



**HAL**  
open science

# Etude des mécanismes de déformation à froid et du comportement de l'alliage Titane Béta Cez après différents traitements thermomécaniques

Franck Zimmermann

► **To cite this version:**

Franck Zimmermann. Etude des mécanismes de déformation à froid et du comportement de l'alliage Titane Béta Cez après différents traitements thermomécaniques. Sciences de l'ingénieur [physics]. Université Paul Verlaine - Metz, 1999. Français. NNT : 1999METZ052S . tel-01775770

**HAL Id: tel-01775770**

**<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01775770v1>**

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](mailto: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.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

b 164729 SIM2 99/52



**INSTITUT SUPERIEUR DE GENIE MECANIQUE  
ET PRODUCTIQUE**

**T H E S E**

Présentée à



**UNIVERSITE DE METZ  
P A R**

**Franck ZIMMERMANN**

**Pour l'obtention du grade de :  
DOCTEUR de L'UNIVERSITE de METZ**

**Etude des mécanismes de déformation à froid et du  
comportement de l'alliage Titane Béta Cez après différents  
traitements thermomécaniques**

**Soutenue le 26/11/99 à l'Université de Metz**

**JURY**

**MM. J. DRIVER  
P. VAN HOUTTE** } **Rapporteurs**

**Mme M.J. PHILIPPE  
MM. H.J. BUNGE  
M. HUMBERT  
G. HOFER  
P. KLIMANEK  
R. SCHWARZER  
C. SCHUMAN  
Y. COMBRES** } **examineurs**

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE DE METZ



022 318091 4

## Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier Madame le professeur Marie-Jeanne Philippe, président de l'Université de Metz et directeur de thèse pour ses compétences, conseils et son intérêt permanent, qui m'ont permis de mener à bien ce travail.

J'exprime mes remerciements à Monsieur Claude Esling, professeur à l'Université de Metz et directeur du laboratoire LETAM (CNRS URA 2090) pour m'avoir accueilli au sein de son laboratoire.

Mes remerciements vont à Monsieur Peter Klimanek, professeur à l'Institut für Metallkunde de la TU BA Freiberg pour avoir accepté la collaboration entre son institut et le LETAM et pour les discussions fructueuses que nous avons pu avoir lors de mes séjours à Freiberg.

Je remercie très particulièrement Monsieur Michel Humbert, professeur à l'Université de Metz, pour tous son aide, ses compétences, conseils et les nombreuses discussions lors de l'étude de la transformation de phase martensitique.

Je tiens à remercier Monsieur Julien Driver, professeur à l'Ecole de Mines de St. Etienne, pour avoir accepté d'être membre de la jury.

J'exprime ma reconnaissance à Monsieur Robert A. Schwarzer, professeur à l'Université Technique de Clausthal, pour avoir permis plusieurs séjours dans son institut et pour m'avoir permis d'utiliser ses équipements en microscopie électronique à transmission.

Je tiens à remercier Monsieur Christophe Schuman, maître de conférences à l'Université de Metz, pour ces nombreux conseils et son aide permanent tout au long de ce travail.

Mes remerciements vont également à Monsieur Yves Combre, directeur de recherches chez CEZUS pour la fourniture du matériau étudié et pour avoir accepté de se joindre au jury.

Je remercie Monsieur Henry Klemm, technicien à l'Institut für Chemie de la TU BA Freiberg pour l'encapsulation des échantillons des traitements thermiques.

J'exprime toute ma reconnaissance à l'équipe de la microscopie électronique à transmission à l'Institut für Metallkunde de la TU BA Freiberg, notamment à Madame Roswitha Popp pour sa patience avec laquelle elle a préparé un grand nombre d'échantillons.

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE - METZ	
N° inv.	19991525
Cote	S/M <sub>3</sub> 99/52
Loc	Magasin

Enfin, je remercie l'ensemble des membres du LETAM, qui d'une façon ou d'une autre ont contribué à la réussite de ce travail. Particulièrement, je tiens à remercier Monsieur Jens Lietzau pour les nombreuses discussions que nous avons eues.

## Table des matières

<b>1</b>	<b>Introduction</b>	<b>7</b>
<b>2</b>	<b>Métallurgie du titane et de ses alliages</b>	<b>10</b>
2.1	Classification des alliages de titane . . . . .	10
2.2	Les alliages du titane $\beta$ . . . . .	14
2.2.1	Les phases principales des alliages $\beta$ métastables . . . . .	14
2.2.1.1	Les phases $\alpha$ , $\beta$ et la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ . . . . .	15
2.2.1.2	Les phases martensitiques $\alpha'$ et $\alpha''$ . . . . .	17
2.2.1.3	La phase martensitique omega ( $\omega$ ) . . . . .	19
2.2.2	Les mécanismes de déformation . . . . .	21
2.2.2.1	Le glissement cristallographique . . . . .	22
2.2.2.2	Le maclage . . . . .	24
2.2.2.3	La transformation martensitique induite sous contrainte . . . . .	26
2.2.2.4	Conditions d'activation des différents mécanismes de déformation . . . . .	26
2.2.3	Influence de la microstructure sur le comportement mécanique des alliages du titane $\beta$ - métastables . . . . .	28
2.2.4	Les caractéristiques de l'alliage étudié $\beta$ - Cez . . . . .	33
<b>3</b>	<b>Méthodes d'analyse et études expérimentales</b>	<b>35</b>
3.1	Analyse de la composition chimique . . . . .	35
3.1.1	Principe de fonctionnement de la microsonde et du système EDXA . . . . .	35
3.1.2	Conditions de mesures pour l'analyse de la composition chimique . . . . .	37
3.2	Fabrication des éprouvettes et essais de traction . . . . .	37
3.2.1	La fabrication des éprouvettes de traction . . . . .	37
3.2.2	Réalisation des essais de traction . . . . .	38
3.3	Les traitements thermiques . . . . .	38
3.4	Analyse chimique d'une couche d'oxyde - la méthode GDOES . . . . .	39
3.4.1	Présentation de la méthode GDOES . . . . .	39
3.4.2	Réalisation des mesures . . . . .	40
3.5	La radiocristallographie . . . . .	41
3.5.1	Le principe général de la radiocristallographie . . . . .	41
3.5.2	Conditions de mesures . . . . .	42
3.6	Les mesures des orientations individuelles par EBSD . . . . .	43
3.6.1	La méthode de l'EBSD . . . . .	43
3.6.2	Les conditions de mesures . . . . .	43

3.7	Etude microstructurale - microscopie optique (MO) et électronique (MEB, MET) . . . . .	43
3.7.1	Métallographie quantitative par MO et MEB . . . . .	43
3.7.2	Analyses des structures et des mécanismes de déformation par MET . . . . .	45
3.7.2.1	Détermination des systèmes de glissement . . . . .	45
3.7.2.2	Réalisation des études et préparation des lames minces . . . . .	46
<b>4</b>	<b>Analyse des résultats et discussion</b>	<b>47</b>
4.1	Etude initiale sur trois traitements thermiques différents réalisés dans des conditions industrielles . . . . .	47
4.1.1	Essais de traction et de ténacité . . . . .	48
4.1.2	Etude microstructurale . . . . .	49
4.1.2.1	Les microstructures observées par MEB . . . . .	49
4.1.2.2	Identification des phases . . . . .	51
4.1.2.3	Les microstructures observées par MET . . . . .	52
4.1.3	Conclusion . . . . .	54
4.2	La nouvelle série de traitements thermiques . . . . .	56
4.2.1	La composition chimique de la tôle initiale . . . . .	56
4.2.2	La microstructure de la tôle initiale . . . . .	56
4.2.3	Les propriétés mécaniques de l'état initial . . . . .	56
4.2.4	Choix de nouveaux paramètres des traitements thermiques . . . . .	58
4.2.5	Etude de la couche surfacique des échantillons traités sous atmosphère contrôlée . . . . .	59
4.2.6	Les microstructures avant traction . . . . .	62
4.2.6.1	L'état $\beta$ recristallisé . . . . .	62
4.2.6.2	Les états mis en solution dans le domaine ( $\alpha + \beta$ ) . . . . .	63
4.2.6.3	Les états mis en solution dans le domaine ( $\alpha + \beta$ ) et vieillis . . . . .	66
4.2.6.4	Analyse métallographique quantitative . . . . .	67
4.2.7	Les essais de traction . . . . .	72
4.2.8	Les microstructures après traction . . . . .	77
4.2.8.1	L'état $\beta$ recristallisé . . . . .	77
4.2.8.2	Les états mise en solution dans le domaine ( $\alpha + \beta$ ) . . . . .	78
4.2.8.3	Les états mis en solution dans le domaine ( $\alpha + \beta$ ) et vieillis . . . . .	81
4.2.9	Conclusions . . . . .	84
4.3	Etude des mécanismes de déformation . . . . .	88

4.3.1	Paramètres des traitements thermiques . . . . .	88
4.3.2	Les microstructures avant traction . . . . .	89
4.3.3	Les essais de traction . . . . .	91
4.3.4	Les microstructures après traction . . . . .	94
4.3.5	Analyse de systèmes de glissement dans la phase $\beta$ . . . .	96
4.3.6	Etude de la transformation de phase martensitique $\alpha''$ . .	100
4.3.6.1	Détermination des plans d'accrolement à partir des traces des platelets martensitiques sur deux surfaces perpendiculaires . . . . .	100
4.3.6.2	Calcul de la normale au plan d'accrolement par la théorie phénoménologique . . . . .	103
4.3.6.3	Etude supplémentaire vérifiant les résultats de la théorie phénoménologique . . . . .	116
4.3.7	Conclusion . . . . .	121
<b>5.</b>	<b>Conclusion générale et perspectives</b>	<b>123</b>
<b>6</b>	<b>Deutsche Kurzfassung</b>	<b>126</b>
6.1	Einleitung . . . . .	126
6.2	Einleitende Untersuchungen an drei industriell hergestellten Gefügeständen . . . . .	128
6.2.1	Durchgeführte Untersuchungen und experimentelle Befunde . . . . .	128
6.2.2	Zusammenfassung und Diskussion der Ergebnisse . . . .	130
6.3	Die neuen Gefügestände . . . . .	132
6.3.1	Charakterisierung des Ausgangsbleches . . . . .	132
6.3.2	Wahl und Durchführung der neuen Wärmebehandlungen	132
6.3.3	Charakterisierung der Gefüge vor der Verformung . . . .	134
6.3.4	Die Ermittlung der mechanischen Kennwerte im Zugversuch . . . . .	137
6.3.5	Gefügeuntersuchungen der zugverformten Proben . . . .	139
6.3.6	Zusammenfassung der Ergebnisse . . . . .	140
6.4	Untersuchung der Verformungsmechanismen . . . . .	142
6.4.1	Wahl der Glühbedingungen . . . . .	142
6.4.2	Die Gefüge vor der Zugverformung . . . . .	143
6.4.3	Durchführung der Zugverformungen . . . . .	144
6.4.4	Gefügeuntersuchungen der Proben nach der Zugverformung	145
6.4.5	Bestimmung von Gleitsystemen in der $\beta$ - Phase . . . .	146
6.4.6	Untersuchung der verformungsinduzierten Martensitbildung $\beta \rightarrow \alpha''$ . . . . .	147
6.4.6.1	Die experimentelle Bestimmung der Habitusebene	147

---

6.4.6.2	Berechnung der Habitusebene für die Phasenumwandlung $\beta \rightarrow \alpha''$ mit Hilfe der Phänomenologischen Theorie . . . . .	149
6.4.6.3	Anwendung der Ergebnisse der Phänomenologischen Theorie . . . . .	153
6.4.7	Zusammenfassung der Ergebnisse . . . . .	154
6.5	Zusammenfassung aller Ergebnisse und Ausblick . . . . .	158
<b>A</b>	<b>Liste de pics de diffraction</b>	<b>160</b>
<b>B</b>	<b>Calcul des plans d'accolement expérimentaux</b>	<b>161</b>

## 1 Introduction

Ayant une masse volumique de  $4,5 \text{ g/cm}^3$ , le titane est situé à la frontière entre les métaux légers et lourds. Il a trouvé de nombreuses applications dans des domaines industriels différents (aéronautique, construction mécanique, médecine) ceci grâce à ses propriétés mécaniques intéressantes couplées à sa faible masse volumique.

Une catégorie d'alliages de titane, qui a connu un vif intérêt au cours des dernières années, est celle des alliages du titane  $\beta$ . Ces alliages offrent des propriétés mécaniques très intéressantes. Ils possèdent le rapport résistance mécanique / poids le plus élevé et l'érouissage le plus importante de toutes les classes des alliages du titane [1].

Les propriétés mécaniques de ces alliages sont fortement influencées par la composition chimique exacte de l'alliage et la réponse de celui-ci aux traitements thermiques.

Un état 100%  $\beta$  peut être obtenu lors d'une trempe rapide (par exemple trempe eau) après un traitement thermique dans le domaine  $\beta$ . Au cours des traitements ultérieurs à des températures plus basses, la phase  $\alpha$  précipite. La quantité ainsi que la morphologie et la distribution de cette phase sont contrôlées par les conditions précises des traitements thermiques ou thermomécaniques. En faisant varier les paramètres de ces traitements, une vaste gamme de microstructures peut être obtenue. La microstructure influe fortement sur les propriétés mécaniques grâce aux possibilités d'activation des différents mécanismes de déformation (glissement cristallographique, maclage, transformation de phase martensitique). En fonction de la microstructure, l'activation de chacun de ces mécanismes peut être favorisée ou défavorisée. Les différents mécanismes de déformation conduisent finalement à des propriétés mécaniques très différentes.

En effet, une déformation par glissement cristallographique seul donne une limite d'élasticité élevée mais une ductilité basse [2]. Si le maclage ou la transformation martensitique sont également activés pendant la déformation, la limite d'élasticité est plus basse mais la ductilité est plus importante [3, 4]. Une activation de la transformation martensitique comme mécanisme de déformation peut également améliorer la ténacité [5-7]. Le maclage joue un rôle important surtout dans les alliages du titane  $\beta$  binaires (par exemple Ti - Mo, Ti - V) tandis que dans les alliages plus complexes, la transformation martensitique se produit préférentiellement. Compte tenu de cette aptitude au traitement thermique et de la possibilité de faire varier de façon notable les propriétés mécaniques (du simple au triple la limite d'élasticité et/ou la ductilité) les alliages de titane  $\beta$  sont des alliages intéressants mais encore trop méconnus pour toutes les applications industrielles que l'on peut imaginer.

C'est la composition chimique et donc la stabilité chimique et mécanique de la phase  $\beta$ , qui influence fortement l'activation des mécanismes de déformation. Plus la phase  $\beta$  est instable, plus le maclage et la transformation martensitique sont favorisés.

Dans différentes études précédentes [8] plusieurs alliages spécifiques avaient été élaborés et avaient permis de mettre en évidence les corrélations principales entre microstructures et comportement mécanique. Le but de ce travail est beaucoup plus tourné vers les applications industrielles.

Nous avons donc choisi de travailler sur un alliage produit industriellement qui présente toutes les possibilités de transformations ou modifications microstructurales citées précédemment pour obtenir par traitement thermique toutes les microstructures souhaitées. Le matériau étudié au cours de cette étude est l'alliage de  $\beta$  - Cez. Cet alliage fait partie de la catégorie des alliages du titane  $\beta$  et a été développé et introduit sur la marché à la fin des années 80 par la société française CEZUS. Les premières études faites sur ce matériau [9, 10] laissaient présager la possibilité d'obtenir par traitement thermique toute la palette des microstructures souhaitées pour obtenir des mécanismes de déformation variés et donc une grande variété de propriétés mécanique.

L'objectif de ce travail est donc de préciser les traitements thermiques adéquats pour obtenir les microstructures recherchées, de préciser, de façon fine, pour chaque type de microstructure quels sont sous contrainte les différents mécanismes de déformation actifs, leurs participations à la déformation plastique et les propriétés mécaniques qui leur sont associées.

Enfin cette étude doit nous permettre d'envisager l'optimisation des traitements thermiques pour les différentes applications mécaniques envisagées.

Ainsi dans un premier chapitre, les résultats d'une étude bibliographique sont donnés. Les différentes microstructures (phases) caractéristiques des alliages du titane  $\beta$  et les mécanismes de déformations activés sont décrits. A la fin de ce chapitre les influences des différentes microstructures sur les propriétés mécaniques dans les alliages  $\beta$  sont détaillées.

Le deuxième chapitre est consacré à la description des méthodes expérimentales utilisées. Les principes des différents procédés appliqués ainsi que les conditions de la réalisation des expériences sont précisées.

Les résultats expérimentaux et leurs discussions font partie du troisième chapitre. Tenant comme base les résultats d'une étude référencée sur trois états microstructuraux différents, une nouvelle série des traitements thermiques est définie. En-

suite, les mécanismes de déformation activés au cours des sollicitations statiques dans ces microstructures optimisées et l'influence de ceux-ci sur les caractéristiques mécaniques des différents microstructures sont étudiés. Une analyse des systèmes de glissement activés dans la phase  $\beta$  au cours de la déformation appliquée est réalisée. Une détermination expérimentale du plan d'accrolement entre la matrice  $\beta$  et la phase martensitique est réalisée à l'aide de microstructures qui possèdent de la phase martensitique après la déformation. Les résultats de cette détermination expérimentale sont ensuite comparés avec ceux obtenus lors de calculs à l'aide de la théorie phénoménologique de la transformation martensitique.

Enfin, dans le dernier chapitre, les résultats obtenus sont résumés et quelques perspectives pour des développements ultérieurs sont évoqués.

## 2 Métallurgie du titane et de ses alliages

### 2.1 Classification des alliages de titane

En fonction de la température, le titane pur peut exister en deux états différents. La phase stable à température ambiante est la phase  $\alpha$  possédant une structure hexagonale compacte. Les paramètres de maille de cette phase sont égaux à  $a = 0,295$  nm et  $c = 0,468$  nm. Le rapport  $c / a$  est égal à  $1,588$  et est donc inférieur au rapport idéal qui est de  $\sqrt{8/3}$ . A  $883^\circ\text{C}$  une transformation allotropique se produit et la phase stable en-dessus de cette température (température  $\beta$ -transus) est la phase  $\beta$  de structure cristallographique cubique centrée. Le paramètre de maille est de  $a = 0,325$  nm. Cette phase reste stable jusqu'à la température de fusion qui est de  $1668^\circ\text{C}$ . Les cristaux des deux phases allotropiques sont présentées schématiquement dans la figure 1.

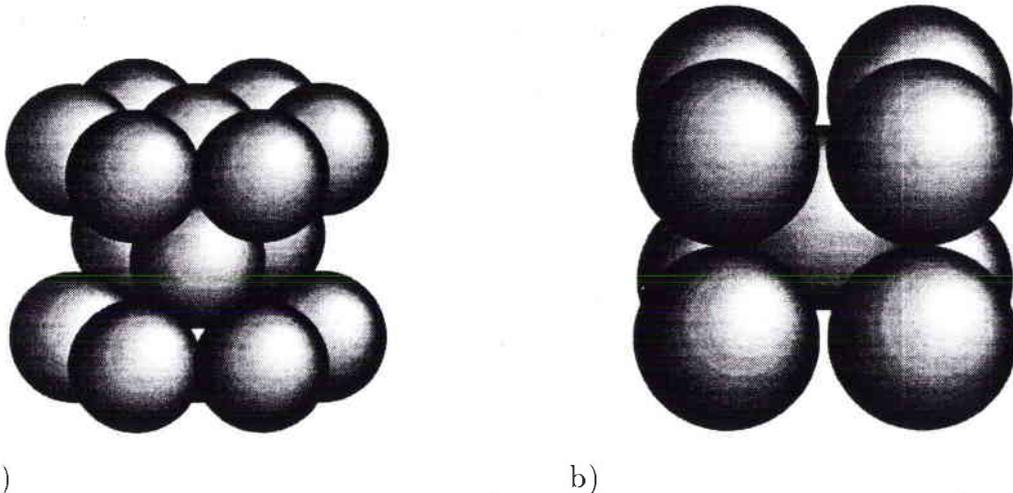


Figure 1: Modèle de sphères des structures cristallines des deux structures allotropiques du titane a) hexagonale compacte, b) cubique centrée

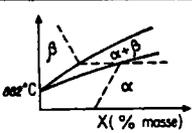
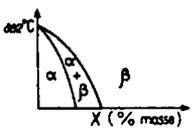
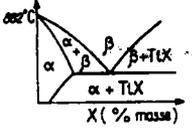
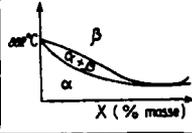
Etant un métal de transition, le titane peut former des solutions solides avec des nombreux éléments d'addition. Ces éléments d'addition font varier le point (la température) de transformation  $\beta \rightarrow \alpha$  et en fonction d'une augmentation ou d'une diminution de ce point on distingue entre trois classes des éléments d'alliage. Une première classe est représentée par des éléments, qui n'influencent pratiquement pas le point de transformation de ces deux phases mais qui améliorent les propriétés mécaniques des alliages. Les éléments Zr et Sn font partie de cette classe. Ils sont ajoutés pour améliorer la résistance au fluage des alliages [11].

Une deuxième catégorie est représentée par des éléments dits alphagènes, qui stabilisent la phase  $\alpha$  et qui augmentent alors le point de la transformation  $\alpha \rightarrow \beta$ .

L'élément le plus important de cette catégorie est l'aluminium, mais l'oxygène, l'azote ou le carbone font également partie de cette classe.

Finalement il y a un groupe d'éléments dits bêtagènes, qui élargissent le domaine d'existence de la phase  $\beta$  et qui diminuent donc le point de transformation des deux phases. Deux types d'éléments bêtagènes sont encore distingués, les éléments isomorphes comme par exemple le molybdène, le vanadium ou le tantale et les éléments eutectoïdes comme le chrome, le fer, le cuivre ou le manganèse. Figure 2 montre les différents diagrammes de phases pour les différents types d'éléments d'addition.

**Tableau III. — Classification des éléments d'alliage du titane.**

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

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

Figure 2: Les diagrammes de phases pour les différents types d'addition [12]

En ce qui concerne les éléments isomorphes, ils sont nécessaires en grande quantité pour stabiliser la phase  $\beta$ , ils sont difficiles à ajouter en raison de leur haute température de fusion, ils sont chers mais ils possèdent l'avantage de ne pas former de composés avec le titane [1, 13, 14]. Les éléments eutectoïdes stabilisent la phase  $\beta$  et sont plus efficaces (quantités à ajouter plus faibles), ils sont moins chers, plus faciles à ajouter mais ils peuvent former des composés avec le titane.

Le tableau 1 résume certains éléments bêtagènes et indique leurs pourcentages mi-

nimales  $\beta_c$  nécessaires pour avoir une structure complètement  $\beta$  à température ambiante.

Type	Elément	$\beta_c$ / % pds
isomorph	Mo	10,0
	V	15,0
	W	22,5
	Nb	36,0
	Ta	45,0
eutectoid	Fe	3,5
	Cr	6,5
	Cu	13,0
	Ni	9,0
	Co	7,0
	Mn	6,5

Tableau 1: Eléments bêtagènes [13]

La stabilité chimique de la phase  $\beta$  liée à la teneur en éléments bêtagènes peut être estimée de la manière suivante. On prenant comme base 10 % du poids de molybdène nécessaire pour retenir une structure complètement bêta métastable, un critère qui s'appelle l'équivalent de molybdène  $Mo_{eq}$  et qui exprime la proportion en éléments bêtagènes en équivalent du pourcentage de molybdène peut être défini [1, 13]:

$$Mo_{eq}[\% \text{ pds}] = 1,0 \% Mo + 0,67 \% V + 0,44 \% W + 0,28 \% Nb + 0,22 \% Ta \\ + 2,9 \% Fe + 1,6 \% Cr + 0,77 \% Cu + 1,11 \% Ni + 1,43 \% Co + 1,54 \% Mn - \\ 1,0 \% Al$$

Pour obtenir un alliage 100 %  $\beta$  à température ambiante, il faut des valeurs de 10 environ. Le signe moins devant l'aluminium exprime le fait que cet élément déstabilise la phase  $\beta$ .

Comme on voit, les microstructures des alliages du titane peuvent être différentes suivant les teneurs et les types des éléments d'alliage. En fonction de la présence / absence et de la quantité précise de ces éléments on peut distinguer trois grandes classes d'alliage de titane. La distinction se fait selon la microstructure (les phases) qui est présente après un traitement dans le domaine  $\beta$  suivi d'un refroidissement rapide. Les trois classes correspondent aux alliages du type  $\alpha$  et quasi  $\alpha$ , les alliages du type  $\alpha + \beta$  et les alliages  $\beta$  où on distingue encore selon la stabilité de la phase  $\beta$  entre  $\beta$  - métastable et  $\beta$  - stable.

Figure 3 montre schématiquement un diagramme de phase pseudo binaire du titane avec un stabilisateur bêta.

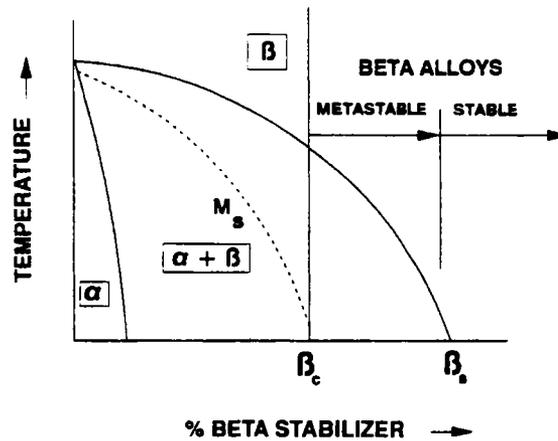


Figure 3: Diagramme de phases pseudo binaire du titane avec un stabilisateur  $\beta$  [10]

Les alliages  $\alpha$ , surtout ceux, qui contiennent de l'aluminium, du zirconium et de l'étain, sont préférentiellement utilisés pour des applications à hautes températures et aux températures cryogéniques puisqu'ils possèdent par exemple une résistance au fluage à haute température supérieure à celle des alliages  $\alpha + \beta$  et  $\beta$  - métastables [15]. Les alliages de cette catégorie, qui ne contiennent que très peu des éléments interstitiels possèdent une bonne ductilité et tenacité aux températures cryogéniques. Un exemple d'un tel alliage est l'alliage Ti - 5Al - 2,5Sn - ELI [15].

Les alliages  $\alpha$  ne peuvent pas être durcis lors d'un traitement thermique par précipitation d'une deuxième phase. Le seul mécanisme pour augmenter la résistance mécanique est de produire des structures à petits grains par exemple par une déformation à froid et une recristallisation ultérieure.

Les alliages du type  $\alpha + \beta$  contiennent une certaine quantité d'éléments alphagènes et bêtagènes. Les valeurs spécifiques des pourcentages des deux phases dépendent de la teneur en éléments d'addition. Puisque les pourcentages volumiques des phases  $\alpha$  et  $\beta$  peuvent varier par traitements thermiques, ces alliages peuvent être durcis à différents niveaux en effectuant différents traitements thermiques. La réponse des alliages est d'autant plus élevée que le pourcentage en éléments bêtagènes et phase  $\beta$  est élevé [15].

L'alliage de titane le plus employé (Ti - 6Al - 4V) fait partie de cette classe d'alliages. Il possède un bon compromis entre résistance mécanique et tenacité et ceci, couplé à une bonne résistance à la corrosion, rend cet alliage intéressant pour des applications aéronautiques ainsi que pour des disques de compresseur mais aussi pour des implants médicaux.

Puisque l'alliage étudié dans le cadre de ce travail rentre dans la classe des alliages  $\beta$ , ce type d'alliage sera présenté plus précisément (différentes phases créées, mécanismes de déformation, comportement mécanique) dans les paragraphes suivants.

## 2.2 Les alliages du titane $\beta$

D'après BANIA [1, 13] un alliage  $\beta$  est un alliage, qui contient un pourcentage en éléments bêtagènes assez élevé pour que la microstructure à température ambiante après une trempe rapide depuis le domaine  $\beta$  soit 100 %  $\beta$ . Il est inclus dans cette définition qu'il n'y a pas de la transformation martensitique lors de la trempe. Comme il est montré dans la figure 3, ils existent deux types des alliages  $\beta$ , les alliages  $\beta$  métastables et les alliages  $\beta$  stables. Les derniers contiennent une quantité très élevée en éléments bêtagènes. Puisque la phase  $\beta$  de ces alliages est stable, aucune précipitation d'une autre phase ne se produit au cours d'un traitement thermique. Par conséquent, ces alliages ne sont pas durcissables par traitement thermique. Les alliages  $\beta$  métastables contiennent moins des éléments bêtagènes. La phase  $\beta$  après trempe rapide est donc métastable ce qui veut dire que lorsqu'on fait un traitement thermique ultérieur au-dessous de la température de transus  $\beta$ , cette phase va se transformer partiellement en  $\alpha$ . Ces alliages peuvent être durcis considérablement lors des traitements thermiques.

Les avantages des alliages  $\beta$  métastables sont entre autres leur bon rapport entre résistance mécanique et masse volumique, des modules basses, la bonne combinaison entre résistance mécanique et tenacité ou leur très bonne formabilité à froid [14, 16, 17]. Les inconvénients sont par exemple leurs hautes densités, les coûts élevés pour leur élaboration ou des instabilités des microstructures pour certains applications à des températures élevées.

Les applications de ces alliages se trouvent dans le domaine aéronautique (par exemple disques de compresseur, pièces des turbines) mais de plus en plus dans le domaine médical. Puisque les modules élastiques basse de ces alliages sont proches de ceux des os du corps humain, ces alliages remplacent de plus en plus les alliages  $\alpha + \beta$  dans le secteur des implants orthopédiques [14, 18]

### 2.2.1 Les phases principales des alliages $\beta$ métastables

Un grand nombre de transformation de phases est possible dans les alliages  $\beta$  métastables (voir p. e. [19-21, 44, 45]). A coté de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha$ , il y a plusieurs phases martensitiques ( $\alpha'$ ,  $\alpha''$ ,  $\omega$ ), qui peuvent se former sous différentes conditions (trempes rapides après traitement thermique dans le domaine  $\beta$ , précipitation au cours de traitement isotherme à certaines températures, déformation plastique d'une structure  $\beta$  assez métastable). L'objectif des paragraphes suivants est de

décrire les principales phases observées dans les alliages  $\beta$  métastables ainsi que les conditions de leur formation et de leur transformation.

### 2.2.1.1 Les phases $\alpha$ , $\beta$ et la transformation $\beta \rightarrow \alpha$

Les deux phases d'équilibre dans le titane ( $\alpha$  et  $\beta$ ) ainsi que leurs structures cristallines ont été déjà décrites dans le chapitre précédent.

En ce qui concerne la transformation de la phase  $\beta$  dans la phase  $\alpha$ , un mécanisme a été proposé par BURGERS [22] en 1934 pour la transformation du réseau cubique centré en réseau hexagonale dans le cas de la transformation allotropique du zirconium. D'après lui, cette transformation se fait par un cisaillement des plans  $\{110\}_\beta$  suivant une direction  $\langle 111 \rangle_\beta$ . La relation d'orientation entre les deux phases, qui est aussi valable pour la transformation dans les alliages de titane [23, 24] est la suivante:

$$\{110\}_\beta \parallel \{0001\}_\alpha, \langle 111 \rangle_\beta \parallel \langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$$

La transformation  $\beta \rightarrow \alpha$  montre des caractéristiques que l'on trouve dans la transformation du type martensitique [19]. Plus précisément c'est la germination de la phase  $\alpha$  qui se fait sous des conditions athermiques. Ensuite, la croissance de la phase  $\alpha$  se réalise par diffusion. Cette explication est confirmée par le fait, que l'on retrouve la relation d'orientation pour la phase  $\alpha$  précipité au cours d'un revenu [25]. A coté de cette phase  $\alpha$  ayant la relation de BURGERS avec la matrice  $\beta$ , RHODES et al. [26, 27] reportent un deuxième type de phase  $\alpha$  dans des alliages Ti - 14Mo - 6Al et Ti - 11,6Mo, qui ne possèdent pas cette relation d'orientation. Ce deuxième type de phase  $\alpha$  est observé à la suite d'un long temps de maintien à des températures comprises entre 650 et 400°C. Il possède une orientation de macles  $10\bar{1}2 \parallel 10\bar{1}1$  par rapport à la phase  $\alpha$  ayant la relation d'orientation de BURGERS. D'après les auteurs, le mécanisme de la formation de ce deuxième type  $\alpha$  est une germination et croissance à partir de la phase du type 1 (BURGERS -  $\alpha$ ). Les deux types peuvent être distingués au microscope électronique à transmission par des clichés de diffraction, puisque cette phase de type 2  $\alpha$  produit des spots en forme d'arches autour des spots du type 1  $\alpha$ . L'existence de ces deux types de la phase  $\alpha$  a été également mise en évidence par HANADA et Izumi [28] dans des alliages Ti - 15Mo - 5Zr et Ti - 15Mo - 5Zr - 3Al.

En fonction des conditions de traitement thermique et des sièges de germination (voir figure 4), la phase  $\alpha$  peut se présenter sous différentes morphologies [29-40, 113]. Trois domaines peuvent être distingués, qui correspondent à trois grands types de germination différents de la phase  $\alpha$ .

Un premier domaine se trouve entre la température de transus  $\beta$  et 700°C environ. On voit que, si on passe en-dessous de la température de transus  $\beta$ , la phase  $\alpha$  commence à se précipiter préférentiellement aux joints de grains  $\beta$  sous forme d'une

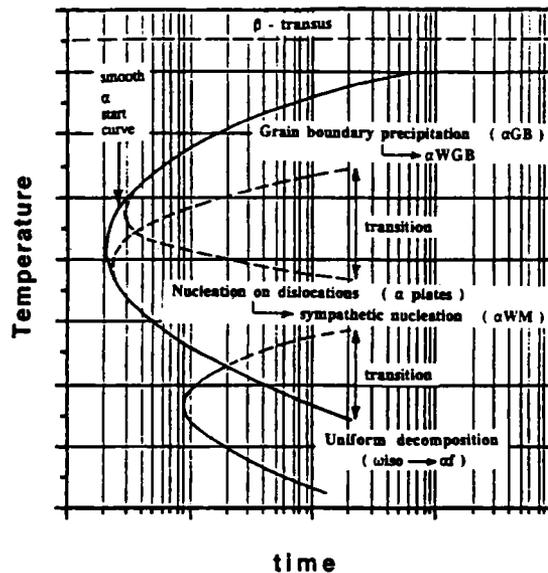


Figure 4: Diagramme schématisé TTT (temps - température - transformation) d'un alliage  $\beta$  métastable montrant les différents sièges de la germination [26]

couche continue ( $\alpha_{gb}$ ). Une couche discontinue (aussi appelée necklace structure) autour des grains est obtenue en déformant simultanément le matériau pendant le passage de la température de transus  $\beta$  [41, 42]. Après la précipitation aux joints de grains, la phase  $\alpha$  se précipite à l'intérieur des grains ( $\alpha_{primaire}$ ) soit sous forme des platelets (structure lamellaire) qui germent à la phase  $\alpha_{gb}$  et qui croissent vers le centre des grains; soit sous forme de nodules  $\alpha$  (structure équiaxe). Ces derniers se forment préférentiellement si le matériau a subi une déformation importante précédemment (forgeage, laminage) [16]. La structure lamellaire est aussi appelée structure de WIDMANNSTÄTTEN ( $\alpha_{wgb}$ ) [15]. Les platelets formés dans ce domaine sont relativement longs. A côté de la température exacte du traitement thermique, c'est la vitesse de refroidissement, qui influence la taille des précipités  $\alpha$  [40]. Plus cette vitesse est lente, plus les platelets grossissent. Une déformation plastique appliquée au cours du traitement thermique conduit à une augmentation du pourcentage de la phase  $\alpha_{wgb}$  puisque des nouveaux lieux de germination (par exemple les sous-joints dans les grains bêta) sont introduits dans la microstructure [42]. En descendant en température ( $700^\circ \leq T \leq 500^\circ\text{C}$ ), des dislocations existantes dans les grains  $\beta$  servent comme lieux de germination. A côté de celles-ci, des nouveaux platelets  $\alpha$  peuvent précipiter aux platelets déjà existants, mécanisme appelé germination «sympathétique» [?]. Les platelets précipités dans cette région de température sont beaucoup plus fins par rapport aux premiers platelets précipités et grossissent pour des maintiens de longues durées, qui sont supérieurs

ou égal à 10 heures pour l'alliage de  $\beta$  - Cez [37]

Pour des températures de 400°C et dessous, la phase  $\alpha$  précipite pour des temps de maintien longs en une phase métastable ( $\omega_{iso}$ ), qui est formée préalablement à ces températures (voir paragraphe 2.2.1.3). Puisque cette phase omega est très finement dispersée dans la matrice  $\beta$ , la phase  $\alpha$  sera aussi très finement dispersée.

Le pourcentage volumique de la phase  $\alpha$  précipités au cours des traitements dans les différents domaines est déterminé par la température, la durée et la vitesse de refroidissement du traitement thermique. Les traitements thermiques possédants une importance pratique dans l'industrie du titane se trouvent dans les domaines  $750^\circ\text{C} \leq T \leq T_\beta$  (domaine de mise en solution dans le haut de la region biphasée) et  $650^\circ\text{C} \leq T \leq 400^\circ\text{C}$  (domaine de vieillissement).

### 2.2.1.2 Les phases martensitiques $\alpha'$ et $\alpha''$

Ces phases martensitiques peuvent se former de trois manières différentes [44,45]:

- par décomposition de la phase  $\beta$  métastable au cours d'une trempe rapide après traitement thermique dans le domaine  $\beta$
- par décomposition de la phase  $\beta$  résiduelle lors d'un revenu aux températures intermédiaires
- par transformation de la phase  $\beta$  sous l'action d'un champ de contraintes externes dans des alliages où la température  $M_s$  est en-dessous de la température ambiante.

Lors d'une trempe rapide, les deux variants de martensite peuvent être formés dans les alliages dont la température de début de la formation de la martensite ( $M_s$ ) est au-dessus de la température finale de la trempe. La teneur en éléments d'alliage décide, quelle variante de martensite est formée. Pour des alliages qui ne contiennent que peu d'éléments d'alliage bêtagènes (phase  $\beta$  très instable), la phase  $\alpha'$  d'une structure cristallographique hexagonale est observée [46,47]. Pour des pourcentages plus élevés, la martensite  $\alpha''$ , possédant une structure orthorhombique se forme. Pour les alliages binaires du type Ti-Mo par exemple, la limite à partir de laquelle  $\alpha''$  est formée, est de 4% en poids [47]. Puisque la structure orthorhombique de la phase  $\alpha''$  ne se distingue de celle de la phase  $\alpha'$  que par une certaine distortion, elle est regardée comme une phase intermédiaire entre les phases  $\beta$  et  $\alpha'$  [32], c'est-à-dire, pour des structures ayant une phase  $\beta$  assez stable, la transformation martensitique s'arrête à un certain niveau (création de la phase  $\alpha''$ ) et ne va pas jusqu'au bout (création de la phase  $\alpha'$ ).

La martensite créée sous l'action d'un champ de contraintes externes possède toujours une structure orthorhombique et elle est donc toujours du type  $\alpha''$  [45,48].

Les lieux de la germination des martensites sont surtout les joints de grains de la phase  $\beta$ , tandis que des dislocations existantes ne jouent pas un rôle important comme lieux préférentiels de la germination [49].

Quelle que soit la structure cristallographique et la manière dont elles se forment, la martensite se présente dans une microstructure sous forme des platelets.

Puisque la martensite  $\alpha''$  peut intervenir dans le matériau étudié dans le cadre de ce travail après une déformation plastique, ces caractéristiques sont ensuite décrites plus précisément.

La structure cristallographique de la phase  $\alpha''$  est orthorhombique. Les paramètres de maille, déterminés par DUERIG et al. [50] dans le cas de l'alliage Ti - 10V - 2Fe - 3Al<sup>1</sup> sont:

$$a = 0.301 \text{ nm}, b = 0.491 \text{ nm}, c = 0.463 \text{ nm}$$

Il existe une correspondance entre le réseau cubique de la phase  $\beta$  et celui de la phase  $\alpha''$  qui s'exprime par la relation d'orientation suivante [46, 50]:

$$\{110\}_\beta \parallel \{001\}_{\alpha''} \text{ et } \langle 111 \rangle_\beta \parallel \langle 110 \rangle_{\alpha''}$$

DUERIG et al. [46] ont illustré cette relation d'orientation en exprimant les réseaux cubique centré de la phase  $\beta$  et hexagonal de la phase  $\alpha$  en réseaux équivalents orthorhombiques de ces deux phases (voir figure 5).

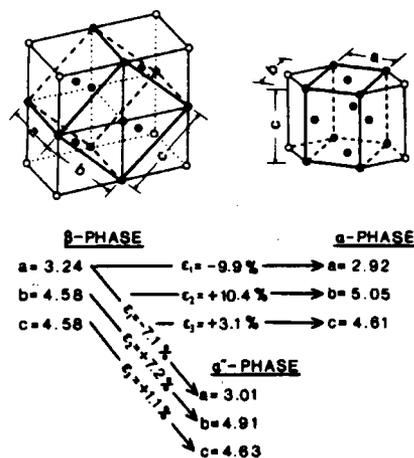


Figure 5: Représentation des phases  $\alpha$  et  $\beta$  par des structures orthorhombiques [46]

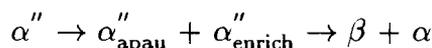
On voit que pour obtenir la phase  $\alpha''$ , il faut réaliser les mêmes déformations mais avec des amplitudes différentes par rapport à la formation de la phase  $\alpha$ .

<sup>1</sup>Les paramètres de maille dépendent fortement de la composition chimique de l'alliage [45]

Puisqu'il y a 6 plans différents du type  $\{110\}$  dans le réseau cubique centré et deux possibilités de mettre en coïncidence les directions cristallographiques impliquées dans la relation d'orientation, il y a 12 variants cristallographiques différents possibles pour la phase  $\alpha''$ . PIONNIER [51], en étudiant les changements de texture des phases  $\beta$  et  $\alpha''$  pendant la déformation statique à froid, a constaté une forte sélection de variants. Les variants créés sont ceux pour lesquels le travail fourni par les forces extérieures est supérieur à un certain seuil.

Un autre aspect intéressant de la phase  $\alpha''$  est son comportement lors d'un revenu. DUERIG et al. [46,52] et KOLLEROV et al. [53] en étudiant la réversion de la martensite  $\alpha''$  dans différents alliages du titane ont constaté un effet complet de mémoire de forme en chauffant le plus rapidement possible (par exemple par immersion dans un bain de sel) jusqu'à des températures de 350° des échantillons ayant subi un taux de déformation maximal de 3 %. La température de chauffage dépend fortement de la composition chimique de l'alliage étudié [53] et pour l'alliage Ti - 10V - 2Fe - 3Al elle est de 250°C. La martensite est totalement recisaillée en  $\beta$  (athermiquement) pendant ce processus.

Si cette retransformation n'est pas complète (vitesse de chauffage insuffisamment rapide), la phase  $\alpha''$  encore présente dans la microstructure se transforme en  $\alpha$  si la température est augmentée. La réversion de cette martensite résiduelle en  $\beta$  se fait par une démixion spinodale de la phase  $\alpha''$  en deux structures, une qui est appauvrie en éléments bêtagènes ( $\alpha''_{\text{apau}}$ ) et l'autre, qui est enrichie en ces éléments ( $\alpha''_{\text{enrich}}$ ) [46,47,54]. Comme la composition chimique de la première de ces structures est proche de celle de la phase  $\alpha$ , elle s'y transforme tandis que l'autre structure se transforme en  $\beta$ . La réaction se fait alors de la manière suivante:



En étudiant le comportement de la martensite  $\alpha''$  dans l'alliage Ti - 6Al - 2Sn - 4Zr - 6Mo, YOUNG et al. [55] ont par contre constaté une précipitation de la phase  $\beta$  à l'intérieur des platelets martensitiques pendant un revenu. D'après eux, la martensite se transforme d'abord en  $\beta$  et ultérieurement la phase  $\alpha$  précipite à partir de cette phase  $\beta$ .

### 2.2.1.3 La phase martensitique omega ( $\omega$ )

Une autre phase martensitique, qui ne peut pas se former seulement dans les alliages  $\beta$  métastables mais qui a été observée aussi dans d'autres alliages avec des éléments de transition de groupe IV (Zr et Hf) est la phase  $\omega$ . Cette phase se produit à partir de la phase  $\beta$  et elle est toujours cohérente avec cette matrice. Depuis sa découverte en 1954 par FROST et al. [56] un certain nombre d'études a été effectué (voir par exemple [57-64]).

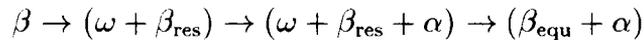
La structure cristallographique de cette phase est hexagonale avec une corrélation entre les paramètres de maille de la phase  $\beta$  et  $\omega$  suivante [65–68]:

$$c_\omega = \frac{\sqrt{3}}{2a_\beta}, \quad a_\omega = \sqrt{2}a_\beta$$

Il existe également une relation d'orientation entre les deux phases:

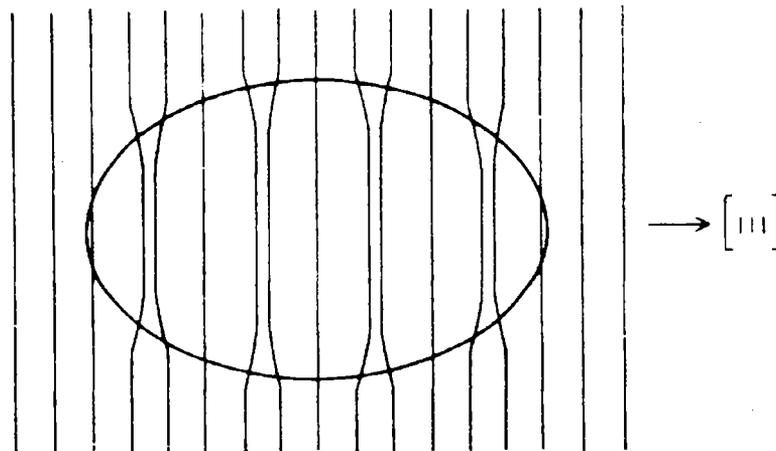
$$\{1\bar{1}0\}_\beta \parallel \{0001\}_\omega \text{ et } \langle 111 \rangle_\beta \parallel \langle 11\bar{2}0 \rangle_\omega$$

Comme dans le cas des martensites  $\alpha'$  et  $\alpha''$ , la phase  $\omega$  peut se former de différentes manières. Une phase  $\omega$  dite athermique ( $\omega_{\text{ath}}$ ) peut être présente soit après une trempe rapide précédée d'un traitement thermique dans le domaine  $\beta$  soit pendant une déformation plastique d'une microstructure  $\beta$  très métastable. Cette dernière possibilité est donc en concurrence avec la formation de la martensite induite sous contrainte  $\alpha'$  et  $\alpha''$ . Cette transformation sous contrainte se produit si la teneur en éléments stabilisant la phase  $\beta$  est juste à la limite pour retenir la phase  $\beta$  en température ambiante lors d'une trempe rapide [65]. Une deuxième phase dite  $\omega$  isotherm ( $\omega_{\text{iso}}$ ) peut être observée lors d'un traitement thermique (vieillessement). Dans le cas des alliages de titane  $\beta$  métastables les températures d'un tel traitement thermique sont typiquement entre 200°C et 500°C [19]. Le résultat est une structure  $\beta + \omega$  qui est en équilibre métastable par rapport à une structure composée de  $\alpha + \beta$ . Si le temps du traitement est prolongé, le pourcentage en  $\omega$  augmente dans un premier temps mais à partir d'un certain temps de maintien la structure biphasée  $\alpha + \beta$  se forme. On peut donc résumer les changements microstructuraux pendant un tel vieillissement de la manière suivante [19]:



Le modèle de la formation de la phase  $\omega$ , qui a été proposé par DE FONTAINE [69] est brièvement décrit ci-dessous. La figure 6 montre schématiquement une séquence d'empilement ABCABC des plans (111) dans une structure cubique centrée.

Pour avoir la structure hexagonale de la phase  $\omega$  en respectant la relation d'orientation il suffit de rendre proche deux de ces trois plans de manière que par exemple A reste inchangé tandis que B et C se rapprochent. Lorsqu'il y a trois plans différents A, B et C il y a trois possibilités différentes pour réaliser ce mécanisme, ce qui conduit alors à trois variantes différentes de cette phase. Puisqu'il y a quatre directions différentes de type  $\langle 111 \rangle$  dans les structures cubiques centrées, on peut trouver encore une fois quatre possibilités différentes pour que les deux directions (voir relation d'orientation) soient parallèles ce qui fait un total de 12 variants différents possibles de cette phase  $\omega$ . D'après [65], le mécanisme décrit est valable pour les deux types de phase  $\omega$  ( $\omega_{\text{ath}}$  et  $\omega_{\text{iso}}$ ). La seule différence est que pour faire apparaître  $\omega_{\text{ath}}$  il faut avoir un alliage qui a une composition chimique favorable tandis que la phase  $\omega_{\text{iso}}$  peut être observée aussi dans certains alliages, qui, au niveau de leur

Figure 6: Modèle de la formation de la phase  $\omega$  [66]

composition chimique, initialement ne sont pas favorables pour la formation de cette phase car pendant le traitement de vieillissement il est possible de créer des germes de la phase  $\omega$  par des fluctuations de la composition chimique, ce qui veut dire que lors d'un tel traitement thermique il peut se former des petites zones où les conditions pour la formation de cette phase sont favorables. Une fois créées, ces zones se transforment aussi par le mécanisme décrit précédemment. Des études de cette phase  $\omega_{iso}$  ont montré qu'on n'obtient pas immédiatement la composition d'équilibre métastable de cette phase. La fraction volumique se stabilise très vite et il y a ensuite une ségrégation des éléments par diffusion. La formation de  $\omega_{iso}$  n'est pas donc une transformation classique contrôlée par germination et croissance mais une transformation martensitique avec une initialisation et stabilisation due à des processus thermiques.

