) de vecteur de Burgers $\vec{b} = \frac{1}{3}[11\bar{2}0]$ (AC sur la Figure 2-1), les dislocations $\vec{c}$ (notées <**c**>) avec $\vec{b} = [0001]$ (AA') et les dislocations $\vec{c} + \vec{a}$ (notées <**c+a**>) avec $\vec{b} = \frac{1}{3}[11\bar{2}3]$ (CB').

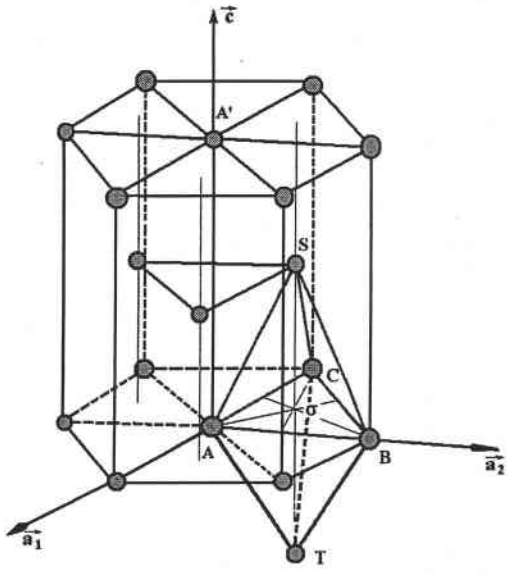


Figure 2-1 : Vecteurs de Burgers dans le réseau hexagonal compact

2.2.1.1.2.2 Dislocations imparfaites et la dissociation dans la structure hc.

En s'aidant du tétraèdre de Thompson (Figure 2-1), on voit les types de dislocations imparfaites possibles :

Il y a 6 dislocations imparfaites $\vec{p}$ avec les vecteurs de Burgers Aσ, Bσ, Cσ, σA, σB, σC d'indice $\frac{1}{3}[10\bar{1}0]$,

4 dislocations imparfaites $\frac{\vec{c}}{2}$ avec comme vecteurs de Burgers σS, σT, Sσ et Tσ et d'indice $\frac{1}{2}[0001]$

et 12 dislocations imparfaites $\left(\frac{\vec{c}}{2}+\vec{p}\right)$ avec comme vecteurs de Burgers AS, BS, CS, AT, BT, CT ainsi que leurs négatifs et d'indice $\frac{1}{6}[20\bar{2}3]$.

2.2.1.1.3 Les systèmes de glissement

Les systèmes de glissement possibles dans la maille hc sont donnés dans le Tableau 4. Dans les métaux de structure hc le glissement est principalement activé suivant la direction <**a**>. Il est à remarquer l'absence de systèmes de glissement avec un vecteur de Burgers <**c**>. Or dans le cas des métaux présentant un bonne ductilité tels que le titane et le zirconium, la déformation le long de l'axe <**c**> est nécessaire. De plus il n'y a que 4 modes de déformation indépendants suivant l'axe <**a**> : le critère de von Misès imposant cinq systèmes de déformations indépendants ne peut être satisfait par le glissement <**a**> seul [Yoo 91].

Plan	$\vec{b}$	Eléments cristallographiques	Notation
Basal	<a>	$(0002)\langle 11\bar{2}0\rangle$	B<a>
Prismatique	<a>	$(1\bar{1}00)\langle 11\bar{2}0\rangle$	P<a>
Pyramidal π_1	<a>	$(1\bar{1}01)\langle 11\bar{2}0\rangle$	π_1<a>
Pyramidal π_1	<c+a>	$(1\bar{1}01)\langle 11\bar{2}\bar{3}\rangle$	π_1<c+a>
Pyramidal π_2	<c+a>	$(1\bar{1}22)\langle 11\bar{2}\bar{3}\rangle$	π_2<c+a>

Tableau 4 : Systèmes de glissement dans les métaux hc

Le glissement <c+a> et le maclage sont donc particulièrement important pour assurer l'accommodation de la déformation et pour permettre la déformation suivant l'axe <c>.

2.2.1.1.4 Les systèmes de maclage

Le dernier mode de déformation disponible pour augmenter la ductilité et pour satisfaire au critère de von Misès est le maclage. Celui-ci intervient de façon importante dans les métaux hc ductiles tels que le zirconium et le titane [Paton 70]. Le maclage se trouve en concurrence avec le glissement <c+a> pour permettre la déformation suivant l'axe <c>. Nous allons donc faire un rappel sur les modes de maclage classique des métaux hc puis nous verrons l'influence de la température sur le choix du système de maclage.

Les quatre systèmes de maclage observés dans les métaux hexagonaux sont présentés dans le tableau (Tableau 5) [Yoo 91]. Le plan K_1 et la direction η_1 sont le plan et la direction de maclage alors que le plan K_2 et la direction η_2 sont les invariants du maclage [Partridge 67].

K_1	K_2	η_1	η_2	S
$\{10\bar{1}2\}$	$\{10\bar{1}2\}$	$\pm\langle 10\bar{1}1\rangle$	$\pm\langle 10\bar{1}1\rangle$	$\pm\frac{1}{3}\langle 1\bar{2}10\rangle$
$\{10\bar{1}1\}$	$\{10\bar{1}3\}$	$\langle 10\bar{1}\bar{2}\rangle$	$\langle 30\bar{3}2\rangle$	$\pm\frac{1}{3}\langle 1\bar{2}10\rangle$
$\{11\bar{2}2\}$	$\{11\bar{2}\bar{4}\}$	$\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}\bar{3}\rangle$	$\frac{1}{3}\langle 22\bar{4}3\rangle$	$\langle 1\bar{1}00\rangle$
$\{11\bar{2}1\}$	(0002)	$\frac{1}{3}\langle\bar{1}\bar{1}26\rangle$	$\frac{1}{3}\langle 1120\rangle$	$\langle 1\bar{1}00\rangle$

Tableau 5 : Eléments cristallographiques du maclage

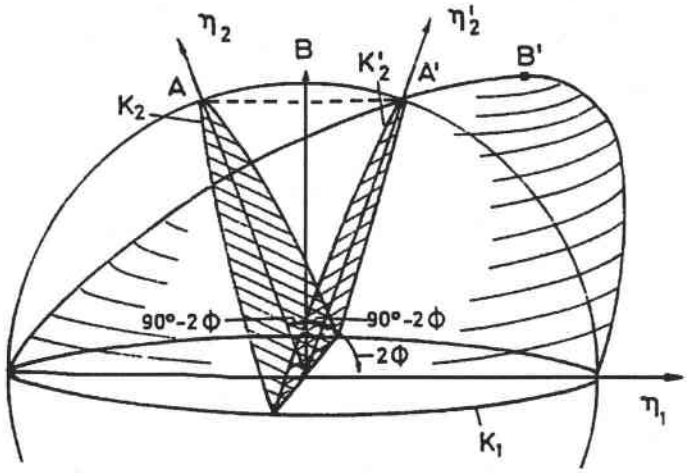


Figure 2-1 : Illustration schématique du maclage

Le cisaillement provoqué par le maclage est proportionnel au rapport c/a. Les systèmes présentant une pente positive sur la Figure 2-2 produisent une contraction le long de l'axe <**c**> et ceux ayant une pente négative, impliquent une extension de l'axe <**c**>. Comme le montre la Figure 2-2, un même système de maclage induit une tension ou une compression le long de l'axe <**c**> selon les métaux [Yoo 91].

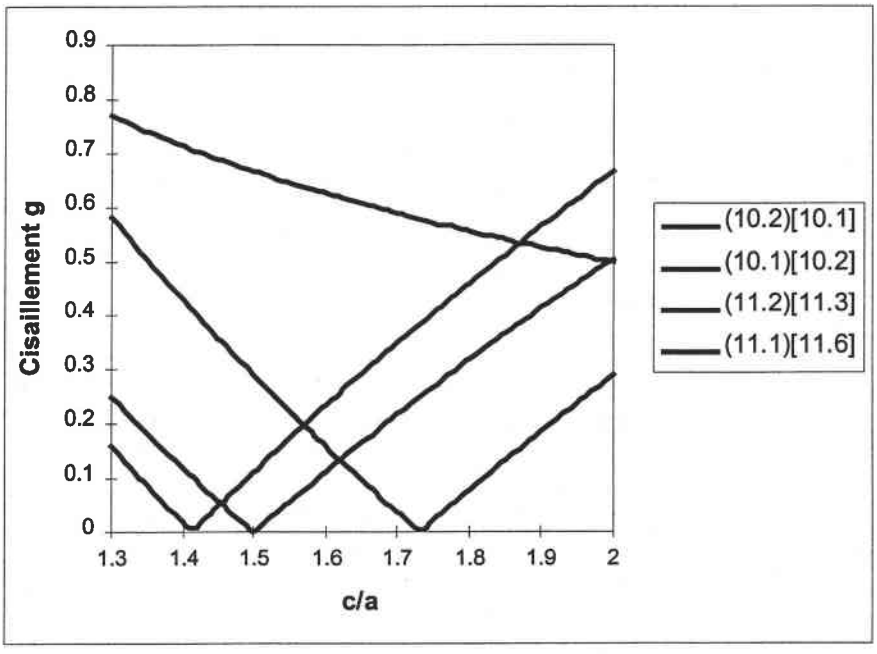


Figure 2-2 Variation du cisaillement de maclage avec le rapport c/a

Akthar observe dans du titane α des macles de type $(10\bar{1}2)$ dans des échantillons ayant l'axe <**c**> proche de l'axe de traction et des macles $(11\bar{2}1)$ dans des cristaux ayant l'axe <**c**> à 50° de l'axe de traction [Akthar 75]. D'autres auteurs confirment que les systèmes préférentiellement activés en traction dans le titane sont les macles suivant $(10\bar{1}2)$ et $(11\bar{2}1)$[Yoo 91, Kocks 67].

Enfin, la ductilité du zirconium ou du titane est attribuée à l'activation de maclage associé à du glissement secondaire. En effet, la déformation totale provoquée par un seul système de maclage ne suffit pas à expliquer les taux de déformations observés [Yoo 91]. Par contre, le maclage permet la réorientation de grains et favorise ainsi le glissement. D'autre part des macles secondaires sont observées à l'intérieur de la macle $(10\bar{1}2)$ [Yoo 91, Philippe 96].

A basse température (en dessous de 400°C), le maclage est prépondérant ; alors qu'au-dessus de 400°C, le glissement <**c+a**> est activé [Paton 70].

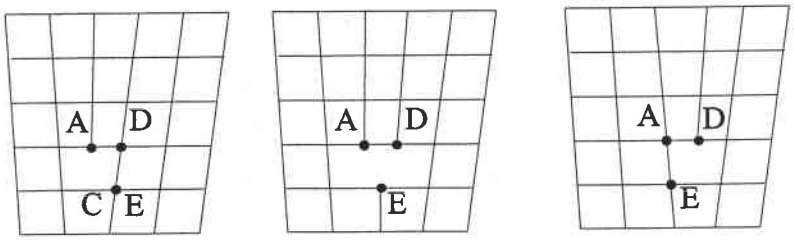
2.2.1.2 Les critères pour la facilité relative des systèmes de glissement.

Le plan de glissement principal (PGP) varie selon les métaux. C'est soit le plan de base (Cd, Zn, Mg, Co, Be) soit le plan prismatique (Ti, Zr, Hf, Ru). L'étude de la facilité relative des différents modes de glissement est une activité primordiale en métallurgie physique.

Le glissement macroscopique dans un cristal s'explique par le mouvement de dislocations dont le vecteur de Burgers est parallèle à la direction du glissement macroscopique. Frank et Nicholas [Frank 53] ont montré que les seules dislocations parfaites stables sont celles de vecteurs de Burgers $\vec{a}$, $\vec{c}$ et $\vec{c}+\vec{a}$. Ce sont effectivement les seules dislocations parfaites observées en microscopie électronique.

Si les directions de glissement sont bien prédites par un critère énergétique, le problème du choix du plan de glissement est plus complexe.

La première approche s'appuie sur le critère de Peierls-Nabarro qui relie la facilité de glissement à la distance interréticulaire.



a) b) c)

Figure 2-1 : Glissement d'une dislocation coin dans une structure cubique simple [Friedel 64].

Nous schématisons (Figure 2-1) une ligne de dislocation coin, parallèle à une direction compacte, et donc perpendiculaire au plan de la figure, dans une structure cubique simple.

Pour glisser de la position **A** à la position **C**, la ligne de dislocation passe par des positions intermédiaires telles que **B**.

Toutes ces positions ne confèrent pas la même énergie à la dislocation. Celle-ci doit donc franchir des cols d'énergie lors de son mouvement. Pour fournir ce supplément d'énergie, il est nécessaire d'appliquer une certaine force sur la dislocation.

Pour déterminer cette force, Nabarro [Nabarro 47] traita le cristal comme un milieu élastique continu, avec une fonction sinusoïdale pour les interactions atomiques à travers le plan de glissement. La contrainte σ, nécessaire au glissement, varie exponentiellement selon la distance interréticulaire des plans de glissement, d_{hkl},

$$\sigma = \frac{2\mu}{K} \exp\left(-\frac{2\pi d_{hkl}}{Kb}\right)$$ appelée contrainte de Peierls

Avec K=1 ou K = (1-υ) selon le caractère vis ou coin de la dislocation.

υ est le coefficient de Poisson, μ le module de cisaillement et b le vecteur de Burgers de la dislocation.

Pour aborder ce phénomène dans le cas du réseau hexagonal, il faut considérer les plans prismatiques comme rugueux. En effet, si la distance interplanaire basale, c/2, est parfaitement définie dans les métaux hc, par contre, la distance interplanaire des autres plans présentent certaines incertitudes comme le montre la Figure 2-2.

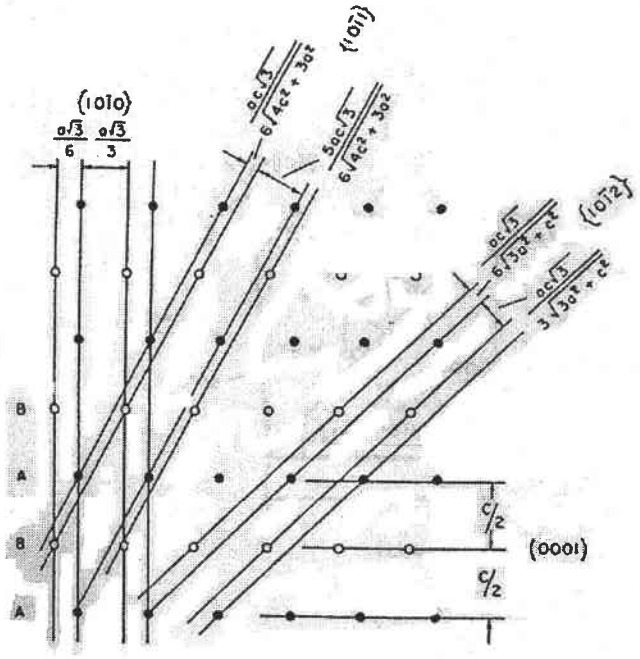


Figure 2-2 : Projection des atomes dans $(1\bar{2}10)$ *montrant les traces et les distances des plans (0001),* $(101\bar{2})$, $(10\bar{1}1)$ *et* $(10\bar{1}0)$.

Comme les séquences d'empilement pour chaque plan présentent un désalignement entre elles et en plus leur distance interplanaire est irrégulière, ces plans seront dits rugueux.

A température ambiante, la facilité relative dans les métaux hc se joue toujours entre le plan basal et les plans prismatiques, les autres plans ayant des espacements plus petits et donc des contraintes de Peierls plus élevées.

Pour une valeur de $\frac{c}{a} > \sqrt{\frac{8}{3}}$, le plan de base est le plan de glissement principal.

Pour les métaux ayant un $\frac{c}{a} < \sqrt{\frac{8}{3}}$, c'est le plan prismatique [Naka 83] voir Figure 2-3).

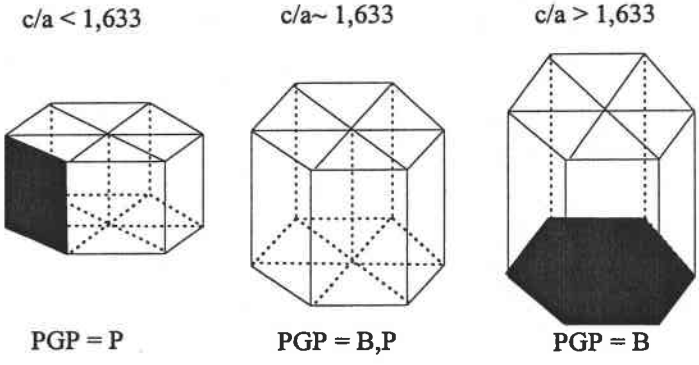


Figure 2-3 : Illustration schématique de la relation entre le rapport c/a (lié à la compacité des plans) et le PGP

Ce critère simple souffre malheureusement trop d'exceptions (par exemple le Be).

Les autres approches s'appuient sur la structure de cœurs des dislocations et sur la possibilité de dissociation des dislocations dans un plan, imposant celui-ci comme plan de glissement. En effet, si une dislocation vis non dissociée peut théoriquement glisser sur tous les plans en zone avec sa direction, une dislocation dissociée ne glissera que dans son plan de dissociation. Une composante de glissement en dehors de ce plan provoquerait la montée de la faute d'empilement. Ce déplacement est non conservatif car il exige un transport de matière, il ne peut donc pas se produire aux températures ordinaires. On peut dès lors espérer prédire le mode de glissement principal d'après le mode de dissociation.

2.2.1.2.1 Structure de cœur des dislocations.

Dans un milieu continu, une dislocation idéale parfaite se comporte comme une singularité linéaire avec un cœur extrêmement étroit (l'extension typique du cœur est de l'ordre de quelques distances interatomiques). Elle peut être définie par la considération du glissement relatif de deux parties de cristal d'un vecteur de translation (son vecteur de Burgers) qui devait être un vecteur du réseau de Bravais [Adda 87]. Dans ce cas, après glissement, l'endroit où celui-ci s'est effectué est indiscernable et la ligne où ce glissement s'est arrêté dans le cristal est la ligne de dislocation. Ceci est cependant un cas particulier qui définit une **dislocation parfaite** ou entière (car le vecteur de Burgers est un vecteur du réseau – vecteur "entier"). On peut imaginer que le vecteur de glissement est un vecteur plus petit, qui n'est plus un vecteur du réseau; dans ce cas la surface où le glissement s'est effectué reste clairement définie et discernable, puisque le cristal n'est plus parfait en tout point de cette surface (le voisinage de chaque nœud du réseau est incorrect le long de la surface de coupure), celle-ci sera appelée **défaut d'empilement**; et la dislocation sera appelée **dislocation partielle**; elle borde évidemment le défaut d'empilement.

On constate expérimentalement que de telles configurations existent, que de plus la surface de défaut d'empilement est généralement plane et que les vecteurs de Burgers des dislocations ne sont pas quelconques, mais satisfont à des conditions bien précises.

On peut également considérer que, dans un cristal, les dislocations parfaites ont une structure fine qui ne peut être résolue qu'à l'aide d'une technique dont le pouvoir de résolution est suffisant (par exemple la microscopie électronique à transmission à haute résolution : METHR) : on observe alors que cette dislocation est en fait composée d'un certain nombre i de dislocations partielles fort proches, et de vecteurs de Burgers $\vec{b}_i$ tels que $\vec{b}_e = \sum_i \vec{b}_i$ avec $\vec{b}_e$ le vecteur de Burgers de la dislocation parfaite. Les dislocations partielles bordent un ruban de défaut d'empilement. L'ensemble est appelé une **dislocation dissociée en partielles**. La largeur de cette dissociation est généralement très petite, on parlera alors **d'étalement de cœur de dislocation**.

Nous voyons donc que la structure du cœur de la dislocation est liée au mode de dissociation en partielles. Nous allons nous intéresser aux différents dissociations possibles dans les dislocations des matériaux de symétrie hexagonale.

2.2.1.2.2 Les dissociations des dislocations $\vec{a}$ et $\vec{c}+\vec{a}$

Les dislocations vis de vecteur de Burgers <**a**>, qui appartiennent au plan de base et à un plan prismatique, peuvent se dissocier :

- dans le plan de base, selon le schéma classique :

$$\frac{1}{3}[11\bar{2}0] \rightarrow \frac{1}{3}[10\bar{1}0] + \frac{1}{3}[01\bar{1}0]$$

cette dissociation en deux partielles de Shockley crée un ruban de faute de structure cubique à faces centrées. L'empilement ABABAB…devient ABACBC…

- dans le plan prismatique, selon différents schémas. La (ou les) faute(s) prismatique(s) n'ayant jamais été observée(s) en microscopie électronique, l'expérience ne permet pas de trancher entre les différentes dissociations proposées.

En prenant un modèle de sphère dure Tyson [Tyson 67] a suggéré le schéma suivant :

$$\frac{1}{3}[11\bar{2}0] \rightarrow \frac{1}{18}[24\bar{6}\bar{3}] + \frac{1}{18}[42\bar{6}3]$$

et Regnier et Dupouy [Regnier 70] ont proposé

$$\frac{1}{3}[11\bar{2}0] \rightarrow \frac{1}{9}[11\bar{2}0] + \frac{2}{9}[11\bar{2}0]$$

L'évaluation de l'énergie de ces fautes qui ne respectent pas la compacité de l'empilement parfait ne peut se faire sans recours à des calculs atomistiques. Naka et al. [Naka 88], Vitek et Igarashi [Vitek 91] et Sob [Sob 74] ont proposé une dissociation en partielles glissant sur le plan basal et les plans pyramidaux (voir Figure 2-1 et Figure 2-2)

$$\vec{a} \rightarrow \frac{\vec{a}}{3} + \left(\frac{\vec{a}}{2} + \vec{H}''\right) + \left(\frac{\vec{a}}{6} - \vec{H}''\right)$$

avec $\vec{a} = \frac{1}{3}[11\bar{2}0]$ et $\vec{H}''$ une petite composante coin (H'' = 0,06 a). La première partielle se trouve dans le plan prismatique, la dernière dans le plan pyramidal de première espèce, et la seconde à l'intersection de ces deux plans (Figure 2-1). Cette configuration est sessile, car non planaire.

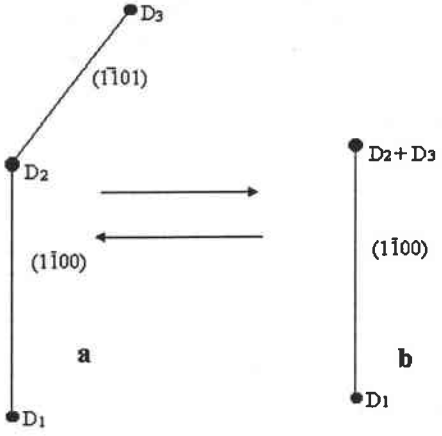


Figure 2-1 a. Modèle de dissociation en trois partielles. Cette dissociation est sessile. b. Dissociation glissile sur le plan prismatique

Les auteurs suggèrent que la déformation à froid dans ces métaux se fasse par recombinaison des deux dernières partielles sur le plan prismatique, qui donne une configuration glissile sur ce plan. Celle-ci est proposée par Regnier et Dupouy [Regnier 70].

Pour les dislocations vis dans le titane, Naka *et al.* [Naka 88] ont proposé la dissociation suivante

$$\vec{a} \rightarrow \frac{\vec{a}}{3} + \frac{\vec{a}}{6} + \frac{\vec{a}}{6} + \frac{\vec{a}}{3}$$

La première partielle est dans le plan prismatique, les deux suivantes sont chacune dans un plan pyramidal de première espèce et la dernière est à l'intersection de ces trois plans. (Figure 2-2). Cette configuration est également non planaire, donc sessile. Par recombinaison d'une partielle

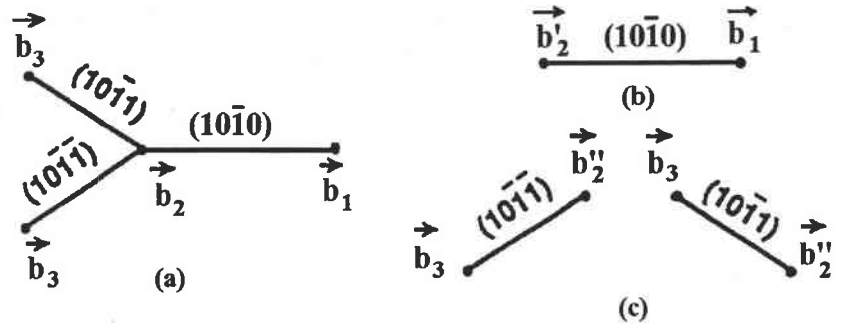


Figure 2-2 : Modèles de recombinaison de trois partielles $\vec{b}_1$, $\vec{b}_2$ et $\vec{b}_3$ a) donnant une configuration glissile b) qui correspond au modèle de Régnier et Dupouy $\vec{b}_1 = 1/3\,\vec{a}$; $\vec{b}_2 = 1/3\,\vec{a}$; $\vec{b}_3 = 1/6\,\vec{a}$; $\vec{b}'_2 = 2/3\,\vec{a}$

Vitek et Igarahi [Vitek 91] ont proposé la dissociation suivante

$$\frac{1}{3}[11\bar{2}0] \rightarrow \frac{1}{6}[11\bar{2}x] + \frac{1}{6}[11\bar{2}\bar{x}]$$

où x varie d'un métal à l'autre et représente la longueur de la composante du vecteur de Burgers de la dislocation partielle en [0001]. Les auteurs suggèrent que pour assurer l'activation de ces dislocations, en plus de la relation adéquate entre les énergies d'empilement, il faille tenir compte de la longueur de x. Dans le cas d'une dislocation vis, x représente la composante coin de la partielle.

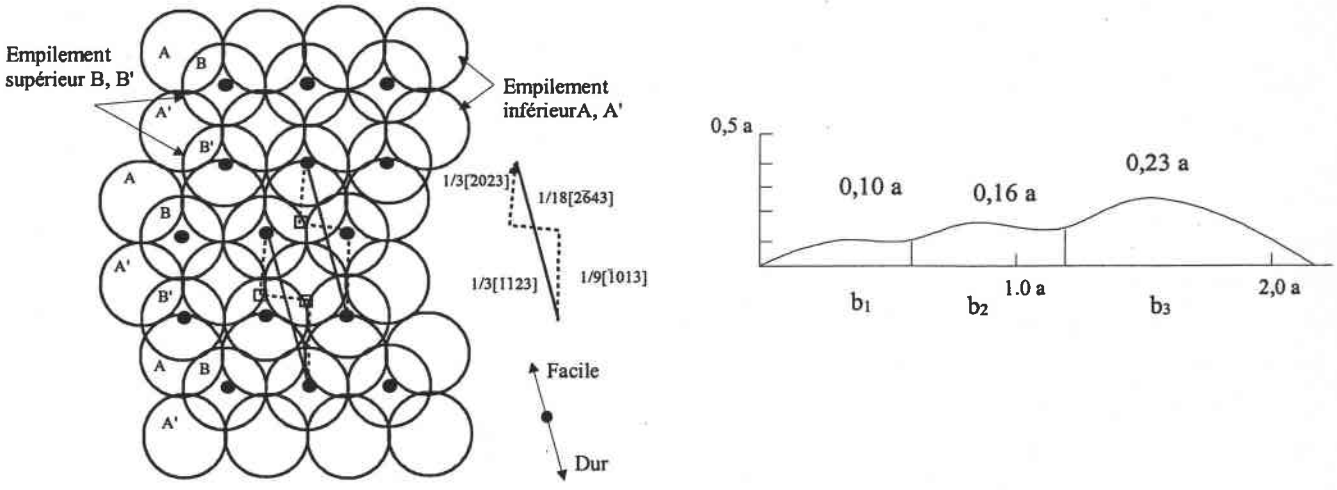


Figure 2-3 a). vue dans le plan $(10\bar{1}1)$ de la dissociation des dislocations <c+a> b). dilatation associée à cette dissociation, symbolisant la barrière énergétique à franchir.

Le second groupe en importance pour les dislocations dans les métaux hc est l'activité dans la direction **<c+a>**. Une dissociation possible dans la direction **<c+a>** sur le plan π_1 a été donné par Jones et Hutchinson [Jones 81] en utilisant un modèle de sphères dures :

$$\frac{1}{3}[\bar{1}\,\bar{1}23] \rightarrow \frac{1}{6}[\bar{2}023] + \frac{1}{18}[2\bar{6}43] + \frac{1}{9}[\bar{1}013]$$

Sur la Figure 2-3, on montre la vue du plan $(10\bar{1}1)$ pour ce type de dissociation. Dans ce cas, la configuration des plans atomiques intermédiaires crée une dilatation du plan du glissement de la dislocation partielle. Sur la Figure 2-3b, on a calculé les dilatations correspondantes aux partielles. En supposant que l'énergie d'activation pour le mouvement de la dislocation augmente avec la taille

de la dilatation normale, la Figure 2-3b donne une idée de l'énergie à vaincre. On note la nature asymétrique des dilatations. Les auteurs ont développé l'idée que cette asymétrie provoque une dissociation facile dans un sens et une dissociation plus difficile dans l'autre sens,. On conçoit donc que cette asymétrie soit responsable de la non- centrosymétrie du glissement π_1<**c+a**>.

Bacon et Liang [Bacon 86] ont démontré au moyen d'une simulation du cœur des dislocations la viabilité d'une dissociation stable dans le plan $\{10\bar{1}1\}$. Ces auteurs proposent la dissociation suivante pour une dislocation vis <**c+a**>:

$$\frac{1}{3}[\bar{1}\,\bar{1}23] \rightarrow \frac{1}{4}[\bar{1}012] + \frac{1}{12}[1\bar{4}32] + \frac{1}{6}[\bar{1}012]$$

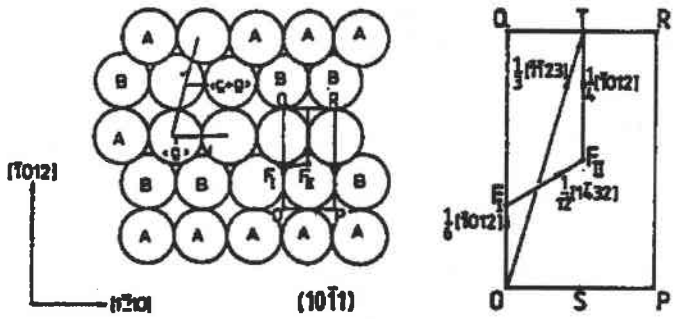


Figure 2-4 Projection des atomes représentés par un modèle de sphères rigides pour le plan $\{10\bar{1}1\}$ *et la dissociation proposée pour les dislocations <**c+a**> [Bacon et Liang 86].*

La Figure 2-4 illustre cette alternative. Cette dissociation produit aussi une expansion approximative de 10 % dans le sens normal au plan de la faute.

2.2.1.2.3 Energie de faute d'empilement.

Quand une dislocation parfaite se dissocie, elle crée une faute d'empilement, dont la largeur est inversement proportionnelle à l'énergie de faute (Tableau 6). Akthar et Tenghtsoonian ont mesuré la valeur de l'énergie de faute dans le plan prismatique [Akthar 75].

Matériau	énergie de faute (mJ/m^2)
Ti α monocristallin 295°C	145
Ti α monocristallin 473°C	113

Tableau 6 : Energie de faute dans le plan prismatique dans le titane (d'après Aktar 75)

D'autre part, Legrand a calculé les valeurs de l'énergie de faute dans le plan de base et dans le plan prismatique à température ambiante [Legrand 85]. Il obtient une valeur calculée pour le plan prismatique très proche des mesures de Akhtar (Tableau 7).

Plan de glissement	Energie de faute (mJ/m^2)
Basal	370
Prismatique	140

Tableau 7 : Energie de faute mesurée dans le plan prismatique et dans le plan basal

Legrand a simulé la structure du cœur en utilisant un modèle de liaison atomique forte. Il obtient une configuration stable des dislocations vis décrite par un étalement principal sur le plan

prismatique et deux étalements secondaires sur le plan de base [Legrand 85]. Notons que Vitek *et al.* ont obtenu la même structure par des calculs analogues [Vitek 91].

Legrand a établi un critère tenant compte des énergies de faute d'empilement dans le plan basal (γ_B) et dans le plan prismatique (γ_P) ainsi que des constantes élastiques [Legrand 85].

Si le rapport $R = \frac{\gamma_B}{\gamma_P}\frac{C_{66}}{C_{44}}$ est inférieur à 1 le plan de base est le plan principal sinon c'est le plan prismatique.

Ce critère est vérifié pour tous les métaux hc. Les métaux tels que le Be, Mg, Zn, Cd se déforment préférentiellement par glissement basal et Ti et Zr par glissement prismatique.

2.2.1.3 Bilan

Si on veut prévoir les plans de glissement des dislocations sans pour autant s'appuyer sur la structure de cœur des dislocations, on s'aperçoit que les explications proposées étaient largement empiriques et n'expliquaient pas l'ensemble des résultats expérimentaux connus. Les approches s'appuyant par contre sur la structure de cœur des dislocations et sur la possibilité de dissociation des dislocations dans un plan, imposant celui-ci comme plan de glissement, ont été couronné de succès. En effet la nature de la liaison interatomique peut intervenir dans le mode de dissociation des dislocations responsables du glissement, soit plus généralement sur les propriétés de cœur de ces dislocations.

Le système de glissement principal du titane est le glissement des dislocations <**a**> dans les plans prismatiques. On remarque expérimentalement une grande sensibilité aux impuretés ainsi qu'une anisotropie de vitesse entre les segments vis et coins. Naka a proposé une configuration complexe du cœur des dislocations vis qui permet de comprendre cette anisotropie.

2.2.2 Les systèmes activés dans le TA6V.

Le mode de déformation principal est le glissement de dislocations <**a**> dans les plans prismatiques [Welsch 77, Jones 81]. Welsch et al. ont observé une forte proportion de dislocation de type vis et des boucles allongées dans la direction vis [Welsch 82].

Jones et Hutchinson ont caractérisé à température ambiante les modes de déformation en traction et en compression d'un alliage TA6V très fortement texturé. Ils ont pu ainsi estimer les cissions critiques du glissement sur les plans prismatiques, pyramidaux et de base de la phase α du TA6V [Jones 81] (Tableau 8).

Plan	CRSS (MPa)
P<**a**>	380
π1<**a**>	400
B<**a**>	440
π1<**c+a**>	630

Tableau 8 : Les CRSS du TA6V dans les différents systèmes de glissement (d'après Jones 81).

Comme pour le Ti-α, le glissement le plus facile est le glissement prismatique, puis le π1. Le glissement dans les plans de base est le glissement le plus difficile pour les dislocations <**a**>. La forte augmentation des cissions critiques par rapport au titane α pur (Tableau 7) est en partie due au durcissement par solution solide de l'aluminium.

2.2.2.1 Influence des impuretés et des éléments d'alliages.

Welsch et al. ont étudié l'influence de la concentration en impuretés interstitielles (oxygène) et en éléments d'alliage sur les mécanismes de déformation de l'alliage. Ils ont ainsi utilisé des nuances de différentes pureté et ont fait varier la concentration en éléments d'addition dans la phase α par traitements thermiques [Welsch 77, 82].

Ils observent un changement de glissement principal suivant le traitement thermique ainsi qu'une évolution de l'homogénéité de la déformation (Tableau 9). Le glissement principal est le glissement prismatique, la déformation est homogène tant qu'il n'y a pas de mise en ordre de l'oxygène ou de l'aluminium.

Un recuit à 350°C implique le changement de glissement principal. A cette température, seul les coefficients de diffusion de l'oxygène sont assez élevés. Une mise en ordre de l'oxygène le long de directions préférentielles induit le passage au glissement pyramidal [Kahveci 88].

Après un recuit à 550°C, ils observent la localisation de la déformation et des taches de surstructure sur les clichés de diffraction de la phase α. A cette température, la diffusion de l'aluminium et de l'oxygène est possible. La localisation serait due à la formation d'ordre à courte distance de l'aluminium. En effet, il est admis que le passage de dislocations permet de rompre l'ordre local si le matériau n'est pas complètement ordonné. Le plan de glissement est alors adouci par rapport au reste du cristal et la déformation s'y localise [Williams 72]. Cette hypothèse est confirmée par l'observation de taches de surstructure Ti_3Al dans α.

Le rôle de l'oxygène peut être similaire. D'autre part, l'oxygène diminue la limite de solubilité de l'aluminium dans le titane et facilite ainsi l'ordre à courte distance si celui-ci n'est pas complet. La présence d'oxygène est donc doublement pénalisante vis à vis de la mise en ordre [Welsch 82].

Traitements thermiques	0,07% d'oxygène en poids	0,19% d'oxygène en poids
800°C trempe eau	Densité de dislocations homogène. Glissement $\{10\bar{1}0\}$ prédominant.	Début de formation de bandes de glissement et déformation homogène. Probablement plan $\{10\bar{1}0\}$
350°C 115 heures	Densité de dislocations homogène. Glissement $\{10\bar{1}0\}$ prédominant	Prédominance de fines bandes de glissement dans le plan $\{10\bar{1}1\}$. Le glissement basal est observé.
550°C 115 heures	Répartition à peu près homogène. Légère tendance à la localisation.	Bandes de glissement larges, prédominance du glissement $\{10\bar{1}0\}$.

Tableau 9 : Récapitulatif des observations en MET en fonction du O_2 et des traitements thermiques

2.2.3 Conclusion.

Comme dans les monocristaux de titane α, le système de glissement principal est le glissement des dislocations <**a**> le long des plans prismatiques. Les éléments d'alliage induisent un durcissement par solution solide et facilitent la localisation de la déformation dans les bandes de glissement. Enfin les traitements thermiques en influençant la diffusion des éléments peuvent changer le mode de glissement principal.

2.2.4 Le rôle de la température

Nous allons définir certains termes avant de parler de l'influence de la température sur les systèmes de déformation.

Energie d'activation

La proposition de la théorie de la déformation plastique activé thermiquement se base sur le comportement mécanique des solides cristallins en termes de mécanique atomique comme lorsque nous sommes en présence d'une interaction dislocation / obstacles.

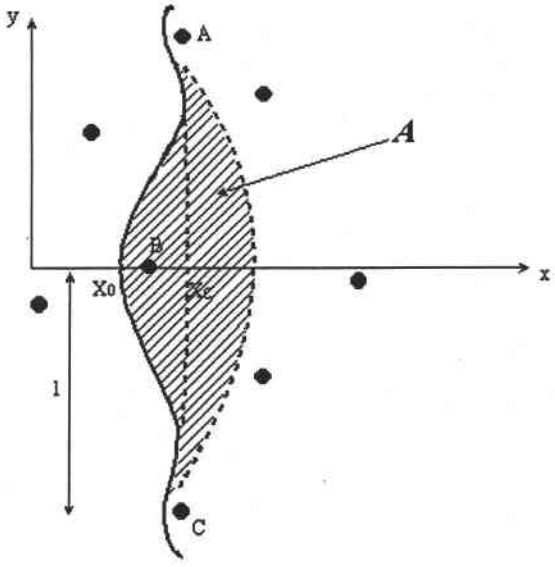


Figure 2-1 : Schéma de l'interaction entre une dislocation et les obstacles ponctuels. X0 est la position d'équilibre stable avant le franchissement, Xc est la position d'équilibre instable après le franchissement.

Le cas le plus simple est présenté, on considère une dislocation glissant dans le plan de glissement, interagissant avec un obstacle d'ordre atomique et soumis à l'action d'une contrainte appliquée τ. La dislocation initialement se trouve dans une position d'équilibre stable x_0 dans la direction du mouvement, pour surmonter l'obstacle, la dislocation passe par une position d'équilibre instable x_C, le changement entre les deux positions requiert une énergie libre d'activation ΔG.

Le segment de la dislocation est soumis à une force par l'action de la contrainte appliquée :

$$F = \tau\, b\, l$$

Si on analyse le mouvement d'une dislocation, les forces qu'une dislocation doit vaincre au cours de son mouvement peuvent être séparées en forces à grande distance (F_μ), variant lentement avec la position de la dislocation dans le plan de glissement et en forces à courte distance (F_b) qui ne se font sentir qu'à quelques distances interatomiques.

Les premières, de par leur nature, peuvent être considérées constantes dans l'intervalle de X_0 à X_C . Les secondes, par contre, sont égales à :

$$F_b = \left(\frac{\partial \Delta G}{\partial x}\right)_{F=F_\mu}$$

Le changement d'énergie libre peut s'écrire $\Delta G = \int_{x_C}^{x_0} \left(F_b + F_\mu - F\right) dx$. Les limites de l'intégrale dépendent de la température et de la force appliquée.

Les variables appliquées de cette relation

On peut donc considérer que les obstacles à grande distance sont athermiques et que les obstacles à courte distance sont thermiques.

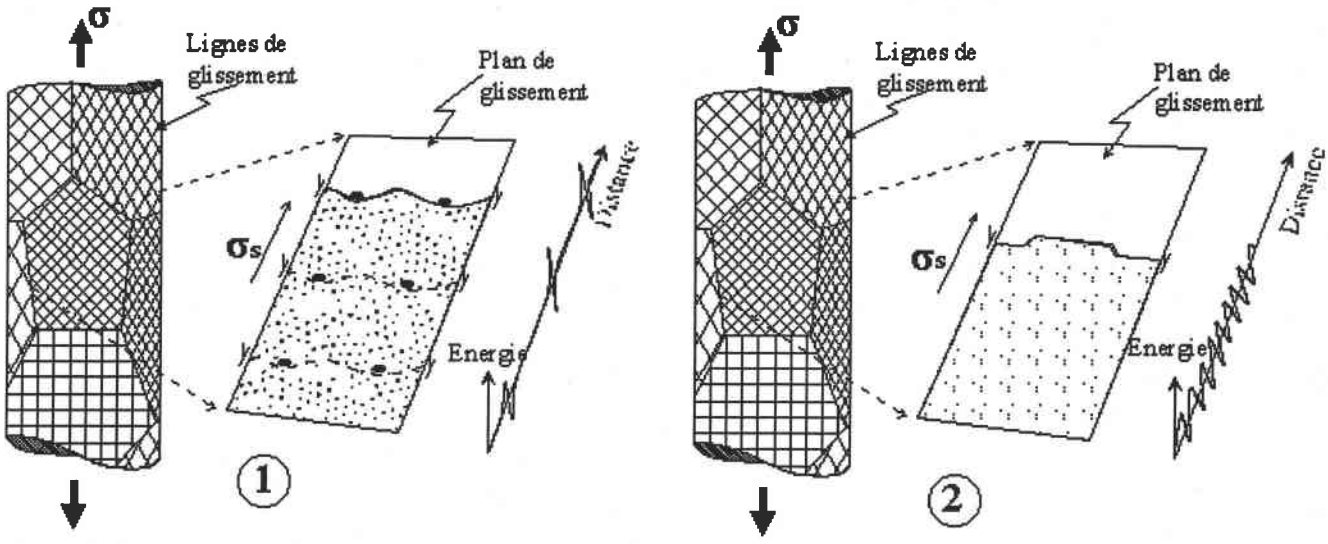


Figure 2-2 :En 1, on voit le mouvement des dislocations gêné par des obstacles discrets, alors qu'en 2, le mouvement des dislocations est limité par la résistance du réseau.

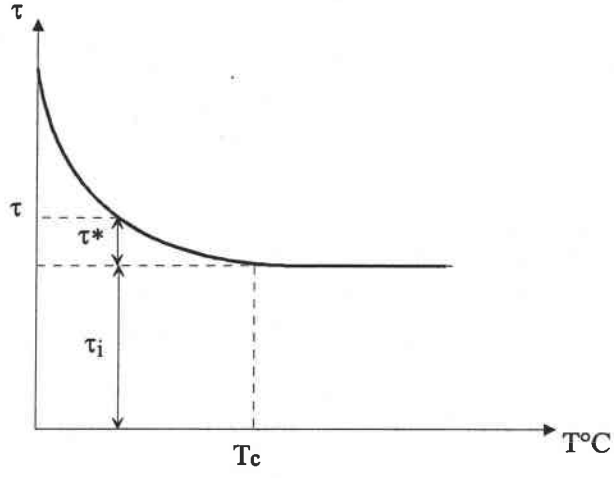
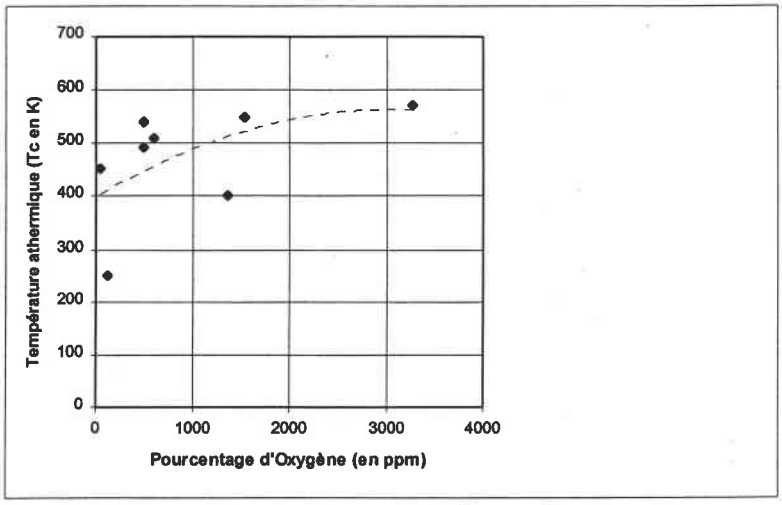


Figure 2-3 : Illustration schématique de l'évolution de τ en fonction de la température (T°C)

Donc on décompose la CRSS en deux parties : $\tau = \tau^*(T) + \tau_i$.

- τ^* est la composante thermique correspondant au franchissement des obstacles à courte distance (forêt de dislocations, atomes d'impuretés ou vallées de Peierls). A haute température (au-dessus de T_C), l'énergie thermique est suffisante pour permettre le passage de ces obstacles. A basse température il est nécessaire d'appliquer la contrainte seuil τ^* pour permettre aux dislocations de franchir les obstacles.
- τ_i est la contrainte interne, c'est-à-dire la composante correspond aux passages des obstacles à longue distance (précipités, joints de grains ou sous-joints). Cette composante est athermique ; c'est-à-dire qu'à toute température il est nécessaire de l'appliquer pour permettre le mouvement des dislocations.

A partir d'une certaine température T_C, la cission critique des monocristaux a tendance à rester constante. Les valeurs de T_C, la température athermique trouvée dans la littérature, sont rassemblées



dans le Tableau 10 et la Figure 2-4 illustre les données rassemblées.

Figure 2-4 : courbe représentant la température athermique en fonction du pourcentage d'oxygène O_2

Matériau	T_C	Référence
Ti α (50 ppm 0_2)	entre 300 K et 500 K	[Levine 66]
Ti α (de 50 ppm à 1360 ppm O_2)	entre 300 K et 500 K	[Sastry 72]
Ti α (O_{eq} = 500 ppm)	492 K	[Tanaka 72]
Ti α polycristallin (O_{eq} = 500 ppm)	542 K	[Tanaka 72]
Ti α (de O_{eq} = 600 ppm à 10000 ppm)	500 K - 520 K	[Tanaka 72]
Ti α (O_{eq} = 120 ppm)	entre 250 K et 550 K	[Akhtar 75]
Ti α (de 1530 ppm à 6960 ppm)	550 K	[Naka 83]
Ti α (O_{eq} = 3270 ppm)	573 K	[Farenc 92]

Tableau 10 : Différentes valeurs de la température athermique (T_C)

2.2.4.1 Rôle de la température sur la cission critique

La variation de la cission critique résolue du plan prismatique (ou CRSS : Critical resolved Shear Stress) avec la température est étudiée sur des monocristaux de titane α orientés. Les expériences de déformation macroscopique mettent en évidence une forte augmentation de la CRSS du glissement prismatique à basse température (Figure 2-1).

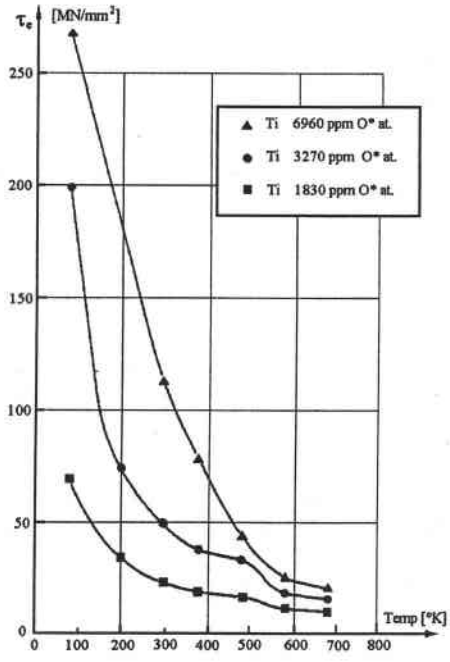


Figure 2-1 : Evolution de la CRSS avec la température

Le **volume d'activation V***, en réalité il vaudrait mieux parler d'une aire d'activation v*/b. Celle-ci représentant la surface balayée dans le plan de glissement lors du franchissement de l'obstacle. Cette aire ou ce volume donnent une **idée de l'étendue de l'obstacle considéré**.

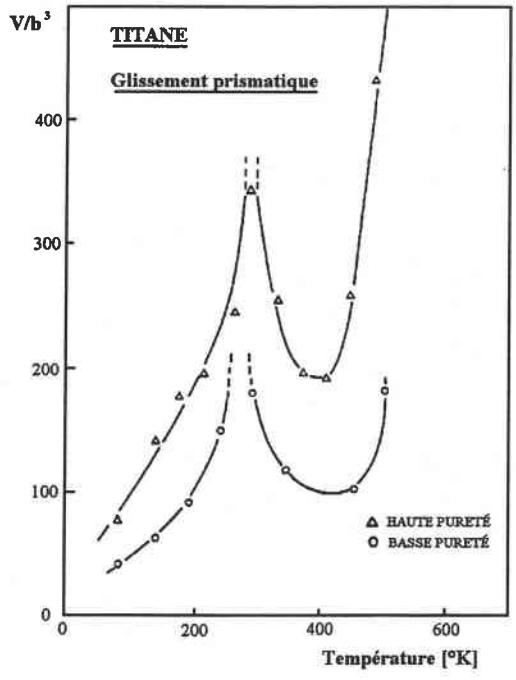


Figure 2-2 : Evolution du volume d'activation avec la température dans le titane pur

L'évolution du volume d'activation avec la température ne présente pas de changement de pente entre 0 et 350 K (Figure 2-2). Le mécanisme gouvernant le mouvement des dislocations dans le domaine de température est le même. Par contre, V* présente une discontinuité vers 350 K qui correspond également à une singularité de la limite d'élasticité [Naka 82 et Levine 66]. Il y a donc un changement de mécanisme à 350 K [Levine 66].

2.2.4.2 Rôle de la température sur les impuretés interstitielles.

Le titane α présente une grande sensibilité à la présence d'interstitiels : l'augmentation de la CRSS à basse température est d'autant plus important que le cristal est chargé en impuretés interstitielles (atome d'oxygène en particulier). De même l'énergie d'activation ou le volume d'activation (V*) diminue fortement avec la concentration en oxygène [Conrad 81] (Figure 2-1).

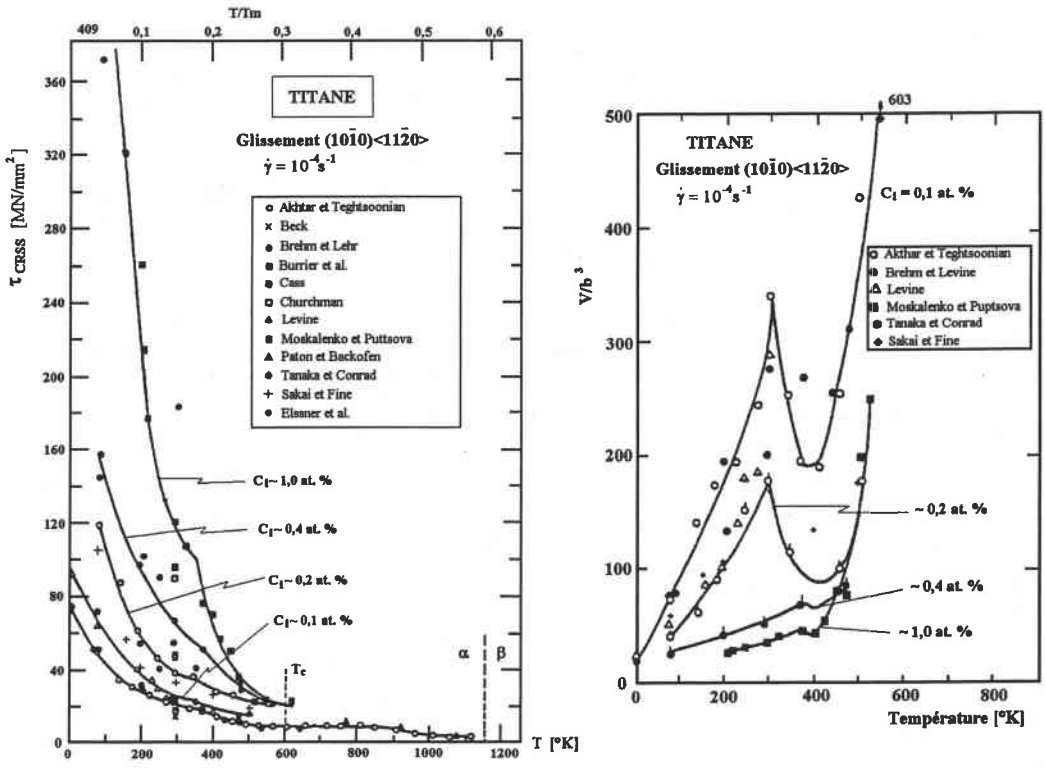


Figure 2-1 : Influence de la concentration en impuretés interstitielles sur V et sur la CRSS*

Williams *et al.* ont mis en évidence l'influence des impuretés sur la déformation des nuances de titane pur contenant entre 475 et 5200 ppm d'oxygène. A partir d'une concentration de 1800 ppm, la déformation se localise dans les bandes de glissement à 77 K. Aux faibles concentrations, la déformation est homogène à 300 K. Par contre quand la concentration est supérieure à 2000 ppm , la déformation est localisée à température ambiante.

Kahveci *et al.* remarquent également que l'augmentation de la concentration en oxygène diminue l'homogénéité de la déformation [Kahveci 88]. D'autre part ils observent un changement de glissement principal : aux faibles concentrations (inférieures à 2500 ppm) le glissement prismatique est préférentiellement activé. Pour des concentrations comprises entre 2500 ppm et 0,99% le glissement pyramidal π_1 devient majoritaire. Aux fortes concentrations, le glissement basal est majoritairement observé. Ce changement de mode de glissement serait dû à une mise en ordre préférentielle de l'oxygène suivant la direction $\langle 11\bar{2}3 \rangle$ induisant un durcissement des plans prismatiques puis pyramidaux [Churchman 54].

Moskalenko et Puptsova ont envisagé la formation de paires d'atomes d'oxygène à partir de concentration de l'ordre de 2500 ppm pour expliquer la forte dépendance de la CRSS avec la concentration [Moskalenko 74].

En résumé, il apparaît que la teneur en éléments interstitiels influence fortement les modes de déformation du titane α. Les atomes s'organisent préférentiellement suivant une direction pour tendre vers la mise en ordre. La première étape est la formation de paires qui vont bloquer les dislocations (vers 2500 ppm). L'homogénéité de la déformation diminue avec l'augmentation de la concentration et le glissement principal passe du plan P au plan π_1 puis au plan de base.

Le mécanisme thermiquement activé contrôlant le mouvement des dislocations est gouverné par les impuretés interstitielles.

2.2.4.3 Rôle de la température sur le maclage

Paton et Backofen ont montré que le système de maclage principal en compression changeait en dessous de 350°C [Paton 70]. Comme le montre la Figure 2-1, pour

- T < 350°C le maclage est de type $(11\bar{2}2)$
- T > 350°C le maclage est de type $(10\bar{1}1)$

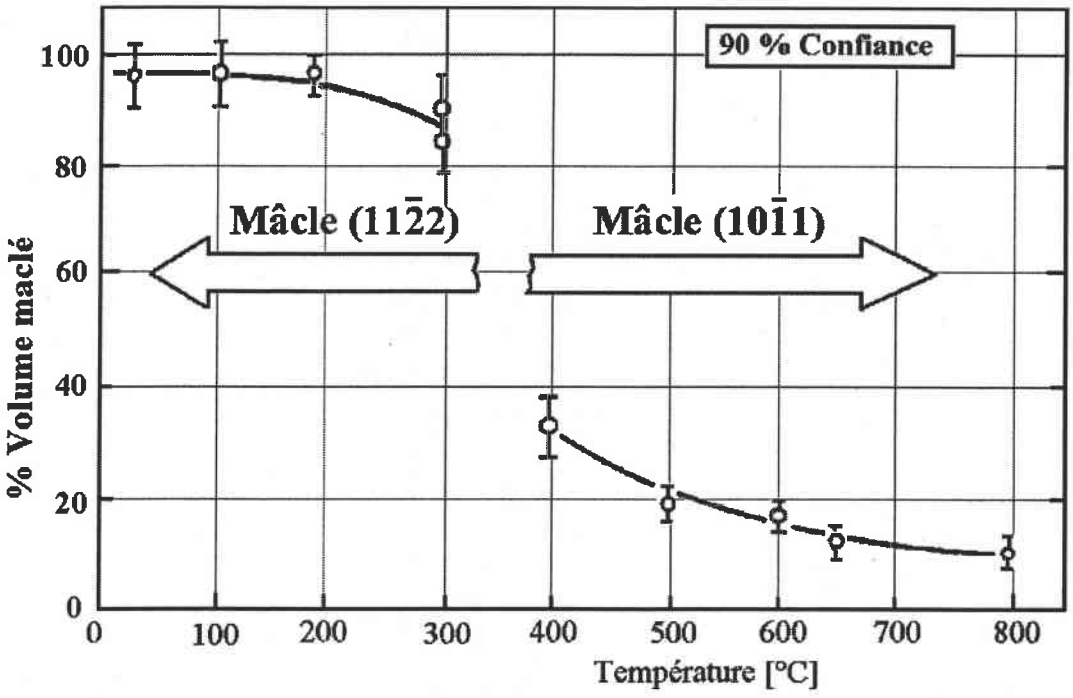


Figure 2-1 : Evolution en compression du système principal de maclage avec la T°C

On remarque également sur cette courbe que le volume de macle est faible au-dessus de 600°C. Il est également bien connu que la contrainte de maclage diminue fortement quand la température diminue [Conrad 81]. Le maclage est donc un système intervenant principalement à basse température.

Pour des températures inférieures à 300 K, le maclage est prépondérant et le système principal en tension est $(10\bar{1}2)$ [Yoo 91].

2.2.4.4 Synthèse

Le système principal de glissement du titane α est le glissement des dislocations <**a**> le long des plans prismatiques. Ce mode de déformation est très fortement thermiquement activé. A basse température on observe une anisotropie de vitesse entre les parties vis et les parties coins des boucles de dislocations. Contrairement aux parties coins qui ont un cœur planaire, les parties vis possèdent une structure de cœur complexe. Ces dernières ont un cœur étalé sur les trois plans avec un étalement principal sur le plan prismatique et deux étalements secondaires soit sur le plan de base soit sur les plan $\pi 1$. La détermination univoque de l'étalement secondaire n'est pas encore établie.

Le glissement secondaire dans les plans π_1 est observé jusqu'à 150 K, le plus souvent en tant que glissement dévié à partir du plan prismatique. Le glissement dans les plans de base est observé à plus haute température (au-delà de 500 K).

Enfin, pour satisfaire le critère de von Misès, deux modes de déformation sont en concurrence. Dans le domaine des basses température, le maclage de type $(10\bar{1}2)$ ainsi que le maclage secondaire $(11\bar{2}1)$ interviennent. Au-dessus de la température ambiante le glissement <**c+a**> devient prépondérant par rapport au maclage.

2.2.5 Déformation de la phase β

La phase β de structure cubique centrée ne représente qu'une faible fraction volumique de l'alliage TA6V (15% au maximum). Il est cependant nécessaire de connaître ses modes de déformation afin d'analyser sa capacité à accommoder les déformations de la phase α majoritaire.

Nous allons aborder les modes de déformation des structures cubiques en général, puis des alliages β de titane. La fraction volumique dans l'alliage TA6V est faible; elle peut atteindre une valeur(maximale de l'ordre de 15%. De plus, elle se présente sous des formes complexes (renforcée par des précipitations α) et de faible taille. Son rôle est essentiellement un rôle d'accommodation de la déformation de la phase α majoritaire. Très peu d'auteurs ont essayé d'identifier les mécanismes de déformations de cette phase [Niimoni 90, Welsch 77].

2.2.5.1 Systèmes de glissement.

Les métaux de structure centrée (Fe, Nb, Ta, V, Mo...) se déforment suivant les directions $\frac{1}{2}\langle 111\rangle$ dans les plans {110}, {112} et pour quelques exceptions (Na, K, Cr), suivant {123}. Les lignes de glissement sont en général très sinueuses ce qui indique que le glissement dévié peut se produire facilement. Les dislocations peuvent glisser du plan {110} vers {112} et vice-versa. [Vitek 74].

A basse température, l'activation de la déformation par glissement est réduite et la déformation par maclage dans les plans {112} suivant la direction de maclage <111> intervient [Kelly 73].