La morphologie de la phase  $\omega$  dépend de l'énergie élastique entre la matrice et le précipité cohérent. Si cette énergie élastique n'est pas trop élevée (inférieure à 1 pourcent), la morphologie de la phase  $\omega$  est ellipsoïdale tandis que pour des énergies élastiques plus importantes la morphologie est cuboïdale [70]. La présence de la phase  $\omega$  n'est pas souhaitable, car elle rends le matériau fragile [71]. Par contre, les petites particules  $\omega$  représentent des lieux de germination pour la phase  $\alpha$  lors des traitements prolongés et offrent donc la possibilité de produire une fine dispersion de la phase  $\alpha$  dans une matrice  $\beta$ .

### 2.2.2 Les mécanismes de déformation

Des déplacements coordonnés d'atomes, sous l'effet des contraintes externes, peuvent se faire principalement par l'activation des différents mécanismes, tels que glissement cristallographique, maclage ou transformation de phase martensitique. L'activation ainsi que la contribution de chacun de ces mécanismes à la déformation totale sont

influencées par la microstructure du matériau (orientation des grains, taille de grains, présence d'une deuxième phase) et par les conditions expérimentales (température de déformation, vitesse de déformation). Le chapitre suivant a pour but de présenter les différents mécanismes de déformation dans les alliages  $\beta$  - métastables ainsi que des facteurs, qui influencent leurs activations.

### 2.2.2.1 Le glissement cristallographique

La déformation plastique se fait principalement par un glissement des couches d'atomes le long des plans et directions cristallographiques sous l'effet des contraintes de cisaillement externes. Ces plans et directions cristallographiques forment des systèmes de glissement. Les plans et directions de glissement sont souvent des plans et directions denses des différentes structures cristallines. En ce qui concerne la phase  $\alpha$ , les plans de glissement principaux sont  $\{10\bar{1}0\}$  (plans prismatiques),  $\{10\bar{1}1\}$  (plans pyramidaux) et  $\{0001\}$  (plans basaux) [72, 73]. Les directions de glissement sont  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  (glissement  $\langle a \rangle$ ) et  $\langle 11\bar{2}3 \rangle$  (glissement  $\langle c+a \rangle$ ). Puisque le titane  $\alpha$  possède un rapport  $c/a$  inférieur au rapport idéal, les plans les plus denses sont les plans prismatiques. Ceci fait que les systèmes de glissement prismatiques sont des systèmes principaux dans cette phase tandis que pour des matériaux ayant un rapport  $c/a$  supérieur ou égal au rapport idéal c'est le glissement basal, qui se met en place principalement. Sur le plan basal seulement le glissement  $\langle a \rangle$  est possible tandis que sur les autres plans les glissements  $\langle a \rangle$  et  $\langle c+a \rangle$  peuvent intervenir. Pour la structure cubique centrée de la phase  $\beta$ , les plans de glissement (dans l'ordre de leur importance et de leur fréquence) sont des types  $\{110\}$ ,  $\{112\}$  et  $\{123\}$  [74]. La direction de glissement est toujours la direction dense  $\langle 111 \rangle$ . Les systèmes de glissement principaux des deux phases sont présentés dans les figures 7 et 8.

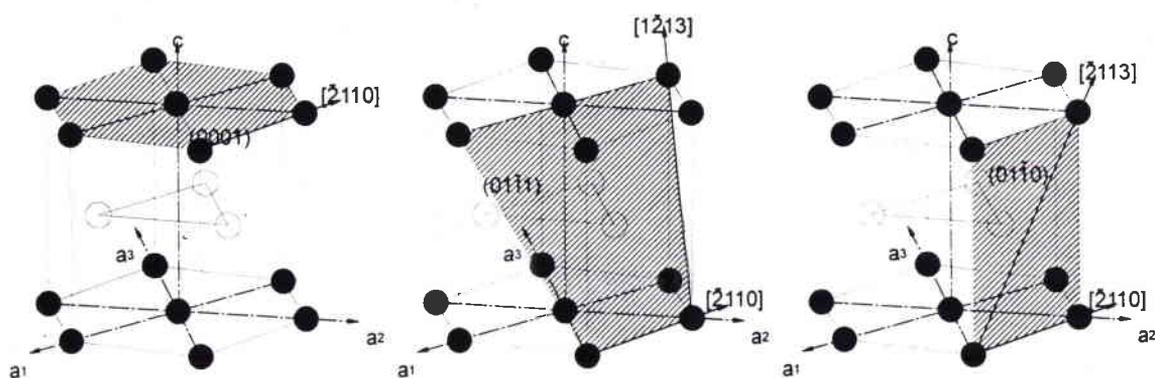
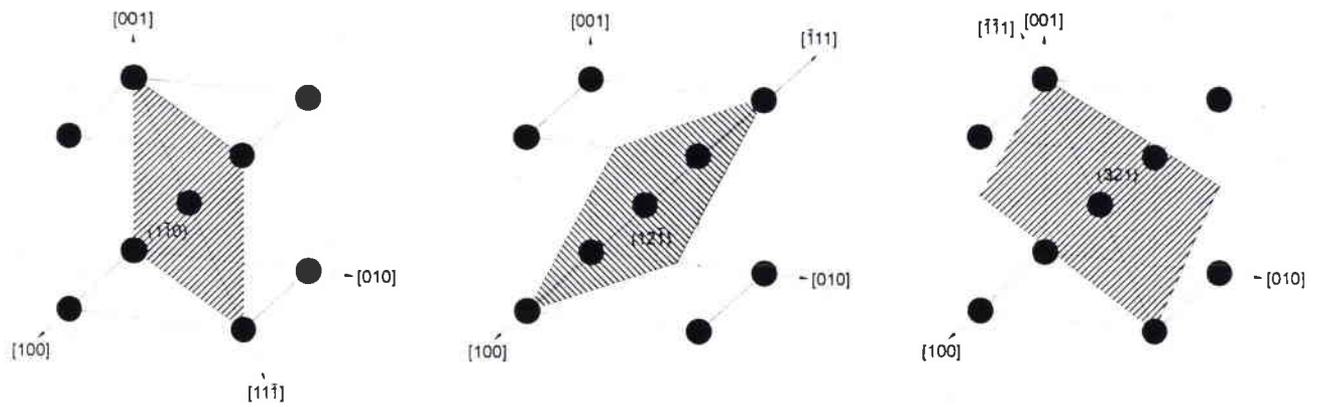


Figure 7: Systèmes de glissement principaux dans la phase  $\alpha$

Figure 8: Systèmes de glissement principaux dans la phase  $\beta$ 

Pour qu'un système de glissement soit activé il faut franchir une certaine contrainte seuil dans ce système, la contrainte critique de cisaillement. La contrainte de cisaillement produit dans un plan  $\{hkl\}$  et d'une direction  $\langle uvw \rangle$  sous l'effet de la contrainte externe peut être déterminée à l'aide de la loi de SCHMID (voir figure 9) de la manière suivante:

$$\tau = \sigma \cdot \sin \phi \cos \psi \quad (2.1)$$

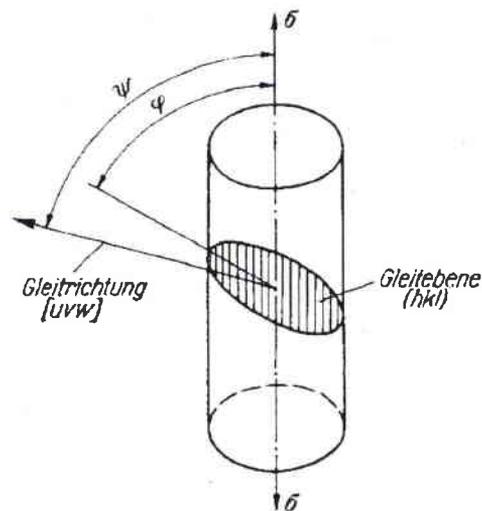


Figure 9: Relation entre direction de traction, plan de glissement et direction de glissement [72]

Le facteur  $\sin \phi \cos \psi$  est appelé facteur d'orientation. Pour une contrainte de traction extérieure parallèle ou perpendiculaire au plan de glissement, la contrainte  $\tau$  devient 0, tandis que dans le cas  $\phi = \psi = 45^\circ$ , la contrainte passe à son maximum ( $\tau = 0,5 \cdot \sigma$ ).

Puisqu'il y a plusieurs systèmes de glissement possibles dans un grain, le loi de SCHMID définit le système dans lequel le glissement commence pour un état de contraintes extérieures donné. Ce système est caractérisé par le facteur d'orientation le plus élevé (qui peut être en maximum 0,5).

On voit donc que l'activation des systèmes de glissement dans des grains d'un polycristal est fonction de l'orientation de chacun de ces grains par rapport aux contraintes locales.

### 2.2.2.2 Le maclage

Un deuxième mécanisme de déformation est le maclage. Il est caractérisé par le rabattement d'une certaine partie du cristal dans une orientation symétrique par rapport à celle qu'il avait initialement, et ceci sous l'effet d'une contrainte de cisaillement externe. On peut modéliser cette déformation par la transformation d'une sphère dans un ellipsoïde (voir figure 10) [73, 76].

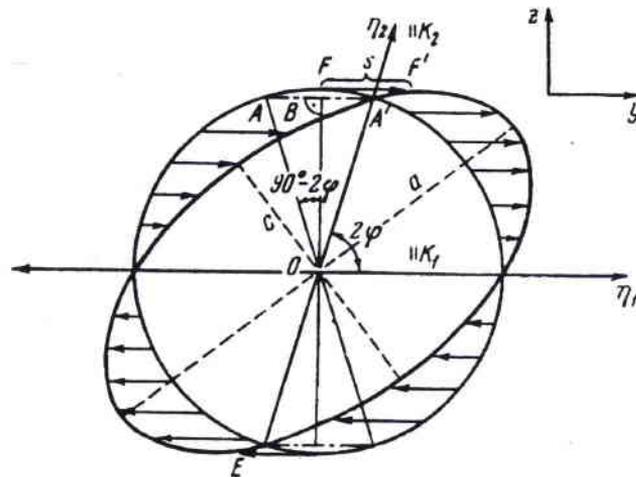


Figure 10: Modèle du maclage, conversion d'une sphère dans un ellipsoïde [73]

Le cristal est déformé le long du plan  $k_1$  et la direction de la contrainte est  $\eta_1$ . Les points dans le plan  $k_1$  ne sont pas changés, ce plan reste une des sections sphériques de l'ellipsoïde. Il y a une deuxième section sphérique  $k_2$ , qui se trouve symétrique par rapport aux axes  $a$  et  $c$  de l'ellipsoïde. L'axe  $b$  est normal au plan du dessin et sa longueur est le rayon de la sphère. Le plan, qui coïncide avec le plan du dessin est appelé plan de cisaillement  $S$ . La trace de  $k_2$  dans ce plan est notée  $\eta_2$ . Le cisaillement

est exprimé par la distance  $s$ , qui ramène le point  $F'$  au point  $F$ . Le déplacement subi par chaque atome lors du maillage est inférieur à une distance interatomique. La quantité  $s$  est appelée cisaillement cristallographique et il se calcule de la manière suivante [76]:

$$s = \frac{2}{\tan 2 \cdot \phi} = a - c \quad (2.2)$$

L'angle  $\phi$  est l'angle entre le plan de maillage et l'axe  $a$  de l'ellipsoïde. Le maillage est donc caractérisé par les éléments  $k_1$ ,  $k_2$ ,  $\eta_1$  et  $\eta_2$ .

Le maillage joue un rôle important dans les matériaux qui ne possèdent pas un grand nombre de systèmes de glissement indépendants (par exemple les matériaux hexagonaux) ou dans le cas des déformations à basses températures, si l'activation du glissement cristallographique est rendu plus difficile.

Les figures 11 et 12 montrent les principaux systèmes de maillage dans les phases  $\alpha$  et  $\beta$ .

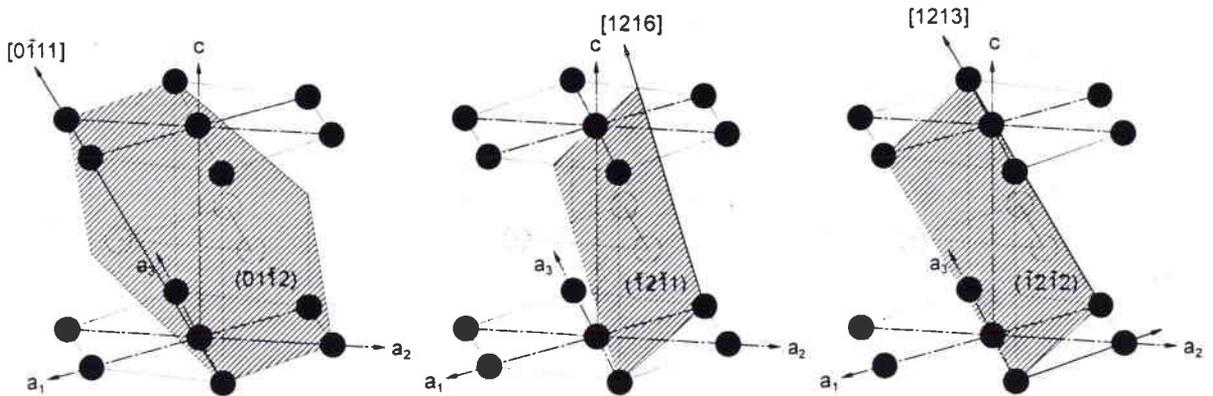
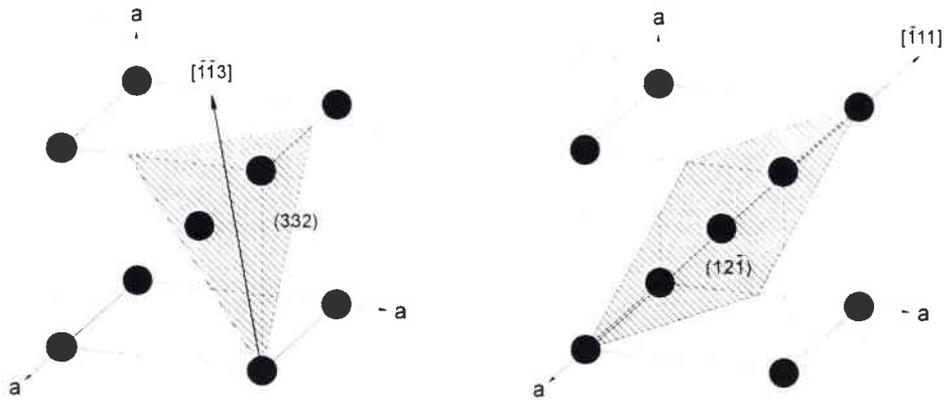


Figure 11: Systèmes de maillage principaux dans la phase  $\alpha$

Les systèmes de maillage principaux dans la phase  $\alpha$  sont du type  $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1 \rangle$ ,  $\{11\bar{2}1\}\langle 11\bar{2}\bar{6} \rangle$  et  $\{11\bar{2}2\}\langle 10\bar{1}\bar{3} \rangle$  [72, 73, 77]. Dans la phase  $\beta$ , le système de maillage habituel est du type  $\{112\}\langle 111 \rangle$ . A côté de ce système, un autre type de maillage a été identifié dans des alliages du titane  $\beta$  métastables. Il s'agit d'un système du type  $\{332\}\langle 113 \rangle$ . Ce système, inhabituel pour les structures cubiques centrées, a été mis en évidence dans certains alliages du titane  $\beta$  binaires, tels que Ti - V ou Ti - Mo [8, 78-81]. Puisque ce système de maillage est souvent présent dans des structures qui contiennent aussi de la phase  $\omega$  athermique, il est supposé, que ce système de maillage est activé comme mécanisme de déformation dans les structures pour lesquelles la phase  $\omega$  athermique est formée au cours d'une trempe rapide après traitement thermique [2, 82, 83]. Par contre, OKA et TANIGUCHI [84]

Figure 12: Systèmes de maillage principaux dans la phase  $\beta$ 

en étudiant les mécanismes de déformation dans les alliages Ti - Mo ( $9,3 \% \leq \% \text{ Mo} \leq 15 \%$ ) ont constaté ce système de maillage  $\{332\} \langle 113 \rangle$  dans des structures dans lesquelles la phase  $\beta$  ne contient pas de la phase  $\omega$  athermique.

### 2.2.2.3 La transformation martensitique induite sous contrainte

Puisque une transformation martensitique est caractérisée par une transition d'une phase initiale dans une phase martensitique par un cisaillement coopératif des atomes (processus similaire au maillage), une telle transformation peut contribuer à la déformation plastique parce qu'elle permet de cette manière d'accomoder une certaine partie de la déformation macroscopique.

Sous l'effet d'un champ de contraintes externes, une énergie de distortion est apportée à la matrice métastable, ce qui représente une force motrice pour la transformation martensitique. La température de début de la transformation martensitique  $M_s$  est augmentée par cette énergie de distortion à une température  $M_d$ . Au-dessus de cette température, aucune transformation martensitique n'est pas possible. Pour des températures  $M_s \leq T \leq M_d$ , la transformation se fait sous l'effet des contraintes externes et en-dessous de la température  $M_s$ , elle est initialisée par des contraintes internes créées par des refroidissements rapides après traitement thermique.

### 2.2.2.4 Conditions d'activation des différents mécanismes de déformation

Il y a plusieurs facteurs, qui influencent l'activation de chacun des mécanismes de déformation. Un facteur important est la composition chimique de l'alliage. Un pourcentage élevé en aluminium dans la phase  $\alpha$  par exemple défavorise le maillage et ce n'est que le glissement cristallographique, qui est actif, puisque la résistance au cisaillement du réseau est augmentée [2, 85].

ISHIYAMA et al. [86] ont étudié l'influence des éléments Sn, Zr et Al sur le mécanisme de déformation dominant dans deux alliages du titane binaires (Ti - 16V, Ti - 7Cr). Ils ont constaté que le Zr n'influence pas les mécanismes de déformation activés. Des additions de Sn et d'Al par contre conduisent à un changement du mécanisme de déformation. Dans les alliages sans addition, le maclage {332} est dominant tandis que des additions de moins de 4 % en Sn ou 1,5 % en Al sont suffisantes pour supprimer complètement le maclage et pour mettre en place la transformation martensitique  $\alpha''$  comme mécanisme de déformation principal. Sn et Al conduisent donc à une certaine stabilisation de la phase  $\beta$  vis - à - vis du maclage mais elle reste suffisamment instable pour permettre la transformation martensitique  $\beta \rightarrow \alpha''$ . Des résultats similaires ont été reportés par d'autres auteurs [87-89], qui ne trouvent le maclage {332} que dans des alliages binaires ayant une phase  $\beta$  très instable.

Un autre facteur important est la taille de grains / précipités des phases  $\alpha$  et  $\beta$ . Une grande taille de grains est favorable pour l'activation du maclage dans les phases  $\alpha$  et  $\beta$  et pour l'activation de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha''$  dans la phase  $\beta$  [9, 10]. Au contraire, de petites tailles de grains sont favorables pour activer le glissement cristallographique seul comme mécanisme de déformation. Ceci est dû au fait que les contraintes liées au maclage ou à la transformation martensitique peuvent être accomodés plus facilement dans la matrice, si la taille de grains est grande.

Finalement, dans les alliages  $\beta$  métastables, la stabilité de la phase  $\beta$  influence le comportement mécanique de l'alliage lors d'une déformation plastique. La stabilité peut être influencée par addition d'éléments d'alliage. Pour un alliage donné, elle peut être également contrôlée par les paramètres du traitement thermique. Pendant la précipitation de la phase  $\alpha$ , la phase  $\beta$  est enrichie en éléments bêtagènes, tandis que des éléments alphagènes se retrouvent surtout dans les précipités  $\alpha$ . Ceci conduit à une stabilisation chimique de la phase  $\beta$ . Ces microstructures deviennent moins favorables pour la déformation par transformation de phases ou maclage et présentent surtout le glissement cristallographique comme mécanisme de déformation [46, 50, 90, 91]. D'après WILLIAMS et al. [92], une composition chimique de la phase  $\beta$  telle qu'elle contient un pourcentage en éléments bêtagènes, légèrement supérieur à celui nécessaire pour obtenir 100% de phase  $\beta$  après une trempe semble idéal pour générer un maximum de phase martensitique par déformation.

A coté de ces paramètres liés aux alliages étudiés, les conditions des essais mécaniques (température de déformation, vitesse de déformation) influencent le choix du mécanisme de déformation. La contrainte de seuil d'initiation de la transformation martensitique dans les alliages  $\beta$  métastables par exemple, varie fortement en fonction de la température [46] (voir figure 13).

Pour l'alliage Ti 10V - 2Fe - 3V, la contrainte minimum est obtenue pour des températures proches de 0° et pour des températures inférieures ou supérieures elle augmente rapidement. La transformation martensitique est également défavorisée lors d'essais mécaniques à hautes vitesses. Le pourcentage en  $\alpha''$  après traction

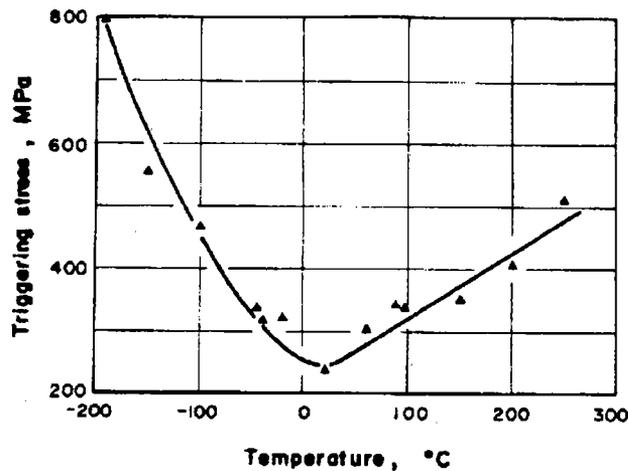


Figure 13: Variation de la contrainte de seuil de la transformation martensitique en fonction de la température (alliage Ti 10V - 2Fe - 3V) [43]

dynamique est largement inférieur à celui, obtenu après traction statique pour un même état de traitement thermique dans l'alliage  $\beta$  - Cez [51].

### 2.2.3 Influence de la microstructure sur le comportement mécanique des alliages du titane $\beta$ - métastables

Il existe un grand nombre de travaux sur la relation microstructure / propriétés mécaniques des différents alliages du titane  $\beta$ , dans lesquels les changements microstructuraux sont directement liés aux changements des propriétés mécaniques (voir par exemple [93-99, 103]).

Les paramètres microstructuraux importants sont la taille de grains  $\beta$ , la taille, la morphologie et la distribution des phases  $\alpha$  primaire et  $\alpha$  secondaire. En faisant varier ces paramètres, les propriétés mécaniques peuvent être changées dans une large mesure.

Si on discute les possibilités d'augmenter la limite d'élasticité, trois aspects doivent être pris en compte, l'effet d'un durcissement par la précipitation de la phase  $\alpha$ , durcissement par solution solide de la matrice  $\beta$  par enrichissement en éléments bêtagènes et le comportement de la décomposition de la phase  $\beta$  en fonction de sa stabilité mécanique [100]. La précipitation de la phase  $\alpha$  conduit à une augmentation de la stabilité chimique et mécanique de la phase  $\beta$  par son enrichissement en éléments bêtagènes. Puisque la déformation est réalisée par glissement cristallographique, seules, sous ces conditions, la taille, la morphologie et la distribution des précipités  $\alpha$  jouent un rôle important sur la limite d'élasticité. Les joints de précipités  $\alpha$  représentent des obstacles pour le mouvement des dislocations dans la matrice  $\beta$ . Ceci est dû au fait, qu'il n'y a qu'un nombre limité des systèmes

de glissement, qui peuvent passer entre les deux phases (relation d'orientation de BURGERS). Une augmentation du pourcentage ainsi que le changement d'une morphologie globulaire vers une morphologie aciculaire (les deux effets provoquent une augmentation de la surface des joints de précipités par unité de volume) sont donc des facteurs favorables pour augmenter la résistance mécanique.

Les petits précipités  $\alpha$  secondaires dus aux traitements de vieillissement ont un effet encore plus fort en ce qui concerne l'augmentation de la limite d'élasticité. Le pourcentage de la phase  $\alpha$  secondaire est influencé par le pourcentage de la phase  $\alpha$  primaire de la manière suivante: plus le pourcentage de la phase  $\alpha$  primaire est élevé, plus le pourcentage de la phase  $\alpha$  secondaire est petit et finalement plus la limite d'élasticité est basse pour une température de vieillissement donnée. A côté du pourcentage de la phase  $\alpha$  secondaire, sa taille influence également la limite d'élasticité. Plus les précipités de cette phase sont petits, plus la limite d'élasticité est augmentée [101].

BRESLAUER et ROSEN [102] ont étudié l'influence de la taille de grains  $\beta$  sur la limite d'élasticité dans l'alliage Ti - 15V - 3Cr - 3Sn - 3Al pour des structures  $\beta$  recristallisées et vieilles. Ils ont constaté un effet de la taille de grains  $\beta$  sur les lieux de la précipitation de la phase  $\alpha$ . Dans les structures à gros grains (140  $\mu\text{m}$ ), la phase  $\alpha$  commence à se précipiter aux joints de grains mais aussi à l'intérieur de ceux-ci. Dans les structures possédant des petits grains (30  $\mu\text{m}$ ), se sont surtout des joints de grains qui servent comme lieux de précipitation. Il en résulte alors une densité par unité de volume plus élevée en précipités  $\alpha$  dans des structures à gros grains. Ces observations conduisent les auteurs à proposer un modèle pour estimer la limite d'élasticité. Deux facteurs contribuant ont été pris en compte, les joints de grains dont la contribution peut être exprimée par la relation de HALL et PETCH et la contribution des précipités à l'intérieur des grains qui est représentée par une équation d'OROWAN modifiée. La limite d'élasticité  $R_p$  peut être estimée alors par la relation 2.3:

$$R_p = \sigma_0 + k_d \cdot \sqrt{d} + \frac{G \cdot b}{\pi \cdot (D - x) \cdot \ln \frac{x}{r_0}} \quad (2.3)$$

avec  $\sigma_0$  = la contrainte de PEYERLS pour le mouvement des dislocations,  $k_d$  = une constante,  $d$  = la taille de grains,  $G$  = le module de cisaillement,  $b$  = le vecteur de BURGERS,  $r_0 = 4b$ ,  $D$  = la distance centre à centre entre deux précipités  $\alpha$  et  $x$  = la longueur des précipités.

Dans cette équation le second terme est regardé comme étant prépondérant. Donc, une précipitation de la phase  $\alpha$  à l'intérieur des grains  $\beta$  est supposée plus efficace pour augmenter la limite d'élasticité par rapport à une diminution de la taille de ces grains.

La ductilité est aussi affectée par les facteurs mentionnés ci-dessus. Généralement chaque amélioration de la résistance mécanique conduit à une diminution de la

ductilité, c'est-à-dire que les deux caractéristiques mécaniques ont des variations inverses, comme illustré dans la figure 14 pour l'alliage Ti - 10V - 2Fe - 3Al.

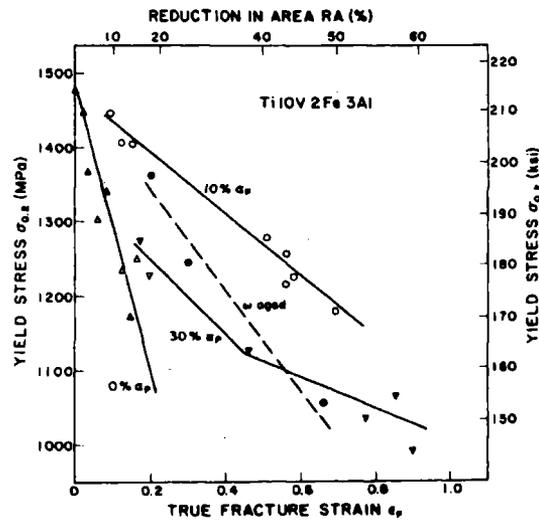


Figure 14: Elongation jusqu'à rupture vs. limite d'élasticité pour des microstructures différentes de l'alliage Ti - 10V - 2Fe - 3Al [104]

La taille de grains  $\beta$  et la morphologie de la phase  $\alpha$  jouent un rôle important pour la ductilité. Dans le cas de gros grains  $\beta$  et d'une couche continue de phase  $\alpha$  aux joints de grains, une ductilité très basse est observée [41, 104-107]. Ceci est lié au fait que la déformation est localisée dans cette couche molle de phase  $\alpha$  et il en résulte une fissuration facile aux joints de grains et conduisant à une fracture intergranulaire. Plus la taille de grains  $\beta$  d'une telle microstructure est grande, plus la ductilité est basse, car pour un taux de déformation donné, la longueur de la propagation d'une fissure formée aux joints de grains augmente quand la taille de grains  $\beta$  augmentant [108].

Une ductilité beaucoup plus importante est obtenue pour la même taille de grains  $\beta$  dans le cas où la couche  $\alpha$  est discontinue, comme dans une microstructure du type necklace, parce que les fissures ne peuvent pas se propager aussi facilement le long des joints de grains  $\beta$  [109].

Un changement de la morphologie de la phase  $\alpha$  primaire (globulaire vers aciculaire) ainsi qu'une croissance de cette phase diminuent aussi la ductilité. Ceci est lié au fait que le libre parcours moyen des dislocations dans la phase  $\alpha$  est augmenté. Aux interfaces des précipités avec la matrice, il y a des contraintes locales importantes qui facilitent la formation de vides aux interfaces et ainsi la fissuration aux joints de précipités [32, 110, 111].

Dans les structures vieilles, la ductilité est plus basse par rapport aux structures seulement mises en solution dans le haut du domaine  $\alpha + \beta$ . Cet effet est lié à une différence importante des résistances mécaniques entre la matrice vieillie ( $\beta$

+  $\alpha$  secondaire) et les précipités  $\alpha$  primaires. A partir d'un certain niveau de contraintes externes il est possible, que les précipités de la phase "douce"  $\alpha$  primaire se déforment déjà plastiquement tandis que la matrice vieillie "dure" se déforme encore élastiquement. De cet effet, les platelets  $\alpha$  primaires fonctionnent comme des entailles dans la matrice  $\beta$ . Il en résulte une concentration locale des contraintes dans la matrice  $\beta$ . Par conséquent, des fissures peuvent déjà se former pour des valeurs de contraintes externes plus faibles [112]. Les ductilités les plus basses sont observées dans le cas de fines dispersions de petits précipités  $\alpha$  comme on peut les obtenir après des traitements de vieillissement, pour lesquels la phase  $\alpha$  est précipitée aux petits particules  $\omega$ .

La tenacité d'un alliage  $\beta$  - métastable est aussi influencée par sa microstructure. Plus précisément, c'est la tortuosité de chemin de propagation des fissures qui est importante pour la tenacité et qui peut être influencée par des changements microstructuraux.

Figure 15 montre l'influence de la morphologie de la phase  $\alpha$  ainsi que celle de la taille de grains  $\beta$  sur la tenacité.

Une morphologie aciculaire de la phase  $\alpha$  primaire conduit à une déviation du chemin de propagation de fissures plus importantes par rapport à celle, provoqué par des précipités globulaires (figures 15a, 15b) et augmente alors la tenacité [5, 16, 32, 95, 97]. Les tenacités les plus basses sont obtenues pour des structures possédant des petits grains  $\beta$  avec des couches de phase  $\alpha$  continue autour de ceux-ci et des précipités globulaires de la phase  $\alpha$  à l'intérieur de grains (figure 15c).

En ce qui concerne les microstructures ne contenant qu'une couche  $\alpha$  continue aux joints de grains  $\beta$ , la taille de grains  $\beta$  doit être prise en considération. Si la taille de grains  $\beta$  est supérieure à la taille de la zone plastique (figure 15d), la fissure créée démarre à l'intérieur du grain et la couche  $\alpha$  n'a pas d'influence. Une fois arrivée au joint de grains, la fissure va se propager le long de ces joints. Pour des microstructures ayant des tailles de grains inférieures à celles de la zone plastique (figure 15e), des fissures peuvent se former aux joints triples et elles se propagent le long des joints de grains. Si les fissures prennent le chemin des joints de grains, plus la taille de grains est large, plus la tenacité est élevée, car la fissure est plus efficacement déviée.

Une augmentation du pourcentage de la phase  $\alpha$  primaire ainsi que l'introduction de la phase  $\alpha$  secondaire lors d'un vieillissement conduisent à une diminution considérable de la tenacité pour un niveau de résistance mécanique donné [32, 97, 104]. Les conséquences des changements microstructuraux sur les propriétés mécaniques (résistance mécanique, ductilité et tenacité) peuvent être résumées comme indiqué dans le tableau 2 [104].

En résumant on constate que les changements microstructuraux affectent les propriétés mécaniques de manière différente. Normalement, chaque amélioration de la résistance mécanique conduit à une dégradation de la ductilité. En ce qui concerne

la ductilité et la tenacité, les deux propriétés ne sont pas toujours influencées de la même manière. L'introduction de la phase  $\alpha$  secondaire dégrade les deux. Un changement de la morphologie de la phase  $\alpha$  primaire par contre améliore une de ces deux propriétés et dégrade l'autre.

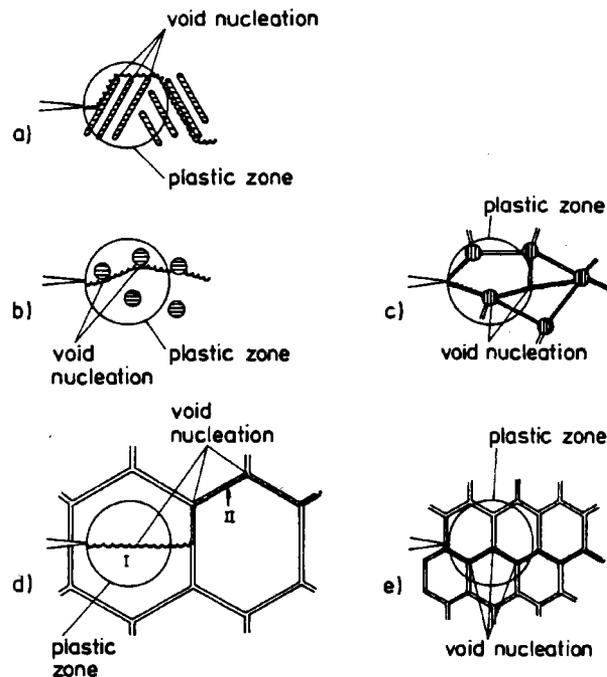


Figure 15: Illustration schématique de la propagation de fissures

Illustration schématique de la propagation de fissures; a)  $\alpha$  aciculaire (déviations importantes des fissures), b)  $\alpha$  globulaire avec une couche  $\alpha$  aux joints de grains  $\beta$  non continue (chemin de fissuration à haute énergie mais faible déviation des fissures), c)  $\alpha$  globulaire avec une couche  $\alpha$  aux joints de grains  $\beta$  continue (chemin de fissuration à faible énergie et faible déviation des fissures), d) microstructure sans  $\alpha$  primaire et d'une zone plastique inférieure à la taille de grains  $\beta$  - I. chemin de fissuration transgranulaire à haute énergie mais faible déviation des fissures, II. chemin de fissuration à faible énergie mais déviation de fissures considérable, e) zone plastique supérieure à la taille de grains  $\beta$  - chemin de fissuration à faible énergie et faible déviation de fissures [104]

Finalement il faut donc pour chaque alliage et application spécifique trouver une microstructure de la manière à obtenir un bon compromis entre les différentes propriétés mécaniques pour que l'alliage réponde le mieux possible aux demandes industrielles.

Microstructure	ductilité	tenacité
<b>alpha primaire:</b>		
<i>pourcentage augmentant:</i>		
$R_{p0,2} = \text{const.}$	-	-
Trait. vieillissement const. ( $R_{p0,2} \downarrow$ )	+	+
<i>morphologie:</i>		
globulaire $\rightarrow$ aciculaire.	-	+
<i>taille augmentante:</i>		
précipités alpha	-	0
grains bêta	-	
<i>couche continue de la phase alpha:</i>	-	0 (-)
<b>alpha secondaire:</b>		
<i>pourcentage augmentant:</i> ( $R_{p0,2} \uparrow$ )	-	-
<i>taille de précipités diminuant:</i> ( $R_{p0,2} \uparrow$ )	-	-

Tableau 2: Effet des paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques; +: amélioration, -: dégradation, 0: aucun effet [104]

#### 2.2.4 Les caractéristiques de l'alliage étudié $\beta$ - Cez

L'alliage du  $\beta$  - Cez, alliage étudié dans le cadre de ce travail, est un alliage du type  $\beta$  - métastable. Il était développé par la société française CEZUS à la fin des années 80. Le but de son développement était d'obtenir un alliage ayant un bon rapport entre résistance mécanique, tenacité et une excellente résistance au fluage pour des températures modérées (jusqu'à 450°C environs) [11, 114].

L'alliage contient 18 % en éléments d'alliage. Sa composition nominale est Ti - 5Al - 2Sn - 4Zr - 4Mo - 2Cr - 1Fe [11].

L'addition d'Al est nécessaire pour obtenir un durcissement maximal par la précipitation de la phase  $\alpha$ . Les éléments Sn et Zr provoquent une amélioration de la résistance au fluage. La stabilité chimique de la phase  $\beta$  est augmentée par les éléments Mo, Cr et Fe. Ces éléments d'alliage sont nécessaires pour permettre une bonne réponse de l'alliage aux traitements thermiques. Le molybdène améliore les propriétés de traction et la résistance au fluage. Les additions de Cr et de Fe sont

très efficaces pour ce qui concerne la diminution de la température du transus  $\beta$  même en petites quantités [113].

Grâce à cette composition chimique, différentes microstructures peuvent être obtenues par différents traitements thermiques ou thermomécaniques. Ces différentes microstructures conduisent finalement à une vaste gamme de caractéristiques mécaniques. Des valeurs de limite d'élasticité de 1200 MPa et même supérieures peuvent être obtenues ainsi qu'une bonne ductilité ( $> 10\%$ ) et des tenacités de plus de 70  $\text{MPa}\sqrt{m}$  [11].

L'alliage  $\beta$  - Cez offre également des caractéristiques de formabilité excellentes. La stabilité structurale au cours des procédés de mise en forme à hautes températures est supérieure à celle de l'alliage Ti - 6Al - 4V. L'alliage est donc moins sensible aux changements de température pendant ces procédés.

Grâce à ses bonnes propriétés mécaniques, l'alliage de  $\beta$  - représente une bonne alternative à l'alliage du Ti - 6Al - 4V pour certaines applications. Il est utilisé par exemple pour la fabrication des disques de compresseurs, comme moyens d'assemblage ou pour réaliser aubes de pompes.

### 3 Méthodes d'analyse et études expérimentales

Ce chapitre a pour but de présenter les différentes méthodes d'analyse exploitées dans le cadre des expériences pratiques. Ceci implique l'explication des bases théoriques des méthodes d'analyse et la description des conditions dans lesquelles les expériences ont été réalisées.

#### 3.1 Analyse de la composition chimique

La composition chimique de la tôle initiale de l'alliage de  $\beta$ -Cez a été déterminée à l'aide d'une microsonde et d'un microscope électronique à balayage (MEB) équipé d'un système EDXA (**E**nery **D**ispersive **X**-ray **A**nalysis).

##### 3.1.1 Principe de fonctionnement de la microsonde et du système EDXA

Le principe général de ces méthodes d'analyse est, qu'un faisceau électronique focalisé arrive à la surface d'un échantillon et que les électrons de ce faisceau interagissent avec cette surface. Le résultat de cette interaction est la création de différents signaux qui permettent d'obtenir des renseignements sur l'échantillon. Les signaux les plus importants sont présentés schématiquement sur la figure 16. Ce sont, entre autres, la radiation caractéristique de rayons X, les électrons secondaires, les électrons rétrodiffusés et les électrons AUGER [115].

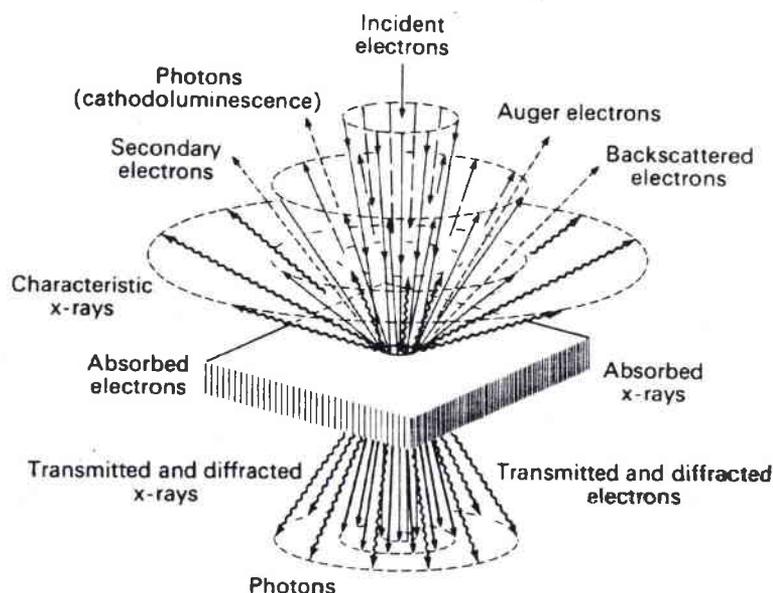


Figure 16: Réaction et interaction d'un faisceau électronique avec un matériau solide [116]

Puisque tous ces signaux contiennent des renseignements spécifiques sur les éléments présents dans l'échantillon, la détection et l'analyse de ces signaux permettent d'obtenir, par exemple, des informations sur la composition chimique de l'échantillon. Le signal exploité dans les cadre des mesures réalisées est la radiation caractéristique de rayons X. Cette radiation est créée si, lors de l'interaction, un électron du faisceau primaire expulse un électron qui se trouve dans le cortège électronique d'un atome de l'échantillon. Le trou créé de cette manière et caractéristique d'un certain niveau énergétique électrons de l'atome de l'échantillon est comblé par le saut d'un électron d'un niveau énergétique plus élevé. L'énergie libérée lors de ce saut conduit à l'émission d'un quantum de la radiation de rayons X. Puisque la différence des énergies entre les différents niveaux énergétiques des électrons dans le cortège électronique est caractéristique pour chaque élément chimique, l'énergie de ce quantum caractérise l'élément considéré.

La radiation de rayons X diffractés peut être analysée de deux manières différentes (voir aussi figure 17). Premièrement on peut analyser l'intensité de cette radiation en fonction sa longueur d'onde  $\lambda$ , méthode appelée WDXA (**W**avelength **D**ispersive **X**-ray **A**nalysis). Une autre possibilité consiste à analyser l'intensité de la radiation en fonction de l'énergie des quanta, méthode appelée EDXA (**E**nergy **D**ispersive **X**-ray **A**nalysis).

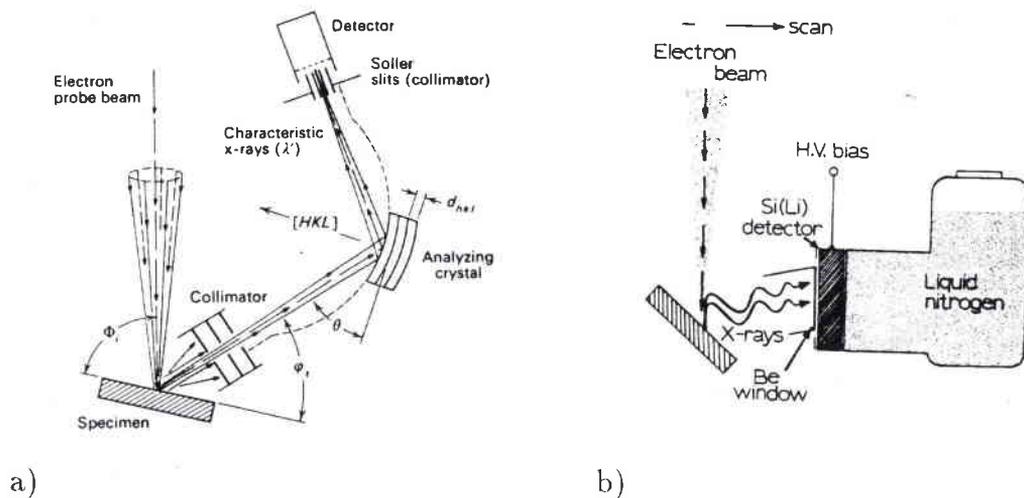


Figure 17: Principe schématique d'un système a) WDXA, b) EDXA [116]

La méthode EDXA permet l'acquisition de tous les signaux arrivant au détecteur en même temps et leur différenciation selon leurs énergies. En ce qui concerne la méthode WDXA, la mesure se fait point par point sur une certaine plage angulaire ce qui augmente considérablement le temps de mesure. Par contre, l'avantage de la méthode WDXA consiste en une meilleure résolution de la mesure [115, 116].

La détermination des pourcentages précises à la microsonde se fait par comparaison

des résultats fournis par un échantillon étalon. Cet échantillon contient un pourcentage bien connu de l'élément que l'on veut mesurer. Il faut donc mesurer les intensités de l'étalon et de l'échantillon. Après une correction du bruit de fond le rapport de ces deux intensités et la composition chimique connue de l'étalon donne le pourcentage de l'élément dans l'échantillon. En ce qui concerne le choix des étalons on prend, si possible, un étalon qui se compose de l'élément pur que l'on veut mesurer.

### 3.1.2 Conditions de mesures pour l'analyse de la composition chimique

Puisqu'une surface bien polie des échantillons utilisés est nécessaire pour cette analyse, les échantillons ont été préparés en suivant des procédures métallographiques indiqués dans le paragraphe 3.7.

A la microsonde, les pourcentages de Ti, de Fe et de O ont été déterminés. Le nombre des points de mesure est égal à 80 et chacun a été mesuré pendant 20 secondes. Les intensités des lignes  $K_{\alpha}$  des trois éléments mesurés sur des cristaux standard ont été prises comme référence.

En ce qui concerne l'analyse EDXA au MEB, une aire de  $10 \times 10 \mu\text{m}$  a été balayée pendant 200 secondes. La procédure de mesure a été répétée deux fois pour améliorer la fiabilité statistique des résultats.

## 3.2 Fabrication des éprouvettes et essais de traction

### 3.2.1 La fabrication des éprouvettes de traction

A partir de la tôle initiale, des éprouvettes plates dont les dimensions sont présentées dans la figure 18 ont été usinées. Les dimensions des éprouvettes ont été définies en respectant les normes ISO 6892 et DIN 50 125.

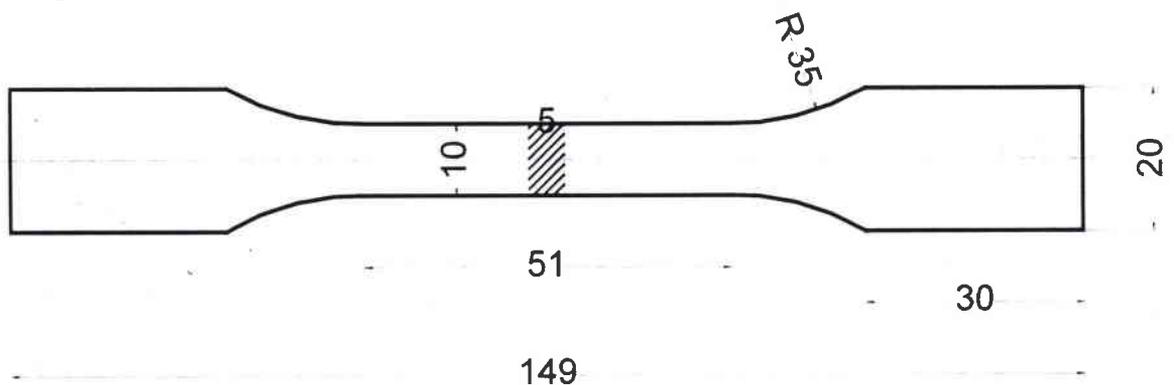


Figure 18: Dimensions des éprouvettes de traction plates

Une flexion importante des éprouvettes de traction pendant l'usinage a été constatée. Cette flexion indique des contraintes internes énormes dans la tôle initiale. Pour minimiser cet effet, un traitement thermique a été effectué à 650°C pendant 15 minutes suivi d'un refroidissement four. Les conditions de ce traitement ont été choisies selon les conseils donnés par DONACHIE [15].

### 3.2.2 Réalisation des essais de traction

Les essais de traction avait pour but de déterminer les caractéristiques mécaniques des échantillons après les différents traitements thermiques. Les caractéristiques déterminées sont la limite d'élasticité  $R_{p0,2}$ , la résistance maximale à la rupture  $R_m$  et l'allongement à la rupture  $A$ .

Les éprouvettes ont été tractionnées à l'aide d'une machine de traction ZWICK 1412. L'allongement a été mesuré à l'aide d'un extensiomètre (longueur initiale de mesure 20,06 mm). La vitesse de traction était constante à 3 mm/min. Des essais de traction jusqu'à rupture et des essais interrompus à certains taux de déformation ont été réalisés.

### 3.3 Les traitements thermiques

Pour la réalisation des différents traitements thermiques, deux types de four ont été utilisés.

Dans un premier temps, une série de traitements a été réalisés sous atmosphère contrôlée (Ar) dans un four de type LINN ELEKTRO THERM dans la société NRU PRÄZISIONSTECHNOLOGIE CHEMNITZ en Allemagne. Les échantillons ont été mis dans un container en acier inoxydable rempli de gaz et fermé par un couvercle. Ce container a été placé ensuite dans le four sous atmosphère air. Malgré toutes les précautions prises, les éprouvettes traitées de cette manière ont été malheureusement oxydées (couche noire à la surface des éprouvettes).

Finalement, pour éviter toute contamination, les éprouvettes ont été mises sous vide dans des ampoules en quartz ou verre de silice (voir figure 19).

Ceci a été réalisé à l'Institut für Chemie de TU Bergakademie Freiberg. La qualité du vide dans les ampoules était de  $10^{-5}$  mbar. Les traitements ultérieurs ont été réalisés dans un four à moufle du type CARBOLYTE sous atmosphère air. Cette dernière méthode n'a pas seulement l'avantage d'éviter toute contamination des échantillons, mais on peut également réaliser très facilement des refroidissements à grandes vitesses après brisure de l'ampoule (par exemple trempe eau) car la récupération des échantillons est très facile.

Puisque les différentes séries des traitements thermiques sont discutés séparément, les conditions précises de ces traitements de chaque série seront données aux paragraphes correspondants au chapitre 4.



Figure 19: Eprouvettes de traction encapsulées dans une ampoule de verre en silice

### 3.4 Analyse chimique d'une couche d'oxyde - la méthode GDOES

Puisque les éprouvettes de traction de la série des traitements thermiques sous atmosphère gazeuse ont montré une couche d'oxyde, la composition chimique de cette couche a été analysée à l'aide de la méthode GDOES (Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy).

#### 3.4.1 Présentation de la méthode GDOES

Lors de cette analyse, l'échantillon se trouve dans un récipient rempli d'argon et il porte une charge électrique négative (cathode) par rapport à une anode (voir figure 20) [117-119].

Une décharge lumineuse est réalisée entre les deux électrodes. Dans cette décharge lumineuse, des ions d'argon sont créés. Ces ions sont ensuite accélérés vers la surface de l'échantillon (cathode). Ceci provoque une atomisation (couche par couche) de la surface de l'échantillon. Les ions de l'échantillon créés de cette manière peuvent entrer en collision avec des ions d'argon. Ils sont alors excités et émettent de la lumière. Cette lumière possède un spectre caractéristique pour chaque élément du système périodique. La lumière est ensuite analysée dans un spectromètre par diffraction par un réseau holographique. Un arrangement spécifique de ce réseau d'après PASCHEN et RUNGE [117] permet la mesure simultanée de toutes les lignes spectrales caractéristiques de tous les éléments contenus dans l'échantillon. Si la mesure est réalisée en fonction du temps, des profils de concentration sur une certaine profondeur peuvent être obtenus.

Puisque la méthode GDOES est une méthode comparative, il faut faire initialement

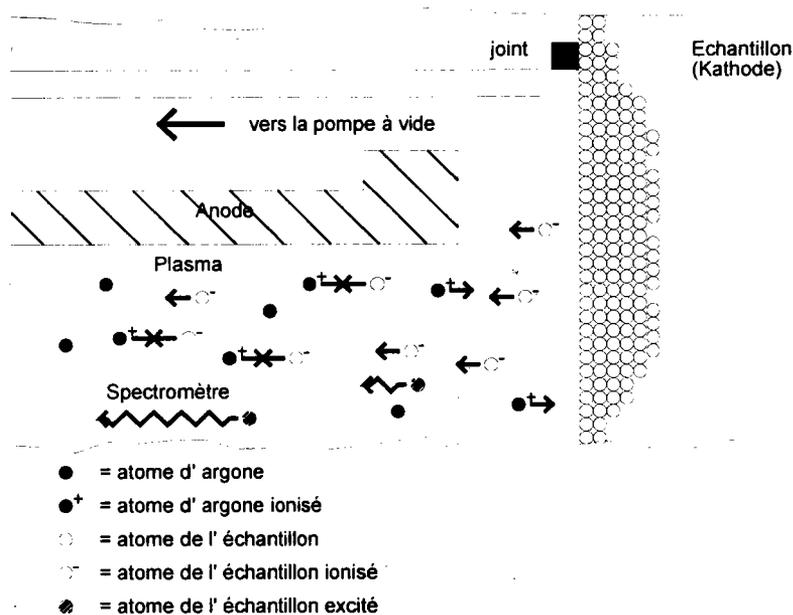


Figure 20: Représentation schématique des processus de l' atomisation et de l' excitation dans un système de GDOES [117]

un étalonnage en mesurant des échantillons dont les concentrations en éléments sont connues. En plus, une calibration est nécessaire pour tenir compte des différents taux d'atomisation des matrices. Si par exemple on a la même concentration d'un élément A dans différentes matrices B, C ou D, on mesurerait différentes intensités et déterminerait différentes concentrations uniquement en raison des taux d'atomisation différents de ces matrices. Il faut donc déterminer les taux d'atomisation pour les différentes matrices, ce qui permet de corriger les variations des intensités.

### 3.4.2 Réalisation des mesures

Les mesures ont été réalisées à l'Université de Chemnitz - Zwickau. La plage de la surface étudiée était de 4 mm en diamètre. Les concentrations des éléments Ti, Mo, N, C, O et H ont été déterminées simultanément. Deux échantillons, qui ont subi deux traitements thermiques différents, ont été mesurés. Ceci avait pour but d'étudier l'uniformité de la composition chimique de la couche de surface pour des paramètres de traitements thermiques différents, c'est-à-dire observer, s'il y a un changement prononcé des concentrations des éléments dans la couche de surface en fonction du traitement thermique.

La tension d'accélération (pour l'excitation des atomes ionisés de l'échantillon) était de 700V, le courant était de 17 mA. L'érosion était de 1,6  $\mu\text{m}$  environ.

### 3.5 La radiocristallographie

L'utilisation de la radiocristallographie avait plusieurs buts. D'une part, elle a permis la détermination qualitative des phases créées dans les échantillons, soit lors des refroidissements à grandes vitesses, soit lors de la déformation. Les positions angulaires de pics des différentes phases observables dans l'alliage étudié sont présentées sous forme d'un tableau dans l'appendice A.

D'autre part, une détermination des paramètres de maille des phases détectées est réalisable et les changements de ces paramètres de maille en fonction des différents traitements thermiques peuvent être suivis.

#### 3.5.1 Le principe général de la radiocristallographie

La diffraction des rayons X a son origine dans l'interaction des photons incidents avec les atomes du réseau cristallin. Plus précisément ils sont élastiquement diffractés [115,120].

D'après le modèle de BRAGG (voir aussi figure 21), on peut considérer la diffraction des rayons X comme une réflexion du faisceau incident sur des plans cristallographiques  $\{hkl\}$  d'un matériau cristallin.

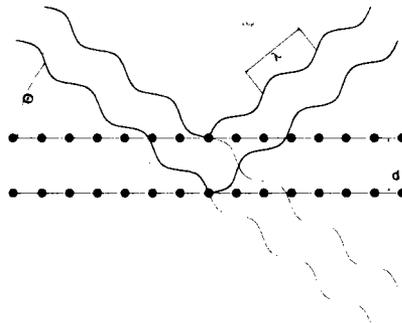


Figure 21: Reflection d'un faisceau incident de rayons X sur des plans cristallographiques d'un matériau cristallin

Si la différence de phase de deux ondes partielles, qui viennent de deux plans cristallographiques voisins est égale à un multiple entier de la longueur d'onde du rayonnement  $\lambda$ , des maxima d'interférence apparaissent. Cet effet est expliqué par la formule de BRAGG 3.1:

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \Theta \quad (3.1)$$

avec  $\lambda$  = longueur d'onde du rayonnement,  $d$  = distance interréticulaire de la famille des plans cristallographiques considérée et  $\Theta$  = angle d'incidence du faisceau initial. Puisque la diffraction des rayons X par le réseau cristallin est liée au paramètre cristallographique  $d$  (qui est lié lui-même aux paramètres de maille de la structure

considérée), chaque structure cristalline produit son diffractogramme typique. Ceci permet d'identifier au moins qualitativement les phases présentes dans un matériau multiphasé, parce que le diffractogramme de l'ensemble correspond à une superposition des diffractogrammes des phases individuelles. Il suffit donc de déterminer les valeurs  $d$  correspondant aux pics du diffractogramme et de les comparer, soit avec des valeurs théoriques calculées (si l'on connaît les phases formées dans le matériau et leurs structures cristallines), soit avec des valeurs listées dans des tableaux de données cristallographiques comme par exemple les fiches ASTM (si les phases et leurs structures cristallines sont inconnues).

### 3.5.2 Conditions de mesures

Les diffractogrammes ont été enregistrées à l'aide d'un goniomètre SIEMENS D 5000 équipé d'une anticathode de cuivre ( $\lambda = 0.154177$  nm) et d'un monochromateur en graphite. La plage angulaire était de  $33^\circ \leq 2\theta \leq 73^\circ$ . D'après des calculs théoriques des diffractogrammes, tenant compte de toutes les phases possibles dans le matériau étudié, c'est dans cette plage angulaire que devraient apparaître des pics bien isolés des différentes phases.

Le temps de mesure était de 20 secondes par pas avec des pas angulaires de  $\Delta\theta = 0,025^\circ$ .

Pour tenir compte de l'effet des gros grains de la phase  $\beta$ , un balayage de l'échantillon de 8 mm a été réalisé.

En ce qui concerne les erreurs de la détermination des paramètres de mailles la précision maximale de cette détermination est estimée à une valeur inférieure ou égale à  $10^{-3}$ . Ceci s'explique par le fait que les pics de diffraction ayant des angles de BRAGG plutôt petits ont été utilisés dans cette détermination. La relation 3.2 illustre cet effet en négligeant l'incertitude sur la longueur d'onde de la radiation de rayons X utilisée sur la précision de détermination de paramètre du maille [121]:

$$\frac{\Delta d}{d} = -\cot \theta \cdot \Delta\theta \quad (3.2)$$

Cette relation montre que pour une variation fixe de l'angle de BRAGG la précision de  $d$  est augmentée par l'augmentation de l'angle  $\theta$ . Cependant on a renoncé à utiliser les pics de diffraction aux angles plus élevés en raison de leurs faibles intensités. Les autres effets limitant la précision de la détermination des paramètres de maille sont l'erreur de la détermination de l'angle de BRAGG  $\Delta\theta$ , la divergence verticale du faisceau primaire, le manque de planéité de la surface de l'échantillon ou le décalage de l'échantillon par rapport à l'axe du goniomètre.

### 3.6 Les mesures des orientations individuelles par EBSD

#### 3.6.1 La méthode de l'EBS

La méthode de l'EBS (Electron Back Scattered Diffraction) [116,122], installée sur un microscope électronique à balayage a été utilisée pour déterminer les orientations individuelles des grains  $\beta$  d' un échantillon.

Le principe de cette méthode de mesure est illustrée sur la figure 22.

Un faisceau électronique arrive avec un petit angle d'incidence (tilt de l'échantillon de  $70^\circ$ ) sur la surface de l'échantillon. Les électrons diffractés sont détectés sur un écran. Par diffraction inélastique, les quantités de mouvement des électrons sont distribuées dans toutes les directions. Ces électrons peuvent ensuite être réfléchis par les plans cristallographiques. Lorsqu'ils satisfont à la loi de BRAGG pour un plan cristallographique donné, ils sont réfléchis sous forme de cônes de KOSSEL. Puisque les angles de BRAGG des électrons sont petits et la distance entre l'échantillon et l'écran de détection est grande, l'intersection de ces cônes avec le plan d'enregistrement donne deux lignes droites. Ces lignes sont appelées bandes de KIKUCHI. Une ligne est claire tandis que l'autre est plus sombre. La ligne claire est formée par les électrons, qui n'ont perdu que très peu de leur énergie pendant la diffraction inélastique. Pour les lignes plus sombres, cette perte est plus élevée. L'intensité entre les deux lignes est due à une diffraction diffuse ultérieure des électrons diffractés et une contribution des électrons secondaires [123].

Chaque bande de KIKUCHI représente alors un plan cristallographique. A l'aide de la position et de la largeur des bandes, l'orientation du grain peut être déterminée.

#### 3.6.2 Les conditions de mesures

Les mesures ont été réalisées à l'aide d'un microscope électronique à balayage du type LEICA S 440 équipé du système EBS commercial OXFORD. La préparation de l'échantillon était la même que celle des échantillons utilisés pour l'analyse métallographique quantitative. Après l'enregistrement du diagramme, l'indexation est automatiquement réalisée par le logiciel.

### 3.7 Etude microstructurale - microscopie optique (MO) et électronique (MEB, MET)

#### 3.7.1 Métallographie quantitative par MO et MEB

La microscopie optique (MO) et la microscopie électronique à balayage (MEB) ont été exploitées pour caractériser les différentes microstructures des échantillons et pour faire une analyse métallographique quantitative (détermination des tailles de grains / précipités etc.).

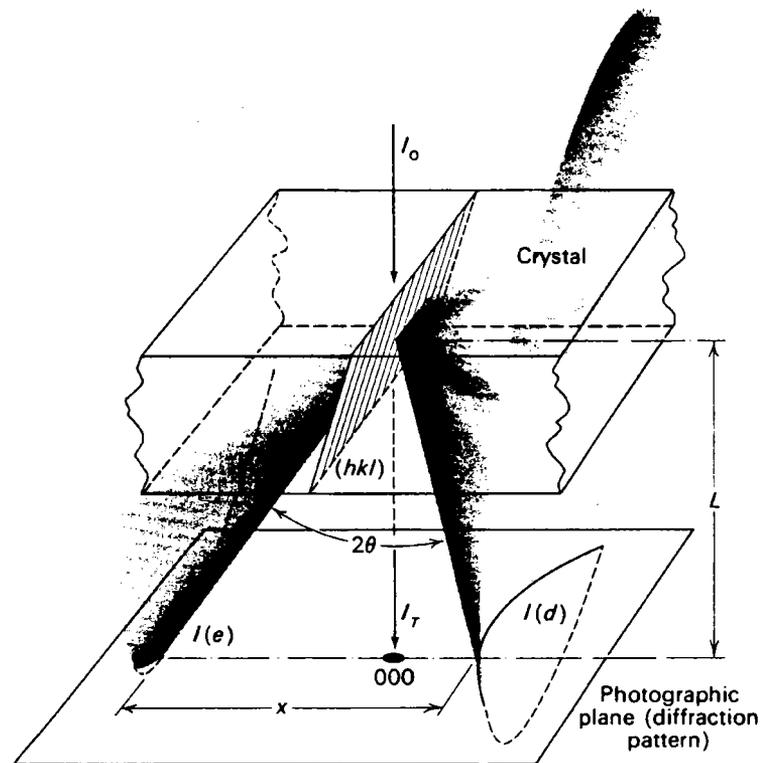


Figure 22: Géométrie de la formation des lignes de KIKUCHI par diffraction des électrons [116]

Le MEB a été utilisé pour compléter la microscopie optique, parce qu'il permet de travailler avec des plus grands agrandissements. Ceci est important pour l'étude des petits précipités et pour obtenir des images suffisamment grandes pour effectuer une analyse d'image manuelle.

Pour cette analyse, des images du MEB avec un agrandissement de 13000x ont été exploitées. La méthode des intersections [115] a été appliquée. Le nombre des lignes exploitées a été identique pour chaque image. Les distances ont été mesurées manuellement. L'erreur sur les mesures est de  $\pm 0,5$  mm pour chaque distance. En tenant compte de l'échelle de l'image, ceci correspond à une erreur de  $\pm 0,06$   $\mu\text{m}$  pour chaque distance mesurée. Puisque cette erreur est importante, on obtient des valeurs élevées pour l'écart type. Malgré cela, les valeurs moyennes déterminées sont représentatives pour les différentes microstructures parce que plusieurs centaines de distances<sup>2</sup> ont été mesurées. Les paramètres microstructuraux déterminés sont la

<sup>2</sup>Puisque la taille de l'image exploitée est identique pour les différentes microstructures toutefois la taille des précipités varie en fonction des conditions précises des différents traitements thermiques les nombres de mesures changent pour chaque microstructure

taille de grains / domaines  $\beta^3$  ainsi que les longueurs et largeurs des précipités  $\alpha$ . La préparation des échantillons pour le MO et le MEB est identique. Après avoir enrobés les échantillons dans une résine conductrice (STRUERS Demotec 70) ils ont été polis avec du papier abrasif d' une gradation de 180 jusqu'à 4000. Pour le polissage final un drap OP-CHEM de STRUERS avec une solution composée de 70 % de la suspension OPS (Struers) et 30 % de l'eau oxygénée a été utilisé. L'attaque chimique a été réalisée à l'aide d'une solution contenant 50ml d'eau, 40ml de l'eau oxygénée, 5ml d'acide fluorique et 5ml d'acide nitrique. Un temps de 10 secondes a été suffisant pour bien développer les microstructures.

### 3.7.2 Analyses des structures et des mécanismes de déformation par MET

La microscopie électronique à transmission est utilisée pour étudier les précipités martensitiques métastables créés au cours de la sollicitation et des systèmes de glissement des dislocations.

#### 3.7.2.1 Détermination des systèmes de glissement

Pour la détermination des systèmes de glissement dans la phase  $\beta$ , un procédé développé à l'Université de Clausthal [124] a été utilisé, qui sera ensuite brièvement présenté.

Tout d'abord il faut déterminer l'orientation du grain dans lequel on travaille par enregistrement et indexation d'un diagramme de KIKUCHI (voir paragraph EBSD) par ordinateur. Ceci donne la direction du faisceau incident  $\vec{g}$ . Les vecteurs de Burgers  $\vec{b}$  sont ensuite déterminés en utilisant le critère  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$  [116]. Pour un vecteur de Burgers choisi, le logiciel donne les réflexions, pour lesquels le critère est satisfait et on obtient également les angles de tilt grâce à un support de double tilt pour amener l'échantillon de son position actuelle sur la position de réflexion. Si la dislocation a disparue après un tel tilt, il faut tilter sur une autre réflexion, pour laquelle la dislocation devrait aussi disparaître. Il est conseillé de vérifier la disparition des dislocations par la réalisation d'un fond noir. Si la dislocation ne disparaît pas, il faut tester un autre vecteur de Burgers.

La ligne de dislocation  $\vec{u}$  est déterminée par la réalisation de deux mesures de la direction de la ligne de la dislocation sous deux angles différents, qui doivent être assez éloignés l'un de l'autre ( $\geq 30^\circ$ ), pour minimiser les erreurs de mesures. A l'aide de ces deux directions mesurées et de l'orientation connue du faisceau incident, un plan contenant la ligne de dislocation est calculé pour chacune de ces deux mesures. La ligne d'intersection de ces deux plans est la ligne de dislocation.

<sup>3</sup>On appelle un domaine  $\beta$  la distance entre deux précipités  $\alpha$  dans les structures  $\alpha + \beta$

A l'aide de la ligne de dislocation, le plan de glissement  $\vec{n}$  peut être obtenu en faisant le produit vectorielle  $\vec{n} = \vec{b} \times \vec{u}$ .

### 3.7.2.2 Réalisation des études et préparation des lames minces

Les études ont été réalisées sur un MET Philips CM 200 équipé d'un support de double tilt piloté par ordinateur.

En ce qui concerne la préparation des lames minces, des tranches minces d'environ 200  $\mu\text{m}$  ont été découpées à l'aide d'une microtrancheuse. Ces tranches ont été ensuite amincies manuellement avec du papier abrasif 1200 jusqu'à une épaisseur de 100  $\mu\text{m}$  environ. Après avoir découpé les disques de 3 millimètres de diamètre, il sont amincis électrolytiquement à l'aide d'une polisseuse TENUPOL de STRUERS en utilisant un électrolyte contenant 236ml de méthanol, 140ml d'ester monobutylique d'éthylenglycol et 24ml d'acide perchlorique. Les meilleurs résultats ont été obtenus en travaillant à une température de - 35°C et en choisissant une tension de 22 V et une vitesse du faisceau électrolytique (flowrate) de 6.

## 4 Analyse des résultats et discussion

### 4.1 Etude initiale sur trois traitements thermiques différents réalisés dans des conditions industrielles

Dans un premier temps, les caractéristiques mécaniques (propriétés de traction et tenacité) d'une série de trois échantillons, ayant subi trois traitements différents, ont été étudiées. L'étude de ces trois nuances s'a inscrit dans un projet de recherche commun du laboratoire LETAM et de la société CEZUS. Les paramètres de ces trois traitements ont été définis en tenant compte et des résultats déjà obtenus au laboratoire [9, 10] et des résultats des études menées par CEZUS [113, 125] sur la relation entre la microstructure et le comportement mécanique de l'alliage  $\beta$  - Cez. Les paramètres des traitements thermiques sont présentés dans le tableau 3:

Echantillon	traitement thermique
E1	800°C/1h/TE
E2	800°C/1h/TE + 600°C/8h/TA
E3	920°C/1h/TA + 800°C/1h/TE + 600°C/8h/TA

Tableau 3: traitements thermiques des 3 nuances du  $\beta$  - Cez

L'abréviation TE signifie une trempe à l'eau comme refroidissement tandis que TA signifie une trempe à l'air.

Le traitement thermique choisi pour l'échantillon E1 avait pour but de créer une microstructure qui se compose d'une quantité pas trop élevée de précipités  $\alpha$  (surtout sous forme de platelets) dans une matrice  $\beta$ . Pour cette microstructure, une stabilité mécanique<sup>4</sup> de la phase  $\beta$  plutôt faible et des tailles de domaines  $\beta$  de l'ordre de grandeur de plusieurs micromètres sont attendus, ceci en raison de la précipitation limitée de la phase  $\alpha$ . Compte tenu de cela, deux mécanismes de déformation (glissement cristallographique et transformation martensitique) devraient intervenir lors de la déformation par traction. Ceci devrait permettre d'obtenir une résistance mécanique ( $R_m$  et  $R_{p0,2}$ ) qui n'est pas trop élevée et une ductilité assez importante. La microstructure de l'échantillon E2 devrait posséder une résistance mécanique plus élevée et une ductilité plus basse en comparaison avec l'échantillon E1, ceci étant dû à la précipitation d'une certaine quantité de la phase  $\alpha$  secondaire sous forme des petits platelets lors du vieillissement. En augmentant la stabilité mécanique de la phase  $\beta$  par cette précipitation et en réduisant la taille des domaines  $\beta$ , le seul mécanisme de déformation dans la phase  $\beta$  devrait être le glissement cristallographique.

<sup>4</sup>Par la suite, "stabilité mécanique" de la phase  $\beta$  signifie la résistance à la transformation martensitique de phase lors d'une déformation, ceci est déterminée par la composition chimique

Finalement, le troisième traitement thermique a été choisi pour étudier l'influence d'une récrystallisation  $\beta$  précédente sur les propriétés mécaniques d'un échantillon ultérieurement mis en solution dans le domaine  $(\alpha + \beta)$  et vieilli.

Les traitements thermiques ont été effectués par le centre de recherche de la société CEZUS dans des conditions industrielles sur des larges tôles d'une épaisseur de 25 mm.

#### 4.1.1 Essais de traction et de ténacité

La fabrication des éprouvettes ainsi que la réalisation des essais mécaniques a été également faite par CEZUS. Pour les essais de traction, des échantillons cylindriques avec un diamètre de 5 mm et une longueur de 25 mm ont été usinés. L'axe de traction a été parallèle à la direction de laminage de la tôle initiale. En ce qui concerne les éprouvettes de ténacité CT 20, l'entaille a été parallèle à la direction de laminage de la tôle initiale et perpendiculaire à la direction de sollicitation.

La vitesse de traction lors des essais de traction était de 10 MPa/s dans le domaine élastique tandis que dans le domaine plastique la vitesse de déformation était de 15 % par minute. La vitesse de chargement des essais de ténacité était de 45 N / s.

Les résultats de ces essais sont résumés dans le tableau 4. Les valeurs représentent les moyennes de trois mesures individuelles.

Echantillon	$R_m$ /MPa	$R_{p0,2}$ /MPa	A/%	$K_{IC} / \text{MPa} \sqrt{m}$
1	1100	1049	8,25	78,53
2	1294	1218	4,25	56,77
3	1224	1136	4,73	50,88

Tableau 4: Résultats des essais de traction de 3 nuances du  $\beta$  - Cez

L'échantillon E1 montre la contrainte maximale à la rupture ( $R_m$ ) et la limite d'élasticité ( $R_{p0,2}$ ) la plus basse pour les trois échantillons étudiés. En ce qui concerne les valeurs correspondantes de l'échantillon E2, une augmentation considérable de 169 MPa pour la limite d'élasticité et de 194 MPa pour la contrainte maximale à la rupture peut être constatée. Les valeurs respectives de l'état récrystallisé dans le domaine  $\beta$  (échantillon E3) sont situées entre celles des deux échantillons discutés précédemment.

Par contre, la ductilité est la plus élevée pour l'échantillon E1. Après vieillissement, elle baisse de 50 % environ. Pour les échantillons E2 et E3, les ductilités sont pratiquement identiques.

Finalement un seul traitement de mise en solution dans le haut de la domaine  $\alpha + \beta$  conduit à la meilleure ténacité. Elle chute considérablement après le vieillissement

mais cette réduction est encore plus prononcée dans le cas d'une recristallisation initiale dans le domaine  $\beta$ .

#### 4.1.2 Etude microstructurale

##### 4.1.2.1 Les microstructures observées par MEB

Les microstructures des trois états différents observées par MEB sont montrées dans les figures 23-25.



Figure 23: Microstructure par MEB de l'échantillon E1



Figure 24: Microstructure par MEB de l'échantillon E2

Généralement, des précipités  $\alpha$  sont présents dans les trois microstructures. La phase  $\alpha$  est précipitée aux joints de grains  $\beta$  et sous forme de platelets à l'intérieur de ces grains. Ces derniers possèdent des longueurs et des orientations différentes. Ils couvrent pratiquement tout l'intérieur des grains  $\beta$ . Dans la microstructure de l'échantillon E1 on trouve également quelques précipités nodulaires de la phase  $\alpha$ . Le plus grand nombre de platelets  $\alpha$  est présent dans la microstructure de l'échantillon E3. Les platelets de cet échantillon sont également les plus fins. Les longueurs

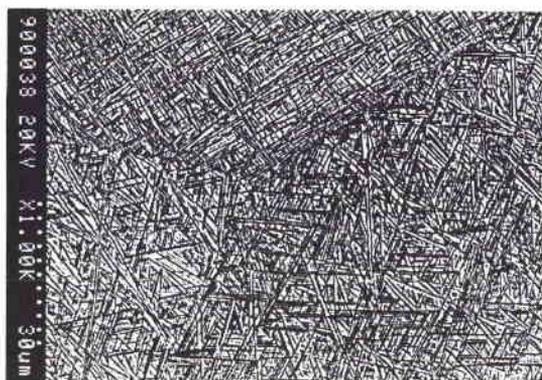


Figure 25: Microstructure par MEB de l'échantillon E3

des platelets varient fortement dans les trois microstructures. Les platelets les plus longs possèdent des longueurs de  $20 \mu\text{m}$  environ. Dans toutes les microstructures, les largeurs des platelets  $\alpha$  sont inférieures à  $1 \mu\text{m}$ . Quant à la précipitation de la phase  $\alpha$  aux joints de grains  $\beta$ , elle forme une couche non continue autour des grains dans les microstructures des échantillons E1 et E2 tandis qu'elle est continue dans l'échantillon E3.

La taille de domaines  $\beta$  a été déterminée à l'aide de la méthode d'analyse d'image précisée au chapitre 3.7.1. Le tableau 5 résume les moyennes des tailles de domaines  $\beta$  obtenus. Les distributions de la taille  $\beta$  pour les trois échantillons sont présentées dans la figure 26.

Echantillon	points de mesure	$\langle d \rangle / \mu\text{m}$
1	313	$0,88 \pm 0,29$
2	359	$0,65 \pm 0,20$
3	501	$0,33 \pm 0,12$

Tableau 5: Taille moyenne des domaines  $\beta$  dans les 3 nuances du  $\beta$  - Cez

Pour tous les trois traitements thermiques, la taille moyenne des domaines  $\beta$  est inférieure à  $1 \mu\text{m}$ . Le traitement de l'échantillon E1 conduit aux domaines  $\beta$  les plus grands. Les domaines sont plus petits pour l'échantillon E2 et les domaines les plus petits sont observés dans la microstructure de l'échantillon E3. Les distributions des tailles de domaines peuvent être caractérisées par une distribution du type log normale. C'est la distribution habituelle pour la taille de grains ou domaines d'un matériau [126], parce que ces tailles ne sont pas indépendantes l'une de l'autre. C'est-à-dire, qu'un grain ne peut croître qu'au dépens de ses voisins.

Pour l'échantillon E3 la distribution est plus étroite que celles des deux autres échantillons. Les domaines les plus grands dans la microstructure de cet échantillon

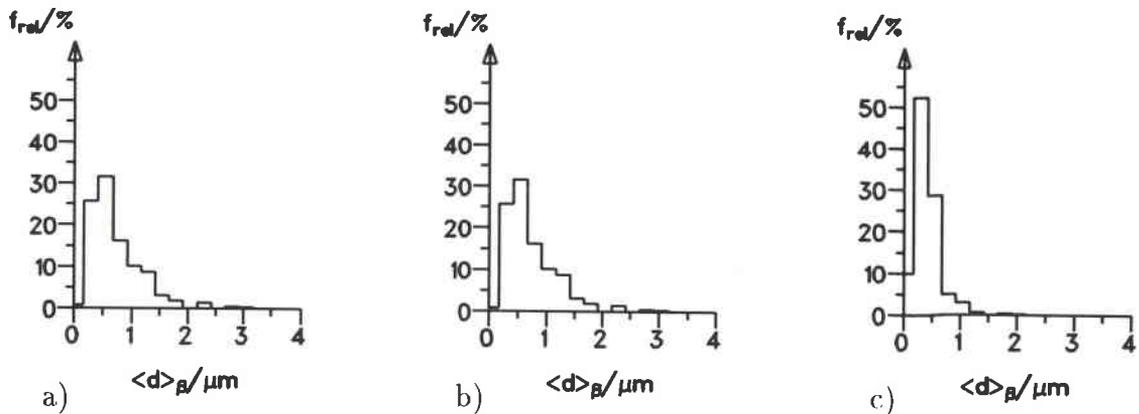


Figure 26: Distributions des tailles de domaines  $\beta$ : a) E1, b) E2, c) E3

sont de l'ordre de grandeur de  $2 \mu m$ , tandis que les domaines les plus grands des échantillons E1 et E2 possèdent des tailles de  $3 \mu m$  environ.

#### 4.1.2.2 Identification des phases

Des diffractogrammes des rayons X des trois microstructures après traction sont présentées dans les figures 27-29.

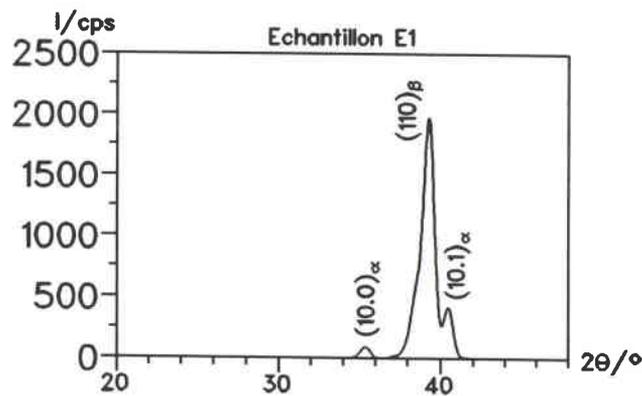


Figure 27: Diffractogramme de rayons X de l'échantillon E1

Les diffractogrammes montrent des pics qui peuvent être identifiés comme des pics des phases  $\alpha$  et  $\beta$ . Il n'y a pas d'autres pics. Ceci indique que les trois microstructures ne contiennent probablement que ces deux phases.

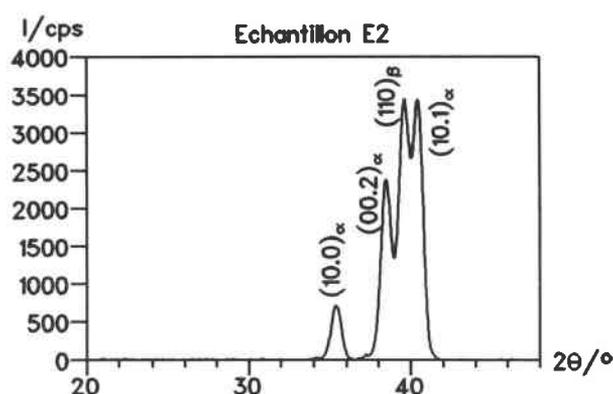


Figure 28: Diffractogramme de rayons X de l'échantillon E2

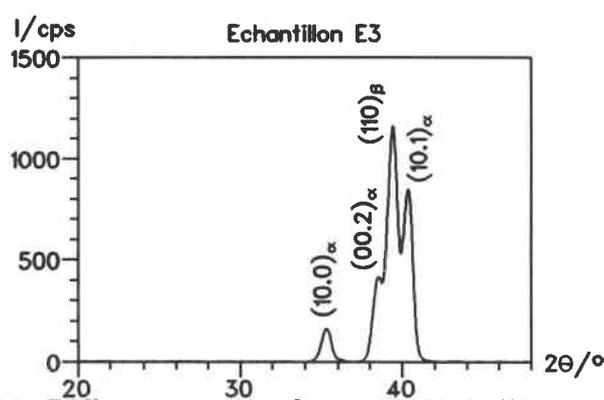


Figure 29: Diffractogramme de rayons X de l'échantillon E3

#### 4.1.2.3 Les microstructures observées par MET

Les microstructures des trois nuances observées au MET sont montrées dans les figures 30-32.

Des nombreuses dislocations sont visibles dans les deux phases. Elles s'arrêtent aux joints de phases. Des dislocations passant l'interface des deux phases n'ont pas été trouvées lors les observations. A certains joints de phase des franges du type MOIRÉ sont présentes. Ces franges peuvent se former, entre autre, si le faisceau électronique incident tombe simultanément sur deux cristaux, qui sont superposés et qui présentent un plan cristallographique diffractant parallèle mais des paramètres de maille différents [127]. Dans ce cas, ces franges se forment si le faisceau diffracté de chaque cristal peut se récombinaison avec le faisceau incident pour former l'image finale. Donc, une double diffraction est nécessaire pour la formation de ces franges. Compte tenu du fait, qu'un plan parallèle entre les deux cristaux est nécessaire, l'observation de ces franges prouve alors l'existence d'une relation d'orientation entre ces deux cristaux et leur apparition indique dans notre cas l'existence de la relation d'orientation de BURGERS entre les phases  $\alpha$  et  $\beta$ .

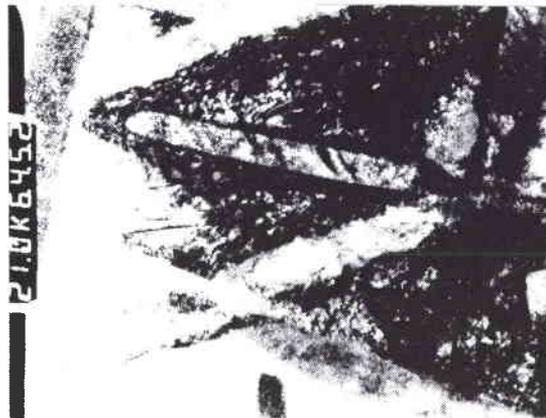


Figure 30: Microstructure par MET de l'échantillon E1



Figure 31: Microstructure par MET de l'échantillon E2

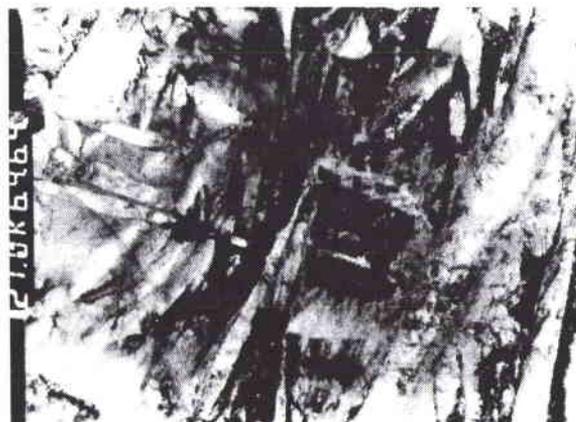


Figure 32: Microstructure par MET de l'échantillon E3

A coté du glissement cristallographique, aucun autre mécanisme de déformation ne peut être observé. Aucune indication, ni pour l'activation du maclage ni pour la transformation martensitique de la phase  $\alpha''$ , n'a pas pu être observée.

#### 4.1.3 Conclusion

Les résultats de cette étude initiale montrent clairement la dépendance des propriétés mécaniques en fonction de la microstructure après différents traitements thermiques. Le pourcentage de la phase  $\alpha$ , ainsi que sa morphologie et sa distribution sont des paramètres importants. Un pourcentage augmenté de la phase  $\alpha$ , dû à un deuxième traitement thermique (vieillessement), augmente considérablement la résistance mécanique du matériau mais baisse simultanément la ductilité. L'augmentation de la résistance mécanique est due à un nombre d'interfaces  $\alpha / \beta$  plus élevé qui représentent des obstacles au mouvement des dislocations pendant la déformation. Par contre, cette précipitation supplémentaire de la phase  $\alpha$  conduit à un durcissement de la matrice  $\beta$  vis-à-vis des platelets de la phase  $\alpha$  primaire. Le résultat de cela est une augmentation de la différence des résistances mécaniques entre les deux phases. Le platelet  $\alpha$  primaire commence à se déformer plastiquement plus tôt et fonctionne de cette manière comme une entaille interne dans la matrice  $\beta$ . Il y a alors une concentration locale des contraintes à la pointe de ces entailles internes ce qui facilite finalement la fissuration et la fracture. Les valeurs de la ductilité des échantillons E2 et E3 sont pratiquement identiques. Il semble alors que les platelets  $\alpha$  plus fins et plus nombreux dans la microstructure après une recristallisation  $\beta$ , ne provoquent pas une baisse marquée de la ductilité par rapport à celle d'une microstructure qui n'a subi qu'un traitement de mise en solution suivie d'un vieillissement.

Par contre, cette recristallisation initiale a un effet prononcé sur la tenacité. L'échantillon E3 présente la tenacité la plus basse. Puisque la géométrie du chemin de la propagation d'une fissure influence surtout la tenacité, la microstructure de cet échantillon, avec la couche  $\alpha$  continue autour des grains  $\beta$  et la haute densité de fins platelets  $\alpha$  à l'intérieur de ces grains est néfaste à la tenacité. En raison de la présence de la couche  $\alpha$  continue autour de grains  $\beta$ , une fissure, préférablement créée dans cette couche, peut se propager très facilement. Une fissure à l'intérieur des grains se propage le long de ceux-ci et son chemin de propagation est relativement droit, parce que les nombreux platelets fins ne sont pas efficaces pour dévier la fissure (voir chapitre 2.2.3). Grâce à leurs couches  $\alpha$  discontinues, les échantillons E1 et E2 présentent des tenacités plus élevées. La tenacité la plus élevée est observée pour la microstructure ayant été traitée 1 heure à 800°C trempée eau, qui contient la plus petite quantité des platelets  $\alpha$ , parce que cette microstructure peut le mieux dévier des fissures.

L'analyse des mécanismes de déformation montre que ce n'est que du glissement

cristallographique qui est activé au cours de la déformation. Aucune indication pour l'initialisation de la transformation martensitique  $\alpha''$  ne peut être observée. Ceci peut être expliqué par le fait que les microstructures obtenues ne présentent pas des paramètres microstructuraux favorables à l'activation de cette transformation de phases. Les tailles de domaines  $\beta$  qui sont inférieures à  $1 \mu\text{m}$  pour toutes les microstructures sont trop petites. De plus, les quantités relativement élevées de la phase  $\alpha$  précipitée dans les microstructures donnent des stabilités mécaniques élevées de la phase  $\beta$ . Ceci réduit aussi la tendance de cette phase à se transformer en martensite au cours de la déformation plastique.

En résumé, il faut constater, que les microstructures obtenues après les trois différents traitements thermiques, ne correspondent pas tout à fait à celles envisagées initialement. Cette différence peut s'expliquer par le fait que les paramètres des traitements réalisés ont été définis suivant des résultats obtenus sur de petits échantillons au laboratoire, les traitements thermiques par contre, ont été réalisés sur des larges tôles dans des conditions industrielles. Dans ce cas, pour le même cycle de traitement thermique, les vitesses de chauffage et de refroidissement peuvent être différentes pour un petit échantillon où pour une large tôle industrielle. Par conséquent, la microstructure résultante montre elle aussi des différences. Si on prend par exemple la vitesse de refroidissement pour une trempe eau, toute la section d'un petit échantillon est refroidie de façon homogène tandis que dans la tôle industrielle, il est bien possible d'avoir un gradient de la vitesse de refroidissement. Cela veut dire, que le bord de la tôle est rapidement refroidi mais le coeur refroidit plus lentement et, par cet effet, une précipitation de la phase  $\alpha$  supplémentaire peut se produire dans cette zone. Le résultat est une microstructure, qui est hétérogène et différente de celle, qu'on obtiendrait pour le même traitement thermique dans des conditions de laboratoire.

Tenant compte de ces effets, une nouvelle série de traitements thermiques a été définie et réalisée au laboratoire. Les résultats sur l'interaction entre la microstructure, les mécanismes de déformation activés et le comportement mécanique résultant de cette série font l'objet du chapitre suivant.

## 4.2 La nouvelle série de traitements thermiques

Les échantillons de cette série proviennent de la même coulée que les échantillons étudiés précédemment. L'histoire du matériau (conditions d'élaboration) est donc identique. Une tôle brute de laminage à chaud a été fournie par la société CEZUS. Le laminage à chaud a été effectué en plusieurs séquences. L'épaisseur de la tôle initiale était de 81 mm, son épaisseur finale est de 26 mm. Ceci fait un taux de réduction d'environ 68 %. Les températures de laminage étaient situées entre 880° et 850° dans le haut de la domaine  $\alpha + \beta$ . Après laminage, la tôle a été refroidie à l'air.

### 4.2.1 La composition chimique de la tôle initiale

La composition chimique de la tôle initiale venant de la coulée 202334 de CEZUS, analysée à l'aide des procédés décrits au paragraphe 3.1, est donnée dans le tableau 6:

Ti / % pds	Al / % pds	Fe / % pds	Cr / % pds	Zr / % pds	Mo / % pds	Sn / % pds	O / % pds
balance	5,92	0,96	2,13	3,80	3,38	1,75	≤ 0,1

Tableau 6: Composition chimique de la tôle initiale de l'alliage du  $\beta$ -Cez

### 4.2.2 La microstructure de la tôle initiale

La microstructure initiale de la tôle fournie ainsi que le diffractogramme par rayons X sont montrés dans la figure 33.

La microstructure se compose des deux phases  $\alpha$  et  $\beta$ . Trois morphologies de la phase  $\alpha$  peuvent être distinguées, la phase  $\alpha$  aux joints de grains, la phase  $\alpha$  sous forme de nodules et, en majorité, la phase  $\alpha$  aciculaire. Ces platelets fins possèdent des longueurs variables. Les platelets les plus longs peuvent être estimés pour avoir environ 20  $\mu\text{m}$ . La taille moyenne des nodules  $\alpha$  est de 3  $\mu\text{m}$  environ.

La taille moyenne des domaines  $\beta$  est égale à 0,33.

### 4.2.3 Les propriétés mécaniques de l'état initial

Les propriétés mécaniques ont été déterminées à l'aide d'essais de traction; la figure 34 montre un exemple de courbe de traction.

Après le domaine élastique, la courbe de traction est caractérisée par une légère augmentation linéaire de la tension dans le domaine plastique jusqu'à la rupture.

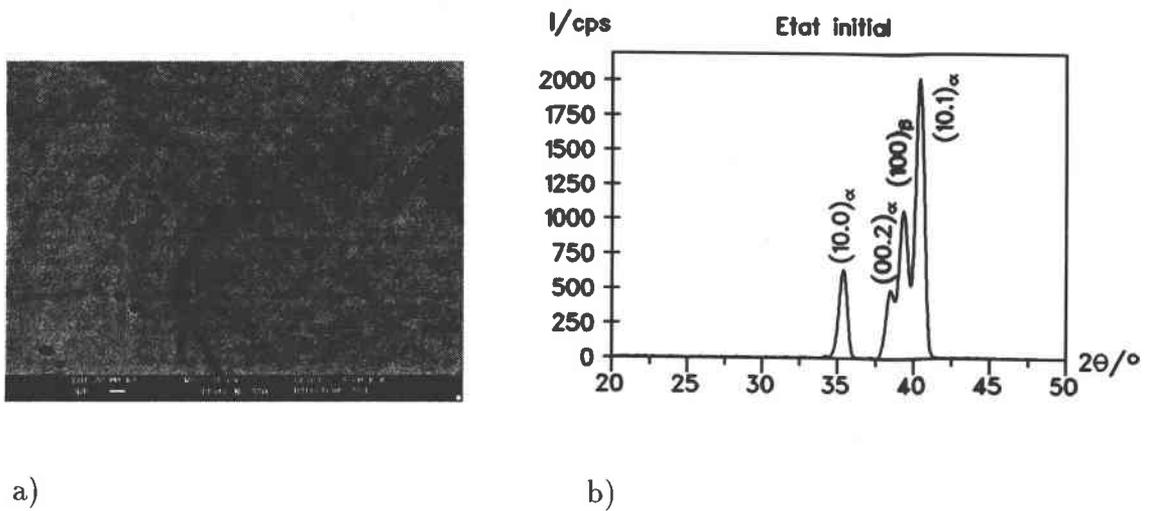


Figure 33: a) Micrographie par MEB de l'état initial avant déformation, b) diffractogramme de rayons X correspondant

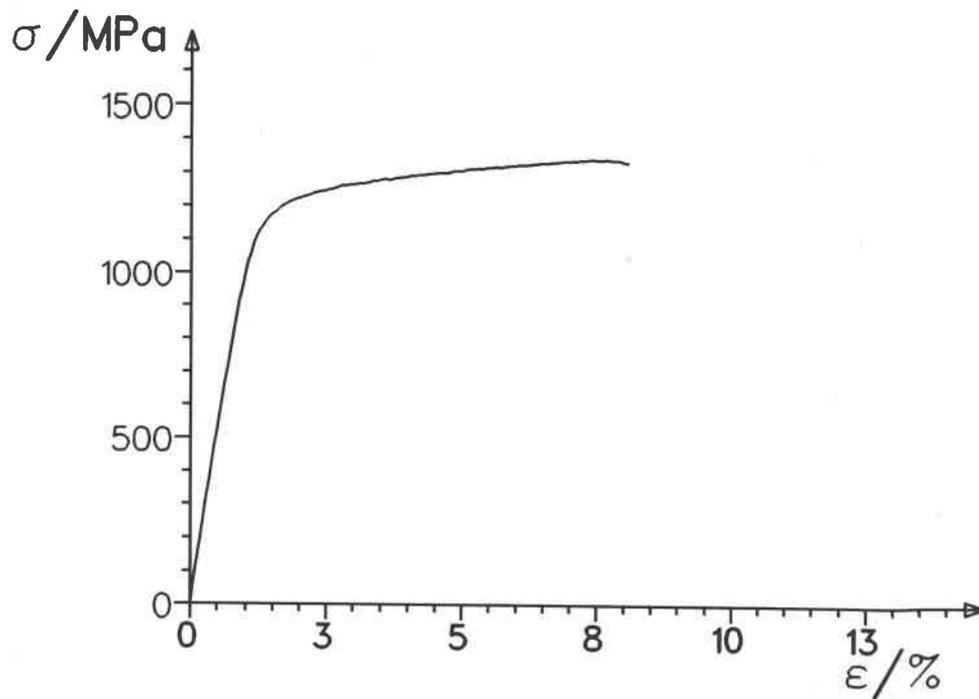


Figure 34: Courbe de traction de l'état initial

La résistance mécanique ( $R_m$ ), la limite d'élasticité ( $R_{p0,2}$ ) ainsi que l'allongement (A) sont donnés au tableau 7.

$R_m$ / MPa	$R_{p0,2}$ / MPa	A / %
1339	1167	6,7

Tableau 7: Valeurs des caractéristiques mécaniques de l'état initial

#### 4.2.4 Choix de nouveaux paramètres des traitements thermiques

Les conditions des nouveaux traitements thermiques effectués sont résumées dans le tableau 8.