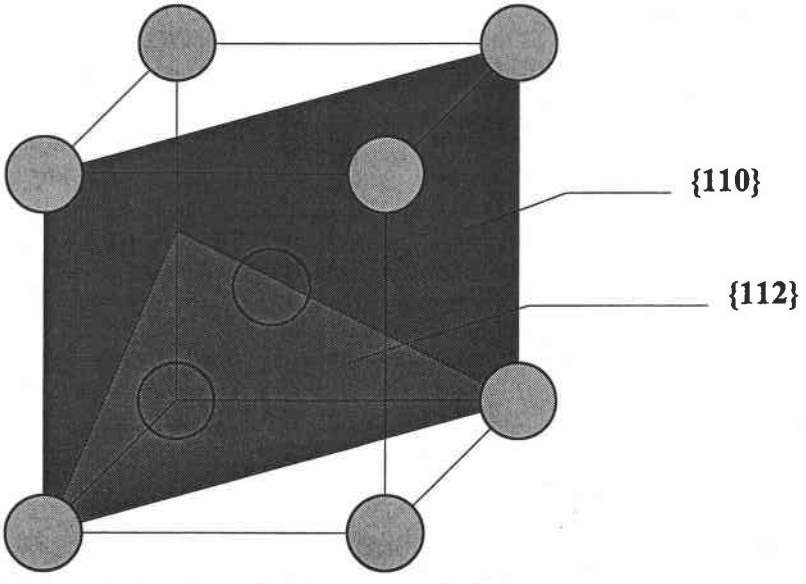


Figure 2-1 : Plans de glissement de la structure cc

2.2.5.1.1 Structure de dislocations des dislocations dans le réseau cc.

De la même manière que dans les métaux hc, la déformation des métaux cc présente des anomalies à basse température :

- La loi de Schmid n'est pas systématiquement respectée.
- σ_E présente une très forte sensibilité à la température [Kubin 71].

- Les dislocations sont majoritairement de caractère vis [Louchet 79].

La déformation suivant le plan {112} présente une forte asymétrie entre la traction et la compression [Kubin 71, Vitek 74]. Koss et Chessnutt ont mesuré une différence entre les CRSS des deux plans de la même famille : $\tau_{(1\bar{1}2)} > \tau_{(\bar{2}11)}$ [Koss 72].

Diverses structures complexes de cœur ont été proposés pour expliquer ces anomalies. Plusieurs configurations d'étalement sur les plans {112} et/ou {110} sont proposées dans la littérature [Vitek 74, Kubin 79].

C'est à partir de ce modèle de dissociation que Naka a imaginé la configuration complexe des complexe des dislocations <**a**> dans le titane α.

2.2.5.2 Influence des éléments d'alliage.

Dans le titane pur, la phase β n'est pas stable à température ambiante. La phase cc, observée dans la littérature, est toujours issue d'un alliage de titane renforcé en éléments bétagènes Nous allons aborder l'influence de ces éléments d'alliages sur les modes de déformation.

Il est généralement admis, que les modes de déformation activés dans la phase dépendent de sa stabilité chimique i.e. de sa composition en éléments bétagènes [Hanada 88].

2.2.5.3 Synthèse

Selon sa composition en éléments stabilisants bétagènes, la phase β se déforme suivant différents modes ; Pour des faibles concentrations le maclage {332}<113> - peu commun dans les cc - intervient et semble être lié à la formation de phase ω. La phase β stabilisée se déforme comme les métaux cc classiques soit par glissement $\frac{1}{2}\langle 111\rangle$ soit par maclage $\{11\bar{2}\}\langle 111\rangle$.

2.2.6 Accommodation de la déformation.

Nous connaissons maintenant le comportement individuel de chacune des phases. Ce dernier paragraphe expose le comportement global de l'alliage, c'est-à-dire les problèmes d'accommodation de la déformation dans les deux phases. Nous aborderons ainsi le rôle des relations d'orientation entre α et β puis le rôle des interfaces sur le mouvement des dislocations.

2.2.6.1 Relation d'orientation.

La germination de plaquettes α Widmanstätten ou d'aiguilles de martensite suit les relations d'orientation de Burgers $(0001)_\alpha \Rightarrow (011)_\beta et \langle 11\bar{2}0\rangle_\alpha \Rightarrow \langle 1\bar{1}1\rangle_\beta$. Ces relations induisent des coïncidences entre les plans et directions de glissement de la phase α et la phase β tels que :

$$(01\bar{1}0)_\alpha \| (211)_\beta et (0001)_\alpha \| (011)_\beta$$

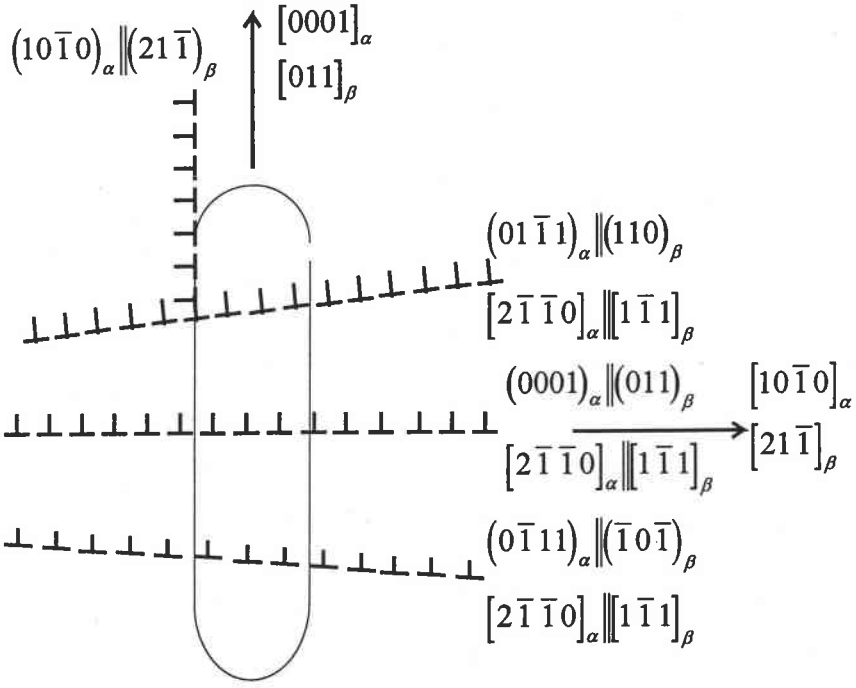


Figure 2-1 : Coïncidence entre systèmes de glissement

Les colonies de lamelles peuvent ainsi se déformer comme un seul grain où le glissement est initié dans la phase α et cisaille la phase β [Banerjee 93].

2.2.6.2 Rôle des interfaces.

Dans l'alliage TA6V, il existe plusieurs types d'interfaces : les joints entre α', les interfaces entre grains α' et la matrice (α' ou lamelle α") et les interphases entre β et α".

Les grains α' n'ont pas de relation d'orientation particulière avec la matrice. Les interfaces entre grains et les interphases α/β sont quelconques. Par contre les structures α secondaires suivent les relations de Burgers. Ce paragraphe expose la différence de comportement des dislocations, vis à vis de ces deux types d'interfaces.

Dans les grains α', les dislocations forment des empilements au niveau des joints [Welsch 77]. Jones et Hutchinson ont observé des bandes de glissement issues des joints triples ou des interfaces entre les grains α' et les grains de β transformée [Jones 81]. Feaugeas émet également l'hypothèse de source au niveau de ces interfaces α/β [Feaugeas 94]. Dans ce cas, les interfaces sont donc un obstacle au glissement du fait de leur forte désorientation.

Dans les structures aiguillées les interphases sont très souvent traversées par les plans de glissement [Ankem 80, Banerjee 93]. D'autre part, les interactions élastiques entre α et β dues aux relations d'orientation, produisent des concentrations qui peuvent induire dans l'une ou l'autre phase des systèmes de glissements secondaires inattendus par rapport aux déformations du monocristal [Ankem 80]. Ankem et Margolin ont calculé les déformations élastiques au niveau de l'interface α/β dans une structure de type Widmanstätten suivant les relations de Burgers [Ankem 80]. Les contraintes dues à l'interaction élastique peuvent atteindre 30 à 50% de la cission critique des plans selon la direction de l'axe de traction. Ainsi les contraintes élastiques dans β favorisent $(0001)\langle 11\bar{2}0\rangle$ dans α. Les glissements majoritaires du monocristal (P et π_1) sont moins favorisés. De la même manière le glissement {110}<111> est favorisé dans β.

2.2.6.3 Dureté relative des deux phases.

Le comportement de la phase β par rapport à la phase α' n'est pas clairement établi . On considère généralement que la phase β est plus dure que la phase α. Mais certains auteurs affirment le contraire [Welsch 82].

Si l'on ne se fie qu'à la fraction volumique, la phase β serait plus dure que la phase α. Une augmentation de la fraction volumique de phase β augmente la limite d'élasticité de l'alliage [Ankem 86].

2.2.6.4 Synthèse

Les grains α primaires de l'alliage TA6V se déforment suivant les mêmes systèmes que le titane α monocristallin. Les dislocations sont essentiellement vis et glissent dans les plans prismatiques.

Du fait de la présence d'éléments d'alliages, on observe un important durcissement par solution solide. D'autre part, les traitements thermiques peuvent favoriser la mise en ordre à courte distance d'oxygène et/ou d'aluminium et ainsi induire la localisation de la déformation. De plus la présence d'oxygène peut induire un changement de glissement principal.

Les structures aiguillées de type Widmanstätten ont un comportement particulier du fait des relations d'orientation de Burgers qui existent entre la phase α et la phase β ; Les interfaces sont très souvent traversées par les plans de glissement. Les contraintes dues aux interactions élastiques entre les deux phases favorisent le glissement basal dans la phase α.

2.2.7 Conclusions

La phase α hexagonale du titane présente des anomalies de comportement à température ambiante. Le non-respect de la loi de Schmid et la différence de mobilité des dislocations vis et coins témoignent de l'étalement du cœur des dislocations vis. Le mécanisme thermiquement activé est composé d'un mécanisme semblable au mécanisme de Peierls où la force de friction est due à l'étalement du cœur. Les impuretés interstitielles en affectant la structure de cœur des dislocations ont un effet durcissant.

La phase β cubique centrée est étudiée par analogie aux autres métaux cc et aux alliages β du titane. Dans les métaux cc purs, le cœur des dislocations vis de type $\frac{1}{2}\langle 111\rangle$ est également étalé sur plusieurs plans. Pour les alliages, le mode de déformation de β dépend de sa stabilité et donc de sa concentration en éléments bétagène. Avec la stabilité croissante, le mode de déformation principal passe de la transformation martensitique induite par la contrainte au maclage peu commun {332}<113> puis enfin au glissement classique des métaux cc : {112}<111>.

L'alliage TA6V contient généralement une fraction volumique de phase α majoritaire (supérieure à 80%). La phase α primaire du TA6V se déforme de la même manière que le titane α pur. La présence d'éléments d'alliage et d'impuretés peut contribuer à la localisation de la déformation ou au changement de mode principal. Enfin la phase β joue un rôle d'accommodation de la déformation. Du fait des relations d'orientation, l'interface α/β est facilement traversée et le glissement basal peut être favorisé dans la phase α et {110}<111> dans β. Selon le traitement thermique, la phase β forme de la martensite induite par la contrainte ou se déforme par glissement.

2.3 Comportement mécanique macroscopique du TA6V

2.3.1 Anisotropie élastique

Le but de ce paragraphe est de décrire sommairement la théorie de l'élasticité anisotrope et de s'en servir pour amener une discussion sur les différentes variables intéressantes dans le cadre de ce

travail : le calcul macroscopique des propriétés élastiques, les dislocations dans un milieu anisotrope et, pour finir, la dépendance des constantes élastique en fonction de la température.

2.3.1.1 Calcul macroscopique du module d'Young E

Le modèle le plus simple pour calculer les propriétés élastiques d'un matériau polycristallin est de prendre en compte uniquement la texture. Celui-ci, dans lequel on fait abstraction des interactions entre grains, consiste à effectuer une moyenne sur l'espace des orientations cristallographiques, pondérée par la fonction densité des orientations (F.D.O.), du tenseur des constantes élastiques [Voigt 1887] ou des compliances élastiques [Reuss 29].

En effet, les propriétés élastiques d'un cristal peuvent être décrite soit par le tenseur des constantes de compliance s_{ijkl} , soit par le tenseur des constantes élastique C_{ijkl} (S et C sont des tenseurs d'ordre 4). Les cristaux ne sont pas intrinsèquement isotrope, en tout cas, en ce qui concerne leurs propriétés élastiques.

Pour décrire le comportement élastique tridimensionnelle d'un monocristal, il faut 21 constantes. Plus le degré de symétrie du cristal est grand moins on a besoin de constantes pour décrire ses propriétés. Par exemple, pour calculer les propriétés élastiques dans les cristaux cubiques, qui ont le degré de symétrie le plus élevé, il suffit de deux constantes λ et μ (appelées constantes de Lamé).

Pour les métaux hexagonaux, il faut 5 constantes indépendantes et donc les cristaux hc sont très fortement anisotropes (intrinsèquement). Les composantes de la matrices de compliances sont :

$$\begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} & S_{13} & 0 & 0 & 0 \\ S_{12} & S_{11} & S_{13} & 0 & 0 & 0 \\ S_{13} & S_{13} & S_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & S_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & S_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2(S_{11}-S_{12}) \end{bmatrix}$$

La solution du champ de contrainte autour des dislocations, leurs énergies élastiques et l'interaction entre dislocations est basé la plupart du temps sur la théorie de l'élasticité isotrope, qui est bien souvent inadéquate même pour les cristaux cubiques.

Les propriétés physiques telles que l'élasticité ou la dilatation thermique, sont isotropes dans le plan de base de la maille hexagonale. Ceci entraîne que la connaissance de la figure de pôle (0002) suffit pour caractériser complètement les propriétés élastiques ou thermiques du polycristal [Nakatsuka 80, Humbert 90]. Ceci se traduit donc, au niveau des angles d'Euler, par le fait que l'angle φ_2 est superflu.

Les composantes d'un tenseur de rang 4, dans un repère défini par sa rotation g autour des axes de référence du monocristal, sont données, conformément aux règles de transformation tensorielle, par la relation :

$$s_{ijkl}(g) = a_{im}(g)a_{jn}(g)a_{ko}(g)a_{lp}(g)s_{mnop}$$

Les $a_{ij}(g)$ sont les coefficients directeurs permettant de définir les axes du cristal par rapport à des axes de références (les axes macroscopiques par exemple). Les s_{ijkl} désignent les compliances élastiques du monocristal, qui présentent les symétries suivantes :

$$s_{ijkl} = s_{ijlk} = s_{jilk} = s_{klij}$$

La valeur moyenne des composantes peut alors s'écrire :

$$s^{R}_{ijkl} = \left\langle s_{ijkl} \right\rangle = \int_{g} a_{io}(g) a_{jp}(g) a_{kp}(g) a_{lr}(g) s_{opqr} f(g) dg$$

Le produit des quatre cosinus directeurs peut se développer en une série de fonctions harmoniques sphériques généralisées au rang 4 et ne nécessitant que les rangs l pairs [Humbert 90] :

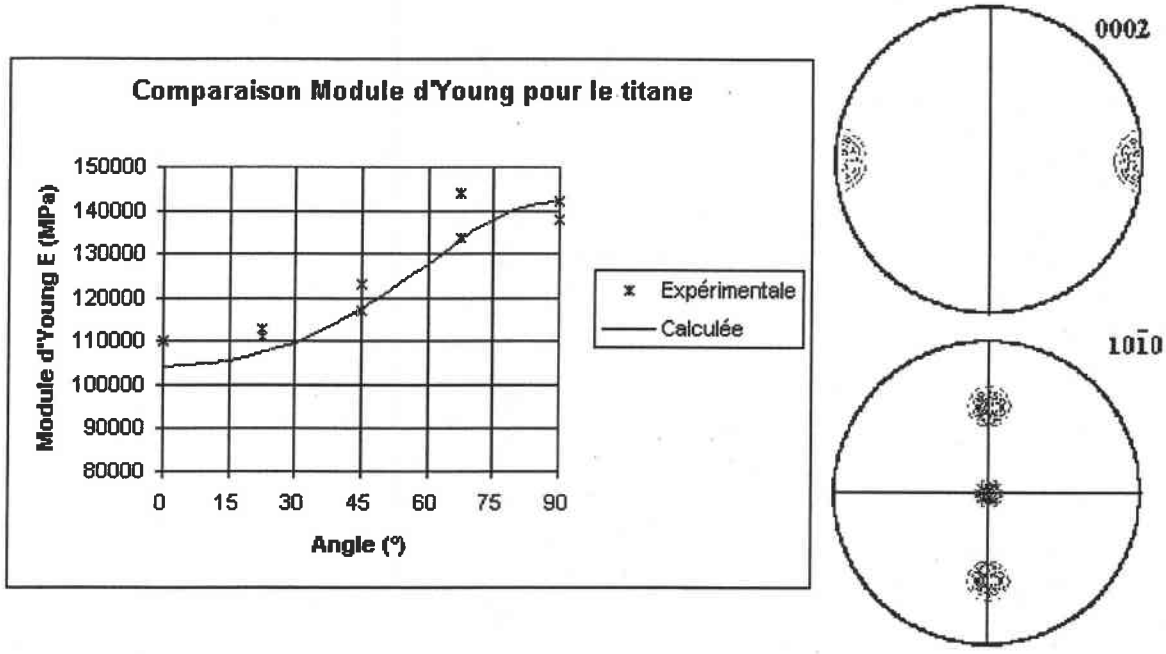


Figure 2-1: Comparaison entre le module d'Young expérimental de la thèse de Medina [Medina 95] et les calculs suivant Humbert [Humbert 90] en utilisant une orientation idéale (voir figures de pôles jointes)

2.3.1.2 Les dislocations dans un milieu anisotrope élastique

La détermination des systèmes de glissement de la déformation plastique des matériaux hc se discute assez fréquemment en termes de théorie élastique anisotrope [Tyson 67, Numakura et al. 92]. Bien que, dans beaucoup de cas, elle ne permet pas d'expliquer les observations expérimentales, elle peut servir de base à certaines réflexions.

En terme de théorie d'élasticité anisotrope, le plan de glissement favorable d'une dislocation, ayant un vecteur de Burger donné sera soit le plan sur lequel l'énergie totale est la plus faible, soit le plan sur lequel la contrainte requise pour le mouvement de glissement est la plus basse.

2.3.1.3 L'énergie totale

L'énergie totale d'une dislocation est la somme de l'énergie du cœur E_c de la dislocation et de l'énergie élastique emmagasinée dans son champ de contrainte E_{el} .

Comme l'énergie du cœur est faible (10% de l'énergie emmagasinée) et est peu anisotrope, nous considérerons que l'énergie élastique. L'énergie élastique par unité de longueur d'une dislocation dans un milieu anisotrope est donnée par :

$$E_{el} = \frac{Kb^2}{4\pi} \ln\left(\frac{R}{r_0}\right)$$

où K est le facteur d'énergie qui est fonction des constantes élastiques et de l'orientation de la dislocation, R est le rayon du champ de contrainte autour de la dislocation, r_0 est le rayon du cœur de la dislocation de vecteur de Burger b.

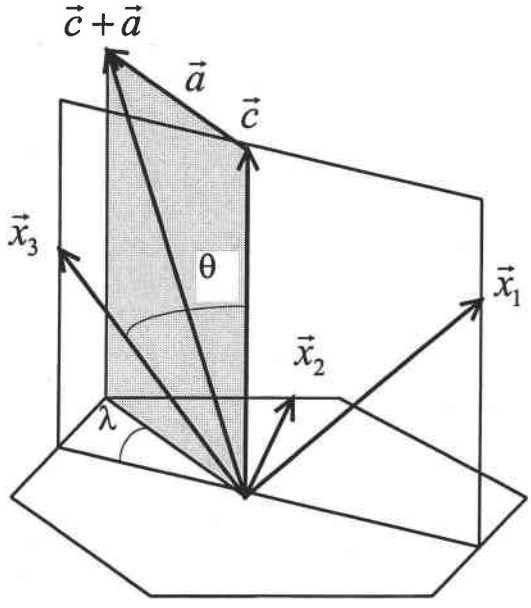


Figure 2-1 : Système cartésien pour une dislocation dans un hc.

L'expression analytique pour les facteurs d'énergie K des dislocations dans le cristal hexagonal a été donnée par Teutonico [Teutonico 70, 73] et Foreman [Foreman 55] :

$$Kb_0^2 = K_{11}b_1^2 + K_{22}b_2^2 + K_{33}b_3^2 + 2K_{13}b_1b_3$$

Dans cette expressions, les quantités (b_1, b_2; b_3) sont les composantes du vecteur de Burger $\vec{b}_0$ dans le repère cartésien $(\vec{x}_1, \vec{x}_2, \vec{x}_3)$ dans lequel $\vec{x}_3$ est parallèle à la dislocation, $\vec{x}_2$ se situe dans le plan basal et $\vec{x}_1$ fait un angle aigu avec l'axe $\vec{c}$ (voir Figure 2-1).

Les quantités (K_{11}, K_{22}, K_{33} et K_{13}) sont fonction seulement des 5 constantes indépendantes (c_{11}, c_{33}, c_{44}, c_{12}, c_{13}) et de θ l'angle entre l'axe de la dislocation et l'axe $\vec{c}$. Les formules nécessaires sont données en annexe.

Nous considérerons les dislocations avec les vecteurs de Burgers $\vec{a}$, $\vec{c}$ et $\vec{c}+\vec{a}$. Sur de simples considérations géométriques, nous sommes capables d'écrire les composantes des vecteurs de Burger en fonction de deux angles : θ et λ, où λ est défini comme l'angle entre le plan prismatique contenant les 3 vecteurs de Burgers et le plan prismatique contenant la dislocation (voir Figure 2-1).

En définissant Kb_0^2 comme le facteur d'énergie d'une dislocation avec le VB : $\vec{b}_0$, on obtient :

$$K_a = K_{11}\cos^2\theta\cos^2\lambda + K_{22}\sin^2\lambda + K_{33}\sin^2\theta\cos^2\lambda - K_{13}\sin 2\theta\cos^2\lambda\lambda$$

$$K_c = K_{11}\sin^2\theta + K_{33}\cos^2\theta + K_{13}\sin 2\theta$$

$$K_{c+a}\left(c^2+a^2\right) = K_{11}(c\sin\theta - a\cos\theta\cos\lambda)^2 + K_{22}a^2\sin^2\lambda + K_{33}(a\sin\theta\cos\lambda + a\cos\theta)^2$$

$$+ K_{13}\left[\left(c^2 - a^2\cos^2\lambda\right)\sin 2\theta - 2ac\cos\lambda\cos 2\theta\right]$$

3 TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Ce chapitre expose les différentes techniques expérimentales utilisées au cours de l'étude ainsi que les différents programmes informatiques élaborés dans le cadre de cette étude.
La première partie expose les essais mécaniques à chaud, les techniques de caractérisation de la microstructure et les techniques d'observation en MET *post mortem* et particulier la méthode utilisée pour déterminer les mécanismes de déformations.
La deuxième partie décrit les différents programmes informatiques, la détermination de l'orientation d'une cristallite à l'aide des lignes de Kikuchi, un rappel sur les lignes de Kikuchi sera fait, puis la détermination du mécanisme de déformation de cette cristallite (le vecteur de Burger des dislocations, la direction de la ligne des dislocations, le plan de glissement des dislocations). Un aperçu du programme de détermination des systèmes de maclage sera fait, bien que nous n'ayons vu aucun macle : la base de ce programme servant aussi pour la détermination des joints de grains. Et enfin nous expliquerons les programmes de détermination de l'épaisseur de la lame mince et de calcul des facteurs de Schmid.

3.1 Essais Mécaniques

Les essais mécaniques sont des essais de traction et de compression effectués dans une gamme de température entre 25°C et 800°C.

3.1.1 Machine de traction.

Les essais de traction ont été effectués sur une machine de type ZWICK équipé d'un four permettant de maintenir l'échantillon à haute température. Comme les éprouvettes de traction sont plates et qu'elles sont effectuées en température, il n'a pas été possible de fixer d'extensomètre à couteaux pour mesurer la déformation au cours de l'essai (Figure 3-1). La déformation enregistrée correspond au déplacement de la traverse.
La machine n'étant pas équipée d'un système informatique permettant le pilotage de la vitesse de la traverse, celle-ci est constante durant l'essai (le résultat intrinsèque d'une vitesse de traverse constante réside dans la variation de la vitesse de déformation durant l'essai).
Les deux vitesses de traverse choisies sont 100 mm/min et 1 mm/min. Ce qui correspond à des vitesses de déformation moyennes.

3.1.2 Eprouvettes de traction.

Les éprouvettes plates (voir Figure 3-1) ont subi des essais interrompus à 10% et à rupture. Il est à remarquer la forme particulière en triangle des têtes d'éprouvettes, due à la présence de mors de serrage d'une forme spécialement conçue pour cette utilisation. Ce montage particulier permet, contrairement au mors à griffe, de pouvoir faire des observations microstructurales après essais dans la zone peu affectée par la déformation située dans les têtes de l'éprouvette.
Les dimensions des éprouvettes de traction à chaud sont normalisées suivant la Norme Européenne EN 10002, qui prévoit une longueur utile de l'éprouvette de $l_0 = 5{,}65\sqrt{S_o}$.
Les éprouvettes ont été découpées soit à 0°, 45° ou 90° par rapport à la direction de laminage.

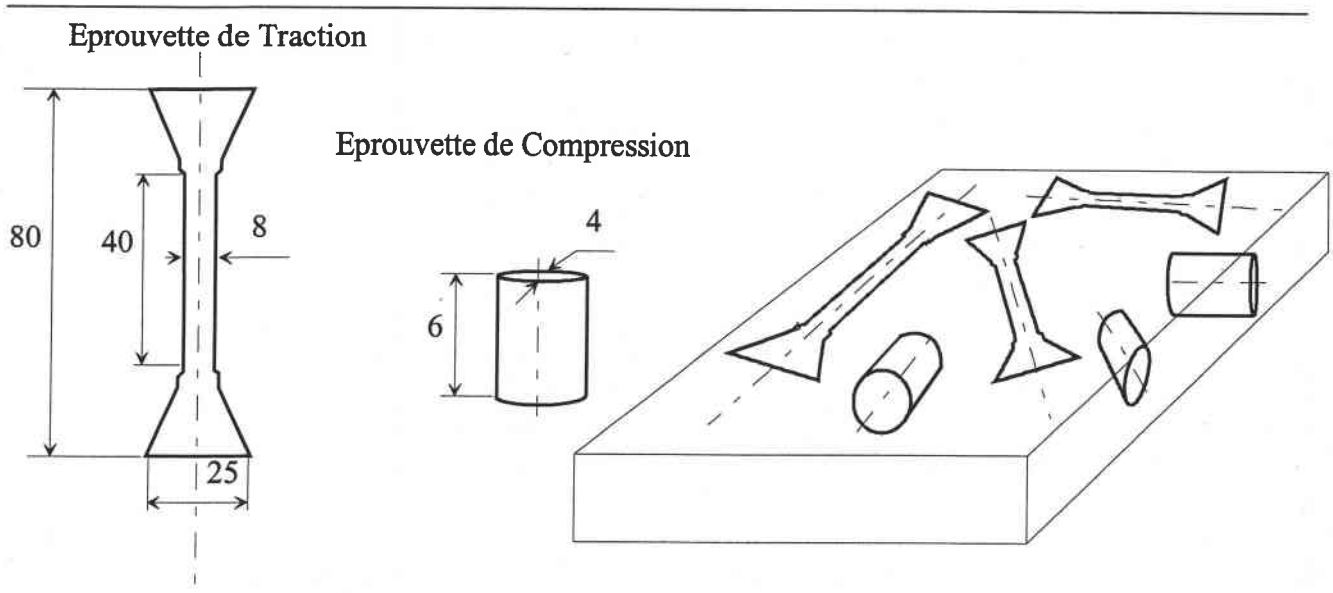


Figure 3-1 : Formes des éprouvettes de traction et de compression (selon norme EN 10002)

3.1.3 Machine de compression

Les essais de compression sont menés sur une machine de type MTS, équipée d'un four permettant de procéder à des essais à différentes températures et pilotée par un système informatique, Testoware SX.
Cette machine présente l'avantage de pouvoir adapter la vitesse de la traverse afin d'obtenir une vitesse de déformation constante durant l'essai.
Les vitesses de déformation choisies sont $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}\ s^{-1}$ et $\dot{\varepsilon} = 1\ s^{-1}$.

3.1.4 Eprouvettes de compression.

Le diamètre faible (4mm) des éprouvettes s'explique parce qu'elles ont été prélevées dans l'épaisseur de la tôle (5 mm), puis tournées pour obtenir les dimensions données sur la Figure 3-1. Les arêtes du cylindre sont chanfreinées et les surfaces en contact des pistons sont rugueuses de manière à obtenir une forme en tonneau pendant la déformation. Les dimensions du cylindre ont été choisies de manière à éviter le flambage (c'est-à-dire $L/d < 3$).
La génératrice de ces éprouvettes cylindriques forme soit un angle de 0°, soit de 45°, ou soit de 90° avec la direction de laminage de la tôle initiale.

3.2 Caractérisation de la microstructure

Les caractérisations microstructurales ont étés réalisés par microscopie optique, MEB, MET, microanalyse et diffraction des RX. Cette partie est consacrée à la description de ces techniques et aux préparations d'échantillons.

3.2.1 Préparation des échantillons

Microscopie optique.
L'échantillon brut de TA6V a été poli mécaniquement jusqu'au papier 1200, puis à la pâte diamant de 6,3 µm et 1 µm sur drap feutré. Ce polissage est assez délicat, car un temps trop long ou une pression inadaptée peuvent provoquer la formation de macles mécaniques. Il a été ensuite procédé à un polissage mécanique et chimique avec une solution OPS et de la pâte diamant de ¼ µm, également sur drap feutré.
Enfin l'échantillon a été attaqué avec le réactif KROLL, qui est une solution contenant :

96 ml d'eau distillée
2 ml d'acide nitrique HNO_3
2 ml d'acide fluorhydrique HF.

L'échantillon a été plongé pendant environ 8 secondes dans cette solution, puis rincé à l'eau distillée et à l'alcool et enfin séché. Ces proportions semblent être un bon compromis entre l'agressivité de l'attaque et un temps d'attaque facilement gérable par le manipulateur.

MET.

Les observations en MET ont été réalisées sur des lames minces de 3 mm de diamètre. Ces dernières sont amincies jusqu'à une épaisseur de 80 µm sur papier abrasif puis polies jusqu'au grade 1200 afin d'obtenir un bon état de surface. Enfin elles sont amincies électrolytiquement au Tenupol avec un bain (bain A3 de Struers) composée de :

34 % d'éther monobutylique
60 % de méthanol
6 % d'acide perchlorique

Les conditions de polissage : -20°C 30 V. Cette technique permet d'obtenir des lames amincies sur une large plage mais provoque un amincissement préférentiel de la phase β.

Le polissage ionique permet également d'amincir les échantillons en prenant une tension de 6,5 kV, un courant de 50 µA et un angle d'incidence de 12°. Cette technique évite l'attaque préférentielle de la phase β par rapport à la phase α qui est inhérente au polissage électrolytique. Cependant le polissage n'est pas uniforme et ne permet pas d'obtenir de grandes surfaces amincies (zones amincies inférieures à la taille d'un grain).

C'est donc le polissage électrolytique qui nous avons utilisé durant cette étude.

3.2.2 Caractérisation et analyse des phases.

Analyse RX.

Les paramètres de maille et les fractions volumiques des différentes phases en présence sont mesurés par diffraction X avec une anticathode en cobalt de longueur d'onde $\lambda = 0{,}178901$ nm. La fraction volumique est estimée par le calcul des aires relatives des pics de la phase α et β et par analyse d'image.

3.3 Détermination des systèmes de déformation en MET

La détermination des systèmes de déformation au MET s'effectue en plusieurs étapes que nous allons détailler ici.

3.3.1 Détermination de l'orientation du grain

La première phase est la détermination de l'orientation du grain. Il existe différentes méthodes pour déterminer l'orientation d'un grain en utilisant par exemple les diagrammes de points, les diagrammes de Kossel, les diagrammes LACBED (Large Angle Convergent Beam Electron Diffraction) ou les diagrammes de Kikuchi. La détermination de l'orientation des cristaux au moyen du diagramme de point est imprécise (~3° d'erreur angulaire). Pour une précision plus fine (de l'ordre ~0,1°), on utilisera préférentiellement les diagrammes de Kikuchi. Nous renvoyons le lecteur désireux d'en savoir plus sur les articles écrit par R. Schwarzer [Schwarzer 89], E. Bouzy *et al.* [Bouzy 99] ou Morawiec [Moraview 99].

La diffraction des électrons par des échantillons relativement épais (1000 Å et plus) fait apparaître, en plus des taches de diffraction, des paires de lignes blanches et noires. Ces lignes qui se déplacent en bloc lorsqu'on bascule l'échantillon portent le nom de Kikuchi qui, en 1928, a donné une explication à leur origine.

3.3.2 Origine des lignes de Kikuchi

Soit un faisceau d'électrons tombant sur un cristal (Figure 3-1). Si le cristal est assez épais, une partie des électrons, diffusés inélastiquement, tombe sur des plans (hkl) et est diffusée

élastiquement, lorsque la loi de Bragg est satisfaite (Figure 3-2). Les faisceaux d'électrons qui arrivent sous l'angle de Bragg θ_B sur la famille de plans réflecteurs (hkl) sont à leur tour diffractés.

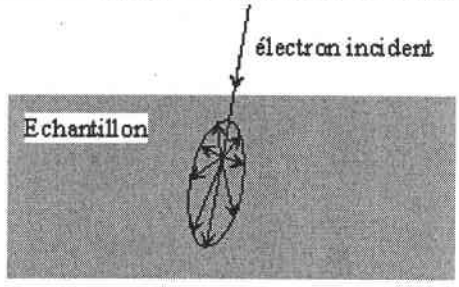


Figure 3-1 : Représentation schématique de la diffusion inélastique localisée sur un seul point de l'éprouvette

Comme l'intensité diffusée inélastiquement diminue quand l'angle de diffusion augmente, alors l'intensité diffusée K_1 est plus grande que K_2 . Le faisceau initialement le plus proche de l'axe optique est le plus intense donc le faisceau diffracté sera plus intense.

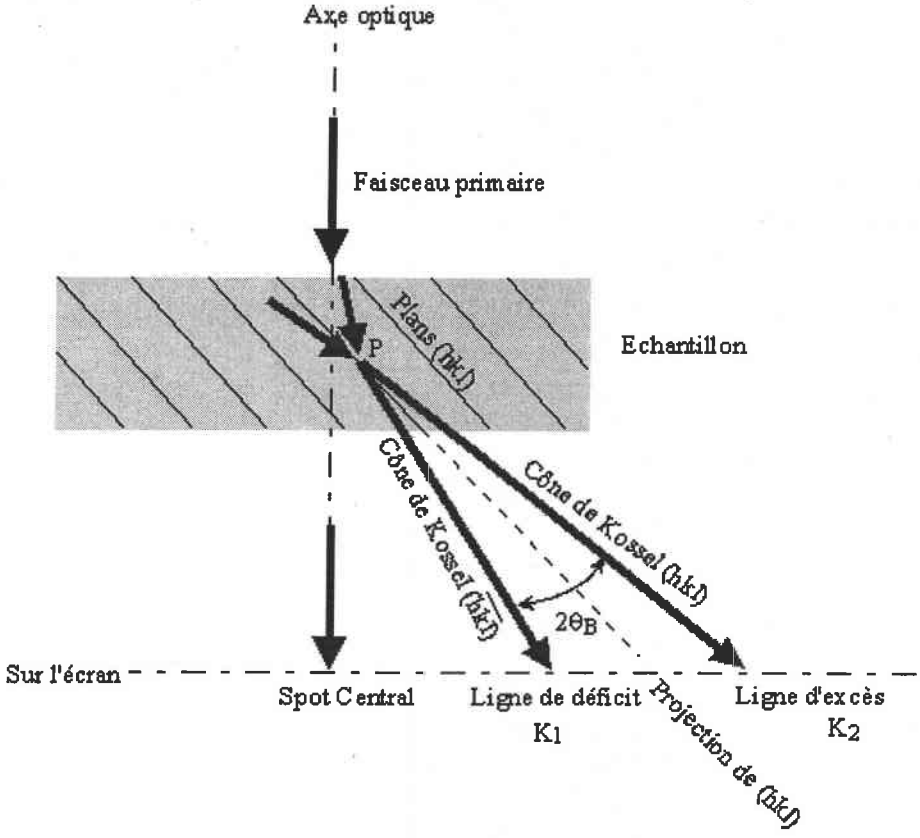


Figure 3-2 Formation et interprétation des lignes de Kikuchi

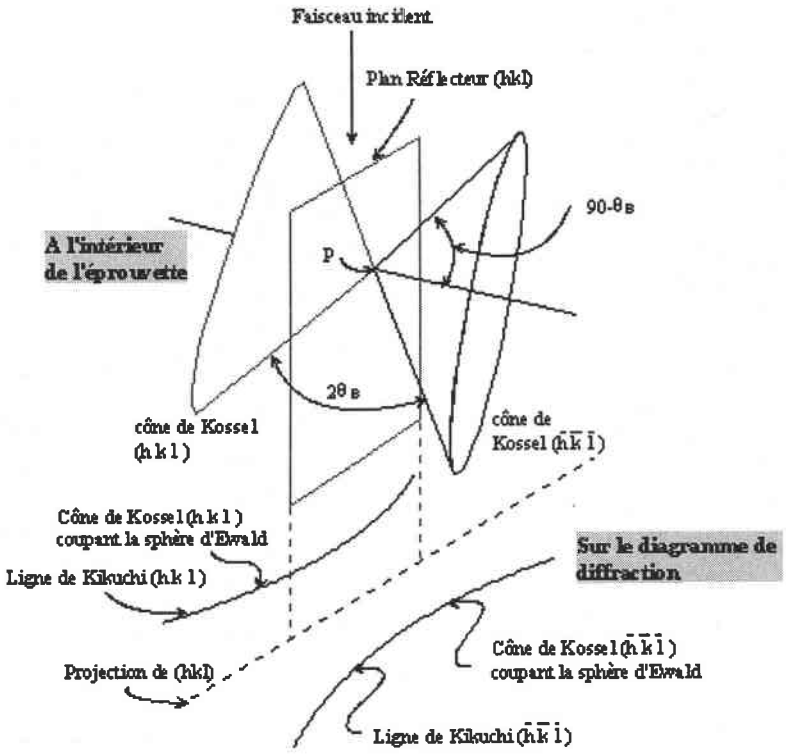


Figure 3-3 : Représentation schématique de la formation d'un diagramme de Kikuchi

La distribution de tous les rayons d'excès et de déficit d'électrons faisant θ_B avec les plans (hkl) sont deux cônes de demi-angle au sommet (90° -θ_B) et d'axe de révolution (la normale au plan (hkl))(Figure 3-3). L'intersection de ces cônes avec un plan perpendiculaire (l'écran) au faisceau incident donne des paires de branches d'hyperboles.
Comme l'angle θ_B est très petit, les branches d'hyperboles apparaissent sur le diagramme de diffraction comme des droites parallèles. Les droites sont associées par paires, une droite noire ou de déficit (K_1) et une droite blanche (K_2).
Dans tous les cas, la ligne de déficit (K_1), apparaissant donc noire, est celle qui est la plus proche de la tache centrale (Figure 3-2)

Résumé :
Dans l'approximation des petits angles, l'intersection des cônes d'excès et de déficit d'électrons avec l'écran est une paire de droites K_1 et K_2. Ces paires de lignes de Kikuchi sont parallèles à la trace des plans (hkl) et sont donc perpendiculaires aux vecteurs du réseau réciproque g_{hkl} correspondants.
La séparation angulaire des lignes est $2\theta_B$.
L'explication du contraste des lignes de Kikuchi est en fait très approchée. L'interprétation exacte de ce contraste est donnée par la théorie dynamique, tenant compte des interactions entre les diverses ondes.

3.3.3 Acquisition et Indexation des diagrammes de Kikuchi

L'acquisition des diagrammes de Kikuchi nécessite une caméra CCD ayant les caractéristiques suivantes:

- Une grande dynamique (c'est-à-dire un grand nombre de niveaux de gris)
- Temps d'exposition réglable (pour pouvoir minimiser la saturation des tâches les plus brillantes)
- Résolution d'au moins 512 x 512 pixels
- Possibilité de pouvoir coupler les pixels (binning) afin d'améliorer la dynamique

Le traitement des diagrammes avec un filtre (Krieger-Lassen) permet d'exalter les bandes du fond continu. Le filtre est du type :

$$I_{cor} = \exp(\log(I) - \text{passe-bas}(\log(I)))$$

Et donne le résultat ci dessus (Figure 3-1).

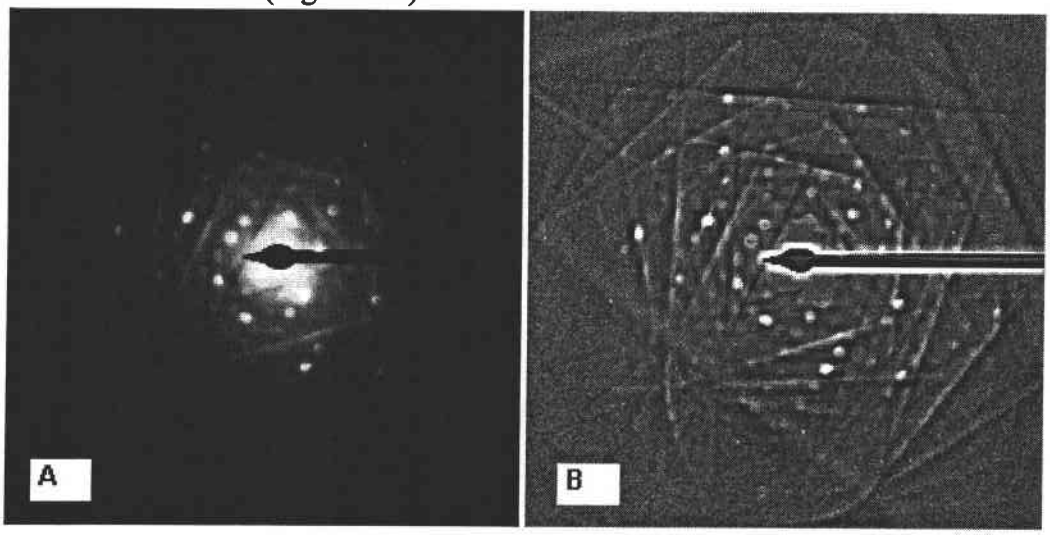


Figure 3-1 A) image non traitée B) Image traitée avec le filtre homomorphique

Acquisition des bandes

Quelques règles à respecter pour le logiciel élaboré au laboratoire :

1. Minimum trois bandes non concourantes
2. Spot central à l'intérieur du triangle définit par les trois bandes
3. Les trois bandes sont rentrées dans le sens trigonométriques

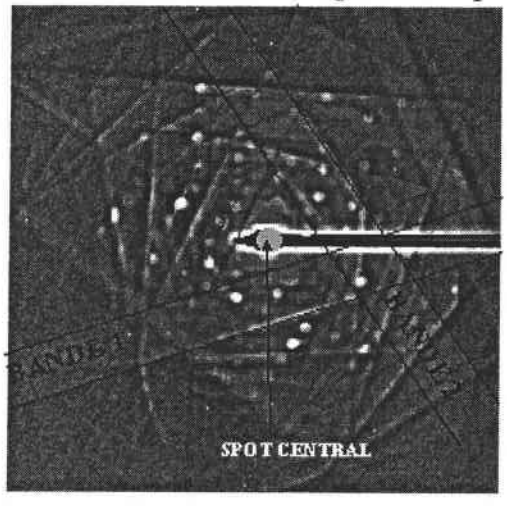


Figure 3-2 Exemple d'acquisition de bandes de Kikuchi en respectant les règles établie ci-dessus

Indexation

Il faut calculer pour chaque ligne les coefficients **a** et **b** de l'équation y = **a**x + **b** (voir Figure 3-3). Puis définir pour chaque ligne un vecteur allant du centre O (Spot central) à M (Point correspondant à la plus petite distance à la droite avec $\overrightarrow{P_1P_3} \cdot \overrightarrow{OM_2} = 0$). Le sens des vecteurs est choisi de manière à respecter le sens trigonométrique. La somme des trois vecteurs doit être nulle, par construction.

Nous obtenons pour chaque ligne, les vecteurs $\vec{r_1} = \overrightarrow{OM_1}$ *et* $\vec{r_2} = \overrightarrow{OM_2}$

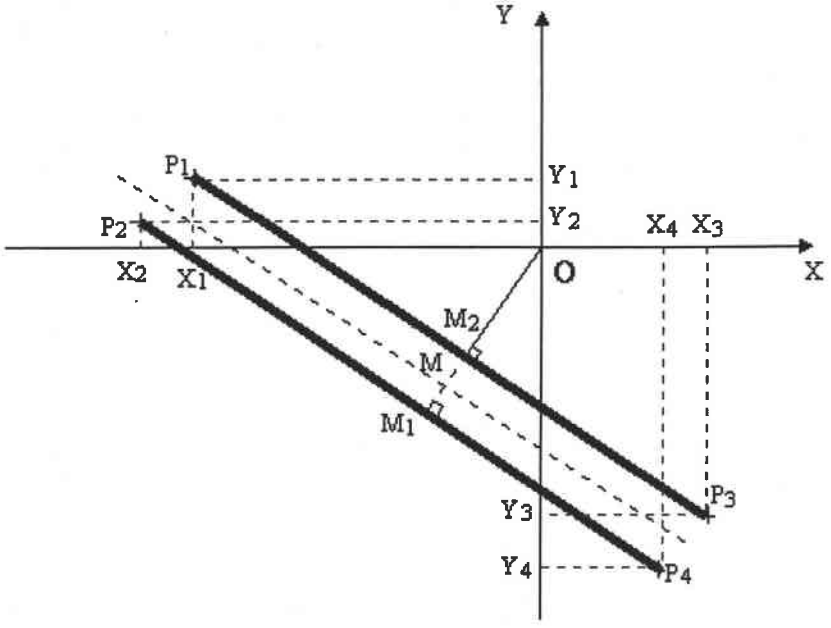


Figure 3-3 : Les quatre points (P_1, P_2, P_3, P_4) forment la paire de lignes de Kikuchi

Nous détaillons dans le paragraphe suivant la technique employée, le programme d'indexation se base sur ces calculs et sur quelques critères afin d'obtenir la bonne orientation.

Une première sélection s'effectuera sur le critère de largeur de bandes,

Une seconde sur le critère d'angle entre les bandes.

L'étape d'indexation consiste à associer à chaque bande un plan cristallographique

3.3.4 Procédure d'indexation des diagrammes de Kikuchi

La méthode utilisée est basée sur une routine développée par Thomas *et al.* (1967), un des pionniers de la cartographie d'orientation par les diagrammes de Kikuchi (Kikuchi Map). Le but est de déterminé la direction du faisceau primaire [UVW], qui se trouve dans l'axe optique (voir Figure 3-1). Pour obtenir une indexation , il faut au moins trois bandes dans le diagramme. Les données à notre disposition sont les vecteurs $\vec{r}_i$, L (la longueur de chambre) et les paramètres cristallins du matériau.

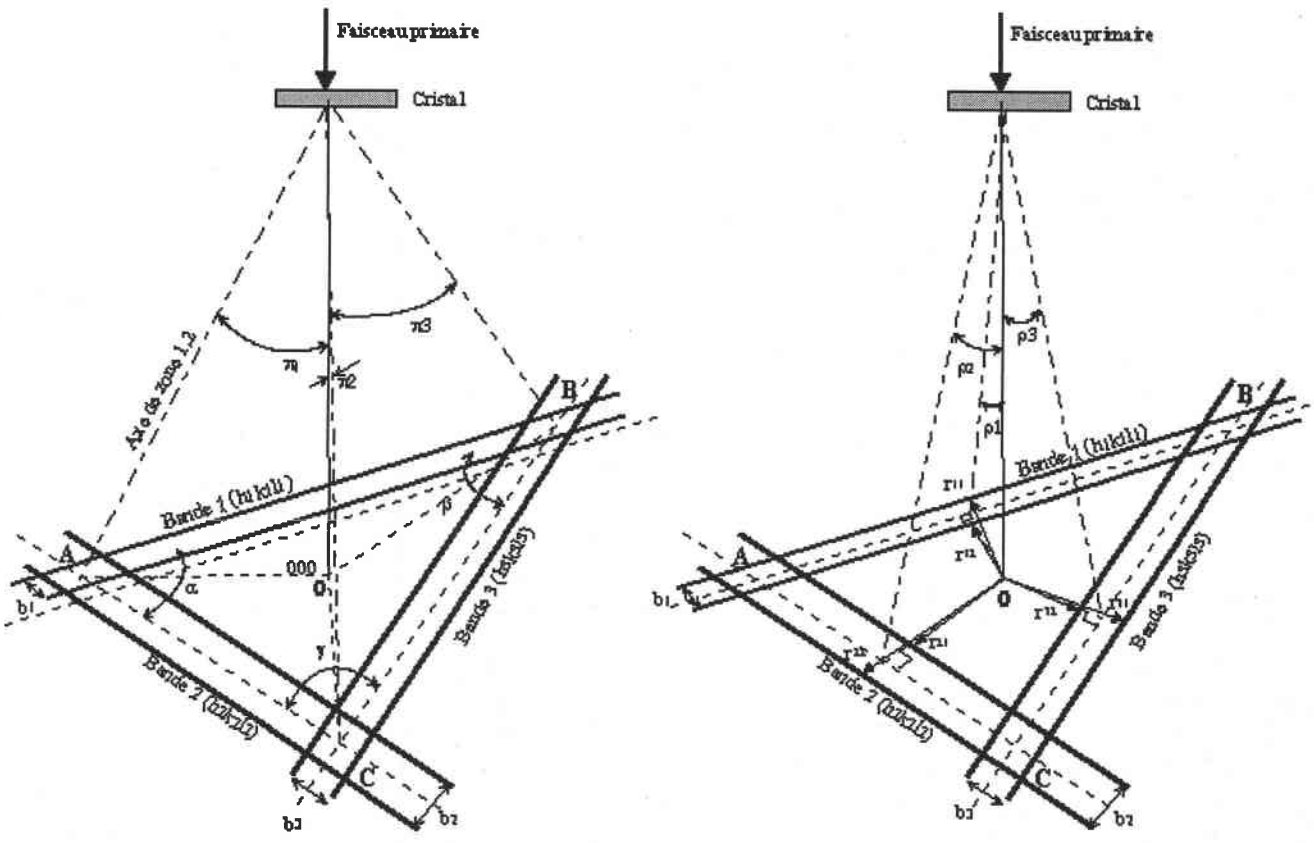


Figure 3-1 : :Une paire de lignes de Kikuchi des plans réflecteurs se croisent aux points A, B et C. Les distances de O aux points A, B et C correspondent aux angles entre la direction du faisceau et les trois axes de zones tandis que les angles α, β et γ correspondent aux angles entre les normales au plan. α est l'angle entre (h_1 k_1 l_1) et (h_2 k_2 l_2), etc.

Les Figure 3-3 et Figure 3-1 illustrant la formation des lignes de Kikuchi pour une inclinaison quelconque des plans réflecteurs (hkl) par rapport au faisceau transmis permettent d'écrire : $tg\rho = \frac{OM}{L}$. Nous suivrons le développement décrit par Schwarzer [Schwarzer 89] qui se déroule ainsi :

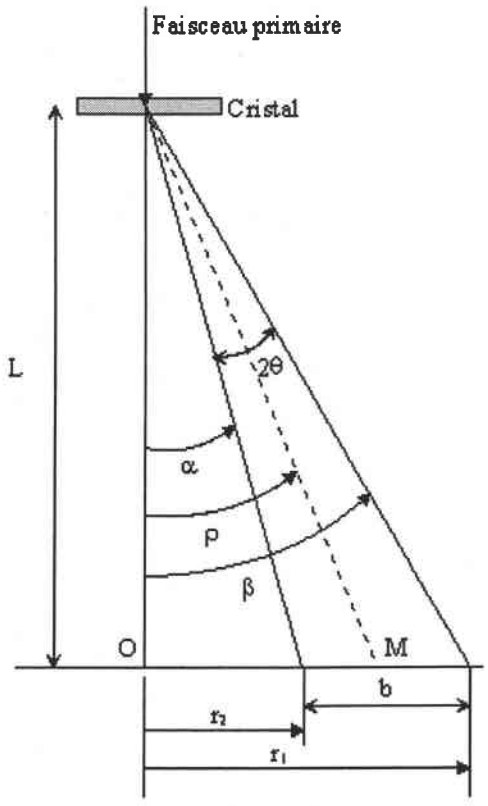


Figure 3-2: Représentation schématique du trajet des électrons

dans un diagramme de Kikuchi

La largeur de bande est : $b_i = r_{i1} - r_{i2}$, ainsi que :

$$\tan(\rho_i - \theta) = \tan\alpha = \frac{r_{i2}}{L}$$

$$\tan(\rho_i + \theta) = \tan\beta = \frac{r_{i1}}{L}$$

Ce qui permet d'écrire (théorème de l'addition pour la tangente)

$$\tan(\beta - \alpha) = \tan 2\cdot\theta = \frac{r_{i1} - r_{i2}}{L\cdot\left(1 + \frac{r_{i1}\cdot r_{i2}}{L^2}\right)}$$

en insérant la loi de Bragg

$$2\cdot\sin\theta = \frac{\lambda L}{d_i} \approx \tan 2\cdot\theta$$

on obtient $\frac{r_{i1} - r_{i2}}{1 + \frac{r_{i1}\cdot r_{i2}}{L^2}} = b_i \cdot s_i = \frac{\lambda\cdot L}{d_i} = \frac{m}{d_i}$

Avec $m = \lambda\cdot L$ et $s_i = \frac{1}{1 + \frac{r_{i1}\cdot r_{i2}}{L^2}}$.

Cette première étape nous permettra d'indexer les plans réflecteurs (hkl), ensuite nous rechercherons la direction [UVW], pour cela, on s'appuiera sur l'équation ci-dessous:

$$\tan(\alpha + \beta) = \tan 2\cdot\rho_i = \frac{r_{i1} + r_{i2}}{L\cdot\left(1 - \frac{r_{i1}\cdot r_{i2}}{L^2}\right)}.$$

L'angle (90° - ρ_i) entre la normale au plan (hkl) et la direction du faisceau primaire [UVW] s'écrira donc:

$$\cos\left(90°-\rho_i\right)=\frac{d_i}{I_{UVW}}(hu+kv+lw).$$

Avec d_i la distance interréticulaire du plan (hkl) et I_{UVW} le vecteur identité de la direction [UVW]. Nous n'avons plus qu'à résoudre le système de trois inconnues (U,V et W) avec les trois équations.

3.3.5 Contraste des dislocations et détermination du vecteur de Burgers

Une dislocation perturbe la distance d_{hkl} entre les plans cristallographiques (hkl) ainsi que leur orientation θ_B. Un cristal étant placé de telle sorte que la relation de Bragg soit vérifiée pour un plan cristallographique donné, la présence d'une dislocation détruit localement les conditions de réflexion puisque le réseau est déformé élastiquement autour de celles-ci. Elle apparaîtra comme une ligne sombre sur le champ d'observation si on se trouve en champ clair et comme une ligne claire si on se trouve en champ sombre. Mais, dans certaines orientations particulières, cette extinction n'aura pas lieu : ce sera le cas pour une dislocation vis dans le plan de réflexion et pour une dislocation coin perpendiculaire à ce plan, puisque alors les déplacements provoqués par la dislocation sont dans le plan de réflexion et ne modifient ni d_{hkl} ni θ_B. En somme la condition d'observation d'une dislocation vis par ce « contraste de diffraction » s 'écrit donc :

$$\vec{g}.\vec{b}\neq 0$$

ou $\vec{g}$ est le vecteur de [hkl]. Pour les plans tels que $\vec{g}.\vec{b}=0$, la dislocation n'est pas visible (**condition d'extinction**).

Cette condition nous permet alors de déterminer le vecteur de Burger $\vec{b}$ de la dislocation et ceci en trouvant au moins deux réflexes de diffraction g_1 et g_2 où cette dislocation disparaît. Il nous est apparu judicieux de récapituler dans le tableau suivant, les conditions d'extinction pour les hexagonaux.

Dans le cas des dislocations coins qui possèdent un champ de déformation plus complexe l'extinction aura également lieu à la condition supplémentaire suivante : $\vec{g}.\left(\vec{b}\wedge\vec{u}\right)=0$ avec $\vec{u}$ un vecteur orienté dans le sens de la ligne de dislocation. Par contre, dans le cas de dislocations parfaites à caractères mixtes, nous n'aurons pas une extinction totale de la dislocation (c'est-à-dire $\vec{g}.\vec{b}\neq 0$). Mais il existe toujours un minimum de contraste ($\vec{g}.\vec{b}=n$) il est presque toujours possible de déterminer le vecteur de Burgers d'une dislocation. En principe il est également possible de déterminer de la même façon le vecteur de Burgers de dislocations partielles à la différence que le critère d'extinction est $\vec{g}.\vec{b}=n$.

Cette méthode de détermination du vecteur de Burgers est imprécise, une méthode, plus précise, consiste à comparer le calcul de la répartition de l'intensité le long de la dislocation et l'image de la dislocation (Image Matching). Cette démarche fait appel à des simulations difficiles à mettre en place.

3.3.6 Détermination du plan de glissement

Enfin, après avoir déterminé l'orientation du grain et le vecteur de Burger de la dislocation, la dernière étape consiste à déterminer le plan de glissement de la dislocation.

La détermination du plan de glissement s'effectue à partir de la direction de la ligne de dislocation.

3.3.6.1 Direction de la ligne de dislocation

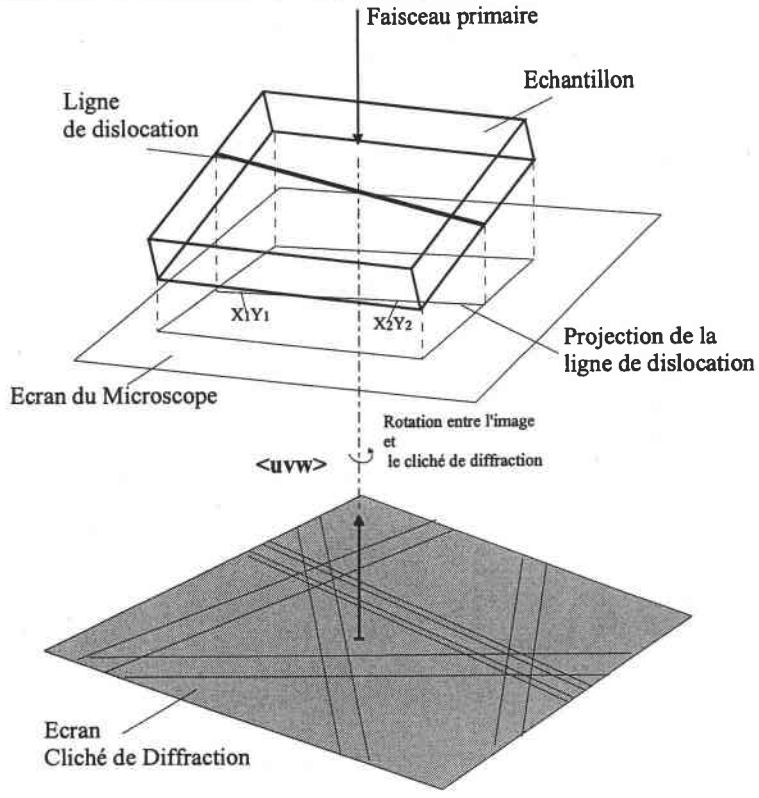


Figure 3-1 : Représentation schématique de la ligne de dislocation

En tenant compte de la rotation entre l'image et le cliché de diffraction, la direction cristallographique de la ligne de dislocation, dans le plan de projection, sera mesurée ($\vec{u}_{p,1}$).
De cette direction et grâce à la direction connue du faisceau primaire ($\vec{r}_{[uvw]}$), on pourra déterminer un plan contenant la ligne de dislocation :

$$\vec{u}_{p,1} \times \vec{r}_{[uvw]} = \vec{n}_{p,1}$$

Sur ce, l'échantillon devra être basculé vers une autre orientation (avec un fort contraste pour une meilleure visibilité de la dislocation), les nouveaux angles de tilt seront transmis au programme et la mesure sera faite encore une fois de la même manière que pour la première projection.
De cette deuxième direction projetée, on calculera une deuxième normale au plan $\vec{n}_{p,2}$.
La ligne d'intersection des deux plans est la ligne de dislocation recherchée. Elle sera égale à :

$$\vec{u} = \vec{n}_{p,1} \times \vec{n}_{p,2}$$

Pour réduire l'imprécision sur la mesure, on fera attention d'avoir une différence angulaire importante entre les deux orientations. Celles-ci sont obtenues pour un angle de tilt le plus divergent possible de la ligne de dislocation. Avec cette méthode, on arrive à déterminer la plupart des lignes dans le cristal.

3.3.6.2 Le plan de glissement

Avec le vecteur de Burger $\vec{b}$ et la direction de la ligne de dislocation $\vec{u}$, on peut déjà savoir le type de dislocation, vis, coin ou mixte. Dans les deux derniers cas (pour un angle entre $\vec{b}$ et $\vec{u}$ compris entre 5° et 95°) le plan de glissement $\vec{n}_S$ est le résultat du produit vectoriel de $\vec{b}$ et $\vec{u}$:

$$\vec{n}_S = \vec{b} \times \vec{u}$$

Pour les dislocations vis $\vec{b}$ et $\vec{u}$ sont parallèles, la détermination du plan de glissement nécessitera dans ce cas, d'autres mesures. Par exemple, dans les alliages de titane, on observe fréquemment un arrangement de dislocations vis sous forme de bandes de glissement (Figure 3-1), le plan de glissement pourra être alors déterminé.