échantillon	$T_{sol}$ / °C	t / h	refroidissement	$T_{viei}$ / °C	t / h	refroidissement
TI920	920	1	trempe eau	-	-	-
TI870	870	1	trempe eau	-	-	-
TI870A	870	1	trempe eau	600	8	trempe air
TI860	860	1	trempe eau	-	-	-
TI860A	860	1	trempe eau	600	8	trempe air
TI850	850	1	trempe eau	-	-	-
TI850A	850	1	trempe eau	600	8	trempe air

Tableau 8: Traitements thermiques de la deuxième série d'échantillons

$T_{sol}$  représente la température de mise en solution, tandis que  $T_{viei}$  signifie la température de vieillissement après une mise en solution.

En ce qui concerne les traitements des échantillons TI870, TI860 et TI850, leurs microstructures composées de peu de platelets  $\alpha$  dans une matrice  $\beta$  devraient être favorables à l'activation et du glissement cristallographique et de la transformation martensitique de phase  $\alpha''$  comme mécanismes de déformation. Puisque les traitements thermiques sont réalisés à une température proche du transus  $\beta$ , des tailles de domaines  $\beta$  de quelques micromètres sont attendus ainsi qu'une faible stabilité mécanique de la phase  $\beta$ . En faisant varier la température entre 870°C et 850°C, l'influence des petites variations de la microstructure sur les mécanismes de déformation et sur le comportement mécanique peut être établie. L'étude est étendue à un état  $\beta$  recuit (TI920). Cet échantillon, traité à 30°C au-dessus de la température du transus  $\beta$  et trempé à l'eau, devrait être monophasé avec des gros grains  $\beta$  de l'ordre de grandeur de 200 à 300  $\mu\text{m}$ . En raison de la la stabilité mécanique plus faible de tous les échantillons (tous les éléments alphas sont dissolus dans cette

phase), cet état devrait présenter la microstructure la plus favorable à l'initialisation de la transformation martensitique.

Finalement, trois états vieillis (TI870A - TI850A) complètent cette série. Ces trois états devraient avoir des résistances mécaniques plus élevées et des ductilités plus faibles par rapport aux autres échantillons. Leurs microstructures contiennent une quantité plus importante de platelets  $\alpha$  en raison du deuxième traitement thermique et ils permettent donc d'étudier l'influence d'un traitement de vieillissement ultérieur sur les mécanismes de déformation activés et le comportement mécanique qui en résulte. Un état  $\beta$  recuit et vieilli n'a pas été réalisé parce que les propriétés mécaniques d'une telle microstructure sont connues pour être médiocres [9, 10].

#### 4.2.5 Etude de la couche superficielle des échantillons traités sous atmosphère contrôlée

Puisque les échantillons, traités dans un premier temps sous atmosphère contrôlée (Ar), ont tous présenté une couche noire à la surface; la nature de cette couche a été étudiée.

Une analyse chimique de cette couche a été effectuée à l'aide de la méthode GDOES, dont le principe est présenté au chapitre 3.4.

Figure 35 montre les concentrations des éléments Ti, N, C, H, O et Mo en fonction de la profondeur pour un échantillon traité à 870°C pendant une heure et trempé à l'eau.

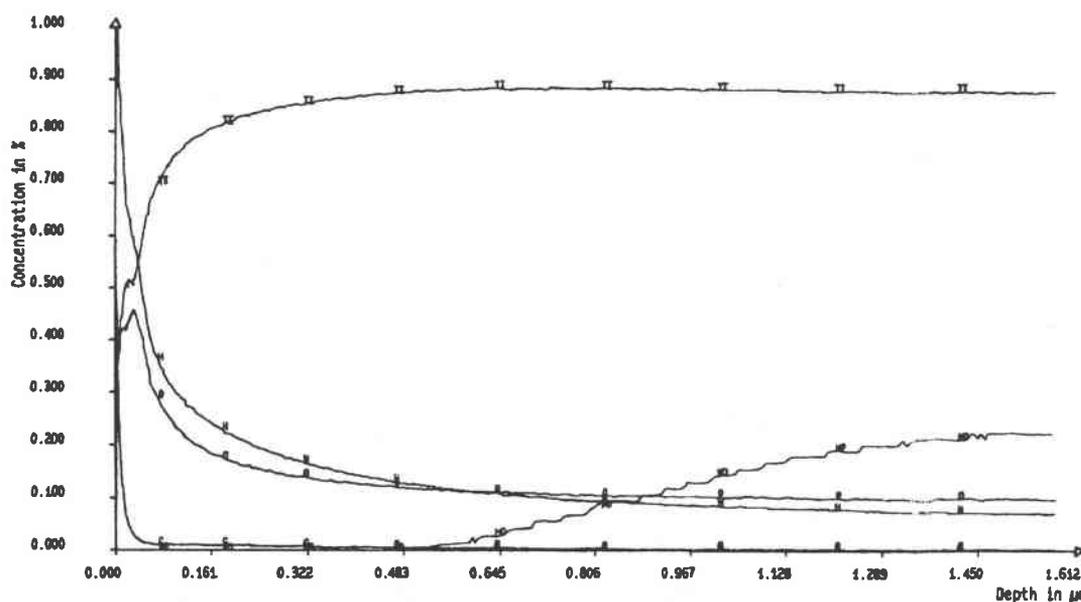


Figure 35: Concentrations des éléments Ti, N, C, H, O et Mo en fonction de la profondeur de la couche superficielle

Les plages de concentrations mesurées (l'axe des coordonnées  $y$ ) varient pour les différents éléments mesurés. Pour les éléments Ti, C et O, les concentrations en pourcents massiques ont été déterminées entre 0 et 100% tandis que celles des éléments N et Mo varient entre 0 et 10%. Finalement la concentration en H est donnée entre 0 et 1%.

Les mesures montrent une forte concentration des éléments H, O, et C juste à la surface. On trouve comme concentrations maximales environ 1 % H, 58 % C et 41 % O. Ces teneurs diminuent rapidement avec la profondeur. La couche noire à la surface des échantillons est donc une couche du type carbo-oxyde. Figure 36 montre la micrographie du même échantillon.

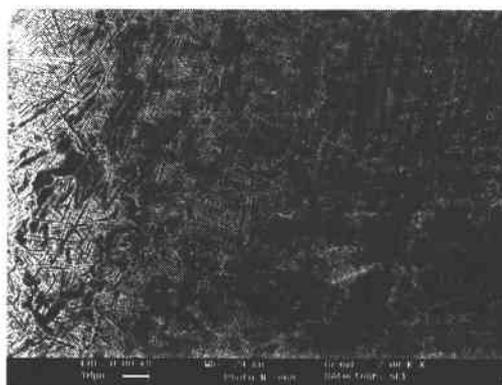


Figure 36: Micrographie par MEB d'un échantillon traité à 870°C pendant une heure avec la couche d'oxyde à gauche

La couche sous-jacente est caractérisée par de nombreux platelets fins de la phase  $\alpha$ . La quantité de ces platelets est beaucoup plus élevée que celle que l'on observe habituellement après un tel traitement thermique. Puisque l'oxygène est un stabilisateur de la phase  $\alpha$  [1, 12], une précipitation plus accentuée de platelets de cette phase peut être observée dans cette zone. La quantité des platelets diminue avec la profondeur et on obtient la structure typique du traitement vers le coeur de l'échantillon (à droite dans l'image). L'épaisseur de cette couche, qui est aussi appelée "alpha case" [15], est de 30 à 40  $\mu\text{m}$  environ.

La couche formée influence fortement le comportement mécanique du matériau, elle le rend fragile. Dans les figures 37 et 38, les courbes de traction d'un même état métallurgique (traitement thermique identique à 870°C pendant 1 heure et trempé eau) avec et sans couche d'oxyde sont comparées.

La propriété la plus affectée par la couche d'oxyde est la ductilité. Elle baisse considérablement par rapport à un échantillon sans couche d'oxyde. Cette baisse de la ductilité est liée à la précipitation accentuée de la phase  $\alpha$  dans la zone dans laquelle l'oxygène a diffusé. Les nombreux précipités  $\alpha$  représentent de nombreux lieux de la fissuration et il y a un grand nombre de petites fissures qui se forment

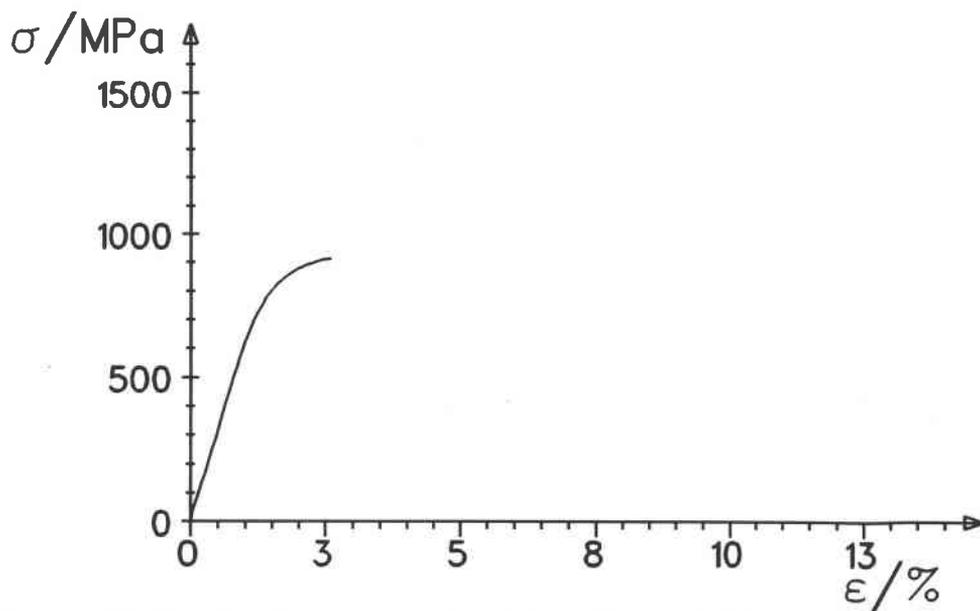


Figure 37: Courbe de traction d'un échantillon traité à 870°C pendant une heure, avec couche d'oxyde

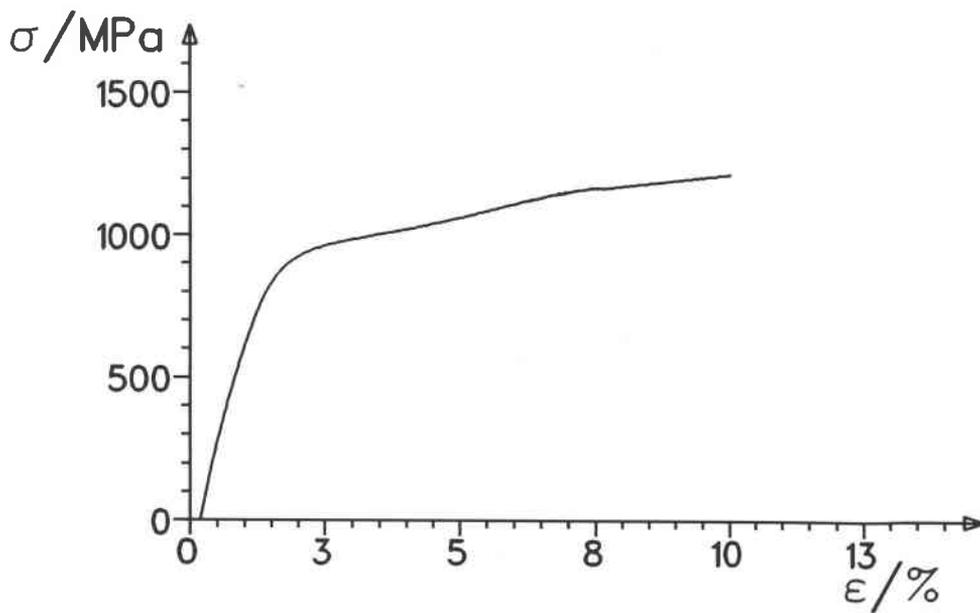


Figure 38: Courbe de traction d'un échantillon traité à 870°C pendant une heure, sans couche d'oxyde

aux interfaces de ces précipités avec la phase  $\beta$  déjà pendant le refroidissement rapide [128]. Ces derniers sont créés par des contraintes thermiques qui peuvent intervenir en raison d'une différence entre les coefficients de dilatation thermique de la couche et du substrat.

La baisse de la contrainte maximale à la rupture est provoquée par la présence d'entailles de fissures dans la couche, ce qui conduit à une défaillance de la section restante.

La limite d'élasticité par contre, reste pratiquement inchangée. Ceci peut s'expliquer par le fait que les fissures formées dans la couche n'influencent pas le mouvement de dislocations au coeur de l'éprouvette. Une autre raison est que l'aire de la couche d'oxyde ne fait que 1/40 environ de la section totale de l'éprouvette et qu'une augmentation de la limite d'élasticité dans la zone de la couche ne change pas fortement la limite d'élasticité de l'éprouvette entière.

#### 4.2.6 Les microstructures avant traction

##### 4.2.6.1 L'état $\beta$ recristallisé

La microstructure de l'échantillon TI920 avant déformation est montrée dans la figure 39 ainsi que le diffractogramme de rayons X correspondant.

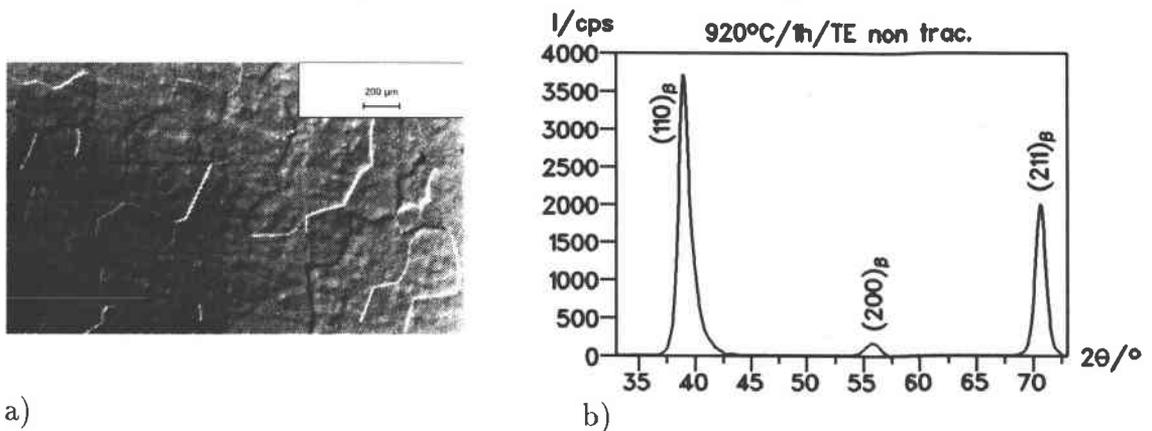


Figure 39: Microstructure par MO de l'échantillon TI920 avant traction,  $\rightarrow$  = DL, b) diffractogramme correspondant

La microstructure est caractérisée par des gros grains  $\beta$ . La taille moyenne de ces grains est de 220  $\mu\text{m}$  environ. Comme on peut voir sur le diffractogramme, aucune autre phase ne peut être détectée. Le paramètre de maille, calculé à partir du diffractogramme est égal à 0,327nm.

Puisque la phase  $\omega$  athermique est signalée pour un tel état microstructural de l'alliage  $\beta$ -Cez [9, 10], une étude a été faite au MET. La microstructure observée au MET ainsi qu'un cliché de spots  $(011)_\beta$  sont présentés dans la figure 40.

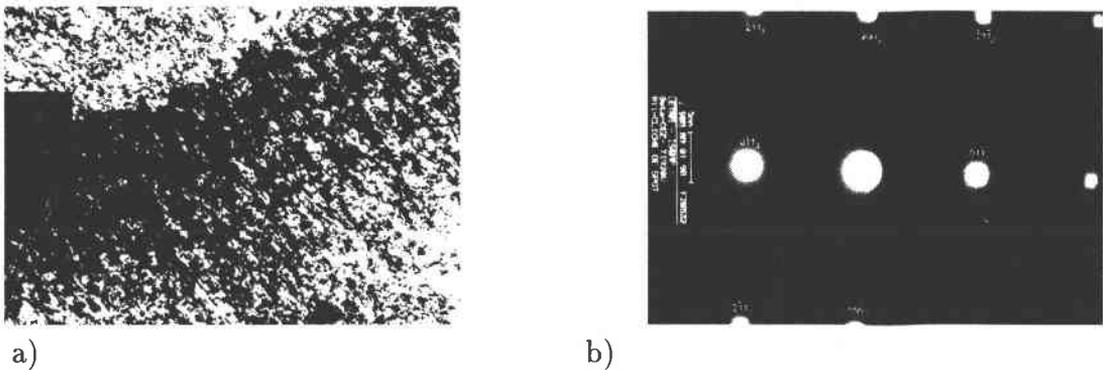


Figure 40: Micrographie par MET de l'échantillon TI920 avant traction en champ clair, b) cliché de spots  $(011)_\beta$

Malgré la recristallisation, qui a eu lieu pendant le traitement thermique, les grains  $\beta$  présentent une densité des dislocations importante. Cette densité de dislocations élevée empêche une analyse de systèmes de glissements activés lors d'une traction ultérieure car une différenciation entre les dislocations déjà présentes et celles créées lors de la traction n'est pratiquement pas réalisable. Sur le cliché on constate des spots très faibles sous forme de croix entre des spots clairs de la phase  $\beta$ . Une comparaison du cliché obtenu avec ceux de la littérature (par exemple [59, 127]) montre que ces spots sont caractéristiques de la phase  $\omega$ . La microstructure de l'échantillon TI920 avant traction se compose alors en très grande majorité de phase  $\beta$  et d'un petit pourcentage de la phase  $\omega$  athermique (créée pendant le refroidissement rapide de la trempe à l'eau). Le pourcentage est si faible qu'il n'est pas possible ni de faire un image de cette phase en champ noir par MET, ni de la détecter dans un diffractogramme de rayons X.

#### 4.2.6.2 Les états mis en solution dans le domaine $(\alpha + \beta)$

Les microstructures des échantillons TI870, TI860 et TI850, mis en solution dans le haut du domaine biphasé à des températures de 870°C, 860°C et 850°C respectivement, ainsi que les diffractogrammes correspondants, sont donnés dans les figures 41, 42 et 43.

Les trois échantillons présentent des microstructures biphasées  $\alpha$  et  $\beta$ . Ceci est confirmé par les diffractogrammes et les observations au MET, qui ne mettent en évidence aucune phase supplémentaire. La phase  $\alpha$  est présente sous forme d'une couche discontinue autour des grains  $\beta$  ainsi que sous forme de platelets et de nodules dans l'intérieur des grains.

Les paramètres de maille des phases  $\alpha$  et  $\beta$  de ces microstructures sont donnés dans le tableau 9.

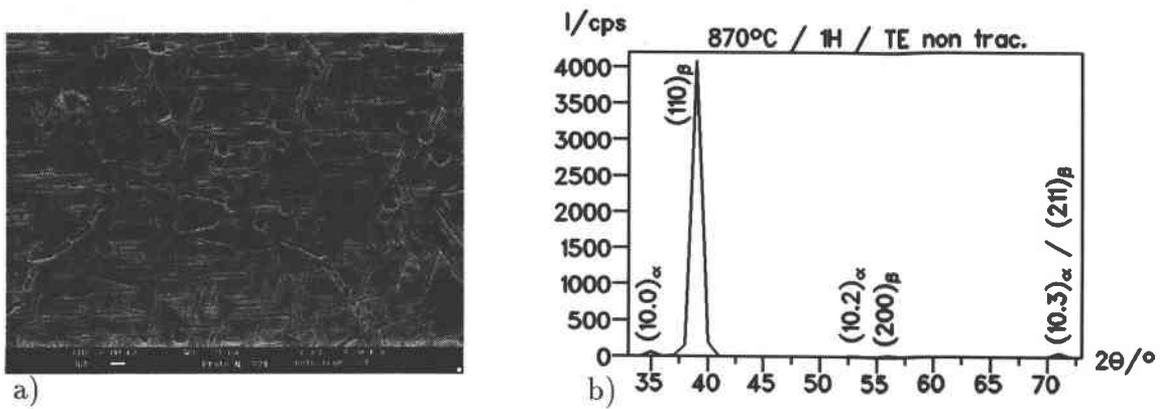


Figure 41: a) Micrographie par MEB de l'échantillon TI870,  $\rightarrow$  = DL, b) diffractogramme correspondant

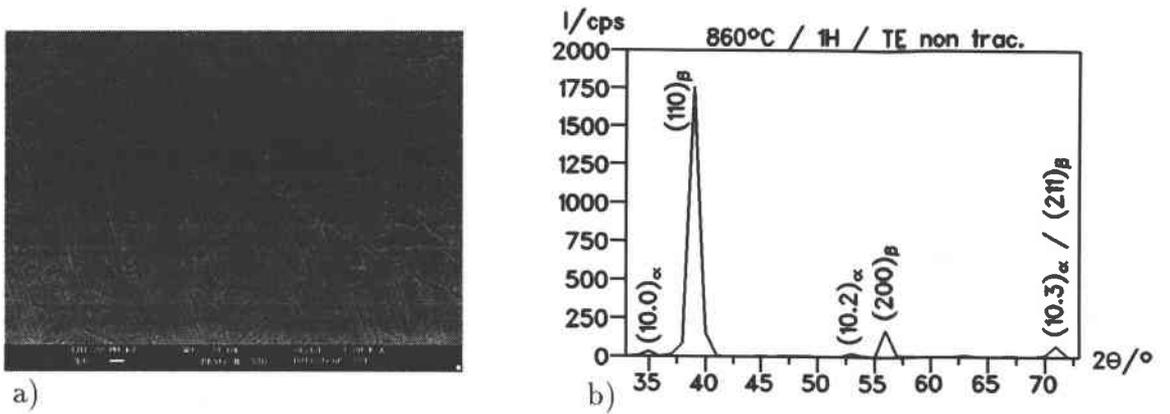


Figure 42: a) Micrographie par MEB de l'échantillon TI860,  $\rightarrow$  = DL, b) diffractogramme correspondant

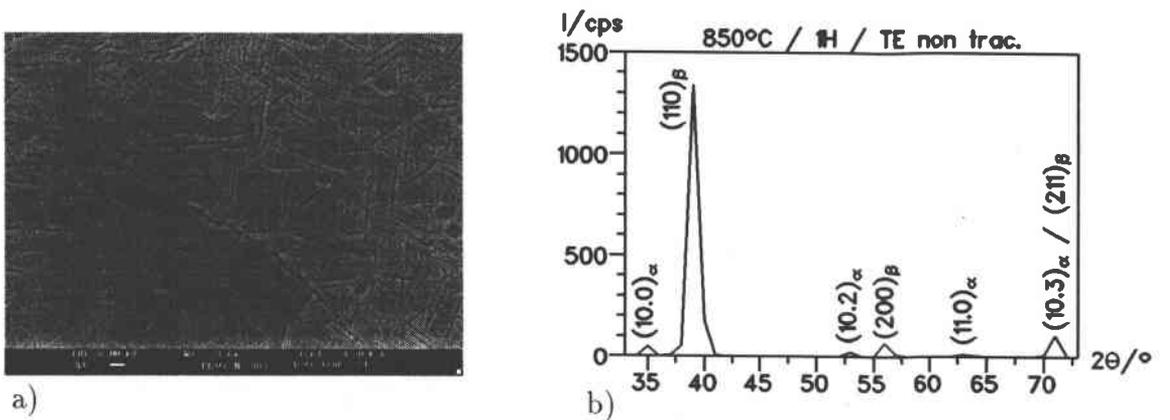


Figure 43: a) micrographie par MEB de l'échantillon TI850,  $\rightarrow$  = DL, b) diffractogramme correspondant

échantillon	$a_\beta$ / nm	$a_\alpha$ / nm	$c_\alpha$ / nm	$c/a$
TI870	0,3254	0,2931	0,4757	1,6229
TI860	0,3256	0,2930	0,4754	1,6225
TI850	0,3252	0,2928	0,4751	1,6226

Tableau 9: Paramètres de maille des échantillons TI870, TI860 et TI850 non tractionnés

En ce qui concerne les paramètres de maille de la phase  $\beta$  des trois échantillons, ils sont légèrement inférieurs à celui de l'échantillon TI920. Quant aux paramètres de maille de la phase  $\alpha$ , surtout les paramètres  $c$  et de ce fait les rapports  $c/a$  sont nettement supérieurs à ceux du titane pur. Le rapport  $c/a$  de la phase  $\alpha$  de ces trois échantillons est proche du rapport  $c/a$  idéal. Entre les trois microstructures, les paramètres de mailles de phases  $\alpha$  et  $\beta$  sont identiques dans le domaine de précision de leur détermination discutée au chapitre 3.5.2.

Une étude microstructurale supplémentaire sur l'échantillon TI870 avait pour but d'analyser la morphologie des précipités  $\alpha$ , c'est-à-dire d'essayer de répondre à la question: ces précipités présentent-ils une morphologie en platelets ou en aiguilles? Pour obtenir une réponse, la microstructure a été étudiée au MEB sur deux surfaces perpendiculaires voisines. La figure 44 montre la microstructure observée (la ligne blanche indique le coin entre les deux surfaces perpendiculaires).

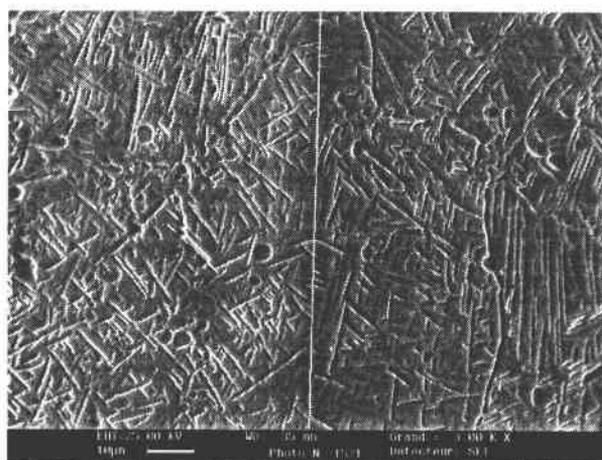


Figure 44: Micrographie par MEB de l'échantillon TI870 montrant deux surfaces perpendiculaires voisines

Les traces des précipités  $\alpha$  passent (légèrement courbées) continûment d'une surface à l'autre. Cette observation conduit à la conclusion, que la phase  $\alpha$  primaire présente une morphologie en platelets. Il y a donc deux morphologies de la phase  $\alpha$  primaire

dans les microstructures - des nodules et des platelets.

#### 4.2.6.3 Les états mis en solution dans le domaine ( $\alpha + \beta$ ) et vieillis

Les figures 45-47 montrent les microstructures des échantillons qui, après avoir subi le même traitement initial que ceux décrits dans le paragraphe précédent, ont été vieillis à 600°C pendant 8 heures et refroidis à l'air. Les diffractogrammes des rayons X de ces échantillons sont également montrés dans ces figures.

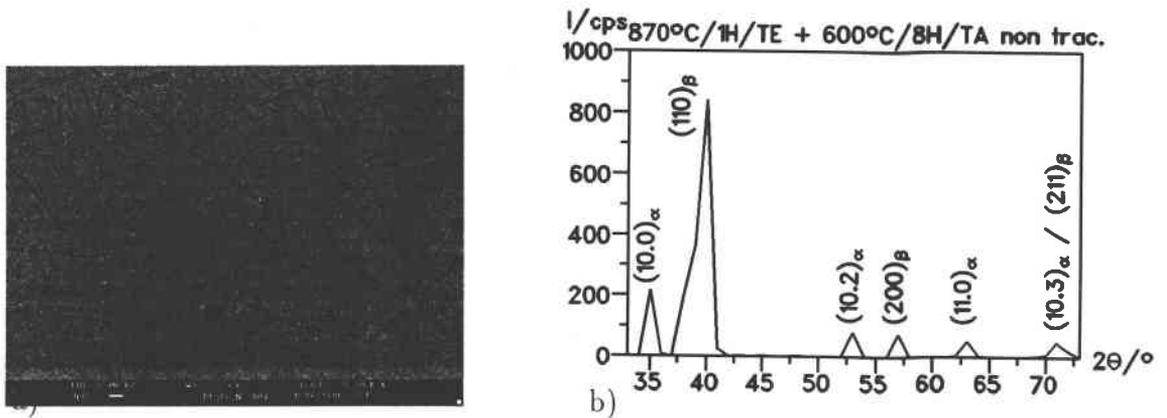


Figure 45: a) micrographie par MEB de l'échantillon TI870A, → = DL, b) diffractogramme par rayons X correspondant

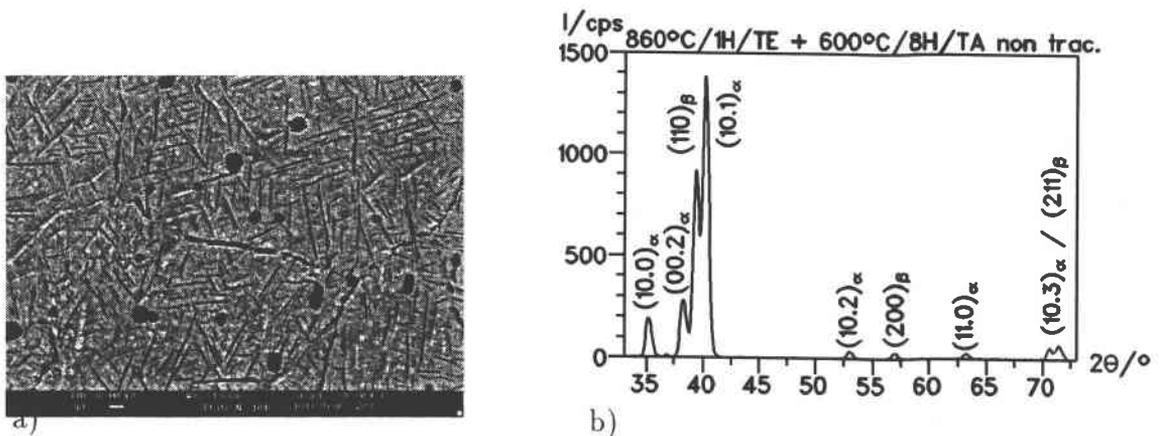


Figure 46: a) micrographie par MEB de l'échantillon TI860A, → = DL, b) diffractogramme par rayons X correspondant

Les microstructures observées ne se distinguent de celles des échantillons TI870 - TI850 que par un nombre plus élevé de platelets  $\alpha$  dans les grains  $\beta$ . L'analyse au rayons X et l'observations au MET ne mettent en évidence que la présence des deux phases  $\alpha$  et  $\beta$  dans les microstructures.

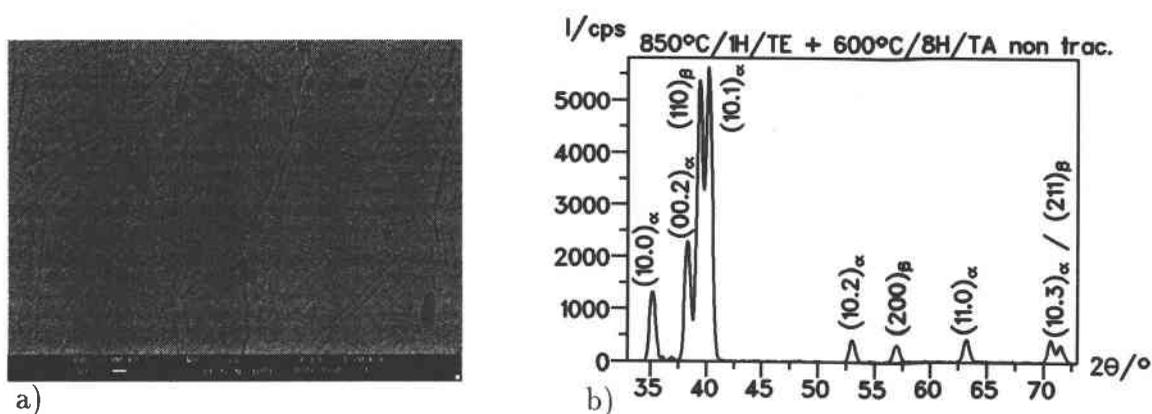


Figure 47: a) micrographie par MEB de l'échantillon TI850A,  $\rightarrow$  = DL, b) diffractogramme par rayons X correspondant

Les paramètres de maille des phases  $\alpha$  et  $\beta$  de ces microstructures vieilles sont donnés dans le tableau 25.

Quant aux paramètres de maille de la phase  $\beta$ , une légère diminution peut être constatée après le traitement de vieillissement par rapport au paramètre de maille correspondant à des échantillons qui n'ont pas subi un tel traitement thermique supplémentaire. Le paramètre de maille le plus petit de la phase  $\beta$  est observé pour la microstructure de l'échantillon TI870A tandis que les paramètres correspondants aux échantillons TI860A et TI850A sont de même ordre de grandeur. Par rapport aux échantillons non vieillis, les paramètres de maille de la phase  $\alpha$  changent eux aussi. Surtout une considérable baisse du paramètre de l'axe c peut être constatée tandis que les valeurs du paramètre de maille a sont du même ordre de grandeur que ceux observés dans la phase  $\alpha$  pour les microstructures non vieillis. Il en résulte après vieillissement un rapport c/a de la phase  $\alpha$  plus proche de celui du titane pur.

échantillon	$a_\beta$ / nm	$a_\alpha$ / nm	$c_\alpha$ / nm	c/a
TI870A	0,3215	0,2928	0,4673	1,5963
TI860A	0,3228	0,2936	0,4694	1,5989
TI850A	0,3230	0,2936	0,4697	1,5997

Tableau 10: Paramètres de maille des échantillons TI870A, TI860A et TI850A non tractionnés

#### 4.2.6.4 Analyse métallographique quantitative

Une étude métallographique quantitative sur des échantillons biphasés  $\alpha$  et  $\beta$  par analyse d'image manuelle avait pour but de déterminer la taille moyenne des domai-

nes  $\beta$  ainsi que les longueurs et largeurs moyennes des platelets  $\alpha$ . L'analyse a été fait sur des images obtenues au MEB avec un agrandissement 13.000x.

Les mesures des intersections ont été faits parallèlement et perpendiculairement à la direction de laminage. Les distributions des mesures sont données dans les figures 48 et 49. Le tableau 11 résume les résultats obtenus. Les valeurs indiquées représentent la moyenne de ces deux directions de mesure.

échantillon	$\beta_{\min}/\mu\text{m}$	$\beta_{\max}/\mu\text{m}$	$\langle \beta \rangle/\mu\text{m}$
TI850A	0,19	10,69	$2,33 \pm 0,75$
TI850	0,38	13,88	$2,75 \pm 0,80$
TI860A	0,19	11,63	$2,59 \pm 0,88$
TI860	0,38	20,25	$3,55 \pm 1,10$
TI870A	0,17	15,17	$2,88 \pm 1,01$
TI870	0,38	27	$4,35 \pm 1,41$

Tableau 11: Tailles moyennes des domaines  $\beta$  pour les différentes microstructures biphasées

Les distributions des tailles de domaines  $\beta$  présentent des caractéristiques d'une distribution logarithmique normale ce qui est en accord avec les résultats obtenus lors de la même analyse sur les microstructures de l'étude initiale. Le petit nombre de grandes valeurs à 870°C ne peut plus être observé dans les distributions des structures traitées à 850°C. Plus la température est basse, moins les distributions sont dispersées.

Avec une baisse de la température de mise solution, la taille moyenne des domaines  $\beta$  diminue (voir aussi figure 50).

Cette diminution est pratiquement linéaire. Pour une diminution de la température de mise en solution de 10°C, la taille moyenne des domaines  $\beta$  baisse pour les échantillons non vieillis de 0,8  $\mu\text{m}$ , tandis que pour des structures ultérieurement vieillis, cette baisse est de 0,3  $\mu\text{m}$  environ. Si on compare les tailles de domaines  $\beta$  des échantillons mis en solution à la même température avec et sans vieillissement ultérieur, on constate que, plus la température de mise en solution est élevée, plus la différence entre les deux valeurs est grande.

En ce qui concerne les longueurs et largeurs des platelets  $\alpha$ , les valeurs déterminées sont dans le tableau 12.

Les distributions sont du même type que celles des tailles des domaines  $\beta$ . Un plus grand nombre de platelets très longs peut être observé dans la structure traitée à 850°C que dans celle traitée à 870°C (cette observation est aussi valable pour les échantillons vieillis). En comparant les distributions correspondant aux échantillons vieillis et non vieillis on constate que les fréquences relatives des très petits valeurs

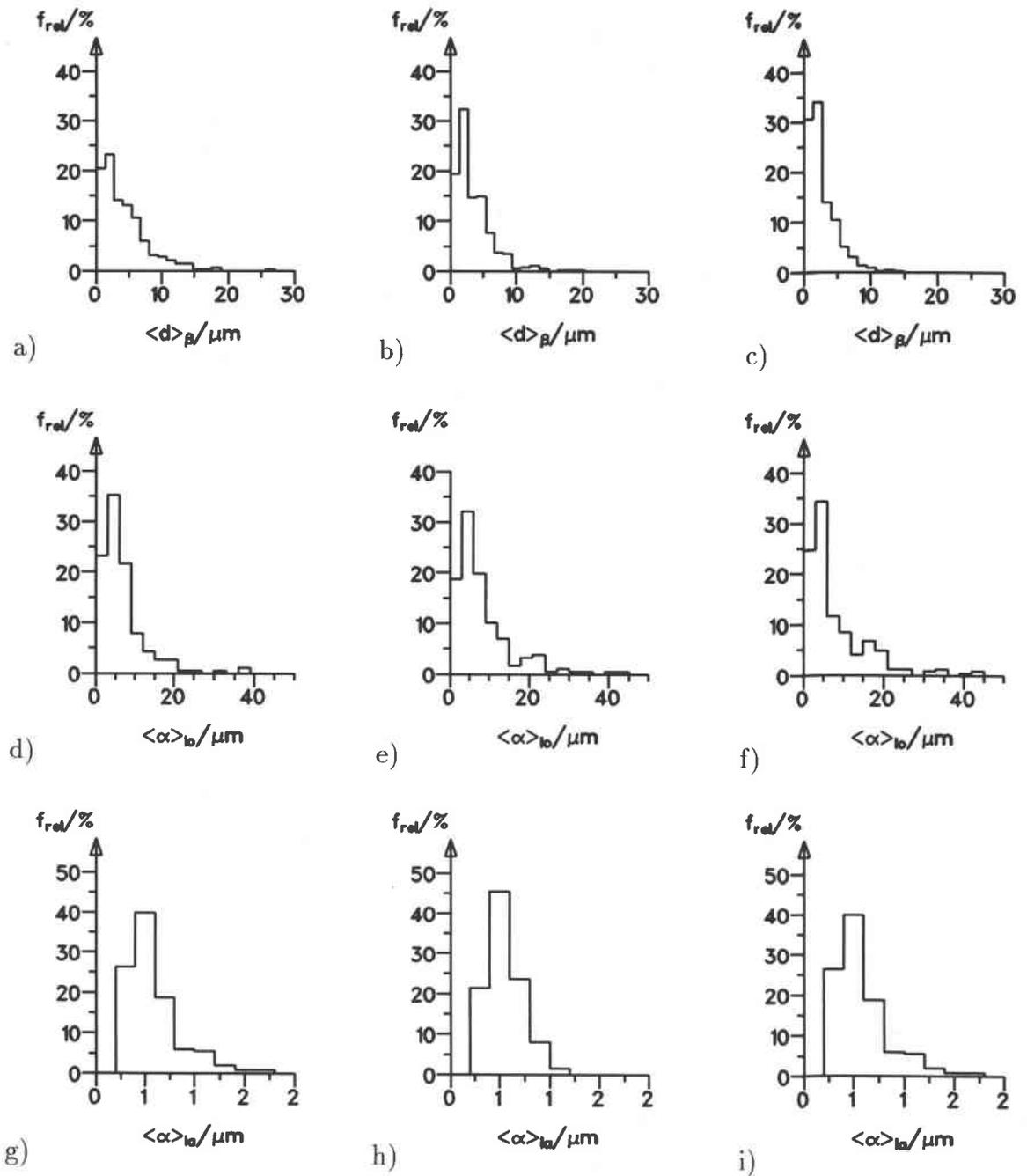


Figure 48: a) - c): Distributions de tailles de domaines  $\beta$ , d) - f): Distributions de longueurs des platelets  $\alpha$ , g) - i): Distributions de largeurs des platelets  $\alpha$  des échantillons TI870, TI860 et TI850

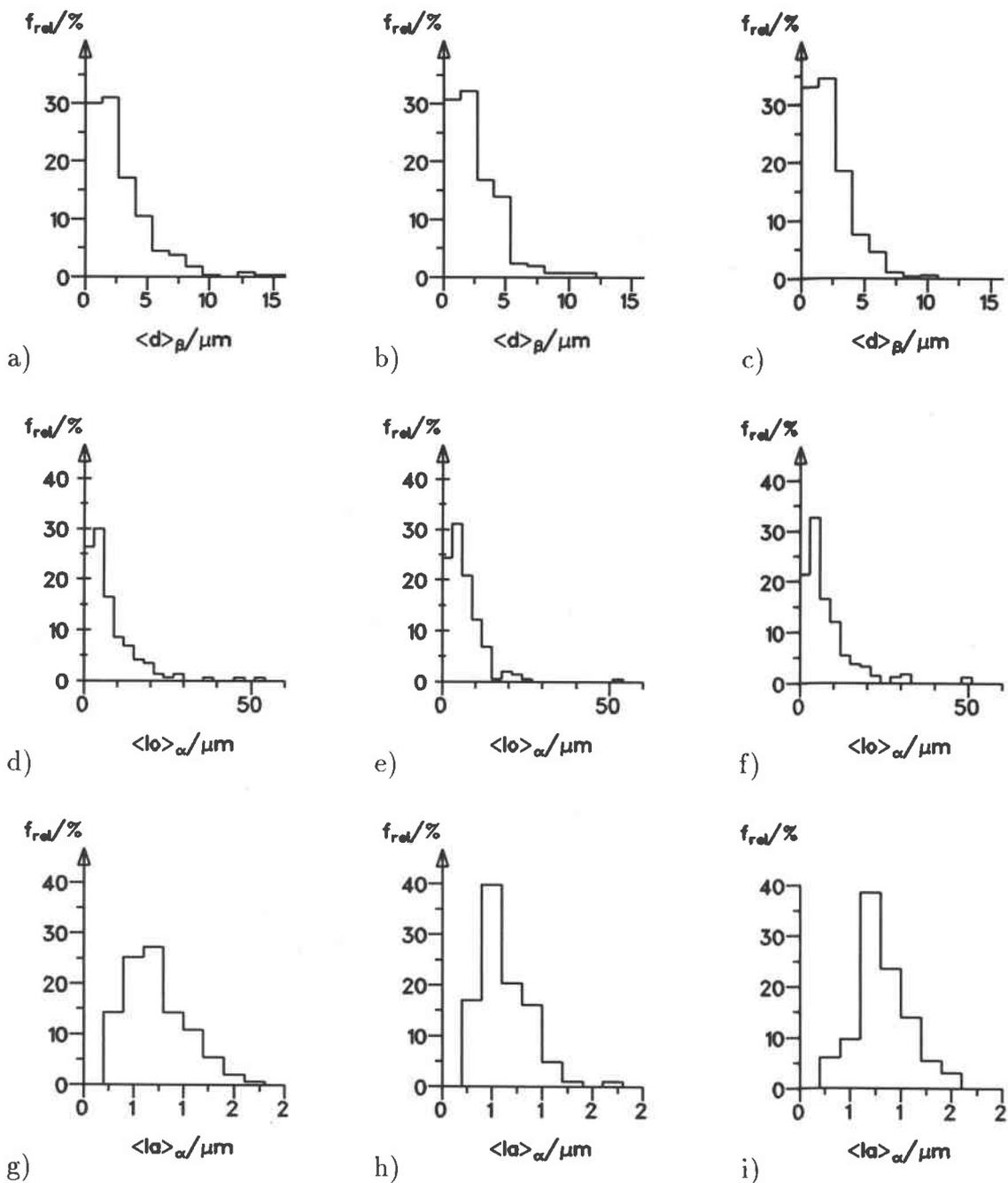


Figure 49: a) - c): Distributions de tailles de domaines  $\beta$ , d) - f): Distributions de longueurs des platelets  $\alpha$ , g) - i): Distributions de largeurs des platelets  $\alpha$  des échantillons TI870A, TI860A et TI850A

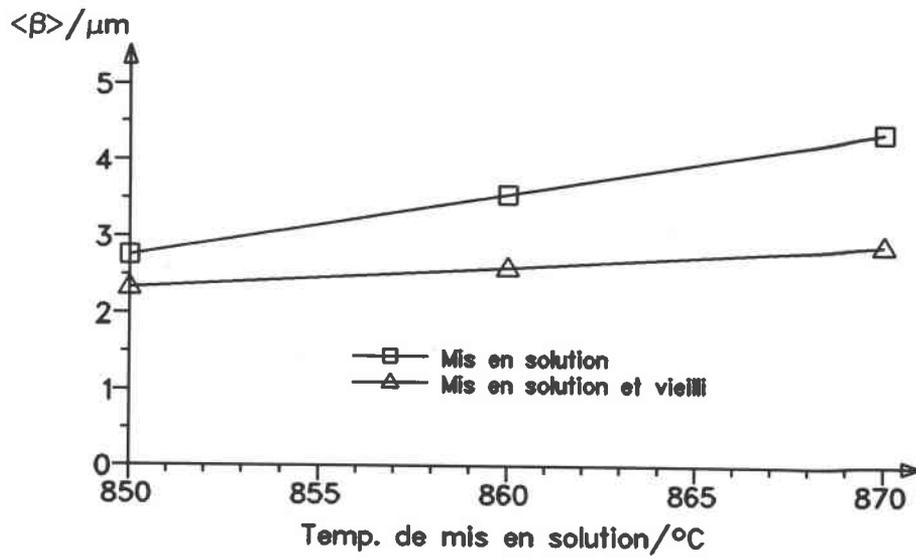


Figure 50: Taille moyenne des domaines  $\beta$  en fonction de la température de mise en solution

Ech.	$l_{\alpha,min} / \mu\text{m}$	$l_{\alpha,max} / \mu\text{m}$	$\langle l_{\alpha} \rangle / \mu\text{m}$	$l_{\alpha,min} / \mu\text{m}$	$l_{\alpha,max} / \mu\text{m}$	$\langle l_{\alpha} \rangle / \mu\text{m}$
TI850A	1,88	50,25	$8,13 \pm 2,92$	0,38	1,50	$0,88 \pm 0,25$
TI850	1,13	44,25	$6,42 \pm 1,86$	0,38	1,69	$0,63 \pm 0,19$
TI860A	1,13	53,25	$7,94 \pm 2,93$	0,38	1,69	$0,77 \pm 0,27$
TI860	1,13	44,25	$6,09 \pm 1,90$	0,38	1,13	$0,67 \pm 0,18$
TI870A	1,13	51,75	$7,71 \pm 2,54$	0,38	1,69	$0,67 \pm 0,23$
TI870	0,94	38,25	$5,68 \pm 1,70$	0,19	1,69	$0,74 \pm 0,27$

Tableau 12: Longueurs et largeurs moyennes des platelets  $\alpha$  pour différentes microstructures biphasées

augmentent dans les distributions des échantillons vieillis. Ceci montre l'existence de la phase  $\alpha$  secondaire dans les structures vieilles. Le caractère de la distribution par contre, reste inchangé.

Comme il est montré dans la figure 51, généralement, les platelets sont généralement plus longs pour les températures de mise en solution plus basses.

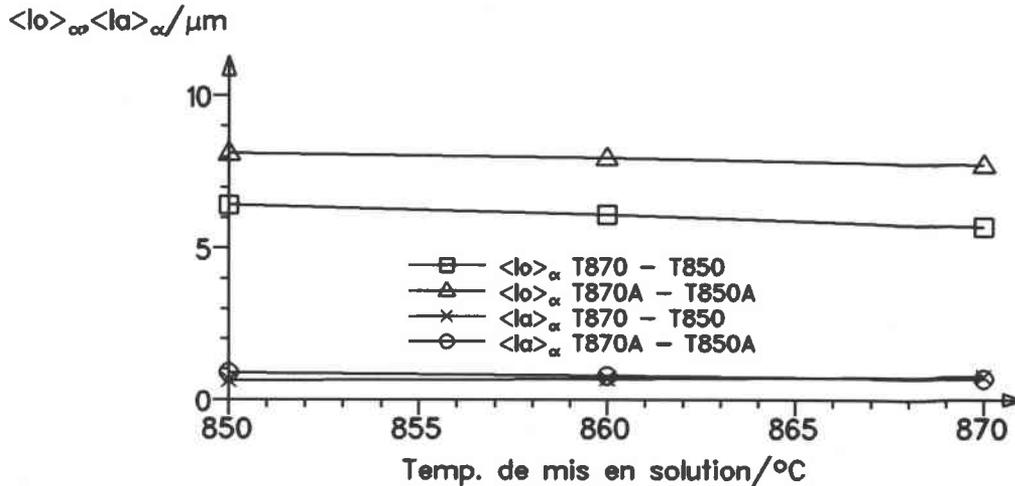


Figure 51: Influence de la température de mise en solution sur les longueurs et largeurs des précipités  $\alpha$

Les platelets les plus longs sont observés dans les structures vieilles. Il y a donc au cours du vieillissement à côté de la précipitation de la phase alpha secondaire une croissance de platelets déjà existants. En ce qui concerne les largeurs des platelets, elles restent dans le même ordre de grandeur pour les différents traitements et il n'y a pas de grande différence entre les valeurs des structures vieilles et non vieilles. Ceci indique alors que la croissance des platelets se fait préférentiellement dans leur direction longitudinale.

#### 4.2.7 Les essais de traction

Les résultats des essais de traction, réalisés dans les conditions précisées au chapitre 3.2.2, sont montrés dans le tableau 13.

échantillon	$R_m$ / MPa	$R_{p0,2}$ / MPa	A / %
TI920	1159	722	9,9
TI870	1200	862	8,5
TI860	1180	881	7,9
TI850	1198	1008	6,9
TI870A	1495	1389	4,9
TI860A	1481	1331	5,3
TI850A	1403	1273	6,1

Tableau 13: Résultats des essais de traction de la nouvelle série de traitements thermiques

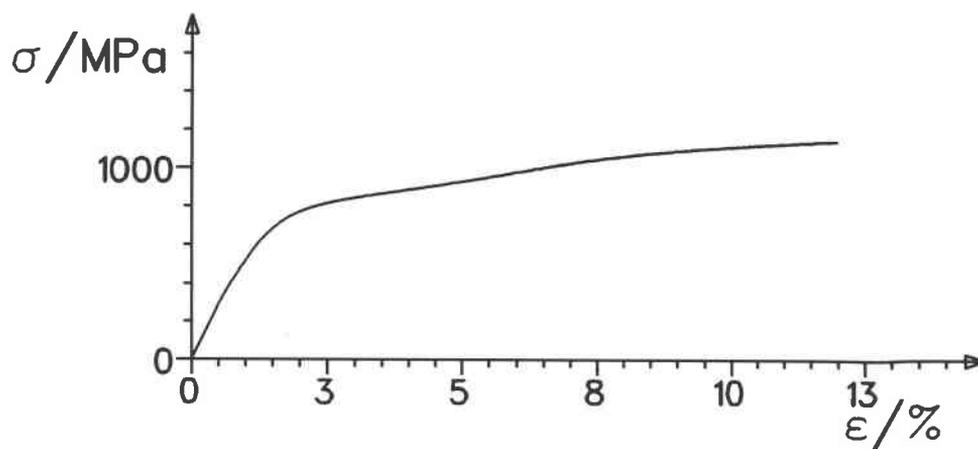


Figure 52: Courbe de traction rationnelle de l'échantillon TI920

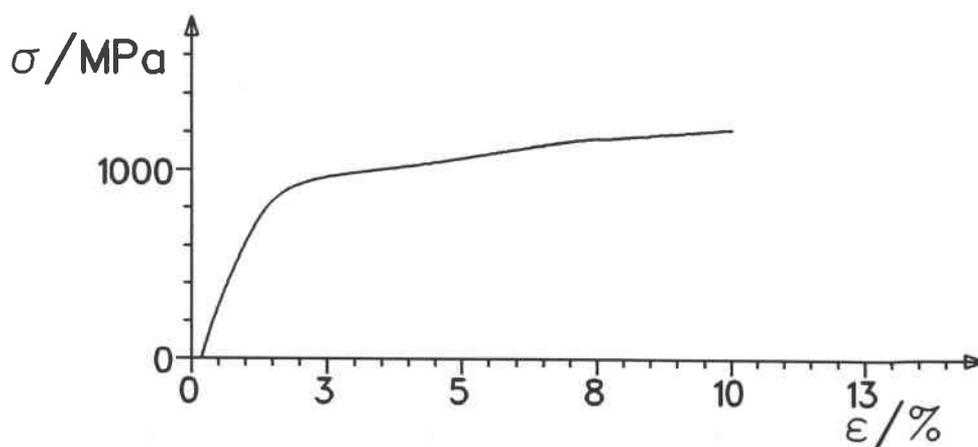


Figure 53: Courbe de traction rationnelle de l'échantillon TI870

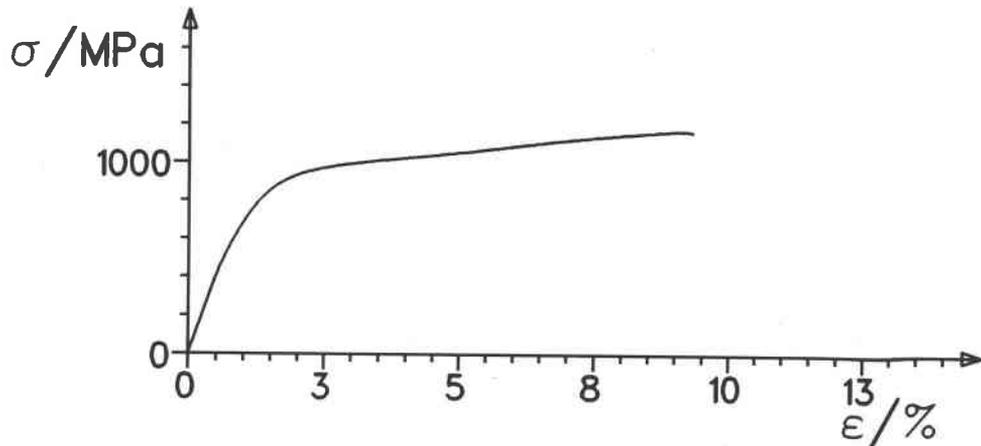


Figure 54: Courbe de traction rationnelle de l'échantillon TI860

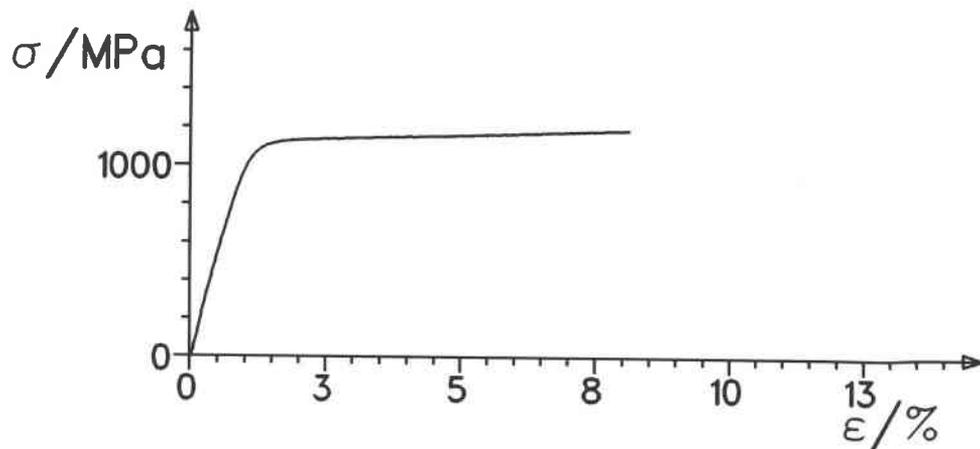


Figure 55: Courbe de traction rationnelle de l'échantillon TI850

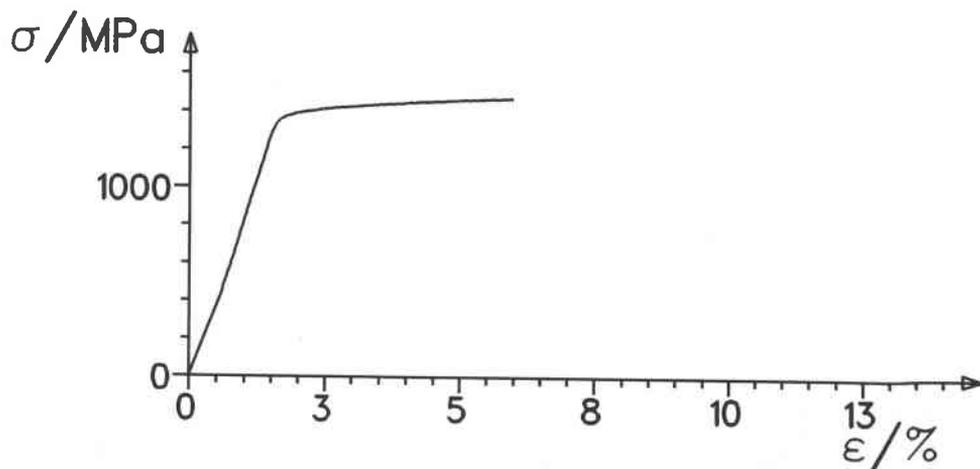


Figure 56: Courbe de traction rationnelle de l'échantillon TI870A

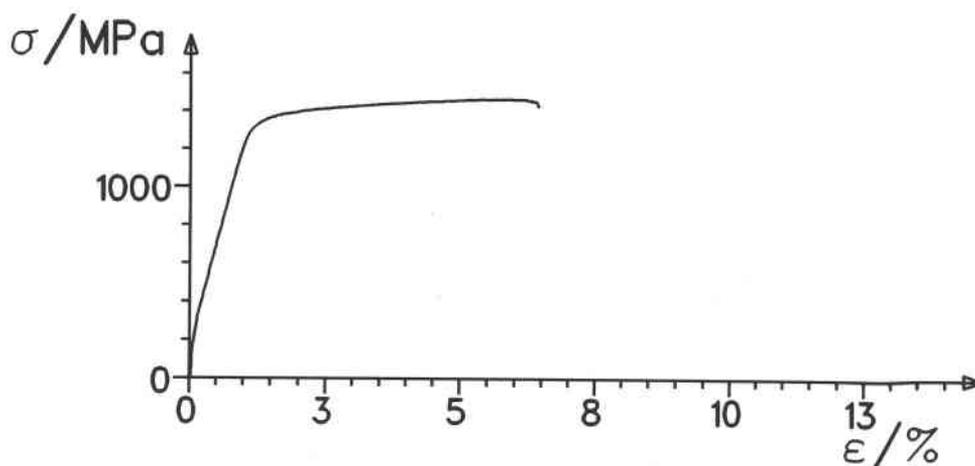


Figure 57: Courbe de traction rationnelle de l'échantillon TI860A

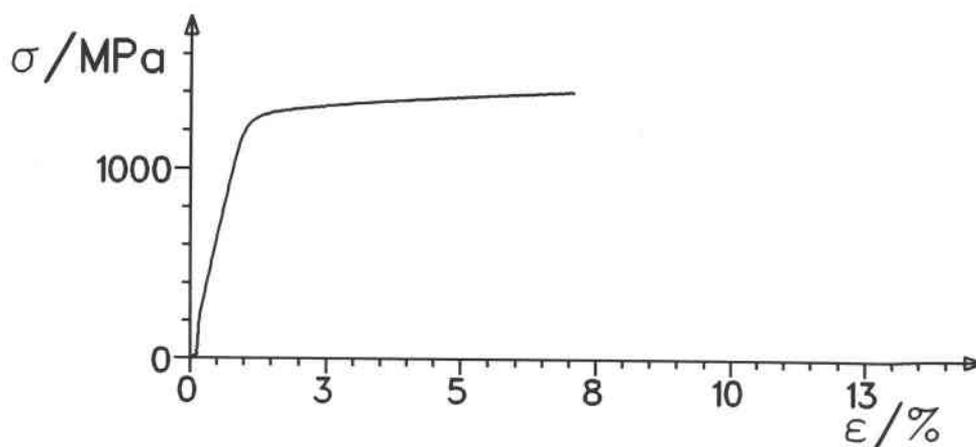


Figure 58: Courbe de traction rationnelle de l'échantillon TI850A

Les courbes de traction sont présentées dans les figures 52 - 58. Les courbes des échantillons TI920, TI870 et TI860 présentent un effet de "double yielding". Cet effet est caractéristique de la transformation de phases induite sous contrainte pendant la déformation. Un changement marqué des courbes de traction (perte de cet effet de "double yielding") est observé dans les courbes de traction des échantillons TI850 et TI870A - TI850A.

L'échantillon TI920 présente la ductilité la plus élevée parmi tous les échantillons mais aussi la limite d'élasticité la plus basse. Ceci est lié à l'apparition de la transformation de phase martensitique pendant la déformation qui, pour cette microstructure initiale, est activée plus facilement.

En comparant les caractéristiques mécaniques des échantillons TI870, TI860 et TI850, on trouve que, plus la température de mise en solution dans le domaine

$\alpha + \beta$  est élevée, plus la ductilité est élevée et plus la limite d'élasticité est basse. La contrainte maximale à la rupture par contre est peu sensible à ces petits changements de la température; elle reste pratiquement au même niveau. Figure 59 montre l'évolution des propriétés mécaniques en fonction de la température de mise en solution.

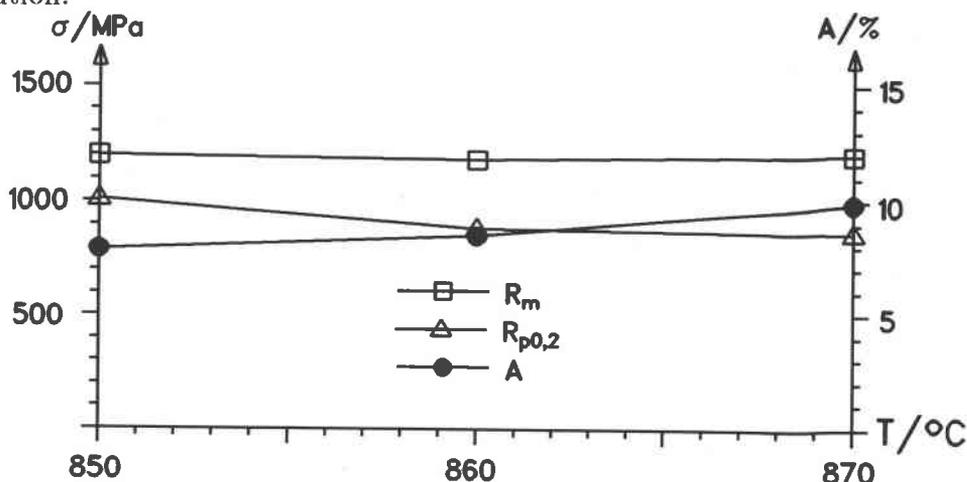


Figure 59: Contrainte maximale à la rupture  $R_m$ , limite d'élasticité  $R_{p0,2}$  et elongation à la rupture A en fonction de la température de mise en solution des échantillons TI870, TI860 et TI850

En ce qui concerne les trois états vieillis, on trouve des valeurs de  $R_m$  et de  $R_{p0,2}$  plus élevées et des ductilités plus basses. La ductilité la plus élevée de ces trois états est celle de l'échantillon TI850A. Celui-ci présente également les valeurs de  $R_m$  et de  $R_{p0,2}$  les plus basses. Il est donc évident, que les propriétés mécaniques de ces trois échantillons vieillis dans les mêmes conditions dépendent de la température de mise en solution du traitement thermique précédent. Plus la température de ce traitement est élevée, plus la quantité de phase  $\alpha$  primaire est faible. Au cours d'un traitement de vieillissement cette microstructure possède une forte tendance à précipiter la phase  $\alpha$  secondaire. La quantité précipitée de cette phase est autant plus élevée que celle de la phase  $\alpha$  primaire est faible. Puisque cette phase  $\alpha$  secondaire provoque un durcissement important, l'échantillon TI870A présente la résistance mécanique la plus élevée et la ductilité la plus basse de ces trois états vieillis.

Les caractéristiques mécaniques des trois échantillons vieillis sont présentées en fonction de la température de mise en solution dans la figure 60.

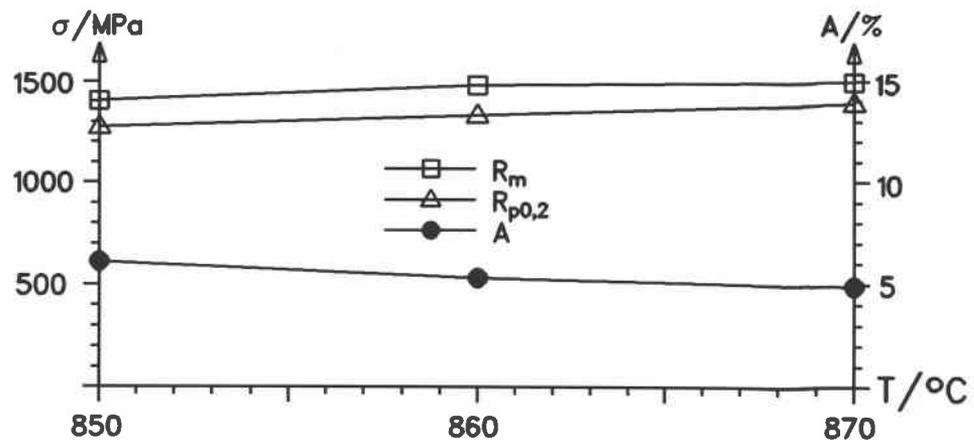


Figure 60: Contrainte maximale à la rupture  $R_m$ , limite d'élasticité  $R_{p0,2}$  et élongation à la rupture  $A$  en fonction de la température de mise en solution des échantillons TI870A, TI860A et TI850A

#### 4.2.8 Les microstructures après traction

##### 4.2.8.1 L'état $\beta$ récrystallisé

La microstructure de l'échantillon TI920 après traction et le diffractogramme correspondant sont montrés dans la figure 61.

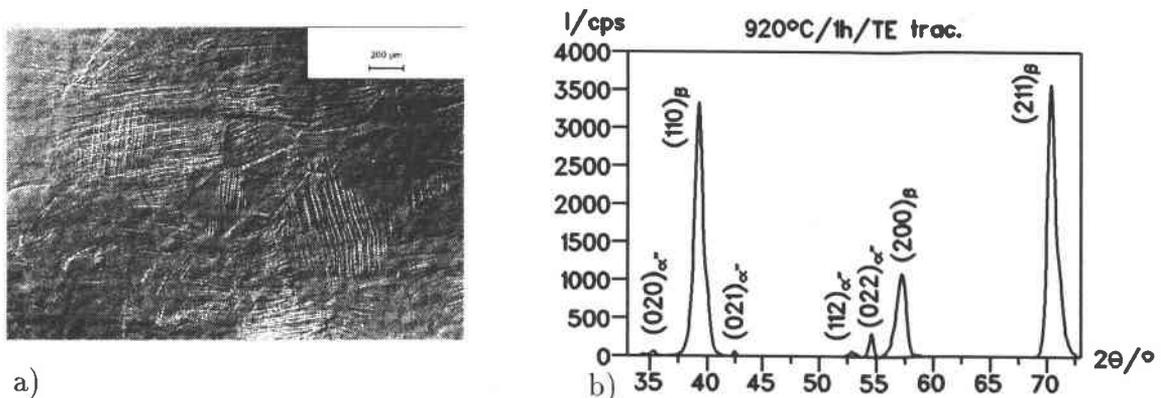
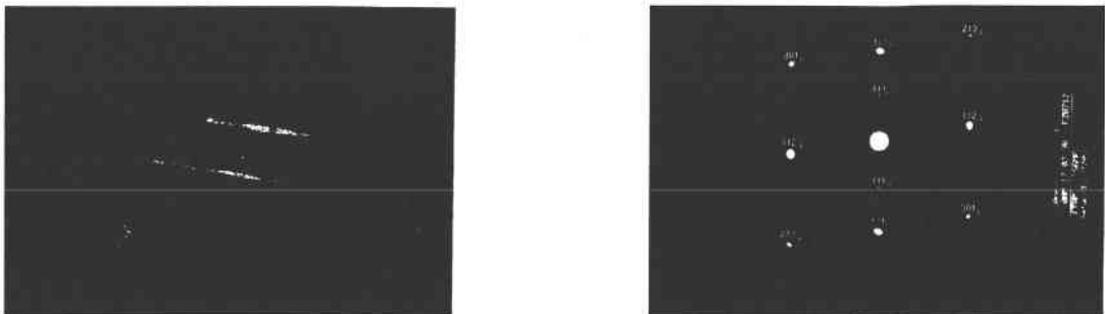


Figure 61: a) Micrographie par MO de l'échantillon TI920A,  $\rightarrow$  = Dir. de traction, b) diffractogramme de rayons X correspondant

Dans les gros grains  $\beta$  il y a des platelets de la phase martensitique  $\alpha''$ . Dans certains grains il n'y a qu'une variante de martensite et dans ce cas, les platelets traversent pratiquement tout le grain. À côté de ces grains, il y en a d'autres qui présentent plusieurs variantes. Dans ces cas, les différentes variantes ne traversent pas toujours complètement le grain mais occupent plutôt chacune une certaine zone du grain.

Dans le diffractogramme de rayons X, des pics de la phase martensitique peuvent être détectés. Un formalisme d'une détermination semi-quantitative par rayons X de la phase martensitique, établi par PIONNIER [51] pour une telle microstructure a été appliqué. Le pourcentage de la martensite  $\alpha''$ , estimé de cette manière, est de l'ordre de 18%. De plus, les paramètres de maille de la martensite ont été déterminés à partir du diffractogramme. Les paramètres sont alors  $a = 0,301$  nm,  $b = 0,491$  nm et  $c = 0,463$  nm. Ces paramètres sont pratiquement identiques à ceux déterminés par DUERIG et col. [46] pour l'alliage Ti - 10V - 2Fe - 3Al.

La figure 62 montre des platelets très fins de martensite, d'une épaisseur de 40 à 50 nm environ et le cliché montrant des spots de la phase  $\beta$  et de la martensite.



a)

b)

Figure 62: a) Micrographie par MET des platelets de la martensite  $\alpha''$ , formée sous contrainte dans l'échantillon TI920, champ noir  $(111)_{\alpha''}$ , b) cliché de diffraction correspondant

Quant à la diffraction de la phase martensitique, seules les réflexions les plus intenses  $\{111\}$  sont visibles dans le cliché.

#### 4.2.8.2 Les états mise en solution dans le domaine $(\alpha + \beta)$

Les micrographies par MEB des échantillons TI870, TI860 et TI850 déformés (voir figures 63 - 65 avec les diffractogrammes correspondants) ne se distinguent pas de celles de ces échantillons avant traction.

Il n'y a que des précipités  $\alpha$  dans la matrice  $\beta$ . Les diffractogrammes des échantillons TI870 et TI860 montrent des pics supplémentaires qui correspondent à la phase martensitique  $\alpha''$ . Dans les micrographies par contre, cette phase n'est pas visible. Dans la microstructure de l'échantillon TI850, la phase martensitique  $\alpha''$  ne peut pas être détectée.

Les microstructures de ces échantillons ont ensuite été étudiées au MET. Les figures 66 - 68 montrent ces microstructures avec les clichés de diffraction correspondants.

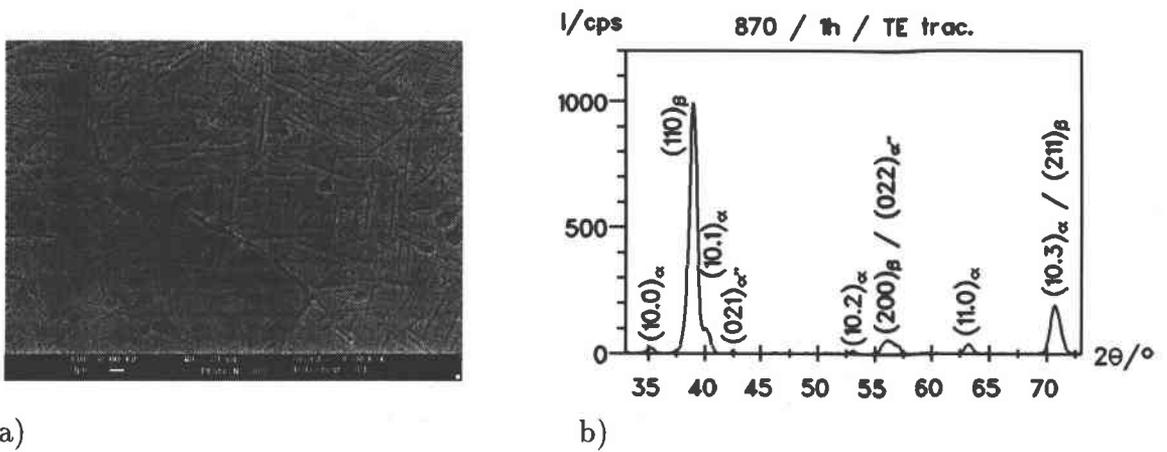


Figure 63: a) Micrographie par MEB de l'échantillon TI870,  $\rightarrow$  = Dir. de traction, b) diffractogramme correspondant

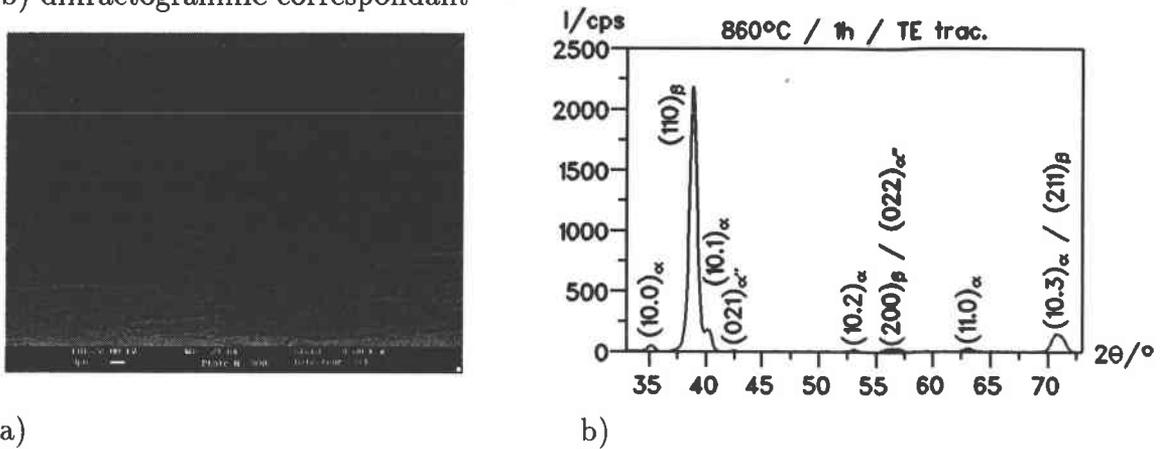


Figure 64: a) Micrographie par MEB de l'échantillon TI860,  $\rightarrow$  = Dir. de traction, b) diffractogramme correspondant

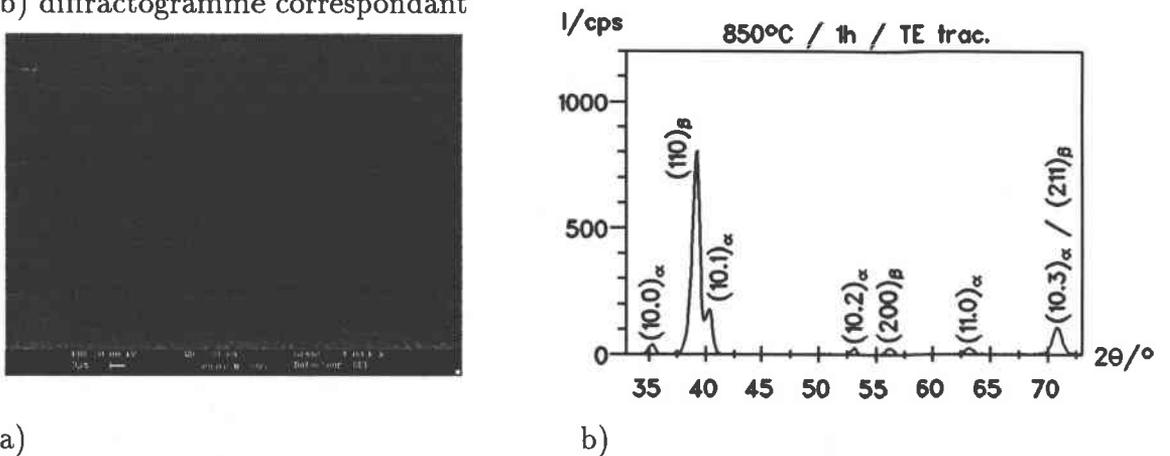


Figure 65: a) Micrographie par MEB de l'échantillon TI850,  $\rightarrow$  = Dir. de traction, b) diffractogramme correspondant

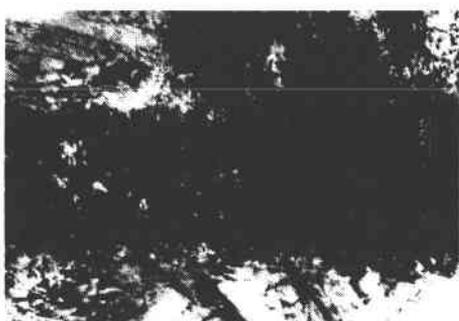


a)

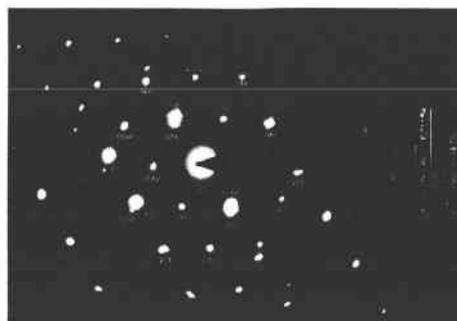


b)

Figure 66: a) Micrographie par MET de l'échantillon TI870, b) cliché de diffraction correspondant



a)

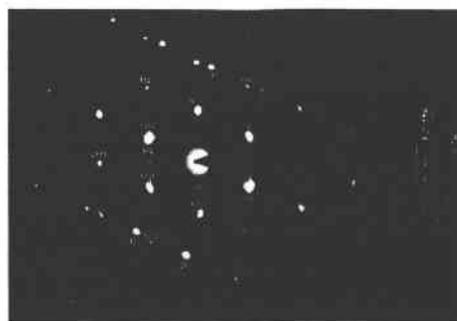


b)

Figure 67: a) Micrographie par MET de l'échantillon TI860, b) cliché de diffraction correspondant



a)



b)

Figure 68: a) Micrographie par MET de l'échantillon TI850, b) cliché de diffraction correspondant

Les micrographies présentent un platelet de la phase  $\alpha$  dans la matrice  $\beta$ . Les clichés de spots montrent des superpositions des spots des phases  $\alpha$  et  $\beta$ . L'indexation des clichés a été faite en suivant la procédure de EDINGTON [127].

Dans les micrographies, des nombreuses dislocations sont présentes dans les deux phases; elles s'arrêtent à l'interface. La phase martensitique, détectée par rayons X dans les échantillons TI870 et TI860, ne peut pas être observée, ni dans les micrographies, ni dans les clichés de spots. Ceci peut être dû au fait que la quantité de la martensite formée dans les échantillons TI870 et TI860 est plutôt faible et que l'étude de la martensite au MET est généralement difficile à cause d'une relaxation de la martensite pendant la préparation des lames minces [32]. Il est donc possible, que la martensite ait disparu pendant la préparation des échantillons pour le MET. De plus, les observations au MET ne donnent aucune évidence du maclage comme mécanisme de déformation dans les échantillons étudiés.

Par contre, une autre chose intéressante a été trouvée au cours des études au MET. Après l'indexation des clichés de spots et après avoir tenu en compte de la rotation entre la photo et le cliché de spots correspondant au MET, on trouve que c'est la direction  $\vec{a}$  du repère hexagonal de la phase  $\alpha$ , qui est parallèle à la direction longue du platelet. Ceci semble de confirmer l'hypothèse déjà établie à partir des observations au MEB, que la morphologie de cette phase  $\alpha$  est en platelets.

#### 4.2.8.3 Les états mis en solution dans le domaine ( $\alpha + \beta$ ) et vieillis

Les microstructures par MEB des échantillons TI870A - TI850A tractionnés sont présentées dans les figures 69 - 71 avec les diffractogrammes de rayons X correspondants.

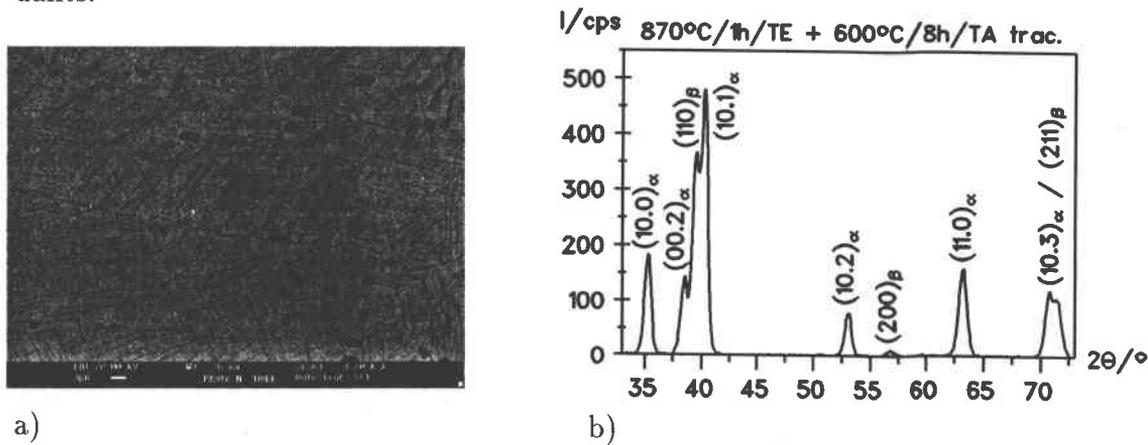


Figure 69: a) Micrographie par MEB de l'échantillon TI870A,  $\rightarrow$  = Dir. de traction, b) diffractogramme par rayons X correspondant

Les structures sont biphasées  $\alpha + \beta$  et ne se distinguent pas de celles des échantillons

avant traction. Les diffractogrammes n'indiquent aucune trace de la phase martensitique  $\alpha''$ .

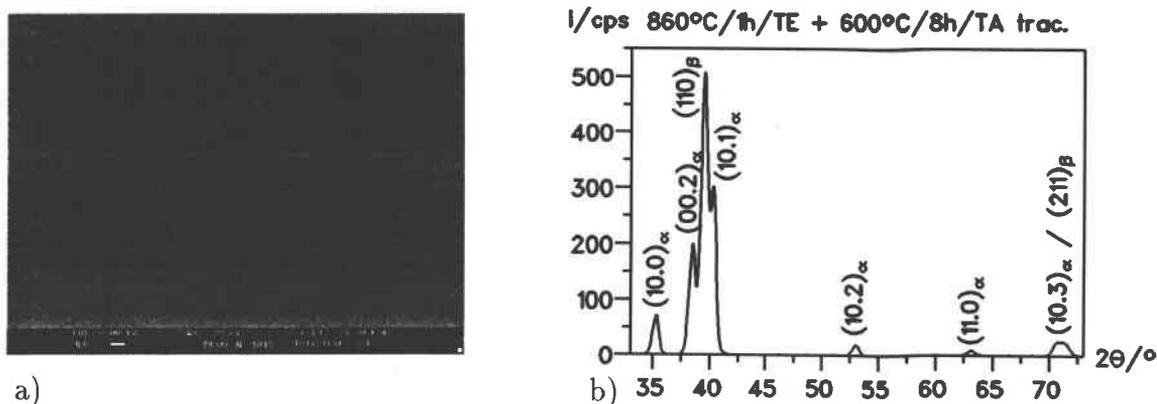


Figure 70: a) Micrographie par MEB de l'échantillon TI860A,  $\rightarrow$  = Dir. de traction, b) diffractogramme par rayons X correspondant

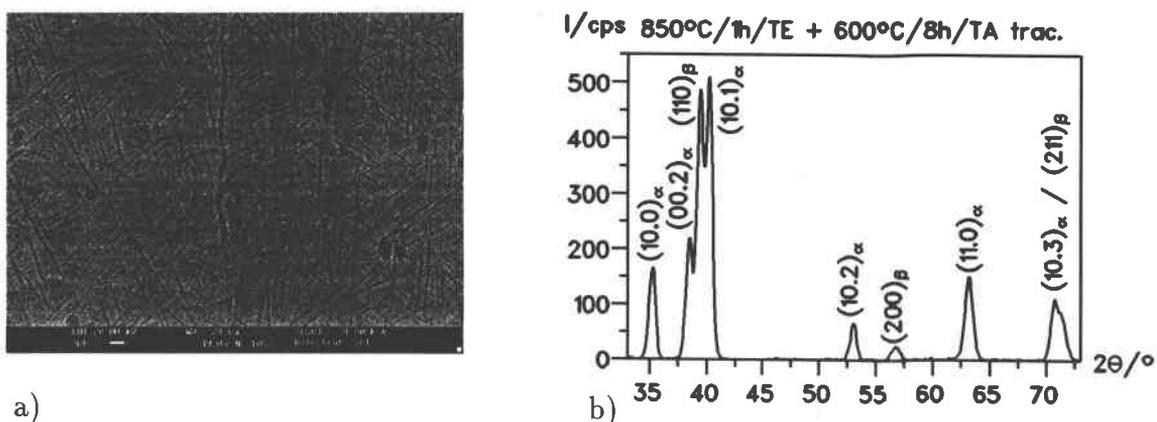


Figure 71: a) Micrographie par MEB de l'échantillon TI850A,  $\rightarrow$  = Dir. de traction, b) diffractogramme par rayons X correspondant

Dans les micrographies par MET de ces échantillons (voir figures 72 - 74), des platelets de la phase  $\alpha$  secondaire sont visibles à côté des longs platelets de la phase  $\alpha$  primaire.

Des nombreuses dislocations dans les phases  $\alpha$  et  $\beta$  sont également observables. Un autre mécanisme de déformation hormis le glissement cristallographique ne peut pas être détecté.

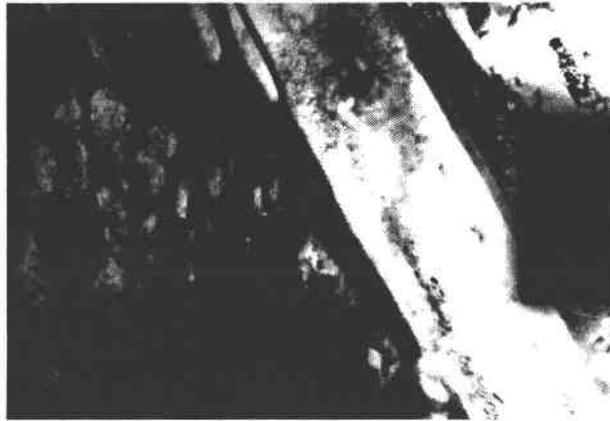


Figure 72: Micrographie par MET de l'échantillon T1870A



Figure 73: micrographie par MET de l'échantillon T1860A



Figure 74: micrographie par MET de l'échantillon T1850V

#### 4.2.9 Conclusions

En utilisant les résultats de l'étude initiale, le comportement mécanique lors d'une sollicitation statique par traction a été étudié sur une nouvelle série d'échantillons correspondant à sept traitements thermiques différents.

Les échantillons avec traitements thermiques réalisés sous atmosphère contrôlée présentaient une couche noire à la surface. Une analyse par GDOES a montré, que cette couche est une couche du type carbo-oxyde. De plus, l'effet fragilisant de cette couche a été prouvé.

Par la suite, les traitements thermiques ont été réalisés en mettant les échantillons dans des ampoules en silice et sous vide. De cette manière la contamination par l'oxygène a été évitée.

Les microstructures ont été caractérisées avant déformation par des paramètres de maille des phases, les tailles des domaines  $\beta$  ainsi que par les tailles et la morphologie des précipités  $\alpha$ .

L'analyse au MEB a permis de montrer que la morphologie des précipités  $\alpha$  est constituée de platelets. L'indexation des clichés de spots réalisés au MET sur de tels platelets confirme cette observation: c'est l'axe  $\vec{a}$  du repère hexagonal qui est parallèle à la direction longue du platelet.

La diminution du paramètre de maille de la phase  $\beta$  en fonction de l'augmentation de la précipitation de la phase  $\alpha$  (comparaison des microstructures vieilles et non vieilles) est liée au fait que cette précipitation conduit à un appauvrissement en éléments alphasènes de la phase  $\beta$ . En ce qui concerne les paramètres de maille de la phase  $\alpha$ , des valeurs du paramètre  $c$  nettement supérieures à celle du titane pur sont observées dans les échantillons recuits pendant une heure dans le haut de la domaine  $\alpha + \beta$ . On peut sans doute expliquer ceci par le fait que le titane  $\alpha$  peut dissoudre des quantités plus importantes d'éléments alphasènes à ces hautes températures qu'à des températures plus basses. Ces éléments d'addition dilatent, semble-t-il, surtout l'axe  $c$ .

Après vieillissement, les paramètres de la maille  $\alpha$  sont proches de ceux, du titane pur.

Les paramètres microstructuraux, tels que la taille de domaines  $\beta$  ainsi que longueurs et largeurs de platelets  $\alpha$  ont été déterminées par analyse d'image. En diminuant la température de mise en solution ou par un vieillissement ultérieur les tailles de domaines  $\beta$  diminuent.

Simultanément, les longueurs de platelets des précipités  $\alpha$  augmentent. Plus la température de mise en solution est basse, plus les platelets sont longs. Au cours d'un vieillissement ultérieur, deux processus sont présents: la précipitation de la phase  $\alpha$  secondaire et la croissance de platelets de la phase  $\alpha$  primaire déjà existants. Quant aux propriétés mécaniques, la résistance mécanique la plus basse et la ductilité la plus élevée parmi tous les échantillons sont obtenues pour l'échantillon recuit

dans le domaine  $\beta$  et trempé à l'eau. En réduisant la température de mise en solution en-dessous de la température de transus  $\beta$ , la présence de précipités  $\alpha$  primaires provoque un durcissement de la microstructure et ces échantillons présentent des résistances mécaniques plus élevées mais des ductilités plus basses. Les valeurs des limites d'élasticité et des ductilités de ces échantillons sont influencées par la température de mise en solution. Plus cette température est proche du transus  $\beta$ , plus la ductilité est élevée et plus la limite d'élasticité est basse. Ceci est lié au pourcentage de phase  $\alpha$  primaire précipitée. Plus la quantité de cette phase est élevée, plus la structure est durcie et donc plus la limite d'élasticité est élevée. Cet effet est encore plus prononcé pour les échantillons vieillis ultérieurement. En raison de la présence de la phase  $\alpha$  secondaire, une augmentation de la limite d'élasticité d'environ 200 MPa peut être observée par rapport aux valeurs mesurées sur les échantillons seulement mise en solution. Néanmoins, cette augmentation de résistance mécanique dans les structures vieilles est accompagnée d'une baisse considérable de la ductilité.

Si l'on regarde le comportement mécanique des différentes microstructures en fonction des mécanismes de déformation activés, on constate que les ductilités les plus élevées sont observées pour des échantillons, dans lesquels la déformation est accommodée et par la transformation martensitique de phase  $\alpha''$  et par du glissement cristallographique. La formation de la martensite est le mécanisme dominant au début de la déformation. Puisque la contrainte nécessaire pour initialiser cette transformation n'est que de 700 MPa environ, des limites d'élasticité modérées sont observées pour ces échantillons. Plus la contribution de la transformation martensitique à la déformation est importante, plus la ductilité est élevée. La proportion de martensite la plus grande (environ 18 %) est présente dans la microstructure  $\beta$  pure. La formation de la martensite dans cette microstructure est favorisée par la faible stabilité mécanique de la phase  $\beta$  après la trempe et par la taille importante de grains  $\beta$  (environ 220  $\mu\text{m}$ ).

Les échantillons TI870 et TI860 accommodent également une certaine quantité de déformation imposée par transformation martensitique. Pour ces deux échantillons correspondant à deux traitements thermiques différents, les tailles de domaines  $\beta$  de 4,35  $\mu\text{m}$  (TI870) et de 3,55  $\mu\text{m}$  (TI860) semblent être suffisamment grandes pour permettre l'activation de cette transformation de phase. Par ailleurs, la quantité de phase  $\alpha$  précipitée dans ces microstructures semble suffisamment faible pour que la phase  $\beta$  possède une stabilité mécanique réduite permettant ainsi cette transformation de phase.

Pour une température de mise en solution à 850°C ainsi que pour les échantillons vieillis, la transformation martensitique ne peut plus être observée. Dans ces cas, la déformation se fait essentiellement par glissement cristallographique ce qui conduit à une augmentation de la résistance mécanique et une diminution de la ductilité. Plus le pourcentage de la phase  $\alpha$  est élevé, plus cet effet est marqué.

Si on cherche un critère microstructural pour l'initialisation de la transformation martensitique de phase, seule la taille de grains / domaines  $\beta$  peut être prise en compte directement parce que la stabilité mécanique de cette phase ne peut pas être déterminée expérimentalement. Les résultats obtenus montrent que des tailles de domaines de 4  $\mu\text{m}$  environ sont suffisantes pour permettre une accommodation partielle de la déformation imposée par la transformation martensitique dans des microstructures biphasées.

Pour les échantillons de la coulée étudiée, ces tailles sont obtenues avec des températures de mise en solution de 20°C à 30°C en-dessous de la température de transus  $\beta$ . Puisque la réponse de l'alliage au traitement thermique dépend de l'histoire de l'élaboration du matériau, ces paramètres peuvent varier d'une coulée à l'autre et ne peuvent pas être généralisées facilement.

Quelle que soit l'histoire du matériau, les microstructures après vieillissement sont toujours défavorables à l'activation de la transformation de phase martensitique pendant la déformation.

Aucune évidence pour l'activation du maclage n'a pas pu être trouvée dans les microstructures étudiées. Pour l'alliage  $\beta$  - Cez, le maclage semble ne jouer aucun rôle important en tant que mécanisme de déformation.

Comme l'a montré l'étude microstructurale au MET et notamment pour la microstructure de l'échantillon recristallisé dans le domaine  $\beta$ , une densité importante de dislocations avant traction a pu être mise en évidence (figure 10). De ce fait une analyse des systèmes de glissement (détermination des vecteurs de BURGERS et des directions des lignes de glissement des dislocations au MET) n'était pas réalisable. Ceci est lié au fait que d'une part une différentiation au MET entre des dislocations déjà présentes avant la traction et celles créées au cours de cette déformation est pratiquement impossible. D'autre part, il devient de plus en plus difficile pour des densités de dislocations importantes d'obtenir de diagrammes de KIKUCHI exploitables pour déterminer l'orientation du grain dans lequel on veut déterminer des systèmes de glissement. En effet, des contraintes locales importantes liées aux densités élevées de dislocations rendent les bandes de KIKUCHI plus floues, rendant l'indexation de tels diagrammes plus difficile. Car la détermination du système de glissement nécessite l'observation d'une ligne de dislocation isolée des autres lignes, ce qui est très difficile en présence de densités importantes de dislocations.

Pour pouvoir étudier les caractéristiques des mécanismes de déformation activés dans l'alliage de  $\beta$  - Cez de façon plus détaillée, des traitements thermiques supplémentaires ont été effectués. Ces traitements thermiques avaient pour but de créer des microstructures qui se déforment par glissement cristallographique et par transformation martensitique  $\alpha''$ . Les paramètres des traitements ont été choisis de manière que la densité des dislocations présentes dans les échantillons avant traction soit inférieure à celle des échantillons étudiés jusqu'à présent. Ceci permet de mieux analyser les systèmes de glissement activés pendant la traction. De plus, le

comportement de la martensite  $\alpha''$  lors des essais de traction interrompus à certains taux de déformation peut être étudié. Les résultats de cette étude sont l'objet du chapitre suivant.

### 4.3 Etude des mécanismes de déformation

Le but des études, dont les résultats sont présentés dans ce chapitre était d'analyser les mécanismes de déformation activés pendant la sollicitation. Puisque les microstructures analysées jusqu'ici n'ont pas permis une telle étude, il fallait d'abord réaliser de nouveaux traitements thermiques qui permettent de produire des microstructures contenant en particulier moins de perturbations (surtout nettement moins de dislocations), donc plus adaptées à ce genre d'analyse.

#### 4.3.1 Paramètres des traitements thermiques

Comme on a vu au cours de l'étude précédente, la microstructure de l'échantillon TI920, recristallisé pendant 1 heure à 920°C, montre de nombreuses dislocations avant traction qui rendent difficile l'analyse des systèmes de glissement activés pendant la déformation dans la phase  $\beta$ . En augmentant la température de recristallisation dans le domaine  $\beta$ , on a essayé de diminuer la densité de ces dislocations. En effet, la vitesse de déplacement des joints de grains  $\beta$  au cours de cette recristallisation est autant plus élevée que la température de recristallisation est importante. Ceci conduit à une élimination plus importante de dislocations.

Pourtant une augmentation de la température de recristallisation provoque une croissance rapide des grains  $\beta$ . Par exemple, un traitement à 1200°C pendant une heure, suivi d'une trempe à l'eau a donné une taille moyenne de grains  $\beta$  de 1500  $\mu\text{m}$  environ. Des grains aussi larges conduisent dans un matériau monophasé à la fois à une baisse de la résistance mécanique et de la ductilité du matériau. Cet effet doit alors aussi être pris en compte pour le choix de la nouvelle température de recristallisation.

Finalement une température de traitement de 1000°C a été choisie. Les échantillons correspondant aux trois états étudiés ont donc été recristallisés à cette température. Un échantillon a été trempé ensuite à l'eau. Deux autres échantillons ont été refroidis au four à différentes températures dans le domaine ( $\alpha + \beta$ ) pour permettre la précipitation d'une certaine quantité de phase  $\alpha$ .

Les différents traitements thermiques sont résumés dans le tableau 14.

Echantillon	traitement thermique
TN1000	1000°C / 1h / TE
TN870	1000°C / 1h / refroid. four à 870°C / 1h / TE
TN850	1000°C / 1h / refroid. four à 850°C / 1h / TE

Tableau 14: Conditions des traitements thermiques des échantillons prévus pour l'étude des mécanismes de déformation

### 4.3.2 Les microstructures avant traction

Les microstructures des échantillons TN1000, TN870 et TN850 non tractionnés et les diffractogrammes de rayons X correspondants sont présentés dans les figures 75 - 78.