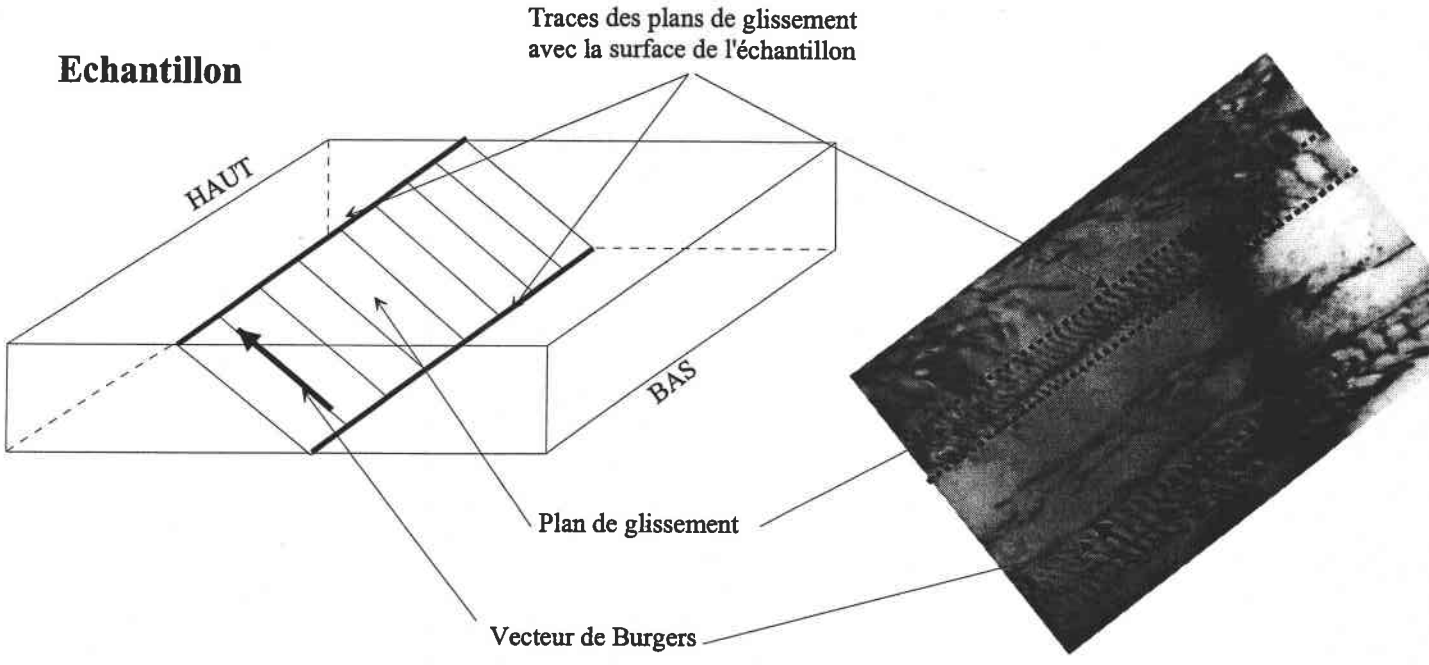


Figure 3-1 : Représentation schématique d'un arrangement de dislocations vis sous forme de bande de glissement

La marche atomique qui, par le mouvement d'une dislocation, naît à la surface, forme elle-même une dislocation avec des changements visibles de condition de réflexion.

3.4 Le Maclage

La détermination du système de maclage se calcule au moyen de la désorientation entre la matrice et la macle. On devra donc déterminer l'orientation de la macle et celle de la matrice. Il faudra s'assurer lors de la mesure, que les points de mesures soient le plus près possible l'un de l'autre, pour éviter d'éventuelles erreurs dues à la courbure de l'éprouvette ou due à la rotation du réseau. Soit G_M l'orientation de la matrice, soit G_T l'orientation de la macle, la désorientation ΔG sera calculée ainsi :

$$\Delta G = G_M \cdot G_T^{-1}$$

Comme chacune des orientations a n orientations symétriquement équivalentes (n est fonction de la symétrie cristalline, 12 pour les hexagonaux, 24 pour les cubiques,...), le nombre de désorientation symétriquement équivalente est n^2 (144 pour les hexagonaux, 576 pour les cubiques,...).
La désorientation sera donnée en angle et axe $(\omega, \vec{r})$:

$$\omega = ArcCos\left(\frac{trace(\Delta G) - 1}{2}\right)$$

et $r_1 = \Delta G_{23} - \Delta G_{32}$; $r_2 = \Delta G_{31} - \Delta G_{13}$; $r_3 = \Delta G_{12} - \Delta G_{21}$.

Où r_1, r_2, r_3 sont les composantes de $\vec{r}$ normalisé tel que $r_1 + r_2 + r_3 = 1$. Si $\omega = 180°$; on peut alors écrire les composantes de $\vec{r}$ ainsi : $r_i = \sqrt{\Delta G_{ii} + 1}$ avec i=1,2 ou 3
Pour les désorientations symétriquement équivalentes, nous avons une combinaison de n axes de rotation différents avec n angles de rotation différents. Dans le chapitre précédent, on a vu que la structure centrosymétrique de chaque type de macle se décrit par une rotation de 180° de la matrice autour de la direction η_1 ou de la direction $\vec{B}$, qui est perpendiculaire au plan de maclage K_1.
Les désorientations possibles seront sélectionnées parmi celles ayant un angle de rotation (ω) d'environ 180°. Comme critère supplémentaire, on restreint le nombre de désorientation à celles dont l'axe de rotation se trouve dans le triangle standard. L'utilisateur n'aura qu'à sélectionner le type

de maclage en comparant les valeurs calculées aux valeurs théoriques du système de maclage attendu.

3.5 Le calcul de la cission

Pour mieux apprécier le comportement mécanique d'un matériau, il est intéressant de calculer la cission résolue de chacun des systèmes de glissement susceptibles de se mettre en place dans les grains en tenant compte de leurs orientations et de la contrainte macroscopique appliquée. Ce calcul permet seulement d'appréhender le comportement mécanique d'un point de vue qualitatif, certaines hypothèses (pas d'interactions entre grains voisins, tenseur de contrainte microscopique égale au tenseur de contrainte macroscopique,...) sont trop simplificatrices pour "coller" à la réalité.
Pour un système de glissement donné, la relation entre la cission τ et la contrainte appliquée σ est la suivante:

$$\tau = \sigma \cdot \cos\phi \cdot \cos\lambda$$

ϕ l'angle entre $\vec{n}$ (normale au plan de glissement du système) et la direction de la contrainte uniaxiale,
λ l'angle entre $\vec{m}$ (direction de glissement) et la direction de la contrainte uniaxiale,

Pour une contrainte donnée σ, le glissement se produit si τ atteint une valeur critique τ_C.
Le calcul de la cission tient compte essentiellement d'aspects géométriques.
Il faudra d'abord procéder à quelques changement de repère.

3.5.1 Passage du repère cristallin au repère cristallin triorthonormé dans le cas général

Pour plus de clarté, nous utiliserons la notation "K_B" pour tous repères liés à la cristallite, et "K_A" pour le repère macroscopique.
Soient 2 repères liés à la cristallite, un repère triorthonormé $K_{B,O}$ avec $(\vec{i}, \vec{j}, \vec{k})$ comme vecteurs de base et un repère lié au réseau cristallin de paramètres de maille (a, b, c, α, β, γ) avec $(\vec{a}, \vec{b}, \vec{c})$ comme vecteurs de base (voir Figure 3-1). Les 2 repères sont liés par une matrice passage $\overline{\overline{A}}$.
Dans certains calculs, on travaille dans un repère triorthonormé dit "repère international" et défini par: $\vec{i} = \frac{\vec{a}}{a}; \vec{j} = \frac{\vec{a}_1 \wedge \vec{C}^*}{a \cdot C^* \cdot \sin\{\vec{a}, \vec{C}^*\}}, \vec{k} = \frac{\vec{C}^*}{C^*}$

Avec $(\vec{A}^*, \vec{B}^*, \vec{C}^*)$ les vecteurs de base du réseau réciproque définis par les relations suivantes :

$$\vec{A}^* = \frac{\vec{b} \wedge \vec{c}}{V}, \quad \vec{B}^* = \frac{\vec{c} \wedge \vec{a}}{V}, \quad \vec{C}^* = \frac{\vec{a} \wedge \vec{b}}{V}$$

V est le volume de la maille qui se calcule ainsi

$$V = abc\sqrt{1 - \cos^2\alpha - \cos^2\beta - \cos^2\gamma + 2.cois\alpha.\cos\beta.\cos\gamma} = \det(\overline{\overline{A}})$$

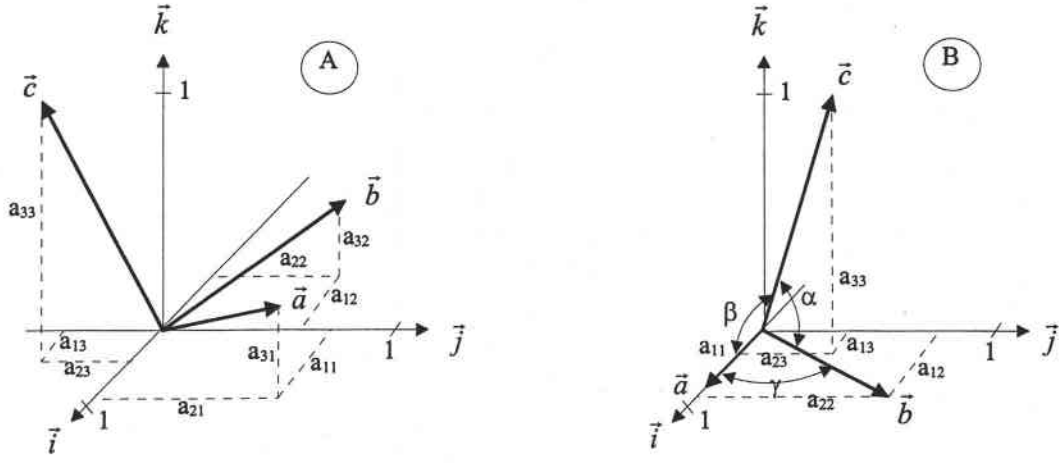


Figure 3-1 : A) Explication géométrique des 9 composantes de la matrice $\overline{\overline{A}}$, B) Quand on place le repère cristallin suivant le repère international, on obtient certaines composantes nulles dans $\overline{\overline{A}}$.

La matrice passage $\overline{\overline{A}}$, dans le cas général, et quand le repère cristallin est positionné suivant le repère international(Figure 3-1 B) est :

$$\overline{\overline{A}} = \begin{pmatrix} a & b.\cos\gamma & c.\cos\beta \\ 0 & b.\sin\gamma & \dfrac{c.(\cos\alpha - \cos\beta.\cos\gamma)}{\sin\gamma} \\ 0 & 0 & \dfrac{c.\sqrt{\left[1+2.\cos\alpha.\cos\beta.\cos\gamma - \left(\cos^2\alpha+\cos^2\beta+\cos^2\gamma\right)\right]}}{\sin\gamma} \end{pmatrix}$$

3.5.2 Passage du repère du cristal hexagonal $K_{B,C}$ au repère du cristal orthonormé $K_{B,O}$

On se place dans un repère cristallin orthonormé $K_{B,O}$. Il est lié au repère cristallin hexagonal $K_{B,C}$ représenté par la Figure 3-1.

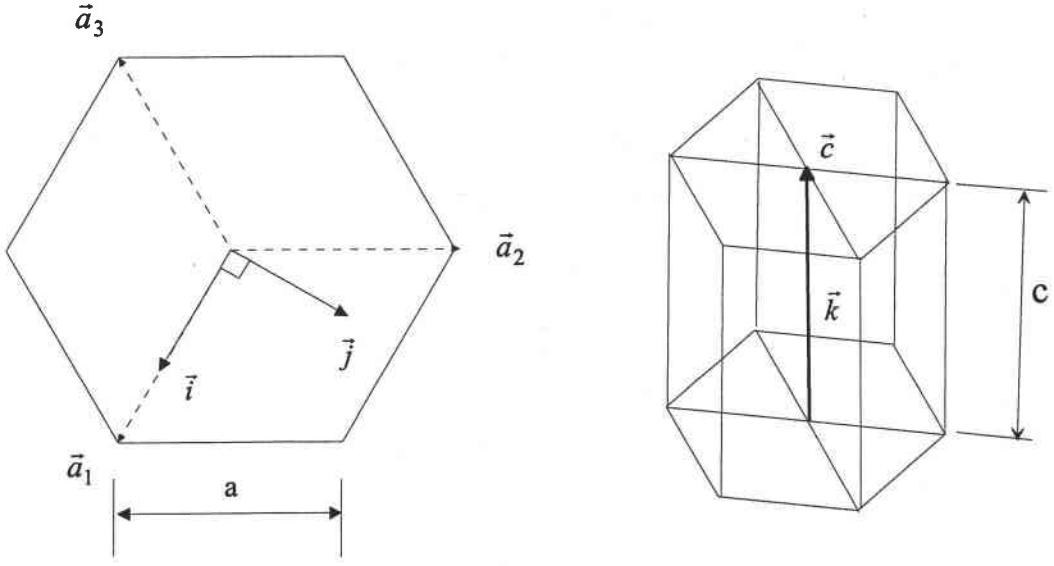


Figure 3-1 : Repère cristallin orthonormé $K_{B,O}$ lié au repère cristallin de l'hexagone $K_{B,C}$

Soit $\overline{\overline{A}}$ la matrice passage du repère $K_{B,C}$ vers la repère $K_{B,O}$, dans le cas des matériaux hexagonaux, la matrice $\overline{\overline{A}}$ se simplifie car a = b, $\alpha = \beta = 90°$ et $\gamma = 120°$, sous forme de tableau nous avons fait un récapitulatif des notations utilisées (nous utiliserons la notations à 4 indices).

Système	Repère orthonormé $K_{B,O}$	Repère hexagonal $K_{B,C}$ (4 indices)
Direction	$\begin{bmatrix} x \\ y \\ z \end{bmatrix}$	$\begin{bmatrix} u \\ v \\ t \\ w \end{bmatrix}$
Plan	$\begin{bmatrix} X \\ Y \\ Z \end{bmatrix}$	$\begin{bmatrix} h \\ k \\ i \\ l \end{bmatrix}$

Tableau 11 : Notations utilisées pour définir les plans et directions dans le repère orthonormé et dans le repère hexagonal.

$$\begin{bmatrix} x \\ y \\ z \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \sqrt{3} & \sqrt{3}/2 & 0 & 0 \\ 0 & 3/2 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c/a \end{bmatrix} \begin{bmatrix} u \\ v \\ t \\ w \end{bmatrix} \text{ et } \begin{bmatrix} X \\ Y \\ Z \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 2/\sqrt{3} & 1/\sqrt{3} & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & a/c \end{bmatrix} \begin{bmatrix} h \\ k \\ i \\ l \end{bmatrix}$$

a et c étant les paramètres de la maille hexagonale.

3.5.3 Passage du repère de l'échantillon K_A au repère $K_{B,O}$

Si notre cristallite (indice "K_B") a une orientation $\overline{\overline{G}}$ par rapport au repère macroscopique (indice "K_A"), alors un vecteur $\vec{v}$ du repère K_B s'exprimera dans le repère K_A ainsi :

$$\vec{v}_{KA} = \overline{\overline{G}} \cdot \vec{v}_{KB}$$

Si nous positionnons notre cristallite comme suit (Figure 3-1):

- les axes $\vec{c}$ sont dans le plan (DN, DT),
- ils sont inclinés d'un angle θ par rapport à DN
- le plan $\{11\bar{2}0\}$ est parallèle au plan (DN, DT).

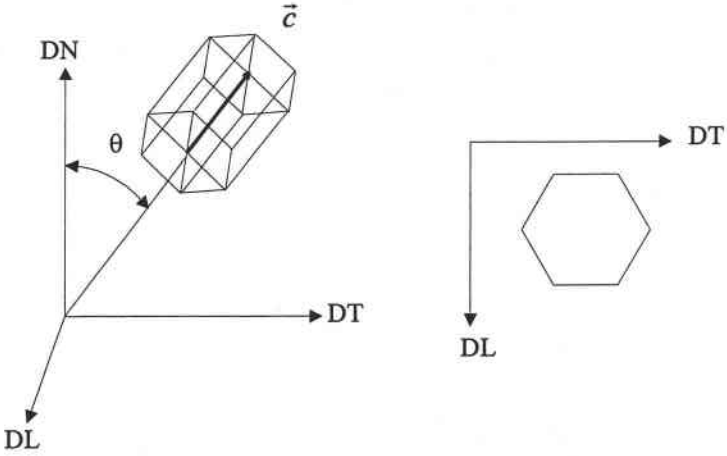


Figure 3-1 : Orientation du cristal dans le repère de l'échantillon

Nous pourrons exprimer le facteur de Schmid en fonction de l'angle θ pour le différents systèmes de glissement.

On effectue une rotation d'un angle θ autour de DL (Figure 3-1). $\overline{\overline{G}}$ notre matrice passage du repère K_A (DL, DT, DN) vers le repère $K_{B,O}$ $(\vec{i}, \vec{j}, \vec{k})$ s'exprimera alors ainsi:

$$\overline{\overline{G}} = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos\theta & -\sin\theta \\ 0 & \sin\theta & \cos\theta \end{bmatrix}$$

3.5.4 Le tenseur des contraintes macroscopique

Dans le repère K_A, le tenseur des contraintes macroscopique $\overline{\overline{\sigma}}$ pour une traction uniaxiale dans la direction de laminage est

$$\overline{\overline{\sigma_{Traction}}} = \sigma \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

et pour une compression dans DN :

$$\overline{\overline{\sigma_{Compression}}} = \sigma \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix}$$

A titre d'information on donne les tenseurs des contraintes pour une expansion biaxiale et pour un fluage dans DN

$$\overline{\overline{\sigma_{bi\,exp}}} = \sigma \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \text{ et } \overline{\overline{\sigma_{Fluage}}} = \sigma \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

Dans le repère $K_{B,O}$, le tenseur des contraintes $\overline{\overline{\sigma}}$ s'écrit :

$$\overline{\overline{G}}^T \cdot \overline{\overline{\sigma}} \cdot \overline{\overline{G}} = \sigma \cdot \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos^2\theta & -\sin\theta\cdot\cos\theta \\ 0 & -\sin\theta\cdot\cos\theta & \sin^2\theta \end{bmatrix} = \sigma \cdot \overline{\overline{C}}$$

3.5.5 Mode de calcul

Pour chaque système de glissement, les vecteurs $\vec{n}$ et $\vec{m}$ sont exprimés dans la base $K_{B,O}$ puis normés. Le tenseur des contraintes est également exprimés dans le repère $K_{B,O}$. La loi de Schmid s'écrit alors pour le tenseur de contrainte $\overline{\overline{\sigma}}$:

$$\tau = \vec{n} \cdot \overline{\overline{\sigma}} \cdot \vec{m} = \sigma_{ij} \cdot n_i \cdot m_j = \sigma_{ij}\left(C_{ij} \cdot n_i \cdot m_j\right)$$

Le facteur de Schmid s'exprime donc par ($C_{ij} \cdot n_i \cdot m_j$), on obtient alors l'évolution du facteur de Schmid en fonction de l'angle θ pour les différents systèmes de glissement (voir annexe).

3.6 Epaisseur de la lame mince

Pour déterminer la densité de dislocations et d'autres paramètres, la connaissance de l'épaisseur du domaine étudié est importante. Nous avons donc écrit un petit programme pour calculer l'épaisseur de la lame mince, qui se base sur le nombre n de franges d'égale inclinaison (appelées aussi franges d'égale épaisseur, ou encore contours d'épaisseur) : les distances entre les extrémaux de l'intensité dépendent de la distance d'extinction ξ_g et de l'épaisseur t (Figure 3-1).
On calcule la distance d'extinction ξ_g à partir de la formule :

$$\xi_g = \frac{\pi . V . \cos\theta}{\lambda . f(\theta)}$$

où $f(\theta)$ est l'amplitude de la diffusion atomique obtenue par des tables, θ est l'angle de Bragg, V est le volume de la maille et λ est la longueur d'onde des électrons. Comme la distance d'extinction dépend du type de réflexions et de la déviation à la position exacte de Bragg s, il faudra se mettre en condition deux ondes pour avoir s = 0 **et surtout connaître exactement l'orientation de la cristallite** (voir paragraphe précédent), afin de savoir sur quel plan (hkl) on se trouve.

Le volume élémentaire se calcule ainsi : $V = \frac{\det\left(\overline{\overline{A}}\right)}{M}$ avec M la multiplicité du mode de réseau (M = 4 pour un mode de réseau de type F, M= 1 pour I et M = 2 sinon), $\overline{\overline{A}}$ est la matrice permettant de passer du repère du système cristallin à un repère cristallin orthonormé d'où :

$$\overline{\overline{A}} = \begin{pmatrix} \sqrt{\frac{3}{2}} & 0 & 0 \\ -\frac{1}{2} & 1 & 0 \\ 0 & 0 & \frac{c}{a} \end{pmatrix}$$

et Ω se simplifie aussi : $\Omega = \frac{\sqrt{3}}{2}.a^2.c.$

Dans la formule de ξ_g intervient aussi λ (la longueur d'onde associé aux électrons), que nous calculerons avec la formule : $\lambda = \frac{h}{\sqrt{2mUe\left(1+\frac{eU}{2mc^2}\right)}}$ (avec h la constante de Planck, c la célérité de la lumière, m et e la masse et la charge de l'électron respectivement, U étant la tension d'accélération. Cette formule tient compte de la correction relativiste car à partir de U= 100 kV, l'erreur n'est plus négligeable. La table $f(\theta)$ a été mise sous forme de fichier, elle est fonction du Z (numéro atomique du matériau étudié), et de sinθ/λ. Le dernier terme est calculé avec la formule de Bragg $2.d_{hkl}.\sin\theta = \lambda$.

Connaissant le plan (hkl), qui est en axe de zone, on calcule d_{hkl}, dans les hexagonaux $\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{4}{3a^2}\left(h^2+hk+k^2\right)+\frac{1}{c^2}l^2$. A partir de là, on connaît ξ_g. La relation qui lie ξ_g et l'épaisseur t est la suivante : $t = (n+1).\xi_g.\cos(\chi)$.

n étant le nombre de frange et χ étant l'angle entre l'axe optique du microscope (z) et la normale au plan (z'') de l'échantillon, après que l'échantillon ait subit les deux angles de tilt (α et β).

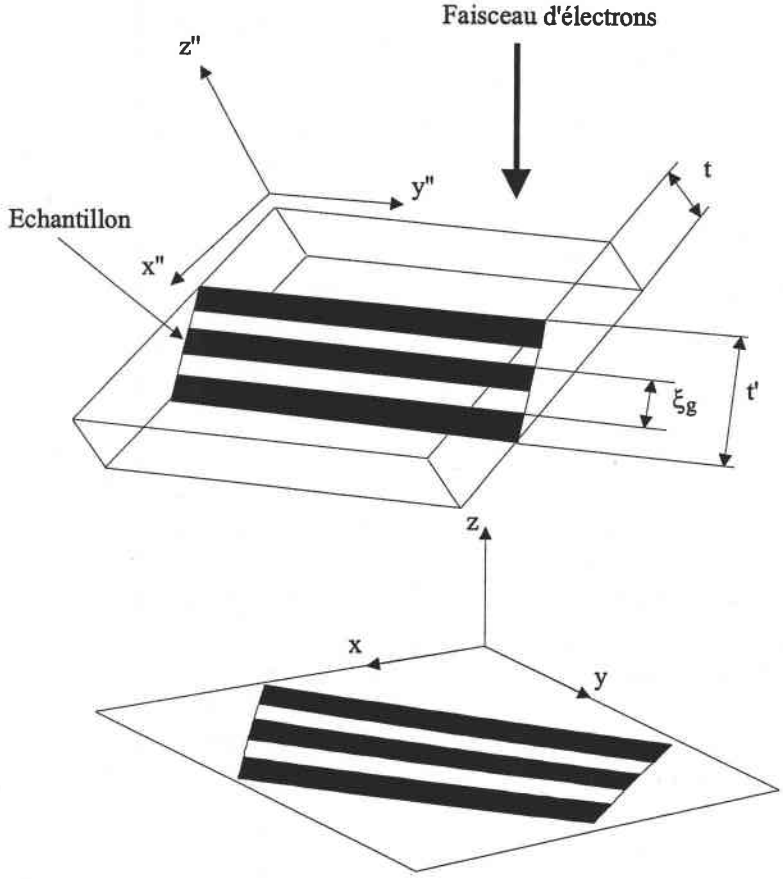


Figure 3-1 :Correction de l'angle de l'éprouvette pour en déterminer son épaisseur grâce aux lignes d'extinction.

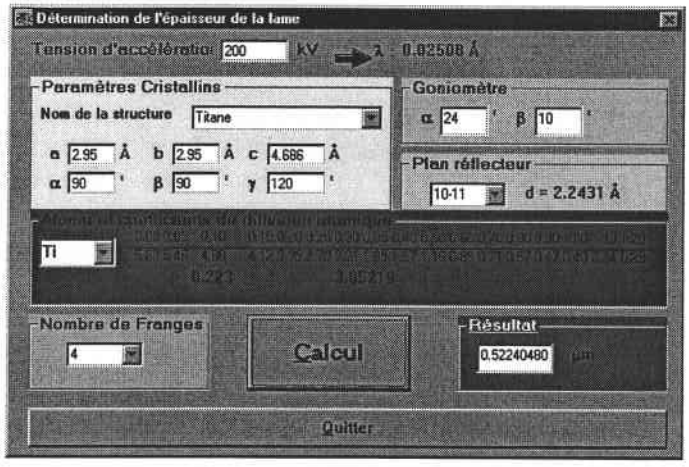


Figure 3-2 Fenêtre principale du programme où on entre la tension d'accélération, les paramètres cristallins du matériau, les angles de basculement du goniomètre, l'indice du plan réflecteur, l'élément et le nombre de franges.

Les améliorations futures porteront sur les possibilités de calculer les coefficients de diffusion atomique sur des matériaux complexes pour élargir la gamme de matériaux disponibles.

4 RESULTATS

Dans ce chapitre, nous allons caractériser l'état initial du point de vue structural et textural. Puis nous présenterons les résultats des essais mécaniques (traction et compression), l'influence de la température et de la vitesse de déformation sur la limite élastique, la contrainte maximale et enfin nous présenterons les résultats des observations en microscopie électronique à transmission.

4.1 Caractérisation microstructurale

Le matériau de base destiné aux expériences est une tôle de TA6V laminée à chaud à une température supérieure au transus αβ. Elle a donc été mise en forme alors que le titane avait une structure cubique. La tôle a été fournie par CEZUS.

4.1.1 Analyse chimique

Selon la société CEZUS, la composition de ce type de tôle est celle indiquée dans le Tableau 12

Composant	Ti	Al	V	Si	O	C	N	H
Pourcentage en poids	89.89	6.03 à 6.11	3.83 à 3.90	< 0.01	0.1 à 0,11	0,003 à 0.008	0.004 à 0.005	$< 5.10^{-4}$

Tableau 12 : Analyse chimique de l'alliage TA6V

Mais les impératifs industriels peuvent faire varier légèrement cette composition. C'est pourquoi il a été procédé à une analyse de type GDOES (Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy = analyse chimique sous forme vapeur) à des fins de vérification, surtout concernant les éléments rentrant dans la formule de l'oxygène équivalent (voir Tableau 13).

Composant	Ti	Al	V	O	N+O
Pourcentage en poids	90.6586	5.9634	3.3039	0.0742	< 100 ppm

Tableau 13 analyse chimique de type GDOES

Les éléments rentrant dans la formulation de l'oxygène équivalent sont le carbone, l'azote, et naturellement l'oxygène. Ces atomes se situent en position interstitielle dans la maille du titane. Sa formule est la suivante : $O_{eq} = 2/3C + 2N + O$.
Ce qui chiffre pour l'analyse GDOES un pourcentage d'oxygène équivalent de 0,1001% w. Ce chiffre est légèrement en dessous de la tolérance calculée à partir de la composition fournie par la société CEZUS qui se situe entre 0,11 et 0,1253% w.

4.1.2 microscopie optique

L'alliage de TA6V est un alliage biphasé, les grains α ont une forme équiaxe, ils sont décorés par des particules de grains β.

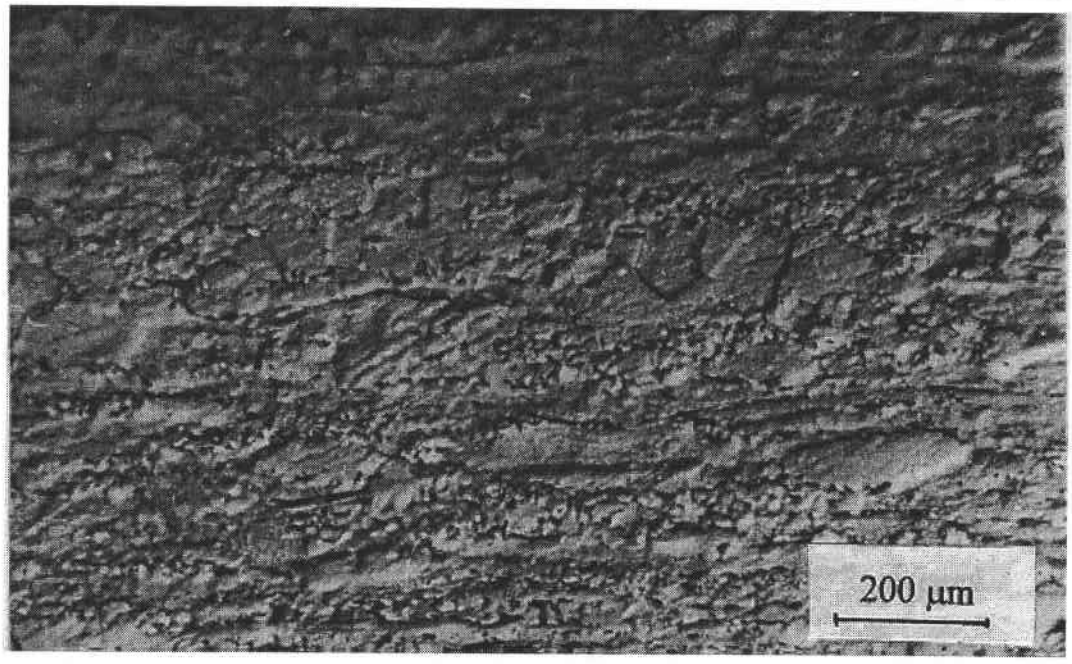


Figure 4-1 : Micrographie optique du TA6V

4.1.3 Texture

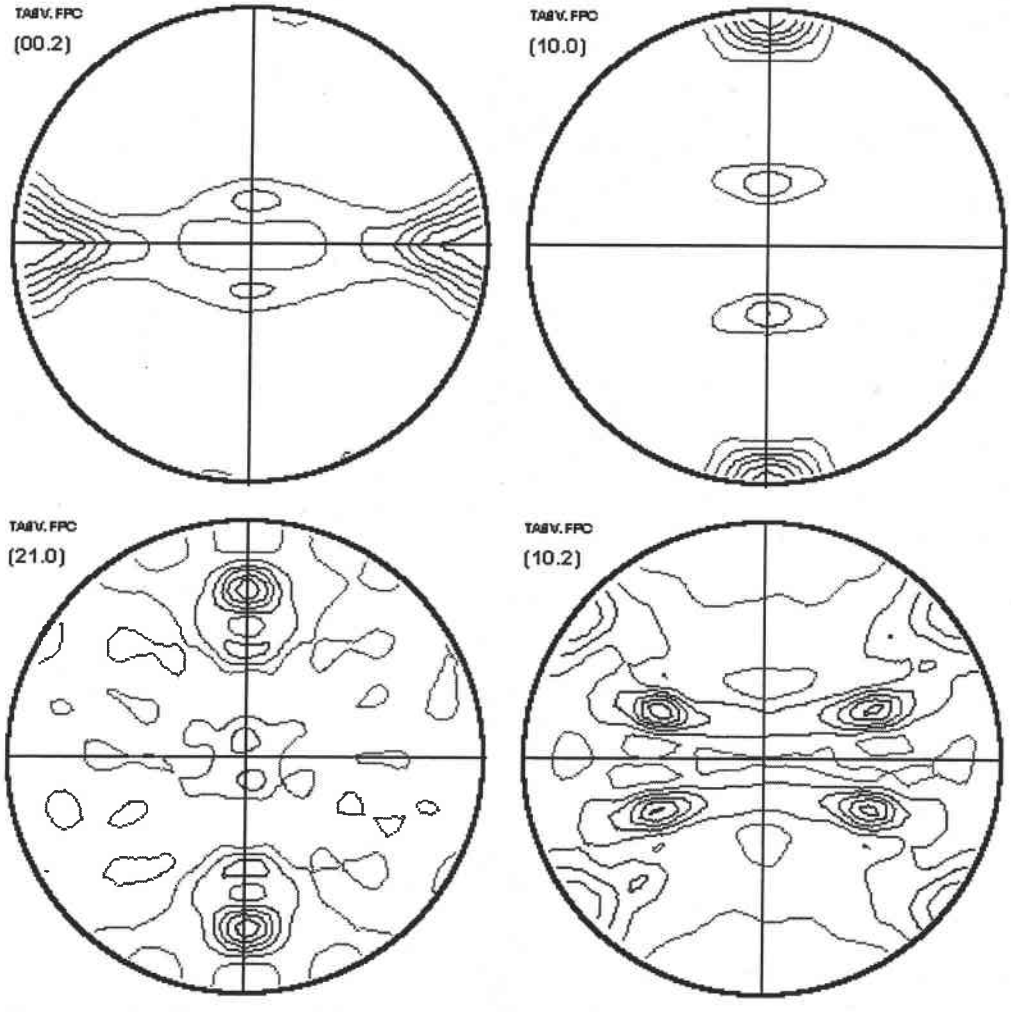


*Figure 4-1 :**Figures de Pôles recalculées de la tôle TA6V***

La tôle de TA6V dans laquelle ont été découpé les échantillons possède une texture fortement marquée, car l'axe $\vec{c}$ de la maille hexagonale se trouve préférentiellement orienté suivant la normale au plan transverse.

4.1.4 Le sens de prélèvement des éprouvettes

Notre tôle présente une texture fortement marquée, que l'on considèrera comme un monocristal d'orientation φ_1=0°, ϕ=90°, et φ_2=0° ou 60°, il devient judicieux de prendre des sens de prélèvements d'éprouvettes où on est sûr d'activer différents systèmes. Sur la Figure 4-1 est représenté le sens de prélèvement des éprouvettes.

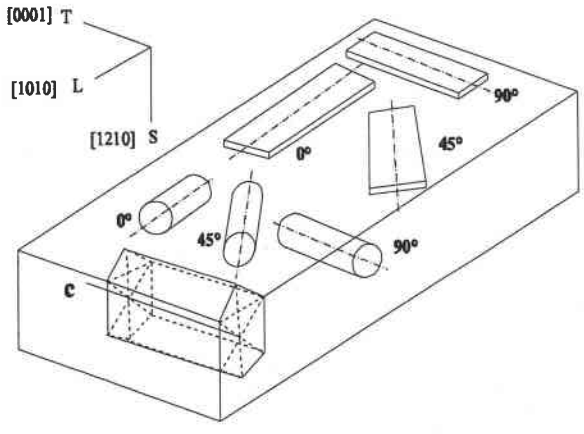


Figure 4-1 : Représentation schématique de la tôle et du monocristal (0°, 90°, 0°) ainsi que les éprouvettes de traction et de compression et leurs sens de prélèvement.

4.1.5 Evolution de la taille des grains et de la fraction volumique de la phase β en fonction de la température

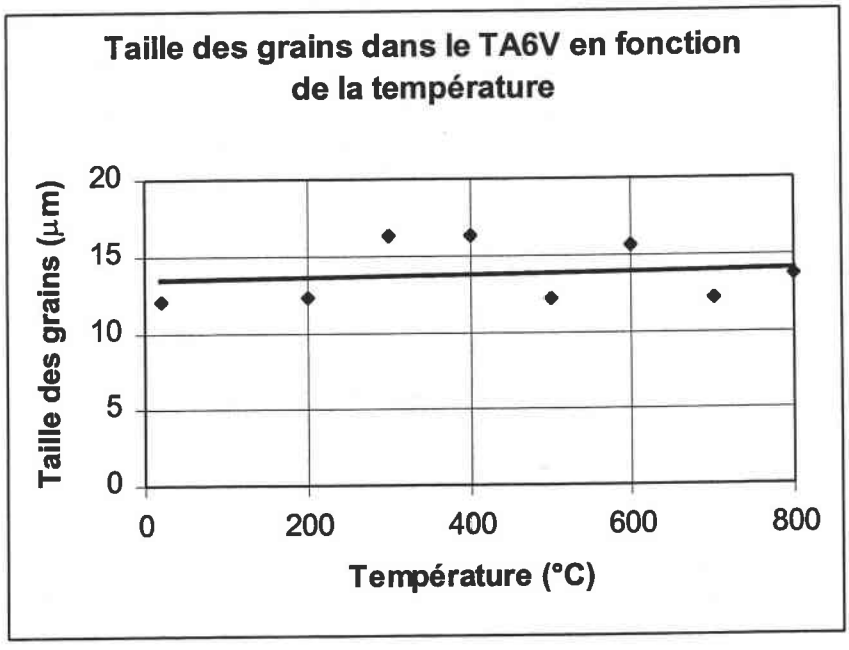


Figure 4-1 La taille de grains α en fonction de la température dans le TA6V

Chaque échantillon est maintenu en température pendant 30 min. La taille de grains α reste constante avec la température ($\bar{d}$ = 14 µm, moyenne prise sur 1000 grains). On peut penser que la phase β joue un rôle en bloquant le mouvement des joints de grains.
L'étude de l'évolution de la phase β peut nous renseigner sur son rôle au fur et à mesure de la température.

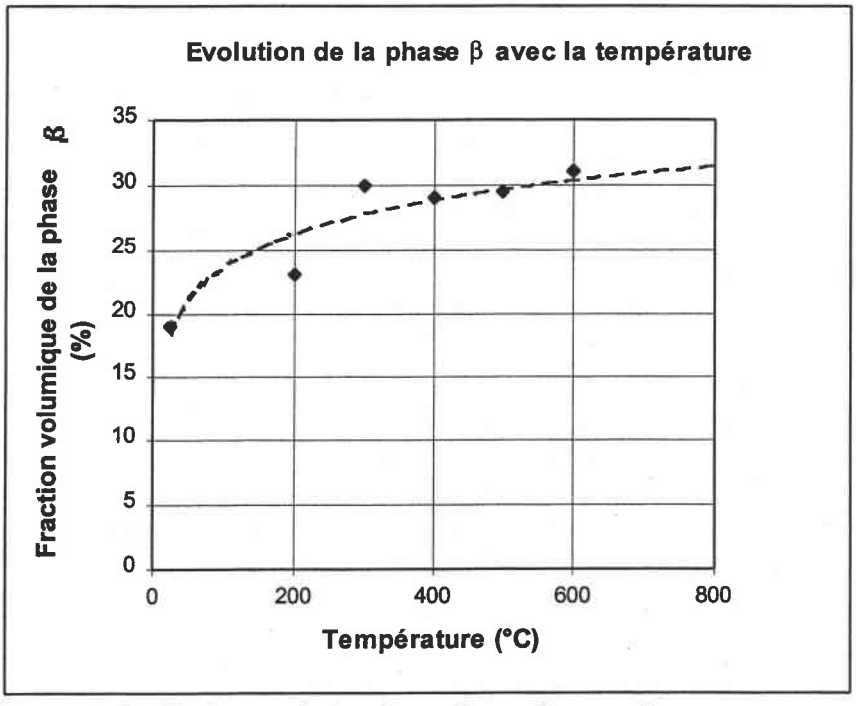


Figure 4-2 : Evolution de la phase β avec la température

La fraction volumique de la phase β avec la température a été déterminé par une technique d'analyse d'image. Les échantillons sont polis et attaqués chimiquement. L'analyse d'image est faite à l'aide d'un microscope à balayage couplé avec une caméra qui transmet les images numérisés à un ordinateur. L'image est alors traitée pour améliorer le contraste entre les phases. Il faut noter que les phases α et β dans l'alliage TA6V peuvent être facilement distinguées par contraste chimique en mode "électrons rétrodiffusés". Toutefois l'attaque chimique accentue le pourcentage de phase β. L'évolution du pourcentage de la phase β suit une loi de type exponentiel que nous avons tracé sur la figure (*Figure 4-2*). Vers les 800°C, on obtient une valeur de 32 % de phase β ce qui est accord avec l'étude du diagramme ternaire (Ti – Al – V) à 800°C qui nous donne une valeur de 33 % (voir Figure 4-3)

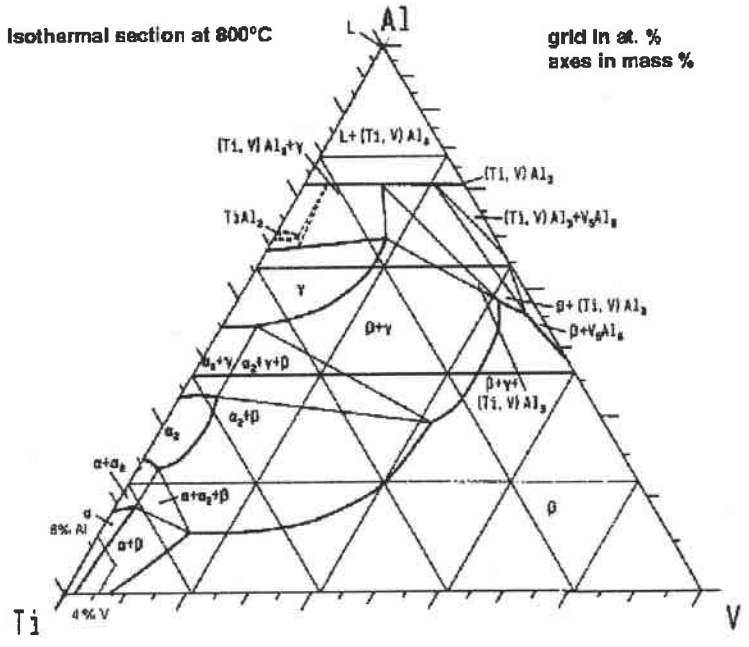


Figure 4-3 : Diagramme ternaire Ti - Al - V à 800°C. on peut voir que le pourcentage de β est environ 30%.

4.2 Comportement macroscopique

On peut dégager, en analysant les différentes courbes, les influences des différents paramètres mis en jeu sur les propriétés mécaniques.

4.2.1 Influence de la vitesse de déformation.

Lorsque la vitesse de déformation augmente, la limite apparente d'élasticité $\sigma_{0.2\%}$ et le module de YOUNG augmentent dans la quasi-totalité des cas, quelque soit la température et l'orientation de la découpe de l'éprouvette.

La contrainte maximum σ_{max} a elle aussi tendance à décroître avec la température, mais ce caractère n'est pas très marqué pour les éprouvettes découpées dans le sens du laminage, alors qu'au contraire il l'est très fortement pour les éprouvettes découpées dans le sens radial.

Le coefficient d'écrouissage a tendance globalement à augmenter avec la température pour les éprouvettes à 0° et à 45°. Au contraire, les éprouvettes à 90°, il a tendance globalement à diminuer avec la vitesse. Il est possible de remarquer qu'il semble exister une température de transition pour le coefficient d'écrouissage. En-dessous de cette température, il tendrait à diminuer avec la vitesse et au-dessus, il tendrait à augmenter. Pour les éprouvettes découpées dans le sens du laminage, cette température semble se situer aux environs de 200°C et pour les éprouvettes à 45°, aux environs de 400°C.

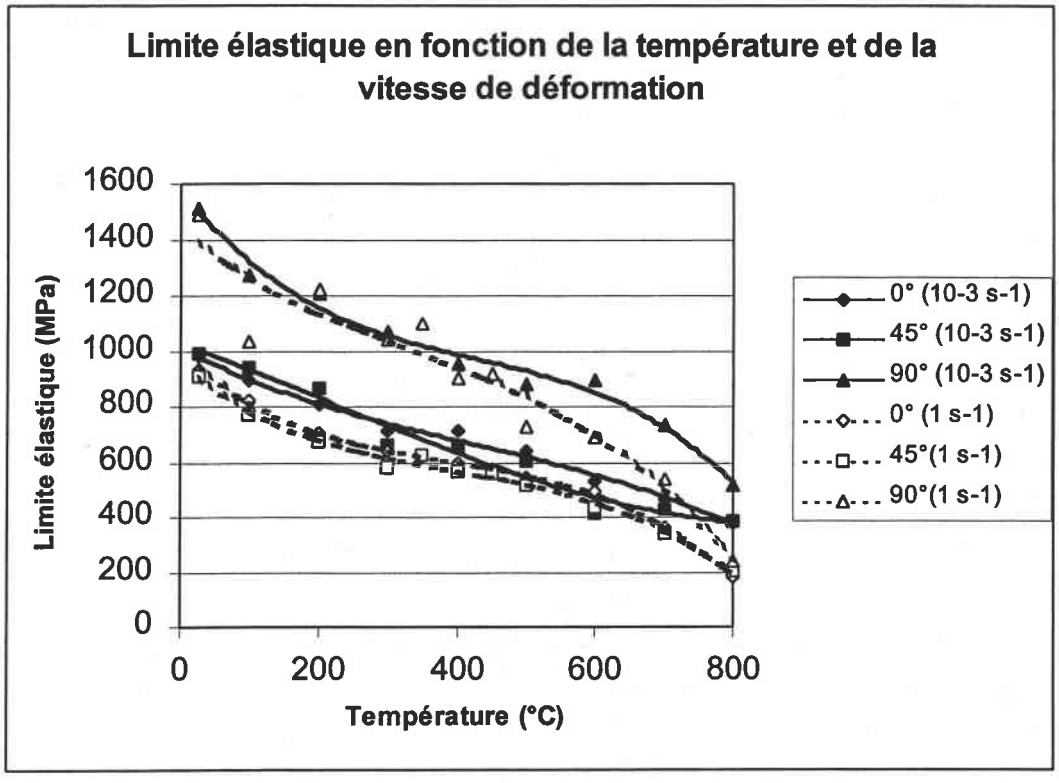


*Figure 4-1 :**Influence de la vitesse de déformation sur la limite élastique dans le TA6V***

La contrainte ainsi que l'allongement à la rupture σ_{rupt} et ε_{rupt} font preuve d'une forte tendance à augmenter avec la température pour les éprouvettes découpées dans le sens radial. Le faible taux de rupture enregistré pour les autres orientations ne permettent pas de faire une telle affirmation pour ces dernières.

Pour les deux vitesses, la direction perpendiculaire à celle du laminage offre les plus fortes valeurs de contraintes maximum. Pour une vitesse de déformation de $10^{-3}s^{-1}$, viennent la direction à 45° puis la direction de laminage, et vice-versa pour une vitesse de $\dot{\varepsilon} = 1s^{-1}$. Pour cette dernière vitesse, on peut remarquer une zone entre 400 et 500°C où cet ordre est inversé.

Ce genre de classement n'apparait pas aussi clairement pour le coefficient d'écrouissage n. Malgré tout, après comptabilisation, on s'aperçoit, et ceci pour les deux vitesses, que les plus forts coefficients d'écrouissage sont ceux de la direction perpendiculaire à celle du laminage, suivie de celle à 45° et ensuite de la direction de laminage.

4.2.2 Influence de la température.

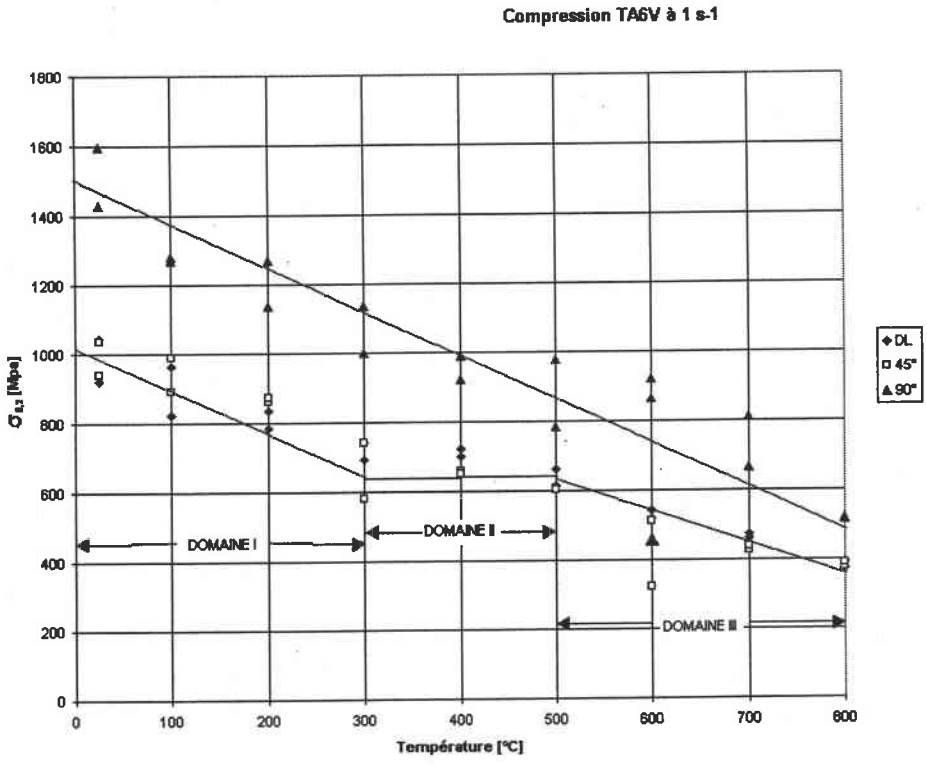


Figure 4-1 ***Courbe $\sigma_{0.2\%} = f(T)$ pour une vitesse de $\dot{\varepsilon} = 1s^{-1}$ et pour les trois directions de prélèvement pour les essais de compression.***

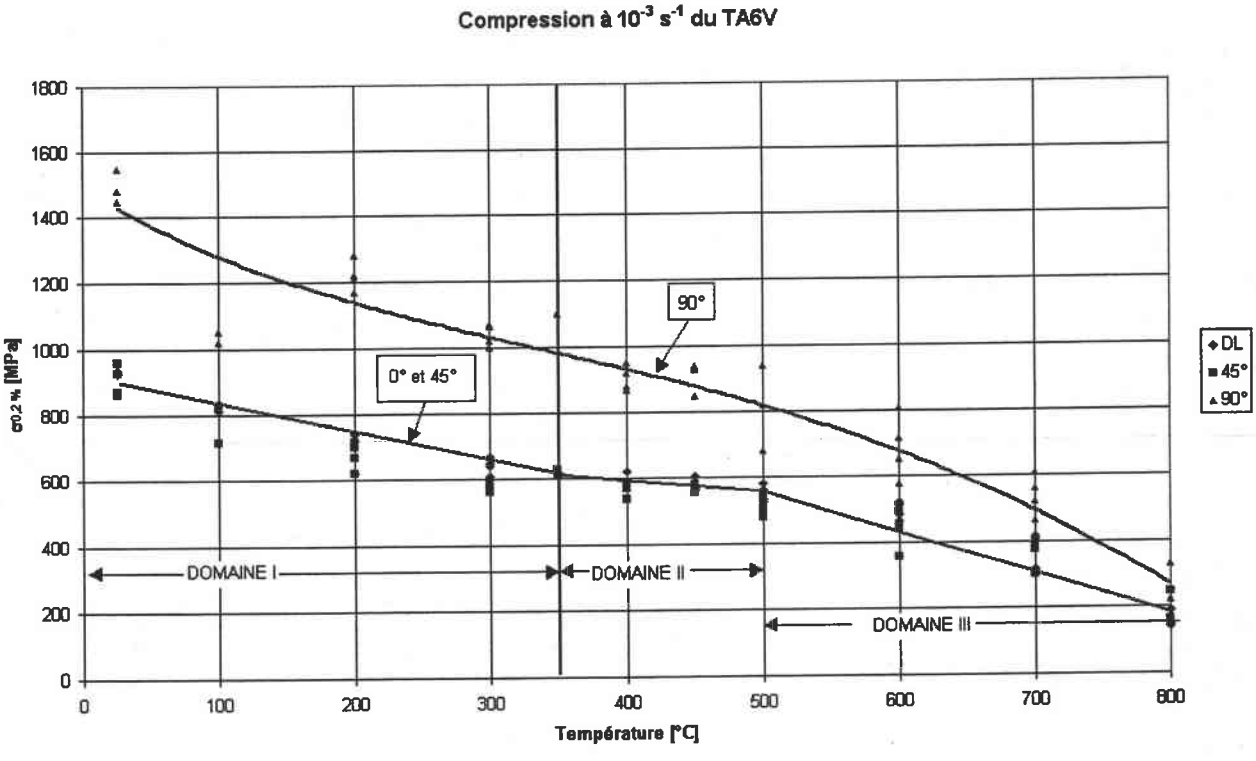


Figure 4-2 ***Courbe $\sigma_{0.2\%} = f(T)$ pour une vitesse de $\dot{\varepsilon} = 10^{-3}s^{-1}$ et pour les trois directions de prélèvement pour les essais de compression.***

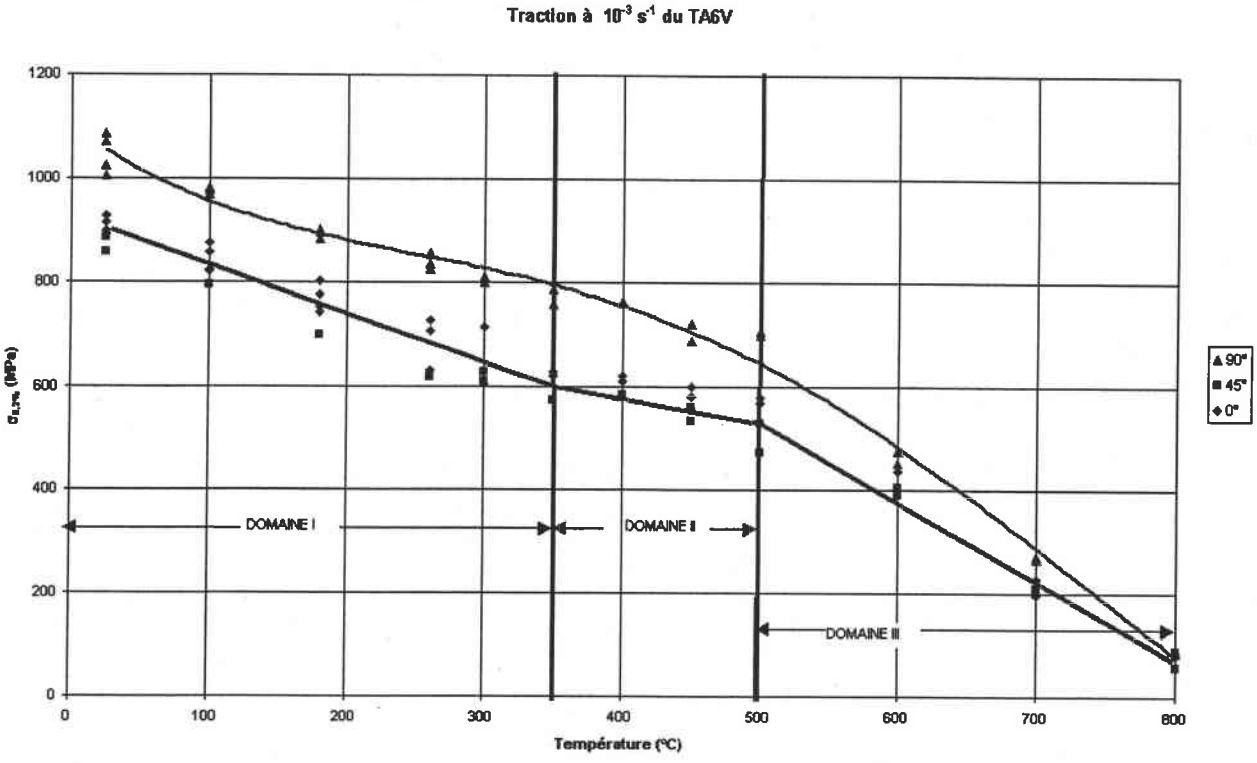


Figure 4-3 ***Courbe $\sigma_{0.2\%} = f(T)$ pour une vitesse de $\dot{\varepsilon} = 10^{-3}s^{-1}$ et pour les trois directions de prélèvement pour les essais de traction.***

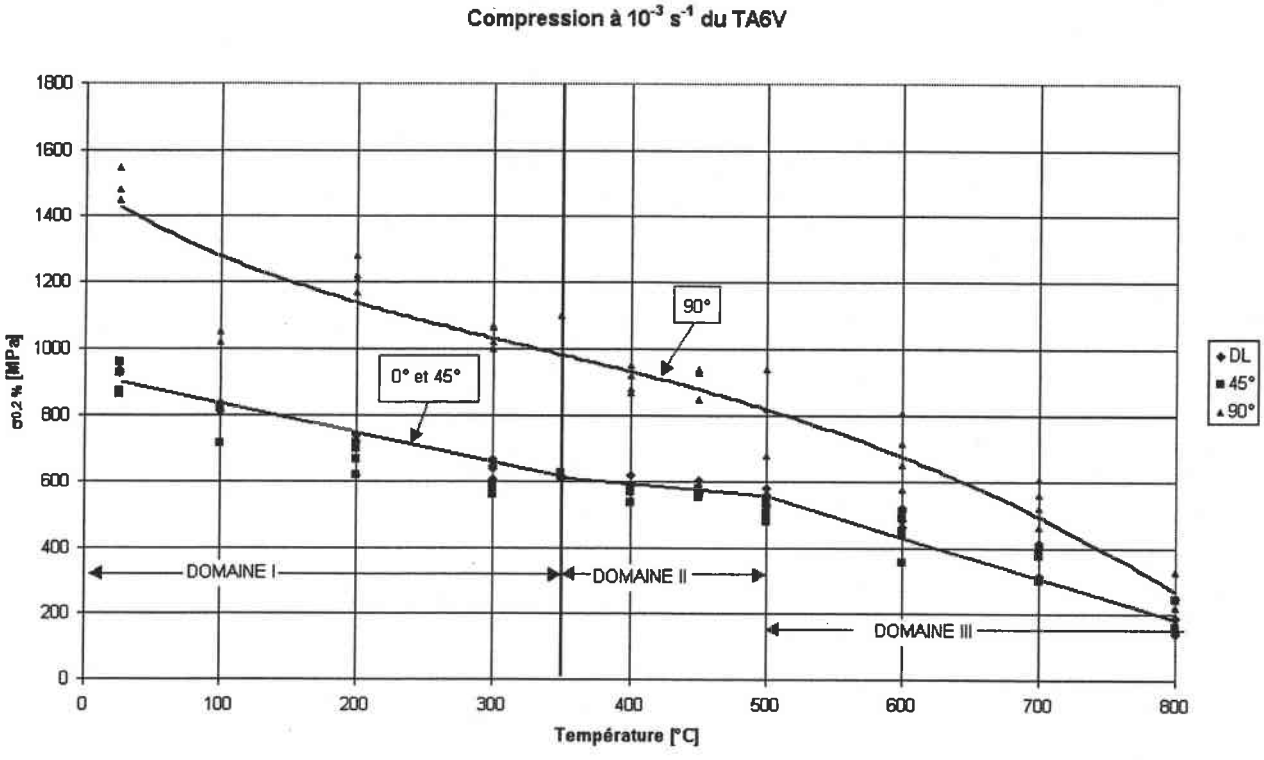


Figure 4-2 **Courbe $\sigma 0.2\% = f(T)$ pour une vitesse de $\dot{\varepsilon} = 10\text{-}3s\text{-}1$ et pour les trois directions de prélèvement pour les essais de compression.**

Ce qu'on peut dire sur les différentes courbes (voir la Figure 4-1, Figure 4-2 et la Figure 4-3) est :

- le comportement macroscopique des éprouvettes à 0° et 45°/DL n'est pas très différent,

- le comportement macroscopique des éprouvettes à 90°/DL est lui très différent des deux autres et est toujours supérieur en valeur,
- On peut voir l'existence d'un palier pour les courbes à 0° et 45°/DL alors qu'il n'existe quasiment pas pour les courbes 90°, **on voit 3 domaines distincts.**

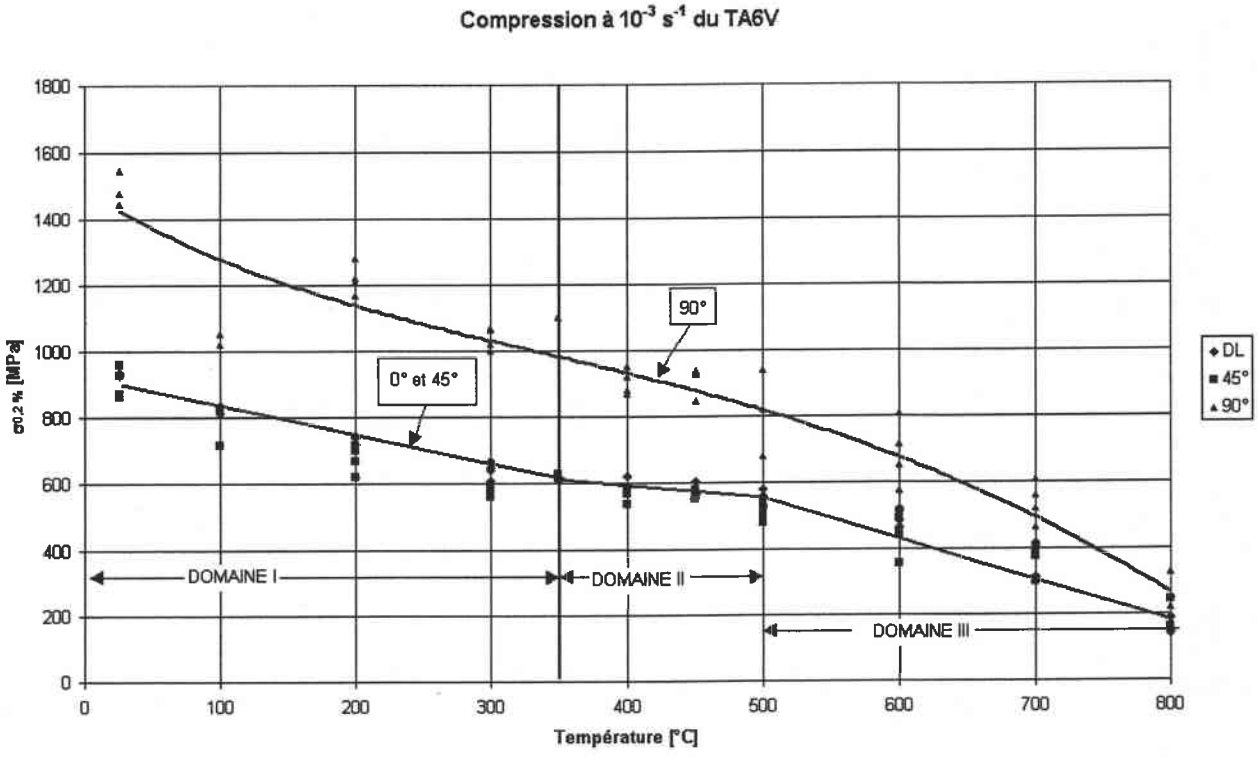


Figure 4-2 **Courbe σ0.2% = f(T) pour une vitesse de $\dot{\varepsilon}$ = 10-3s-1 et pour les trois directions de prélèvement pour les essais de compression.**

Les contraintes caractérisant physiquement le matériau comme la limite apparente d'élasticité $\sigma_{0.2\%}$ (voir la Figure 4-1, Figure 4-2 et la Figure 4-3) ou la contrainte à la rupture σ_{rupt} décroissent avec la température, ce qui était naturellement prévisible. Le fait remarquable est que cette décroissance semble suivre une loi linéaire, avec cependant un palier systématique situé entre 300 et 500°C.

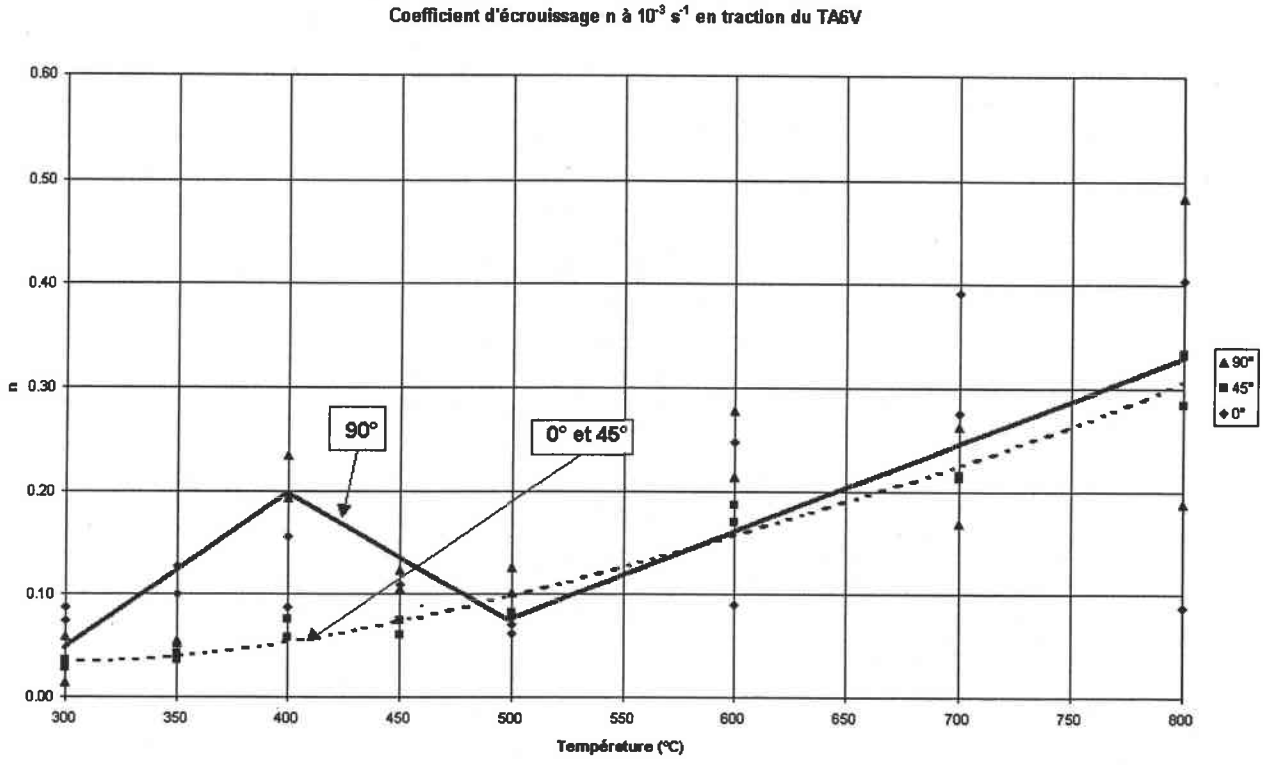


Figure 4-4 ***Graphe n = f(T) pour une vitesse de $\dot{\varepsilon} = 10^{-3s-1}$ et pour les trois directions de prélèvement.***

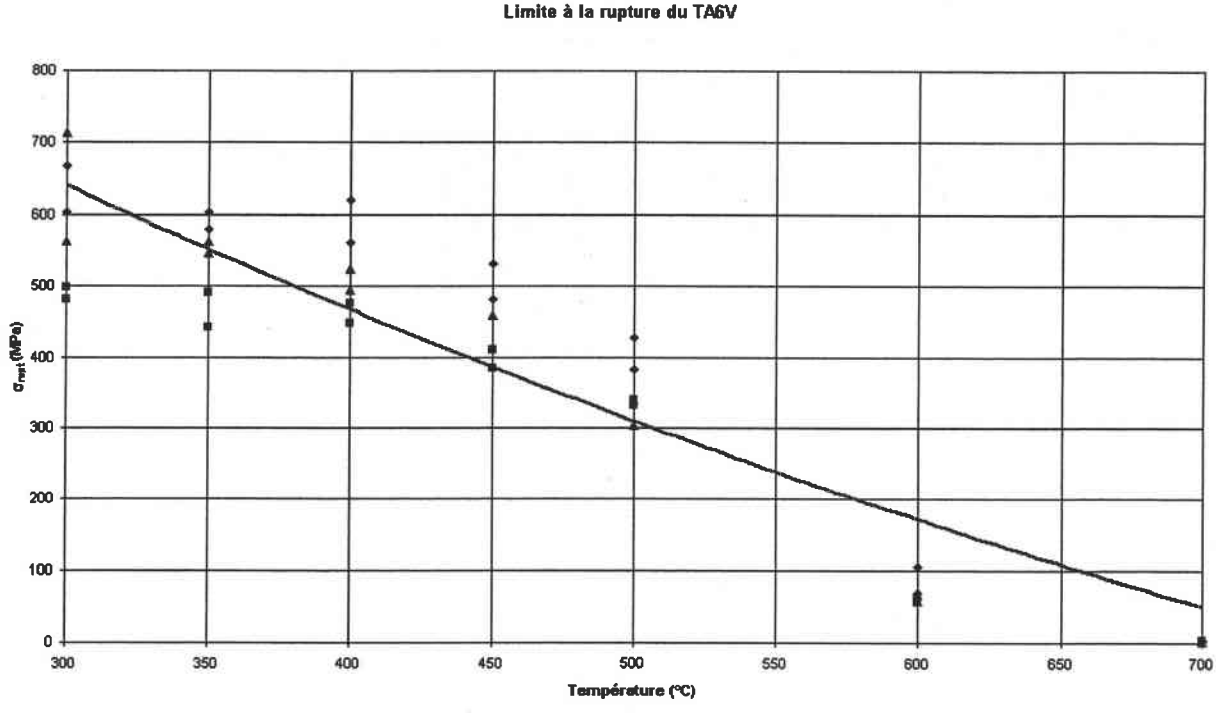


Figure 4-5 ***Graphe $\sigma_{rupt} = f(T)$ pour une vitesse de $\dot{\varepsilon} = 10^{-3}s^{-1}$ et pour les trois directions de prélèvement.***

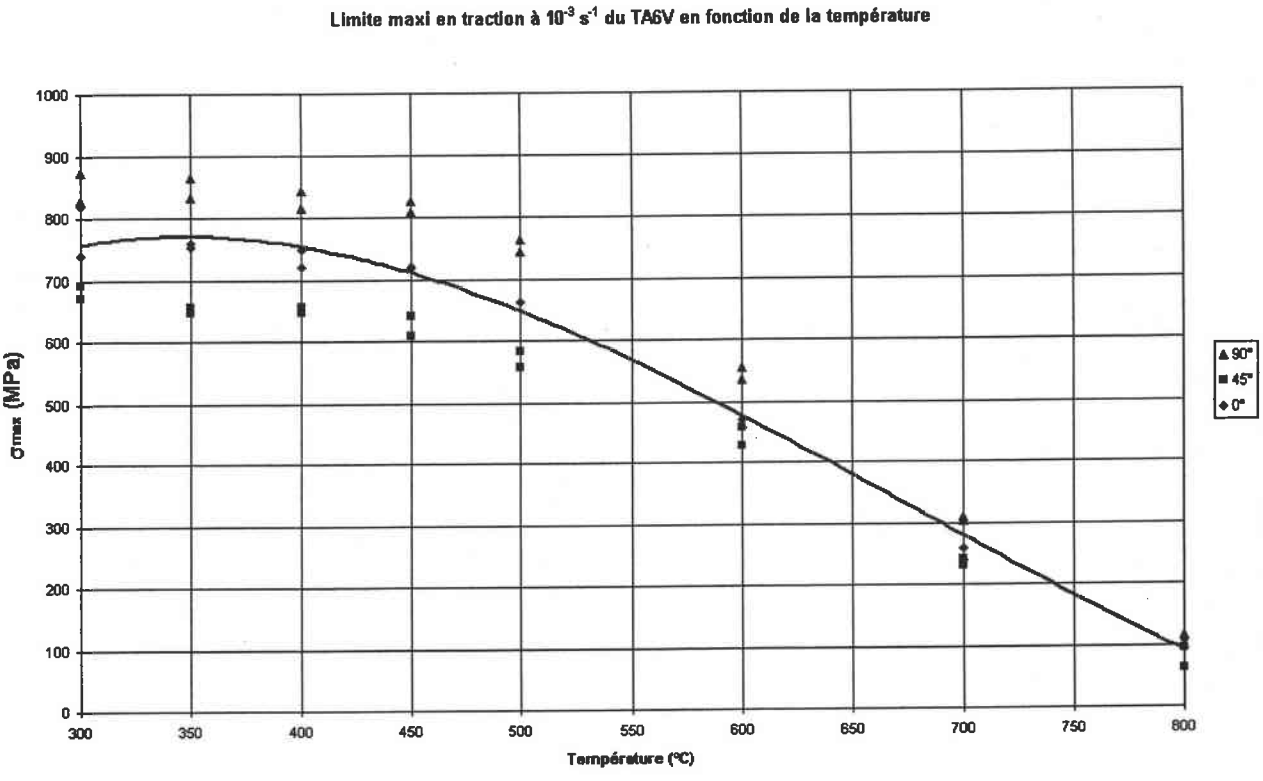


Figure 4-6 ***Graphe $\sigma_{max} = f(T)$ pour une vitesse de $\dot{\varepsilon} = 10^{-3}s^{-1}$ et pour les trois directions de prélèvement.***

En ce qui concerne les limites à rupture et maxi, les courbes sont monotones.

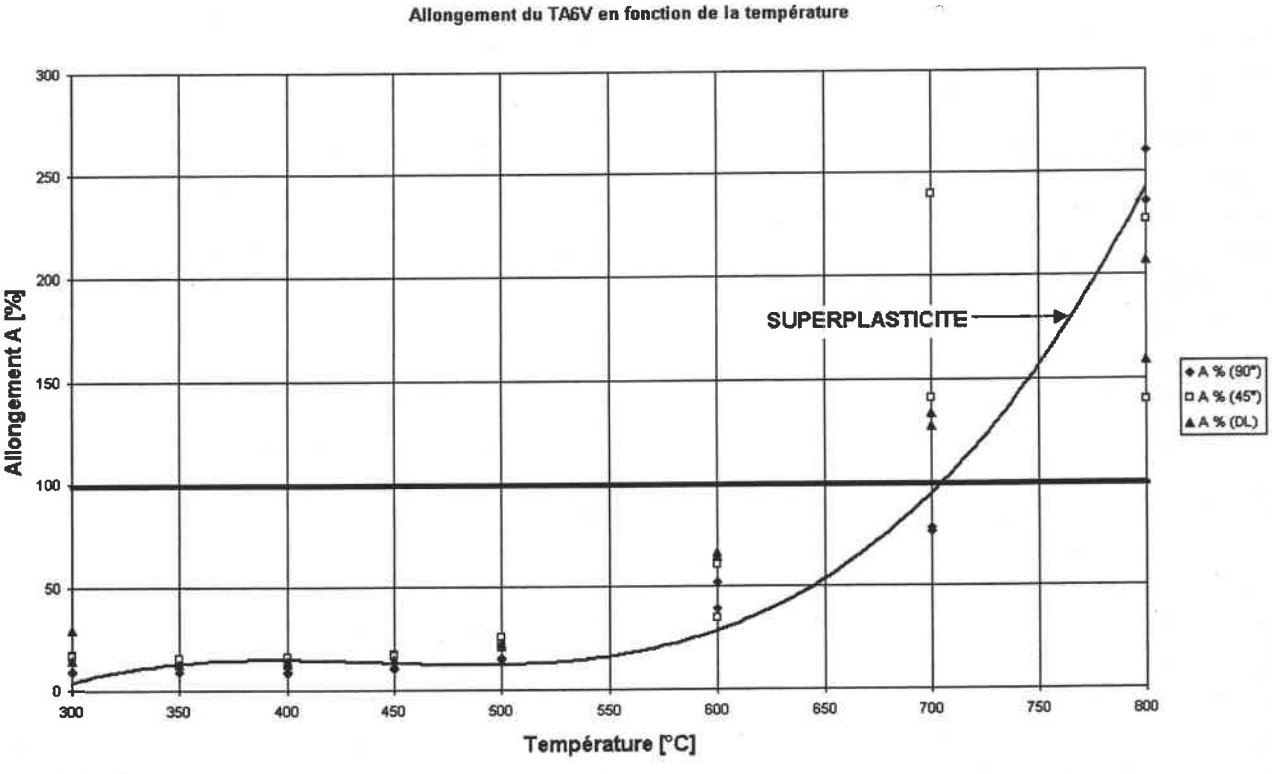


Figure 4-7 : ***Allongement total en fonction de la température***

La rupture se produit beaucoup plus rapidement suivant les éprouvettes prélevées dans la direction

perpendiculaire à celle du laminage. Ce phénomène apparait pour les deux vitesses et sur une gamme de température étendue et pour des taux de déformation en général inférieurs à 5%.

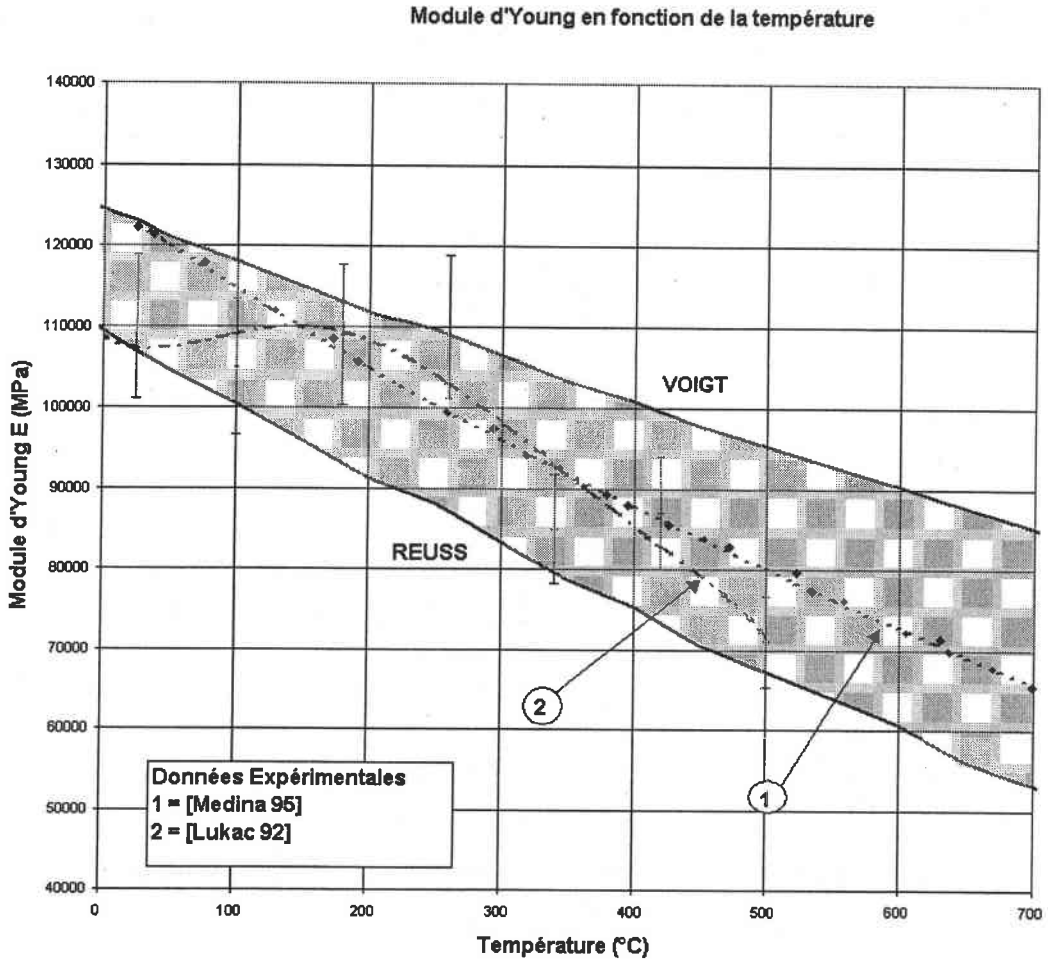


Figure 4-8 ***Modules d'Young en fonction de la température***

Sur la Figure 4-8, on a comparé les différents modules d'Young trouvés dans la littérature avec nos modules calculés (voir 2.3.1.1), représentés par les limites supérieures et inférieures (Voigt et Reuss) en considérant le TA6V comme un monocristal d'orientation (0°, 90°, 0°). Nos mesures de module d'Young ne sont pas représentées car trop imprécises. Mais elles tendent à suivre les données expérimentales de Medinna [Madinna 95]. Lorsque la température augmente, le module de YOUNG à tendance à décroitre, mais pas de manière linéaire. En effet dans un domaine de température s'étalant de 150°C à 300°C, le module d'Young décroît moins vite. Les données de Lukac [Lukac 92] ont été mesurées sur du titane pur.

4.2.3 Influence de l'orientation de la découpe de l'éprouvette.

On remarque que pour les deux vitesses de déformation ($\dot{\varepsilon} = 10^{-3}s^{-1}$ et $\dot{\varepsilon} = 1s^{-1}$), les limites apparentes d'élasticité $\sigma_{0.2\%}$ les plus élevées sont majoritairement celles des éprouvettes découpées dans la direction perpendiculaire au sens du laminage. Suivent ensuite respectivement les éprouvettes découpées dans le sens du laminage puis les éprouvettes découpées à 45°. En-dessous de 300°C, il semble exister une zone où les valeurs de $\sigma_{0.2\%}$ les plus élevées sont toujours celles des éprouvettes prélevées à 90°, mais où celles des éprouvettes à 45° deviennent plus importantes que celles prélevées dans le sens du laminage.

4.2.4 Influence du sens de la contrainte sur la limite élastique

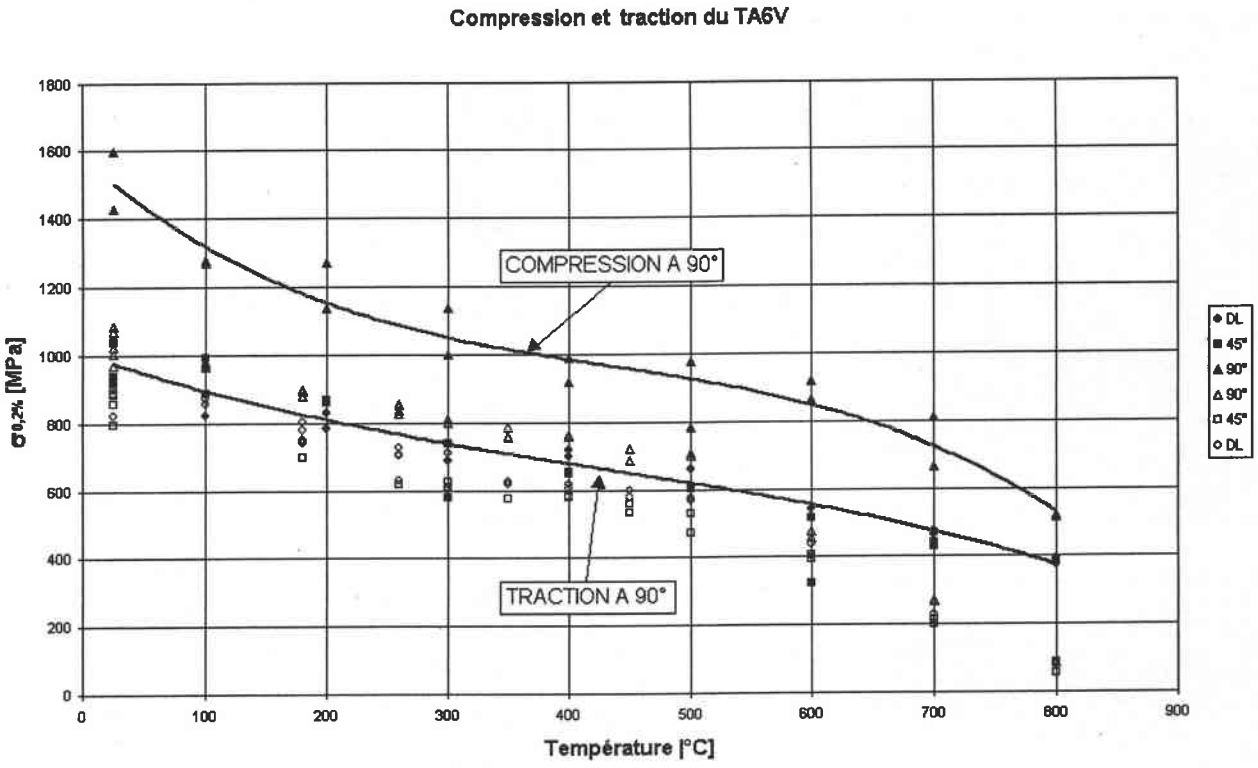


Figure 4-1 : ***Différence entre la traction et la compression pour la limite élastique***

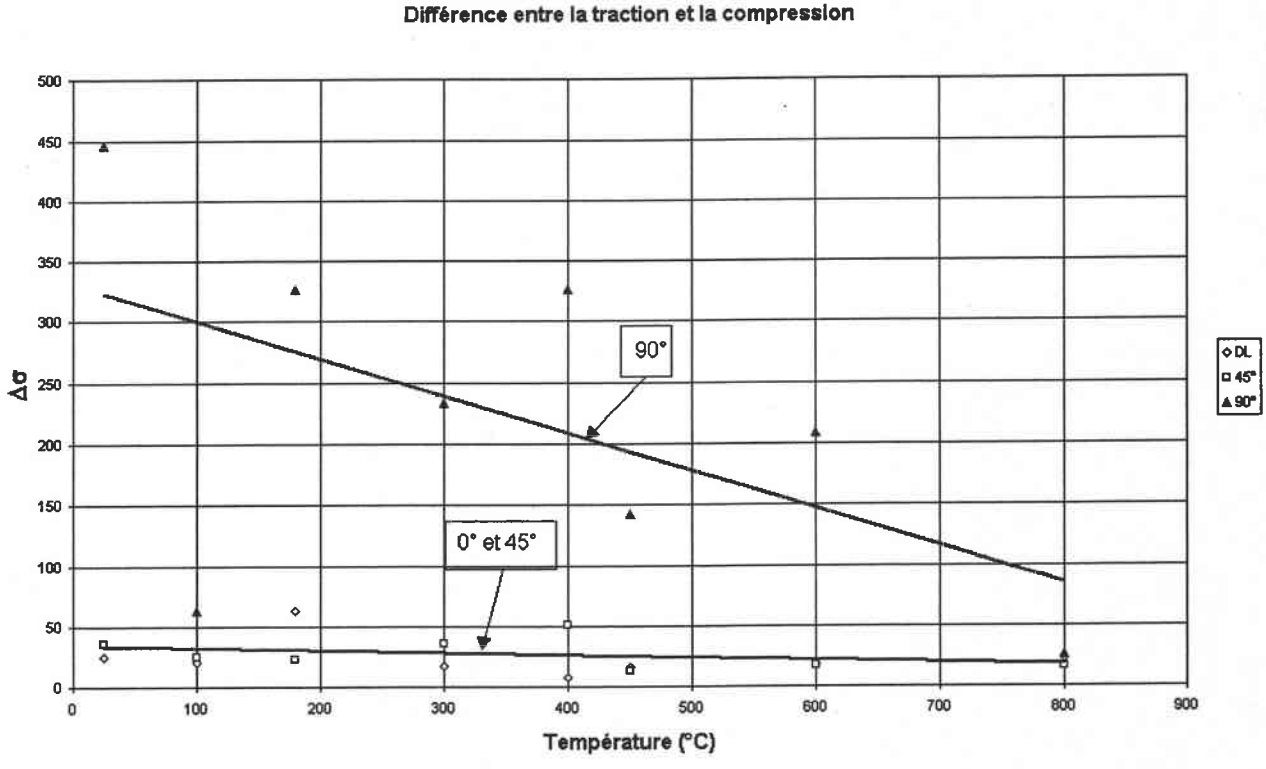


*Figure 4-2 :****Différence entre la traction et la compression pour la limite élastique***

Sur la Figure 4-2, apparaît nettement la différence de comportement entre les éprouvettes prélevées à 0° et 45° d'une part et celles à 90° de l'autre.

4.2.5 Observation de la surface de rupture des éprouvettes.

Dans le domaine de température (de 25°C à 800°C), les faciès observés sont caractéristiques de la fracture ductile. En fond de cupules, on note la présence de grains β (voir Figure 4-2)

Fractographies du TA6V

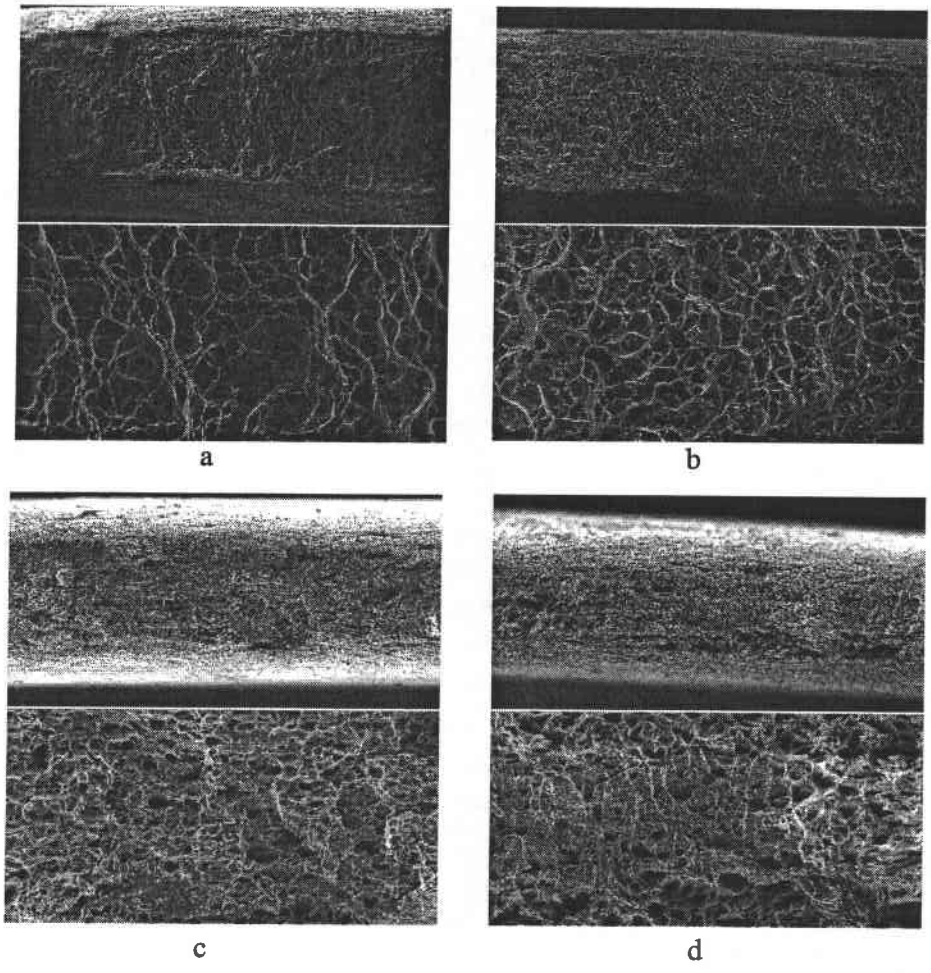


*Figure 4-1 : **Fractographies du TA6V après déformation : a) à 200°C, b) à 400°C c) à 600°C d)à 800°C.***

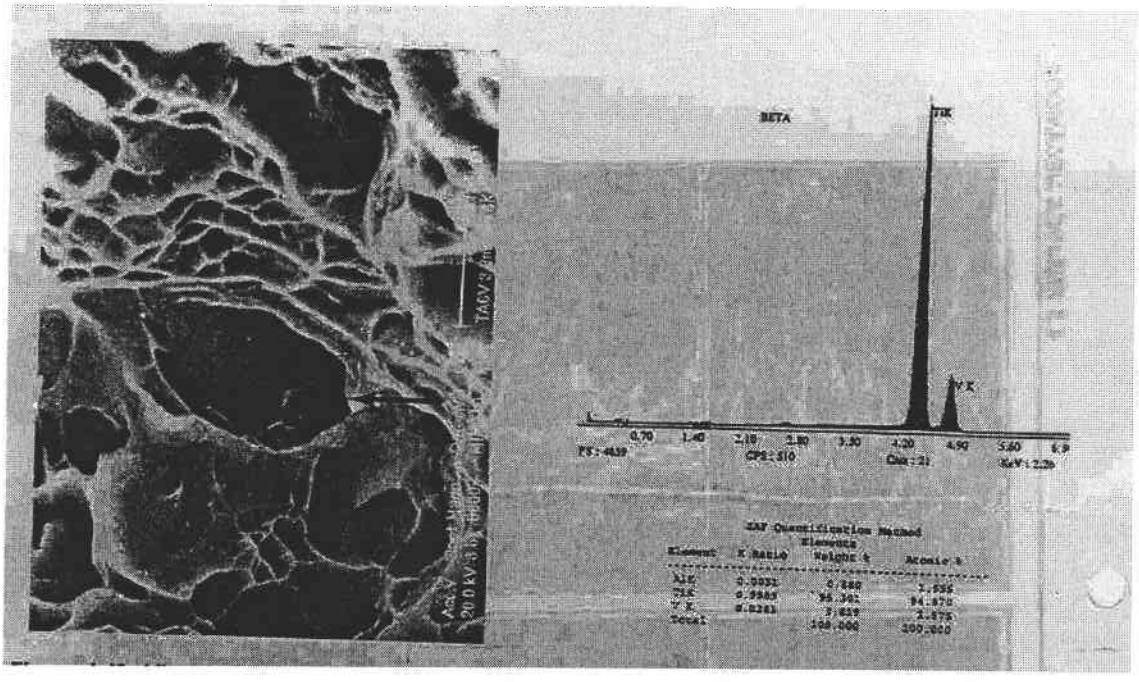


Figure 4-2 : Analyse chimique en fond de cupule. On peut voir que l'aluminium (élément alphagène) est inférieur à 2%. Ce qui peut être un grain β.

4.3 Comportement microscopique

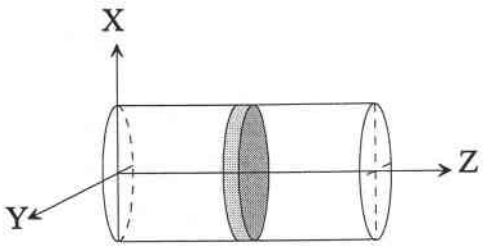


*Figure 4-1 : **sens de prélèvement des lames minces dans les éprouvettes de compression***

Pour mieux comprendre les figures de pôles recalculées à partir des mesures faites sur les lames minces, il sera utile de se baser sur la géométrie de nos échantillons :
Si la lame mince est prélevée dans l'éprouvette déformée à 0°/DL alors sur nos figures de pôles locales on verra l'axe $\vec{c}$ tourné de 90° par rapport à Z (voir Tableau 15),
si la lame mince est prélevée sur l'éprouvette déformée à 45°/DL alors l'axe $\vec{c}$ sera tourné de 45° par rapport à Z,
enfin, si notre lame mince est prélevée sur l'éprouvette déformée à 90°/DL alors l'axe $\vec{c}$ sera parallèle à Z.

4.3.1 Eprouvettes déformées à 25°C

Une étude micrographique méticuleuse des lames minces déformées à 25°C a été réalisée par Stefan Zaefferer durant son travail de thèse [Zaefferer 96]. Dans son étude, Zaefferer a déterminé les types de dislocations et leurs plans de glissement de l'alliage TA6V déformé à température ambiante. Sur le Tableau 14, nous avons récapitulé son analyse. Nos observations micrographiques avaient un double objectif , le premier : valider notre méthode, le deuxième : corroborer un travail déjà existant. Nos résultats, moins quantitatifs, sont en accord avec ceux de Zaefferer, récapitulés dans le tableau ci dessous.

Systèmes de glissement	0° (en %)	45° (en %)	90° (en %)
B<**a**>	6	28	16
P<**a**>	27	-	4
π_1<**a**>	20	18	12
π_1<**c+a**>	27	18	48
Dislocations vis <**a**>	20	36	20

Tableau 14 : Pourcentage des différents systèmes observés en fonction du sens de prélèvement de l'éprouvette (le système principal est surligné en jaune).

Les résultats de l'analyse micrographique sont conformes à la loi de Schmid (voir Figure 4-1). Quand l'axe <**c**> fait un angle de 0° par rapport à la direction de contrainte (comme c'est le cas pour l'éprouvette à 90°/DL), le système de glissement π_1 <**c+a**> a le facteur de Schmid le plus élevé, à 45°, c'est B<**a**>, et enfin quand l'angle est de 90° entre l'axe <**c**> et la direction de contrainte (éprouvette à 0°/DL), le facteur de Schmid le plus élevé est obtenu pour le système P<**a**>. Sur la Figure 4-1, on peut voir que les systèmes de maclage a tenu compte lors du calcul du facteur de Schmid.
Nous n'avons pas observé de maclage, ainsi que Zaefferer. Cette effet est imputé à la taille de grain trop petite de notre alliage (20 µm).

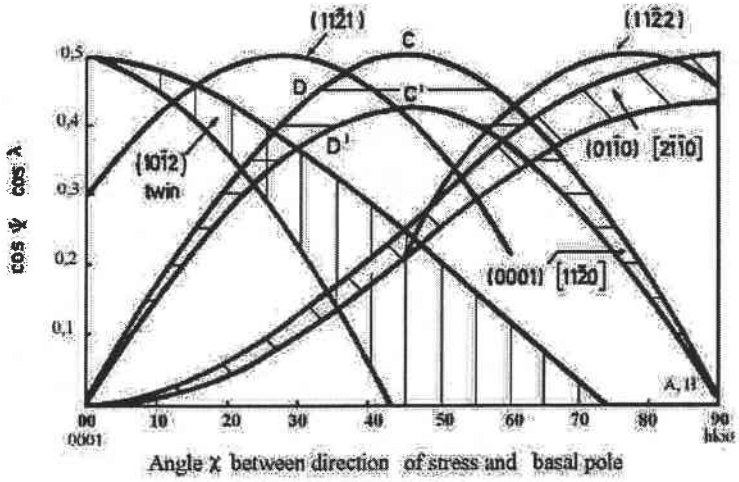


Figure 4-1 : Facteur de Schmid de chacun des systèmes de glissement en fonction de l'angle entre l'axe de contrainte et l'axe <c>

4.3.2 Eprouvettes déformées à 350°C à 0°/DL

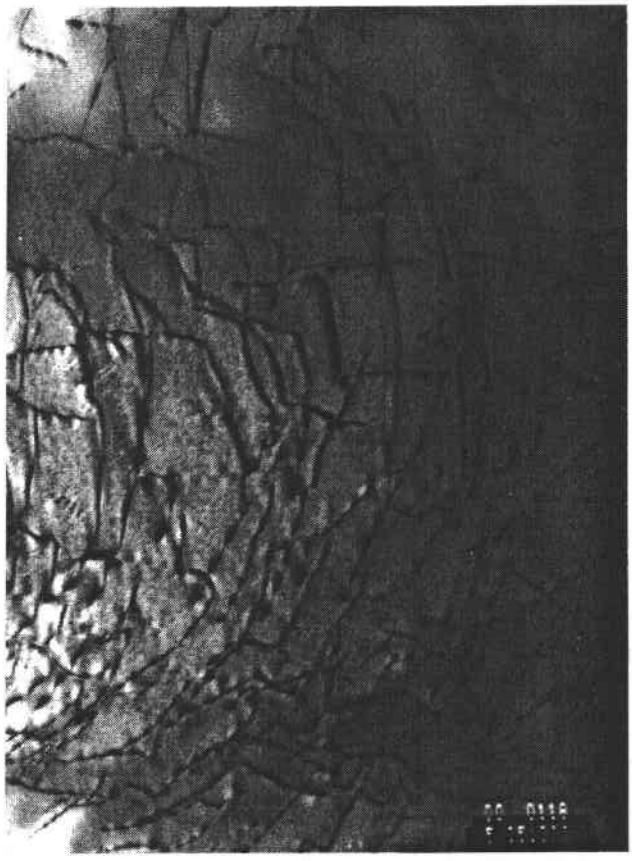


Figure 4-1 : Dislocations <a> glissant dans le plan basal comme on peut le remarquer le glissement dévié devient très important.

On peut comparer les mesures locales et les mesures globales (voir *Tableau 15*), on s'aperçoit que malgré le nombre restreint d'orientations mesurées, la zone étudiée dans la lame mince est représentative de notre échantillon.

Les observations en microscopie électronique à transmission mettent en évidence une intense activité des dislocations <c+a> avec pour plan de glissement principal : le plan π_1 (voir photo), les

dislocations <**a**> ont une activité de moindre importance : elles glissent dans le plan prismatique et le plan basal mais le glissement dévié devient très important (voir Figure 4-1).
Des données quantitatives sur les différents systèmes de déformation et leurs activités sont difficilement chiffrables et sont souvent laissées au jugement de l'expérimentateur.

4.3.3 Eprouvettes déformées à 350°C à 45°/DL

Les éprouvettes prélevées à 45°/DL montrent, elles aussi, une intense activité des dislocations <**c+a**> glissant dans le plan π_1, nous avons aussi observé des dislocations <**a**> glissant sur le plan de base.
Sur la figure de pôle (0002) (voir Tableau 15), on peut voir que l'axe $\vec{c}$ est tourné de 45° dans DT, on retrouve donc bien la texture attendue car ces mesures ont été réalisé sur les lames minces prélevées dans les éprouvettes de compression à 45°. Ces lames minces ont été prélevées au cœur de l'éprouvette, lieu où normalement les effets du frottement sont minimums.

4.3.4 Eprouvettes déformées à 350°C à 90°/DL

Malgré le nombre d'orientations mesurées, on peut estimer, après comparaison des textures locales et globales, que nous nous trouvons sur une zone assez représentative de l'ensemble de l'échantillon. Nos observations microscopiques ont permis de déterminer les systèmes de glissement activés dans l'échantillon. La majorité de dislocations déterminées sont de type <**c + a** >, elles glissent principalement dans le plan π_1 (voir Figure 4-1) mais aussi dans le plan π_2 : ce plan de glissement est surtout connu pour être un plan de maclage et n'a pratiquement jamais été observé.

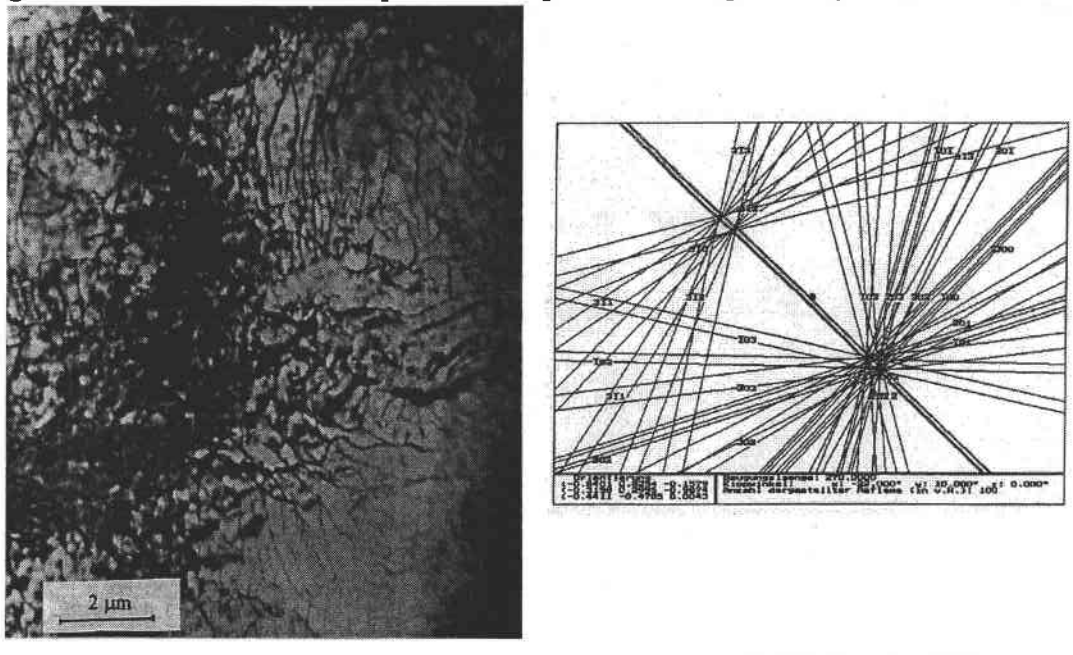


*Figure 4-1 : **Dislocations <c+a> glissant dans les plans** $(2\bar{1}\,\bar{1}2)$ **et** $(10\bar{1}\,\bar{1})$ **dans une éprouvette déformée en compression à 350°C. La direction du faisceau est <0002>***

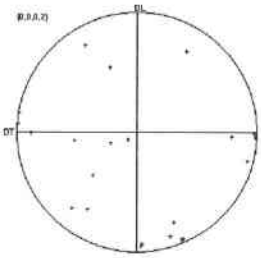
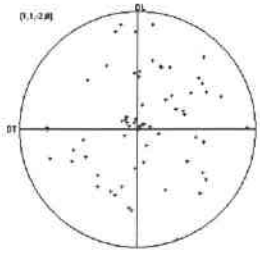
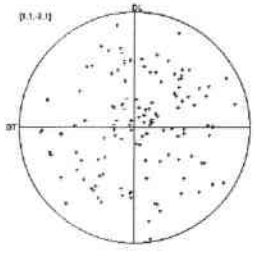
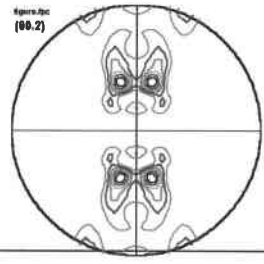
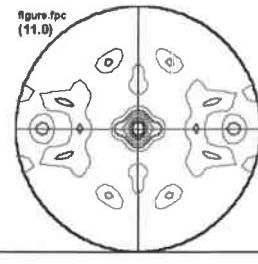
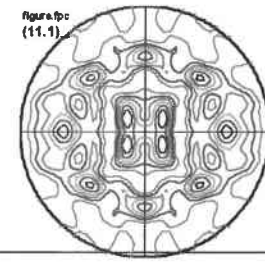
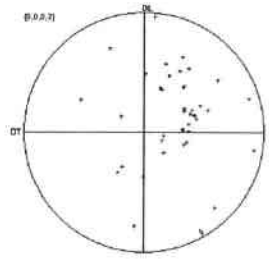
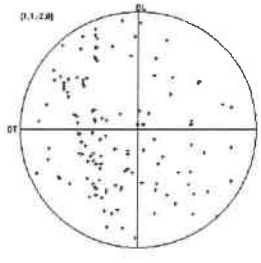
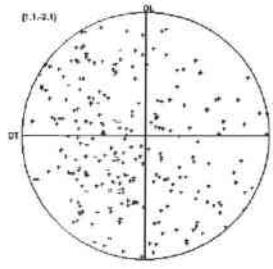
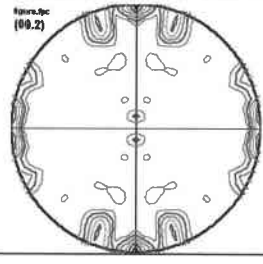
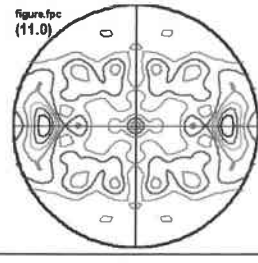
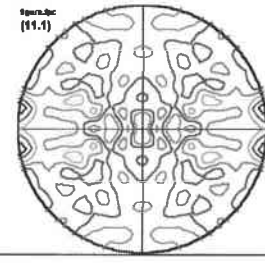
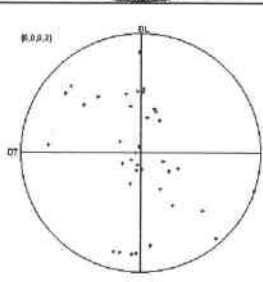
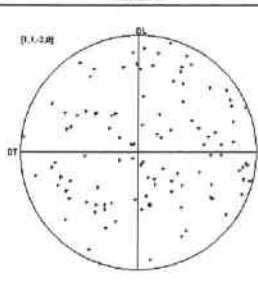
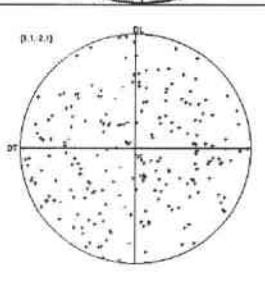
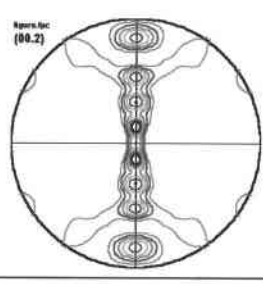
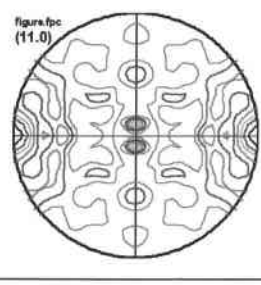
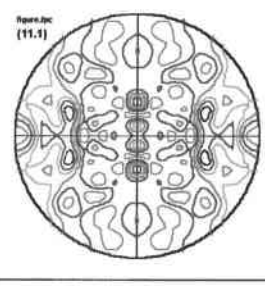
		(0002)	$(11\bar{2}0)$	$(11\bar{2}1)$
Orientation 0°/DL	Figure de Pôles des Orientations			
	Figure de Pôles recalculée			
Orientation 45°/DL	Figure de Pôles des Orientations			
	Figure de Pôles recalculée			
Orientation 90°/DL	Figure de Pôles des Orientations			
	Figure de Pôles recalculée			

Tableau 15 : Récapitulatif des différentes textures locales obtenues à 350°C

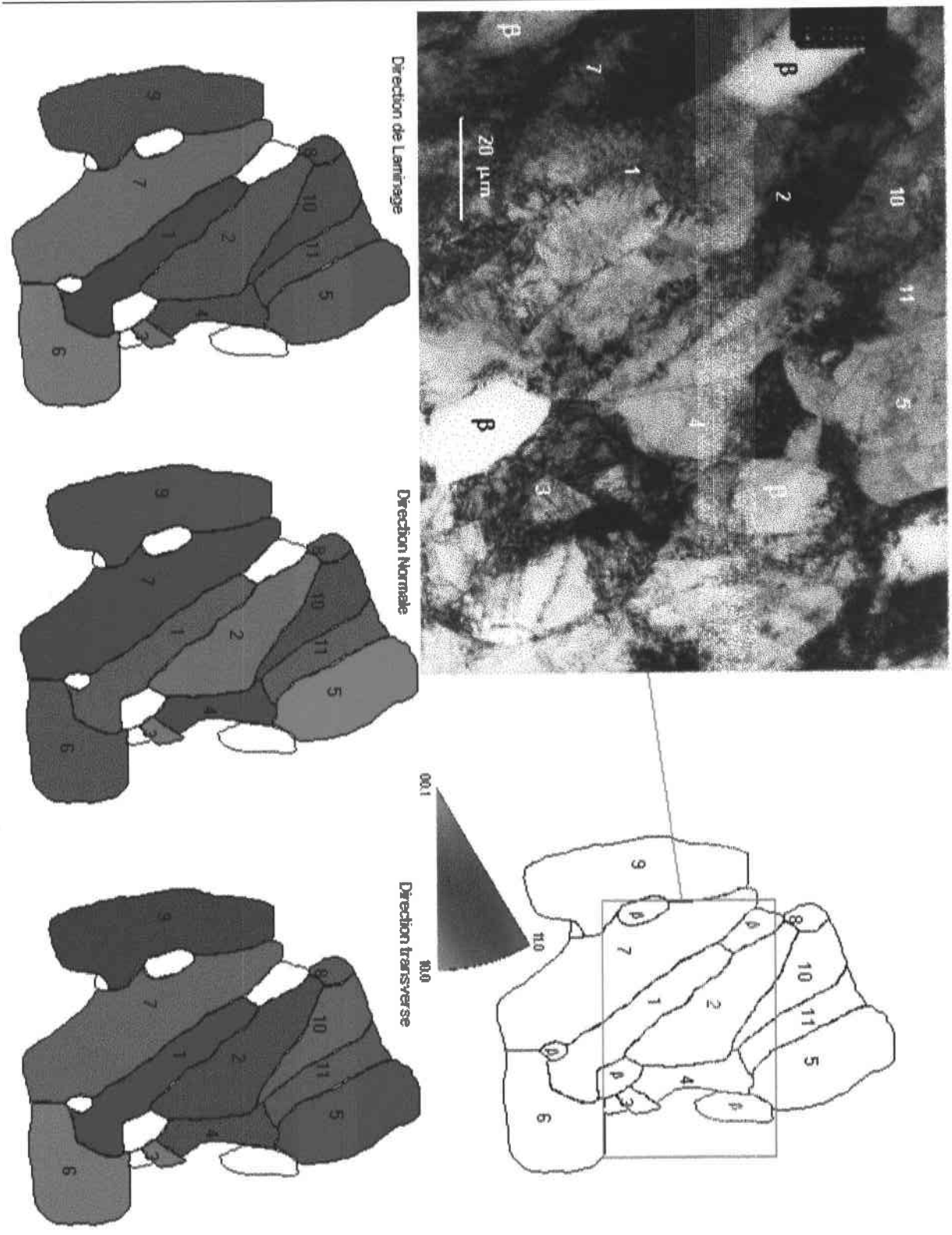


*Figure 4-24 : Exemple de Cartographie d'Orientations sur l'échantillon déformé en compression à 350°C à 90°/DL. Le cadre rouge restitue la région photographiée. Les grains β apparaissent plus blancs car l'amincissement électrolytique se fait de manière hétérogène. Les 3 cartographies représentent la direction de l'orientation, suivant un code couleur, parallèle à la direction macroscopique (DL, DN et DT). Ainsi le grain 5 qui apparaît en rouge pour la cartographie d'orientation suivant la Direction Normale indique que la direction (00.2) (c'est-à-dire l'axe <**c**>) est parallèle à DN.*

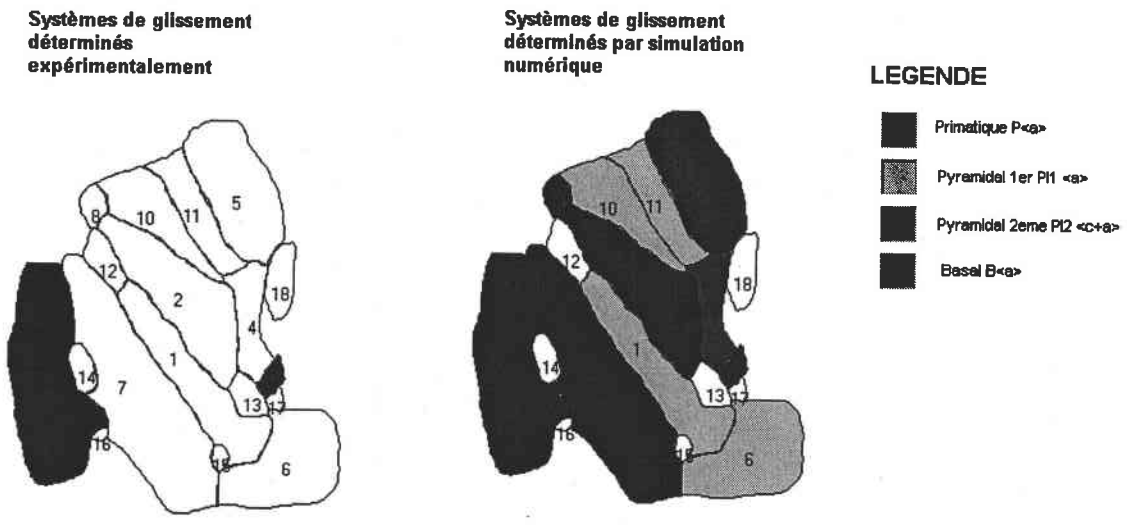


Figure 4-3 : A gauche, nous avons les systèmes de glissement déterminés expérimentalement (le grain 9 glisse préférentiellement sur le plan π_2 <c+a> voir Figure 4-1). A droite, nous avons la cartographie des systèmes de glissement (voir légende) déterminé par simulation.

4.3.5 Eprouvettes déformées à 800°C à 0°/DL à 45°/DL et à 90°/DL

Les dislocations mesurées dans les éprouvettes sont quasiment toutes de type <**a**>, nous avons trouvé des dislocations de type <**c** + **a** > mais en faible nombre. Les dislocations de type <**a**> ont tendance à se rassembler en réseau (voir Figure 4-1).

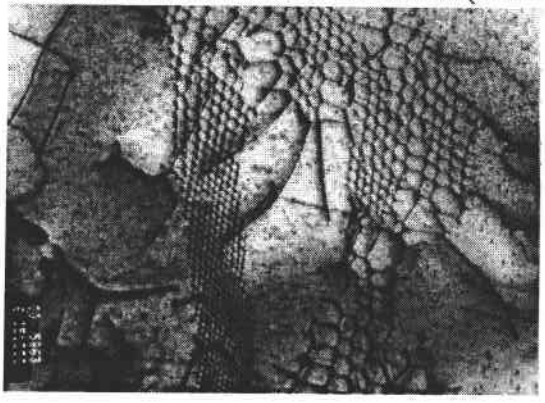
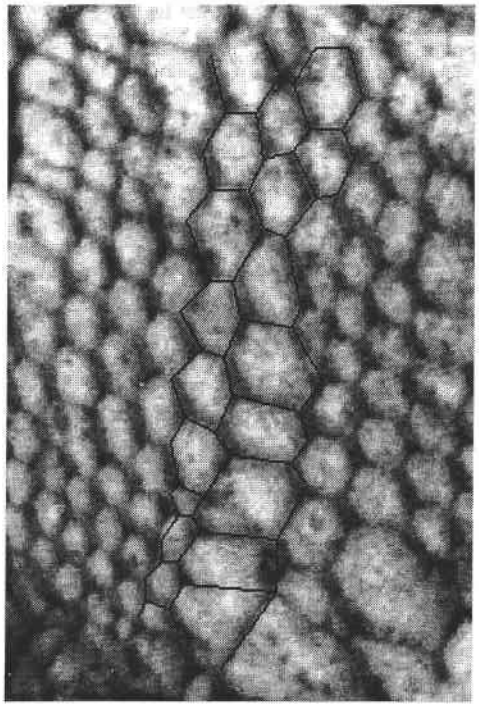


Figure 4-1 : A 800°C, nous avons une restauration dynamique qui se traduit par les cellules de polygonisation. Les dislocations se rassemblent en réseau minimisant ainsi leurs énergies.



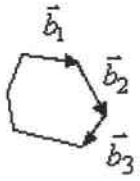


*Figure 4-2 : Les dislocations formant les cellules sont de type <**a**>*

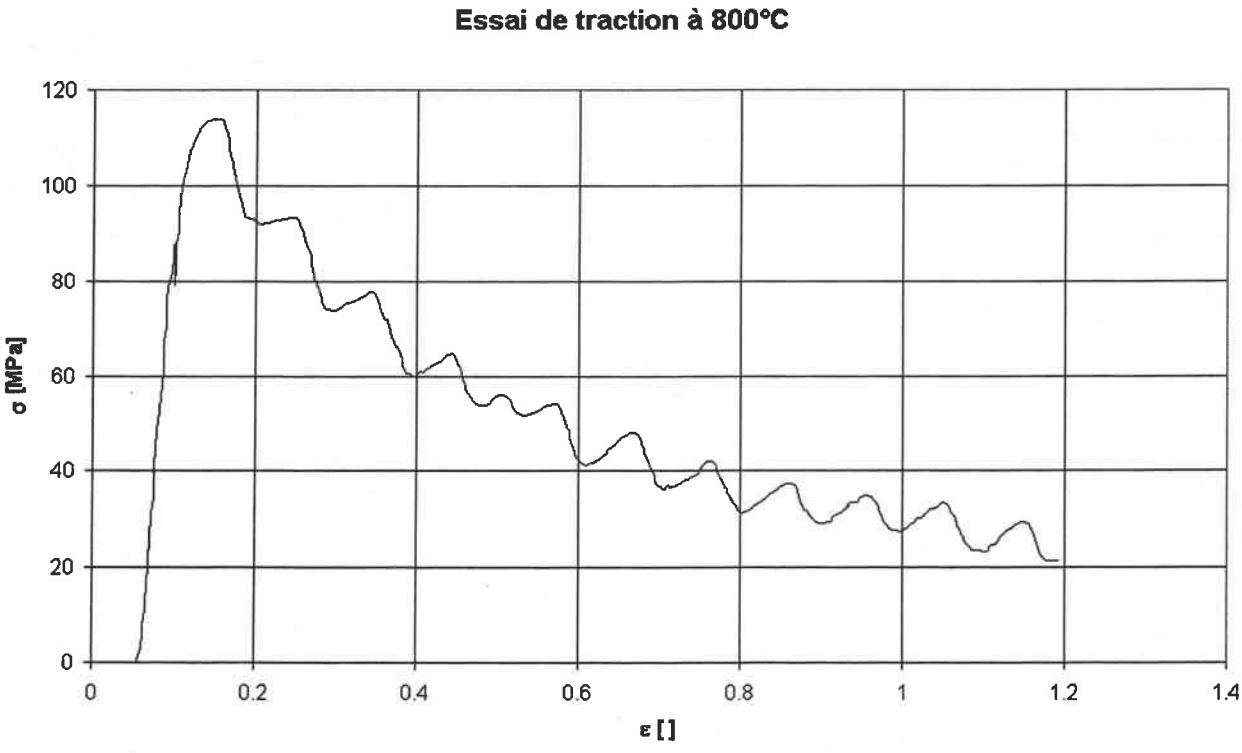


Figure 4-3 : Essai de traction à 800°C

La Figure 4-3 est caractéristique d'un phénomène d'adoucissement dynamique type recristallisation dynamique.

5 DISCUSSION

Dans ce chapitre, nous analyserons d'abord les résultats des observations macroscopiques puis ensuite les résultats microscopiques.
Pour le comportement microscopique, nous regarderons tout d'abord la déformation des grains α puis ensuite les grains β. L'analyse des relations d'orientations particulières entre les grains α et β et la conséquence de celles-ci sur les systèmes de glissement dans les grains β susceptibles de se mettre en place, nous permettra de mieux aborder les systèmes de glissement trouvés dans les grains β.
Comme les grains β sont très petits (~1μm), la déformation s'initie d'abord sur le grain α.
Une analyse de l'anomalie de la limite élastique dans les éprouvettes déformées à 0°/DL et 45°/DL et la corrélation avec les observations micrographiques nous permettra de faire certaines hypothèses pour expliquer ces anomalies.