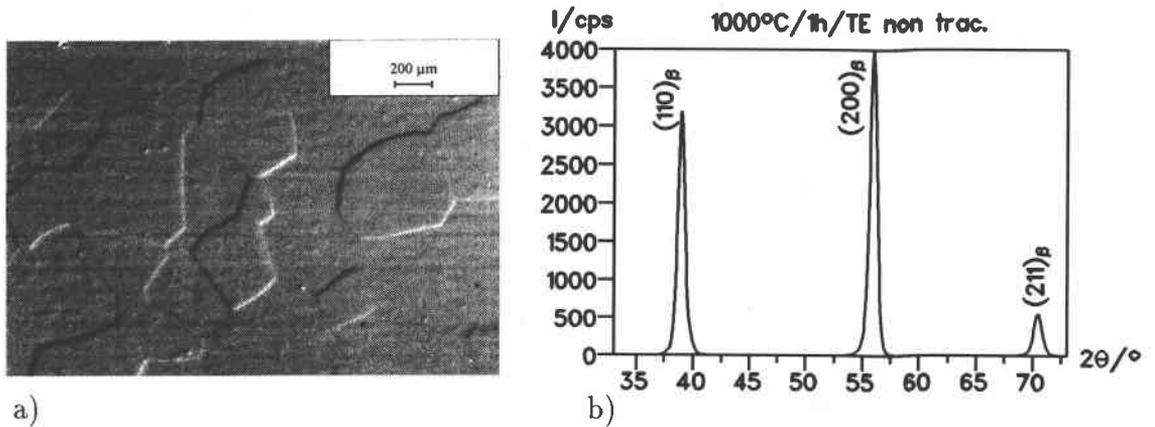


Figure 75: a) Micrographie par MO de l'échantillon TN1000 avant traction, b) diffractogramme de rayons X correspondant

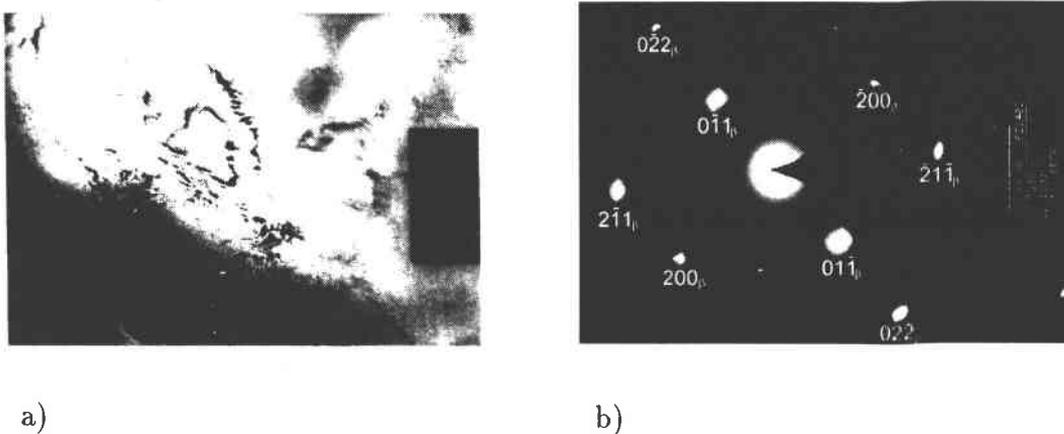


Figure 76: a) Micrographie par MET de l'échantillon TN1000 avant traction, b) cliché de spots (011)<sub>β</sub> correspondant

Les microstructures des trois échantillons présentent des grains équiaxes d'une taille moyenne de 343 μm. Les observations par MET de la microstructure de l'échantillon TN1000 (voir figure 76) donnent l'impression qu'il y a moins de dislocations dans cette microstructure que pour l'échantillon TN920. Malgré cela, un certain nombre de dislocations est bien visible. Dans le cliché de diffraction, de faibles spots correspondant à la phase ω athermique sont présents.

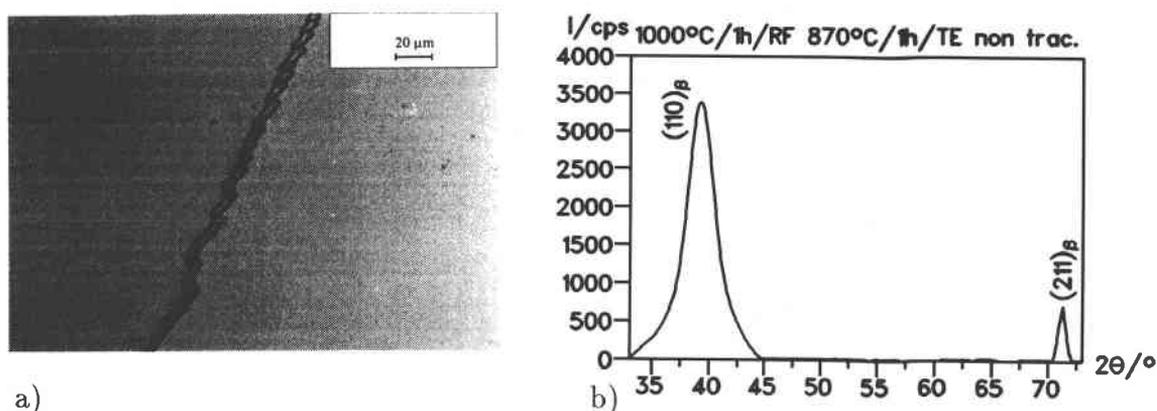


Figure 77: a) Micrographie par MO de l'échantillon TN870 avant traction, b) diffractogramme de rayons X correspondant

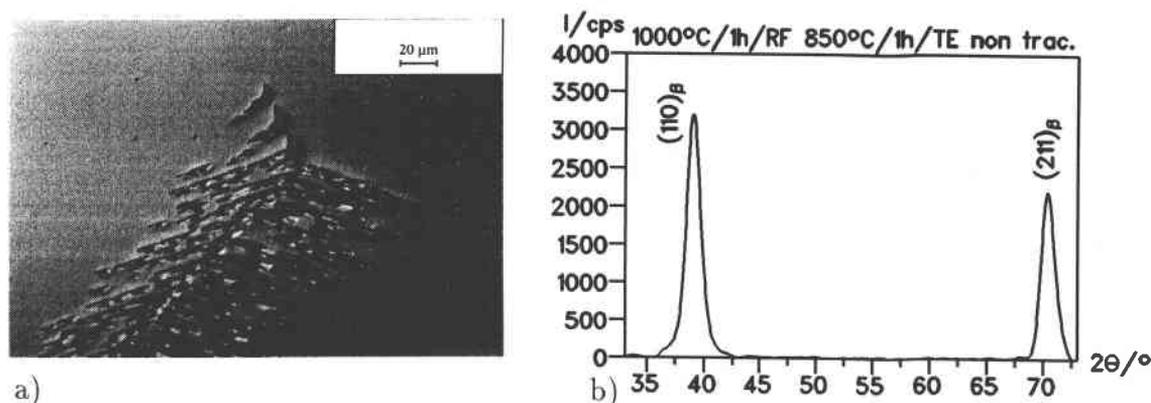


Figure 78: a) Micrographie par MO de l'échantillon TN850 avant traction, b) diffractogramme de rayons X correspondant

Quant à la microstructure de l'échantillon TN870, la phase  $\alpha$  a précipité au contours de certains joints de grains  $\beta$  pendant le deuxième traitement à 870°C. Cette phase  $\alpha$  précipite sous forme de petits platelets parallèles les uns par rapport aux autres (voir micrographie dans la figure 77). Cette morphologie est aussi appelée "allotriomorph" [33]. A l'intérieur des grains  $\beta$  il n'y a pas de précipités  $\alpha$ . L'échantillon TN850 finalement présente aussi ces précipitations  $\alpha$  aux joints de grains. En raison de la température plus basse du deuxième traitement thermique, un nombre plus important de joints de grains est décoré par ces précipitations. De plus, cette baisse de température de mise en solution provoque la précipitation d'une certaine quantité de platelets  $\alpha$  aux joints de grains, qui croissent ensuite sous forme de platelets parallèles vers l'intérieur des grains (voir figure 78). La précipitation de ces platelets ne se fait que sur les joints de grains qui ont été décorés précédemment par la phase

$\alpha$ . L'occupation de l'intérieur des grains  $\beta$  par des précipités  $\alpha$  commence avant que tous les joints de grains  $\beta$  présentent des précipités  $\alpha$ .

Généralement on constate des faibles quantités de phase  $\alpha$  précipitée dans les microstructures des échantillons TN870 et TN850. De ce fait, il n'y a pas de pics prononcés de cette phase dans les diffractogrammes de rayons X. De plus, aucune trace de la phase  $\omega$  athermique observée au MET ne peut pas être détectée dans les diffractogrammes.

### 4.3.3 Les essais de traction

En raison de leurs microstructures, les trois échantillons devraient accommoder un certain taux de la déformation imposée par transformation martensitique induite sous contrainte. Toutes les courbes de traction devraient alors présenter l'effet de "double yielding". Pour pouvoir étudier ensuite les mécanismes de déformation, il faut réaliser des taux de déformation, qui permettent l'accommodation de la déformation imposée par les différents mécanisme de déformation. Puisqu'au début de la déformation c'est surtout la transformation martensitique qui accomode la déformation, il faut réaliser des taux de déformation permettant d'atteindre la deuxième partie de la courbe de traction dont la pente indique une contribution importante du glissement cristallographique dans l'accommodation de la déformation imposée.

Après avoir réalisé un tel taux de déformation, les essais de traction seront interrompus. Cette décharge va - par un relâchement partiel de contraintes internes - conduire à une reversion partielle de la martensite  $\alpha''$  en  $\beta$ . Cette décharge peut être étudiée pour chacun des échantillons.

Pour déterminer le taux de déformation à réaliser, une courbe de traction "de référence" a été enregistrée en tractionnant un échantillon TN870 jusqu'à rupture. A partir de cette courbe, un taux de 8% a été choisi l'étude des autres échantillons. Pour l'état TN870, un échantillon supplémentaire a été tractionné à seulement 5%. Pour ce taux de déformation, on se trouve pratiquement au milieu du premier palier de la courbe de traction et le mécanisme de déformation dominant est sûrement la transformation martensitique. Cet échantillon nous permet de comparer pour une microstructure identique le comportement de la martensite lors de sa reversion partielle pour différents taux de déformation imposés.

Les caractéristiques mécaniques obtenues dans ces essais sont données dans le tableau 15 et les figures 79 - 83 montrent les courbes de traction obtenues.

Toutes les courbes de traction montrent l'effet de "double yielding". Pour les échantillons TN870 et TN850, il est légèrement plus marqué que pour l'échantillon TN1000, possédant une structure monophasée  $\beta$ . Pour toutes les éprouvettes, les valeurs de la limite d'élasticité sont de l'ordre de 700MPa. En comparant les contraintes maximales avant décharge et les élongations résiduelles des trois éprouvettes tractionnés à 8%, on trouve des valeurs pratiquement identiques. Pour l'éprouvette

Ech.	$\sigma_{\max}$ / MPa	$R_{p;0,2}$ / MPa	$\varepsilon_{\text{rel,el}}$ / %	$\varepsilon_{\text{rel,tot}}$ / %	$\varepsilon_{\text{rel,el}} - \varepsilon_{\text{rel,tot}}$ / %	$\sigma_{i,\text{mart}}$ / MPa
TN1000(8%)	1011	719	5,9	4,6	1,4	460
TN8701(rupt)	1079	700	8,9			
TN8702(8%)	1024	700	5,9	4,3	1,6	480
TN8703(5%)	886	703	3	1,4	1,6	570
TN850(8%)	1021	693	5,8	4,3	1,5	470

Tableau 15: Caractéristiques mécaniques lors des essais de traction interrompus des différents échantillons

TN8701 tractionnée jusqu'à rupture, une elongation de 8,9% est obtenue, ce qui est de l'ordre de grandeur de l'elongation de l'échantillon TI920 étudié dans le chapitre précédent.

Au début de la décharge, la contrainte diminue linéairement. Cette baisse est due à la relaxation élastique de l'éprouvette. A partir d'une certaine contrainte, la suite de la courbe de la décharge n'est plus linéaire. Ce comportement est lié à une relaxation (reversion) partielle de la martensite formée au cours de la sollicitation, c'est-à-dire une retransformation de la martensite  $\alpha''$  en  $\beta$  en relâchant les contraintes. Les contraintes  $\sigma_{i,\text{mart}}$  à partir desquelles cette relaxation est initialisée dans les différentes éprouvettes sont données dans le tableau 15. La contrainte la plus élevée est observée pour l'échantillon TN8703, qui n'a subi qu'un taux de déformation de 5 %. Pour les autres échantillons tractionnés jusqu'à 8%, cette contrainte est plus faible et du même l'ordre de grandeur pour les trois éprouvettes.

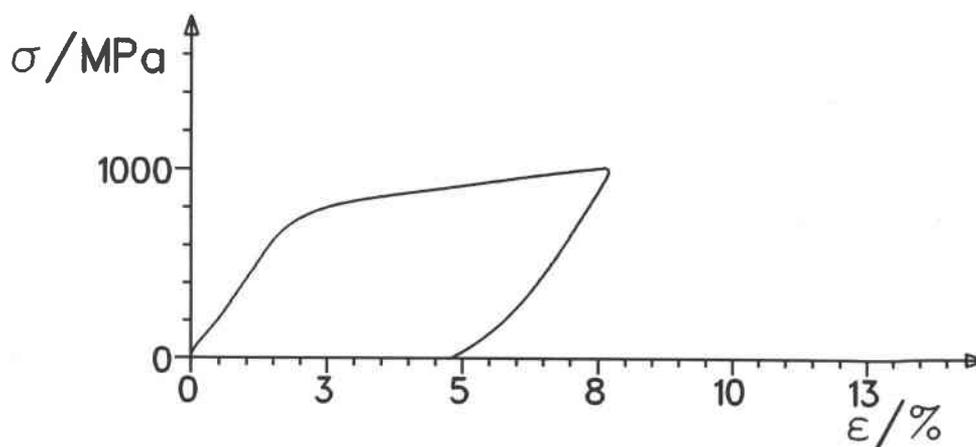


Figure 79: Courbe de traction de l'échantillon TN1000, tractionné à 8 %

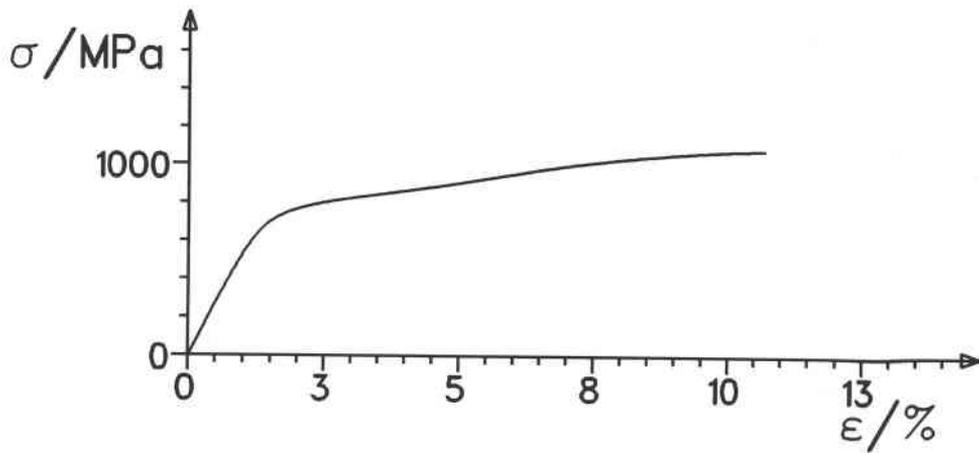


Figure 80: Courbe de traction de l'échantillon TN870, tractionné jusqu'à rupture

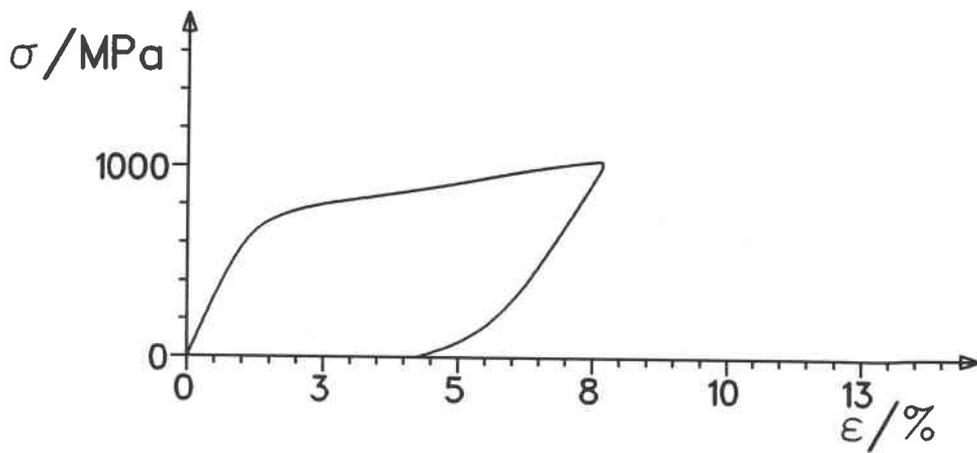


Figure 81: Courbe de traction de l'échantillon TN870, tractionné à 8 %

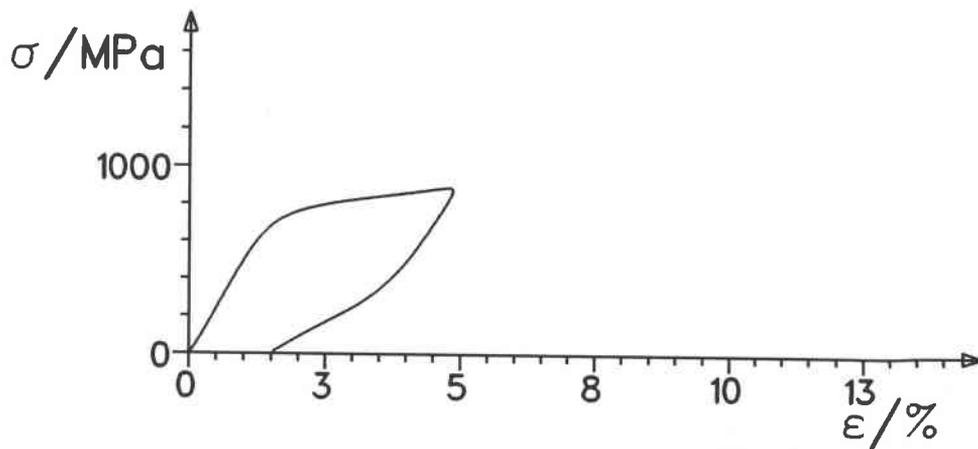


Figure 82: Courbe de traction de l'échantillon TN870, tractionné à 5 %

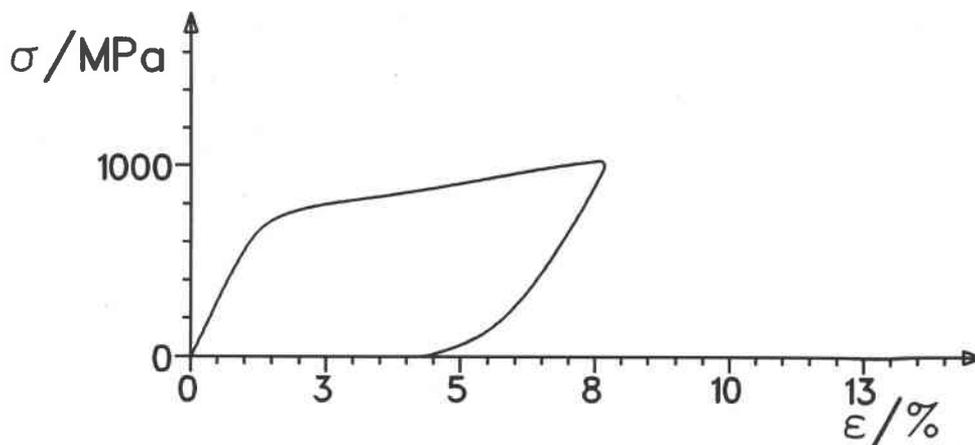


Figure 83: Courbe de traction de l'échantillon TN850, tractionné à 8 %

#### 4.3.4 Les microstructures après traction

Les microstructures des différents échantillons après traction et les diffractogrammes de rayons X sont présentés dans les figures 84 - 88.

Généralement, dans toutes les microstructures analysées des platelets de la phase martensitique  $\alpha''$  peuvent être observés. En ce qui concerne les microstructures des échantillons tractionnés jusqu'à rupture et jusqu'à 8%, les platelets sont présents dans pratiquement tous les grains et ils les occupent pratiquement complètement. Par contre, dans la micrographie de l'échantillon TN8703, il y a des grains  $\beta$  qui ne présentent pas de martensite ou qui n'en possèdent que très peu dans certaines zones des grains.

La détection de la martensite par diffraction de rayons X est difficile. Dans certains diffractogrammes (par exemple TN1000), de faibles pics de cette phase peuvent être observés tandis que pour d'autres échantillons c'est seulement une asymétrie du pic (110) de la phase  $\beta$  qui peut indiquer la présence de la martensite dans la microstructure. Puisque le pic le plus intense (111) de la phase  $\alpha''$  est très proche de ce pic, il peut être couvert par celui-ci et ne peut pas être séparé. Dans ce contexte il faut aussi noter que dans les diffractogrammes des échantillons TN870 et TN850 qui contiennent un faible pourcentage de phase  $\alpha$ , l'élargissement du pic (110) de la phase  $\beta$  ne peut pas être attribué seulement à la présence de la martensite mais il se pourrait aussi que ce pic soit élargi par des pics (00.2) et (10.1) de la phase  $\alpha$  (ces pics sont aussi proches du pic (110) de la phase  $\beta$ ). La quantité de martensite présente dans la microstructure de l'échantillon TN1000 peut être estimée à 9 % en utilisant la méthode semi - quantitative établie par PIONNIER [51].

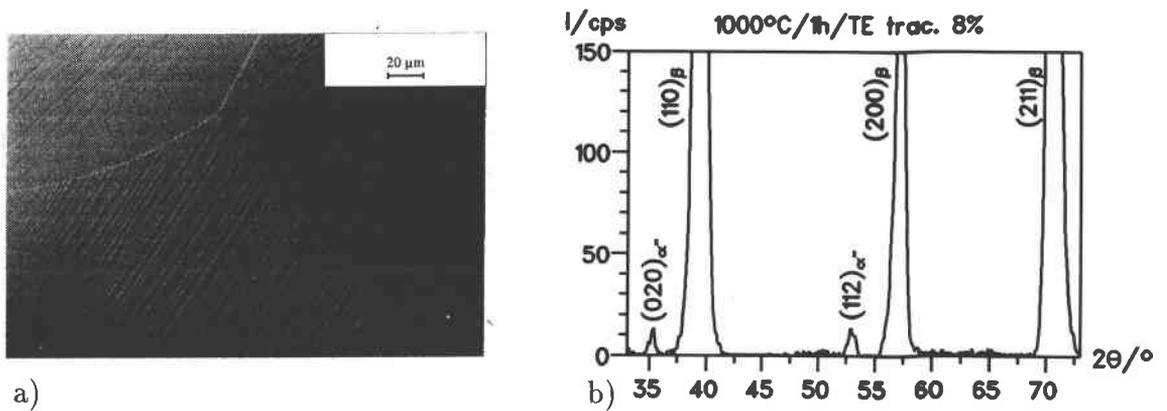


Figure 84: Micrographie par MO de l'échantillon TN1000 tractionné à 8 %, b) diffractogramme de rayons X correspondant

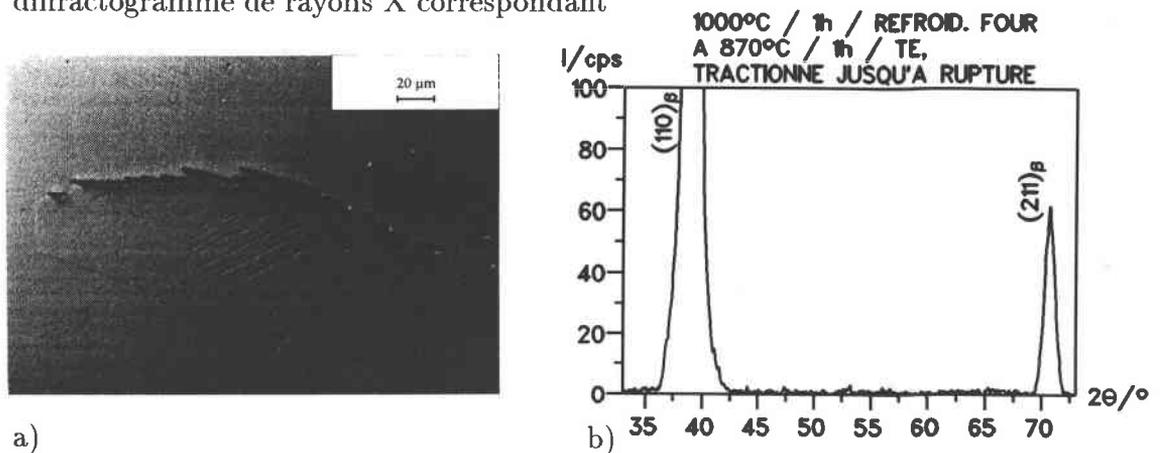


Figure 85: Micrographie par MO de l'échantillon TN8701 tractionné jusqu'à rupture, b) diffractogramme de rayons X correspondant

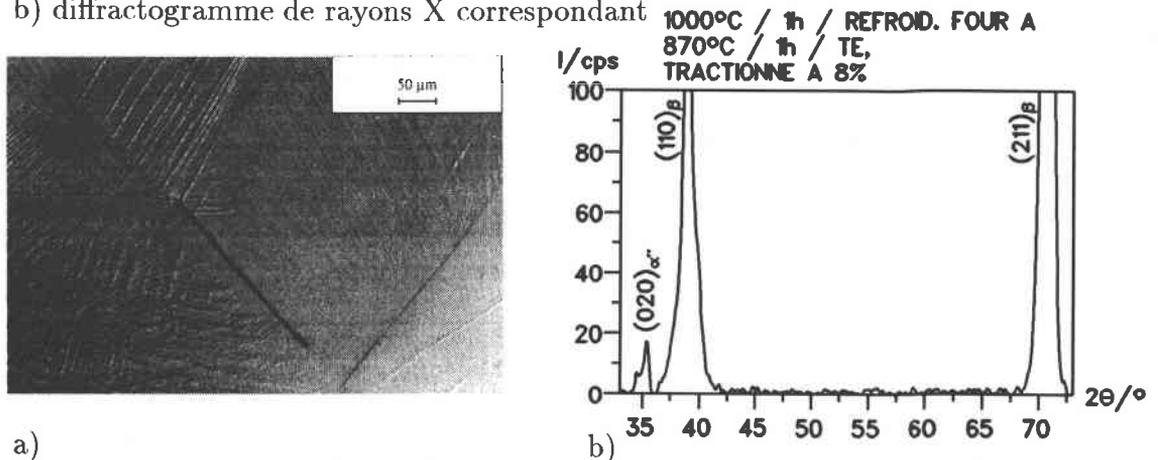


Figure 86: Micrographie par MO de l'échantillon TN8702 tractionné à 8 %, b) diffractogramme de rayons X correspondant

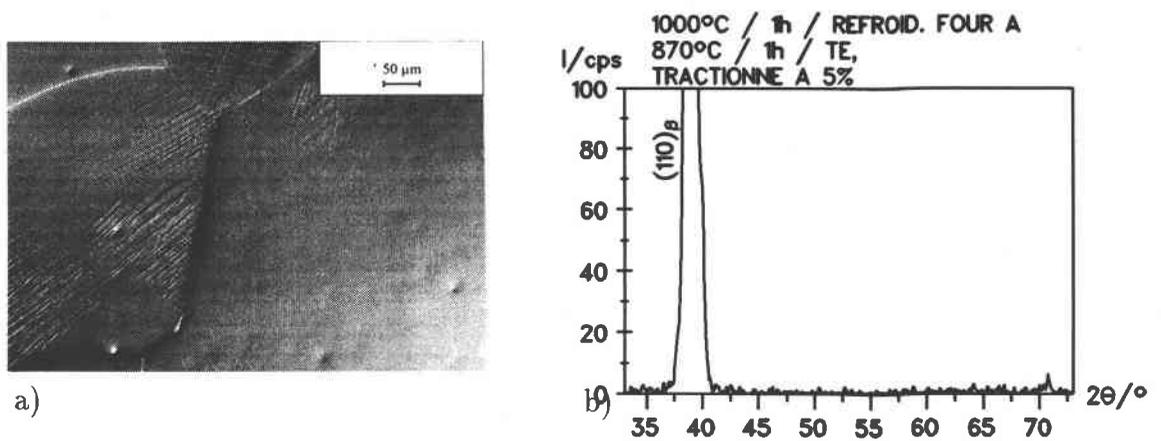


Figure 87: Micrographie par MO de l'échantillon TN8703 tractionné à 5 %, b) diffractogramme de rayons X correspondant

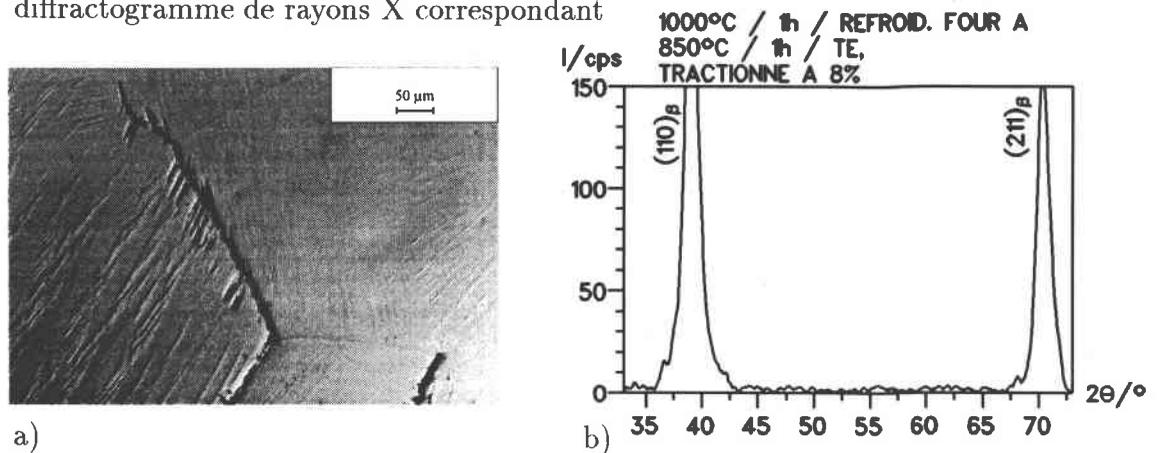


Figure 88: Micrographie par MO de l'échantillon TN850 tractionné à 8 %, b) diffractogramme de rayons X correspondant

#### 4.3.5 Analyse de systèmes de glissement dans la phase β

Une analyse des systèmes de glissement présents dans les grains β de l'échantillon TN8703 a été effectuée en appliquant la méthode précisée au chapitre 3.7.2.1. Cet échantillon a été choisi pour son faible taux de déformation, et présente le plus grand nombre des dislocations isolées observables au microscope. Bien que le mécanisme de déformation majoritaire à ce faible taux de déformation est la transformation martensitique, il y a aussi une faible contribution du glissement cristallographique pour l'accomodation de la déformation imposée et ceci dès le début de la traction. On a essayé de déterminer les systèmes de glissement activés dans ce domaine de déformation.

Les micrographies par MET en champ clair montrant les dislocations étudiées ainsi que les diagrammes de KIKUCHI indiquant l'orientation du grain dans lesquels elles se trouvent, sont présentés dans les figures 89 - 96.

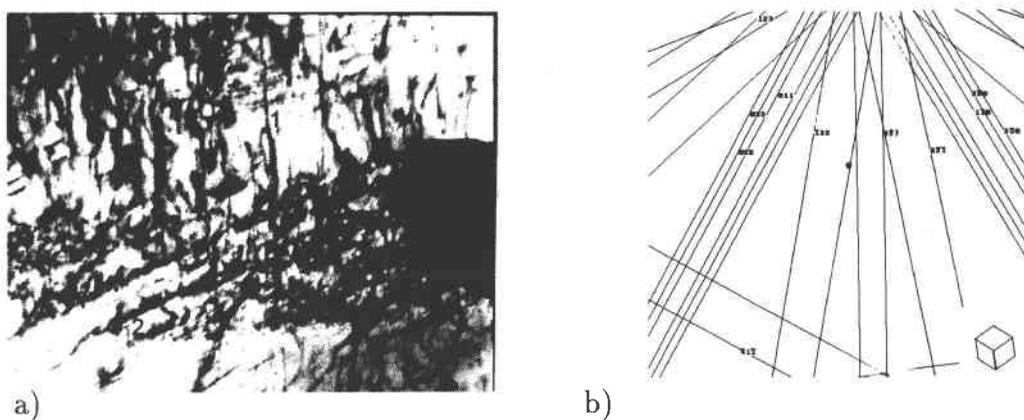


Figure 89: a) Dislocations dans la phase  $\beta$ , 1:  $(101)[\bar{1}11]$ , 2:  $(11\bar{2})[111]$ , b) diagramme de Kikuchi correspondant

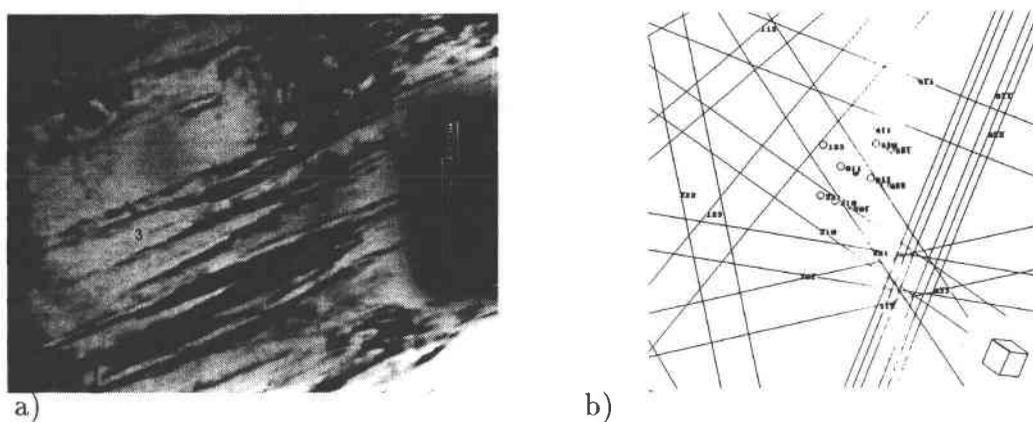


Figure 90: a) Dislocations dans la phase  $\beta$ , 3:  $(110)[\bar{1}11]$ , b) diagramme de Kikuchi correspondant

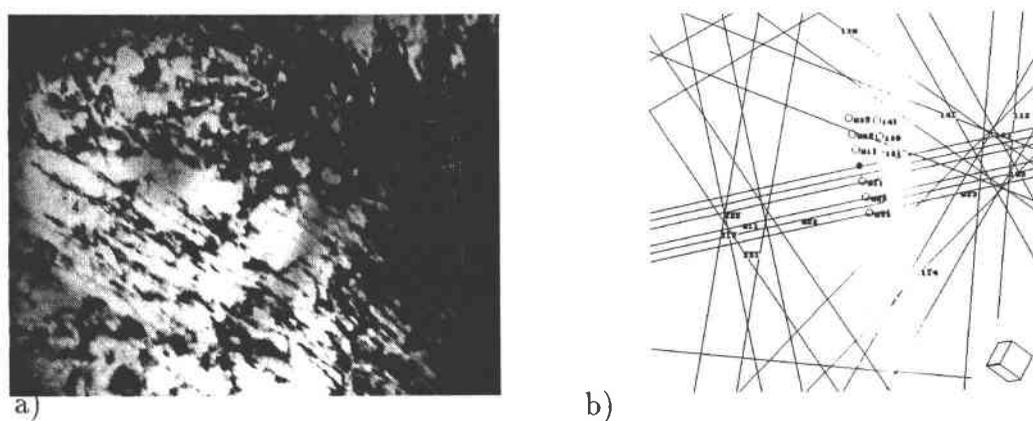


Figure 91: a) Dislocations dans la phase  $\beta$ , 4:  $(\bar{2}11)[\bar{1}11]$ , b) diagramme de Kikuchi correspondant

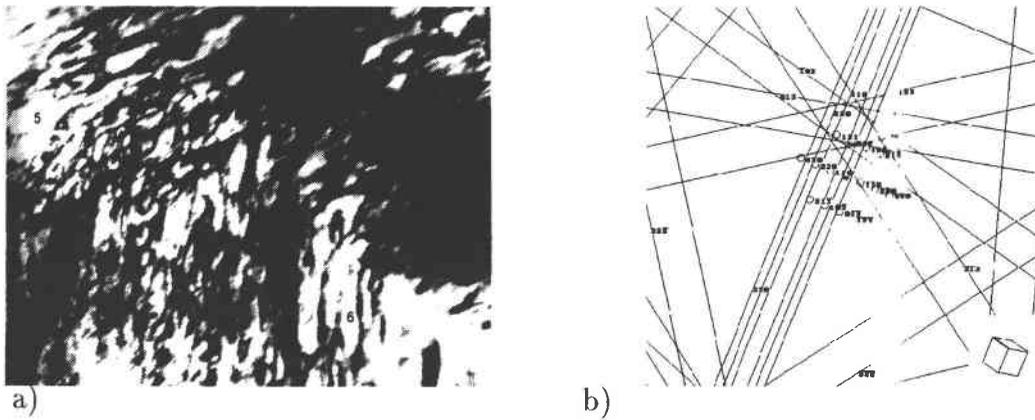


Figure 92: a) Dislocations dans la phase  $\beta$ , 5:  $(\bar{2}11)[111]$ , 6:  $(\bar{1}01)[111]$ , b) diagramme de Kikuchi correspondant

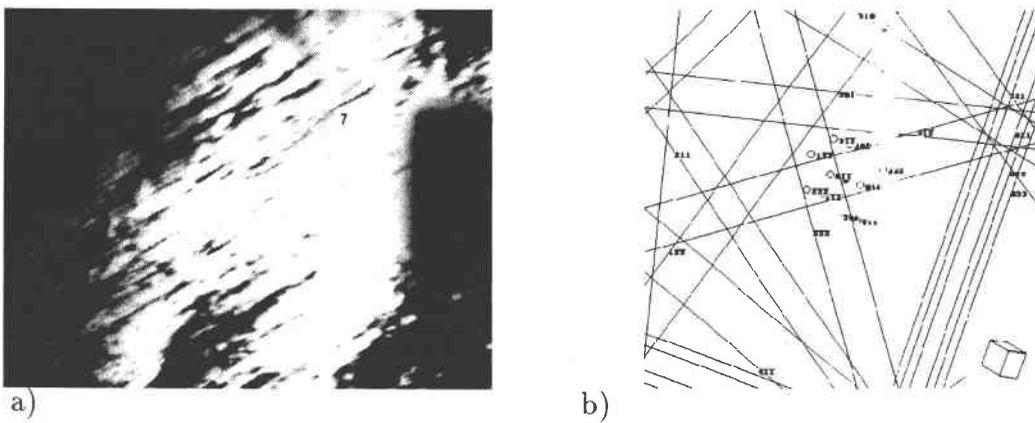


Figure 93: a) Dislocations dans la phase  $\beta$ , 7:  $(\bar{1}10)[111]$ , b) diagramme de Kikuchi correspondant

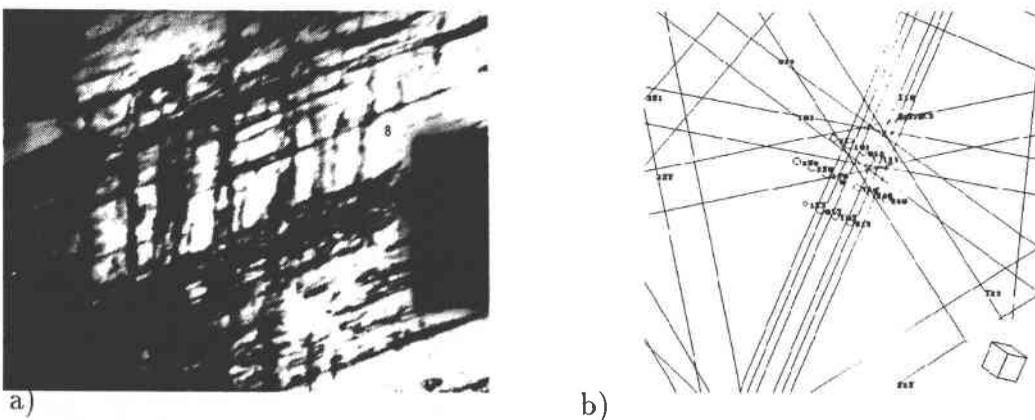


Figure 94: a) Dislocations dans la phase  $\beta$ , 8:  $(\bar{2}11)[111]$ , b) diagramme de Kikuchi correspondant

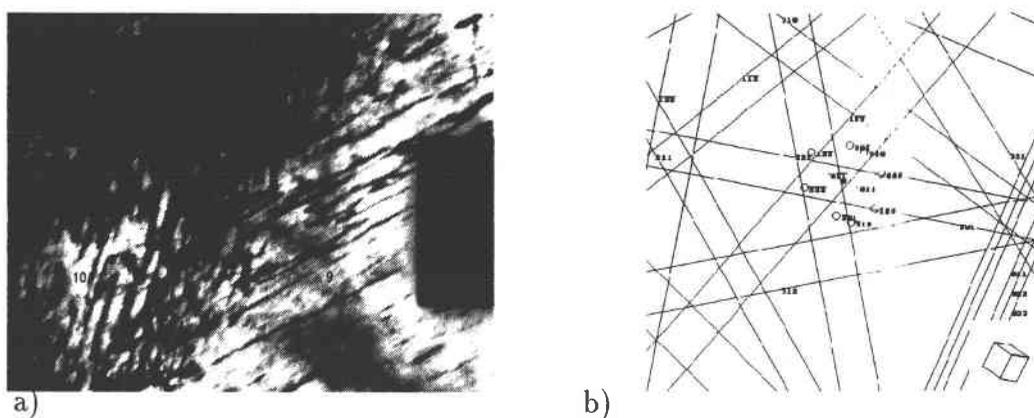


Figure 95: a) Dislocations dans la phase  $\beta$ , 9:  $(101)[\bar{1}11]$ , 10:  $(211)[1\bar{1}\bar{1}]$ , b) diagramme de Kikuchi correspondant

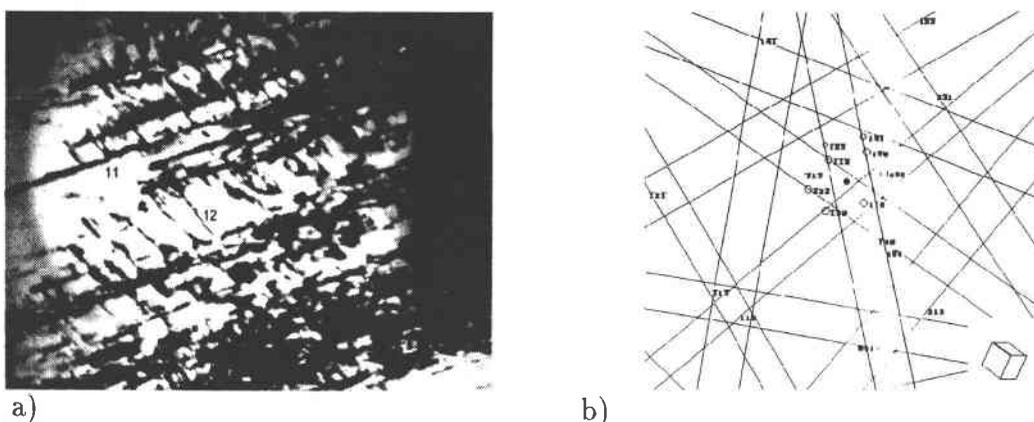


Figure 96: a) Dislocations dans la phase  $\beta$ , 11:  $(110)[\bar{1}\bar{1}1]$ , 12:  $(\bar{1}\bar{1}2)[111]$ , b) diagramme de Kikuchi correspondant

Le tableau 16 résume les différentes dislocations déterminées et donne également les facteurs de SCHMID correspondant à ces dislocations.

Généralement, les deux types des systèmes de glissement  $\{110\}\langle 111\rangle$  et  $\{112\}\langle 111\rangle$  peuvent être identifiés. Cette observation est en accord avec des études comparables menées sur les mécanismes de déformation dans l'alliage de Ti20V [8,80]. En considérant les facteurs de SCHMID, on trouve pour certains systèmes de glissement (par exemple dislocations 2 et 3) des valeurs élevées, tandis que pour d'autres dislocations elles sont plus faibles.

Les systèmes de glissement ayant des facteurs de SCHMID élevés ont une forte probabilité d'avoir été activés lors de la sollicitation par traction appliquée. Dans le cas des autres systèmes, des dislocations pourraient être présentes avant la déformation par traction. Mais par ailleurs certains autres systèmes de glissement peuvent être

numéro	système du glissement	$f_{\text{Schmid}}$
1	(101)[ $\bar{1}11$ ]	-0,12
2	(112)[111]	0,47
3	(110)[111]	0,41
4	(211)[111]	0,36
5	(211)[111]	-0,27
6	(101)[111]	-0,42
7	(110)[111]	0,20
8	(211)[111]	0,26
9	(101)[111]	0,38
10	(211)[111]	-0,43
11	(110)[111]	0,13
12	(112)[111]	0,25

Tableau 16: Systèmes de glissement déterminés dans la phase  $\beta$  de l'échantillon TN8703 avec les facteurs de SCHMID correspondants

activés même si leurs facteurs de SCHMID calculés avec la contrainte macroscopique ne sont pas favorables. En effet il faudrait calculer les facteurs de SCHMID correspondants à l'aide des contraintes locales qui peuvent être différentes des contraintes macroscopiques (par exemple en raison d'une densité importante de dislocations). Les résultats de cette analyse montrent que les 2 systèmes de glissement ( $\{11\bar{a}\}\langle 111\rangle$  et  $\{112\}\langle 111\rangle$ ) sont activés mais le nombre de grains étudiés est faible et il faudrait compléter cette étude par une analyse statistiquement plus représentative. De ce fait, il est difficile également de conclure sur l'importance relative de chacun de ces 2 systèmes de glissement sur l'accommodation de la déformation imposée. Ceci pourra être fait à l'avenir en étudiant un nombre de grains plus important.

#### 4.3.6 Etude de la transformation de phase martensitique $\alpha''$

Le but de cette étude était de déterminer les caractéristiques cristallographiques de la phase martensitique  $\alpha''$  formée dans les grains  $\beta$ . Plus particulièrement l'intérêt a porté sur l'étude des caractéristiques cristallographiques des plans d'accolement entre les deux phases.

##### 4.3.6.1 Détermination des plans d'accolement à partir des traces des platelets martensitiques sur deux surfaces perpendiculaires

Dans un premier temps, les plans d'accolement des platelets martensitiques ont été cherchés. Dans ce but, les orientations individuelles de 22 grains situés sur le bord

d'un échantillon TN1000 ont été déterminées. Ensuite, les angles des traces des platelets martensitiques arrivant sur le bord de l'échantillon dans chacun des grains ont été mesurés par rapport à un repère macroscopique défini sur les deux surfaces perpendiculaires voisines. Ceci est illustré schématiquement dans la figure 97.

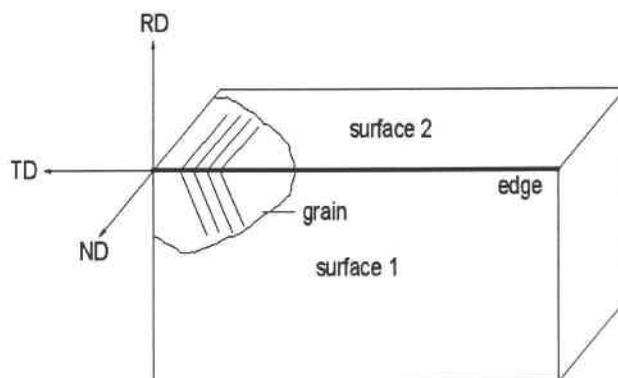


Figure 97: Représentation schématique de l'analyse des traces des platelets martensitiques sur deux surfaces perpendiculaires de l'échantillon

La figure 98 montre un grain sur les deux cotés du coin avec les traces martensitiques arrivant au bord. Les angles  $\delta$  et  $\zeta$  déterminés sur les deux surfaces par rapport aux axes du repère macroscopique sont également présentés.