5.1 La déformation dans les grains α

5.1.1 Mise en évidence d'un plateau athermique dans les courbes d'écoulement

Les courbes de limite d'élasticité des éprouvettes à 0°/DL et 45°/DL présentent un plateau entre 350°C et 500°C, ce plateau n'est pas présent dans les courbes déformées à 90°/DL. On en déduit qu'il y a changement de mécanisme de déformation pour ces deux éprouvettes alors que pour l'éprouvette à 90°/DL le mécanisme mis en place à température ambiante est le même jusqu'à 500°C.
On peut néanmoins dire que les trois éprouvettes se comportent à partir de 700°C de façon similaire: à partir de cette température on déforme à chaud (car $T > 0{,}4\ T_f$).
L'analyse des textures locales nous permet de savoir si la zone observée dans les lames est représentative de la texture globale. La texture de notre alliage est nettement marquée, ainsi le nombre d'orientations mesurées peut être réduit à une cinquantaine pour obtenir une bonne corrélation. Ces mesures d'orientations se sont faites sur des éprouvettes très peu déformées (de 5% à 10% maximum), il n'y a quasiment pas de changements de textures.

5.1.2 Corrélations du plateau athermique avec les observations en MET

Nous avons prélevé des lames minces (à température ambiante, à 350°C et à 800°C). Les observations microscopiques effectuées sur les éprouvettes déformées de 5% ont permis de mettre en évidence les mécanismes de déformation. Nous donnons dans un tableau récapitulatif (Tableau 16) les systèmes déterminés.

Tableau 16 Mécanismes de déformation du Ti-6Al-4V à $\varepsilon = 0.05$

		25°C			350°C		
		0°	45°	90°	0°	45°	90°
Système de glissement principal		P<a>	B<a>	Π_1<c+a>	Π_1<c+a>	Π_1<c+a>	Π_1<c+a>
Systèmes de glissement secondaires (par ordre Croissant)	1	Π_1<c+a>	Π_1<c+a>	B<a>	B<a>	B<a>	Π_2<c+a>
	2	Π_1<a>	Π_1<a>	Π_1<a>	Π_2<c+a>		
	3	B<a>		P<a>			

P<a>=$(10\bar{1}0)\langle 11\bar{2}0\rangle$;B<a>=$(0001)\langle 11\bar{2}0\rangle$;Π_1<a>=$(10\bar{1}1)\langle 11\bar{2}0\rangle$;
Π_1<c+a>=$(10\bar{1}1)\langle 11\bar{2}3\rangle$;Π_2<c+a>=$(11\bar{2}2)\langle 11\bar{2}3\rangle$

A température ambiante, on trouve les systèmes de déformation attendus, c'est-à-dire P<**a**> dans les 0°/DL, B<**a**> dans les 45°/DL et Π_1<**c+a**> dans les 90°/DL, ces systèmes ont aussi été observés par Zaefferer dans le cadre de sa thèse. Un simple calcul des facteurs de Schmid nous donne le même résultat (en prenant des cissions critiques égales à 1). Par contre, à 350°C, on voit le changement de système de glissement principal dans les éprouvettes à 0°/DL et 45°/DL, déjà détectés par les essais macroscopiques.
Le problème maintenant est de comprendre pourquoi il y a ce changement de système de déformation.

5.1.3 Nos hypothèses concernant le plateau athermique de la limite élastique

Nos hypothèses de travail se divisent en deux familles et nous pouvons avoir:

- soit une augmentation de la fréquence des obstacles,
- soit une augmentation de la force des obstacles, c'est-à-dire on a une augmentation de l'énergie de défaut d'empilement dans le domaine 350°C - 500°C.

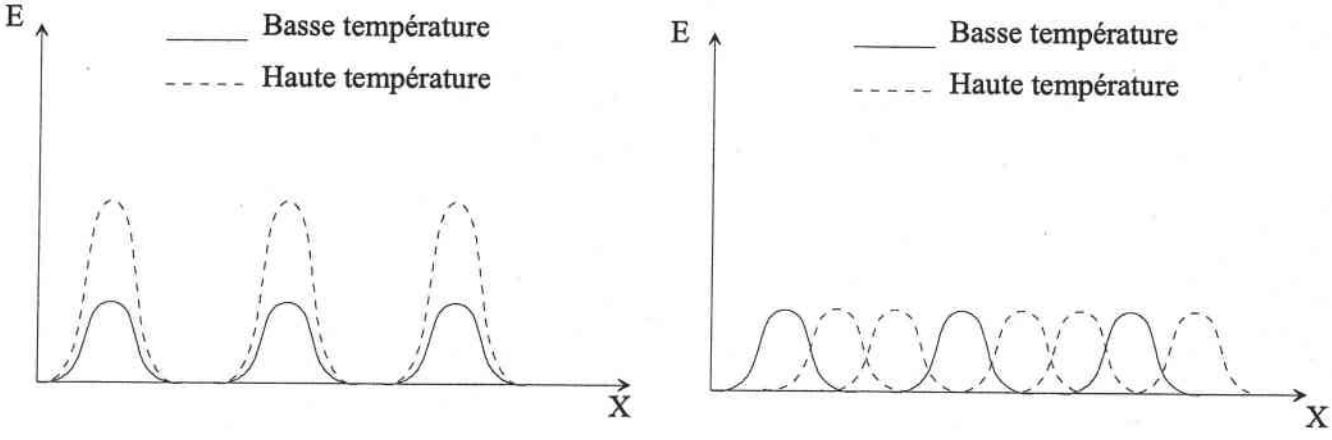


Figure 5-1: Schéma de l'énergie d'intéraction (E) de la dislocation avec les obstacles en fonction du déplacement (X); a) cas de l'augmentation de la force des obstacles; b) cas de l'augmentation de la fréquence d'apparition des obstacles.

Ce plateau athermique est du à une augmentation de la fréquence des obstacles avec la température, alors il y a une augmentation de la densité d'obstacles, que les auteurs considèrent soit infranchissables, soit très difficilement franchissables. On pense notamment à un effet des éléments d'alliages en particulier des éléments interstitiels tels l'oxygène, le carbone, et l'azote qui occupent des sites octaédriques, ceux-ci vont gêner le mouvement des dislocations <**a**> par contre cet effet sera moindre sur les dislocations <**c+a**>.

Si le plateau athermique est du à une augmentation de la force des obstacles avec la température (obstacles qui s'opposent au mouvement des dislocations), alors le franchissement des obstacles, qui est de plus en plus difficile lorsque la température augmente, est cependant toujours possible (même à la température du pic). Il faut s'attendre à ce qu'il n'y ait pas d'accumulation de dislocations bloquées au cours de la déformation. Or une augmentation de la force des obstacles se traduit par une variation de la largeur de faute d'empilement, elle-même étroitement liée à l'énergie de défaut d'empilement.

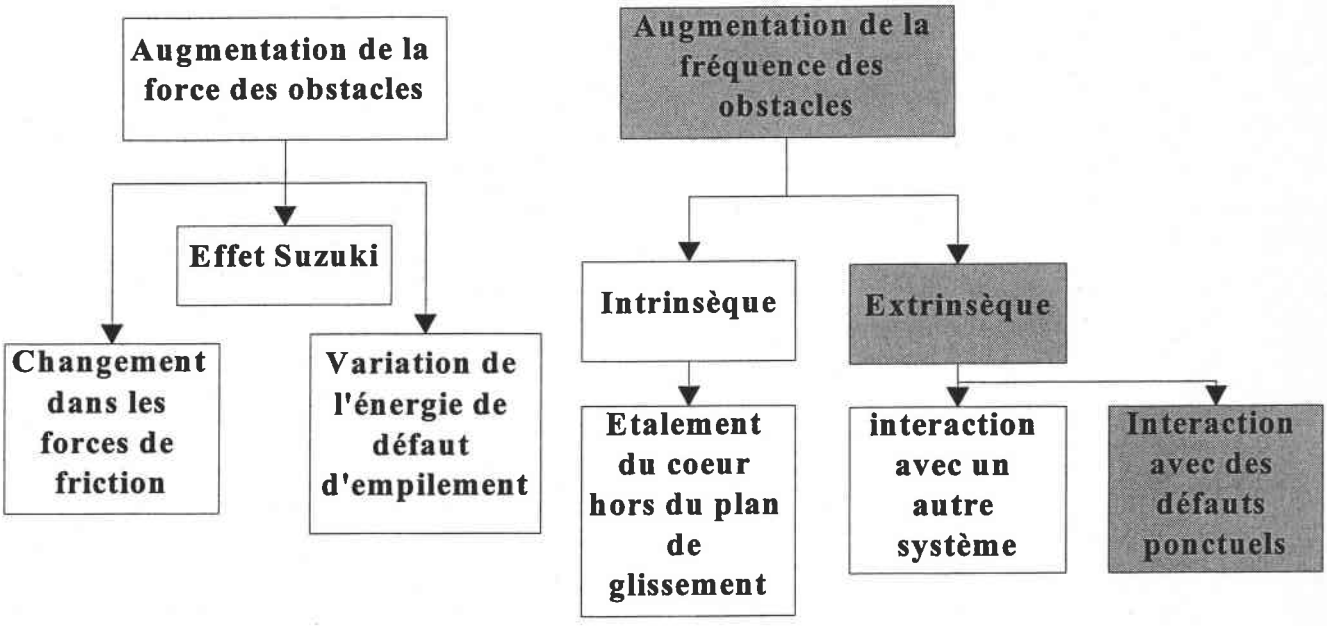


Figure 5-2 : Organigramme des différents modèles

5.1.3.1 Cas I : Augmentation de la force de l'obstacles

Certains auteurs ont mis en évidence les plateaux athermiques dans les systèmes de glissement dans le métaux hexagonaux. Regnier a le premier mis en évidence la remarquable anomalie de la limite élastique du glissement prismatique du béryllium. Les études micrographiques ont montré une variation de l'aspect des lignes de glissement suivant les différents domaines de température. Dans le magnésium, les études de Stohr *et al.* ont mis en évidence la remontée de la limite élastique du glissement prismatique à basse température (entre celle de l'hélium liquide et celle de l'azote liquide).
Ces auteurs ont avancé l'idée que ces anomalies étaient dues à l'augmentation de la force des obstacles avec la température. La force d'un obstacle se mesure avec la hauteur du défaut d'empilement c'est-à-dire avec la largeur de dissociation de la dislocation. La variation de la distance de séparation des dislocations partielles peut avoir différentes origines :

- **Effet suzuki** (ségrégation d'atomes de soluté sur le ruban de faute).
- **Changement dans les forces de friction** de réseau sur les dislocations glissant dans les plans compacts.
- **Variation intrinsèque de l'énergie de défaut d'empilement** avec la température. Ce phénomène est le seul qui peut expliquer une variation d'énergie de faute dans les métaux purs.

5.1.3.1.1 Changement dans les forces de friction

Nous allons essayer d'aborder les changements dans les forces de friction des différents systèmes de glissement.

5.1.3.1.1.1 Mécanismes de type Peierls.

Levine ainsi que Sastry et Vasu proposent un mécanisme de Peierls [Levine 66 , Sastry 72]. A basse température les dislocations se stabilisent au fond des vallées de Peierls dus aux forces de friction

du réseau. Leur mouvement nécessitera le passage des vallées par formation et propagation de double décrochements. Mais la valeur de l'énergie de création d'un double décrochement est inférieure à l'énergie d'activation mesurée dans le titane α.

5.1.3.1.1.2 Mécanismes « pseudo-Peierls ».

Le mouvement des dislocations est décrit par un mécanisme de blocage- déblocage dans lequel la dislocation se déplace par une série de sauts entre les positions glissile et sessile. Le déblocage correspond à la recombinaison de la dislocation; le blocage à sa dissociation hors de son plan de glissement selon le schéma établi par Naka [Naka 83]. Ce mécanisme a été développé par Couret et Caillard dans le cadre de l'étude du beryllium [Couret 89].

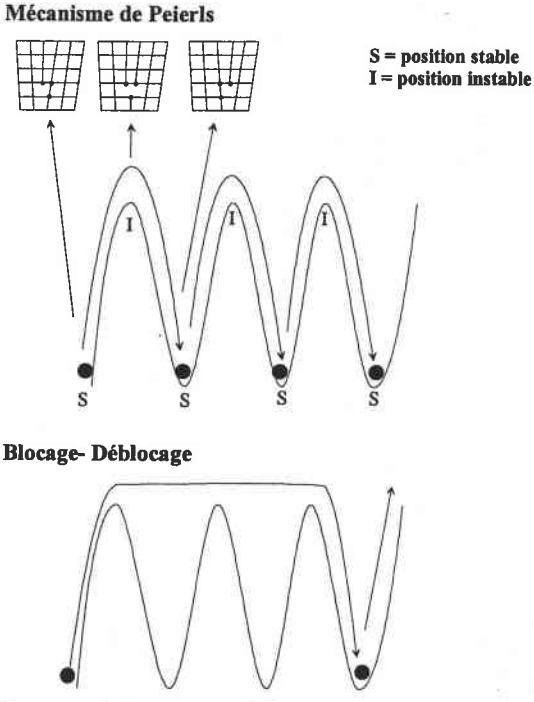


Figure 5-1 : Vue schématique des mécanismes faisant intervenir une force de friction : mécanisme de Peierls et blocage -déblocage

Lors de son déplacement entre deux positions sessiles, la dislocation ne semble pas être affectée par les impuretés [Farenc 92]. Par contre, celles-ci peuvent épingler les dislocations lorsque le cœur s'étale à nouveau dans la phase de blocage. La phase de déblocage suivante sera plus lente, la dislocation devant se libérer progressivement de tous les ancrages pour pouvoir à nouveau se déplacer. La vitesse de propagation est donc réduite par les impuretés interstitielles.

5.1.3.1.2 Effet suzuki

L'effet suzuki (ségrégation d'atomes de soluté sur le ruban de faute) est un effet qui ne peut exister d'une part que dans des alliages ou des métaux contenant beaucoup d'impuretés, et d'autre part que dans le domaine des hautes températures car il nécessite des processus de diffusion. Cet effet est donc écarté de notre discussion.

5.1.3.1.3 Diminution de l'énergie de défaut d'empilement

La largeur de la faute d'empilement est inversement proportionnelle à l'énergie de défaut d'empilement : donc une augmentation de la largeur de faute avec la température implique une diminution de l'énergie de celle-ci.
L'énergie de défaut d'empilement peut augmenter ou diminuer quand la température augmente. D'après Ericsson [Ericsson 66], l'énergie de défaut d'empilement augmente dans les métaux cubiques et diminue dans les métaux hexagonaux quand la température augmente.

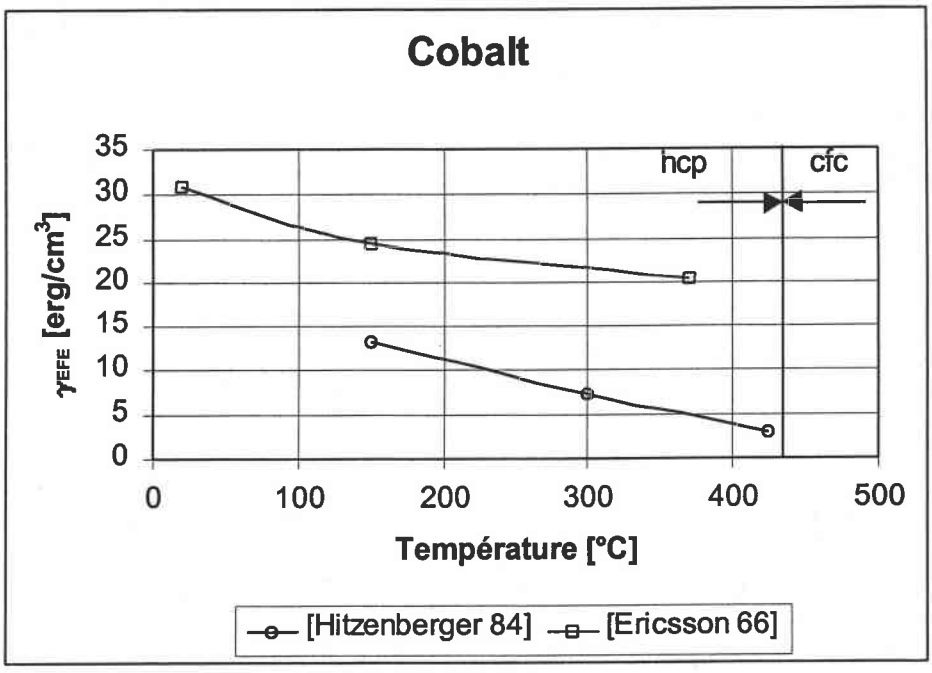


Figure 5-1 : Energie de défaut d'empilement en fonction de la température d'après [Hitzenberger 84] et [Ericsson 66] dans le Cobalt.

Hitzenberger *et al.* ont démontré expérimentalement [Hitzenberger 84], que l'énergie de défaut d'empilement au voisinage de la température de transition HC -> CFC est très faible (proche de zéro). Certains auteurs suggèrent d'ailleurs que la transition de phase du cobalt est une conséquence de la décroissance de γ_{EFE} jusqu'à zéro [Couret 89].

5.1.3.2 Cas II : Augmentation de la fréquence des obstacles

Il y a 2 grandes familles d'obstacles : les intrinsèques et les extrinsèques. Les obstacles intrinsèques sont essentiellement basés sur l'étalement du cœur des dislocations hors de leurs plans de glissement [Poirier, Stohr]. Les obstacles extrinsèques, par contre, résultent soit des interactions avec un autre système [Beuers] ou soit des interactions avec des défauts ponctuelles (comme des atomes en soluté) [Welsch].

5.1.3.2.1 Etalement de cœur hors du plan de glissement

C'est en 1976, que Vitek [Vitek 76] a proposé une explication dans les métaux cubiques centrés pour rendre compte de l'asymétrie du glissement et la différence de comportement entre les dislocations vis et les dislocations coins (en effet les dislocations coins sont plus mobiles que les dislocations vis, prouvant ainsi que les dislocations vis dictent les caractéristiques de glissement).

Son explication, qui se base sur une simulation numérique du cœur des dislocations vis $\frac{1}{2}\langle 111\rangle$, met en évidence le caractère non-planaire du cœur et son étalement non-symétrique.

Fort de cette brillante démonstration dans les métaux cubiques centrés, plusieurs auteurs [Naka 88 et 83, Sob 75] ont tenté d'expliquer à la fois l'anisotropie vis -coin et de l'influence de l'oxygène dans le titane. Les dislocations se déplacent par transition thermiquement activé sessile- glissile (Figure 5-1). Il faut recombiner le cœur sur une longueur critique et courber le segment jusqu'à une position d'instabilité. Le double décrochement se propage de manière irréversible puis le cœur se dissocie à nouveau dans la rangée cristallographique voisine. Le durcissement par les impuretés est alors interprété comme une interaction chimique: le cœur de la dislocation sera modifié par la présence d'amas d'impuretés.

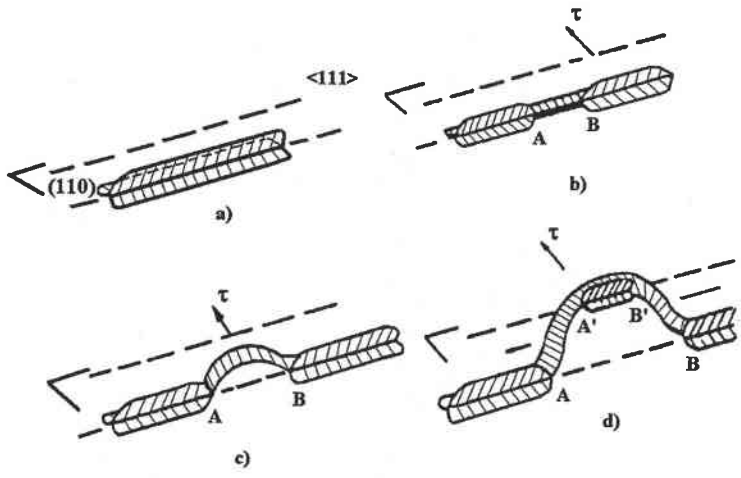


Figure 5-1 : Franchissement d'une vallée de Peierls par une dislocation vis

5.1.3.2.2 Interaction avec un autre système

Beuers *et al.* [Beuers 85] ont déformés in situ en MET des monocristaux de béryllium à 170 k et à 300 K. A 170 K, les lignes de dislocations sont droites et les dislocations glissent toutes dans le plan prismatique. Mais à 300 K, ils ont constaté que les dislocations déviaient fréquemment du plan de base vers le plan prismatique et inversement. Le mouvement des débris laissés par ces glissements déviés contrôlerait la limite élastique au-dessus de la température ambiante car il serait thermiquement activé.

5.1.3.2.3 Mécanismes contrôlés par les impuretés.

En tenant compte de l'influence des impuretés interstitielles sur la CRSS, sur le volume et l'énergie d'activation, certains auteurs [Tunaka 72 et Akthar 75] ont opté pour un mécanisme contrôlé par les impuretés. Le mouvement des dislocations est alors contrôle thermiquement par le passage d'obstacles interstitiels.

L'augmentation de la fréquence des obstacles est alors due à une augmentation des interactions entre les plans de glissement et des atomes en soluté qui diffuseraient de plus en plus vite avec la température vers des sites particuliers : les sites octaédriques.
On pense notamment aux atomes en interstitiels tels l'oxygène, l'azote et le carbone.
L'oxygène est un fort durcisseur de réseau dans les métaux de transition, dans les alliages de titane tout particulièrement à cause de sa très grande affinité avec ceux-ci.
Churchman dans une étude sur les modes de déformations dans les alliages de titane a présenté un modèle de sphères dures sur les effets d'une quantité relativement faible d'oxygène (~ 0,1 % poids) sur le glissement dans le titane α. Le modèle prédit que les atomes d'oxygène (ou d'azote) occupant les sites octaédriques interfèrent avec les dislocations de type <**a**> plus sévèrement dans le plan basal et dans le plan prismatique que pour dans le plan pyramidal. Sur l'illustration, on peut voir les systèmes de glissement possibles des dislocations de vecteurs de Burger $\frac{1}{3}[\bar{1}2\bar{1}0]$, ainsi que les positions des sites interstitiels relatifs à ces plans.

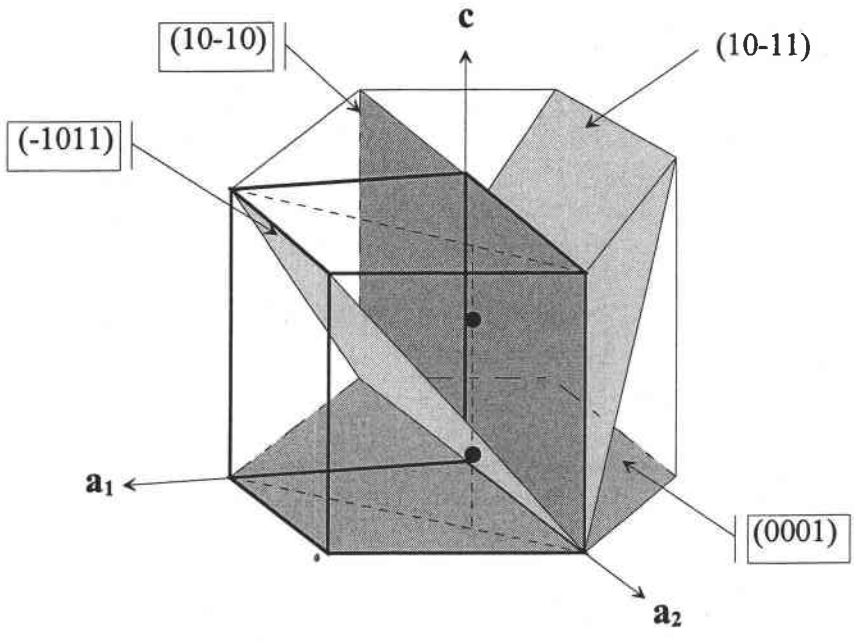


*Figure 5-1 : Les plans de glissement possibles d'une dislocation <**a**>. Les sites interstitiels possibles dans la maille élementaire formée par $\boldsymbol{a}_1$, $\boldsymbol{a}_2$ et **c** sont indiqués par ●.*

Sur la Figure 5-1 on peut voir que les sites interstitiels ne sont coplanaires ni au plan de base (0002) ni au plan prismatique $(10\bar{1}0)$, mais cependant on peut voir sur la Figure 5-2 qu'ils gêneront le mouvement des dislocations <**a**>. Les sites, par contre, sont coplanaires avec un des deux plans pyramidaux possibles pour ce type de dislocation; c'est-à-dire le site $\left(\frac{1}{3},\frac{2}{3},\frac{1}{4}\right)$ est coplanaire avec le plan $(\bar{1}011)$ mais pas avec le plan $(10\bar{1}1)$, par contre le site $\left(\frac{1}{3},\frac{2}{3},\frac{3}{4}\right)$ est coplanaire avec le plan $(10\bar{1}1)$ mais pas avec le plan $(\bar{1}011)$ (voir Figure 5-1). Pour une solution solide aléatoire, le modèle de Churchman prédit que les atomes interstitiels de chacun de deux sites interfèrent avec le mouvement des dislocations dans le plan basal et dans les plans pyramidaux mais seul un des deux sites interstitiels interfère avec le glissement dans les plans pyramidaux.

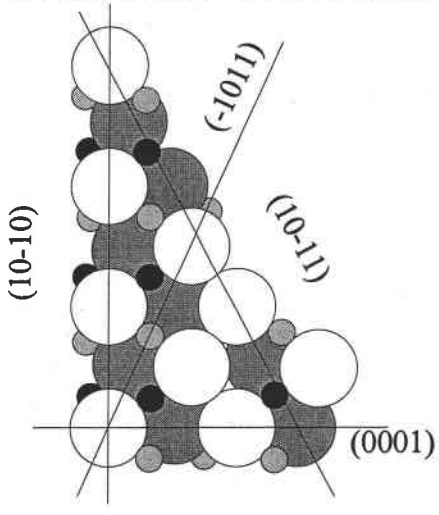


Figure 5-2 : Une section dans le plan (11-20) d'un modèle de sphères dures du réseau hexagonal compact.

Le libre parcours moyen d'une dislocation sera donc beaucoup plus grand dans le plan $(\bar{1}011)$ que dans les plans (0001) ou $(10\bar{1}0)$. Churchman a suggéré que la variation des valeurs de cission

critique résolue des différents systèmes de glissement pouvait s'expliquer avec la teneur en impuretés interstitielles.
Ainsi la variation de la limite d'élasticité montrant l'existence d'un plateau entre 350°C et 500°C peut s'expliquer par l'effet sélectif de l'oxygène sur les plans actifs prismatiques et basal. Cet effet n'existe pas lorsque le système est prismatique.
Il y a un durcissement des systèmes de glissement dans les éprouvettes déformées à 0°/DL (où P<a> est majoritaire à 25°C) et à 45°/DL (où B<a> est majoritaire à 25°C). De plus, dans une étude sur l'alliage TA6V, Medina Perilla (95) a constaté une énorme dispersion des mesures du coefficient de Lankford R(α) surtout entre 350°C et 500°C, en parallèle il a mesuré les coefficients d'écrouissage n : qui augmentent pour 0° et 45° alors que pour 90° les valeurs de n baissent. Ces mesures confirment l'existence d'une anomalie entre 350°C et 500°C :

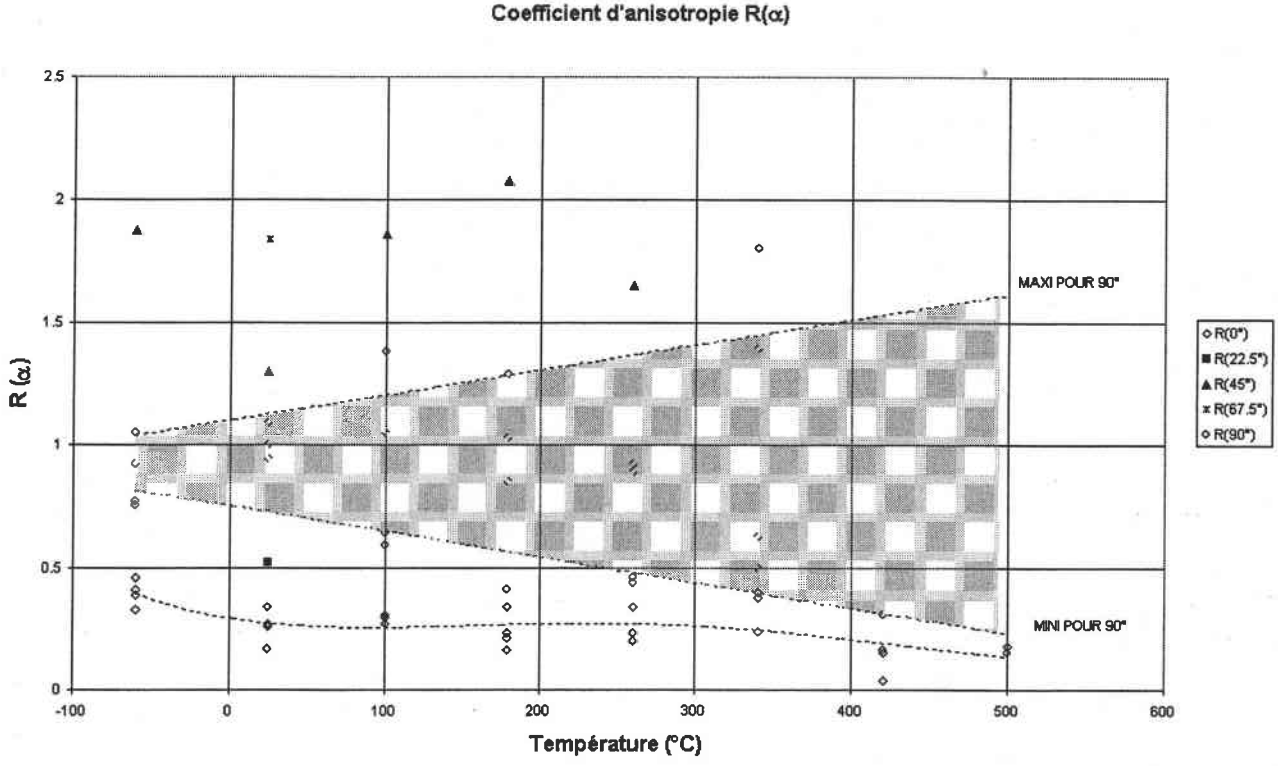


Figure 5-3 : Evolution du coefficient R(α) avec la température

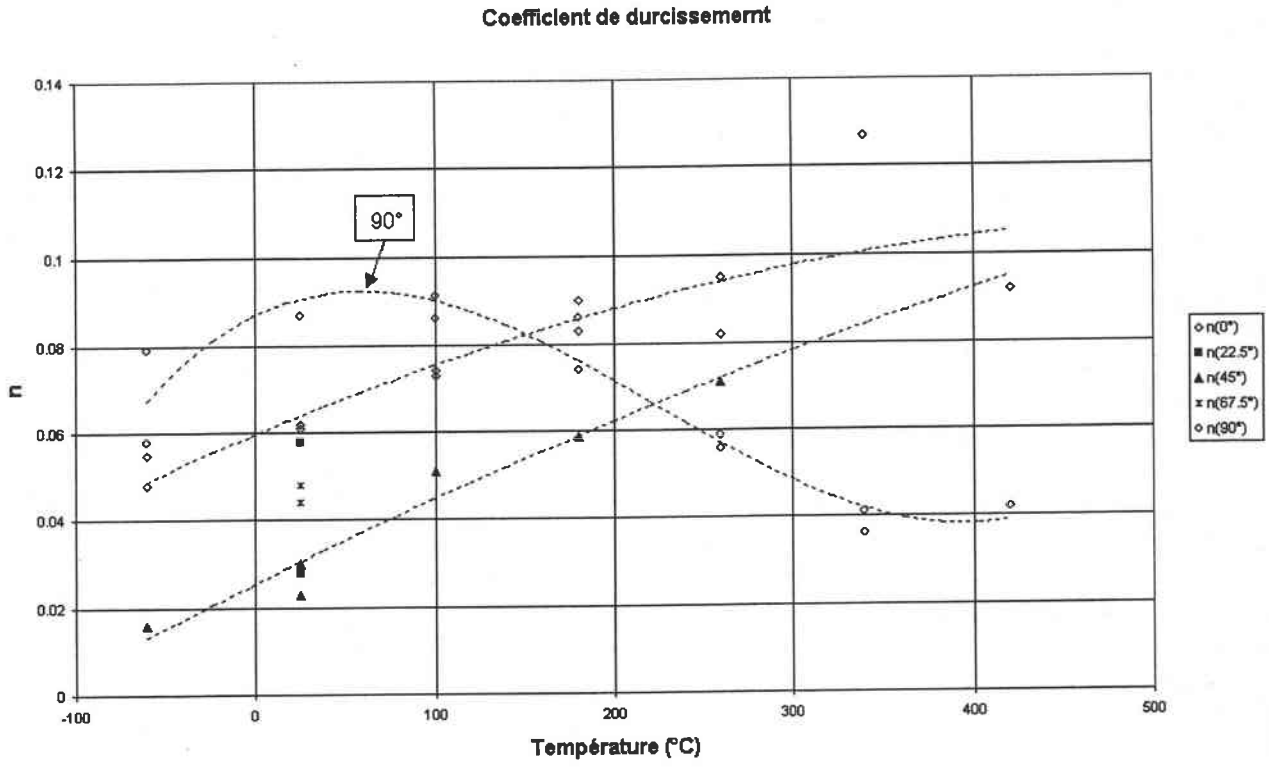


Figure 5-4 : Evolution du coefficient de durcissement avec la température

5.1.3.3 BILAN

L'ensemble des considérations théoriques n'apporte pas de réponses définitives.

5.2 La déformation dans les grains β

5.2.1 Etude des relations d'orientations α/β

L'étude de la texture locale des grains α et des grains β de notre alliage nous a permis d'établir la relation d'orientation qui les lient lorsqu'ils ont une genèse commune. Cette relation d'orientation est connue puisque c'est la relation d'orientation de Burger,

$\{110\}_\beta \Rightarrow (0001)_\alpha \; et \langle 111\rangle_\beta \Rightarrow \langle 11\bar{2}0\rangle_\alpha$.

Les systèmes de déformation déterminés dans les particules de phase β (grande de 1 µm!) ont mis en évidence l'activité du système {110}<111>. Ce système est considéré comme le système de glissement le plus facilement activé par certains auteurs quand on déforme dans le domaine β [Gey 98].

5.2.2 Conséquences des relations d'orientation sur les systèmes de glissement

En portant les systèmes de glissement sur les projections stéréographiques, on remarque la coïncidence de certains systèmes de glissement entre α et β (**Tableau 17**). Les plans de glissement classiques du titane (P, B, π_1) sont parallèles à des plans de glissement {110} et {112}. De même il existe une direction <**a**> parallèle à une direction <111>. Par contre, les plans de maclage de la

phase β de type (332) sont toujours distants de plus de 15° d'un plan de glissement ou de maclage de la phase α.

α	β
$(\bar{1}100)[11\bar{2}0]$	$(\bar{1}\bar{2}1)[\bar{1}11]$
$(10\bar{1}0)[12\bar{1}0]$	$(\bar{1}21)[\bar{1}\bar{1}1]$ à 10°
$(0001)[11\bar{2}0]$	$(101)[\bar{1}11]$
$(0001)[\bar{1}2\bar{1}0]$	$(101)[\bar{1}\bar{1}1]$ à 10°
$(\bar{1}101)[11\bar{2}0]$	$(0\bar{1}1)[\bar{1}11]$
$(\bar{1}101)[2\bar{1}\bar{1}3]$	$(0\bar{1}1)[111]$
$(1\bar{1}01)[\bar{2}113]$	$(110)[\bar{1}11]$

***Tableau 17** : Systèmes de glissement en coïncidence entre α et β*

La figure schématise l'orientation cristalline du grain α présentée sur la photo et montrent les orientations des plans en coïncidence par rapport à l'interface. La configuration que nous obtenons est similaire à celle présentée par Banerjee.
Dans la plupart des alliages de titane biphasés (α+β), la déformation débute dans les grains β puis se propage aux grains voisins α. Si on suit ce raisonnement et au regard du tableau 16, l'activité des systèmes π_1 et basal seraient la conséquence de l'activité des systèmes {110}<111> dans les grains β. De récentes études ont supposées, sans le prouver, l'intense activité du système {110}<111> lors de la déformation à chaud (dans le domaine β) qui expliquerait ainsi la texture fortement marquée obtenue (axe <**c**> dans DT). Dans notre cas, à cause de la petite taille des grains β (~1 μm) la déformation s'initie d'abord dans les grains α et se propage aux grains β avoisinants

6 CONCLUSIONS ET PERPECTIVES.

Le but de cette étude était de comprendre le rôle de la température sur l'activation des mécanismes de déformation dans un alliage de titane commercial TA6V contenant des impuretés telles l'oxygène, le carbone,...

Les mécanismes de déformation ont été étudié dans la gamme de température de 25°C à 800°C. Les courbes macroscopiques, telle la limite élastique, montrent 3 domaines bien distincts où les mécanismes ne sont pas les mêmes :

- un domaine entre 25°C et 350°C
- un domaine entre 350°C et 500°C
- enfin un domaine entre 500°C et 800°C.

Chacun de ces 3 domaines correspondent à l'activation de systèmes de déformation différents.

Dans le domaine 1, le système de glissement principal est surtout le prismatique, les autres systèmes, secondaires, sont le basal et le pyramidal première espèce. Les dislocations <**a**> ayant un rôle prépondérant.

Dans le domaine 2, nous avons un durcissement des systèmes de glissement avec un vecteur de Burger <**a**>. Ce durcissement de certains systèmes de déformation observés dans le domaine intermédiaire (350°C – 500°C) semble être dû aux impuretés interstitielles surtout l'oxygène qui, à ces températures, deviennent mobiles et diffusent vers les sites octaédriques et gênent ainsi le mouvement des dislocations <**a**> surtout dans les plans B et P.

Dans le domaine 3, nous avons observé beaucoup de glissement prismatique, les dislocations sont majoritairement de type <**a**> et de caractère vis. Les dislocations s'arrangent soit en cellules de polygonisation soit en bandes de glissement.

De plus les relations d'orientation entre les grains α et β peuvent induire une sélection des systèmes qui peuvent être imposés d'un grain à l'autre par le grain voisin. Donc la prédominance de {110} sans β va de pair avec une activation plus forte de {1101} et du basal dans les grains α.

D'après ces résultats il semble clair que, jusqu'à 350°C, les modèles de déformation à froid s'appliquent avec des données sur les systèmes de base qui sont identiques à ceux de la température ambiante (à une similitude près). Entre 350°C et 500°C, on peut considérer les systèmes actifs comme stabilisés juste le système le CRSS du système π_1 qui décroît.

Au dessus de 500°C non seulement tous les systèmes sont identiques pour les CRSS mais d'autres phénomènes que l'écrouissage à froid interviennent, de ce fait il faut entrer dans les modèles de plasticité des éléments permettant de prendre en compte :

- la relaxation à chaud
- la restauration (polygonisation).

Dans ce cas à 500°C et au-dessus, les modèles classiques pour les matériaux cubiques devraient pouvoir être appliqués sans distinction de point de vue des différentes symétries.

Il serait intéressant de compléter cette étude par des essais de traction *in-situ* dans le MET et par des simulations de la structure de cœur des dislocations avec la température pour analyser le durcissement de différents systèmes activés et ainsi de mieux appréhender l'influence des impuretés qui tiennent un rôle majeur dans l'activation des mécanismes de déformation. Il est difficile d'avoir des données exactes sur le rôle des impuretés surtout quant elles sont en quantité si faible comme dans le TA6V. Nous pouvons avoir une idée de leur rôle que par des mesures indirectes.

7 EINLEITUNG

TiAl6V4 ist eine der bekanntesten und meistbenutzten kommerziellen Titanlegierungen. Ihre Anwendungsgebiete sind breit und mannigfaltig: Raumfahrt (Pumpengehäuse, Tanks für tiefkalte Flüssigkeiten...), Flugzeugbau (Turbinen, Rotorblätter, Kompressoren), Medizintechnik (Prothesen) und Alltagsgegenstände (Brillengestelle, Fahrradrahmen, ...). Diese Legierung besitzt besondere Fähigkeiten; es waren zuerst ihre niedrige Dichte (4.5 g/cm^3) und hohen mechanischen Kennwerte (Streckgrenze, Zugfestigkeit), die sie für die Luftfahrtindustrie interessant machten, wo der die Gewichtseinsparung ein ständiges Problem ist. Da sie ihre guten mechanischen Eigenschaften bei sehr niedrigen Temperaturen beibehält, wird sie in der Raumfahrtindustrie für Tieftemperaturanwendungen eingesetzt (Behälter für tiefkalte Flüssigkeiten oder Pumpenteile). TiAl6V4 läßt sich superplastisch verformen, was die Formung halbkugeliger Behälter erleichtert. Es ist ihre Biokompatibilität, die die Medizinindustrie für den Knochenersatz. Diese Legierung wurde sehr eingehend studiert, wie der Reichtum der Literatur zu diesem Thema beweist. Sie existiert in vielen möglichen Mikrostrukturen, abhängig von der thermischen oder thermomechanischen Behandlung. In der Luftfahrtindustrie beispielsweise verwendet man, insbesondere in Hinblick auf die bei 500°C arbeitenden Kompressoren von Hubschrauberturbinen, vorzugsweise TiAl6V4 mit einem zweiphasigen Widmanstätten'schen Gefüge (α-Phase liegt in Form feiner Nadeln vor), das eine hohe Kriechbeständigkeit bewirkt. Für die meisten anderen Anwendungen wird jedoch TiAl6V4 mit globularem Gefüge bevorzugt.
Viele Arbeiten über das Tieftemperaturverhalten von TiAl6V4, ihre Superplastizität, (α-β) Umwandlungen, das Schmieden im β-Gebiet und das Verhalten des Widmanstätten'schen Gefüges im α-Gebiet wurden durchgeführt, aber sehr wenige Untersuchungen über TiAl6V4 mit globularem Gefüge in α-Gebiet (von 25°C bis 800°C).
Das Ziel dieser Arbeit ist es folglich, Daten bezüglich der Verformungsmechanismen zu sammeln, die in diesem Gebiet mit einem viel einfacheren Gefüge als dem Widmanstätten'schen aktiviert werden, um das Taylor'sche Plastizitätsmodell mit Eingangsdaten zu versorgen.
Zu diesem Zweck stellte die Firma CEZUS ein TiAl6V4 Blech zur Verfügung, das eine sehr markierte Verformungstextur aufweist (<**c**>Achse in der Querrichtung). Dieses Blech wurde mittels einfacher mechanischer Versuche (Zug- und Druckversuch) in den verschiedenen Richtungen (0°, 45° und 90° zur Walzrichtung des Bleches) und bei unterschiedlichen Temperaturen (von 25°C bis 800°C) verformt. Anschließend wurden Proben genommen, um mittels Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) die aktivierten Verformungssysteme zu beobachten. Wir konnten die Entwicklung der aktivierten Verformungssysteme mit der Temperatur verfolgen und daraus ihre kritischen Schubspannungen (CRSS) ableiten. TiAl6V4 ist eine kommerzielle Legierung und enthält daher Verunreinigungen (wie z.B. Sauerstoff, Kohlenstoff,...), die bei bestimmten Temperaturen eine grundlegende Rolle spielen, die wir zu erklären versuchen werden. Wir haben uns für TiAl6V4 mit einem äquiaxialen Gefüge und einer sehr ausgprägten Textur in Querrichtung interessiert. Wir haben diese Legierung im Temperaturbereich von 25°C bis 800°C studiert, indem wir sie verschiedenen Belastungen (Zug- und Druck-) unterworfen haben. Wir haben die Entwicklung der Verformungsmechanismen mit der Temperatur und der Belastung beobachtet. Zu diesem Zweck haben wir die Transmissions-Elektronen-Mikroskopie eingesetzt.
Die Arbeit ist in vier Abschnitte unterteilt. Das erste Kapitel ist der bibliographischen Studie der Grundlagen gewidmet : allgemeine Informationen über Titan und seine Texturen, mikroskopischen und makroskopisches Verhalten von TiAl6V4.
Das zweite Kapitel stellt die verwendeten experimentellen Techniken dar, sowie die verschiedenen Programme, die während dieser Arbeit entwickelt wurden. Das dritte Kapitel ist den Ergebnisse gewidmet, die in zwei Abschnitte geteilt sind : makroskopische Ergebnisse (Streckgrenze, Zugfestigkeit...) und Ergebnisse der mikroskopischen Beobachtungen.

Im vierten Kapitel wird eine Mikromakrosynthese durchgeführt. Sie verbindet die mikroskopischen Beobachtungen mit den makroskopischen Eigenschaften Streckgrenze,

Verfestigungsgeschwindigkeit und Duktilität. Ein in der Literatur entwickeltes Modell wird auf unsere Arbeit angewandt, um den Einfluß der interstitiellen Elemente auf die Streckgrenze und die Verformungssysteme zu bestätigen.

8 BIBLIOGRAPHISCHE STUDIE

Dieses Kapitel stellt die bibliographische Arbeit dar. Es ist in drei Abschnitte unterteilt: allgemeine Informationen über die Metallurgie des Titans, das mikroskopische und das makroskopische mechanischen Verhalten von Titanlegierungen. Der erste Teil beschreibt die Phasen, die in Titanlegierungen angetroffen werden, die klassischen thermischen oder thermomechanischen Behandlungen und die verschiedenen vorkommenden Texturen. Der zweite Teil behandelt die Mechanismen der plastische Verformung der zweiphasigen polykristallinen (TiAl6V4)-Legierung. Die Verformungssysteme der α Phase (Gleitsysteme, Versetzungskonfiguration und die Mechanismen, welche die Bewegung von Versetzungen aktivieren) werden besonders entwickelt. Der letzte Teil ist der Untersuchung des makroskopischen Verhaltens von TiAl6V4 gewidmet, wir werden versuchen, die Probleme der elastischen Anisotropie in Abhängigkeit von der Temperatur aufzuzeigen.

8.1 Allgemeine Informationen über die Metallurgie des Titans und seiner Legierungen

Dieser erste Abschnitt ist der Beschreibung der verschiedenen Phasen gewidmet, die in Titan und seinen Legierungen beobachtet werden. Wir werden die Kristallographie der Phasen, die Phasenumwandlungen und die Rolle der Legierungselemente beschreiben. Der letzte Abschnitt beschreibt im Besonderen TiAl6V4 und die Umwandlungen, die dort auftreten können. Wir werden ebenfalls die verschiedenen Texturen betrachten, die sich in Abhängigkeit von Temperatur und thermomechanischer Behandlung entwickeln.

8.1.1 Kristallographie des Titans

Titan ist ein allotropisches Element. Bei Raumtemperatur hat Titan eine hexagonal-dichtest-gepackte (HDP) Kristallstruktur, die als "Alpha" Phase bezeichnet wird. Diese Struktur wandelt sich bei 882.5°C zu einer kubisch-raumzentrierten (KRZ) Kristallstruktur um, genannt " Beta" Phase.

8.1.1.1 Hexagonale Struktur

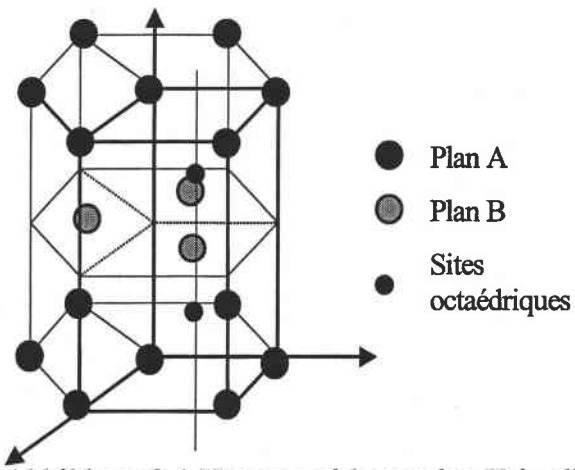


Abbildung 8-1 Hexagonal-kompakte Kristallstruktur

Das hexagonale Gitter besteht aus einem „Stapel" dichter Ebene, die zur Basisebene entsprechend der Stapelfolge ABABAB parallel sind.

Die Elementarzelle besteht aus zwei Atomen, welche die Positionen (000) und $\left(\frac{2}{3}\frac{1}{3}\frac{1}{2}\right)$ besetzen.

Die Oktaederlücken des Gitters befinden sich bei $\left(\frac{1}{3}\frac{2}{3}\frac{1}{4}\right)$ und $\left(\frac{1}{3}\frac{2}{3}\frac{3}{4}\right)$.

Diese Lücken können durch interstitielle Verunreinigungsatome wie Wasserstoff, Kohlenstoff, Stickstoff besetzt werden.

Die Tetraederlücken sind bei $\left(00\frac{3}{8}\right)$, $\left(00\frac{5}{8}\right)$, $\left(\frac{2}{3}\frac{1}{3}\frac{1}{8}\right)$ und $\left(\frac{2}{3}\frac{1}{3}\frac{7}{8}\right)$ lokalisiert. Sie sind kleiner als die Oktaederlücken. Die Gitterkonstanten des α-Titans sind a = 2.950 Å, c = 4.686 Å und c/a = 1.5885 (siehe Abbildung 8-1).

8.1.1.2 Kubisch raumzentrierte Struktur

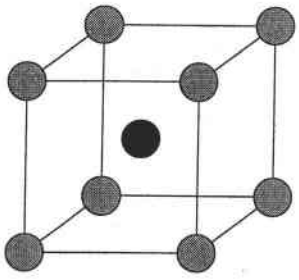


Abbildung 8-1 : Kubisch-raumzentrierte Kristallstruktur

Das kubisch raumzentrierte Gitter (KRZ) besteht aus zwei Atome in (000) und $\left(\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}\right)$. Die Oktaederlücken des Gitters befinden sich bei $\left(\frac{2}{3}\frac{1}{3}\frac{1}{2}\right)$ und die Tetraederlücken bei $\left(\frac{2}{3}\frac{1}{3}\frac{1}{2}\right)$.

Die Gitterkonstante ist a = 3.21 Å (siehe Abbildung 8-1).

8.1.1.3 Orientierungsbeziehung

Ein β ->α Umwandlungsmechanismus wurde von Burgers vorgeschlagen, um den Übergang einer kubisch raumzentrierten Struktur (KRZ) in eine hexagonal dichtest-gepackte (HDP)Struktur zu erklären [Burgers 57]. Es handelt sich dabei um eine Scherung der Ebene {110} der β Phase in der ⟨111⟩ Richtung. Die Orientierungsbeziehungen, die mittels Elektronenbeugung beobachtet werden, sind : $\{110\}_\beta \Rightarrow (0001)_\alpha et \langle 111\rangle_\beta \Rightarrow \langle 11\bar{2}0\rangle_\alpha$ (siehe Abbildung 8-1).

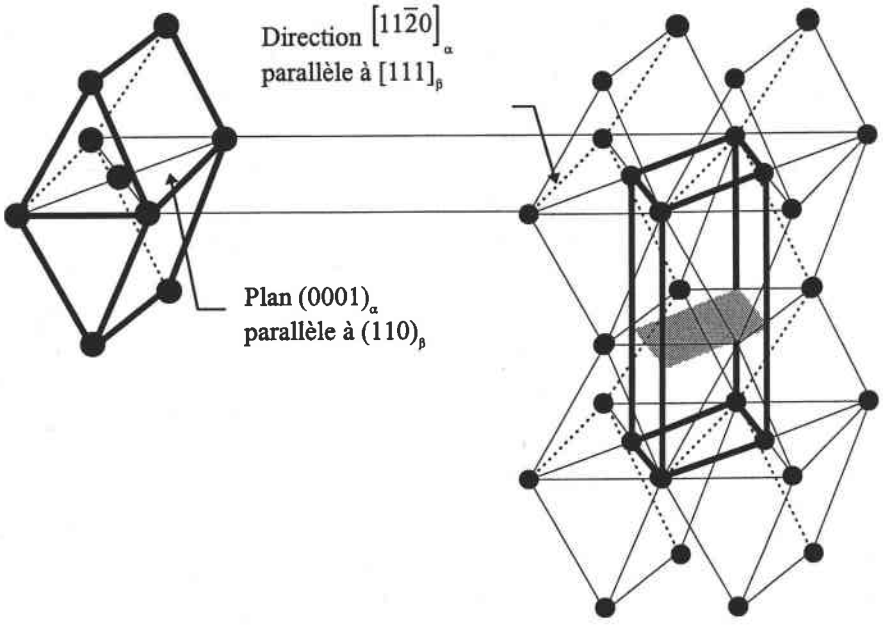


Abbildung 8-1 : Orientierungsbeziehung hcp - krz

8.1.2 Titanlegierungen

8.1.2.1 Legierungselemente

Man unterscheidet zwei Kategorien von Legierungselementen, je nachdem, ob sie die α-Phase oder die β-Phase stabilisieren.
Die α stabilisierenden Elemente (zum Beispiel Al) ersetzen die Titanatome im hexagonalen Gitter. Durch den Mischkristalleffekt bewirken sie eine bedeutende Festigkeitsteigerung gegenüber Reintitan [Conrad 81]. Zusätzlich führen Konzentrationen größer als 10% zur Bildung intermetallischer Verbindung wie Ti_3Al.
Es gibt zwei Gruppen β-stabilisierender Elemente. Die betaisomorphe Gruppe besteht aus Elementen, die mit β-Titan vollständige Mischkristallreihen bilden; dies sind z.B. Mo, V und Ta. Die andere Gruppe sind Eutektoidbildner (z.B. Fe, Cr, Mn, Si...) [Mc Quillian 63].
Die Legierungselemente Sn und Zr verhalten sich weitgehend neutral.

Wasserstoff nimmt eine Sonderstellung ein. Im Gegensatz zu den anderen Elemente ist er ebenso einfach hinzuzufügen wie zu entfernen. Während er einen vorteilhaften Effekt auf die Warmumformbarkeit der Titanlegierungen hat, indem seine Zugabe eine bedeutende Zunahme der Duktilität und Reduzierung der Festigkeit bewirkt [Senkov 92], versprödet er sie andererseits bei der Kaltumformung. Dieses Phänomen wird immer auf Hydride zurückgeführt [Williams 62].

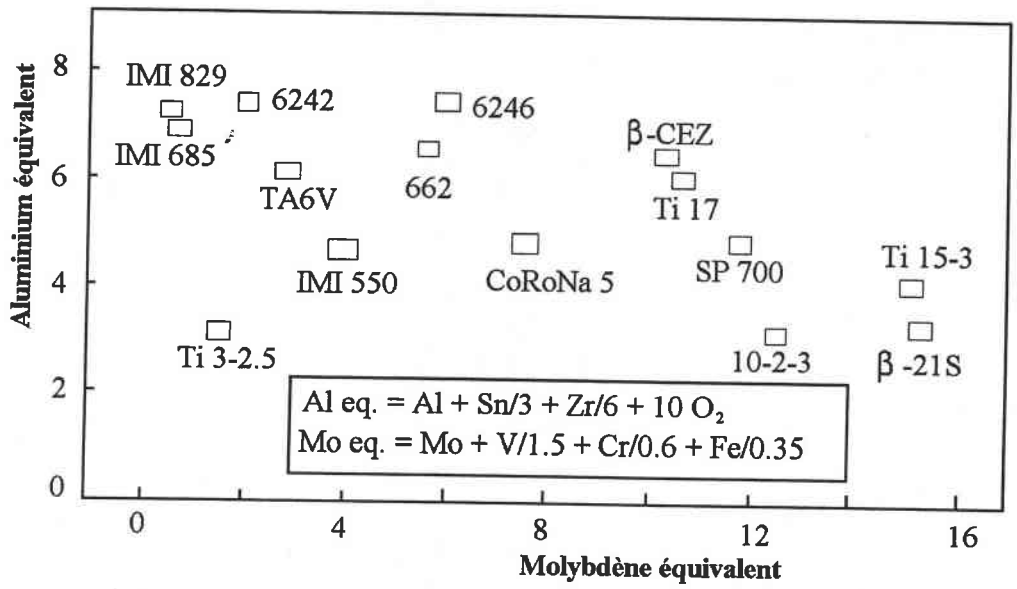


Abbildung 8-1 Titanlegierungen

8.1.2.2 Interstitielle Verunreinigungen

8.1.2.2.1 Gitterverzerrung

Wenn man die Größe der Verunreinigungsatome und derjenigen der Gitterlücken vergleicht (Tabelle 1 und Tabelle 2), wird es deutlich, daß Kohlenstoff, Sauerstoff und Stickstoff α-stabilisierende Element sind, die die Oktaederlücken der hexagonalen Phase besetzen. Wasserstoff ist ein β-Stabilisierer, der in die Tetraederlücken eingebaut wird [Konrad 81].

	sites octaédriques	sites tétraédriques
α	0,61 Å	0,33 Å
β	0,25 Å	0,48 Å

Tabelle 1

atome	Rayon atomique (Å)	distorsion volumique ($Å^3$ / % at.)	Maximum de solubilité (% atom.)
C	0,77	0,49	2
N	0,71	0,18	19
O	0,60	0,13	30
H	0,46	-	8

Tabelle 2

Die Einlagerung interstitieller Verunreinigungsatome in die Oktaederlücken verzerrt das Gitter (Tabelle 3) und bewirkt eine Zunahme der Gitterkonstanten. Diese Verzerrung ist sehr ausgeprägt und anisotrop (bedeutender in Richtung der <c>-Achse). Man kann dieses Verhalten in der folgenden Kurve schematisieren, indem man die von Konrad aufgestellten Gesetze der linearen Variante anwendet (Abbildung 8-1) [Konrad 81].

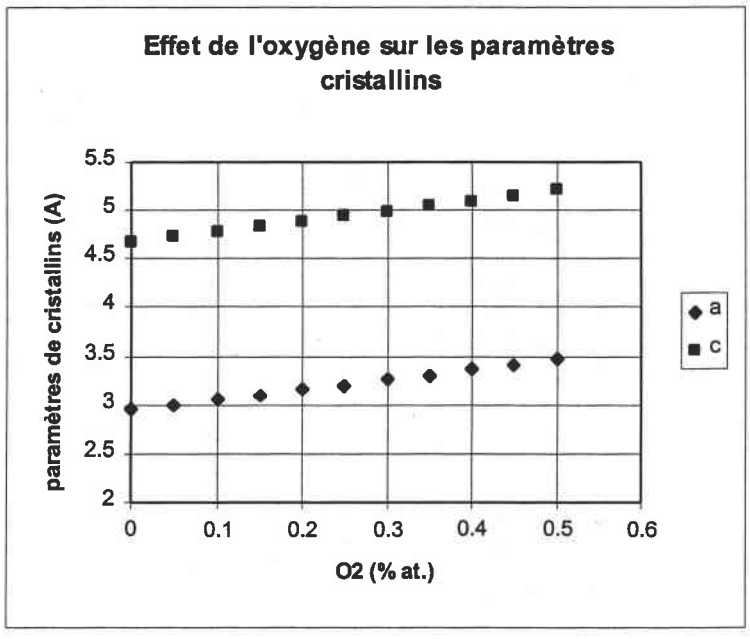


Abbildung 8-1 Entwicklung der Gitterparameter der hexagonalen Phase in Abhängigkeit von der Konzentration interstieller Verunreinigungen

8.1.2.2.2 Die geordnete Atomverteilung des Sauerstoffs in α-Titan

Zusätzlich zur Gitterverzerrung spielt die geordnete Verteilung der Sauerstoffatome eine Rolle für die Verfestigung des Materials. Hirabayashi hat die Ordnung-Unordnung Umwandlung des System Ti - O studiert. Er zeigte, daß, ab einer Konzentration von ungefähr 10%, die Atome eine von zwei Gitterlücken in den zu (0001) parallelen Ebenen besetzen, und sich vorzugsweise in einer Richtung des Typs $\langle 11\bar{2}3 \rangle$ anordnen. Für niedrigere Konzentrationen ($\approx$ 1 Atom-%) haben Moskalenko und Putsova die Hypothese der Anordnung der Atome zu Paaren aufgestellt [Moskalenko 74].

8.1.2.3 Phasenumwandlungen und intermediäre Phasen in Titanlegierungen

Zusätzlich zu der allotropischen β ->α Umwandlungen unterliegen Titanlegierungen intermediären Phaseumwandlungen. Ausscheidungsbildung kann sowohl in der α-Phase wie auch der β-Phase beobachtet werden.

8.1.2.3.1 Martensitische Umwandlung

Während einer schnellen Abkühlung können zwei Martensit-Typen ausgehend von der β-Phase gebildetet werden : die hexagonal dichtest-gepackte α'-Phase und die orthorhombische α"-Phase [Mc Quillian 63]. Diese Phasen haben die typische Morphologie einer martensitischen Umwandlungen: eine Gefüge gebildet von feinen Nadeln, die in Kolonien mit der gleichen kristallographischen Orientierung organisiert sind [Bowen 88]. Der hexagonale Martensit α ' wird entsprechend dem Mechanismus von Burgers und mit Gitterkonstanten sehr nahe der α-Phase gebildet [Campagnac 88]. Imam *et al.* haben an einer abgeschreckten Nuance TiAl6V4 mittels Elektronenbeugung im TEM die folgenden Gitterkonstanten gemessen : $a_\alpha = 2.95$ Å, $c_\alpha = 4.75$ Å und $a_{\alpha'} = 2.931$ Å, $c_{\alpha'} = 4.70$ Å (wegen der geringen Präzision der Messungen im TEM sind dies nur Anhaltswerte). Aufgrund der schnellen Umwandlungenkinetik diffundieren die β-stabilisierenden Elemente nicht viel. Die Zusammensetzung dieser Phase ist sehr nahe an der β Phase.
Der α"-Martensit besitzt eine orthorhombische Struktur zwischen KRZ und HDP. Es wird nur in hochlegierten Legierungen beobachtet (gewöhnlich für Mo > 4%) [Singh 93].

8.1.2.3.2 β -> α Umwandlung

Die α-Phase wird unterhalb des β-Transus gebildet; entweder während einer Anlaßbehandlung oder bei langsamer Abkühlungen (Luft- oder Ofenabkühlungen). In diesem letzten Fall keimt die α-Phase, von den Korngrenzen ausgehend, entlang der $\{110\}_\beta$ Ebenen und bildet eine nadeliges Gefüge, genannt Widmanstätten'sches Gefüge (Abbildung 8-1) [Donachie 88].

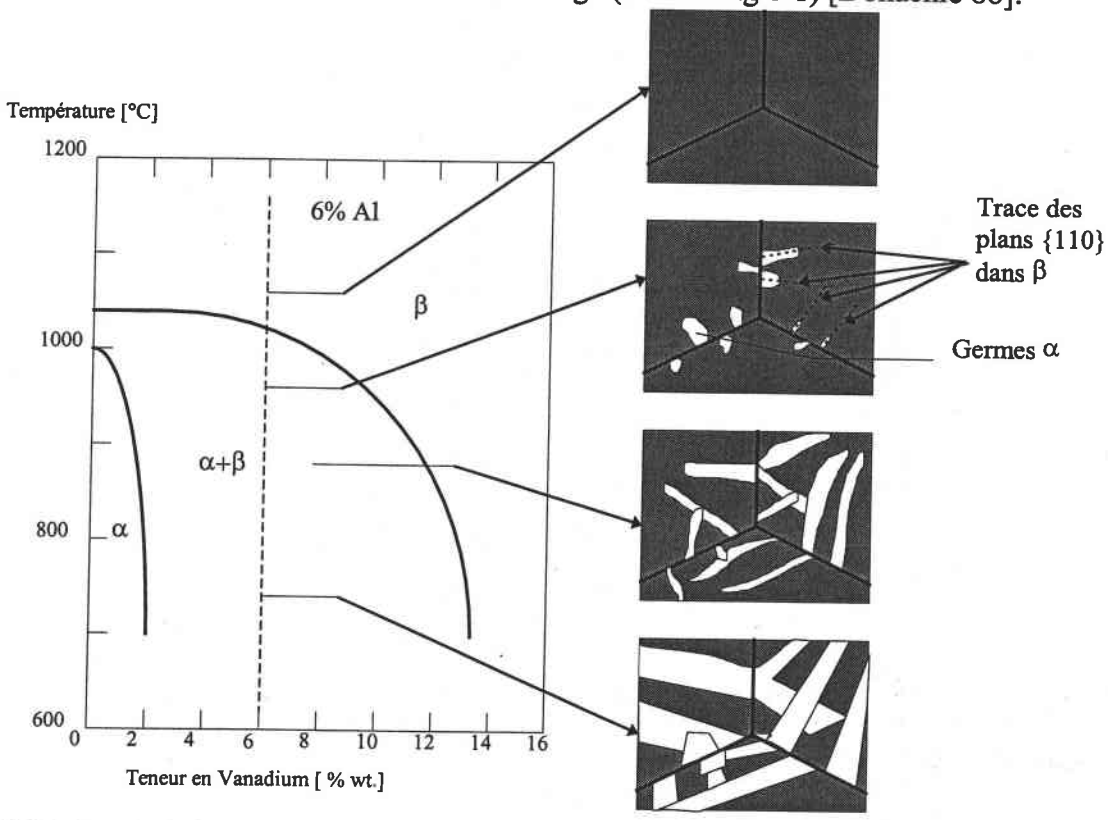


Abbildung 8-1 β -> α Umwandlung. Widmanstätten'sches Gefüge

Abhängig von der thermomechanischen Behandlung ist die Morphologie der α-Phase entweder globular oder nadelig. Ein globulares Gefüge wird erhält man nach einer Warmumformung im α oder α+β Gebiet, die die widmanstätten'schen Nadeln aufbricht. Eine lange Haltedauer bei einer Temperatur im α+β Gebiet erzeugt ein Mischgefüge aus globaluren und nadelförmigen Körnern. Dieses Gefüge wird automatisch durch einen Übergang in das β-Gebiet gelöscht [Donachie 88]. Ein Schmieden im α-Gebiet erzeugt ein rein nadeliges Gefüge.
Im folgenden werden diejenigen Körner α primär genannt, die durch das Schmieden entstehen und nur durch einen Durchgang durch den β-Transus verschwinden können. Die sekundären α Körner sind die Nadeln, die aus einer Wärmbehandlung resultieren und bei einer Temperaturerhöhung verschwinden können.

8.1.2.3.3 Residuelle β-Phase

Die β-Phase ist umso stabiler, je reicher sie an β-stabilizierenden Elementen ist. In Abhängigkeit von der Legierung, kann sie in Form von umgewandeltem β (Martensit-Nadeln) oder in Form von metastabilem β vorgefunden werden, welches feinverteilte nadelförmige Ausscheidungen der α-Phase enthält. Die β-Phase ist erst jenseits eines Gehaltes an β-stabilisierenden Legierungselementen von 17 % (Äquivalent-Mo) bei Raumtemperatur stabil.

8.1.2.3.4 ω-Phase

Diese hexagonale Phase geht aus der β-Phase hervor, entweder in athermischer Weise, während einer schnellen Abkühlung, oder thermisch während einer Anlaßbehandlung [Mc Quillian 63]. Sie wird häufiger im β-Legierungen beobachtet [Williams 73]. Im Allgemeinen tritt diese

festigkeitssteigernde Phase in Form von Scheiben mit kleinem Durchmesser (ungefähr 10 nm) auf. Sie ist leicht durch das Vorhandensein von Streifen auf dem Elektronenbeugungsdiagramm der β-Phase identifizierbar.
Die athermische Phase wird martensitisch gebildet, die Umwandlung folgt aber nicht den Relationen von Burgers. Die Bildung der thermischen ω-Phase ist diffusionsgesteuert und folgt den folgenden Orientierungsbeziehungen : $(0001)_\omega \Rightarrow (011)_\beta et \langle 11\bar{2}0\rangle_\omega \Rightarrow \langle 1\,\bar{1}\,1\rangle_\beta$.

8.1.2.3.5 Auscheidung der α_2-Phase

Die α_2-Phase (Ti_3Al) kann in der α-Phase ab einem Aluminiumgehalt höher als 7 - 8 Gewichts-% ausgeschieden werden. Diese geordnete Phase der Struktur DO_{19} resultiert aus der regelmäßigen Anordnung der Aluminiumatome. Sie wirkt stark festigkeitssteigernd und versprödend.

1.1.2 Die Legierung TiAl6V4

Diese Legierung besteht aus (nach dem Gewicht) 90% Titan, 6% Aluminium und 4% Vanadium (Toleranz jeweils etwa ±0,5%). Da es sich um eine industriell hergestellte Legierung handelt, enthält sie immer eine gewisse Anzahl von Begleitelementen :

- interstitielle Verunreinigungen.

  Man ist bemüht, die Summe der drei wichtigsten Elemente, Sauerstoff, Kohlenstoff und Stickstoff, niedriger als 0.25% zu halten, wobei die folgenden Grenzwerte beachtet werden müssen : 50 ppm < N < 200 ppm, 200 ppm < C < 500 ppm und O < 2000 ppm.
- substitutionelle Verunreinigungen wie Fe und Si, die kaum in der α-Phase löslich sind. Der zugelassene maximale Gehalt beträgt 0.3%.

1.1.2.1 Phasenumwandlungen in TiAl6V4

8.1.2.3.6 Einfluss der thermisch Behandlung

Je nach Abkühlungsgeschwindigkeiten und Glühtemperaturen, wird die Diffusion der Legierungselemente von β nach α erleichtert oder nicht. Während die α-Phase kaum auf thermische Behandlungen reagiert, verändern sich der Vanadiumgehalt und die Gitterkonstante der β-Phase sehr (Abbildung 8-1).

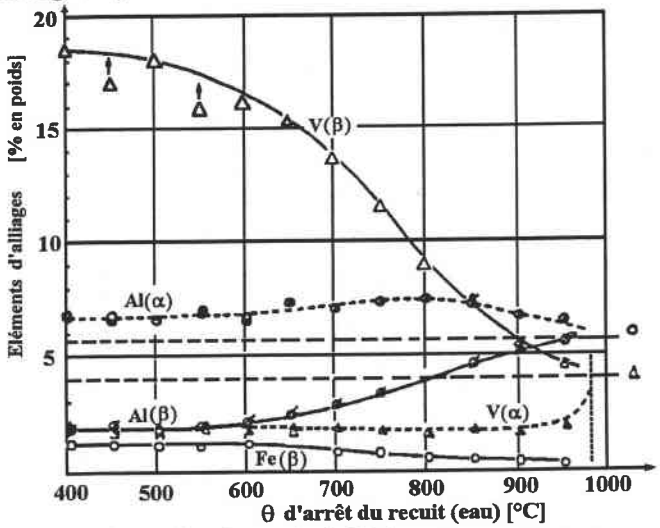


Abbildung 8-1 Einfluss der thermisch Behandlung. Gehalt an Al und V der Phasen α und β in Abhängigkeit von der Glühtemperatur

8.1.2.3.7 ZTU-Diagramm

Castro und Seraphin haben das ZTU-Diagramm von TiAl6V4 gezeichnet (Abbildung 8-1) [Castro 66]. Wegen der Legierungselemente ist die β-transus Temperatur von TiAl6V4 höher als diejenige

des Reintitans (980°C anstelle von 882,5°C). In gleicher Weise wird die Starttemperatur der Martensit-Umwandlungen durch Vanadium abgesetzt (Ms = 625°C).
In TiAl6V4 kann die β-Phase bei Raumtemperatur im metastabilen Zustand vorliegen. Je nach Abkühlungsgeschwindigkeit und Glühtemperaturen, ist die Morphologie der β-Phase :

- Ein nadeliges Gefüge von α'-Martensit. Diese Phase besitzt die selbe Kristallstruktur wie α und eine chemische Zusammensetzung nahe an β. Sie ist folglich metastabil.
- Körner der metastabilen β-Phase (ab 725°C, wenn die Vanadiumkonzentration ausreicht).
- Körner der β Phase, verstärkt durch eine Sekundärauscheidung der α Phase bei 450°

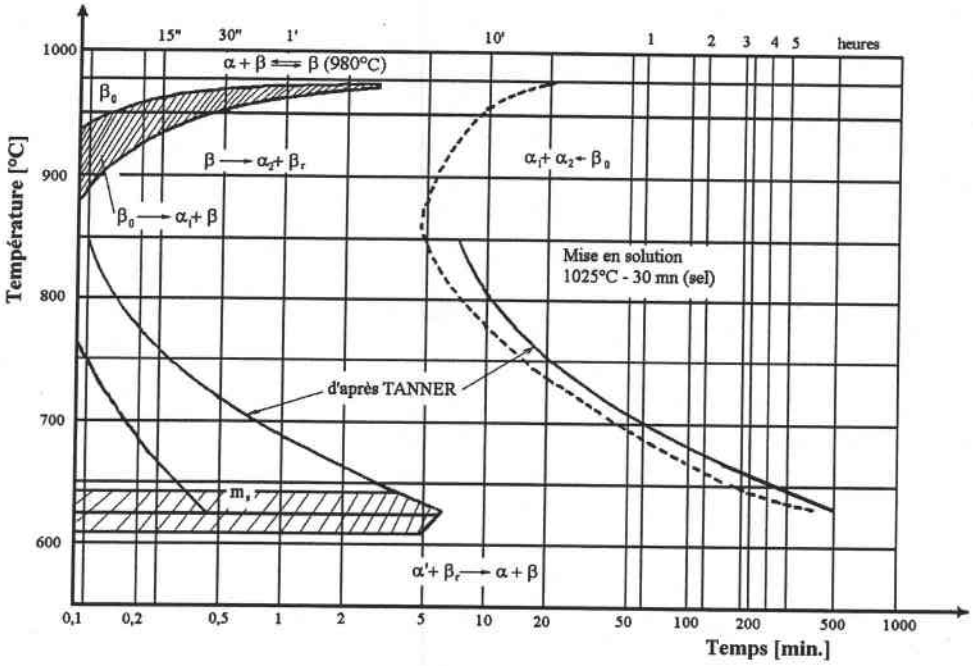


Abbildung 8-1 ZTU-Diagramm von TiAl6V4 nach einer Lösungsglühung bei 1025°C – 30 min.

8.1.2.3.8 Auscheidung

8.1.2.3.8.1 Ti_3Al

Die α-Phase von TiAl6V4 enthält ungefähr Aluminium 7 Massen-%, entsprechend 11 Atom-%. Die regelmäßige Anordnung des Aluminiums ist folglich möglich [Campagnac 88]. Castro und Séraphin beobachteten die vorübergehende Bildung einer härtesteigernden Auscheidung α_2 während des Glühens zwischen 850°C und 750°C [Castro 66]. Wenn die Dauer der Glühung lang ist, wird diese Phase wieder aufgelöst, um α zu bilden. Fopiano und Bever beobachteten die Auscheidung von Ti_3Al bei einer Glühtemperatur von 500°C für bedeutende Zeitdauern (länger als 24 Stunden) [Fopiano 69]. Die Auscheidungskinetik der α_2-Phase ist also umso schneller, je höher die Temperatur ist.

8.1.2.3.8.2 ω Phase

Loubradou beobachtet die Auscheidung von ω bei einer Glühtemperatur zwischen 310°C und 410°C [Loubradou 79]. Die β-Phase zerfällt entsprechend der Reaktion: β -> β + α + ω > α + β. Die Aufspaltungskinetik ist desto schneller, je höher die Glüh- und Abschrecktemperaturen sind. An von 800°C abgeschrenkten und anschließend geglühten Proben beobachtet man eine Ausscheidung der ω-Phase bei einer Glühtemperatur von 360°C nach 1 Stunde. Bei längeren Glühungszeiten (ab 2h30) wird die β Phase aufgelöst.

8.1.2.4 Verfestigungsvorgänge

Im Gegensatz zu den Stählen, bewirkt die martensitische Umwandlungen keine Festigkeitssteigerung. Fopiano und Bever haben festgestellt, daß die Verfestigung auf die Aufspaltung des Martensist in $\alpha+\beta$ bei 500°C zurückzuführen ist (Abbildung 8-1) [Fopiano 69]. Der zweite Peak der Verfestigung beruht auf der Auscheidung der α_2-Phase.

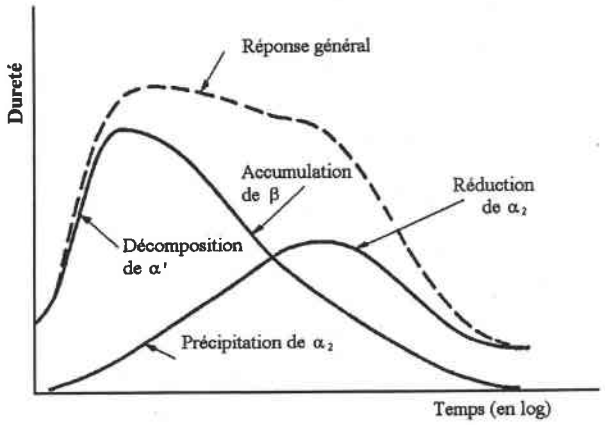


Abbildung 8-1 Auscheidung der α_2-Phase. Härtesteigerung während einer Anlassglühung bei 500°C

Zusammenfassend gesagt wird die Verfestigung durch die Phase α_2 kaum beobachtet. Anlaßbehandlungen ermöglichen es dagegen, die metastabilen Phasen zu stabilisieren (β, α'), was eine bedeutende Festigkeitssteigerung mit sich bringt. In der die primäre α-Phase einschließenden β-Phase findet häufig eine feine Ausscheidung sekundären α statt, was es ermöglicht, die Legierung zu verfestigen [Lasalmonie 79].

8.1.3 Die klassischen thermomechanischen Behandlungen des TiAl6V4

Je nach der Schmiedetemperatur (α- oder $\alpha+\beta$-Gebiet), ist die α-Phase nadelförmig oder globular. Das Ziel des ersten Bearbeitungsschrittes ist es, durch eine Umformung im $\alpha+\beta$ Gebiet ein Gefüge globularer α Körner zu erreichen.
Eine Homogenisierungsglühung im ($\alpha+\beta$)-Gebiet gefolgt von einer Wasser- oder langsamen Luftabkühlung, ermöglicht es, ein Mischgefüge aus globularen (α-Primärkörner) und nadelförmigen (α Sekundärkörner, gebildet während der Abkühlung) Körner zu erzielen. Der Anteil der primären α-Phase (vor der Abkühlung) kann zwischen 10 und 50% schwanken, je nach der Glühtemperatur im $\alpha+\beta$ Gebiet. Die Abkühlungsgeschwindigkeit beeinflußt die Sekundärstruktur: bei langsamer Abkühlung wachsen Nadeln der sekundären α-Phase ausgehend von den ehemaligen β-Korngrenzen, während des Abschreckens beobachtet man ein nadeliges

8.1.3.1 α'-Martensitgefüge.

Zuletzt kann ein Anlassen diese thermomechanischen Behandlungen zur Verfestigung der Legierung vervollständigen. Die metastabilen Phasen werden durch die Diffusion β- und α-stabilisierenden Elements nach β beziehungsweise α stabilisiert. Festigkeitssteigernde Ausscheidungen werden ebenfalls beobachtet: die α_2 Phase erscheint schnell nach kurzen Glühzeiten (1 Stunde) bei 350°C. Die am häufigsten beobachtete Auscheidung ist die Sekundärauscheidung der α-Phase in β während einer Abkühlung.

8.1.4 Die Textur in Titanlegierungen

Zur Erklärung der mechanischen Eigenschaften von Titanlegierungen, insbesondere solcher, die einen starken α Phasenanteil haben, ist es notwendig, ihre chemische Zusammensetzung, ihr Gefüge, ihre thermomechanische Vorgeschichte, aber auch ihre Textur (d.h. ihre bevorzugte kristallographische Orientierung) zu berücksichtigen.

Die Bedeutung der Textur für die Verbesserung der mechanischen Eigenschaften von Titanlegierungen wurde von Bowen (1977) und von Larson und Zarkades (1978) dargestellt. Leider ist es häufig schwierig, den Beitrag von Gefüge und Textur [Bowen 77] zu trennen, was ihren Gebrauch als Hilfsmittel in der Optimierung der mechanischen Eigenschaften der Legierungen für praktische Anwendungen begrenzt.
Der Deformationstensor der verschiedenen Formgebungsverfahren hat einen bedeutenden Effekt auf die kristallographische Textur dieser Legierung. Selbstverständlich müssen auch die anderen Bedingungen der Verformung (Verformungstemperatur, Verformungsgrad und -geschwindigkeit), die chemische Zusammensetzung und das Gefüge genau beachtet werden.

1.1.3.1 Überblick

Das Problem der Texturanalyse, das darin besteht, ausgehend von zweidimensionalen Funktionen (Poldichtefunktionen) eine dreidimensionale Funktion, die Texturfunktion, auch Orientierungsverteilungsfunktion (kurz O.D.F.) genannt, zu bestimmen, wurde in 1965 von Bunge und Roe unabhängig voneinander durch eine Reihenentwicklung verallgemeinerter Kugelfunktionen gelöst.
Es seien x_i und x_i^c zwei direkte orthonormale Bezugssysteme, die als mit der Probe beziehungsweise einem Kristallit verbunden angenommen werden. Wir lassen zu, daß diese zwei Bezugssysteme den gleichen Ursprung haben. In der Tat berücksichtigt die Analyse der kristallographischen Texturen nur die Orientierung eines Kristallits und nicht seine Position in Bezug auf das Koordinatensystem der Probe.
Eine Orientierung g wird durch eine Dreiergruppe von Winkeln definiert (φ_1, ϕ, φ_2), beispielsweise die Eulerwinkel, die es ermöglichen, Bezugssystem x_i in Übereinstimmung mit x_i^C zu bringen.

Rot. N°	Axe	Roe	Bunge
1	x_3^C	ψ	$\varphi 1$
2	x_1^C x_2^C	 θ	ϕ
3	x_3^C	ϕ	$\varphi 2$

Tabelle 3

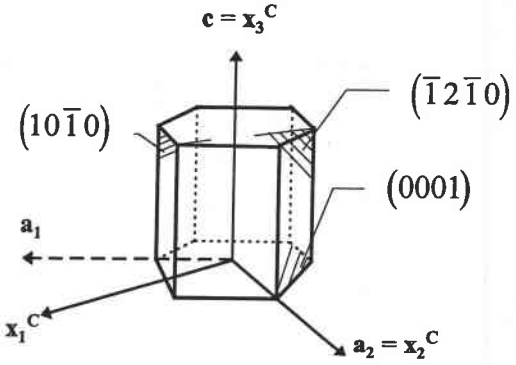


Abbildung 8-1 Referenzen für die Definition der Euler-Winkel in einem hexagonalen Kristall

Es gibt verschiedene Möglichkeiten den Kristall zu lokalisieren (Tabelle 3), am gebräuchlichsten ist die von Bunge [Bunge] gegebene. Es existieren andere Parameter, die es gestatten, eine Rotation in Raum zu definieren.
Anfänglich fallen die Normalenrichtungen der Ebenen $(10\bar{1}0)$,$(\bar{1}2\bar{1}0)$ und (0001) oder x_1^C, x_2^C, x_3^C mit den Richtungen x_1 (auch als Walzrichtung oder RD bezeichnet), x_2 (Querrichtung oder TD) und x_3 (Normalrichtung oder ND) zusammen.

In diesem Absatz richtet sich unsere Aufmerksamkeit auf die Verformungstexturen, die während des Walzprozesses und den möglichen anschließenden Bearbeitungsschritten entstehen.

Je nach der Temperatur entwickeln sich drei Arten von Texturen in den Legierungen α, (α+β) und β :

1. Bei Temperaturen unterhalb der Rekristallisationstemperatur der α Phase werden starke Verformungstexturen beobachtet.
2. Bei Walztemperaturen oberhalb des β-Transus überwiegen Umwandlungstexturen.
3. Wenn die Verformung bei einer mittleren Temperatur erfolgt ist (zwischen β-Transus und α-Rekristallisationstemperatur), bewirkt die teilweise Rekristallisation eine schwache Textur [Inagaki 1990].

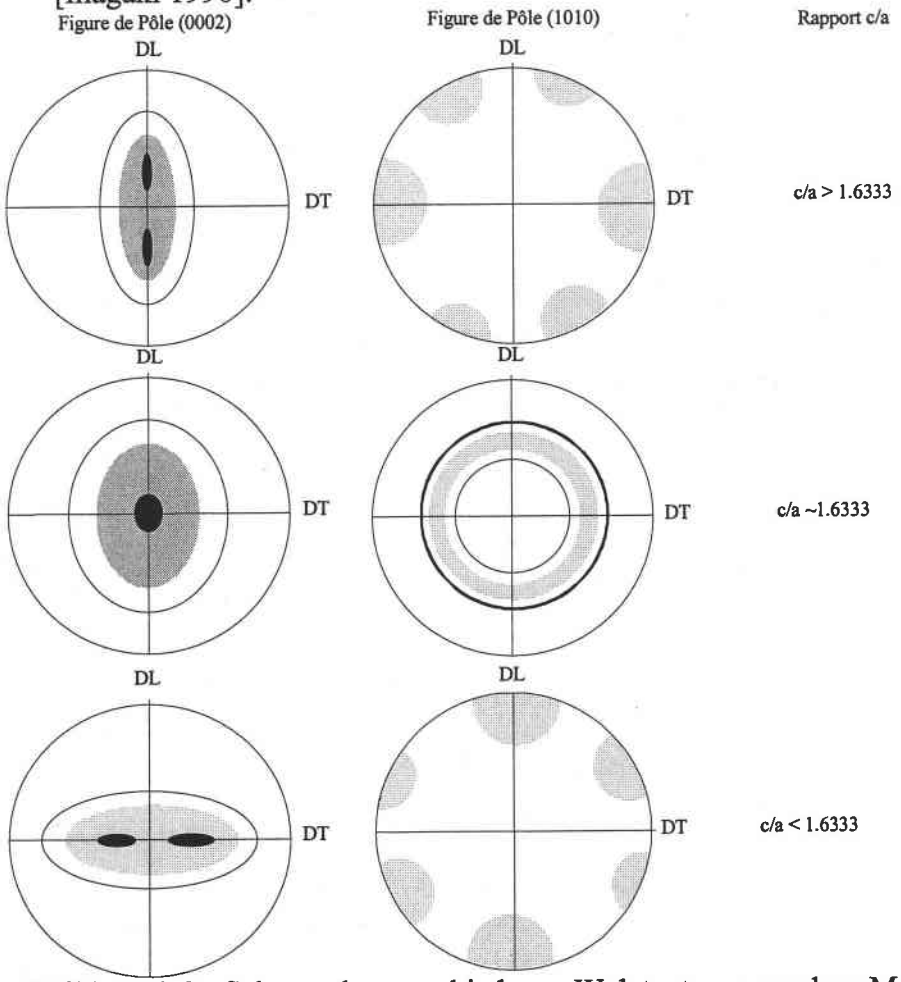


Abbildung 8-2 : Schema der verschiedenen Walztexturen von hcp-Metallen mit unterscheidlichen c/a-Achsenverhältnissen

Hexagonale Metalle und ihre Legierungen haben sehr ausgeprägte Texturen, und da die mechanischen Eigenschaften der Einkristalle intrinsisch anisotrop sind, resultieren hieraus stark anisotrope makroskopische mechanische Eigenschaften.

Die ersten Analysen der Textur von hcp-Metallen wurden durch Wasserman und Grewen, Dillamore und Robert und Bunge durchgeführt. Diese Arbeiten haben es erlaubt, den Einfluß des c/a-Verhältnisses auf die Texturen von hcp-Metallen aufzuzeigen. Die bei einem Kaltwalzen entstehenden Verformungstexturen lassen sich in drei Gruppen einteilen, in Abhängigkeit vom c/a-Verhältnis (Abbildung 8-2) :

- Für Metalle oder Legierungen mit übernormalem c/a-Achsenverhältnis (c/a>1.633), wie z.B. Zn und Cd, ist die c-Achse um ± 15 bis 25° gegenüber der Normalenrichtung der Probe in Wamzrichtung geneigt.
- Für Metalle und Legierungen, deren c/a-Achsenverhältnis annähernd gleich dem idealen Verhältnis (c/a ~ 1,633) ist, wie z.B. Mg und Co, konzntrieren sich die Basispole bevorzugt rotationssymmetrisch um die Normalenrichtung.

- Für Metalle oder Legierungen mit unternormalem c/a Achsenverhältnis (c/a < 1.633), wie z.B.Ti und Zr, ist die Lage der Basispole bevorzugt um ± 20 bis 40° gegen die Normalenrichtung in Querrichtung gekippt.

In unserem Ansatz unterscheiden wir zunächst zwei Kategorien:
- die einphasigen Legierungen (α oder β),
- Zweiphasenlegierungen (α+β).

Dann nehmen wir eine Klassifikation entsprechend der durchgemachten thermomechanischen Behandlung vor.

8.1.4.1 α-Legierungen

8.1.4.1.1 Walzen unterhalb der α-Rekristallisation

Die ersten experimentellen Arbeiten über Titan unterschiedlicher Reinheiten und α-stabilisierte Legierungen, haben den Einfluß der chemischen Zusammensetzung auf die resultierende Textur nach einem Kaltwalzen und einer Glühung festgestellt. In Reintitan existieren, in Abhängigkeit von der Sauerstoffkonzentration, zwei Arten von Texturen. In beiden Fällen ist der Basispole von NR nach TR gedreht. Bei einem Winkel größer als 35°, ist die erreichte Textur mit der $[10\bar{1}0]$-Richtung parallel zur Walzrichtung (WR) charakteristisch für einen geringen Sauerstoffgehalt (O < 2500 ppma). Wenn im Gegenteil der O-Gehalt mehr als 2500 ppma beträgt, ist der Winkel niedriger als 35° [Philippe *et al.* 1988].

Um sich eine Idee vom Einfluß des Kaltwalzens auf Titan machen zu können, wurden die Texturen von Titan mit zwei verschiedenen O_2 – Gehalten analysiert.
In beiden Fällen existiert eine kritische Verformung, ab der eine Kombination von Zwillingsbildung und Gleiten zu einer besonderen Textur führt. Die Abbildung 2.1.12 zeigt, im Fall einer Konzentration an O von 900 ppm und eines Verformungsgrades von ~50%, daß die vorherrschende $(\bar{1}2\bar{1}4)[10\bar{1}0]$ ist [Inoue und Inakazu 1988]. Im Fall des Titans mit O_2 ~ 2500 ppm (kritische Verformung über 60%), ist die erreichte Textur überwiegend vom Typ $(\bar{2}115)[0\bar{1}10]$ [Davies *et al.* 1978, Naka *et al.* 1978].
In beiden Fällen wurde die Rekristallisationstextur (bei einem hohen Verformungsgrad und einer Glühtemperatur größer als 450°C) durch einen Keimbildungsprozeß und ein orientiertes Wachstum erklärt.
Für einen geringen O_2 -Gehalt (900 ppm), haben wir eine $(02\bar{2}5)[2\bar{1}\bar{1}0]$-Rekristallisationstextur, deren Intensität mit dem Verformungsgrad und der Glühtemperatur (Abbildung 8-1) zunimmt.
Eine Beschreibung des Einflusses des Verformungsgrades, der Glühdauer und der Glühtemperatur für einen O_2-Gehalt von 2500 ppm haben Naka *et al.* gegeben [Naka 1978].
Was die Prozesse des Warmwalzens betrifft, bei einem angemessenen Verformungsgrad (~ 100%) und einer Temperatur niedriger als 800°C, werden die gleichen Textur-Typen erzielt wie durch Kaltwalzen. Es kann sich eine partielle Rekristallisation ereignen. Die bevorzugte Orientierung ist $(\bar{2}115)[0\bar{1}10]$ [Inagaki 1990].

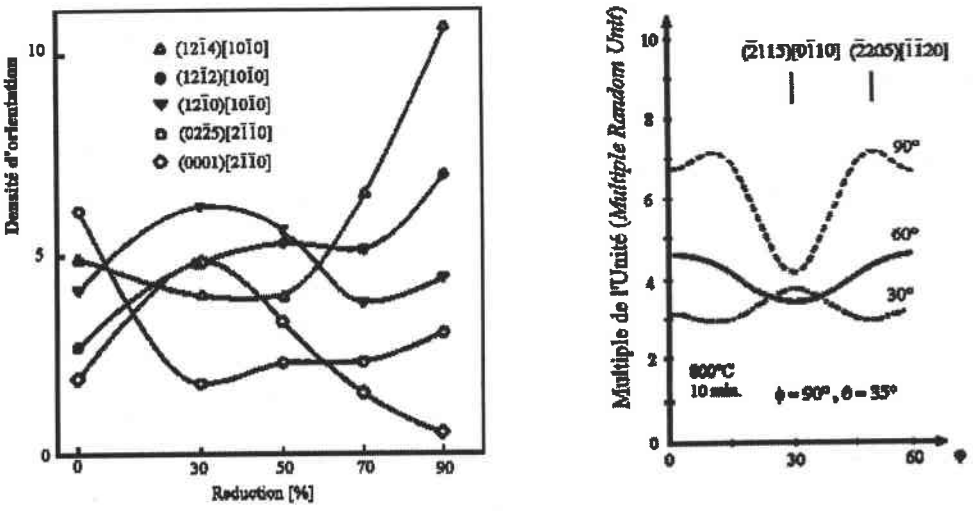


Abbildung 8-1 a) Einfluss des Reduktionsgrades auf die Intensität der Hauptorientierungen (O_2 = 900 ppm) beim Kaltwalzen b) Einfluss des Reduktionsgrades und der Glühtemperatur auf die Intensität der Orientierung $(\bar{2}115)[0\bar{1}10]$

Das Hinzufügen von Aluminium zu Reintitan verringert die Zwillingsbildung während des Kaltwalzens und verursacht eine Zunahme der basalen Textur [Thornburg und Piehler 1973]. Ein ähnlicher Effekt tritt während des Warmwalzens auf; die Rekristallisationstemperatur steigt mit dem Gehalt an α stabilisierenden Elementen. Eine geringe Abschwächung der Textur aufgrund der partiellen Rekristallisation während des Warmwalzens (94%) bei 750°C, trägt zur Verminderung der Intensität der basalen Textur mit dem Al-Äquivalent bei (Abbildung 8-2).

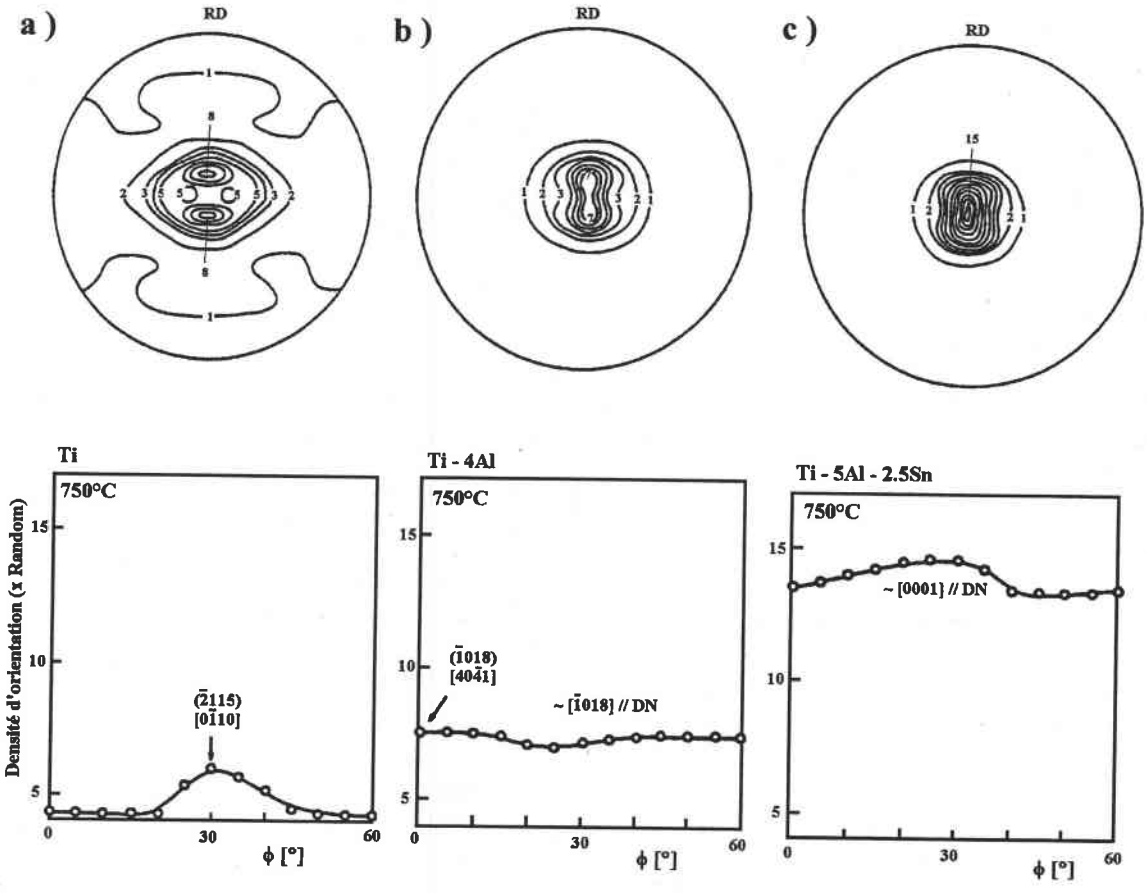


Abbildung 8-2 (0002)-Polfiguren. a) Titan (530 ppm O) b) Ti-4Al c) Ti-5Al-2.5Sn. warmgewalzt bei 750°C, Reduktion 94% und luftabgekühlt

8.1.4.1.2 Entwicklung der Walztextur zwischen dem β-Transus und der Temperatur der α-Rekristallisation

Warmgewalztes (zwischen 800 und 850°C, Verformungsgrad ~100%) und luftabkühltes Reintitan entwickelt eine intensive $(\bar{2}118)[8\bar{4}\bar{4}3]$ - $(\bar{2}110)[0\bar{1}10]$-Textur.

Während des Prozesses und auch während der Abkühlung, hat man Rekristallisation und Wachstum von α Körner beobachten können. Dieses Kornwachstum zeigt bevorzugte Orientierungen.

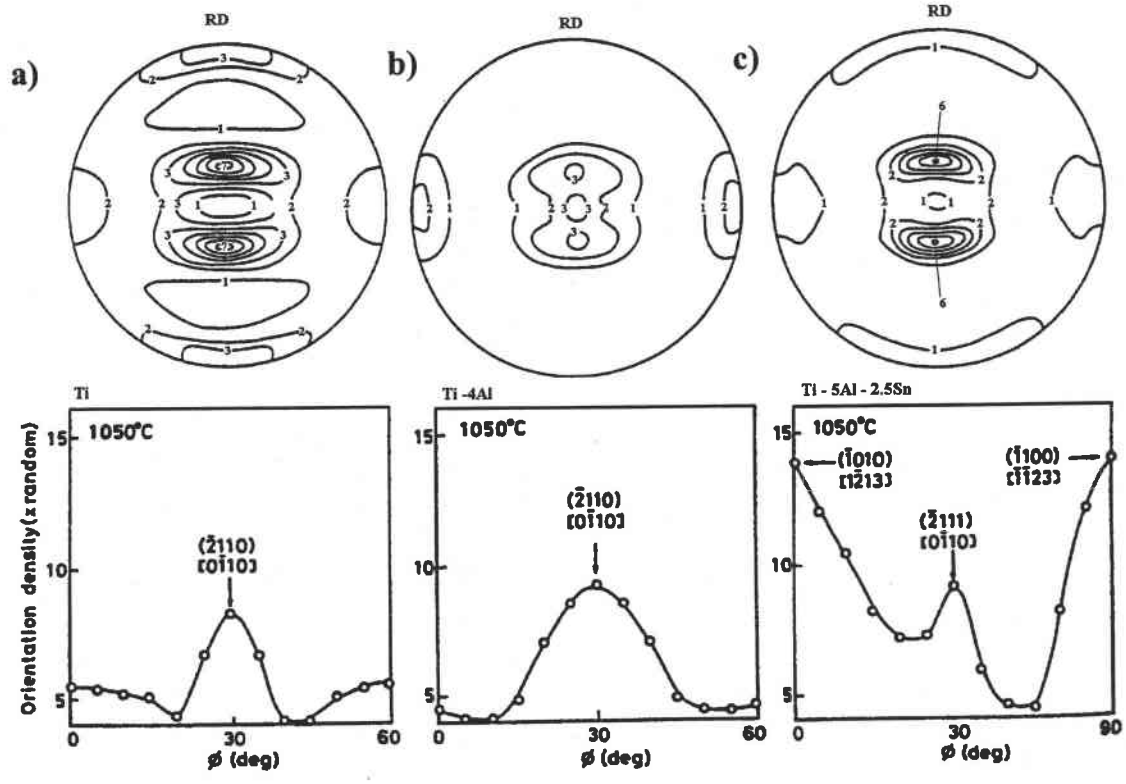


Abbildung 8-1

8.1.4.1.3 Entwicklung von Walztexturen oberhalb des β-Transus

Das Walzen von Reintitan bei Temperaturen höher als 880°Cresultiert in starken Umwandlungstexturen. Durch die Orientierungsbeziehungen kann man die allgemeine $(\bar{2}110)[0\bar{1}10]$-Orientierung erklären, die ihren Ursprung in der $(100)[011]$-Textur der β-Phase hat. Diese Umwandlungstextur ist um so ausgeprägter, je schneller die Abkühlung durchgeführt wird.
Ein Vergleich zwischen reinem Titan und den Legierungen Ti-4Al und Ti-5Al-2.5Sn zeigt, daß die $(\bar{2}110)[0\bar{1}10]$-Orientierung immer stark ist, obgleich im Falle von Ti-5Al-2.5Sn, die $(\bar{1}010)[1\bar{2}13]$ und $(\bar{1}100)[\bar{1}123]$-Orientierungen die vorherrschenden sind (Abbildung 8-1). Die Intensitäten der Texturen der letztgenannten Legierung sind stärker ausgeprägt als diejenigen der anderen beiden Legierungen. Die Umwandlungstexturen sind eng mit den Walztexturen der β Phase verknüpft.

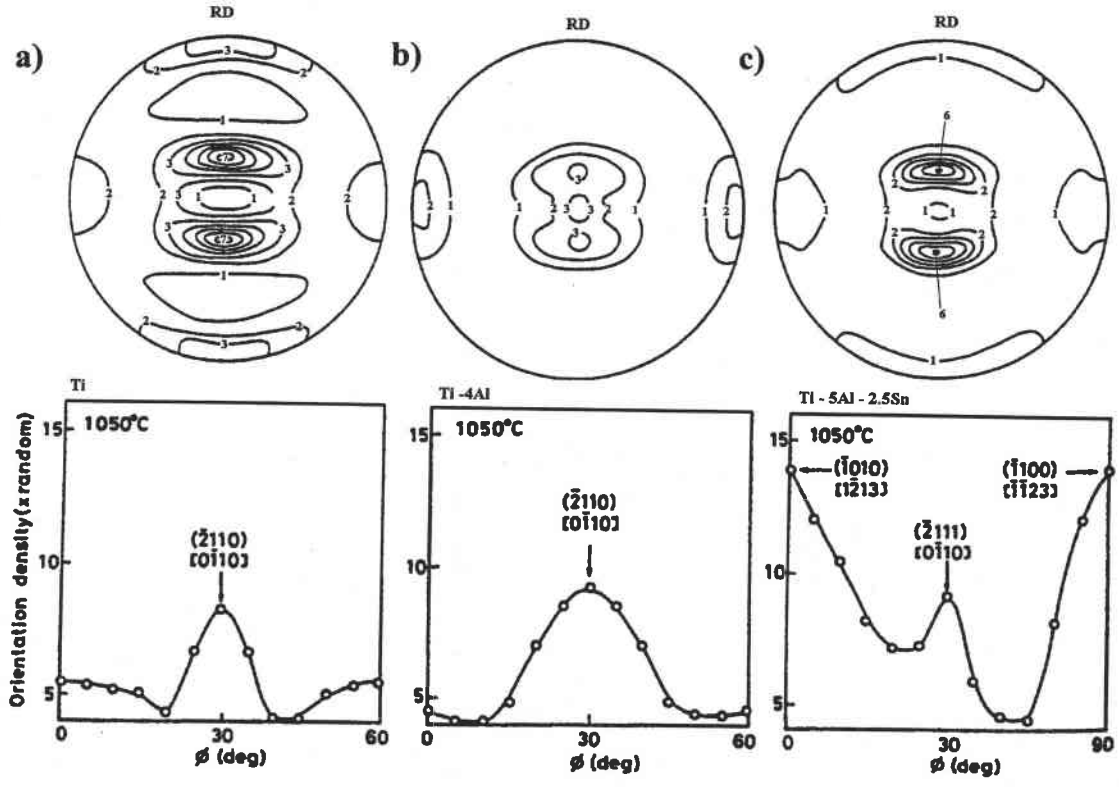


Abbildung 8-1 (0002)-Polfiguren a) Titan (530 ppm O) b) Ti-4Al c) Ti-5Al-2.5Sn. warmgewalzt bei 1050°C, Reduktion 94% und luftabgekühlt

8.1.4.2 α+β Legierungen

8.1.4.2.1 Walzen bei einer Temperatur unterhalb der Rekristallisationstemperatur

Wenn man die Textur der α-Legierungen mit denen der (α+β)-Legierungen vergleicht (unter ähnlichen Bedingungen d.h. für ein Warmwalzen in diesem Temperaturbereich), kann man einen deutlichen Unterschied bemerken : die Textur der (α+β)-Legierungen zeigen eine stärkere Intensität (Abbildung 2.1.15). Für eine zweiphasige Legierung haben die Geometrie und Natur der sie formenden Phasen einen starken Einfluß.

Die Änderungen der Texturen der α-Phase hängen mit der Entwicklung der Texturen der β-Phase bei hohen Temperaturen zusammen. Dies ist das Ergebnis der (β→ α)-Umwandlung gemäß der Burgers-Relation : $\{110\}_\beta \Rightarrow (0001)_\alpha \; et \langle 111\rangle_\beta \Rightarrow \langle 11\bar{2}0\rangle_\alpha$.

Während der Abkühlung können aus einer β-Orientierung maximal 12 verschiedene α-Orientierungen, genannt kristallographische Varianten, hervorgehen, die vollständig durch die Orientierungsbeziehung definiert sind [Bowen und Clark, 1984, Lütjering und Wagner, 1988]. Verschiedene Orientierungen von α Körnern einer Kolonie, wie in den lamellaren Gefügen, entstammen alle der gleichen β-Orientierung.

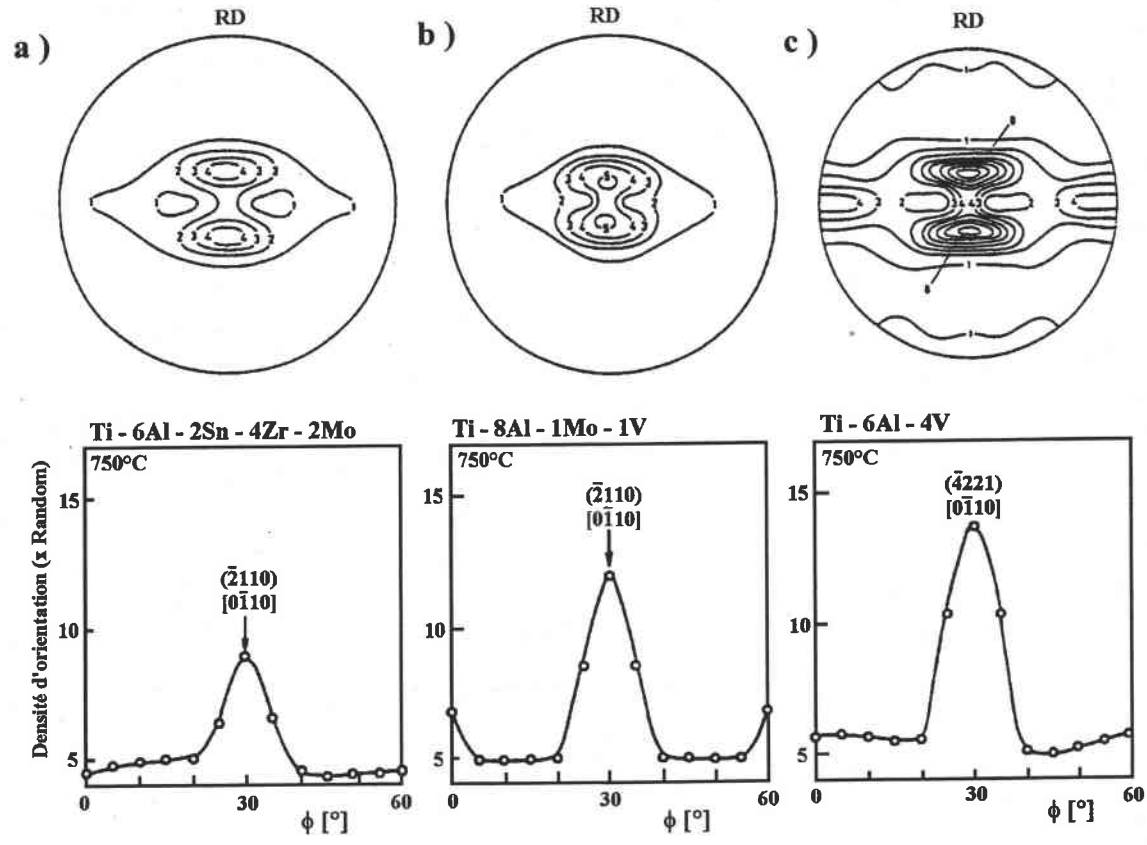


Abbildung 8-1 (0002)-Polfiguren a) Ti-6Al-2Sn—4Zr-2Mo b) Ti-8Al-1Mo-1V c) Ti-6Al-4V. warmgewalzt bei 750°C, Reduktion 94% und luftabgekühlt

8.1.4.2.2 Entwicklung der Walztextur zwischen dem β-Transus und der Temperatur der α-Rekristallisation

Die Texturen, die in diesem Temperaturbereich beobachtet werden, stellen eine Kombination der Walztextur, der Rekristallisationstextur der α-Phase und derjenigen Texturen dar, die durch Umwandlung aus den β-Walztexturen hervorgegangen sind (Abbildung 8-1).
Die Intensitäten der beobachteten Texturen sind aufgrund des Einflusses der Legierungselemente und der zweiten Phase, die das Wachstum der Körner der Primärphase hemmt, weniger stark.

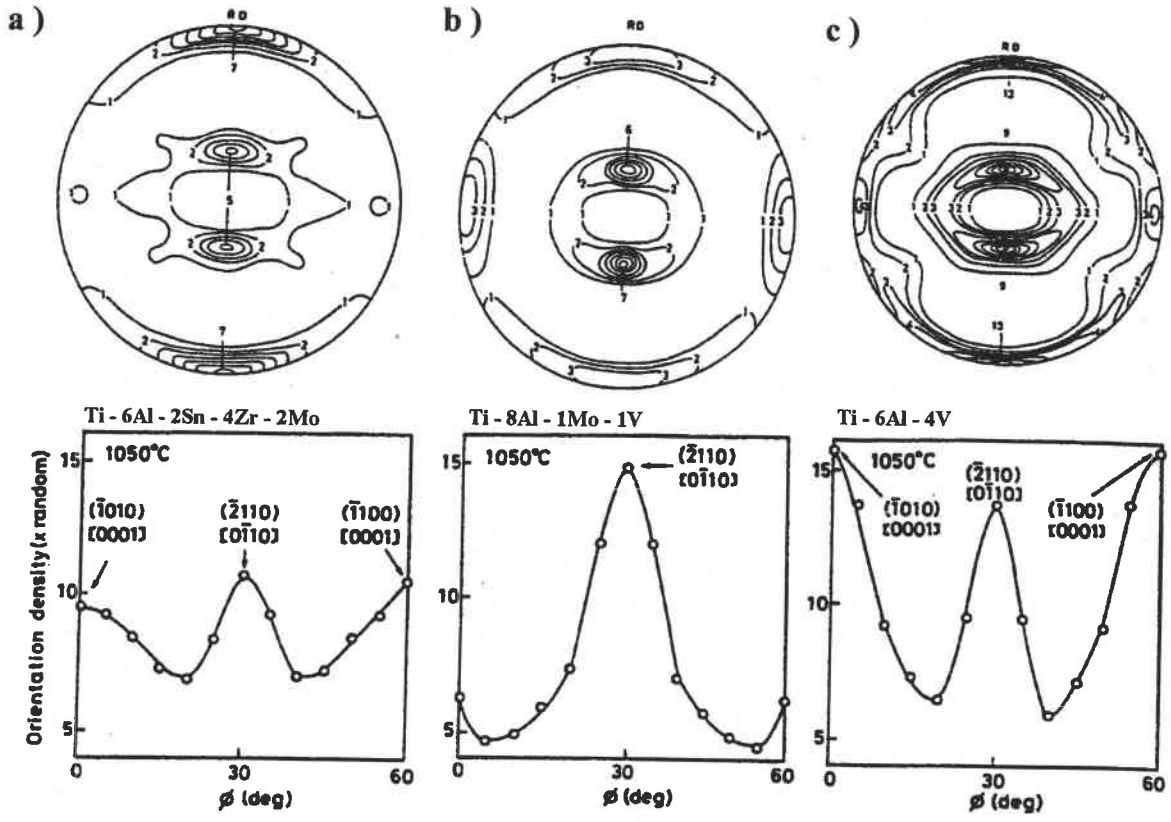


Abbildung 8-1 (0002)-Polfiguren a) Ti-6Al-2Sn—4Zr-2Mo b) Ti-8Al-1Mo-1V c) Ti-6Al-4V. warmgewalzt bei 1050°C, Reduktion 94% und luftabgekühlt

Im Gegenteil zu den α-Legierungen hat man festgestellt, daß die Texturen nach einer Luftabkühlung weniger intensiv sind als nach einer Wasserabschreckung.
Dieser Effekt wird mit steigender Verformungstemperatur geringer. Dies läßt sich nicht allein durch Rekristallisation und Kornwachstum erklären.
Der Beitrag der β Phase an der gesamten Textur ist bedeutend, da sich ihr Volumenanteil mit der Walztemperatur erhöht. Die Walztextur der β Phase bestimmt die Umwandlungsstextur der zugehörigen α Phase [Inagaki, 1990].

8.1.4.2.3 Entwicklung der Walztextur bei einer Temperatur oberhalb des β Transus

Im Fall eines Walzens im β Gebiet, wird die erzwungene Verformung vollständig von der β Phase akkomodiert. Die Verformungsmechanismen, die in dieser Phase aktiviert werden, sind der Ursprung der Texturentwicklung.
Während der Abkühlung wandelt sich der größte Teil der β Phase in α Phase um. Bei Raumtemperatur wird die Textur der α Phase wegen der Orientierungsbeziehung, die bei der Phasenumwandlung β→α zwischen dem raumzentriert-kubischen und dem hexagonal dichtest-gepackten Gitter beobachtet wird, völlig von der Hochtemperaturtextur der β-Phase festgelegt. So ergibt eine β Orientierung während der Abkühlung maximal 12 kristallographische Varianten der α Phase, die vollständig durch die Orientierungsbeziehung definiert sind.
Das Studium der Texturen der β Phase vor der Umwandlung wird durch die Veränderung des metallurgischen Zustandes der Legierung bei der Abkühlung auf Raumtemperatur erschwert. Der metallurgische Zustand kann in der Tat die Phasenumwandlungsmechanismen und insbesondere die Statistik Selektion der α Varianten beeinflussen. Mittels numerischer Simulationen haben Gey *et al.* [Gey 1997] gezeigt, daß die privilegierten Entstehungsorte der α Varianten mit den aktivierten Gleitsystemen der β Phase während der Warmumformung zusammenhängen. Ihr Modell macht es möglich, das Entstehen der Hauptkomponenten der α -Textur (<**c**> Achse in TR) nach einer Verformung um 75% bei 1050°C in TiAl6V4 zu erklären.

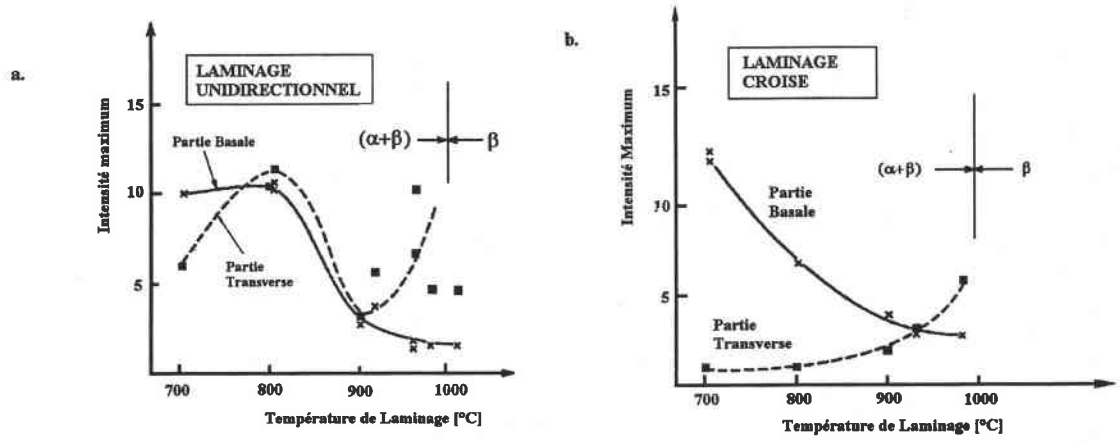


Abbildung 8-1

8.1.5 Zusammenfassungen

TiAl6V4 ist eine klassische (α+β) Legierung. Sie zeigt eine große Vielfalt von Gefügen und Texturen, in Abhängigkeit von der thermomechanischen Behandlung. Die α Phase, hexagonal dichtest-gepackt, ist die bei niedrigen Temperaturen stabilste Phase. Oberhalb des β-Transus (980°C) ist die stabile Phase die kubisch-raumzentrierte β Phase. Diese wird bei Raumtemperatur u.a. durch Vanadium und Eisen stabilisiert. Der Volumenanteil der β Phase kann 15% erreichen. Die α Phase stellt sich in Abhängigkeit von der thermomechanischen Behandlung in Form globularer oder nadelförmiger Körner dar. Der Volumenanteil globularer Körner variiert mit der Abschrecktemperatur zwischen 15 und 50%.
Die Sekundärstruktur resultiert aus der Abkühlung. In Abhängigkeit von der Abkülhungsgeschwindigkeit besteht sie entweder aus α-Lamellen oder α'-Martensit-Nadeln. Diese martensitische Phase ist eine hdp-Struktur und weist der α-Phase sehr ähnliche Gitterkonstanten auf. Zuletzt können klassische Verfestigungsausscheidungen in der Titanlegierung TiAl6V4 auftreten. Die ω- und α_2-Phasen entstehen bei einer Glühung (ω : kurze Glühdauer bei 350°C, α_2 : kurze Glühung bei 700°C oder länger (8 stunden) bei 500°C). Während der traditionellen thermomechanischen Behandlung wird eine Verfestigung der Legierung eher durch eine feine Auscheidung der α Phase in den metastabilen Phasen (α' oder β) verursacht, als durch ein Verfestigung der α Phase selbst.
Intensive Verformungstexturen werden in den Titanlegierungen besonders dann erreicht, wenn das Material in dem Zweiphasengebiet verformt wird. Diese Texturen können in drei Gruppen eingeteilt werden (Abbildung 8-1). Der Texturtyp wird vor allem durch die verschiedenen thermomechanischen Behandlungen bestimmt: z.B.

- ein uniaxiales Walzen unterhalb von 900°C ergibt eine Walztextur B/T,
- ein Kreuzwalzen unterhalb von 900°C ergibt eine Walztextur B,
- ein uniaxiales Walzen über 900°C ergibt eine Walztextur T .

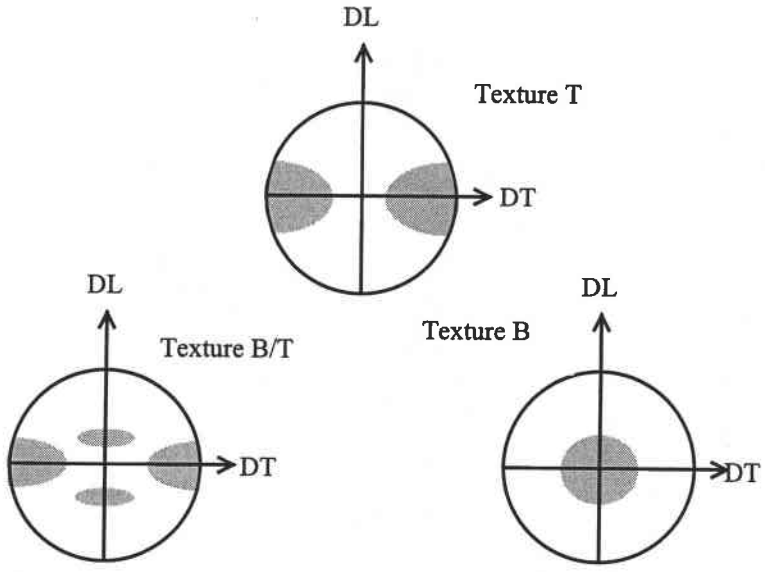


Abbildung 8-1

8.2 Mikroskopisches mechanisches Verhalten von TiAl6V4

Dieses Kapitel beschreibt die Verformungsmodi von TiAl6V4. Diese Legierung besteht aus zwei Phasen, der Mehrheits-α-Phase und der Minderheits-β-Phase. Wir richten unsere bibliographische Arbeit auf die Verformung der Mehrheits-Phase (die α Phase und den Einfluß der Temperatur auf ihr Verhalten) aus. Nach der Darstellung der Gleit- und Zwillingssysteme und der verschiedenen Arten von vollständigen und partiellen Versetzungen, werden wir die verschiedenen Kriterien des "Ease-of-glide" bestimmter Systeme (des Prismengleitens z. B.) erklären. Dies zwingt uns dazu, von der Kernstruktur von Versetzungen, dem Hauptfaktor ihrer Geometrie und der Abhängigkeit der Streckgrenze von der Temperatur und der Orientierung, zu sprechen. Die Kernstruktur von Versetzungen hilft uns, bestimmte Phänomene der hexagonalen Metalle zu erklären (Aufpaltung von Versetzungen, Asymmetrie der Aufspaltung und Ausdehung der aufgespaltenen Versetzungen auf mehrere Gleitebenen). Diese bibliographische Arbeit wird als Basis für die Diskussion dienen (§ 4). Die Legierungselemente bewirken eine Mischkristallverfestigung der beiden Phasen. Ausscheidungen können ebenfalls eine Verfestigung der Legierung bewirken. Wir werden uns für verschiedene Modelle für die Konstanz der Streckgrenze in einem bestimmten Temperaturbereich interessieren. Wir werden dann die Verformung der β Phase des Titans (eines kubisch-raumzentrierten Metalls) kurz entwickeln.

8.2.1 Verformung und Temperaturverhalten der α-Phase

Die Mehrzahl der Studien über die Plastizität von TiAl6V4 behandeln nur die α-Phase. Die Autoren nehmen im Allgemeinen an, daß die Verformung der Legierung angesichts des bedeutenden Volumenanteils der α Phase durch diese kontrolliert wird [Welsch 77, Welsch 82].
Wir stellen die verschiedenen Verformungsmechanismen von α Titan sowie ihre thermische Aktivierung dar.