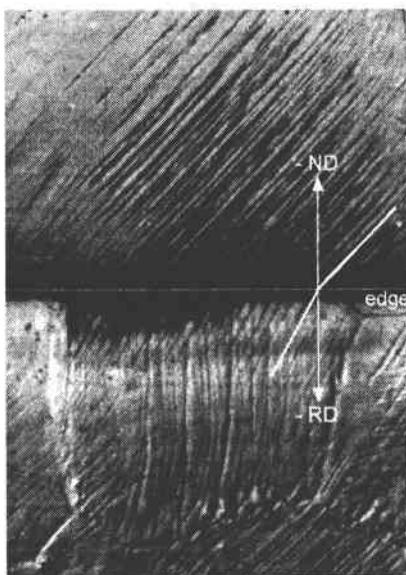


Figure 98: Micrographie du même grain sur deux surfaces perpendiculaires d'un échantillon TN1000 avec des traces des platelets martensitiques arrivant sur le bord

Les résultats obtenus (le détail des calcul des plans d'accolement sont présentées dans l'appendice B) sont illustrés dans la figure 99 où les pôles des plans d'accolement sont présentés dans le triangle standard. Les numéros indiquent les grains dans lesquels le plan d'accolement correspondant a été déterminé.

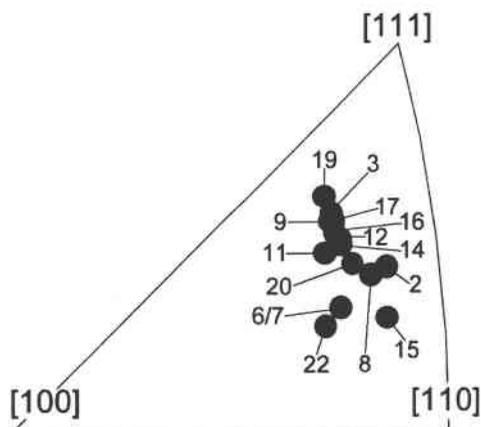


Figure 99: Les positions des plans d'accolement déterminés, représentés dans le triangle standard

Bien qu'on puisse constater une certaine dispersion des pôles, il y a un grand nombre de ceux-ci (voir par exemple grains 3, 8, 9, 11, 12, 14, 16, 17, 19) qui sont proches les uns des autres. Certains autres pôles s'écartent un peu plus de ce groupe comme par exemple ceux des grains 6, 7, 15 et 22.

Plusieurs raisons peuvent être à l'origine de la dispersion des résultats. Premièrement, l'inexactitude de la détermination des angles est d'autant plus importante, que la trace du platelet est courte. Ceci est dû au fait que la direction effective d'une trace courte est plus difficile à identifier sur la micrographie par rapport à une trace longue. Cet effet est renforcé par le fait que l'intersection entre les deux surfaces devient légèrement courbée pendant la préparation métallographique de l'échantillon. L'erreur angulaire de détermination est de l'ordre de 3 à 5° selon la longueur de la trace du platelet.

Deuxièmement une certaine dispersion peut être attribuée au fait que la matrice et le platelet ne sont pas parfaitement cohérents, en raison de contraintes à leur interface [129]. Ces contraintes peuvent conduire à de petites variations des plans d'accolement. Comme l'ont montrées des études sur un acier avec 1,78(%poids) C [129], de faibles contraintes à l'interface peuvent déjà conduire à des variations importantes du plan d'accolement par rapport au cas où il n'y a pas ces contraintes supplémentaires.

Malgré la dispersion des résultats, on trouve qu'un bon nombre de platelets martenitiques ont des plans d'accolement d'indices assez proches. Ces plans sont proches

d'un plan de la famille {234}. Ceci est montré dans le tableau 17 qui donne les écarts angulaires  $\gamma$  entre les plans d'accolement déterminés expérimentalement et le plan le plus proche de la famille {234}. Les indices  $(hkl)_1$  représentent les plans d'accolement expérimentaux tandis que  $(hkl)_2$  représentent les indices d'un plan de la famille {234}.

grain	$h_1$	$k_1$	$l_1$	$h_2$	$k_2$	$l_2$	$\gamma / ^\circ$
2	-0,74019	0,26599	-0,61756	4	2	3	7,0
3	0,53314	-0,76416	-0,36308	3	4	2	1,9
6	0,79790	-0,56521	0,20950	4	3	2	9,8
7	-0,79895	0,20753	-0,56495	4	2	3	10,0
8	-0,75936	-0,59576	0,26162	4	3	2	6,6
9	-0,34798	0,52918	-0,77387	2	3	4	2,7
11	-0,79223	-0,29512	0,53218	4	2	3	4,7
12	0,32236	0,55371	-0,77369	2	3	4	6,4
14	-0,77447	-0,31439	0,54937	4	2	3	3,9
15	-0,75660	0,62567	-0,19000	4	3	2	11,1
16	0,33045	0,54367	-0,76726	2	3	4	2,4
17	0,76863	-0,53590	0,34711	4	3	2	0,8
19	0,75863	0,52193	-0,38995	4	3	2	2,5
20	-0,57262	-0,77065	-0,27965	3	4	2	5,5
22	0,17766	0,53809	-0,82395	2	3	4	12,1

Tableau 17: Plans d'accolement déterminés à l'aide des traces des platelets martensitiques de l'échantillon TN1000 et comparaison avec un plan correspondant à la famille {234}

Les plan d'accolement des platelets martensitiques déterminés dans les grains 3, 9, 11, 14, 16, 17 et 19 font un écart angulaire inférieur à  $5^\circ$  avec un plan {234}. Pour le plan d'accolement déterminé dans le grain 17, cet écart est même inférieur à  $1^\circ$ . Les plus grandes différences angulaires constatées sont de l'ordre de grandeur de  $10$  à  $12^\circ$ . Elles correspondent aux traces des platelets martensitiques des grains pour lesquels les pôles des plans d'accolement dans le triangle standard sont les plus éloignés par rapport à la moyenne.

#### 4.3.6.2 Calcul de la normale au plan d'accolement par la théorie phénoménologique

Par ailleurs, la théorie phénoménologique a été utilisée pour calculer la normale au plan d'accolement de platelets martensitiques  $\alpha''$ . Cette théorie ainsi que les résultats obtenus sont présentés dans ce paragraphe.

La théorie a été développée indépendamment par BOWLES et MACKENSIE [130,131] et LIEBERMAN et al. [132] dans les années 50.

Cette théorie essaie de rendre compte des observations expérimentales de la transformation martensitique telles que changement du réseau cristallin, existence d'une relation d'orientation entre les phases et existence d'un plan d'accrolement.

Pour la transformation de phase martensitique  $\beta \rightarrow \alpha''$ , une correspondance possible entre les deux réseaux cristallographiques est représentée dans la figure 100.

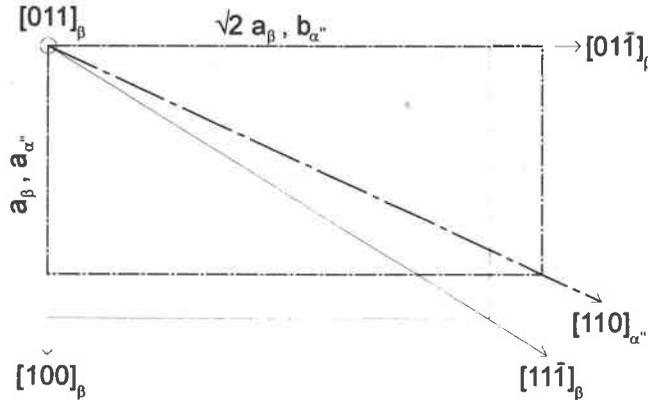


Figure 100: Correspondance possible entre les réseaux cubiques et orthorhombiques

Tout d'abord, pour passer d'un réseau cristallin à l'autre, on peut réaliser une déformation pure de BAIN qui conduit à une contraction d'un des axes principaux et d'une dilatation des deux autres. Cette déformation conduit aux déplacements d'atomes les plus courts. En tenant compte de la correspondance entre les deux réseaux et les paramètres de maille, cette déformation est définie dans un repère  $K_b$   $[\vec{x}_b, \vec{y}_b, \vec{z}_b] = [100]_\beta [01\bar{1}]_\beta [011]_\beta$  de la phase mère par la matrice:

$$\mathbf{B}_{K_b} = \begin{pmatrix} \eta_1 & 0 & 0 \\ 0 & \eta_2 & 0 \\ 0 & 0 & \eta_3 \end{pmatrix} \quad (4.1)$$

avec  $\eta_1 = \frac{a_\alpha''}{a_\beta} = 0,920$ ,  $\eta_2 = \frac{b_\alpha''}{\sqrt{2}a_\beta} = 1,062$  et  $\eta_3 = \frac{c_\alpha''}{\sqrt{2}a_\beta} = 1,001$ .

Schématiquement, cette déformation pure de BAIN transforme une sphère unitaire de la phase mère  $\beta$  décrit par l'équation:

$$x^2 + y^2 + z^2 = 1 \quad (4.2)$$

en un ellipsoïde de la phase martensitique  $\alpha''$  décrit par l'équation:

$$\left(\frac{x'}{\eta_1}\right)^2 + \left(\frac{y'}{\eta_2}\right)^2 + \left(\frac{z'}{\eta_3}\right)^2 = 1 \quad (4.3)$$

Cet effet est illustré dans la figure 101.

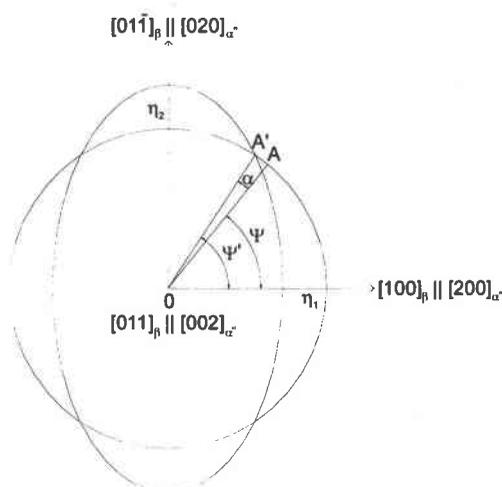


Figure 101: Déformation d'une sphère unitaire en une ellipsoïde due à la déformation pure de BAIN

D'une manière générale la distortion de BAIN ne permet pas de laisser un plan non distordu. Il est donc nécessaire d'adjoindre un cisaillement supplémentaire  $S$ , qui ne change pas la structure cristallographique de la maille mais qui rend le plan d'accolement non distordu dans cette structure. Un tel cisaillement, aussi appelé déformation à réseau invariant, peut être réalisé soit par glissement cristallographique, soit par maclage, soit par les deux mécanismes ensemble. Après ce cisaillement supplémentaire, un plan devenu non distordu est encore tourné. Puisque le plan d'accolement reste par définition non distordu et non tourné pendant la transformation, une rotation rigide exprimée par une matrice  $R$  supplémentaire est également nécessaire.

La déformation macroscopique de la transformation  $P_1$  peut alors être caractérisée par la relation (4.4):

$$P_1 = RSB \quad (4.4)$$

Comme on peut le constater en regardant la matrice de BAIN, il y a pour la transformation  $\beta \rightarrow \alpha''$  une composante principale de cette matrice qui est pratiquement égale à 1. Ceci veut dire que dans une direction principale du repère  $K_\beta$  la dimension de la maille ne change pratiquement pas pendant la transformation. Dans le cas où

cet effet est observé et où les deux autres directions subissent une contraction et une dilatation, la déformation de BAIN permet la présence de plans non distordus [51]. Dans ce cas la déformation à réseau invariant S n'est pas utile et la relation (4.4) se simplifie en:

$$P_1 = RB \quad (4.5)$$

Dans la suite, le calcul du plan d'accolement est présenté a) en tenant en compte cette simplification et b) en appliquant la théorie phénoménologique complète - cas du glissement cristallographique - et c) en introduisant le maclage comme mécanisme activé pour obtenir un plan non distordu après transformation. Dans le cas du calcul avec la théorie phénoménologique simplifiée, le calcul complet des éléments B et R et de ce fait de la déformation macroscopique  $P_1$  est également présenté.

a) *Calcul du plan d'accolement à l'aide de la théorie phénoménologique simplifiée*

Le plan contenant les vecteurs  $\vec{OA}$  et  $\vec{OZ}$  (voir figure 101) devient après transformation le plan qui contient  $\vec{OA}'$  et  $\vec{OZ}'$ . Puisque  $\|\vec{OA}\| = \|\vec{OA}'\|$  et que  $\vec{OA} * \vec{OZ} = \vec{OA}' * \vec{OZ}'$  le plan considéré est non distordu par la transformation. Le vecteur  $\vec{OA}$  doit conserver sa longueur après la déformation de BAIN, donc:

$$x^2 + y^2 = (\eta_1 x) + (\eta_2 y) \quad \rightarrow \quad \frac{y}{x} = \sqrt{\frac{1 - \eta_1^2}{\eta_2^2 - 1}} = 1.096 \quad (4.6)$$

L'angle  $\Psi$  que forme la direction  $\vec{i}$  avec  $\vec{OA}$  est alors égal à:

$$\Psi = \tan^{-1} \left( \frac{y}{x} \right) = 47,62^\circ \quad (4.7)$$

Après la déformation de BAIN, la trace du plan d'accolement est représentée par  $OA'$ . Ce vecteur est de module 1 et A' appartient à l'ellipse:

$$\left( \frac{x'}{\eta_1} \right)^2 + \left( \frac{y'}{\eta_2} \right)^2 = 1 \quad \rightarrow \quad \frac{y'}{x'} = \sqrt{\frac{\frac{1}{\eta_1^2} - 1}{1 - \frac{1}{\eta_2^2}}} = 1,265 \quad (4.8)$$

L'angle  $\Psi'$  que forme la direction  $\vec{i}$  avec  $\vec{OA}'$  est alors égal à:

$$\Psi' = \tan^{-1} \left( \frac{y'}{x'} \right) = 51,68^\circ \quad (4.9)$$

La rotation R nécessaire pour conserver un plan non tourné pendant la transformation de phase est définie de la manière suivante:

$$\mathbf{R}_{K_b} = \begin{pmatrix} \cos \alpha & -\sin \alpha & 0 \\ \sin \alpha & \cos \alpha & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad (4.10)$$

avec  $\alpha = \Psi - \Psi' = 4,06^\circ$ .

Tenant en compte de cela, l'équation (4.5) a la forme:

$$\mathbf{R}\mathbf{B}_{K_b} = \begin{pmatrix} \eta_1 \cos \alpha & -\eta_2 \sin \alpha & 0 \\ \eta_1 \sin \alpha & \eta_2 \cos \alpha & 0 \\ 0 & 0 & \eta_3 \end{pmatrix} \quad (4.11)$$

Finalement, la déformation macroscopique homogène observée peut être exprimée dans le repère défini par les axes principaux de la symétrie cubique  $K_c$ .

$$\mathbf{R}\mathbf{B}_{K_c} = \mathbf{M}\mathbf{K}_b\mathbf{M}^{-1} = \begin{pmatrix} \eta_1 \cos \alpha & -\frac{\eta_2}{\sqrt{2}} \sin \alpha & \frac{\eta_2}{\sqrt{2}} \sin \alpha \\ \frac{\eta_1}{\sqrt{2}} \sin \alpha & \frac{\eta_2}{2} \cos \alpha + \frac{\eta_3}{2} & -\frac{\eta_2}{2} \cos \alpha + \frac{\eta_3}{2} \\ -\frac{\eta_1}{\sqrt{2}} \sin \alpha & -\frac{\eta_2}{2} \cos \alpha + \frac{\eta_3}{2} & \frac{\eta_2}{2} \cos \alpha + \frac{\eta_3}{2} \end{pmatrix} \quad (4.12)$$

Pour faire ceci, on utilise la matrice de changement de base  $\mathbf{M}$ , qui permet de passer du repère  $K_b$   $[\vec{i}, \vec{j}, \vec{k}] = [100]_\beta [01\bar{1}]_\beta [011]_\beta$  au repère  $K_c$   $[\vec{i}, \vec{l}, \vec{m}] = [100]_\beta [010]_\beta [001]_\beta$  et qui a la forme suivante:

$$\mathbf{M} = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \frac{1}{\sqrt{2}} & \frac{1}{\sqrt{2}} \\ 0 & -\frac{1}{\sqrt{2}} & \frac{1}{\sqrt{2}} \end{pmatrix} \quad (4.13)$$

↓

Quant au plan d'accolement, il fait un angle de  $47,62^\circ$  avec la direction  $[100]_\beta$  et il contient la direction  $[011]_\beta = \vec{k}$ . La normale  $\vec{n}$  du plan d'accolement est donc définie par le produit vectoriel entre  $\vec{k}$  et  $\vec{OA}$  dans le repère  $K_b$ :

$$\vec{n}_{K_b} = \vec{k} \wedge \vec{OA} = \begin{pmatrix} 0 \\ 1 \\ 1 \end{pmatrix} \wedge \begin{pmatrix} \cos \Psi \\ \sin \Psi \\ 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} -\sin \Psi \\ \cos \Psi \\ 0 \end{pmatrix} \quad (4.14)$$

Dans le repère  $K_c$ , les composantes de la normale au plan d'accolement sont obtenues en tenant en compte la matrice de changement de base  $\mathbf{M}$  entre les deux systèmes de coordonnées. En tenant également en compte l'angle  $\Psi$  déterminé ci-dessus, on obtient alors:

$$\vec{n}_{K_c} = \begin{pmatrix} -\sin \Psi \\ \frac{\cos \Psi}{\sqrt{2}} \\ -\frac{\cos \Psi}{\sqrt{2}} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} -0,738 \\ 0,477 \\ -0,477 \end{pmatrix} \quad (4.15)$$

A 0,88° près, le plan d'accolement calculé par la théorie phénoménologique simplifiée peut être indexé comme un plan du type (322).

*b) Calcul du plan d'accolement à l'aide de la théorie phénoménologique complète - cas du glissement cristallographique*

Dans le cas où une des quantités  $\eta_i$  de  $B_{K_b}$  n'est pas égale à 1, il faut introduire une déformation à réseau invariant S, c'est - à - dire une déformation, qui ne change pas les dimensions de la maille orthorhombique obtenues après la déformation de BAIN, pour obtenir un plan non distordu. Cette déformation à réseau invariant est considérée dans un premier temps comme un glissement cristallographique. En considérant les paramètres de maille de la phase orthorhombique  $\alpha''$  (structure Cmcm) on trouve que le plan le plus dense de cette structure est le plan (010) et que la direction la plus dense dans ce plan est la direction [101]. Puisque les systèmes de glissement les plus faciles à activer sont normalement ceux qui contiennent les plans et directions les plus denses d'une structure donnée, le système de glissement utilisé dans les calculs est le système (010)<sub>o</sub> [101]<sub>o</sub><sup>5</sup>. La déformation à réseau invariant exprimée par la matrice S peut être décrite dans le repère  $K_g [x_g, y_g, z_g] = [101]_o, [010]_o \wedge [101]_o, [010]_o$ . Le cisaillement S s'exprime alors:

$$S_{K_g} = \begin{pmatrix} 1 & 0 & g \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad (4.16)$$

La matrice B peut également être exprimée dans ce nouveau repère dans la forme:

$$B_{K_g} = \begin{pmatrix} a' & 0 & c' \\ c' & 0 & -a' \\ 0 & 1 & 0 \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \eta_1 & 0 & 0 \\ 0 & \eta_2 & 0 \\ 0 & 0 & \eta_3 \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} a' & c' & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ c' & -a' & 0 \end{pmatrix} \quad (4.17)$$

avec:

$$a' = \frac{a_{\alpha''}}{\sqrt{a_{\alpha''}^2 + c_{\alpha''}^2}} \quad \text{et} \quad c' = \frac{c_{\alpha''}}{\sqrt{a_{\alpha''}^2 + c_{\alpha''}^2}}$$

En faisant le produit  $F = SB$  on obtient:

<sup>5</sup>L'index o signifie que ce système de glissement est défini dans la structure orthorhombique

$$\mathbf{F}_{K_g} = \begin{pmatrix} A & C & gD \\ C & E & 0 \\ 0 & 0 & D \end{pmatrix} \quad (4.18)$$

avec:

$$A = \eta_1 a'^2 + \eta_3 c'^2, \quad C = \eta_1 a'c' - \eta_3 a'c', \quad D = \eta_2, \quad E = \eta_1 c'^2 + \eta_3 a'^2,$$

Puisqu'un plan doit être non distordu après l'opération de B et de S, la matrice F exprime une déformation à plan invariant. Pour ce type de déformation, tout vecteur dans le plan non distordu ne change pas de longueur lors de l'opération de F. Ceci s'exprime par:

$$\|\vec{y}\| = F \cdot \|\vec{x}\| \quad (4.19)$$

avec  $\|\vec{y}\| = \|\vec{x}\|$ ,  $\|\vec{x}\| = \sqrt{\|\vec{x}\|^2}$  et  $\|\vec{x}\|^2 = \vec{x}^T \vec{x}$ , ce qui conduit à l'expression:

$$\vec{x}^T \cdot (F^T F - I) \cdot \vec{x} = 0 \quad (4.20)$$

Une condition nécessaire et suffisante pour avoir une déformation à plan invariant est qu'une de valeurs propre de  $F^T F$  soit égale à 1 ce qui revient trouver les valeurs de g qui soient telles que:

$$\det(F^T F - I) = 0 \quad (4.21)$$

Deux solutions sont alors obtenues pour g:

$$g = \pm \sqrt{\frac{(D^2 - 1) \cdot (A^2 \cdot [E^2 - 1] - 2 \cdot A \cdot C^2 \cdot E - E^2 + (C^2 - 1)^2)}{D^2 \cdot (E^2 + C^2 - 1)}} \quad (4.22)$$

Les deux solutions calculées  $g_{1,2} = \pm 1,965738 \cdot 10^{-2}$  sont ensuite réinjectées dans le produit  $F^T F$  et les deux autres valeurs propres de  $F^T F$  peuvent être obtenues. Pour  $g_1$  et  $g_2$  on calcule les mêmes valeurs propres, telles que  $\lambda_1^2 = 0,92028$  et  $\lambda_3^2 = 1,0633$ . La diagonalisation de  $F^T F$  permet d'obtenir la matrice de passage  $P_0$ .

$$F^T F = P_0 \cdot \Lambda^2 \cdot P_0^{-1} \quad (4.23)$$

Les vecteurs colonnes de  $P_0$  définissent un nouveau repère  $K_D [x_D, y_D, z_D]$  dans lequel  $F^T F$  est diagonal:

$$(F^T F)_{K_D} = \Lambda^2 = \begin{pmatrix} \lambda_1^2 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & \lambda_3^2 \end{pmatrix} \quad (4.24)$$

La deuxième valeur propre qui est égale à 1 signifie que  $y_D$  reste invariant au cours de l'opération de F. De ce fait,  $y_D$  est contenue dans un plan non distordu.

La connaissance des deux autres valeurs propres permet de déterminer un autre vecteur unitaire non déformé par l'opération de F dans le plan  $x_D - z_D$ :

$$(\lambda_1^2 - 1)x^2 + (\lambda_3^2 - 1)z^2 = 0 \quad (4.25)$$

Dans cette équation  $x$  et  $z$  sont les composantes d'un vecteur unitaire non déformé par l'opération de F. On peut donc écrire:

$$\frac{z}{x} = \pm \sqrt{\frac{1 - \lambda_1^2}{\lambda_3^2 - 1}} = \tan \chi \quad (4.26)$$

Après la transformation,  $x$  et  $z$  deviennent  $x'$  et  $z'$  et on obtient:

$$\frac{z'}{x'} = \frac{\lambda_3 z}{\lambda_1 x} = \pm \sqrt{\frac{1 - \lambda_1^2}{\lambda_3^2 - 1}} = \tan \chi' \quad (4.27)$$

Pour calculer la déformation macroscopique  $P_1$  à l'aide de la théorie phénoménologique complète il faut considérer maintenant la rotation R. Cette rotation est une rotation d'angle  $\chi - \chi'$  autour de l'axe  $\vec{y}$  dans le repère  $K_D$

Dans le repère  $K_D$  deux vecteurs non déformés  $\vec{y}_D = (0, 1, 0)$  et  $\vec{u} = (\cos \chi, 0, \sin \chi)$  se trouvent alors dans le plan d'accolement. L'angle  $\chi$  peut être calculé à l'aide de la relation (4.26). La normale au plan d'accolement dans le repère  $K_D$  est alors obtenue en faisant le produit vectoriel entre les deux vecteurs:

$$\vec{n}_{K_D} = \vec{y}_D \wedge \vec{u} = \begin{pmatrix} 0 \\ 1 \\ 0 \end{pmatrix} \wedge \begin{pmatrix} \cos \chi \\ 0 \\ \sin \chi \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \sin \chi \\ 0 \\ -\cos \chi \end{pmatrix} \quad (4.28)$$

En enjettant la valeur de  $\chi$  calculée, on obtient pour les deux différentes valeurs de  $g$  le même plan d'accolement dans le repère  $K_D$ :

$$\vec{n}_{K_D} = \begin{pmatrix} 0,73472 \\ 0 \\ -0,67837 \end{pmatrix} \quad (4.29)$$

On peut exprimer la normale  $\vec{n}$  dans le repère cubique  $K_c$  par la relation:

$$\vec{n}_{K_c} = M_{cb} \cdot M_{bg} \cdot M_{gD} \cdot \vec{n}_{K_D} \quad (4.30)$$

Ici  $M_{gD}$  est la matrice de changement de base, qui permet de passer du repère  $K_g$  dans le repère  $K_D$ ,  $M_{bg}$  est la matrice de changement de base entre  $K_b$  et  $K_g$  et  $M_{cb}$  est la matrice de changement de base entre  $K_c$  et  $K_b$ .

On obtient deux possibilités pour les plans d'accolement dans le repère  $K_c$  correspondant aux deux valeurs de  $g$  (négative et positive):

$$\vec{n}_{K_c}(g_1) = \begin{pmatrix} 0,7590263 \\ -0,3883085 \\ 0,5225856 \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad \vec{n}_{K_c}(g_2) = \begin{pmatrix} 0,7093585 \\ -0,5571831 \\ 0,4316915 \end{pmatrix}$$

Les deux solutions différentes correspondent au fait que le changement de signe de  $g$  implique un changement de signe de certains éléments de matrices de changement de base. Lors des calculs des changements de repère, ceci conduit à ces deux solutions différentes.

Dans le tableau 18 sont donnés les écarts angulaires  $\nu_1$  et  $\nu_2$  entre les différents plans d'accolement déterminés expérimentalement et les deux solutions calculées. Dans ces calculs, les signes des plans ont été négligés. De plus, les indices ont été ordonnés. L'angle  $\nu_1$  est l'angle entre le plan d'accolement expérimental et le plan calculé pour  $g_1$ , tandis que  $\nu_2$  correspond à l'angle entre le plan d'accolement expérimental et le plan calculé pour  $g_2$ .

numéro de grain	$\nu_1 / ^\circ$	$\nu_2 / ^\circ$
2	8,9	10,3
3	2,9	5,2
6	10,8	13,7
7	10,9	13,7
8	8,4	10,4
9	2,5	6,26
11	5,1	8,9
12	6,9	9,1
14	4,6	7,8
15	12,8	14,7
16	1,9	6,1
17	1,2	5,6
19	2,2	5,9
20	6,9	9,4
22	12,7	16

Tableau 18: Différence angulaire entre les plans d'accolement expérimentalement déterminés et les deux plans d'accolement calculés

Pour tous les plans d'accolement déterminés une meilleure correspondance est obtenue avec le plan calculé par  $g_1$ .

Aucune explication n'a pas pu être trouvée pour ce fait. Par ailleurs, il est avancé dans plusieurs travaux [129–131], que les deux solutions de  $g$  donnent des plans d'accolement cristallographiquement équivalents. Il semble que ce ne soit pas le cas. Seuls LIEBERMAN et al. rapportent aussi deux solutions différentes par des calculs similaires. Puisqu'ils n'observent dans leurs expériences que de plans d'accolement correspondant à une de leurs solutions, ils concluent que la solution la plus en accord avec l'expérience est probablement énergétiquement plus favorable que l'autre.

Par contre, si on essaie de trouver des plans ayant des indices entiers proche des deux solutions calculées, on constate que pour  $g_1$  le plan d'accolement calculé peut être identifié à  $2,6^\circ$  près comme un plan  $(4 \bar{2} 3)$ , tandis que celui de  $g_2$  est à  $3,95^\circ$  d'un plan  $(4 \bar{3} 2)$ . De ce fait, les calculs à l'aide de la théorie phénoménologique complète fournissent un plan d'accolement, qui appartient à la famille  $\{234\}$ , ce qui est en accord avec les observations expérimentales.

*a) Calcul du plan d'accolement à l'aide de la théorie phénoménologique en introduisant le maclage comme mécanisme activé pour obtenir un plan non distordu après transformation*

En plus des calculs décrits ci-dessus, la normale au plan d'accolement a été calculée en utilisant le maclage pour réaliser la déformation à plan invariant S. Les calculs ont été faits conformément à ceux détaillés par LIEBERMAN et al. [132]. Ils se basent sur l'hypothèse que la transformation martensitique d'une structure cubique centrée donne de domaines orthorhombiques en relation de macles. Le plan de macle introduit dans les calculs est le plan (111) dans la structure orthorhombique; c'est un plan qui a été également observé expérimentalement [45].

Comme dans le cas du glissement cristallographique, la première opération nécessaire pour la modélisation de la transformation martensitique est la déformation de BAIN. Cette déformation est illustrée pour les régions 1 et 2 dans la figure 102.

Les déformations de BAIN dans les repères orthorhombiques des deux régions peuvent être exprimées par les matrices:

$$\mathbf{B}'_1 = \begin{pmatrix} \frac{b}{\sqrt{2a_0}} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{c}{\sqrt{2a_0}} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{a}{a_0} \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad \mathbf{B}''_1 = \begin{pmatrix} \frac{b}{\sqrt{2a_0}} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{a}{a_0} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{c}{\sqrt{2a_0}} \end{pmatrix} \quad (4.31)$$

La transformation de ces deux matrices dans le repère cubique conduit à:

$$\mathbf{B}^c_1 = \begin{pmatrix} \frac{\sqrt{2}(b+c)}{4a_0} & \frac{\sqrt{2}(-b+c)}{4a_0} & 0 \\ \frac{\sqrt{2}(-b+c)}{4a_0} & \frac{\sqrt{2}(b+c)}{4a_0} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{a}{a_0} \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad \mathbf{B}^c_1 = \begin{pmatrix} \frac{\sqrt{2}(b+c)}{4a_0} & 0 & \frac{\sqrt{2}(-b+c)}{4a_0} \\ 0 & \frac{a}{a_0} & 0 \\ \frac{\sqrt{2}(-b+c)}{4a_0} & 0 & \frac{\sqrt{2}(b+c)}{4a_0} \end{pmatrix} \quad (4.32)$$

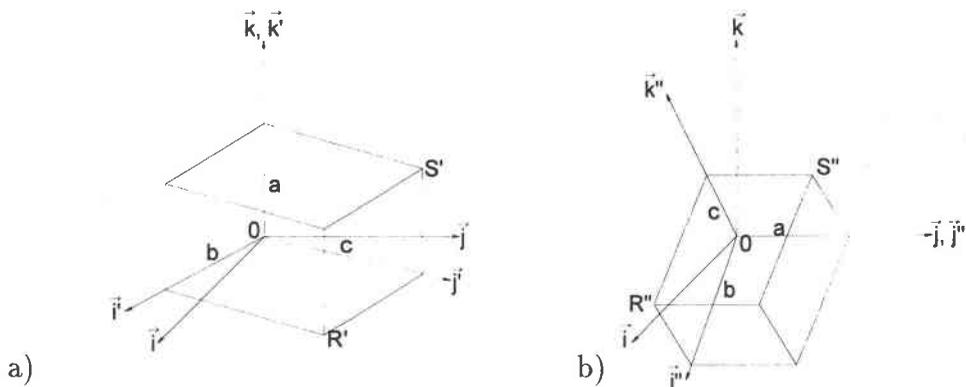


Figure 102: La déformation pure de BAIN des régions a) 1 et b) 2. Les vecteurs unitaires  $(i, j, k)$  représentent le repère cubique;  $(i', j', k')$  et  $(i'', j'', k'')$  représentent les axes principaux de la déformation de BAIN dans les deux régions

Après cette déformation de BAIN les deux régions ne sont pas encore en relation de macles cohérentes. Pour faire ceci une rotation supplémentaire  $R_i$  est nécessaire et la déformation résultante dans chaque région est alors:

$$\mathbf{P}_1 = R_1 B_1 \quad \text{et} \quad \mathbf{P}_2 = R_2 B_2 \quad (4.33)$$

Dans la figure 103, une coupe de la phase orthorhombique est présentée.

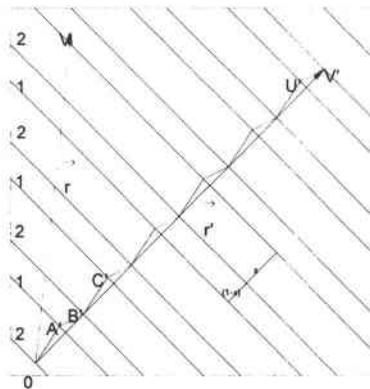


Figure 103: Coupe de la phase orthorhombique montrant la structure lamellaire d'un volume relatif  $x$  pour la macle 2 et d'un volume relatif de  $(1-x)$  pour la macle 1. La ligne brisée  $OA'B'...V'$  provient de la ligne droite  $OV$  dans la structure cubique de départ

Un volume de la phase cubique est transformé dans une structure lamellaire orthorhombique avec des domaines en relation de macle avec un volume relatif de  $x$  pour la macle 2 et un volume relatif de  $(1-x)$  pour la macle 1. Une ligne  $\vec{r} = \vec{OV}$  qui était

initialement une ligne droite dans la phase cubique devient après transformation une ligne brisée  $0A'B'...V'$ . Seule la distortion moyenne sur les régions maclées doit être considérée et il est alors suffisant de traiter la somme vectorielle  $0\vec{V}' = \vec{r}' = 0\vec{A}' + A'\vec{B}' + \dots + U'\vec{V}'$  comme la transformée de  $\vec{r}$ . De ce fait on peut écrire:

$$\vec{r}' = (1-x)P_1r + xP_2r = [(1-x)P_1 + xP_2]r = E \cdot \vec{r} \quad (4.34)$$

avec

$$\mathbf{E} = (1-x)P_1 + xP_2 = (1-x)R_1B_1 + xR_2B_2 \quad (4.35)$$

La matrice  $\mathbf{E}$  est la matrice qui décrit la distortion totale de la transformation. Elle décrit alors dans le repère cubique de ce qui se passe avec un vecteur initial  $\vec{r}$  dans la phase cubique qui devient après transformation un vecteur  $\vec{r}'$ .

Les deux rotations  $R_1$  et  $R_2$  ne peuvent pas être déterminées directement à l'aide du formalisme décrit jusqu'ici. La rotation relative  $R$  entre les deux régions maclées est obtenue en imposant que les vecteurs  $0\vec{R}'$  et  $0\vec{S}'$  dans la figure 102 a) doivent coïncider avec les vecteurs  $0\vec{R}''$  et  $0\vec{S}''$  dans la figure b) pour assurer des macles cohérentes. Ceci signifie que la rotation relative  $R$  doit mettre en coïncidence les plans  $R''0S''$  et  $R'0S'$ . Initialement ces deux plans étaient des plans  $(0\bar{1}1)$  dans la structure cubique et de ce fait la normale  $\vec{n}$  de ce plan a les mêmes indices que ce plan. Les deux normales de ces plans après transformation, exprimées dans le repère cubique, sont:

$$\vec{n}'_c = B_1^c \cdot \vec{n} \quad \text{et} \quad \vec{n}''_c = B_2^c \cdot \vec{n} \quad (4.36)$$

Finalement après normalisation on obtient les deux normales telles que:

$$\vec{n}'_c = \begin{pmatrix} -\frac{\sqrt{2}(-b+c)}{4a_0^2N} \\ \frac{\sqrt{2}(b+c)}{4a_0^2N} \\ \frac{a}{a_0^2N} \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad \vec{n}''_c = \begin{pmatrix} \frac{\sqrt{2}(-b+c)}{4a_0^2N} \\ -\frac{a}{a_0^2N} \\ \frac{\sqrt{2}(b+c)}{4a_0^2N} \end{pmatrix} \quad (4.37)$$

avec:

$$N = \sqrt{\left(\frac{\sqrt{2}(-b+c)}{4a_0^2}\right)^2 + \left(\frac{\sqrt{2}(b+c)}{4a_0^2}\right)^2 + \left(\frac{a}{a_0^2}\right)^2} \quad (4.38)$$

L'axe de rotation  $\vec{z} = (z_1, z_2, z_3)$  est obtenu par le produit vectoriel de ces deux normales et l'angle de rotation  $\iota$  par leur produit scalaire. Ceci permet le calcul de la matrice  $R$ .

$$\mathbf{R} = \begin{pmatrix} 1 - z_1^2 \cos \iota + z_1^2 & z_1 z_2 (1 - \cos \iota) + z_3 \sin \iota & z_1 z_3 (1 - \cos \iota) + z_2 \sin \iota \\ z_1 z_2 (1 - \cos \iota) - z_3 \sin \iota & 1 - z_2^2 \cos \iota + z_2^2 & z_2 z_3 (1 - \cos \iota) + z_1 \sin \iota \\ z_1 z_3 (1 - \cos \iota) + z_2 \sin \iota & z_2 z_3 (1 - \cos \iota) - z_1 \sin \iota & 1 - z_3^2 \cos \iota + z_3^2 \end{pmatrix} \quad (4.39)$$

Puisque  $\mathbf{R}$  est la rotation relative entre  $\mathbf{R}_1$  et  $\mathbf{R}_2$  l'équation 4.35 peut être écrite de la manière suivante:

$$\mathbf{E} = \mathbf{R}_1[(1-x)\mathbf{B}_1 + x\mathbf{R}\mathbf{B}_1] \quad (4.40)$$

De ce fait:

$$\mathbf{E} = \mathbf{R}_1 \mathbf{F} \quad (4.41)$$

avec

$$\mathbf{F} = (1-x)\mathbf{B}_1 + x\mathbf{R}\mathbf{B}_2 \quad (4.42)$$

Cette matrice  $\mathbf{F}$  obtenue, la poursuite des calculs est identique à celle utilisant le glissement cristallographique dans le cas de la théorie phénoménologique complète (voir chapitre précédent à partir de l'équation 4.18). Il faut donc diagonaliser maintenant la matrice  $\mathbf{F}$ , en utilisant la matrice  $\mathbf{F}^T$ . On impose à nouveau la condition suffisante et nécessaire que pour obtenir un plan non distordu après transformation: une valeur propre du produit  $\mathbf{F}\mathbf{F}^T$  doit être égale à 1. Puisque la matrice  $\mathbf{F}$  contient cette fois-ci plusieurs éléments dépendant de  $x$  (dans le cas du glissement cristallographique un seul élément de la matrice contenait un paramètre inconnu ( $g$ )) l'équation qui doit finalement être résolue est du sixième degré. Parmi les six solutions possibles pour  $x$ , il y a 2 solutions représentant les valeurs maximales et minimales [132].

Après avoir fait tous les calculs conformément à ceux décrits dans le chapitre précédent, on obtient dans le repère principal cubique  $\mathbf{K}_c$  deux solutions différentes pour les deux valeurs de  $x$  qui donnent deux plans d'accolement différents. Les deux plans d'accolement ont les normales suivantes:

$$\vec{n}_{\mathbf{K}_c}(\text{macle 1}) = \begin{pmatrix} 0,5493808 \\ -0,5040082 \\ 0,6664506 \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad \vec{n}_{\mathbf{K}_c}(\text{macle 2}) = \begin{pmatrix} 0,5352022 \\ -0,5016264 \\ -0,6796540 \end{pmatrix}$$

A  $2,37^\circ$  le plan d'accolement pour la solution appelée macle 1 correspond à un plan  $(\bar{3}\bar{3}4)$  tandis qu'à  $1,44^\circ$  la solution appelée macle 2 correspond à un plan  $(\bar{3}\bar{3}\bar{4})$ . Les calculs de la normale au plan d'accolement sous l'hypothèse que la déformation à plan invariant est réalisée par maillage conduisent alors à des plans qui appartiennent à la famille  $\{3\bar{3}4\}$ . Ces plans par contre ne correspondent pas avec les observations expérimentales. De ce fait on est tenté de conclure que la déformation à réseau invariant se réalise plutôt par glissement cristallographique que par du maillage.

#### 4.3.6.3 Etude supplémentaire vérifiant les résultats de la théorie phénoménologique

Au cours de cette étude, les platelets martensitiques de deux échantillons (TN8701 et TN8703) ayant subi différents taux de déformation ont été analysés. Cette étude a consisté dans un premier temps à la détermination des orientations individuelles de grains dans lesquels des platelets martensitiques doivent être ultérieurement analysés. Ensuite les angles  $\gamma$  que font de différents types de platelets martensitiques dans les grains dont les orientations individuelles sont connues ont été déterminés par rapport à un repère macroscopique défini. En tenant en compte de la relation d'orientation existante entre les phases  $\beta$  et  $\alpha''$ , les angles que font les traces des 24 variants martensitiques théoriquement possibles dans chaque grain, ont été calculés dans le même repère. Ceci a été fait sous l'hypothèse que le plan d'accolement existant entre les deux phases est celui obtenu lors par la théorie phénoménologique complète en introduisant le glissement cristallographique (solution  $g_1$ ). Finalement les angles déterminés expérimentalement et calculés ont été comparés pour chaque grain.

Des orientations individuelles de 122 grains pour l'échantillon TN8701 et de 144 grains dans le cas de l'échantillon TN8703 ont été déterminées.

Les microstructures de ces deux échantillons sont présentées dans les figures 104 et 105 et les tableaux 19 et 20 montrent les résultats obtenues pour un certain nombre de grains représentatifs.

On constate pour la plupart des grains étudiés une bonne correspondance entre les angles observés expérimentalement et l'angle que fait un de 24 variants possibles. Le décalage angulaire est souvent inférieur à  $5^\circ$ . Les erreurs de détermination des angles sont de l'ordre de  $3$  à  $5^\circ$  comme dans le cas précédent. Le bon accord entre les mesures expérimentales des angles et des prévisions théoriques montre que la théorie phénoménologique avec le glissement cristallographique est capable dans ce cas de prévoir le type des plans d'accolement.

A coté de ces platelets il y a dans certains grains, des platelets martensitiques faisant un écart angulaire plus important avec la trace théorique la plus proche. Comme il a été déjà décrit dans le chapitre concernant la détermination expérimentale des plans d'accolement par analyse de deux surfaces, une dispersion des plans d'accolement peut être provoquée par l'apparition ou le changement important du champ de contraintes local. Il serait donc imaginable que le champ local de contraintes autour de ces platelets martensitiques soit assez différent de celui du reste du grain et conduit de cette manière à un plan d'accolement qui n'est plus du type  $\{234\}$ . Les platelets concernés sont souvent très petits et sont proches d'un joints de grains où les contraintes sont largement influencées par la proximité des grains voisins.

Une vérification directe et locale de cet effet n'est pas réalisée actuellement. Pour vérifier cette hypothèse, la connaissance des champs de contraintes locaux dans les grains concernés est nécessaire mais une telle détermination n'est pas réalisable

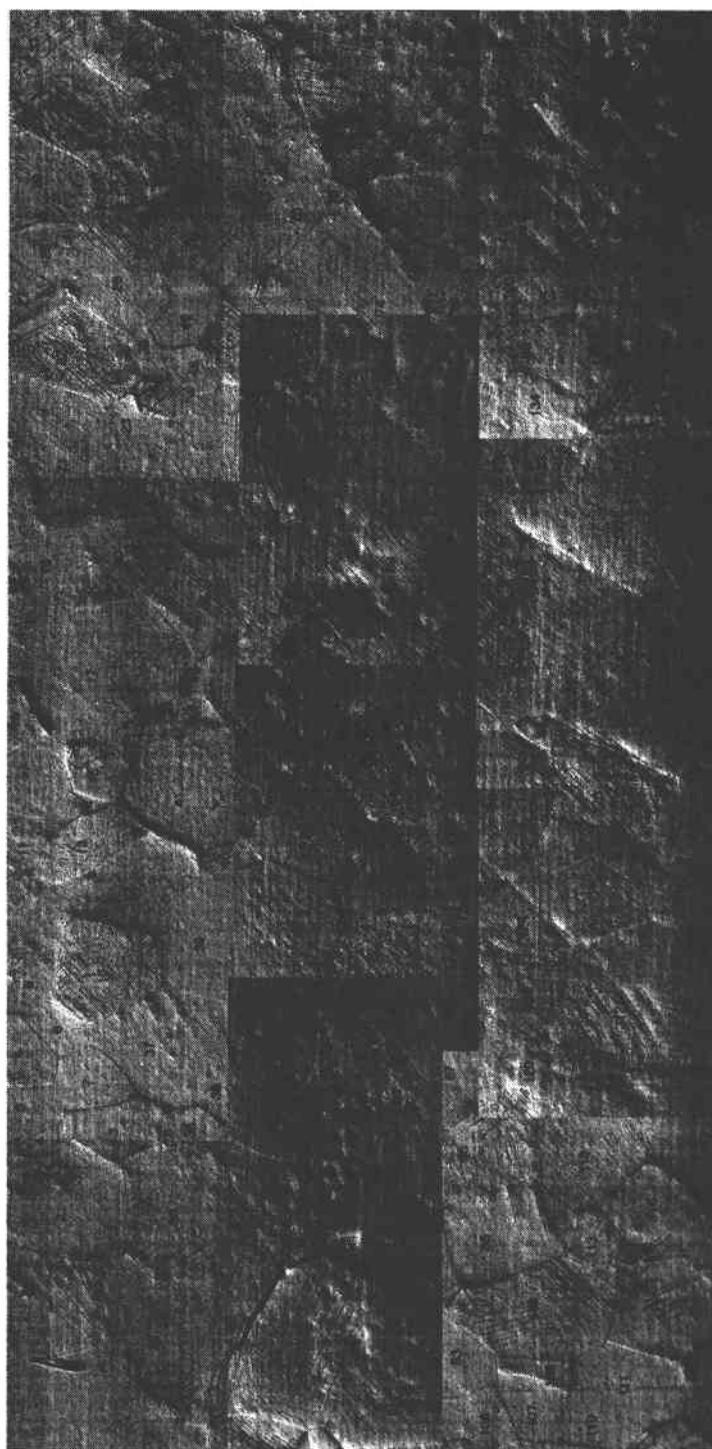


Figure 104: Cartographie de l'échantillon TN8701, 50 x

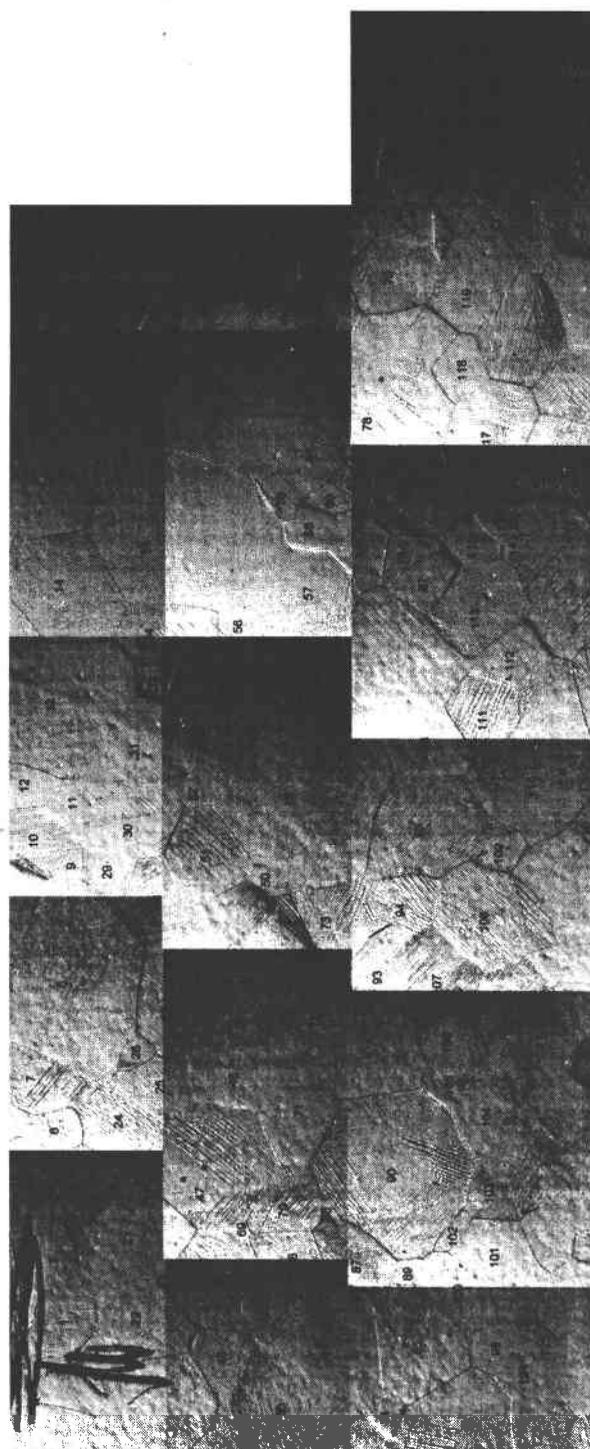


Figure 105: Cartographie de l'échantillon TN8703, 50 x

grain	variant	$\gamma_{\text{mes}}/^\circ$	$\gamma_{\text{cal}}/^\circ$	$\Delta\gamma/^\circ$
1	1	7	1,83	5,17
6	3	-59	-55,71	3,29
	10	53	53,90	0,90
8	2	-55	-57,46	2,46
	9	62	64,01	2,01
	23	32	19,95	<b>12,05</b>
30	17	-41	-44,00	3,00
	21	33	31,35	1,65
	22	6	2,36	3,64
40	9	-23	-30,94	7,94
	11	-36	-37,51	1,51
	13	30	32,60	2,60
47	1	-51	-51,18	0,18
	14	-71	-73,82	2,82
	19	39	50,68	<b>11,68</b>
70	1	-59	-59,33	0,33
	2	64	67,54	3,54
	4	49	45,94	3,06
90	7	-54	-56,44	2,44
	15	19	34,32	<b>15,32</b>
	20	-42	-40,68	1,32
95	2	44	48,47	4,47
	9	-68	-66,43	1,57
	15	-49	-45,61	3,39
108	19	-41	-38,18	2,82
111	11	64	61,69	2,31
113	7	-55	-54,79	0,21
	13	-14	-12,11	1,89
	24	62	63,82	1,82
120	19	-64	-66,25	2,25

Tableau 19: Angles mesurés et calculés des traces martensitiques dans certains grains de l'échantillon TN8701

grain	variant	$\gamma_{\text{mes}}/^\circ$	$\gamma_{\text{cal}}/^\circ$	$\Delta\gamma/^\circ$
2	1	43	43,36	0,36
	3	-9	-10,95	1,95
	6	-36	-37,19	1,19
	13	35	41,51	6,51
3	4	-64	-66,71	2,71
	11	90	88,98	1,02
	24	-13	-10,68	2,32
12	11	-38	-37,99	0,01
	16	-78	-67,04	<b>10,96</b>
	17	27	23,62	3,38
35	9	-34	-34,51	0,51
	20	54	52,15	1,85
30	17	-41	-44,00	3,00
	21	33	31,35	1,65
	22	6	2,36	3,64
40	5	-87	-73,38	<b>13,62</b>
	6	25	31,45	6,45
	21	44	44,65	0,65
	22	-28	-24,62	3,38
61	7	-63	-59,52	3,48
	10	-5	-6,69	1,69
	12	66	70,13	4,13
	21	49	50,07	1,07
109	9	15	14,81	0,19
	15	46	50,83	4,83
	19	-15	-0,30	<b>14,70</b>
135	4	73	69,45	3,55
	11	50	46,80	3,20
	24	-62	-62,74	0,74
144	6	37	36,19	0,81
	7	-51	-53,46	2,46

Tableau 20: Angles mesurés et calculés des traces martensitiques dans certains grains de l'échantillon TN8703

expérimentalement de manière simple.