8.2.1.1 Allgemeine Informationen über die Gleitsysteme in hexagonale-dichtest-gepackten Metallen

8.2.1.1.1 Gleitebenen in hexagonalen Metallen

Zahlreiche Gleitebene können während der plastischen Verformung aktiv sein:

- die Basisebene (0001),
- Prismenebenen $\{10\bar{1}0\}$

- Pyramidenebene erster Art π_1 $\{10\bar{1}1\}$
- und Pyramidenebene zweiter Art π_2 $\{11\bar{1}2\}$ (Abbildung 8-1).

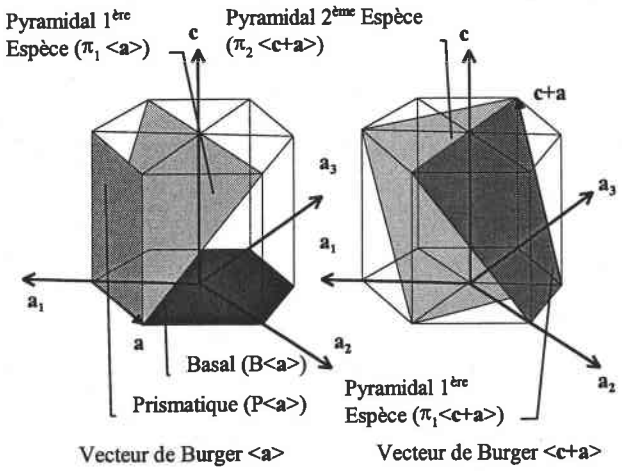


Abbildung 8-1

8.2.1.1.2 Versetzungen

8.2.1.1.2.1 Vollstandige Versetzungen in der hdp-Struktur

Es gibt drei Arten stabiler vollstandiger Versetzungen in hdp Metallen. $\vec{a}$ -Versetzungen (bezeichnet mit <**a**>) vom Burgersvektor $\vec{b} = \frac{1}{3}[11\bar{2}0]$ - (AC auf Abbildung 8-1), $\vec{c}$ Versetzungen (bezeichnet mit <**c**>) mit $\vec{b} = [0001]$ (AA') und $\vec{c} + \vec{a}$ -Versetzungen (bezeichnet mit <**c+a**>) mit $\vec{b} = \frac{1}{3}[11\bar{2}3]$ (CB').

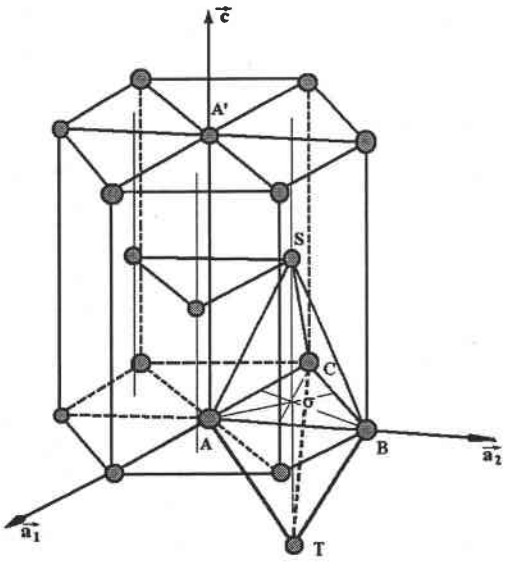


Abbildung 8-1

8.2.1.1.2.2 Partielle Versetzungen

Die in hdp Metallen möglichen Burgersvektoren lassen sich in einem Doppeltetraeder darstellen (Abbildung 8-1).Demnach sind 3 partielle Versetzungstypen möglich:

Es gibt 6 partielle $\vec{p}$ -Versetzungen mit den Burgers-Vektoren Aσ; Bσ, Cσ, σA, σB, σC der Indizierung $\frac{1}{3}[10\bar{1}0]$,

4 partielle $\frac{\vec{c}}{2}$-Versetzungen mit dem Burgers-Vectoren σS, σT, Sσ und Tσ der Indizierung $\frac{1}{2}[0001]$ und 12 partielle $\left(\frac{\vec{c}}{2}+\vec{p}\right)$-Versetzungen mit den Burgers-Vektoren AS, BS, CS, AT, BT, CT sowie deren Negative der Indizierung $\frac{1}{6}[20\bar{2}3]$.

Plan	$\vec{b}$	Eléments cristallographiques	notation
Basal	<a>	$(0002)\langle 11\bar{2}0\rangle$	B<a>
Prismatique	<a>	$(1\bar{1}00)\langle 11\bar{2}0\rangle$	P<a>
Pyramidal π_1	<a>	$(1\bar{1}01)\langle 11\bar{2}0\rangle$	π_1<a>
Pyramidal π_1	<c+a>	$(1\bar{1}01)\langle 11\bar{2}\bar{3}\rangle$	π_1<c+a>
Pyramidal π_2	<c+a>	$(11\bar{2}2)\langle 11\bar{2}\bar{3}\rangle$	π_2<c+a>

Tabelle 4

8.2.1.1.3 Gleitsysteme

Die in hdp Metallen möglichen Gleitsysteme sind in Tabelle 4 angegeben. In den hexagonalen Metallen wird in erster Linie die Gleitung in <**a**>-Richtung aktiviert. Man beachte das Fehlen von Gleitsystemen mit einem <**c**>-Burgersvektor. Jedoch ist für hdp-Metalle, die eine hohe Duktilität aufweisen, wie Titan und Zirkonium, die Verformung entlang der <**c**>-Achse notwendig, außerdem gibt es nur 4 unabhängige Verformungsmechanismen entlang der <**a**>-Achse. Das von Mises'sche Kompatibilitätskriterium, das fünf unabhängige Verformungssysteme fordert, kann nicht allein durch die <**a**>-Gleitung erfüllt werden [Yoo 91]. Um die Akkomodation der Verformung sicherzustellen und um die Verformung entlang der <**c**>-Achse zu erlauben, sind das <**c+a**>-Gleitssystem und die Zwillingsbildung besonders bedeutend.

8.2.1.1.4 Zwillingsbildung

Der letzte vorhandene Verformungsmechanismus zur Erhöhung der Duktilität und zur Erfüllung des Mises'schen Kompatibilitätskriteriums ist die Zwillingsbildung. Diese ist für die duktilen hdp-Metallen wie Zirkonium und Titan sehr wichtig [Paton 70]. Die Zwillingsbildung konkurriert mit der <**c+a**>-Gleitung, um die Verformung entlang der <**c**>-Achse zu erlauben. Wir werden zuerst die Zwillingssysteme der hdp-Metalle in Erinnerung rufen und dann den Einfluß der Temperatur auf die Wahl des Zwillingssystems studieren.

Die vier Zwillingssysteme, die in den hexagonalen Metallen beobachtet werden, sind in Tabelle 5 [Yoo 91] dargestellt. Die Zwillingsebene K_1 und die Scherrichtung η_1 sind die Ebene und die Richtung der Zwillingsbildung, während die Ebene K_2 und die Scherrichtung η_2 die Invarianten der Zwillingsbildung sind [Partridge 67].

Der Scherungsbetrag *s* ist vom c/a-Verhältnis abhängig. Die Systeme, die eine positive in Abbildung 8-2 aufweisen, bewirken eine Verkürzung entlang der <**c**>-Achse, diejenigen, die eine negative Steigung haben, eine Verlängerung. Wie die Abbildung 8-2 zeigt, kann ein und dasselbe Zwillingssystem durch Zug oder Druck parallel zur <**c**> Achse aktiviert werden, je nach Metall [Yoo 91].

K_1	K_2	η_1	η_2	S
$\{10\bar{1}2\}$	$\{10\bar{1}2\}$	$\pm\langle 10\bar{1}1\rangle$	$\pm\langle 10\bar{1}1\rangle$	$\pm\frac{1}{3}\langle 1\bar{2}10\rangle$
$\{10\bar{1}1\}$	$\{10\bar{1}3\}$	$\langle 10\bar{1}\bar{2}\rangle$	$\langle 30\bar{3}2\rangle$	$\frac{1}{3}\langle 1\bar{2}10\rangle$
$\{11\bar{2}2\}$	$\{11\bar{2}\bar{4}\}$	$\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}\bar{3}\rangle$	$\frac{1}{3}\langle 22\bar{4}3\rangle$	$\langle 1\bar{1}00\rangle$
$\{11\bar{2}1\}$	(0002)	$\frac{1}{3}\langle\bar{1}\bar{1}26\rangle$	$\frac{1}{3}\langle 1120\rangle$	$\langle 1\bar{1}00\rangle$

Tabelle 5

Akthar beobachtet in α-Titan $(10\bar{1}2)$-Zwillingsbildung in Proben, die ihre <c>-Achse nahe zur Zugsachse haben, und $(11\bar{2}1)$-Zwillingsbildung in den Kristallen, deren <c>-Achse einen 50° Winkel mit der Zugsachse bilden [Akthar 75]. Andere Autoren bestätigen, daß die Zwillingssysteme, die bei Zug vorrangig in Titan aktiviert werden, die $(10\bar{1}2)$- und $(11\bar{2}1)$-Zwillingsbildung sind [Yoo 91, Kocks 67].

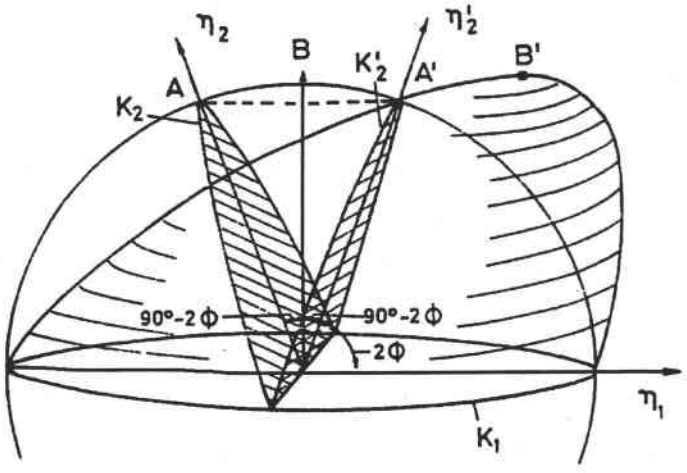


Abbildung 8-1

Letztendlich wird die Duktilität des Zirkoniums und des Titans der gleichzeitigen Aktivierung der Zwillingsbildung und der Sekundärgleitung zugeschrieben.

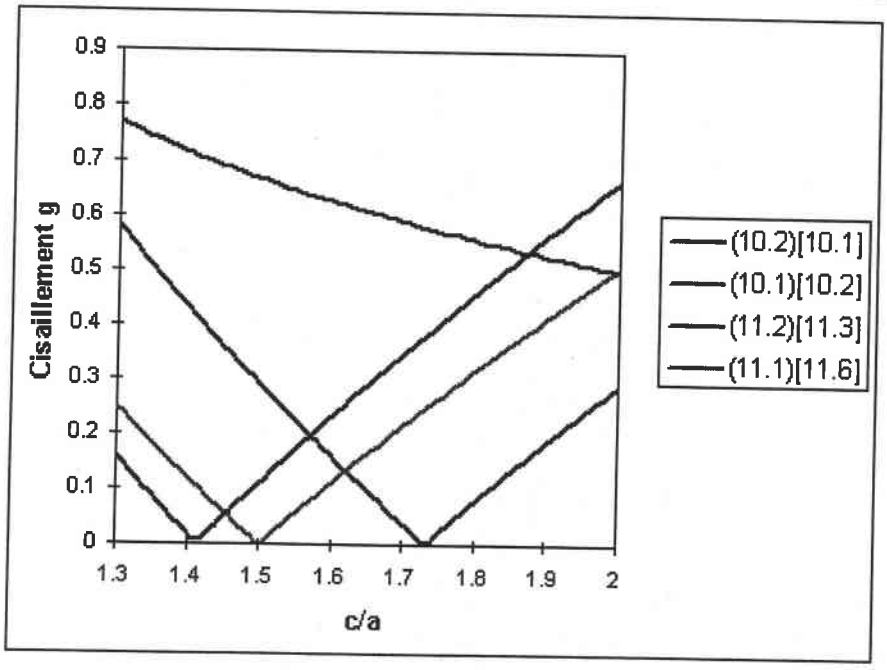


Abbildung 8-2

In der Tat ist der Verformungsbetrag, der nur durch eine Zwillingsbildung erreicht wird, nicht ausreichend, um die beobachtete plastiche Verrformung zu erklären [Yoo 91]. Andererseits erlaubt die Zwillingsbildung eine bedeutende Orientierungsänderung der Kristallite und dadurch können sich die ungünstig orientierten Kristallite so drehen, daß zusätzliche Gleitsysteme zur weiteren Verformung beitragen können.

Zusätzlich wird sekundäre Zwillingsbildungen in $(10\bar{1}2)$-Zwillingen beobachtet [Yoo 91, Philippe 96].

Bei niedrigen Temperatur (unter 400°C), herrscht die Zwillingsbildung vor, während über 400°C das <**c+a**>-Gleiten aktiviert wird [Paton 70].

8.2.1.2 Kriterien für den "Ease-Of-Glide" der Gleitsysteme

Die Hauptgleitebene ist je nach Metall entweder die Basisebene (Cd, Zn, Mg, Co, Be) oder die Prismenebene (Ti, Zr, Hf, Ru). Die Untersuchung des "Ease-Of-Glide" der verschiedenen Gleitsysteme ist eine Hauptaktivität der Physikalischen Metallkunde. Das Gleiten in einem Kristall wird durch die Bewegung von Versetzungen, deren Burgers-Vektor zur makroskopischen Gleitrichtung parallel ist, erklärt. Frank und Nicholas [Frank 53] haben gezeigt, daß die einzigen stabilen vollständigen Versetzungen diejenigen der Burgers-Vektoren $\vec{a}$, $\vec{c}$ und $\vec{c}+\vec{a}$ sind. Dies sind in der Tat die einzigen vollständigen Versetzungen, die im Elektronenmikroskop beobachtet werden.

Während die Gleitrichtungen durch ein Energiekriterium richtig vorausgesagt werden, ist das Problem der Wahl der Gleitebenen komplexer.

Der erste Ansatz stützt sich auf das Peierls-Nabarro Kriterium, das den "Ease-Of-Glide" der Gleitebene mit den Gitterebenen-Abständen verbindet.

Wir skizzieren (Figure 2-1) eine Stufenversetzungslinie, die parallel zu einer dichten Gitterrichtung in einer kubisch primitiven Struktur und senkrecht zur Abbildungsebene ist.

Um von der in *a)* dargestellten Konfiguration zu derjenigen in *c)* zu gelangen, durchläuft die Versetzungslinie ein Zwischenstadium *b)*.

Diese verschiedenen Konfigurationen bedeuten auch unterschiedliche Versetzungsenergien. Die Versetzung muß während ihrer Bewegung mehrere Energiemaxima überwinden. Um diese zusätliche Energie bereitzustellen, ist es notwendig eine Kraft auf die Versetzung anzuwenden.

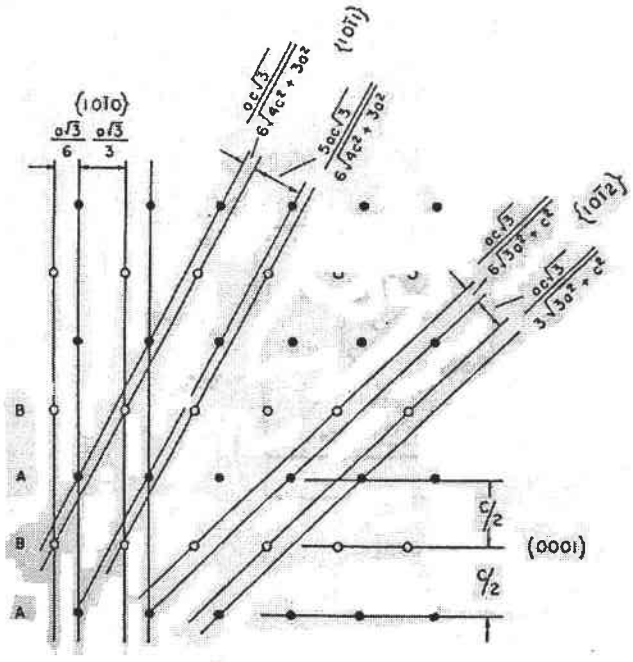


Abbildung 8-1

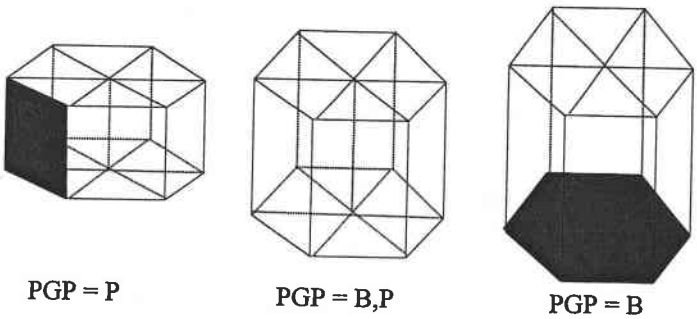
Um diese Kraft zu bestimmen, behandelte Nabarro [Nabarro 47] den Kristall wie ein elastisches Kontinuum, mit einer Sinusfunktion für die interatomare Bindungskraft in der Gleitebene. Die Gleitspannung σ nimmt exponentiell mit dem Gitterebenenabstand d_{hkl} ab,

$$\sigma = \frac{2\mu}{K}\exp\left(-\frac{2\pi d_{hkl}}{Kb}\right)$$ genannt Peierlskraft

mit K=1 oder K = (1-ν) für Schrauben- bzw. Stufenversetzung. ν ist der Poisson'sche Koeffizient, μ der Schubmodul und $\vec{b}$ der Burgersvektor der Versetzung.
Um dieses Phänomen für das hexagonale Gitter zu behandeln, muß die Prismenebene als rauh betrachtet werden. In der Tat, während der Basisebenenabstand, c/2, in den hdp-Metallen eindeutig definiert ist, weisen die Abstände der anderen Gitterebenen einige Ungenauigkeiten auf (Abbildung 8-1).
Da die Atome einer „Gleitebenen" nicht exakt in einer Ebenen liegen, werden diese Ebene „rauh" genannt.
Bei Raumtemperatur ist in den hdp-Metallen die Gleitung entweder in der Basisebene oder in den Prismenebenen am einfachsten. Die anderen Ebenen, die kleinere Gitterabstände und somit auch höhere Peierlskräfte haben, spielen keine Rolle.

- Für einen Wert $\frac{c}{a} > \sqrt{\frac{8}{3}}$, ist die Basisebene das Hauptgleitsystem.
- Für die Metalle, die ein $\frac{c}{a} < \sqrt{\frac{8}{3}}$ haben, ist das Hauptgleitsystem die Prismenebene [Naka 83] (Abbildung 8-2).

c/a < 1,633 c/a~ 1,633 c/a > 1,633



PGP = P PGP = B,P PGP = B

Abbildung 8-2

Dieses einfache Kriterium leidet leider zuviel unter Ausnahmen (zum Beispiel Be).
Die anderen Ansätze stützen sich auf die Kernstruktur der Versetzung und auf die Möglichkeit der Versetzungsaufspaltung in einer Ebene, die die Gleitebene wird. Während eine nicht aufgespaltene Schraubenversetzung theoretisch auf allen Ebenen gleiten kann, die ihren Burgersvektor enthalten, gleitet eine aufgespaltete Versetzung nur in ihrer Aufspaltungsebene. Eine Gleitkomponent, außerhalb dieser Ebene würde ein Klettern des Stapelfehlers verursachen. Diese Bewegung ist nicht-konservativ, weil sie einen Stofftransport erfordert. Sie kann also nicht bei Raumtemperatur stattfinden. Dies hat zur Folge, daß man das Hauptgleitsystem anhand der Versetzungsreaktion voraussagen kann.

8.2.1.2.1 Versetzungskernstruktur

*8.2.1.2.1.1 Aufspaltung von <**a**>- und <**c+a**>-Versetzungen*

Schraubenversetzungen mit <**a**> Burgers-Vektor, die in der Basisebene und in der Prismenebene liegen, können sich aufspalten:

- in der Basisebene entsprechend der traditionellen Versetzungsreaktion:

$$\frac{1}{3}[11\bar{2}0]\rightarrow\frac{1}{3}[10\bar{1}0]+\frac{1}{3}[01\bar{1}0]$$

Bei dieser Versetzungsreaktion in zwei Shockley-Partialversetzungen ergibt sich eine dünne Zwischenschicht in einer kubisch-flächen-zentrierten (kfz)-Struktur. Die ungestörte Stapelfolge ABABAB... wird ABACBC

- in der Prismenebene entsprechend verschiedener Versetzungsreaktionen. Da die Prismenstapelfehler noch nie im Elektronenmikroskop beobachtet werden konnten, sind die verschiedenen Aufspaltungen experimentell nicht zu unterscheiden.

Anhand eines Kugelmodells schlug Tyson [Tyson 67] folgende Versetzungsreaktion vor:

$$\frac{1}{3}[11\bar{2}0]\rightarrow\frac{1}{18}[24\bar{6}\bar{3}]+\frac{1}{18}[42\bar{6}3]$$

und Regnier und Dupouy [Regnier 70] schlugen vor :

$$\frac{1}{3}[11\bar{2}0]\rightarrow\frac{1}{9}[11\bar{2}0]+\frac{2}{9}[11\bar{2}0]$$

Die Auswertung der Stapelfehlerenergie einer Struktur, die nicht die Kompaktheit der idealen Kugelpackung respektieren, können nicht ohne Hilfe atomistischer Simulationen durchgeführt werden. Naka *et al.*. [Naka 88], Vitek und Igarashi [Vitek 91] und Sob [Sob 74] haben eine Aufspaltung der Versetzungen in die Prismen- und Pyramidenebenen erster Art vorgeschlagen (Abbildung 8-1 Abbildung 8-2)

$$\vec{a}\rightarrow\frac{\vec{a}}{3}+\left(\frac{\vec{a}}{2}+\vec{H}''\right)+\left(\frac{\vec{a}}{6}-\vec{H}''\right)$$

mit $\vec{a} = \frac{1}{3}[11\bar{2}0]$ und $\vec{H}$'' einer kleinen Stufenkomponente (H'' = 0.06 a). Die erste Partialversetzung liegt in der Prismenebene, die letzte in der Pyramidenebene erster Art und die zweite an der Schnittlinie dieser zwei Ebenen (Abbildung 8-1). Diese Konfiguration ist nicht-gleitfähig, weil sie nonplanar ist.

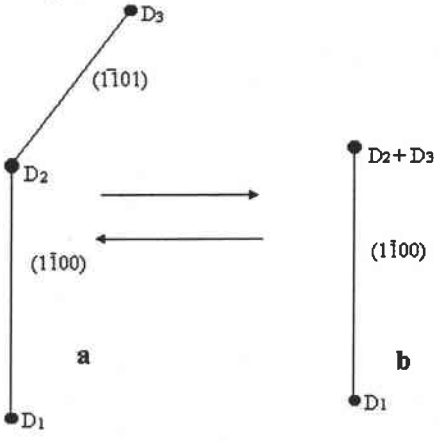


Abbildung 8-1 Versetzungsreaktion

Die Autoren Regnier und Dupouy [Regnier 70] haben vorgeschlagen, daß die Kaltverformung in diesen Metallen durch eine Rekombination der zwei letzten Partiellen in der Prismenebene erfolgt, was eine gleitfähige Konfiguration in dieser Ebene ergibt.
Für Schraubenversetzungen in Titan haben Naka *et al.*. [Naka 88] vorgeschlagen :

$$\vec{a} \rightarrow \frac{\vec{a}}{3} + \frac{\vec{a}}{6} + \frac{\vec{a}}{6} + \frac{\vec{a}}{3}$$

Die erste Partialversetzung liegt in der Prismenebene, die zwei nachfolgeden in der Pyramidenebene erster Art und die letzte an der Schnittlinie der beiden Ebenen (Abbildung 8-2).

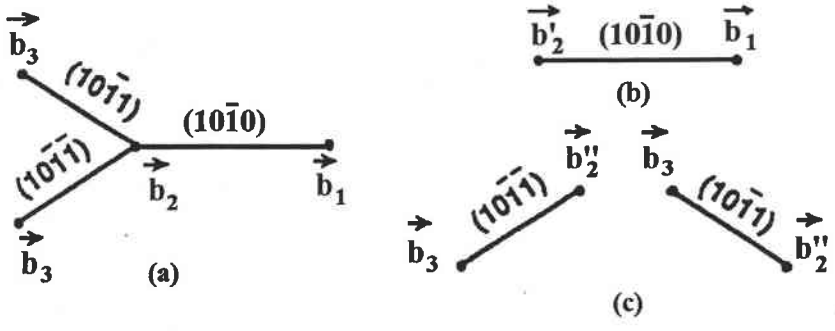


Abbildung 8-2 Konfiguration

Diese Konfiguration ist auch nonplanar, also nicht-gleitfähig. Vitek und Igarashi [Vitek 91] haben folgende Aufspaltung vorgeschlagen :

$$\frac{1}{3}[11\bar{2}0] \rightarrow \frac{1}{6}[11\bar{2}x] + \frac{1}{6}[11\bar{2}\bar{x}]$$

x ändert sich von einem Metall zum anderen und stellt die Länge der Komponente des Burgers-Vektors in [0001]-Richtung dar. Um die Versetzungen zu aktivieren, schlagen die Autoren vor, daß nicht nur ein ausreichendes Verhältnis zwischen den Stapelfehlerenergien, sondern auch die Länge von x berücksichtigt werden muß.

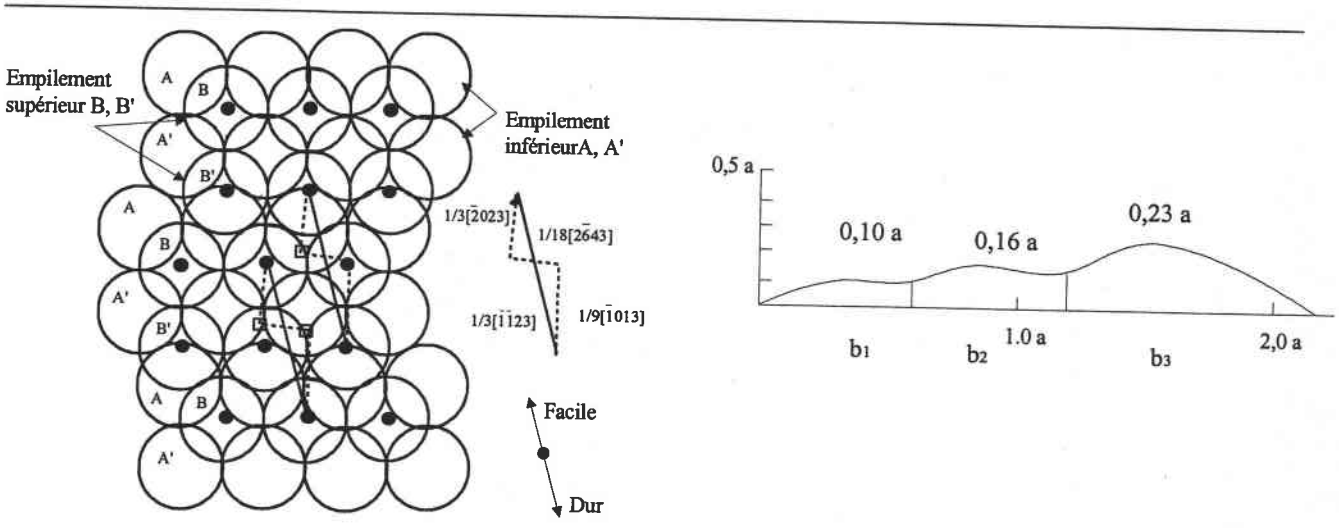


Abbildung 8-3. Mittels eines Modells harter Kugeln haben Autoren die mögliche Aufspaltung der <c+a>-Versetzungen in der π_1-Ebene vorschlagen [Jones 81].

Im Fall einer Schraubenversetzung, stellt x die Stufenkomponente der Partialversetzung dar. Die zweite wichtige Gruppe von Versetzungen in hdp-Metallen ist die Aktivität in der <**c+a**>-Richtung. Jones und Hutchinson [Jones 81] haben mittels eines Modells harter Kugeln eine mögliche Aufspaltung der <**c+a**>-Versetzungen in der π_1-Ebene vorschlagen :

$$\frac{1}{3}[\bar{1}\,\bar{1}23] \rightarrow \frac{1}{6}[\bar{2}023] + \frac{1}{18}[2\bar{6}43] + \frac{1}{9}[\bar{1}013]$$

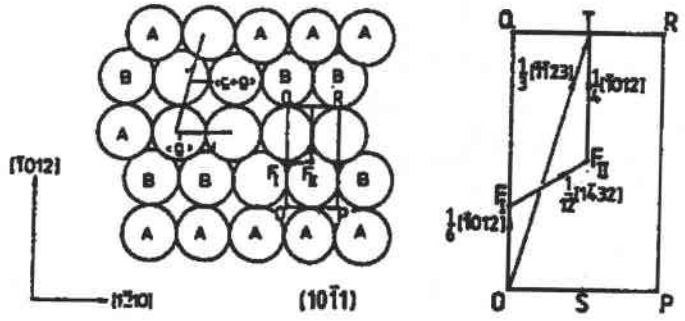


Abbildung 8-4

In Abbildung 8-3 zeigen wir die $(10\bar{1}1)$-Ebene für diese Art von Aufspaltung. In diesem Fall erzeugt die Konfiguration der Zwischenatomebene eine Ausdehnung senkrecht zur Gleitebene der partiellen Versetzung. In Abbildung 8-3b sind die den einzelnen Partialversetzungen entsprechenden Ausdehnungen dargestellt.
Angenommen, daß die Aktivierungsenergie für die Bewegung der Versetzung sich mit der Ausdehnung vergrößert, vermittelt die Abbildung 8-3b eine ungefähre Vorstellung der Energie, die aufgebracht werden muß. Man beachte die asymetrischen Ausdehnungen. Die Autoren entwickelten die Idee, daß diese Asymmetrie eine einfache Aufspaltung in der einen Richtung und eine schwierigere Aufspaltung in der anderen verursacht. Man begreift, daß diese Asymmetrie für das Fehlen einer Punktsymmetrie im π_1<**c+a**>-Gleiten verantwortlich ist.
Bacon und Liang [Bacon 86] zeigten mittels einer Simulation des Versetzungskerns die Stabilität einer Aufspaltung in der $\{10\bar{1}1\}$ -Ebene. Diese Autoren schlagen nach Aufspaltung für eine <**c+a**>-Schraubenversetzung vor:

$$\frac{1}{3}[\bar{1}\,\bar{1}23] \rightarrow \frac{1}{4}[\bar{1}012] + \frac{1}{12}[1\bar{4}32] + \frac{1}{6}[\bar{1}012]$$

Abbildung 8-4 zeigt diese Alternative. Auch diese Aufspaltung erzeugt auch eine Ausdehnung von ungefähr 10% in der Normalenrichtung der Stapelfehlerebene.

8.2.1.2.2 Stapelfehlerenergie

Wenn sich eine vollkommene Versetzung aufspaltet, erzeugt sie einen Stapelfehler, dessen Breite umgekehrt proportional zur Stapelfehlerenergie ist (Tabelle 6). Akthar und Tenghtsoonian maßen den Wert der Stapelfehlerenergie in der Prismenebene [Akthar 75].
Zusätzlich errechnete Legrand die Werte der Stapelfehlerenergie in der Basisebene und in der Prismenebene bei Raumtemperatur [Legrand 85]. Er erhält einen rechnerischen Wert für die Prismenebene, der den Messungen von Akhtar sehr nah kommt (Tabelle 7).

Material	Stapelfehlerenergie (mJ/m^2)
Monokristallin. α-Ti 295°C	145
Monokristallin.α-Ti 473°C	113

Tabelle 6 Stapelfehlerenergie im Ti α für 2 Temperaturen

Legrand simulierte die Kernstruktur, indem er ein Modell starker interatomarer Bindungskräfte verwendete. Er erhält eine stabile Konfiguration der Schraubenversetzungen, die durch eine Hauptausdehnung in der Prismenebene und zwei Sekundärausdehnung in der Basisebene beschrieben wird [Legrand 85]. Vitek *et al.* haben die gleiche Reaktion durch ähnliche Berechnungen [Vitek 91] erhalten.

Gleitebene	Stapelfehlerenergie (mJ/m^2)
Basal	370
Prismatik	140

Tabelle 7 Stapelfehlerenergie in der Basisebene und Prismenebene

Legrand legte ein Kriterium dar, das die Stapelfehlerenergie in der Basisebene (γ_B), die Stapelfehlerenergie in der Prismenebene (γ_P) und die elastichen Konstanten berücksichtigt [Legrand 85].

Für ein $R = \frac{\gamma_B}{\gamma_P}\frac{C_{66}}{C_{44}}$ -Verhältnis niedriger als 1, ist die Basisebene das Hauptgleitsystem, sonst ist es die Prismenebene.
Dieses Kriterium ist für alle hdp-Metalle gültig. Metalle wie Be, Mg, Zn, Cd verformen sich vorzugsweise durch Gleiten in der Basisebene, Titan und Zirkonium durch Prismengleiten.

8.2.1.3 Ergebnis

Wenn man versucht, das Gleiten von Versetzungen vorauszusagen, ohne sich auf ihre Kernstruktur zu stützen, stellt man fest, daß die vorgeschlagenen Erklärungen empirisch sind und nicht die gesamten bekannten experimentellen Ergebnisse erklären. Dagegen waren die Studien, die auf der Kernstruktur von Versetzungen und der Möglichkeit der Versetzungsaufspaltung in einer Ebene basierten, von Erfolg gekrönt.
In der Tat kann die Natur der interatomaren Bindungskräfte in die Versetzungsreaktion eingreifen. Das Hauptgleitsystem des Titans ist das Gleiten von <**a**>-Versetzungen in der Prismenebene. Man beachte in den Experimenten eine große Empfindlichkeit gegenüber Verunreinigungen, sowie eine Differenz zwischen den Gleitgeschwindigkeiten der Schrauben- und Stufen-Komponenten der versetzungen. Naka schlug eine komplizierte Kernkonfiguration der Schraubenversetzungen vor, die es ermöglicht, diese Differenz zu verstehen.

8.2.2 Verformungsverhalten von TiAl6V4

Das Hauptgleitssytem ist das Gleiten von <a>-Versetzungen in der Prismenebene [Welsch 77, Jones 81]. Welsch *et al.* beobachteten einen hohen Anteil Schraubenversetzungen und in Richtung der Schraubenkomponenten verlängerte Versetzungsschleifen [Welsch 82].
Jones und Hutchinson haben die Verformungsmechanismen bei Raumtemperatur eines sehr starken texturierten TiAl6V4 charakterisiert. So konnten sie die kritischen Schubspannungen (CRSS : Critical Resolved Shear Stress) in den Prismen-, Pyramiden- und der Basisebenen der α Phase schätzen [Jones 81] (Tabelle 8).

Gleitsystem	CRSS (MPa)
P<a>	380
π1<a>	400
B<a>	440
π1<c+a>	630

Tabelle 8 Die Werte der kritische Schubspannungen auf jede Gleitsysteme für TA6V

Genau wie in α-Ti ist das Prismengleiten das Hauptgleitsystem, gefolgt von π_1-Gleiten; das Gleiten in der Basisebene ist das schwierigste für <a>-Versetzungen. Die starke Erhöhung der CRSS im Vergleich zu Reintitan (Tabelle 8) liegt an den festigkeitssteigernden Aluminium-Mischkristallatomen.

8.2.2.1 Einfluß der Verunreinigungen und Legierungselemente

Welsch *et al.* studierten den Einfluß der Konzentration der interstitieller Verunreinigungen (Sauerstoff) und der Legierungselemente auf die Verformungssysteme des TiAl6V4. Sie verwendeten Nuancen unterschiedlicher Reinheiten und veränderten die Konzentration der Legierungselemente in der α Phase durch thermische Behandlungen [Welsch 77, 82].
Sie beobachteten eine Änderung des Hauptgleitsystems je nach der thermischen Behandlung, sowie eine Abnahme der Homogenität der plastischen Verformung (Tabelle 9). Das Hauptgleitsystem ist das Prismengleiten. Die Verformung ist homogen solange keine geordnete Verteilung der Sauerstoff- oder der Aluminiumatome vorliegt.
Eine Glühtemperatur von 350°C hat eine Änderung des Hauptgleitsystems zur Folge. Bei dieser Temperatur ist allein der Diffusionskoeffizient des Sauerstoffs relativ hoch. Ein geordnete Verteilung des Sauerstoffs entlang bevorzugter Richtungen verursacht die Verlagerung zum Pyramidengleiten [Kahveci 88].
Nach einer Glühung bei 550°C beobachtet man eine Lokalisation der Verformung und Überstrukturstreifen in dem Elektronenbeugungsdiagramm der α-Phase. Bei dieser Temperatur ist die Diffusion des Aluminiums und des Sauerstoffs möglich. Laut Welsch et al. ist die Lokalisation auf die Bildung einer kurzreichweitigen Ordnung der Aluminiumatome zurückzuführen. In der Tat ist es bekannt, daß der Durchgang von Versetzungen die lokale Ordnung stört. Die Gleitebene ist im Vergleich zum Rest des Kristalls „aufgeweicht" und die Verformung findet dort statt [Williams 72]. Diese Annahme wird durch die Beobachtung Überstrukturstreifen von Ti_3Al in der α-Phase bestätigt.
Der Sauerstoff kann eine ähnliche Rolle spielen. Zusätzlich verringert er die Löslichkeit des Aluminiums in Titan und erleichtert folglich die lokale geordnete Atomverteilung. Die Anwesenheit von Sauerstoff bestraft doppelt in Bezug auf die geordnete Verteilung [Welsch 82].

8.2.3 Zusammenfassung

Wie in monokristallinem α-Titan ist das Hauptgleitsystem <a>-Versetzungen in Prismenebenen. Die Legierungselemente verursachen eine Verfestigung durch den Mischkristalleffekt und begünstigen die Lokalisation der Verformung in Gleitbändern. Schließlich kann die thermische Behandlung, indem sie die Diffusion der Elemente beeinflußt, die Hauptgleitsysteme ändern.

8.2.4 Die Rolle der Temperatur

Die kritische Schubspannung setzt sich aus zwei Komponenten zusammen: $\tau = \tau^*(T) + \tau_i$

- τ^* ist der thermische Beitrag, der der Überwindung kurzreichweitiger Hindernisse entspricht (Waldversetzungen, Verunreinigungsatome oder Peierls-Täler). Bei hohen Temperaturen (oberhalb T_C) genügt die thermische Energie um die Überwindung dieser Hindernisse zu ermöglichen. Bei niedrigen Temperaturen muß die Schubspannung τ^* aufgebracht werden, um die Hindernisse zu überqueren.
- τ_i ist die interne Spannung, die Komponente, die das Überschreiten der langreichweitigen Hindernisse ermöglicht (Auscheidungen, Korngrenzen oder Subkorngrenzen). Diese Komponente ist athermische, d.h. sie muß bei jeder beliebigen Temperatur augbracht werden, um die Bewegung der Versetzungen zu erlauben. Ab einer bestimmten Temperatur T_C, bleibt die kritische Schubspannung der Monokristalle konstant. Die Werte von T_C, der athermischen Temperatur, die in der Literatur gefunden werden, sind in Tabelle 10 und in Abbildung 8-1 zusammengefaßt.

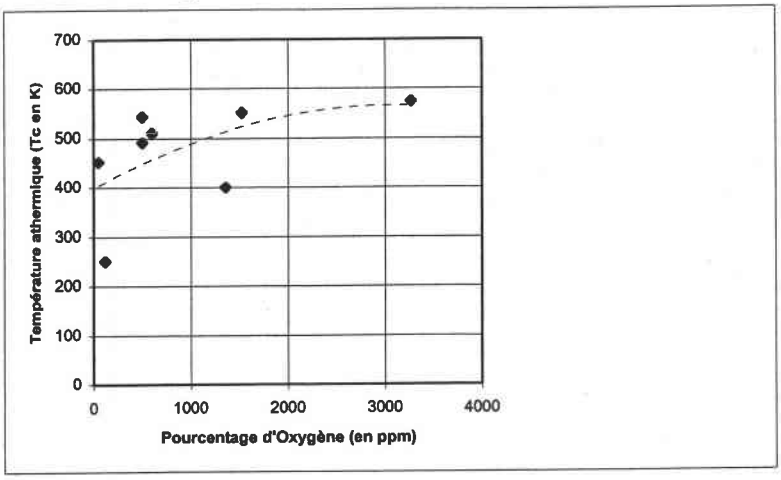


Abbildung 8-1 Einfluß der Sauerstoffkonzentration auf die « athermische » Temperatur

Material	T_C	Referenz
Ti α (50 ppm 0_2)	zwischen 300 K und 500 K	[Levine 66]
Ti α (von 50 ppm bis 1360 ppm O_2)	zwischen 300 K und 500 K	[Sastry 72]
Ti α (O_{eq} = 500 ppm)	492 K	[Tanaka 72]
Ti α polycristallin (O_{eq} = 500 ppm)	542 K	[Tanaka 72]
Ti α (von O_{eq} = 600 ppm bis 10000 ppm)	500 K - 520 K	[Tanaka 72]
Ti α (O_{eq} = 120 ppm)	zwischen 250 K und 550 K	[Akhtar 75]
Ti α (von 1530 ppm bis 6960 ppm)	550 K	[Naka 83]
Ti α (O_{eq} = 3270 ppm)	573 K	[Farenc 92]

Tabelle 9 Die Werte von T_c

8.2.4.1 Einfluß der Temperatur auf die kritische Schubspannung

Die Änderung der kritischen Schubspannung der Prismenebene mit der Temperatur wird an orientierten monokristallinen α-Titan-Proben studiert. Die Experimente der makroskopischen Verformung zeigen eine starke Zunahme der CRSS des Prismengleitens bei niedrigen Temperaturen auf (Abbildung 8-1).

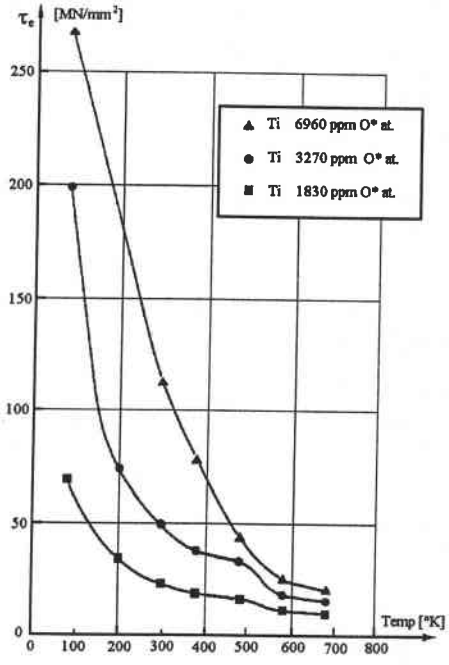


Abbildung 8-1 Einfluß der Temperatur auf die kritische Schubspannung

Die Entwicklung des Aktivierungsvolumens mit der Temperatur weist zwischen 0 und 350 K keine Steigungsänderungen auf (Abbildung 8-2).

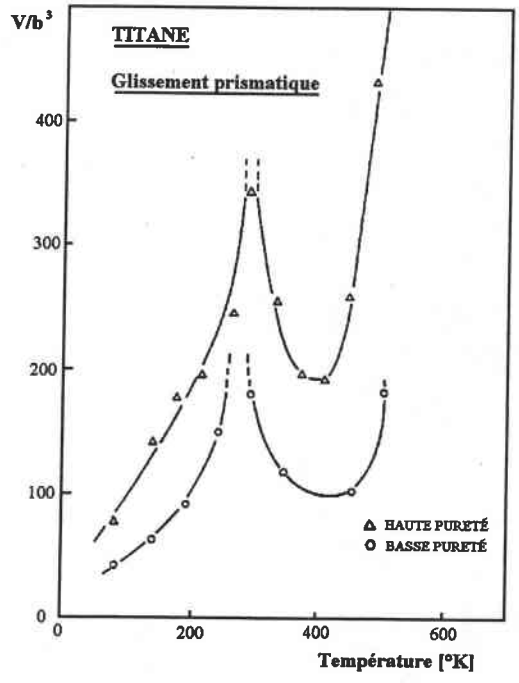


Abbildung 8-2 Einfluß der Temperatur auf die Aktivierungsenergie

Der Mechanismus, der die Versetzungsbewegung steuert, bleibt in diesem Temperaturbereich der gleiche. Bei 350 K zeigt V*, sowie auch die Streckgrenze, eine Unstetigkeit [Naka 82 und Levine 66].
Wir beobachten eine Änderung des Verformungsmechanismus [Levine 66].

8.2.4.2 Rolle der Temperatur auf die interstitielle Verunreinigung

α-Titan zeigt eine große Empfindlichkeit gegenüber der Anwesenheit von interstitiellen Atomen: die Zunahme der CRSS bei niedrigen Temperatur ist um so bedeutender, je stärker der Kristall mit interstitiellen Atomen verunreinigt ist (insbesondere Sauerstoffatomen). In gleicher Weise

verringert sich die Aktivierungsenergie bzw. das Aktivierungsvolumen (V*) mit der Sauerstoffkonzentration [Konrad 81] (Abbildung 8-1).

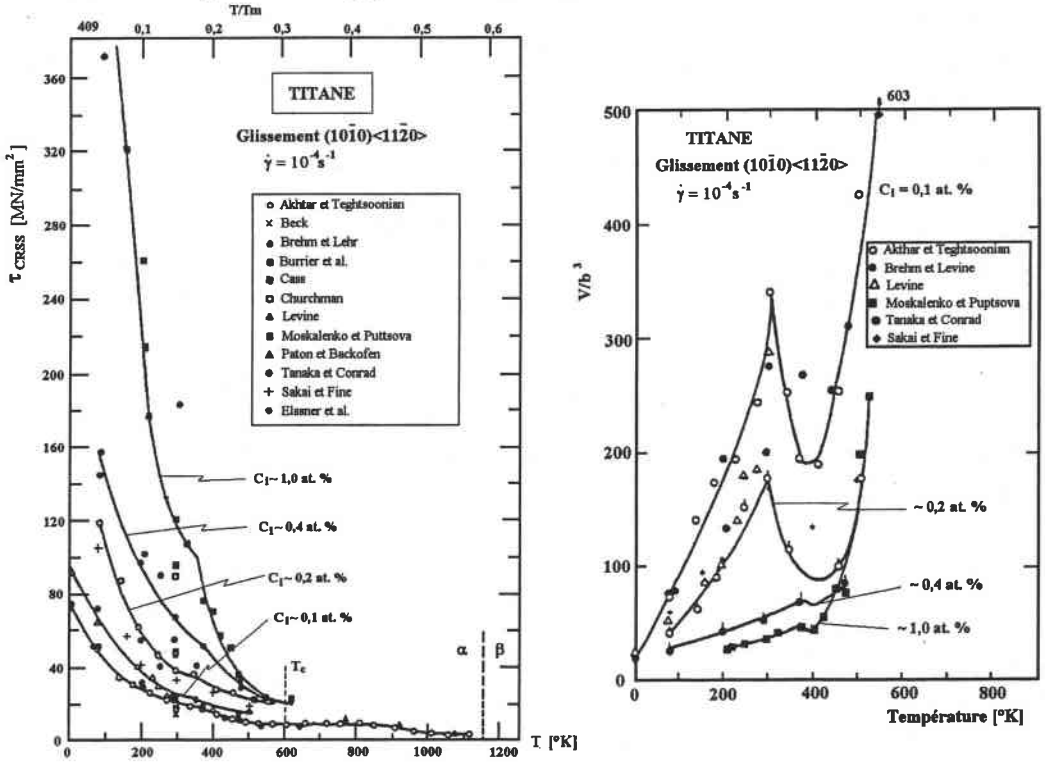


Abbildung 8-1 Einfluß der Sauerstoffkonzentration auf die Aktivierungsenergie und Activierungsvolumen

Williams *et al.* haben den Einfluß der Verunreinigungen auf die Verformung verschiedener Nuancen von Reintitan zwischen 475 und 5200 ppm Sauerstoff aufgezeigt. Ab einer Konzentration von 1800 ppm und bei 77 K ist die Verformung in Gleitenbändern lokalisiert. Bei Raumtemperatur und geringen Konzentrationen ist die Verformung homogen; bei einer Konzentration oberhalb 2000 ppm lokalisiert sich die Verformung.
Kahveci *et al.* stellten fest, daß die Zunahme der Sauerstoffkonzentration die Homogeniät der Verformung [Kahveci 88] verringert. Zusätzlich beobachteten sie eine Änderung des Hauptgleitsystems:

- bei niedrigen Konzentrationen (geringer als 2500 ppm) wird das Prismengleiten vorzugsweise aktiviert.
- Für Konzentrationen zwischen 2500 ppm und 0.99% herrscht das π_1-Pyramidengleiten vor.
- Bei hohen Konzentrationen beobachtet man das Basisgleiten.

Diese Änderung des Gleitsystems hängt von einer geordneten Atomverteilung des Sauerstoffs in der bevorzugten $\langle 11\bar{2}3 \rangle$-Richtung ab. Dies verursacht zunächst eine Verfestigung der Prismenebene und dann der Pyramidenebene [Churchman 54].
Moskalenko und Puptsova betrachteten die Anordnung der Sauerstoffatompaare ab einer Konzentration von ungefähr 2500 ppm, um die starke Abhängigkeit der CRSS's von der Konzentration [Moskalenko 79] zu erklären.
Zusammengefaßt scheint es, daß der Gehalt an interstitiellen Elemente die Verformungssysteme von α-Titan stark beeinflußt. Die Atome ordnen sich vorzugsweise in der Richtung, die der geordneten Verteilung entspricht. Das erste Stadium ist die Bildung von Paare, die Versetzungen blockieren (um 2500 ppm). Die Homogenität der Verformung nimmt mit zunehmender Konzentration ab und das Hauptgleitsystem verlagert sich von der P- zur π_1- und letztendlich zur Basisebene. Der thermisch aktivierte Verformungsmechanismus, welcher die Versetzungensbewegung steuert, wird von den interstitiellen Verunreinigungen regiert.

8.2.4.3 Einfluß der Temperatur auf die Zwillingsbildung

Paton und Backofen zeigten, daß sich das Hauptsystem der Zwillingsbildung bei 350°C verändert [Paton 70] (sieheAbbildung 8-1),

- für T< 350°C herrscht $(11\bar{2}2)$-Zwillingsbildung vor
- für T> 350°C $(10\bar{1}1)$-Zwillingsbildung

Man beachtet auch an dieser Kurve das niedrige Zwillingsvolumen oberhalb 600°C. Die Zwillingsspannung nimmt mit der Temperatur ab [Konrad 81]. Zwillingsbildung ist folglich ein System, das hauptsächlich bei niedrigen Temperaturen eine Rolle spielt.
Unterhalb der Raumtemperatur herrscht Zwillingsbildung vor und das Hauptzwillingssystem ist $(10\bar{1}2)$-Zugzwillingsbildung [Yoo 91].

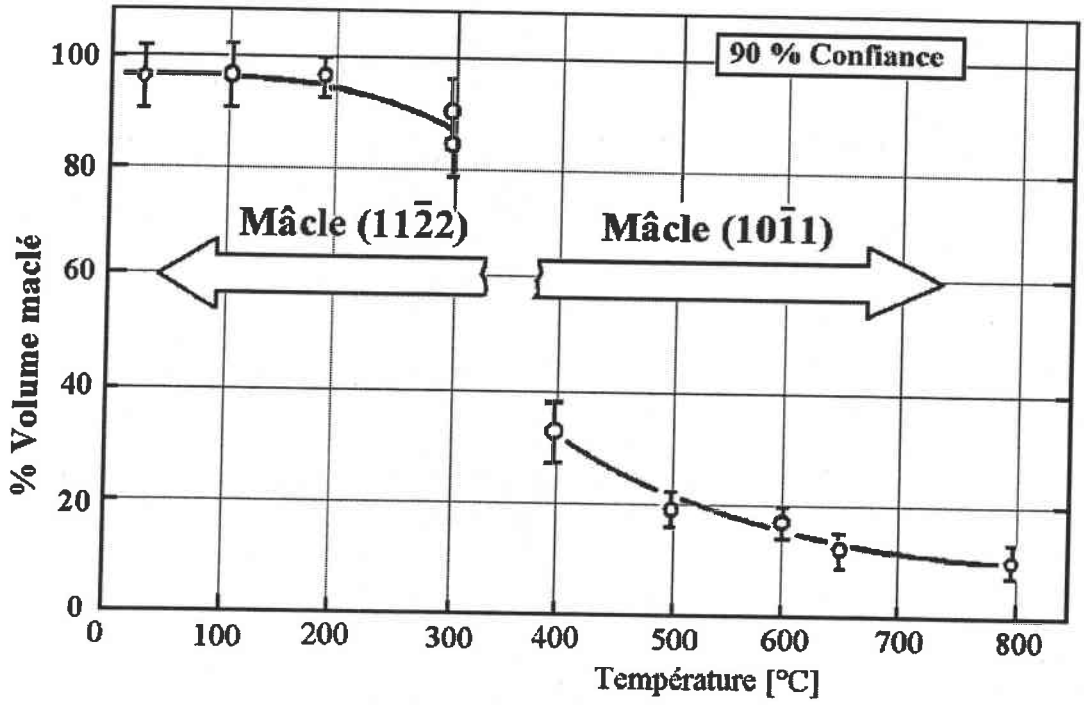


Abbildung 8-1 Einfluß der Temperatur auf die Zwillingsbildung

8.2.4.4 Synthese

Das Hauptgleitsystem von α-Titan ist das Gleiten von <**a**>-Versetzungen in der Prismenebene. Dieser Verformungsmechanismus ist sehr stark temperaturabhängig. Bei niedrigen Temperaturen beobachtet man eine Geschwindigkeitsdifferenz zwischen den Schrauben- und den Stufen-Komponenten der Versetzungen. Im Gegensatz zu den Stufenkomponenten, die einen ebenen Kern haben, besitzen die Schraubenkomponenten eine komplexe Kernstruktur. Ihr Kern erstreckt sich über drei Ebenen : eine Hauptausdehnung in der Prismenebene und zwei Sekundärausdehnungen, entweder in der Basisebene oder in der π_1-Ebene. Diese Sekundärausdehnungen konnten noch nicht eindeutig identifiziert werden.
Das Sekundärgleiten wird in den π_1-Ebene bis 150 K beobachtet, meist als Quergleiten der Versetzungen in der Prismenebene. Das Gleiten in der Basisebene wird bei höheren Temperaturen beobachtet (über 500 K).
Zuletzt sind, um das von Mises'sche Kompatibilitätskriterium zu erfüllen, zwei konkurrierende Verformungsmechanismen notwendig. Im Bereich niedriger Temperaturen erhalten wir $(10\bar{1}2)$- sowie $(11\bar{2}1)$-Sekundärzwillingsbildung . Oberhalb Raumtemperatur herrscht das <**c+a**>-Gleiten gegenüber der Zwillingsbildung vor.

9 Ergebnisse.

In diesem Kapitel beschreiben wir das Ausgangsmaterial vom strukturellen und texturellen Gesichtspunkt. Wir stellen anschließend das Ergebnis der mechanischen Versuche (Zug und Druck), den Einfluß der Temperatur und der Verformunggeschwindigkeit auf die Streckgrenze $\sigma_{0,2\%}$ und die maximale Spannung σ_{max} vor. Abschließend werden wir die Ergebnisse der Transmissions-Elektronen-Mikroskopie (TEM) präsentieren.

9.1 Mikrostrukturelle Charakterisierung.

Das Ausgangsmaterial, das für die Untersuchungen benutzt wird, ist ein 5mm dickes Ti-6%Al-4%V –Blech, bezogen von der Firma CEZUS (Frankreich). Das Material wurde oberhalb der Umwandlungstemperatur $\alpha \rightarrow \beta$ gewalzt, also in der kubischen Kristallstruktur verformt.

9.1.1 Chemische Analyse.

Die chemische Zusammensetzung des Bleches, gemäß den Angaben der Firma CEZUS, ist in Tabelle 12 gegeben.

Composant	Ti	Al	V	Si	O	C	N	H
Pourcentage en poids	89.89	6.03 à 6.11	3.83 à 3.90	< 0.01	0.1 à 0,11	0,003 à 0.008	0.004 à 0.005	$< 5.10^{-4}$

Tabelle 10 Chemische Analyse

Unter industriellen Bedingungen kann diese Zusammensetzung allerdings etwas variieren. Dies ist der Grund, warum eine GDOES-Analyse (Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy) durchgeführt wurde (siehe Tabelle 13).

Composant	Ti	Al	V	O	N+O
Pourcentage en poids	90.6586	5.9634	3.3039	0.0742	< 100 ppm

Tabelle 11 GDOES Analyse

Die chemischen Elemente Kohlenstoff und Stickstoff haben ungefähr den gleichen Einfluß auf Titan wie Sauerstoff. Deshalb berechnet man das sog. Sauerstoffäquivalent. Es ist durch die Gleichung $O_{äq} = 2/3\ C + 2\ N + O$ bestimmt.
Laut der GDOES-Analyse ist das Sauerstoffäquivalent $O_{äq} = 0.1001$ Gew.-%, also unter dem von CEZUS angegebenen Toleranzbereich (0.11 und 0.1253 Gew.-%).

9.1.2 Lichtmikroskopische und TEM-Untersuchung.

Wir beobachten eine inhomogene Zweiphasenstruktur. Die großen gleichachsigen α-Körner sind leicht in Walzrichtung (WR) orientiert. Zwischen den α-Körnern kann man kleine kugelige β-Körner sehen (Figure 4-1 TEM-Beobachtungen zeigen eine heterogene, nur teilweise rekristallisierte α Struktur. Die Korngröße der β-Partikel beträgt weniger als 1 μm und ihr Volumenanteil ist ungefähr 10%. Es wurde keine Zwillingsbildung beobachtet.
Die gewalzte TiAl6V4-Platte ist stark texturiert (Figure 4-1), 90% der <c>-Achsen des hexagonalen Gitters liegen vorzugsweise parallel zur Querrichtung.

9.1.3 Probenbeschreibung.

Da das Blech eine stark markierte Textur hat, kann man es durch einen orientierten Monokristall (φ_1 = 0°, ϕ =90° und φ_2 = 0° oder 60°) approximieren. Es ist sinnvoll, die Proben so auszuwählen, daß man sicher ist, verschiedene Gleitssysteme zu aktivieren. In Abbildung 9-1 sind die Proben dargestellt.

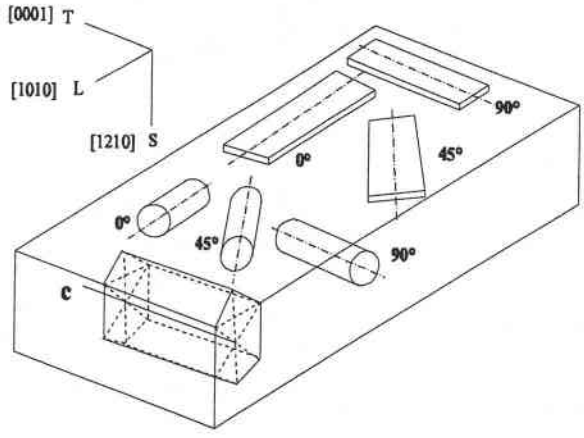


Abbildung 9-1 : Schematisch Darstellung. Die <c>-Achse liegt im Transverse Richtung

9.1.4 Einfluß der Temperatur auf die Entwicklung der Korngröße und des Volumenanteils der β-Phase.

Jede Probe wird 30 Minuten auf Temperatur gehalten. Die Korngröße der α-Phase ändert sich nicht mit der Temperatur (d = 14 µm, Durchschnitt von 1000 Körnern). Wir denken, daß die β-Phase eine Rolle spielt, indem sie die Bewegung der α-Korngrenzen blockiert (Figure 4-1). Die Untersuchung der Entwicklung der β-Phase informiert uns über ihren Einfluß in Abhängigkeit der Temperatur (Abbildung 4.-5).
Der Volumenanteil der β-Phase wurde mittels Bildanalyse im Raster-Elektronen-Mikroskop (REM) bestimmt. Die Proben wurden mechanisch und chemisch poliert. Das Bild wird aufbereitet, um den Kontrast zwischen den Phasen zu verbessern. Man beachte, daß die α- und β-Phasen in TiAl6V4 durch den chemischen Kontrast leicht unterschieden werden können. Jedoch erhöht die chemische Ätzung durch Reliefbildung scheinbar den Prozentsatz der β-Phase.
Die Entwicklung des β Phasenanteils folgt einem exponentiellen Gesetz (Abbildung 4.-5). Bei 800°C erhält man einen Wert von 32 % der β-Phase, was mit dem ternären Diagramm (Ti-Al-V), das einen Wert von 33 % angibt (siehe Abbildung 4.-6), übereinstimmt.

9.2 Makroskopisches Verhalten.

Die Analyse der „Fließkurven" stellt die Einflüsse der verschiedenen Parameter auf die mechanischen Eigenschaften dar.

9.2.1 Einfluß der Verformungsgeschwindigkeit auf die Streckgrenze.

Mit steigender Verformungsgeschwindigkeit nimmt die Streckgrenze $\sigma_{0.2\%}$ zu. Dieser Einfluß ist in Walzrichtung (WR) und bei 45° im Gegensatz zur Querrichtung nicht sehr stark. Der Verfestigungskoeffizient der Proben in 90°/WR verringert sich mit der Geschwindigkeit.

9.2.2 Einfluß der Temperatur auf die Streckgrenze.

Zu den verschiedenen Kurven kann man die folgenden Anmerkungen machen (siehe Abbildungen 4.-7, 4-8 und 4.-9) :

- das makroskopische Verhalten der Proben in 0° und 45°/WR ist nahezu identisch,

- das makroskopische Verhalten der Proben in 90°/WR unterscheidet sich deutlich von den beiden anderen,
- für die Kurven in 0° und 45°/WR beobachtet man eine Plateau, der für die Kurven 90°/WR fast nicht existiert.

Man sieht 3 eindeutige Bereiche.

Die Streckgrenze $\sigma_{0.2\%}$ und die maximale Spannung σ_{max} nehmen wie zu erwarten mit der Temperatur ab (siehe Abbildungen 4.7, 4.-8 und 4.-9).
Die bemerkenswerte Tatsache ist ein athermisches Plateau zwischen 300 und 500°C.
Dieses Phänomen erscheint für zwei Geschwindigkeiten und in einem breiten Temperaturbereich..
Im Gegensatz zu den anderen physikalischen Größen, die stetig mit der Temperatur abnehmen, weist der Verfestigungskoeffizient n zwischen 300 und 500°C ein Maximum auf. Hier wird auch eine starke Streuung der Werte des Verfestigungskoeffizienten beobachtet.

9.2.3 Einfluß der Orientierung der Proben.

Man kann beobachten, daß für zwei Verformungsgeschwindigkeiten ($\dot{\varepsilon} = 10^{-3}s^{-1}$ und $\dot{\varepsilon} = 1s^{-1}$) die Streckgrenze $\sigma_{0.2\%}$ der Proben in Querrichtung bei allen Temperaturen oberhalb derjenigen der anderen Orientierungen liegt.

9.2.4 Einfluß der Spannungsrichtung auf die Streckgrenze

In Abbildung 4.16 wird der Unterschied des Verhaltens zwischen Zug- und Druckbelastung der Proben mit 0°- und 45°- einerseits und denen mit 90°-Orientierung offensichtlich.

9.2.5 Beobachtung der Bruchflächen der Proben.

Im Temperatursbereich zwischen 25°C und 800°C sind die Bruchflächen charakteristisch für einen duktilen Bruch.

9.3 Mikroskopisches Verhalten.

Weitere Untersuchungen über den Einfluß der Belastungsart und der Textur auf die Aktivierung von Verformungssystemen wurden an drei jeweils 5% zug- und druckverformten Proben durchgeführt. Die Zug-und Druckrichtung lag dabei unter einem Winkel von 0°, 45° und 90° gegen die Walzrichtung in der Blechebene.

9.3.1 Bei Raumtemperatur verformte Proben

Eine mikroskopische Beobachtung dünner, bei 25°C verformter Folien wurde zur Bestätigung einer früheren Arbeit [Zaefferer 96] durchgeführt.
In seiner Doktorarbeit bestimmte Zaefferer die Arten von Versetzungen und ihre Gleitebenen in bei Raumtemperatur verformtem TiAl6V4. Unsere Studie geht in die gleiche Richtung wie die Analyse von Zaefferer. In Tabelle 14 sind die Ergebnisse seiner und unserer Analyse gegenübergestellt.
Die Probe in WR wies unabhängig von der Kornorientierung im wesentlichen <**a**>-Stufen- oder Misch-Versetzung auf Prismen- und Pyramidenebenen auf. <**a**>-Basisgleiten wurde, ebenso wie <**c+a**>-Gleiten, nur wenig beobachtet. Die Gleitebene der <**c+a**>-Versetzungen war Π_1. Die Dichte der jeweligen Vesetzungstypen unterschied sich in Abhängigkeit von der Orientierung.
In den Proben in 45°/WR überwog ebenfalls der Anteil an <**a**>-Versetzungen. Da sie hier jedoch haupsächlich Schraubencharakter besaßen, konnte die Gleitebene nicht in jedem Fall bestimmt werden. In den Fällen, in denen eine Gleitbandrichtung bestimmt werden konnte, wurde als Gleitebene die Basisebene ermittelt.
In der Proben in Querrichtung wurde eine starker Einfluß der Kristallorientierung auf die aktivierten Gleitsysteme gefunden.

9.3.2 Proben, bei 350°C in 0°/WR 10% verformt.

Man kann Einzelorientierungen mit röntgenographischen gemessenen Texturen vergleichen (siehe Tabelle 15). Trotz der eingeschränkten Zahl der Einzelorientierungen (48), ist unsere dünne Probe repräsentativ für das Blech.
Insgesamt wurde in den untersuchten Proben ein hoher Anteil an <**c+a**>-Pyramidengleiten festgestellt; <**a**>-Prismengleiten und <**a**>-Basisgleiten wurden weniger beobachtet, aber das Quergleiten spielt eine bedeutende Rolle (siehe Tabelle 15).
Quantitative Informationen über die verschiedenen Gleitsysteme und ihre Aktivitäten sind nicht leicht berechenbar und bleiben häufig der Einschätzung des Experimentators überlassen.

9.3.3 Proben, bei 350°C in 45°/WR 10% verformt.

Die in 45°/WR verformten dünnen Proben zeigen eine intensive Aktivität der <**c+a**>-Versetzungen, die in den Π_1-Ebene gleiten.
In Tabelle 15, der aus Einzelorientierungen berechneten Polfigur (0002), sieht man, daß die <**c**>-Achse um 45° in TR gedreht ist.
Diese dünnen Folien wurden in der Mitte der Proben entnommen, wo die Reibungseffekte normalerweise minimal sind.
Zur Erleichterung der Interpretation der berechneten Polfiguren, werden ihnen theoretische Einkristall-Polfiguren gegenübergestellt :

- wenn die dünne Folien in WR entnommenen Proben entstammen, ist in der (0002)-Polfigur die <**c**>-Achse um 90° in TR geneigt (siehe Abbildung 4.20),
- wenn die dünne Folien in 45°/WR entnommenen Proben entnommen wurden, liegt die <**c**>-Achse 45° in TR,
- wenn die dünne Folien aus in Querrichtung entnommenen Proben stammen, ist die <**c**>-Achse parallel zur NR.

9.3.4 Proben, bei 350°C in 90°/WR 10% verformt.

Unsere mikroskopischen Beobachtungen haben die aktivierten Gleitsysteme in der Probe ergeben. In erster Linie findet man <**c+a**>-Versetzungen in der Π_1-Ebene (siehe Abb. 4.21), aber auch in der Π_2-Ebene. Diese Ebene ist als Zwillingsebene wohl bekannt, wurde jedoch als Gleitebene bisher noch nie beobachtet.

9.3.5 Proben, bei 800°C in 0°, 45° und 90° gegen WR verformt

Die Versetzungen, die in den Proben gemessen wurden, sind fast ausschließlich <**a**>-Versetzungen. Praktisch nie wurden <**c+a**>-Versetzungen beobachtet.
Man konnte in den verformten Proben die Ausbildung einer Zellstruktur aus <**a**>-Versetzungen beobachten (siehe Abbildung 4.24).
Wir konnten auch die Orientierungen von vierzig β- Körnern messen und einige Verformungsmechanismen in den β-Körner identifizieren : die Hauptgleitsysteme sind {110}<111> (siehe Foto 4.25).
Die Orientierungsbeziehung zwischen den α- und β-Körnern konnte folglich bestimmt werden.

10 DISKUSSION.

In diesem Kapitel analysieren wir zuerst die makroskopischen Ergebnisse und anschließend die mikroskopischen Beobachtungen.
Bezüglich dem mikroskopischen Verhalten betrachten wir nur die Verformung der α-Körner.
Eine Analyse des athermischen Plateaus der Streckgrenze und der Korrelation mit den mikroskopischen Beobachtungen wird uns gestatten, einige Hypothesen aufzustellen.

10.1 Das athermische Plateau der Streckgrenze

Die Proben in WR und in 45°/WR besitzen drei unterschiedliche Verformungsbereiche. Man schließt hieraus, daß eine Änderung der Verformungsmechanismen für diese beiden Orientierungen auftritt, während für die Proben in Querrichtung der Mechanismus von Raumtemperatur bis 500°C der gleiche ist.
Ab 700°C verformen sich die drei Orientierungen auf die gleiche Weise : ab dieser Temperatur findet Warmumformung statt ($T > 0.4\ T_S$).
Die aus Einzelorientierungen berechnete lokale Textur ist repräsentativ für die röntgenographisch ermittelte Globaltextur. Da die Textur der Legierung sehr markiert ist, kann die Zahl der Einzelorientierungmessungen klein sein,um eine gute Korrelation zu erreichen. Da diese Orientierungsmessungen an nur 5%- verformten Proben durchgeführt wurden, hat es fast Texturveränderungen gegeben.

10.2 Korrelation des athermischen Plateaus mit den Beobachtungen im TEM.

Wir haben dünne Folien für jeden der drei Fließkurvenbereiche (bei Raumtemperatur, bei 350°C und bei 800°C) entnommen. Die mikroskopischen Beobachtungen, die an den 5%-zug- oder druckverformten Proben durchgeführt wurden, haben es ermöglicht, die Verformungsmechanismen zu bestimmen. Die ermittelten Gleitsysteme sind in einer zusammenfassenden Tabelle (Tabelle 15) angegeben.

		25°C			350°C		
		0°	45°	90°	0°	45°	90°
Système de glissement principal		P<a>	B<a>	Π_1<c+a>	Π_1<c+a>	Π_1<c+a>	Π_1<c+a>
Systèmes de glissement secondaires (par ordre Croissant)	1	Π_1<c+a>	Π_1<c+a>	B<a>	B<a>	B<a>	Π_2<c+a>
	2	Π_1<a>	Π_1<a>	Π_1<a>	Π_2<c+a>		
	3	B<a>		P<a>			

Tabelle 12 : Die ermittelten Gleitsysteme bei Raumtemperatur und bei 350°C

P<a>=$(10\bar{1}0)\langle 11\bar{2}0\rangle$;B<a>=$(0001)\langle 11\bar{2}0\rangle$;Π_1<a>=$(10\bar{1}1)\langle 11\bar{2}0\rangle$;
Π_1<c+a>=$(10\bar{1}1)\langle 11\bar{2}3\rangle$;Π_2<c+a>=$(11\bar{2}2)\langle 11\bar{2}3\rangle$

Bei Raumtemperatur findet man die erwarteten Verformungsmechanismen, d.h. P<a> in WR, B<a> in 45°/WR und Π_1<c+a> in 90°/WR. Diese Gleitsysteme wurden auch von Zaefferer im Rahmen seiner Doktorarbeit beobachtet. Eine einfache Berechnung der Schmidfaktoren ergibt das gleiche Ergebnis.

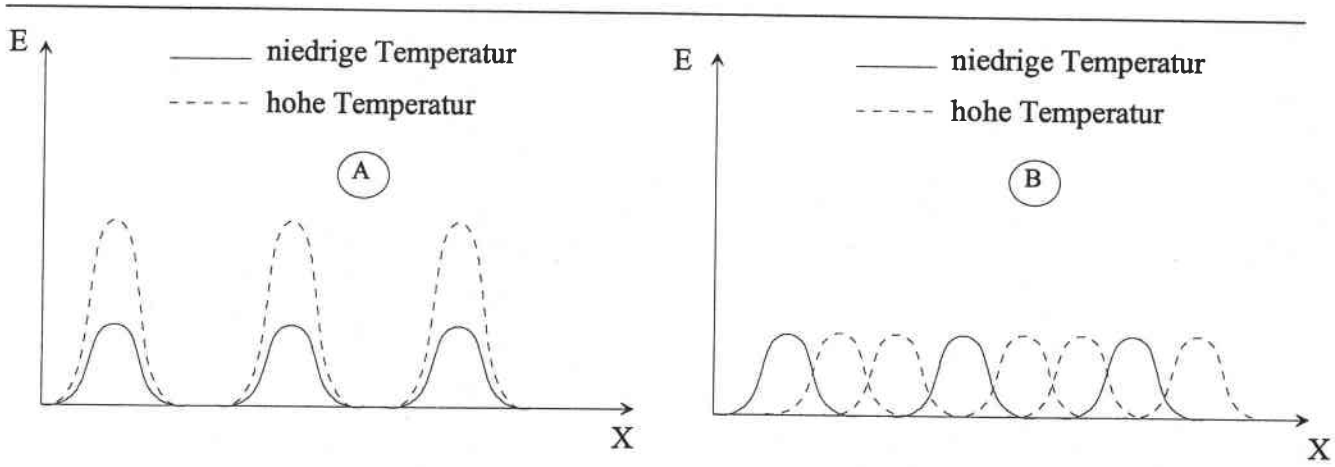


Abbildung 10-1 a) Zunahme des Hinderniswiderstands mit der Temperatur. b) Zunahme der Häufigkeit der Hindernisse mit der Temperatur

Bei 350°C beobachtet man eine Änderung des Gleitsystems in den Proben in WR und 45°/WR, was die Änderung des makroskopischen Verhaltens erklärt.
Es gilt jetzt zu verstehen, warum es zu dieser Änderung des Gleitsystems kommt.

10.3 Annahmen über das athermische Plateau der Streckgrenze

Unsere Hypothesen lassen sich in zwei Familien einteilen : entweder die Zahl der Hindernisse nimmt zu, oder der Widerstand, den sie den Versetzungen entgegenstellen.
Wenn dieses athermische Plateau auf eine Zunahme mit der Temperatur der Zahl der Hindernisse zurückzuführen ist, kommt es zu einer Erhöhung der Dichte von Hindernissen, die die Autoren als entweder unüberwindbar oder zumindest schwer passierbar betrachten. Dies führt zu einer Akkumulation von Versetzungen vor den Hindernissen und somit zu einer Zunahme der globalen Versetzungsdichte.

Wenn das athermische Plateau an einer Zunahme mit der Temperatur des Hinderniswiderstands liegt, wird das Überwinden der Hindernisse zunehmend schwieriger, bleibt jedoch immer möglich. In diesem Fall kann man erwarten, daß es zu keiner Steigerung der globalen Versetzungsdichte kommt.

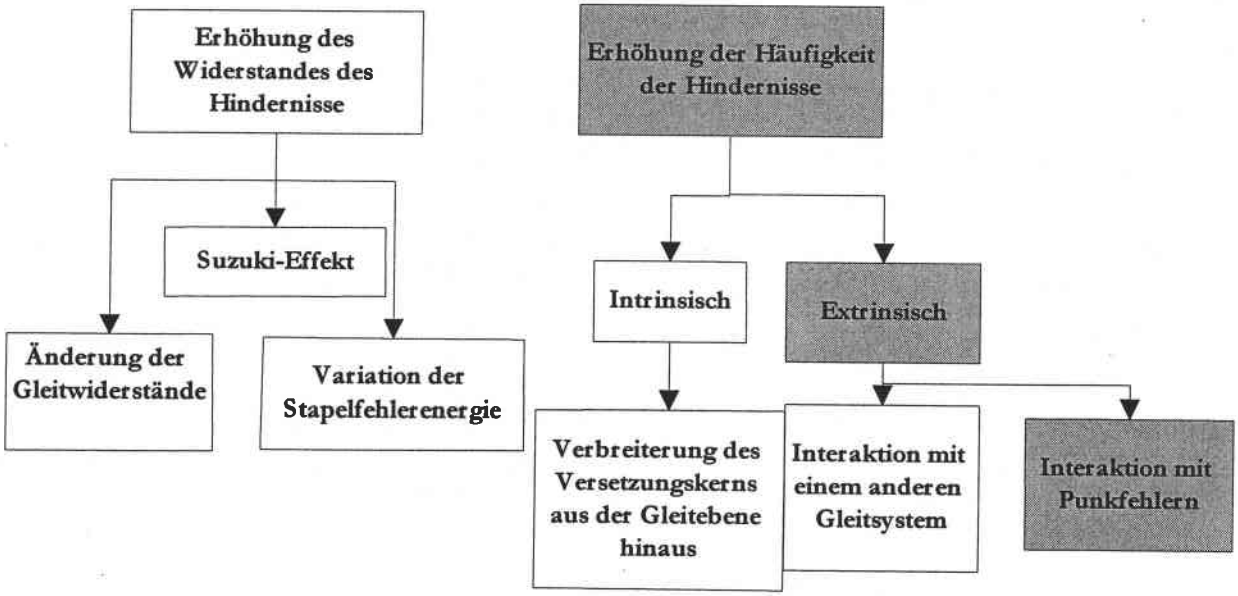


Abbildung 10-1 : Annahmen über das athermische Plateau der Streckgrenze

10.3.1 Fall I: Zunahme des Hinderniswiderstands

Einige Autoren haben die athermische Anomalie in den Gleitsystemen der hexagonalen Metalle aufgezeigt. Regnier hat als Erster die bemerkenswerte Anomalie der Streckegrenze auf den Prismenebenen des Berylliums festgestellt. Die elektronenmikroskopische Untersuchungen zeigten eine Veränderung der Gleitlinien bei verschiedenen Temperaturen. In Magnesium wies die Arbeit von Stohr *et al.* die Zunahme der Streckegrenze auf den Prismenebene bei niedrigen Temperatur (zwischen 4 und 77 K) nach.
Diese Autoren haben vorgeschlagen, daß diese Anomalie an der Zunahme der Kraft der Hindernisse mit der Temperatur liegt. Die möglichen Ursachen dieser Zunahme sind :

- Effekt Suzuki (Segregation gelöster Fremdatome in die Stapelfehlerebene),
- Änderung des Gitterwiderstands,
- Änderung der Stapelfehlerenergie; dieses Phänomen ist das einzige, das eine Veränderung der Aufspaltungsbreite von Versetzungen in reinen Metallen erklären kann.

10.3.1.1 Gitterwiderstandsänderungen.

Levine sowie Sastry und Vasu schlagen einen Peierls-Mechanismus vor [Levine 66, Sastry 72]. Bei niedrigen Temperaturen werden Versetzungen am Grund der Peierlstäler aufgrund des Gitterwiderstandes stabilisiert. Ihre Fortbewegung erfordert die Überwindung der Potentialberge durch Ausbildung und Bewegung eines „Dipols". Allerdings ist die Bildungsenergie eines solchen Dipols niedriger als die für α-Titan gemessen Aktivierungsenergie.

10.3.1.2 Der Suzuki Effekt

Der Suzuki Effekt (Segregation gelöster Fremdatome in die Stapelfehlerebene) ist ein Effekt, der nur in sehr stark legierten Metallen und bei hohen Temperaturen auftreten kann, da er Diffusionsprozesse benötigt. Dieser Effekt dürfte zwischen 300 und 500°C keine nennenswerte Rolle spielen.

10.3.1.3 Einfluß der Temperatur auf die Stapelfehlerenergie

Die Breite des Stapelfehlers ist umgekehrt proportional zur Stapelfehlerenergie (γ_{SFE}). Dann deutet eine Zunahme der Breite des Stapelfehlers mit der Temperatur auf eine Verringerung seiner Energie hin. Bei einer Temperaturerhöhung, nimmt die Stapelfehlerenergie der kubisch Metalle zu und verringert sich in hexagonalen Metallen [Ericsson 66].

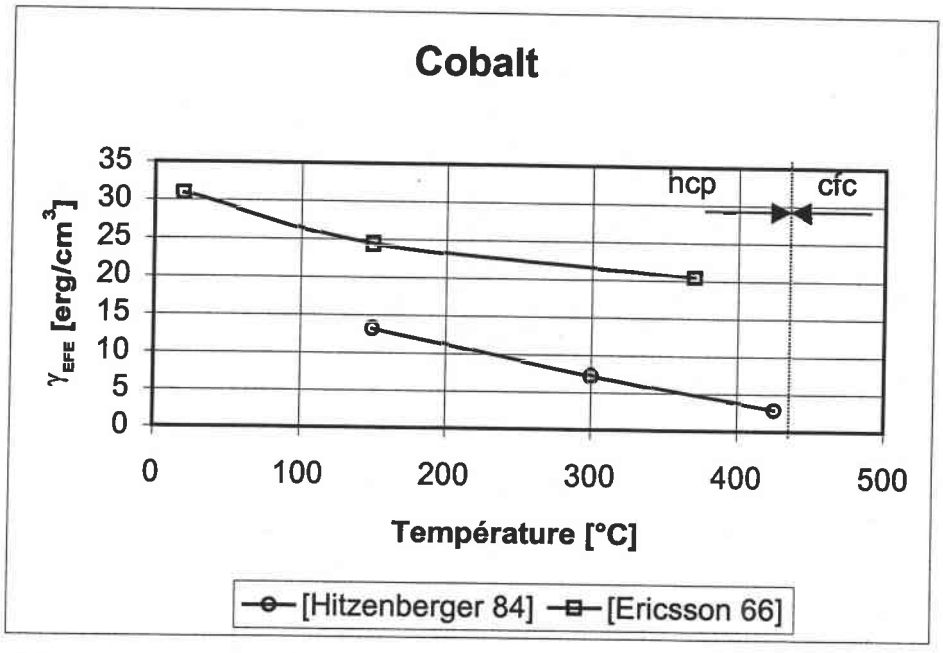


Abbildung 10-1 Einfluß der Temperatur auf die Stapelfehlerenergie für Kobalt

Hitzenberger *et al.* zeigten in ihren Experimenten mit Kobalt [Hitzenberger 84], daß die Stapelfehlerenergie in der Nähe der (hdp → kfz)-Umwandlungstemperatur sehr gering (nahezu null) ist. Andere Autoren schlagen vor, daß die Phaseumwandlung in Kobalt eine Konsequenz der Abnahme von γ_{SFE} auf nahezu null ist [Couret 89].

10.3.2 Fall II: Zunahme der Häufigkeit der Hindernisse

Es gibt zwei große Familien von Hindernissen: intrinsische und extrinsische.

- Die intrinsischen Hindernisse basieren hauptsächlich auf Modellen der Ausdehnung des Kerns der Versetzungen heraus aus ihrer Gleitebene [Flinn, Poirier, Stohr, Kear, Takeuchi].
- Die extrinsischen Hindernisse resultieren entweder aus der Interaktion mit einem anderen Gleitssystem [Beuers] oder mit Punktdefekten wie Mischkristallatomen [Welsch].

10.3.2.1 Ausdehnung des Versetzungskerns

Vitek schlug 1976 [Vitek 76] eine Erklärung für die Asymmetrie des Gleitens und den Verhaltensunterschied zwischen Schrauben- und Stufenversetzungen in den kubisch raumzentriert Metallen vor. Seine Erklärung, die auf einer numerischen Simulation des Kernstruktur der $\frac{1}{2}\langle 111\rangle$-Schraubenversetzungen basiert, stellt die nicht-planare Ausdehnung des Kerns und seine Unsymmetrie fest.
Von diesem brillanten Beweis für krz-Metalle ausgehend, versuchten einige Autoren [Naka 88 und 83, Sob 75], die Verhaltensdifferenz zwischen Schrauben- und Stufenversetzungen und den Einfluß des Sauerstoffs in hdp-Metallen zu erklären. Die Versetzungen bewegen sich durch einen thermisch aktivierten Verformungsmechanismus fort (Abbildung 10-1). Es ist notwendig, den Kern über einer kritischen Länge zu rekombinieren und das Segment bis zu einer Position der Instabilität zu krümmen. Der „Dipol" bewegt sich in einer irreversiblen Weise, da sich der Kern in der nächsten kristallographischen Ebene wieder aufspaltet. Die Verfestigung durch die Verunreinigungen wird dann wie eine chemische Bindungskraft gedeutet: Die Struktur des Versetzungskerns wird durch die Verunreinigungen verändert.

10.3.2.2 Interaktion mit einem anderen Gleitsystem.

Beuers *et al.* [Beuers 85] haben im TEM einen Beryllium-Einkristall bei 170 und 300 K verformt. Bei 170 K haben sie beobachtet, daß die Gleitlinien gerade sind und daß die Versetzungen in den

Prismenebenen gleiten. Bei Raumtemperatur beobachteten sie dagegen, daß die Versetzungen häufig von der Basisebene in Prismenebenen und umgekehrt quergleiten. Die thermisch aktivierte Bewegung der „Überbleibsel" des Quergleitens muß in der Erklärung der Anomalie der Streckgrenze berücksichtigt werden.

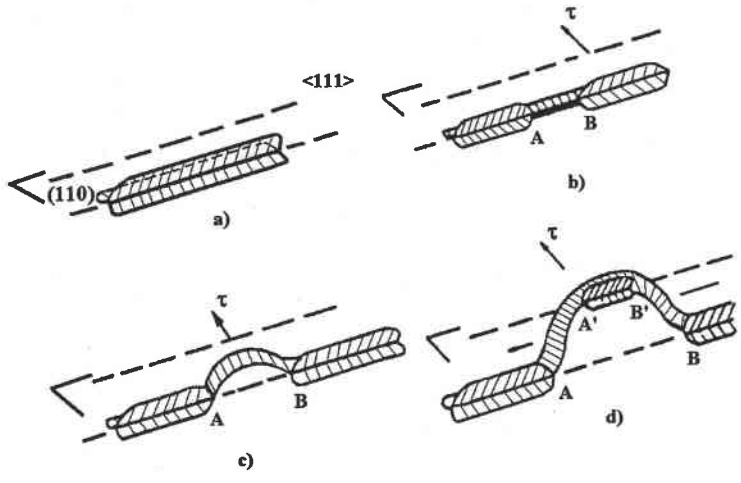


Abbildung 10-1 Durchgang einer Schraubenversetzung durch eine Peierlstal

10.3.2.3 Verunreinigungsgesteuerte Mechanismen.

Indem sie den Einfluß der interstitiellen Verunreinigungen auf die CRSS, das Aktivierungsvolumen und die Aktivierungsenergie berücksichtigten, wählten einige Autoren [Tunaka 72 und Akthar 75] einen Mechanismus, der durch die Verunreinigungen gesteuert wird. Die Bewegung von Versetzungen ist dann durch das Überwinden der interstitiellen Hindernisse thermisch gesteuert. Die Zunahme der Häufigkeit der Hindernisse besteht dann in einer Zunahme der Interaktionen zwischen den gleitenden Versetzungen und den Mischkristallatomen, die mit steigender Temperatur immer schneller diffundieren. Man denkt insbesondere an die interstitiellen Verunreinigungsatome wie Sauerstoff, Stickstoff und Kohlenstoff. Sauerstoff bewirkt eine bedeutende Festigkeitssteigerung in den Umwandlungsmetallen, besonders in den Titanlegierungen wegen seiner sehr großen Affinität zu ihnen.
Churchman präsentierte in einer Untersuchung über die Verformungsmechanismen in α–Titan ein Modell harter Kugeln, das den Effekt interstitieller Verunreinigungen auf das Gleiten erklärt. Das Modell sagt voraus, daß die Sauerstoff- oder Stickstoffatome in Oktaederlücken die <**a**>-Versetzungen in der Basisebene und den Prismenebenen stärker behindern als in den Pyramidenebenen. In Abbildung 10-1 kann man die möglichen Gleitsysteme von $\frac{1}{3}[\bar{1}2\bar{1}0]$-Versetzungen , sowie die Positionen der interstitiellen Atomen in bezug auf diese Ebenen sehen. In Abbildung 10-2 kann man sehen, daß die interstitiellen Atome weder mit der (0001)-Basisebene noch mit den $\{10\bar{1}0\}$-Prismenebenen koplanar sind, aber dennoch die <**a**>-Versetzungsbewegung behindern. Sie sind koplanar mit einer der zwei möglichen Pyramidenebenen für diesen Typ von Versetzung; d.h. die Atome in $\left[\frac{1}{3},\frac{2}{3},\frac{1}{4}\right]$ sind koplanar mit der $(\bar{1}011)$-Ebene aber nicht mit der $(10\bar{1}1)$-Ebene, und diejenigen in $\left[\frac{1}{3},\frac{2}{3},\frac{3}{4}\right]$ sind koplanar mit der $(10\bar{1}1)$-Ebene aber nicht mit $(\bar{1}011)$ (siehe Abbildung 10-1). Für eine zufällige Atomverteilung sagt Churchmans Modell voraus,

daß die interstitiellen Atome in jeder der beiden Oktaederlücken die Versetzungsbewegung in der Basisebene und den Pyramidenebenen, aber nur einer der beiden Pyramidenebenen behindern.

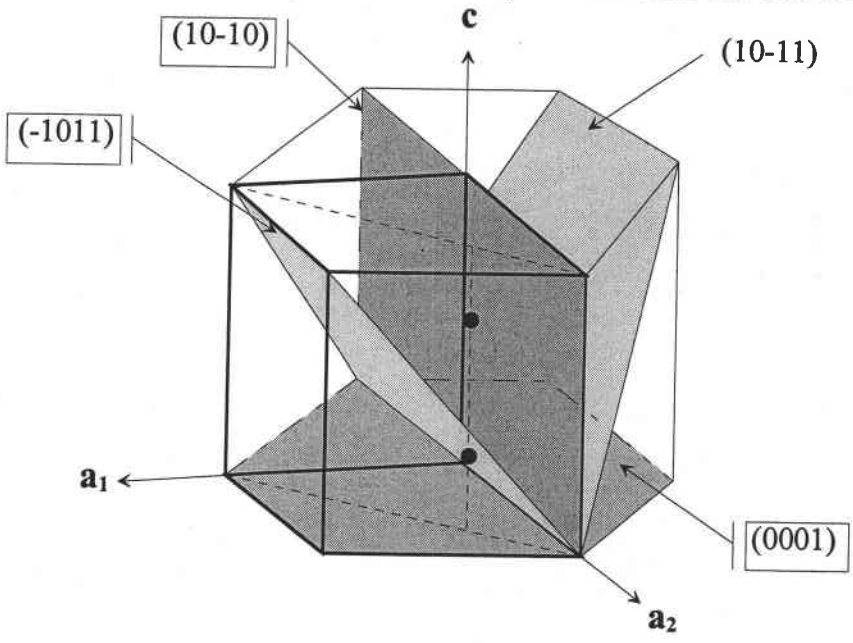


*Abbildung 10-1 die möglichen Gleitsysteme von <**a**>-Versetzung und die Positionen der interstiellen Atomen*

Der durchschnittliche frei Länge einer Versetzung ist folglich in der $(\bar{1}011)$-Ebene größer als in den (0001)- oder $(10\bar{1}0)$-Ebenen. Churchman schlug vor, daß die kritischen Schubspannungen der verschiedenen Gleitsystemen mit dem Gehalt an interstitiellen Verunreinigungen erklärt werden könnten.

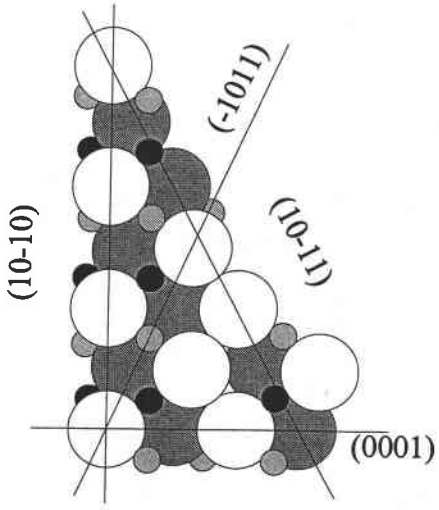


*Abbildung 10-2 Mittels eines Modells Harter Kugeln hat Churchman die Interaktion zwischen <**a**>-Versetzungen und die Punktfehlern erklärt*

In einer Untersuchung der Legierung TiAl6V4, beobachtete Medina Perilla (95) eine große Streuung der Messungen des Lankford-Koeffizienten r(α) zwischen 350 und 500°C. Zusätzlich hat er die Verfestigungskoeffizienten n gemessen, die sich für 0° und 45° erhöhen, aber für 90° verringern. Diese Messungen bestätigen ein Plateau zwischen 350°C und 500°C:
Es gibt ein Verfestigung der Gleitsysteme in den verformten Proben mit 0°/WR-Orientierung (in denen P<**a**> bei 25°C das Hauptgleitsystem ist) und 45°/WR-Orientierung (Hauptgleitsystem B<**a**> bei 25°C).

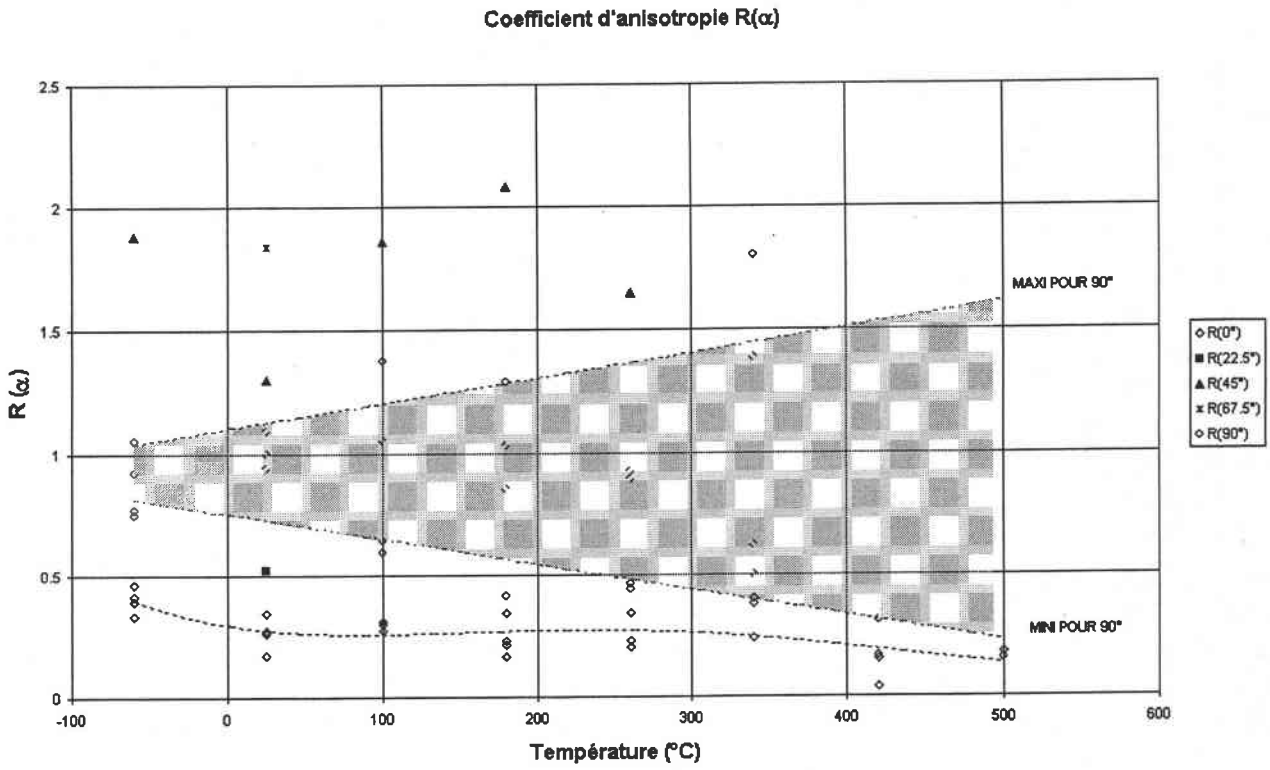


Abbildung 10-3 Einfluß der Temperatur auf die Lankford-Koeffizient R(α) [Medina 96].

Der Koeffizient r(α) in den verformten Proben mit 90°/WR-Orientierung (das Hauptgleitsystem ist Π_1 <**c+a**>) verändert sich deutlich, was eine starke Aktivität der 12 Pyramidenebenen beweist.

11 ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK.

Das Ziel dieser Arbeit war es, die Rolle der Temperatur auf die Aktivierung der Verformungsmechanismen in einer kommerziellen Titanlegierung TiAl6V4, die Verunreinigungen wie Sauerstoff, Kohlenstoff usw. enthält.
Die Verformungsmechanismen wurden im Temperaturbereich von 25 bis 800°C studiert. Die makroskopischen Kurven, z.B. der Streckegrenze, zeigen drei ziemlich eindeutige Bereiche, in denen die Mechanismen nicht dieselben sind:

- ein Bereich zwischen 25°C und 350°C,
- ein Bereich zwischen 350°C und 500°C,
- schließlich ein Bereich zwischen 500°C und 800°C.

Diese drei Bereiche entsprechen der Aktivierung unterschiedlicher Verformungssysteme.
In Bereich 1 ist das Hauptgleitsystem <**a**>-Versetzungen in Prismenebenen, die Nebengleitsysteme <**a**>-Versetzungen in der Basis- und den Pyramidenebenen.
In Bereich 2 beobachtet man eine Verfestigung der Gleitsysteme mit einem <**a**>-Burgersvektor. Diese Verfestigung bestimmter Verformungsmechanismen, die in dem Zwischengebiet (350°C - 500°C) auftritt, scheint auf die interstitiellen Verunreinigungen zurückzuführen zu sein, besonders auf Sauerstoff, der bei diesen Temperaturen diffundiert. Er behindert die <**a**>-Versetzungsbewegung besonders in den B-und P-Ebenen.
In Bereich 3 beobachteten wir Prismengleiten. Die Versetzungen sind hauptsächlich vom <**a**>-Typ. Die Versetzungen sind entweder in den Polygonationszellen oder in den Gleitbändern angeordnet. Es wäre interessant, diese Arbeit durch Zugversuche im TEM und Simulationen der Entwicklung der Kernstruktur von Versetzungen mit der Temperatur zu ergänzen, um die Verfestigung der verschiedenen aktivierten Gleitsysteme zu analysieren, und damit das Verständnis des Einflusses der Verunreinigungen, die eine Hauptrolle in der Aktivierung der Verformungsmechanismen spielen, zu verbessern. Es ist schwierig, genaue Daten bezüglich der Rolle der Verunreinigungen zu erhalten, besonders da sie in so geringen Mengen im TiAl6V4 enthalten sind. Indirekte Messungen sollten es ermöglichen, sich eine Vorstellung von ihrer Rolle zu machen.

12 Articles écrits durant la thèse

LECOMTE J.S., PHILIPPE M.J., KLIMANEK, Plastic deformation of a Ti-6%Al-4%V alloy with a strong transverse-type crystyallographic α-texture at elevated temperatures, *Mat. Scien. and Engineering.*, **A 234 - 236, (1997),** 869 - 872

LECOMTE J.S., PHILIPPE M.J., KLIMANEK, Mécanismes de déformation et propriétés mécaniques de l'alliage de titane Ti-6Al-4V dans la gamme de température 25-800°C, Revue de Métallurgie, n° 2, 1999, pp. 201-208

LECOMTE J.S., Plastic deformation of a Ti-6%Al-4%V at elevated temperature, Proceeding ICOTOM 13 MONTREAL CANADA Août 1999

13 Bibliographie

ABE T., Finite element modelling of Taylor Slip in FCC polycrystals, *6th World Conference on Titanium,* **Cannes,** pp.1489-1494, 1988

AERNOUD E., Deformation and texture of Metals at large strain, *Mat. Scien. and Techn.,* **6,** pp.37-49, 0

AHMED J., Characterizing Dislocation Structures in Bulk Fatigued Copper Single Crystals using Electron Channelling Contrast Imaging (ECCI), *Phil. Mag.,* **76,** pp.73-84, 1997

AKHTAR A., Prismatic Slip in a-Titanium Single Crystals, *Met. Trans. A,* **6,** pp.235-244, 1975

AKHTAR A., Basal slip and twinning in α-titanium single crystals, *Met. Trans. A,* **6A,** pp.23-35, 1975

AKHTAR A., Compression of Zirconium Single Crystals parrallel to the c-axis, *J. Nucl. Mat.,* **47,** pp.1935-1947, 1973

ANAND L., Some experimental observations on localized shear band in plane strain, *Scripta metall.,* **18,** pp.51-?, 1984

ANDRES C., Correlation between Microstructure and Creep Behavior of The High-Temperature Ti-Alloy IMI 834, *Titanium'92,* , , 1992

ANKEM, a rationalization of stress-strain behaviour of two-ductile phase alloys, *Met. Trans. A,* **17,** pp. 2209-2226, 1986

ASARO R.J., Flow localization in strain hardering crystalline solids, *Scripta metall.,* **18,** pp.31-?, 1984

AVENAS P., Les méthodes extrémales. Application au filage à chaud., *Ecole d'été de Métallurgie,* , pp.1409-1420, 1975

BACON D. J., Computer simulation of Dislocations cores of hcp metals, *Phil. Mag.,* **53,** , 1986

BOWEN A. W., , *Scripta metall.,* **11,** pp. 17-27, 1977

BOWEN A. W., Relative orientation of a α-phase in (α+β) and β heat treated Ti-6Al-4V, *Proceeding de la 5ème conférence mondiale sur le titane,* **II** , pp. 1737 - 1744, 1984

BÜHLER H., Umformeigensschaften von Titan und Titanlegierung (I), *Bänder Bleche Rohre,* **6 n°11,** pp.561-582, 1965

BÜHLER H., Umformeigensschaften von Titan und Titanlegierung (II), *Bänder Bleche Rohre,* **6 n°12,** pp.171-184, 1965

BUNGE H.J., Textures in Multiphase Alloys, *Z. Metallkde,* **76,** pp.883-900, 1985

BUNGE H.J., Textur und Anisotropie, *z.Metllke,* , pp.2839-2874, 1979

BUNGE H.J., Orientation Correlation in Grain and Phase Boundaries, *Textures and Microstructures,* , pp.79-93, 1988

BURTON B., The dislocations network theory of Creep, *Phil. Mag.,* **45,** pp.987-1000, 1982

CHAMPIN B., Les traitements thermomécaniques des alliages de Titane pour l'aéronautique, *24ème Colloque de Métallurgie de Saclay (INSTN),* , pp.192-197, 1981

COMBRES Y., La transformation des alliages de titane, *Mat. et Techn.,* , pp.1-, 1991

CONRAD H., Effect of intertitial solutes on the strength and ductility of titanium, *Progress in Material Science,* **26,** pp. 123 - 403, 1981

DAVIES G.J., Crystalline Orientation Distribution Function Analysis of Texture Development in Titanium, *Proc. 5th Inter. Conf. Textures of Matrials,* , pp. 245-251, 1978

DE GELAS B., Etude des traitements mécaniques de l'alliage TA6V, *Rev. Met.,* , pp.1537-1542, 1974

DONACHIE M.J., A technical Guide, *ASM International,* , pp.1329-1335, 1988

DONER M., Deformation mechanisms in commercial Ti-50A at intermediate and high temperatures, *Met. Trans.* , **1973,** pp.525-, 1973

ESHELBY J.D., Anisotropy elasticity with applications to dislacations theory, *Acta Met.,* **1,** pp.443-448, 1953

FLEISCHER R.L., Stacking fault of hcp metals, *Scripta metall.,* **20,** pp.A482, 1986

FOPIANO P.J., Phase transformations and strengthening mechanisms in the alloy Ti-6Al-4V, *Trans of ASM,* **62,** pp. 324-332, 1969

FOREMAN A.J.E., Dislocation energies in anisotropic crystals, *Acta Met.,* **3,** pp.551-554, 1955

FUNDENBERGER J.J. , Mechanical twinning a high temperature in some hexagonal alloys, *Scripta metall.,* **24,**1990

GEY N., Modelling of transformation texture of a TA6V sheets after rolling in a b field, *Mat. Scien. and Engineering,* **A230,** pp. 68-74, 1997

GHOSH A.K., Tensile Instability and Necking in Materials with Strain Hardening and Strain-Rate Hardening, *Acta Met.,* pp.951-968, 1977

GREBE H.A., Adiabatic Shear Localization in Titanium and TA6V Alloy, *Met. Trans. A,* **16,** pp.553, 1985

HERTEL J., Ein Model der dynamischer Erholung bei Warmumformung, *Z. Metallkde,* **71,** pp.411, 1980

HIRABAYASHI M., , *Proc. Of Inter. Symp. On Order-Disorder Transformation in Alloys,* **Springer-Verlag (Berlin),** , 1974

HIRTH J.P. et LOTHE J., Theorie of Dislocations, *Ed. Mc Graw Hill Compagny,* ,1968

HUMBERT M., , *ICOTOM 9,* , , 1990

HUTCHINSON W. B., The influence of texture on the fracture thoughness of titanium TA6V

IMAM M.A., Fatigue and microstructural properties of quenched TA6V, *Met. Trans. A,* **14A,** pp. 233-240, 1983

INAGAKI H., , *z.Metllke,* **H4,** pp. 433-445, 1990

INOUE, Deformation and recrystallization textures in cold rolled titanium, *Proc. 8th Inter. Conf. Textures of Materials,* , pp. 997-1004, 1988

JONAS J.J., Anneal Hardening and flow softening in beta-zirconium-niobium alloys, *Met. Trans.,* **10A,** pp.1783-1806, 1979

JONES L.P., Stress. state dependence of slip in Titanium -6Al- 4V and other hcp metals, *Acta. Met.,* **29,** pp.2091, 1981

KAHVECI A.I., Effects of Oxygen on Phase Composition and Strength of TA6V, *6th World Conference on Titanium, Cannes, SFM,* , pp.341-365, 1988

KELLY A., Crystallography and crystal defects, *Ed. Longman,* **Bristol (GB),** 428 p., 1973

KELLY P.M., Strain-ageing in Zirconim-Oxygen alloys, *J. Nucl. Mat.,* **46,** pp.2883-2904, 1973

KUBIN L.P., Etude des mécanismes de déformation plastique de monocristaux de niobium entre 2.17 K et 300 K, *Thèse de l'Université de Paris-Sud,* , , 1971

LARSON F.R., , *Trans. ASM,* **57,** pp.620-637, 1978

LASALMONIE A., The age hardening effect in TA6V due to w and a precipitation in the b grains, *J. of Materials science,* **14,** pp.2589-2595, 1979

LASALMONIE A., The age hardening effect in Ti-6Al-4V due to omega and alpha precipitation in the beta phase, *J. Mat. Science,* **14,** pp.130, 1979

LEE C.S., A dislocation avalanche theory of shear banding, *Acta Met.,* **42,** pp.1105, 1994

LEE D., The Knoop-Hardness Yield Loci for Two Titanium Alloys, *trans. AIME,* **239,** , 1967

LEE D., Yielding and Plastic Deformation in Textured Sheet of Titanium and Its Alloys, *trans. AIME,* **236,** pp.1319-1324, 1966

LEE W.B., A criterion for the prediction of shear band angles in FCC metals, *Acta Metall. mater.,* , pp.1631-1633, 1991

LEGRAND B., Influence de la structure électronique et la facilité relative des glissements dans les métaux de structure hexagonale compacte, *Thèse de l'Université de Pierre et Marie Curie Paris 6,* , , 1984

LEGRAND B., Relations entre la structure électronique et la facilité de glissement dans les métaux hexagonaux compacts, *Phil. Mag. B,* **49, N°2,** pp.2809, 1984

LEVINE E.D., Deformation Mechanisms in Titanium at low temperatures, *trans. AIME,* **236,** pp.253-261, 1966

LOUBRADOU M. , Etude de l'influence des traitements de revenus sur la structure et sur les propriétés mécaniques de l'alliage TA6V, *Thèse de l'Université de Pierre et Marie Curie Paris 6,* , , 1979

LÜTJERING G., Directional properties of materials, *DGM,* , pp. 177-188, 1988

MALCOR J. G., Loi de comportement de l'alliage de titane Ti-6%Al-4%V dans le domaine du forgeage à chaud, *Mem. Scient. Rev. Met.,* , , 1983

MALCOR J. G., Evolution structurale de l'alliage de Ti-6%Al-4%V au cours d'une déformation dans le domaine du forgeage à chaud, *Mem. Scient. Rev. Met.,* , pp.2051-2060, 1984

ME-BAR Y., On the adiabatic shear of TA6V ballistic targets, *Metals Sci.,* **58,** , 1983

MEDINA PERILLA J.A., Two-Dimensional Sections of the Yield Locus of a TA6V alloy with a strong Transverse-Type Crystallographic a a-texture, *Mat. Sci. Eng.,* **A201,** , 1995

MELTON K.N., Textures in Superplastic Zn-40 wt% Al, *Acta Met.,* **22,** , 1974

MEYERS M.A., Observation of an adiabatic shear band in Titanium by high-voltage transmission electron microscopy, *Acta metall.,* **34 n°9,** , 1986

MINONISHI Y.N., {1122}<1123> Slip in Titanium, *Scripta metall.,* **16,** , 1982

MINONISHI Y.N., The Core Structure of a 1/3<1123>{1122} edge Dislocation under applied Shear Stresses in a hcp Model Crystal, *Phil. Mag.,* , , 1982

MINONISHI Y.N., Motion of a 1/3<1123> screw Dislocation in a Model hcp Lattice, *Phil. Mag.,* **46,** , 1982

MORII K., Texture Formation in Two Phase TA6V Alloys, *ICOTOM 8,* , , 1988

MOSKALENKO V.A., Dispersed Barrier Hardening and Thermally Activated Deformation in a-Ti, *Met. Sci. Eng.,* **16,** , 1974

NABARRO F.R.N., Theroy of crystal Dislocations, *Oxford* , , 820 p., 1967

NAKA S., Etude des mécanismes de déformation plastique à basse température de monocristaux de titane a, *Thèse de l'Université de Paris-Sud,* , , 1983

NAKA S., The plasticity of titanium at low and mediun temperatures, *Phil. Mag. A,* **63, N°5,** , 1991

NAKA S., Prismatic Slip in the Plastic Deformation of a-Ti Single Crystals below 700 K, *Mat. Sci. Eng.,* **56,** , 1982

NAKA S., The low Temperature Plastic Deformation of a-Ti and the Core Structure of a <a>-Type Screw Dislocations, *Phil. Mag. A,* **57 N°5,** , 1988

NIIMONI M., The Effect of deformation induced transformation on the fracture toughness of commercial titanium alloy, *Met. Trans. A,* **21A,** pp.1733-1744, 1990

NUMAKURA H., Atomistic study of 1/3<1123>{1011} dislocations in hcp crystals, *Phil. Mag.,* **62,** , 1990

NUMAKURA H., <1123>{1011} slip in zirconium, *Phil. Mag.,* **63,** , 1991

NUMAKURA H., <1123>{1011} Slip in Titanium Polycrystals at room Temperature, *Scripta metall.,* **20,** , 1986

NUMAKURA H., Effects of Elastic Anisotropy on the Properties of c+a Dislocations in hcp Metals, *Met. Trans,* **33,** , 1992

ONYEWUENYI J.D., Microstructural aspects of flow localization and plastic instability, *Scripta metall.,* **18,** pp.717-740, 1984

PARTRIDGE P. G., The cristallography and deformation modes of hexagonal close-packed metals, *Met. Rev.,* **12, (118),** pp.761-770, 1968

PATON N. E., Plastic deformation of titanium at elevated temperatures, *Met. Trans.,* **1,** pp.574-577, 1970

PHILIPPE M. J., Mécanisme de la déformation du Ti et Zr polycristallins, *Mem. Scient. Rev. Met.,* , pp.1679-1682, 1983

PHILIPPE M.J., Textures, Deformation Mechanisms and Mechanical Properties of Hexagonal Materials, *ICOTOM 8,* , pp.525-543; 545-556, 1988

PHILIPPE M.J., Deformation mechanisms and mechanical properties in a, a-b, b Titanium Alloys : A review, -, , pp.1077-1084, 0

PHILIPPE M.J., Textures and Anisotropy of Titanium Alloys, *Mat Sci. Forum,* **273-275,** pp.1059-1075, 1998

PHILIPPE M.J., Role of Twinnig in Texture Development and in Plastic Deformation of hexagonal materials, *texture and Microsstructures,* , pp.665-671, 1988

PHILIPPE M.J., Modelling of texture evolution for materials of hexagonal symetrie, *Acta Metall. Mater.,* **42 n°1,** pp.607-614, 1994

PHILIPPE M.J., Modelling of texture evolution during thermomechanical treatments of Zinc Alloys : Application to Texture Tayloring and Properties Optimization, *13th RISO,* , pp.181-204, 1992

PHILIPPE M.J., Evolution de la texture du titane et du Zirconium au cours de la déformation et influence de cette évolution sur l'aptitude au formage, *Mem. Sci. Rev. Met.,* , pp.165-170, 1984

PHILIPPE M.J., Texture Formation en hexagonal Materials, *?,* , pp.265-283,

RATH B. B., Recrystallization and grain growth in metastable b III titanium alloy, *Met. Trans. A,* **10A,** pp.163-179, 1979

REGNIER P., Prismatic Slip and the relative Ease of Glide, *Phys. Stat. Sol.,* **39,** pp.877-887, 1979

ROGERS H.R., Adiabatic plastic deformation, *Ann. Rev. Mater. Sci.,* **9,** pp.425-431, 1979

ROY R. B., Application of anisotropic elasticity theory to the choice of primary slip systems in HCP metals crystals, *Phil. Mag. A,* , pp.479-487, 1967

SAKAI T., Dynamic recristallization : Mechanical and microstructural consideration, *Acta Metall.,* **32 N°2,** pp.2201-2208, 1984

SARGENT P.M., Deformation maps for Titanium and Zirconium, *Scripta metall.,* **16,** pp.889-899, 1982

SCHWARZER R.A., An inexpensive CCD Camera System for recording and on-line Interpretation of TEM Kikuchi Pattern, *Mat. Sci. Forum,* , pp.863-874, 1994

SEVERAC C., Comportement mécanique en traction et en fluage du T40 entre 25°C et 600°C, *J. of the Less-common.,* **56,** pp.3865-3880, 1977

SINGH A.K., Structure of martensite in titanium alloy Ti-6Al-1.6Zr-3.3Mo-0.3Si, *J. of mat. Sci. Letters,* **12,** pp.697-699, 1993

STAKER M.R., The relation between adiabatic shear instability strain and material properties, *Acta metall.,* **29,** pp.1581-1586, 1980

TANAKA T., Controlled rolling of steel plate and strip, *Int. Metals Reviews,* **n°4,** pp.815-824, 1981

TAYLOR G. I., Plastic strain in metal, *J. Inst. Met.,* **62,** pp.K133, 1938

TENCKHOFF E., Verformungsmechanismen Textur und Anisotropie in Zirkonium und Zirkaloy, *Materialkundlich Technische Reihe,* **5,** , 1980

TENCKHOFF E., Operation of dislocation with <c+a> type Burgers vector during the deformation of Zirconium single crystal, *Z. Metallkde,* **63,** pp.27-47, 1972

TEUTONICO L.J., Moving Edge Dislocations in Cubic and Hexagonal Materials, *Phys. rev.,* **125,** pp.837-842, 1962

TEUTONICO L.J., The Dilatational Fields of Dislocations in Hexagonal Crystals, , , pp.980-987,

TEUTONICO L.J., Elastic Properties of Dislocations in Titanium, , , pp.1341-1348,

TEUTONICO L.J., Dislocations in Hexagonal Crystals, *Mat. Sci. Eng;,* **6,** pp.487-494, 1970

TEUTONICO L.J., The Stability of <c+a> Disloactions in Hexagonal Crystals, *Titanium Science and Technology,* , pp.394-398, 1973

THORNBURG D.R. et PIEHLER H.R., Titanium Science and Technology, *Ed. Jaffe R.I et Burte A.M.,* , pp. 1187, 1973

TIMOTHY S.P., The structure of adiabatic shear bands in metals : a critical review, *Acta metall.,* **33 n°4,** , 1996

TOME C., Simulation of texture development in hexagonal materials using a self-consistent approach, *ICOTOM 8,* , pp.1009-1019, 1988

TYSON W., Basal and Prismatic Slip in hcp Crystals, *Acta Met.,* **15,** pp.979-983, 1967

TYSON W., Interstitial Strengthening Of Titanium Alloys, *The Science, Technology and Application of Titanium,* **Pergamon Press(New-York),** pp.K17, 1970

VITEK V., Core Structure of 1/3<1120> screw dislocations on basal and prismatic planes in hcp metals an atomistic study, *Phil. Mag.,* **63,** pp.1130-1137, 1991

VITEK V., Theory of the core structure of dislocations in body-centred-cubic metals, *Crystal Lattice Defects,* **5,** pp. 1-34, 1974

WEERTMAN J. et WEERTMAN J.R., Elementary Dislocation Theory, *Oxford University Press,* , , 1992

WEISS I., Modification of alpha morphology in Ti-6Al-4V by thermomecanical processing, *Met. Trans. A,* **17 A,** pp.339-343, 1986

WELSCH G., Deformation charateristics of age hardened TA6V, *Met. Trans. A,* **8A,** pp. 169-177, 1977

WELSCH G., Deformation Modes of the a-Phase of TA6V as a function of oxygen Concentration and aging Temperature, *Met. Trans. A,* , pp.1274-1279, 1982

WILLIAMS D.N., Fragilisation par l'hydrogène des alliages de titanes, *J. Inst. Metals,* , pp.1049-1069, 1962

WILLIAMS D.B. et CARTER C.B., Transmission Electron Microscopy - A Textbook for Materials Science -, *Plenum Press,* , , 1996

WILLIAMS J.C., The w phase as an example of an unusual shear transformation, *Met. Trans. A,* **4,** pp. 2701-2708, 1977

WILLIAMS J.C., The influence of oxygen concentration on the internal stress and dislocation arrangements in a titanium, *Met. Trans. A,* **3,** pp. 2979-2984, 1972

YOO M. H., Slip twinning and fracture in hexagonal-close-packed metals, *Met. Trans. A,* **19A,** pp.1558-1564, 1981

YOO M. H., Deformation twinning in hcp metals and alloys, *Phil. Mag. A,* **93, N°5,** pp.36012, 1991

YOO M.H., Displacement Fields of Straight Dislocations in Anisotropic Crystals, *J. Appl. Phys.,* **43,** pp.216-226, 1972

YOO M.H., Slip Modes Of Hexagonal-Close Packed Metals, *J. Appl. Phys.,* **38,** pp.1833-1840, 1967

YOO M.H., <c+a> Dislocation Reactions in hcp Metals, *Scripta metall.,* **2,** pp.2461-2468, 1968

YOO M.Y., Application of anisotropic elasticity theory to the plastic deformation in hexagonal Zinc, *Phil. Mag.,* , pp.2273-2280, 1966

ZAEFFERER S., Determination of local texture and deformation systems in TA6V and T40, *Mat. Sci. Eng.,* **157-162,** pp.2979-2984, 1994

ZARKADES A., Elasticity of Titanium Sheet Alloys, , , pp.1107-1109,

ZHANG L., Some Special Types of Low Energy Dislocation Configurations in annealed a-Ti Single Crystals, *Mat. Sci. Eng.,* , pp.269-276, 1989

L'alliage de titane (α+β), TA6V, est le mieux connu et le plus répandu de tous les alliages de titane commerciaux. Selon le traitement thermomécanique subi, il est possible d'obtenir cet alliage dans une large gamme de microstructures et d'orientations cristallographiques différentes. En particulier, lorsque le produit plat a été laminé, il présente toujours de fortes textures cristallographiques. La déformation plastique du TA6V étant très fortement influencée par la température, la vitesse de déformation et le sens de la contrainte.

Dans cette étude, la déformation plastique du TA6V a été étudiée dans un domaine de température s'étalant de 25°C à 800°C, en traction et en compression pour différentes orientations de la tôle (0°, 45° et 90° par rapport à la Direction de Laminage). Les résultats des essais macroscopiques montrent que les courbes d'écoulement présentent un plateau entre 300°C et 500°C, et qu'il existe une différence entre la traction et la compression surtout pour les éprouvettes à 90°/DL. C'est deux phénomènes sont interprétés comme: un vieillissement dynamique et une asymétrie de la limite élastique associée au mouvement des dislocations **<c+a>**. Pour le comprendre, nous avons étudié les mécanismes de déformation mis en place sur les différents échantillons déformés en traction ou en compression par microscopie électronique à transmission. Les résultats de nos observations microscopiques dans les éprouvettes à 300°C montrent une activité anormale des dislocations **<c+a>** glissant dans les plans $\{1\bar{1}01\}$ et voire même $\{11\bar{2}2\}$.

Dans cette région, les mécanismes intervenant dans l'écoulement plastique sont difficilement identifiables. Ils pourraient s'agir de mécanismes athermiques dus à des dislocations. Toutefois, la présence du vieillissement complique l'interprétation ; en effet, il apparaît qu'à cette température, les impuretés sont suffisamment mobiles pour produire le vieillissement dynamique. Nous discutons de l'effet des impuretés interstitielles sur l'activité des dislocations **<c+a>** entre 300°C et 500°C et l'effet de la non-centrosymétrie des plans $\{1\bar{1}01\}$ sur l'asymétrie directionnelle de la limite élastique associée aux mouvements des dislocations **<c+a>**.

Ti-6%Al-4%V is the most current commercial (α+β) titanium alloy and the best known of all the titanium alloys. This alloy shows interesting industrial properties : low density, high mechanical characteristics, biocompatibility, corrosion resistance,...
Depending on different thermomechanical treatments, it is possible to obtain this alloy with a variety of microstructures and textures. In particular, since flat products made of titanium alloys have been rolled, they are always associated with relatively sharp textures.
The deformation behaviour of Ti-6%Al-4%V with a sharp texture is influenced by the temperature, the strain rate and the direction of the stress. In this study the plastic deformation of (α+β)-Ti is investigated in the temperature range from 25°C to 800°C in compression and tension along various directions of the sheet plane (0°, 45° and 90° to the Rolling Direction). For this temperature range two phenomena are observed : a dynamic strain ageing and a asymmetry of the yield stress associated with the movement of **<c+a>** dislocations.
The flow stress shows a plateau between 300°C and 500°C. In the plateau region, the components of the flow stress are difficult to identify. There must be an athermal component of the flow stress due to the presence of dislocations. However, the presence of strain ageing complicates the interpretation.
It appears that the interstitial impurities are sufficiently mobile at this temperature to produce dynamic strain ageing.
Electron microscopy of specimens strained in uniaxial tension or compression at 300°C shows an anomalous activity of **<c+a>** dislocations gliding on $\{1\bar{1}01\}$ and $\{11\bar{2}2\}$ planes. We discuss the effect of interstitial solutes on the activity of the **<c+a>** dislocations between 300°C and 500°C and the effect of the non-centrosymetry of the $\{1\bar{1}01\}$ planes on the directional asymmetry of the yield stress associated with the **<c+a>** gliding.