#### 4.3.7 Conclusion

Les mécanismes de déformation activés dans l'alliage de  $\beta$ -CeZr ont été étudiés au cours de cette étude sur trois microstructures différentes. Une microstructure était complètement  $\beta$ , les deux autres présentaient un certain pourcentage de phase  $\alpha$  suite à un deuxième traitement thermique.

Les essais de traction suivants ont été poursuivis jusqu'à rupture ou arrêtés après différents taux de déformation. Ces derniers ont permis d'étudier aussi le comportement du matériau lors de la décharge. Pour les trois microstructures étudiées le même taux de traction donne des caractéristiques mécaniques similaires. Tant que l'on reste dans des déformation dans les limites du plateau dans la courbe de traction, une quantité similaire de martensite se retransforme en  $\beta$  à la décharge. Par contre, plus le taux de déformation est faible plus cette relaxation due à la retransformation de la martensite en phase mère intervient tôt.

En ce qui concerne les microstructures après traction, des platelets martensitiques sont présents dans partiquement tous les grains des échantillons tractionnés jusqu'à rupture et à 8%. Dans la microstructure tractionnée à 5 % il y a trois catégories de grains; ceux qui contiennent pratiquement entièrement des platelets martensitiques, ceux qui en contiennent partiellement et ceux qui n'en contiennent pas.

Une analyse de systèmes de glissement cristallographiques dans la phase  $\beta$  a été réalisée pour l'échantillon tractionné à 5 %. Seuls les 2 systèmes de glissement  $\{110\}\langle 111\rangle$  et  $\{112\}\langle 111\rangle$  ont été déterminés. Ces 2 systèmes ont été déterminés dans des grains qui ne présentaient que du glissement cristallographique (pas de platelets observables de la phase martensitique  $\alpha''$  dans ces grains au MET). Cependant, pour tirer des conclusions plus fiables il faudra étudier un nombre de grains statistiquement plus représentatif, ce que nous n'avons pu faire. Dans la poursuite de ce travail, il devrait donc être possible en travaillant sur un nombre d'éprouvettes plus important d'obtenir de renseignements sur l'importance relative de chaque système de glissement.

Quant à la déformation par transformation de phase martensitique une étude des plans d'accrolement a été réalisée. La détermination expérimentale par analyse des traces martensitiques sur deux surfaces perpendiculaires fournit malgré une certaine dispersion des résultats montrant que les plans d'accrolement sont proches des plans du type  $\{234\}$ . En calculant ensuite les plans d'accrolement par la théorie phénoménologique on constate que la théorie simplifiée ne fournit pas les plans observés. En appliquant la théorie complète dans laquelle on utilise le glissement  $(010)[101]$  dans la structure orthorhombique on obtient deux plans d'accrolement légèrement différents qui sont tous deux proches des plans de la famille  $\{234\}$ . Le plan obtenu pour un cisaillement négatif correspond mieux avec les résultats

expérimentaux. Aucune explication physique ne peut pas être donnée actuellement pour ce résultat. Si on calcule les plans d'accolement en tenant compte du maclage sur un plan (111) dans la structure orthorhombique, à nouveau les deux plans d'accolement peuvent être calculés. Mais ils ne sont pas en accord avec les observations expérimentales. Les résultats obtenues par calcul (plan d'accolement calculé avec le glissement cristallographique et le cisaillement négatif) semblent être confirmés par les résultats obtenus sur deux autres échantillons. Dans ce cas, les angles que font les traces martensitiques dans un certain nombre de grains avec la direction de laminage du repère macroscopique de l'échantillon ont été comparés avec les angles que feraient les 24 variants martensitiques potentiels calculés. Pour un grand nombre des traces martensitiques observées il existe toujours une variante potentielle qui présente, en tenant en compte des erreurs expérimentales, un angle proche de celui mesuré.

## 5 Conclusion générale et perspectives

L'activation des différents mécanismes de déformation en fonction de la microstructure et l'influence de ces mécanismes sur le comportement mécanique de l'alliage  $\beta$ -Cez ont été analysées. On a montré que l'activation des deux mécanismes de déformation possibles (glissement cristallographique et transformation martensitique) est fortement influencée par l'état microstructural du matériau.

En ce qui concerne l'influence des mécanismes de déformation sur les caractéristiques mécaniques du matériau, une déformation par glissement cristallographique seule conduit à des résistances mécaniques (limite d'élasticité) élevées mais également à des ductilités moyennes. Une accommodation de la déformation imposée par transformation martensitique de phase et glissement cristallographique améliore de la ductilité. Simultanément la résistance mécanique diminue.

La transformation martensitique  $\beta \rightarrow \alpha''$  est très sensible aux changements microstructuraux. Pour que son activation soit possible il ne faut pas que la proportion de la phase  $\alpha$  (transformation  $\beta \rightarrow \alpha$ ) soit importante. La transformation martensitique contribue surtout à l'accommodation de la déformation imposée, si la phase  $\beta$  possède une stabilité mécanique faible et si la taille de grains ou de domaines  $\beta$  entre précipités  $\alpha$  est suffisamment grande. Puisque la stabilité mécanique de la phase  $\beta$  n'est pas facilement accessible expérimentalement, le seul paramètre qui peut servir comme critère pour l'activation de cette transformation martensitique est la taille de grains / domaines  $\beta$ . Indirectement ce paramètre donne aussi une indication sur la stabilité mécanique de la phase  $\beta$  puisqu'une augmentation de la taille de domaines est liée à des taux de précipitation de la phase  $\alpha$  plus faible et conduit à une baisse de la stabilité mécanique de la phase  $\beta$ .

La contribution la plus importante de la transformation martensitique à l'accommodation de la déformation imposée est observée pour une microstructure 100%  $\beta$  à température ambiante. Dans ce cas la stabilité mécanique de la phase  $\beta$  est la plus faible et la taille de grains est de l'ordre de grandeur de quelques centaines de micromètres. Quant aux microstructures biphasées ( $\alpha + \beta$ ) à la température ambiante, seulement les traitements thermiques réalisés à 20 - 30°C en-dessous de la température de transus  $\beta$  ont donné des microstructures qui se déforment partiellement par transformation martensitique. La taille moyenne de domaines  $\beta$  entre précipités  $\alpha$  est de l'ordre de 3,5 à 4,5  $\mu\text{m}$  dans ces microstructures. Pour tous les autres traitements thermiques, les tailles de domaines  $\beta$  sont inférieures. Pour toutes ces microstructures ce n'est que du glissement cristallographique qui accomode la déformation imposée.

Les meilleurs compromis entre résistance mécanique et ductilité sont alors obtenus pour les microstructures qui, par une précipitation de la phase  $\alpha$  limitée, possèdent de tailles de domaines  $\beta$  de l'ordre de 4  $\mu\text{m}$ .

Pendant les essais de traction interrompus à certains taux de déformation, une di-

minution marquée de l'élongation de l'éprouvette est observée lors de la décharge. Cette diminution est due à une relaxation élastique du matériau suivie d'une relaxation partielle de la martensite formée. Plus le taux de déformation imposée est faible, plus cette relaxation martensitique intervient rapidement. Le taux de rétraction de l'éprouvette par cette relaxation est par contre du même ordre de grandeur pour toutes les éprouvettes étudiées, quels que soient leurs taux de déformations.

L'analyse des systèmes de glissement au MET dans les grains  $\beta$  où il n'y a que du glissement cristallographique permet de déterminer l'activation de 2 systèmes de glissement -  $\{110\}\langle 111\rangle$  et  $\{112\}\langle 111\rangle$ . Du fait du nombre limité de systèmes déterminés et de l'équiprobabilité déterminée, on ne pourra conclure sur l'importance relative des systèmes qu'en développant un travail systématique et statistique sur un plus grand nombre d'éprouvettes.

La détermination expérimentale du plan d'accolement lors de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha''$  donne des indices  $\{hkl\}$  proches de  $\{234\}$ . En utilisant la théorie phénoménologique, on a montré, que la théorie simplifiée n'est pas capable de prévoir ce type de plan. Par contre ce type de plan peut être calculé à l'aide de la théorie phénoménologique complète en utilisant le système de glissement  $(010)[101]$ , système de glissement le plus facile à activer dans la phase martensitique) permettant de réaliser ainsi la déformation à réseau invariant nécessaire dans la théorie. On utilisant le maclage  $(111)$  au lieu du glissement les plans d'accolement calculés ne correspondent pas aux observations expérimentales.

Par ailleurs on trouve une bonne correspondance entre les directions des traces de martensite observables dans un grand nombre de grains et pour les deux microstructures étudiées et les directions des traces calculés pour les mêmes grains à partir de la théorie phénoménologique dans le cas du glissement cristallographique. Ceci semble confirmer la pertinence du plan d'accolement déterminé de cette manière.

Il faut encore entreprendre des études plus nombreuses sur les corrélations entre microstructures et propriétés mécaniques notamment en considérant la participation relative de chaque système de glissement et/ou de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha''$  sous contrainte.

Les games de traitements thermiques qui ont été permis d'obtenir les meilleurs compromis entre la limite d'élasticité et la ductilité ont été réalisés sur des petits échantillons de laboratoire dans des conditions particulières et avec un contrôle précis des températures de traitement thermique. Ce qui sous-entend que le passage à la production industrielle devra nécessairement être bien maîtrisé. Une étude ultérieure portant sur les échanges thermiques, l'homogénéité du traitement et sur l'influence d'une probable oxydation sur les propriétés mécaniques des tôles industrielles serait donc souhaitable.

Comme nous l'avons montré dans cette étude, l'alliage  $\beta$  - Cez permet des variations flexibles des propriétés mécaniques en fonction des traitements thermo - mécaniques. Cet alliage permet de répondre ainsi à des besoins très différents. Il peut donc être

une solution d'avenir pour un grand nombre d'applications industrielles variées.

## 6 Deutsche Kurzfassung

### 6.1 Einleitung

Mit einer Dichte von  $4,5 \text{ g/cm}^3$  bildet das Titan die Grenze zwischen den Leicht- und Schwermetallen. Aufgrund dieser niedrigen Dichte und den gleichzeitig guten mechanischen Eigenschaften hat das Titan Zugang zu einer ganzen Reihe von Anwendungen in den unterschiedlichsten Bereichen gefunden. Stellvertretend sei hier die Luft- und Raumfahrtindustrie genannt, wo beispielsweise Turbinenschaufeln oder auch Teile der Fahrwerkskonstruktion aus bestimmten Ti-Legierungen gefertigt werden. Aber auch auf dem Gebiet der Medizintechnik erfahren Titanlegierungen als Implantatwerkstoff ein immer größeres Interesse.

Eine Gruppe von Titanlegierungen, die in den letzten Jahren ein großes Interesse erfahren hat, ist die Klasse der metastabilen  $\beta$ -Ti-Legierungen. Legierungen dieses Typs zeichnen sich beispielsweise dadurch aus, daß sie das günstigste Verhältnis zwischen mechanischer Festigkeit und spezifischem Gewicht aller Legierungstypen des Titans besitzen [1].

Die exakten mechanischen Eigenschaften derartiger Legierungen werden entscheidend durch ihre chemische Zusammensetzung und durch die genauen Herstellungsparameter beeinflusst. Bei letzteren spielen sowohl die Erschmelzungsbedingungen als auch die nachfolgenden thermischen- oder thermomechanischen Behandlungen eine wichtige Rolle.

Charakteristisch für metastabile  $\beta$ -Ti-Legierungen ist die Tatsache, daß es ihre chemische Zusammensetzung erlaubt, nach einer Wärmebehandlung im Gebiet der kubisch-raumzentrierten  $\beta$ -Hochtemperaturphase und einer schnellen Abschreckung ein Gefüge vorliegen zu haben, welches bei Raumtemperatur zu 100% aus  $\beta$ -Titan besteht. Bei nachfolgenden Wärmebehandlungen unterhalb der  $\beta$ -Umwandlungstemperatur scheidet sich hexagonal dichtest gepacktes  $\alpha$ -Titan aus. Die Menge dieser sich ausscheidenden Phase, aber auch ihre Morphologie und ihre Verteilung in der Matrix beeinflussen nachhaltig die mechanischen Eigenschaften der betrachteten Legierung. Aus diesen Erkenntnissen läßt sich ableiten, daß eine Einstellung bestimmter mechanischer Eigenschaften mittels kontrollierter Wärmebehandlungsbedingungen, und somit definierter Beeinflussung oben genannter Parameter, realisiert werden kann.

Der Einfluß des Gefüges auf die mechanischen Eigenschaften wird dadurch bewirkt, daß in Abhängigkeit des konkreten Gefügebauaufbaus die Verformung von unterschiedlichen Verformungsmechanismen (Versetzungsgleitung, Zwillingsbildung, martensitische Phasenumwandlung) getragen werden kann.

Untersuchungen von PHILIPPE [2] haben beispielsweise gezeigt, daß im Falle einer Verformung, die ausschließlich durch Versetzungsgleiten erfolgt, eine hohe Festigkeit aber nur eine niedrige Duktilität erreicht wird. Eine gleichzeitige Aktivierung

der Zwillingsbildung oder einer verformungsinduzierten martensitischen Phasenumwandlung führen hingegen zu einem Anstieg der Duktilität, sind aber gleichzeitig mit einer Abnahme der Festigkeit verbunden [3,4]. Bisherige Untersuchungen lassen den Schluß zu, daß die Zwillingsbildung vor allem in binären  $\beta$  - Ti - Legierungen auftritt, in Legierungen, die mehrere verschiedene Legierungselemente aufweisen, hingegen vor allem eine martensitische Phasenumwandlung erfolgt.

Wichtigstes Kriterium für das Initiieren einer Zwillingsbildung oder einer verformungsinduzierten martensitischen Phasenumwandlung ist die durch die chemische Zusammensetzung bestimmte mechanische Stabilität der  $\beta$  - Phase, welche nachfolgend kurz als mechanische Stabilität dieser Phase bezeichnet wird. Da in den hier interessierenden Legierungen sowohl  $\alpha$ -stabilisierende als auch  $\beta$ -stabilisierende Elemente vorhanden sind, kann die mechanische Stabilität durch eine Ausscheidung von  $\alpha$ -Titan beeinflusst werden. Neben der mechanischen Stabilität der  $\beta$  - Phase spielt die Größe der Körner der  $\beta$  - Phase, bzw. die Größe der Domänen dieser Phase zwischen den  $\alpha$  - Ausscheidungen eine wichtige Rolle. Nach [9,10] können die mit der Martensitbildung verbundenen Umwandlungsspannungen in Bereichen größerer  $\beta$ -Körner bzw. -Domänen leichter akkomodiert werden, wodurch diese eine Aktivierung der Martensitbildung fördern.

Ziel der vorliegenden Arbeit ist die Untersuchung der Aktivierung der verschiedenen Verformungsmechanismen in Abhängigkeit von Änderungen des Gefüges und deren Auswirkung auf die mechanischen Eigenschaften. Die Gefügeänderungen werden durch Einstellung definierter Wärmebehandlungsparameter realisiert.

Die nachfolgend beschriebenen Untersuchungen wurden an einer metastabilen  $\beta$ -Ti-Legierung durchgeführt, die Ende der 80er Jahre von dem französischen Unternehmen CEZUS für Anwendungen in der Luft- und Raumfahrtindustrie entwickelt wurde. Sie wird unter dem geschützten Handelsnamen  $\beta$ -Cez vertrieben und besitzt folgende nominelle chemische Zusammensetzung (in Gewichtsprozent): Ti - 5Al - 2Sn - 4Zr - 4Mo - 2Cr - 1Fe.

Die durchgeführten Untersuchungen lassen sich in drei Bereiche unterteilen. Im Rahmen einer ersten Versuchsreihe wurden drei verschiedene Zustände, welche unter Industriebedingungen eingestellt wurden, hinsichtlich ihrer Gefüge und ihrer Verformungsmechanismen untersucht. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen bilden den Ausgangspunkt für die Festlegung neuer (optimierter) Wärmebehandlungsparameter, welche zu verbesserten mechanischen Eigenschaften führen. Während in diesen beiden Untersuchungsabschnitten ein globaler Zusammenhang zwischen Gefüge, Verformungsmechanismen und mechanischen Eigenschaften gesucht wird, steht im dritten Abschnitt eine detailliertere Analyse der Verformungsmechanismen im Mittelpunkt. Dies beinhaltet einerseits die elektronenmikroskopische Analyse von Gleitsystemen, zum anderen die Untersuchung kristallographischer Charakteristika des gebildeten Martensites. Dabei werden experimentell Habitusebenen des Martensites bestimmt und mit Habitusebenenberechnungen unter Anwendung der

Phenomenologischen Theorie [130–132] verglichen.

## 6.2 Einleitende Untersuchungen an drei industriell hergestellten Gefügeständen

### 6.2.1 Durchgeführte Untersuchungen und experimentelle Befunde

Die nachfolgend dargestellten Untersuchungsergebnisse wurden an drei Proben erhalten, welche unter Verwendung industrieller Großanlagen vom französischen Titan- und Zirkoniumhersteller CEZUS unterschiedlich behandelt wurden. Diese Untersuchungen waren Bestandteil eines Kooperationsvertrages zwischen dem Institut LETAM und CEZUS. Die Wärmebehandlungsparameter wurden gemeinsam in Anlehnung an bereits erhaltene erste Ergebnisse sowohl von CEZUS [113, 125] als auch vom LETAM [9, 10] definiert. Die nachfolgend mit E1 bis E3 bezeichneten Proben wurden den auch in Tabelle 3 auf Seite 44 beschriebenen Wärmebehandlungen unterzogen:

- E1: 800°C /1h/ WA
- E2: 800°C /1h/ WA + 600°C /8h/ LA
- E3: 920°C /1h/ LA + 800°C /1h/ WA + 600°C /8h/ LA

Die Abkürzung WA steht hier für Wasserabschreckung, LA bezeichnet eine Luftabkühlung.

Ziel der Wärmebehandlung E1 war es, durch Wahl einer Temperatur 90° unterhalb der  $\beta$ -Umwandlungstemperatur der untersuchten Legierung eine Struktur zu erhalten, die nur einen beschränkten Anteil an ausgeschiedener  $\alpha$ -Phase enthält. Hieraus sollte eine niedrige mechanische Stabilität der verbleibenden  $\beta$ -Phase resultieren und im Verlauf einer Zugverformung sowohl Versetzungsgleitung als auch Martensitbildung beobachtet werden können. Für diese Struktur sollte eine vergleichsweise hohe Duktilität und eine moderate Festigkeit erhalten werden. Bei Proben E2 sollte durch die zusätzliche Ausscheidung von  $\alpha$ -Phase während der anschließenden Alterungsglühung und der sowohl damit verbundenen erhöhten mechanischen Stabilität der  $\beta$ -Phase als auch der geringeren Domänengröße der  $\beta$ -Phase zwischen den  $\alpha$ -Ausscheidungen keine Martensitbildung mehr beobachtet werden können. Dies sollte sich im Vergleich zu E1 in einer höheren Festigkeit und einer niedrigeren Duktilität widerspiegeln. Gefügestand E3 schließlich sollte den Einfluß einer vorangehenden Rekristallisierung im  $\beta$ -Gebiet auf die nachfolgenden Wärmebehandlungen aufzeigen.

Die Ergebnisse der Zug- und Kerbschlagbiegeversuche, ebenfalls von CEZUS durchgeführt, sind in Tabelle 21 dargestellt.

Probe E1 weist mit 1049 MPa die niedrigste Streckgrenze und mit 1100 MPa die niedrigste Zugfestigkeit auf. Durch eine zusätzliche Alterungsglühung (E2) wird

Echantillon	R <sub>m</sub> /MPa	R <sub>p0,2</sub> /MPa	A/%	K <sub>IC</sub> / MPa $\sqrt{m}$
1	1100	1049	8,25	78,53
2	1294	1218	4,25	56,77
3	1224	1136	4,73	50,88

Tabelle 21: Mechanische Kennwerte der Proben E1 bis E3

eine Erhöhung beider Werte um 169 MPa bzw. 194 MPa erreicht. Die beiden entsprechenden Kennwerte der Probe E3 liegen zwischen denen der Proben E1 und E2. Betrachtet man die Dehnungen, so findet man den größten Wert mit 8,25% für die Probe E1. Für die Proben E2 und E3 werden um ca. 50% niedrigere Werte ermittelt. Hinsichtlich der Bruchzähigkeiten ist festzuhalten, daß für den Gefügestand der Probe E1 der höchste Wert ermittelt wurde, für E3 der niedrigste. Schaut man sich die Gefüge der drei Proben an (Abbildungen 23 - 25 Seiten 46 und 47) so läßt sich feststellen, daß sämtliche Proben einen beträchtlichen Anteil unterschiedlicher  $\alpha$ -Phase aufweisen. Die Ausscheidungen besitzen dabei eine überwiegend längliche Morphologie. Ein geringer Prozentsatz der Ausscheidung liegt auch in kugelförmiger Form vor. Für die Probe E1 wird optisch der niedrigste Anteil unterschiedlicher  $\alpha$ -Phase beobachtet, Probe E3 besitzt danach den höchsten Anteil an dieser Phase. Mittels quantitativer Gefügeanalyse wurden die mittleren Domänengrößen<sup>6</sup> der  $\beta$ -Phase zwischen den  $\alpha$ -Ausscheidungen bestimmt. Hierzu wurde das Linienschnittverfahren herangezogen (vergleiche auch Abschnitt 3.7.1). Für die drei Proben E1 bis E3 ergaben sich dabei folgende Werte: E1 =  $0,88 \pm 0,29 \mu\text{m}$ , E2 =  $0,65 \pm 0,20 \mu\text{m}$  und E3 =  $0,33 \pm 0,12 \mu\text{m}$ . Die auf Seite 40 in den Abbildungen 26 a) - c) dargestellten Verteilungen der  $\beta$ -Domänengrößen lassen sich durch eine logarithmische Normalverteilung beschreiben. Diese wird häufig bei Korngrößenverteilungen beobachtet [126], da auf Grund der geltenden Volumenkonstanz das Wachsen eines Kornes mit der Verkleinerung einer gewissen Anzahl benachbarter Körner verbunden ist. Somit ergeben sich große Häufigkeiten für das Auftreten kleinerer Körner während größere Körner mit niedrigerer Häufigkeit auftreten. Eine Untersuchung der während der Zugverformung aktivierten Verformungsmechanismen im Transmissionselektronenmikroskop (TEM) zeigt, daß die Versetzungsgleitung als einziger Verformungsmechanismus festgestellt werden kann. Weder die TEM-Untersuchungen noch die röntgenographisch ermittelten Interferenzdiffraktogramme deuten auf die Existenz von verformungsinduziertem  $\alpha''$ -Martensit hin.

<sup>6</sup>Bei der quantitativen Bildanalyse wird eine mittlere freie Sehnenlänge ermittelt, welche in erster Näherung der mittleren Korn- oder Domänengröße gleichgesetzt wird

### 6.2.2 Zusammenfassung und Diskussion der Ergebnisse

Generell zeigt sich, daß durch unterschiedliche Wärmebehandlungen Gefügemodifikationen erreicht werden können, die Änderungen der mechanischen Eigenschaften des untersuchten Materials bewirken. Eine bedeutende Rolle spielen vor allem der Anteil, die Morphologie und die Verteilung der  $\alpha$ -Phase in der  $\beta$ -Matrix. Die Erhöhung des Volumenanteils dieser Phase in den Gefügen der Proben E2 und E3 führt im Vergleich zu Probe E1 zu einer deutlichen Erhöhung der Festigkeit bei gleichzeitiger Abnahme der Duktilität. Die Erhöhung der Festigkeit ist mit der höheren Zahl von  $\alpha/\beta$ -Grenzflächen verbunden, die in den Gefügen der Proben E2 und E3 vorliegen. Diese Grenzflächen stellen Hindernisse für die Versetzungsbewegung dar und eine Erhöhung ihrer Zahl bewirkt folglich eine Erhöhung der Zahl von Gleithindernissen pro Volumeneinheit. Es kommt folglich zu einem vermehrten Aufstau von Versetzungen an diesen Hindernissen und eine Weiterbewegung dieser Versetzungen kann nur durch eine Spannungserhöhung erfolgen. Bezüglich der Duktilitätsabnahme ist anzumerken, daß durch die zusätzliche Alterungsglühung der Proben E2 und E3 im Vergleich zu Probe E1 ein Gefüge vorliegt, welches sich aus einer festen gealterten  $\beta$ -Matrix und deutlich weicheren primären  $\alpha$ -Ausscheidungen zusammensetzt [32]. Während der Verformung führt dies nun dazu, daß sich die weichere Phase schon bei Spannungen plastisch verformt, bei denen sich die festere Phase noch elastisch verformt. Die weiche Ausscheidung wirkt dadurch wie eine „innere Kerbe“ in der gealterten Matrix. An den Enden dieser „Kerben“ kommt es zu einer lokalen Spannungskonzentration, welche eine frühe Ribbildung und schließlich einen Bruch begünstigt. Während die vorangegangene  $\beta$ -Rekristallisation keinen bedeutenden Einfluß auf die bisher diskutierten Festigkeits- und Duktilitätswerte hat (die Werte der Proben E2 und E3 haben die gleiche Größenordnung), besitzt diese Rekristallisation einen merklichen Einfluß auf die Bruchzähigkeit. Für die Bruchzähigkeit spielt die „Rauigkeit“ des Bruchweges eine bedeutende Rolle. Der Bruch verläuft vornehmlich entlang der Phasengrenzen zwischen den  $\alpha$ -Ausscheidungen und der Matrix. Die Bruchzähigkeit wird nun um so höher sein, je stärker ein sich ausbreitender Rib abgelenkt wird. Folglich sind vereinzelt auftretende gröbere Ausscheidungen effektiver in der Ribablenkung als viele feine Ausscheidungen, da der Rib schnell von einer Ausscheidung zur nächsten überschwenken kann (vergleiche Abbildung 15 auf Seite 29). Im Fall von Probe E3 besteht nun das Gefüge aus einer Vielzahl feiner, länglicher, aneinanderstoßender Ausscheidungen. Darüber hinaus liegt im Gegensatz zu den beiden anderen Gefügen die Ausscheidung der  $\alpha$ -Phase an den  $\beta$ -Korngrenzen in Form einer kontinuierlichen Schicht vor. Risse, die sich an derartigen Korngrenzen bilden, können sich ohne große Spannungserhöhung entlang dieser Korngrenzen beträchtlich ausbreiten. Im Falle der Proben E1 und E2 hingegen würden Risse häufig durch die diskontinuierlichen Ausscheidungen aufgehalten werden. Für Risse, welche im Korninnern des Gefüges der Probe E3 entstehen gilt,

daß ihr Ausbreitungsweg durch die hohe Anzahl vorhandener Ausscheidungen recht gerade ist, was ebenfalls niedrige Bruchzähigkeiten bewirkt. Folgerichtig wird die höchste Bruchzähigkeit auch für das Gefüge mit den größten und wenigsten  $\alpha$ -Ausscheidungen (E1) beobachtet.

Hinsichtlich der aktivierten Verformungsmechanismen ist festzustellen, daß die für die Probe E1 erwartete Martensitbildung nicht beobachtet werden konnte. Der Phasenanteil an  $\alpha$ -Phase ist in diesem Gefüge deutlich höher als der, der nach den vorangegangenen Untersuchungen zu erwarten gewesen wäre. Die mittlere Domänengröße der  $\beta$ -Phase, welche für Probe E1 in der Größenordnung einiger Mikrometer erwartet worden war, liegt in allen drei Gefügen unter einem Mikrometer. Bei allen Wärmebehandlungen hat sich folglich mehr  $\alpha$ -Phase ausgeschieden als es die Voruntersuchungen abschätzen ließen. Im Resultat dessen ist auch die  $\beta$ -Phase mechanisch zu stabil geworden, um während der Verformung eine verformungsinduzierte martensitische Phasenumwandlung zu erlauben.

Diese Ergebnisse können ihre Ursache darin haben, daß als Grundlage zur Festlegung der realisierten Wärmebehandlungen Versuchsergebnisse herangezogen wurden, welche an vergleichsweise kleinen Proben im Labormaßstab erhalten wurden. Die technische Durchführung der Wärmebehandlungen erfolgte jedoch unter industriellen Bedingungen an großen Blechen. In diesem Fall sind schon aufgrund der unterschiedlichen Probenabmessungen Unterschiede in den Aufheiz- und Abkühlgeschwindigkeiten zu erwarten. Während eine kleine Probe bei der Abschreckung in Wasser beispielsweise näherungsweise homogen abgekühlt wird, kann es an großen Blechen durchaus zur Ausbildung eines Gradienten der Abkühlgeschwindigkeit über die Blechdicke kommen. Das Blech wird am Rand schneller abkühlen als im Kern, wodurch es in der Blechmitte zu einer stärkeren Ausscheidung von  $\alpha$  kommen kann. Somit werden die Untersuchungsergebnisse stark von der Lage der Proben im Ausgangsblech beeinflusst.

Ausgehend von diesen Überlegungen werden nachfolgend die Ergebnisse einer neuen Serie von Wärmebehandlungen vorgestellt, welche unter Laborbedingungen realisiert wurden.

## 6.3 Die neuen Gefügezustände

### 6.3.1 Charakterisierung des Ausgangsbleches

Zur Durchführung der neuen Wärmebehandlungen wurde von CEZUS ein Blech im warmgewalzten Zustand geliefert, welches der gleichen Charge entnommen wurde, der auch die im vorangegangenen Abschnitt untersuchten Proben entstammen. Die Walztemperatur des Bleches lag zwischen 880 und 850°C. Das Warmwalzen erfolgte in einer Reihe einzelner Walzstiche von einer Ausgangsdicke von 81 mm auf eine Enddicke von 26 mm. Das Gefüge des warmgewalzten Bleches ist in Abbildung 33 auf Seite 55 abgebildet. Zahlreiche längliche, sowie einige kugelförmige  $\alpha$ -Ausscheidungen sind sichtbar. Neben den beiden Phasen  $\alpha$  und  $\beta$  können im Röntgendiffraktogramm keine weiteren Phasen festgestellt werden. Desweiteren wurden unter den in Abschnitt 3.2.2 beschriebenen Bedingungen im Zugversuch folgende Werkstoffkennwerte ermittelt:  $R_m = 1339$  MPa,  $R_{p0,2} = 1167$  MPa und  $A = 6,7$  %.

Mittels Mikrosonde und EDX-Analyse am Raster-Elektronen-Mikroskop wurde die chemische Zusammensetzung des Ausgangsbleches bestimmt, welche in Tabelle 22 widergegeben ist.

Ti / % gew.	Al / % gew.	Fe / % gew.	Cr / % gew.	Zr / % gew.	Mo / % gew.	Sn / % gew.	O / % gew.
Differenz	5,92	0,96	2,13	3,80	3,38	1,75	$\leq 0,1$

Tabelle 22: Chemische Zusammensetzung des untersuchten  $\beta$ -Cez - Ausgangsbleches

Die bestimmten Konzentrationen der einzelnen Legierungselemente weisen eine gute Übereinstimmung mit der nominellen chemischen Zusammensetzung der untersuchten Legierung auf.

### 6.3.2 Wahl und Durchführung der neuen Wärmebehandlungen

Für die neu zu realisierenden Wärmebehandlungen wurden die in der nachfolgend aufgeführten Tabelle 23 angegebenen Bedingungen gewählt.

$T_{L\ddot{o}s.}$  bezeichnet dabei die Lösungsglühtemperatur,  $T_{Alt.}$  die Temperatur der nachfolgenden Aletzungsglühung.

Die Probe TI920 sollte bei Raumtemperatur ein zu 100% aus  $\beta$ -Ti bestehendes Gefüge aufweisen, da sie 30°C oberhalb der  $\beta$ -Umwandlungstemperatur während einer Stunde geglüht und anschließend in Wasser abgeschreckt wird. Die  $\beta$ -Phase sollte in diesem Gefügezustand die niedrigste mechanische Stabilität haben (alle die  $\alpha$ -Phase stabilisierenden Elemente (z.B. Al) sind in der  $\beta$ -Phase zwangsgelöst). Zusammen mit der hohen zu erwartenden Korngröße von 200 bis 300  $\mu\text{m}$  sollte sich

Probe	T <sub>Lös.</sub> / °C	t / h	Abkühlung	T <sub>Alt.</sub> / °C	t / h	Abkühlung
TI920	920	1	Wasserabschreckung	-	-	-
TI870	870	1	Wasserabschreckung	-	-	-
TI870A	870	1	Wasserabschreckung	600	8	Luftabkühlung
TI860	860	1	Wasserabschreckung	-	-	-
TI860A	860	1	Wasserabschreckung	600	8	Luftabkühlung
TI850	850	1	Wasserabschreckung	-	-	-
TI850A	850	1	Wasserabschreckung	600	8	Luftabkühlung

Tabelle 23: Parameter der neuen Wärmebehandlungen

dieser Gefügestand bei einer Zugverformung durch verformungsinduzierte martensitische Phasenumwandlung und durch Versetzungsgleiten verformen. Die Proben TI870 bis TI850 sollten einen gewissen Phasenanteil an  $\alpha$  besitzen, welcher jedoch noch niedrig genug sein sollte, um auch in diesen Gefügeständen eine mechanische Stabilität der  $\beta$  - Phase zu erhalten, die eine Teilverformung durch martensitische Phasenumwandlung ermöglicht. Durch die Variation der Temperatur der Lösungsglühung, kann der Einfluß der Menge ausgeschiedenen  $\alpha$  auf das Einsetzen der Martensitbildung untersucht werden. Die Zustände TI870A bis TI850A, welche eine zusätzliche Alterungsglühung erfahren, sollten sich ausschließlich durch Versetzungsgleitung verformen, da in ihnen durch die zusätzliche Ausscheidung sekundärer  $\alpha$  - Phase die die Martensitbildung fördernden Faktoren negativ beeinflusst werden. Hinsichtlich der Durchführung der Wärmebehandlungen ist anzumerken, daß bei einer ersten Versuchsreihe, bei der die Proben in einem verschlossenen Behälter unter Ar-Schutzgas in einem Ofen mit Luftatmosphäre durchgeführt wurden, sämtliche Proben eine schwarze Oberflächenschicht aufwiesen. Die Dicke dieser Schicht betrug im Mittel 30 - 40  $\mu\text{m}$ . Mittels GDOES wurde die chemische Zusammensetzung dieser Schicht bestimmt. Dabei ergaben sich deutlich erhöhte Konzentrationen an Sauerstoff und Stickstoff in dieser Schicht, wie auch aus Abbildung 35 auf Seite 57 hervorgeht. Die hohe Sauerstoffkonzentration spiegelt sich in der hohen Anzahl von  $\alpha$ -Nadeln im Bereich der Randschicht wider, welche dadurch bedingt wird, daß Sauerstoff ein  $\alpha$ -stabilisierendes Element ist (vergleiche Abbildung 36 Seite 58). Hinsichtlich der mechanischen Eigenschaften einer mit einer derartigen Schicht belegten Probe zeigt sich im Zugversuch eine deutliche Versprödung im Vergleich zu identisch wärmebehandelten, nichtkontaminierten Proben. Dies geht auch aus den Abbildungen 37 und 38 auf Seite 59 hervor, in der die Spannungs - Dehnungs - Kurven zweier derartiger Zustände verglichen werden. Als Grund für die Versprödung können die vielen vorhandenen Grenzflächen zwischen den Phasen  $\alpha$  und  $\beta$  angesehen werden, welche bevorzugte Ribbildungsorte darstellen [128]. Zusätzlich führen bereits in der Schicht vorhandene Risse zu einem schnellen Bruch. Letztere werden

durch thermische Spannungen bewirkt, die beispielsweise aus unterschiedlichen thermischen Kontraktionen der Randschicht und des Kerngefüges bei der Abschreckung resultieren können.

Zur Vermeidung jeglicher Kontamination der Proben wurden diese schließlich bei einem Vakuum von  $10^{-5}$  mbar in Ampullen aus Quarzglas eingeschweißt und nachfolgend wärmebehandelt.

### 6.3.3 Charakterisierung der Gefüge vor der Verformung

Das Gefüge der Probe TI920 (siehe Abbildung 39 Seite 60) besteht aus equiaxialen  $\beta$  - Körnern einer mittlere Korngröße von ca.  $220 \mu\text{m}$ . Durch Untersuchungen dieses Gefügestandes im TEM kann anhand schwacher Reflexe in den Punktbeugungsdiagrammen (vergleiche Abbildung 40 Seite 61) ein sehr geringer Anteil an athermischer  $\omega$  - Phase, welche sich durch thermische Spannungen bei der Abschreckung gebildet hat, nachgewiesen werden. Gleichzeitig ist nach der Rekristallisation noch eine hohe Anzahl von Versetzungen in dieser Probe zu beobachten. Röntgenographisch kann die  $\omega$  - Phase in dieser Probe nicht nachgewiesen werden. In den Gefügen der Proben TI870 bis TI850, welche in den Abbildungen 41 - 43 auf der Seite 62 abgebildet sind, kann ein gewisser Phasenanteil vorrangig länglicher  $\alpha$  - Ausscheidungen festgestellt werden. Eine Klärung der Frage, ob es sich bei diesen Ausscheidungen um Plättchen oder Nadeln handelt, wird durch Untersuchung dieser Ausscheidungen an zwei zueinander senkrecht stehenden Probenoberflächen vorgenommen. Abbildung 44 Seite 63 zeigt eine entsprechende rasterelektronenmikroskopische Aufnahme des Gefüges der Probe TI870. Es ist zu erkennen, daß sich die Ausscheidungen in leicht gekrümmter Form über die Kante zwischen beiden Oberflächen fortsetzen. Hieraus kann geschlußfolgert werden, daß es sich bei den länglichen  $\alpha$  - Ausscheidungen um Plättchen handeln muß.

Ein im Vergleich zu den Proben TI870 bis TI850 deutlich erhöhter Phasenanteil an  $\alpha$  - Phase wird für die zusätzlich gealterten Proben TI870A - TI850A festgestellt (vergleiche Abbildungen 45 - 47 Seiten 64 - 65). Neben den langen, großen Plättchen, die aus der vorangegangenen Lösungsglühung resultieren, werden während der Alterung kleinere, sekundäre  $\alpha$ -Plättchen zwischen diesen ausgeschieden. Grundsätzlich können für alle der untersuchten zweiphasigen Gefüge in den Röntgendiffraktogrammen nur Interferenzen der  $\alpha$ - und  $\beta$  - Phase festgestellt werden. In den höheren Intensitäten der Interferenzen der  $\alpha$  - Phase in den Diffraktogrammen der gealterten Proben spiegelt sich der erhöhte Phasenanteil dieser Phase nach der Alterung wider. Aus den Lagen der Interferenzmaxima der Röntgendiffraktogramme wurden die Gitterparameter der beiden Phasen für die unterschiedlichen unverformten Gefüge bestimmt. Die erhaltenen Werte sind in den Tabellen 24 und ?? dargestellt.

Es kann festgestellt werden, daß für die  $\beta$  - Phase der größte Gitterparameter für das zu 100% aus dieser Phase bestehende Gefüge erhalten wird. Dies ist damit zu

Probe	$a_\beta$ / nm	$a_\alpha$ / nm	$c_\alpha$ / nm	$c/a$
TI920	0,3270			
TI870	0,3254	0,2931	0,4757	1,6229
TI860	0,3256	0,2930	0,4754	1,6225
TI850	0,3252	0,2928	0,4751	1,6226

Tabelle 24: Gitterparameter der Proben TI920, TI870, TI860 und TI850

Probe	$a_\beta$ / nm	$a_\alpha$ / nm	$c_\alpha$ / nm	$c/a$
TI870A	0,3215	0,2928	0,4673	1,5963
TI860A	0,3228	0,2936	0,4694	1,5989
TI850A	0,3230	0,2936	0,4697	1,5999

Tabelle 25: Gitterparameter der Proben TI870A, TI860A und TI850A

begründen, daß für diesen Gefügestand alle (auch die alphastabilisierenden) Legierungselemente in dieser Phase zwangsgelöst sind. Für die zweiphasigen Gefügestände wird folgerichtig ein leichter Abfall dieses Gitterparameters beobachtet. Im Rahmen der in Kapitel 3.5.2 gegebenen maximalen absoluten Genauigkeiten der Gitterparameter von  $10^{-3}$ , welche daraus resultieren, daß neben Effekten wie eines gewissen exzentrischen Präparatsitzes, einer gewissen Unebenheit der Probenoberfläche, einer gewissen Vertikaldivergenz des Primärstrahles und einer gewissen Ungenauigkeit bei der Ermittlung des Glanzwinkels der betrachteten Röntgeninterferenz Interferenzen mit niedrigen Glanzwinkeln (Interferenzen mit höheren Glanzwinkeln wiesen sehr niedrige Intensitäten auf) verwendet wurden, ergeben sich für die Gefügestände TI870 - TI 850 nahezu identische Gitterparameter für die beiden untersuchten Phasen.

Nach der nachfolgenden Alterungsglühung ist bei allen Proben eine deutliche Abnahme des  $\beta$  - Gitterparameters festzustellen, welche für die Probe TI870AU, welche die größte Triebkraft für eine weitere  $\alpha$  - Phasenausscheidung aufweist, am stärksten ist.

Hinsichtlich der Gitterparameter der  $\alpha$ -Phase ist weiterhin festzustellen, daß der Parameter  $a$  für alle 6 verschiedenen Wärmebehandlungen Werte besitzt, die in der gleichen Größenordnung und im Bereich des  $a$  - Gitterparameters des reinen  $\alpha$ -Titans liegen. Anders verhält es sich mit dem Gitterparameter  $c$ . Für die lösungsgeglühten Proben wird ein  $c$ -Parameter festgestellt, für den sich ein  $c/a$ -Verhältnis ergibt, welches nur wenig unterhalb des idealen  $c/a$ -Verhältnisses liegt ( $c/a_{ideal} = \sqrt{8/3}$ ). Für die zusätzlich gealterten Proben fällt dieser Gitterparameter jedoch auf Werte nahe dem des reinen  $\alpha$ -Titans von ab, womit sich auch ein  $c/a$ -Verhältnis nahe dem des

reinen  $\alpha$ -Titans ergibt. Der höhere c-Gitterparameter der lösungsgeglühten Proben ist sicherlich in einer erhöhten Löslichkeit der  $\beta$ -stabilisierenden Elemente in der  $\alpha$ -Phase bei diesen erhöhten Temperaturen begründet. Die Atome dieser Legierungselemente führen dann in den Gitterlücken offensichtlich zu einer bevorzugten Streckung des hexagonalen Gitters in Richtung der c - Achse.

An allen zweiphasigen Gefügeständen wurde eine quantitative Gefügeanalyse durchgeführt. Dabei stand die Bestimmung der mittleren Domänengrößen der  $\beta$ -Phase sowie der mittleren Dicken und Längen der plättchenförmigen  $\alpha$ -Ausscheidungen im Mittelpunkt. In den nachfolgenden Tabellen 26 und 27 sind, getrennt für die beiden Phasen, die ermittelten Werte der unterschiedlichen Gefüge angegeben.

échantillon	$\beta_{\min}/\mu\text{m}$	$\beta_{\max}/\mu\text{m}$	$\langle \beta \rangle/\mu\text{m}$
TI850A	0,19	10,69	$2,33 \pm 0,75$
TI850	0,38	13,88	$2,75 \pm 0,80$
TI860A	0,19	11,63	$2,59 \pm 0,88$
TI860	0,38	20,25	$3,55 \pm 1,10$
TI870A	0,17	15,17	$2,88 \pm 1,01$
TI870	0,38	27	$4,35 \pm 1,41$

Tabelle 26: Mittlere Domänengrößen der  $\beta$  - Phase der verschiedenen zweiphasigen Gefüge

Ech.	$L_{\alpha,\min}/\mu\text{m}$	$L_{\alpha,\max}/\mu\text{m}$	$\langle L \rangle_{\alpha}/\mu\text{m}$	$D_{\alpha,\min}/\mu\text{m}$	$D_{\alpha,\max}/\mu\text{m}$	$\langle D \rangle_{\alpha}/\mu\text{m}$
TI850A	1,88	50,25	$8,13 \pm 2,92$	0,38	1,50	$0,88 \pm 0,25$
TI850	1,13	44,25	$6,42 \pm 1,86$	0,38	1,69	$0,63 \pm 0,19$
TI860A	1,13	53,25	$7,94 \pm 2,93$	0,38	1,69	$0,77 \pm 0,27$
TI860	1,13	44,25	$6,09 \pm 1,90$	0,38	1,13	$0,67 \pm 0,18$
TI870A	1,13	51,75	$7,71 \pm 2,54$	0,38	1,69	$0,67 \pm 0,23$
TI870	0,94	38,25	$5,68 \pm 1,70$	0,19	1,69	$0,74 \pm 0,27$

Tabelle 27: Mittlere Längen und Dicken der  $\alpha$ -Plättchen in den verschiedenen Gefügen

Die mittleren  $\beta$ -Domänengrößen nehmen mit sinkender Glühtemperatur ebenfalls ab. Aus der graphischen Darstellung dieses Sachverhaltes in Abbildung 50 auf Seite 69 geht hervor, daß diese Abnahme nahezu linear ist. Gleiches gilt für die anschließend gealterten Proben. Bei den lösungsgeglühten Proben bewirkt eine Temperaturabsenkung um  $10^{\circ}\text{C}$  eine Abnahme der mittleren Domänengröße um ca.  $0,8 \mu\text{m}$ . Zwischen zwei nachfolgend identisch gealterten Proben ergibt eine Abnahme der

Temperatur der Lösungsglühung um den gleichen Betrag eine Abnahme um ca. 0,3  $\mu\text{m}$ . Aus den Verteilungsfunktionen der mittleren Domänengrößen (Abbildungen 48 und 49 Seite 69 und 70) geht hervor, daß diese wiederum durch eine logarithmische Normalverteilung beschrieben werden können. Gleichzeitig fällt auf, daß hinsichtlich der Verteilungen der Proben TI870 bis TI850 eine niedrigere Wärmebehandlungstemperatur eine schärfere Verteilung bewirkt, die Streuung der einzelnen Werte also mit sinkender Temperatur abnimmt. Vergleicht man die Differenz der mittleren  $\beta$ -Domänengröße eines ungealterten und eines gealterten Gefüges so stellt man fest, daß diese mit steigender Lösungsglühtemperatur zunimmt.

Im Falle der mittleren Längen der  $\alpha$  - Plättchen ergibt sich, daß je niedriger die Lösungsglühtemperatur ist, desto länger sind im Mittel die Plättchen (siehe auch Abbildung 51 auf Seite 70). Hinsichtlich der Dicken der Plättchen fällt auf, daß diese nur eine sehr geringe Änderung während der unterschiedlichen Wärmebehandlungen erfahren. Die Dimensionsänderung der Ausscheidungen vollzieht sich daher wahrscheinlich vorwiegend in der Ebene der Plättchen. Betrachtet man die Verteilungen der mittleren Plättchenlängen und -dicken so kann die Verteilung der Dicken in guter Näherung durch eine Normalverteilung beschrieben werden. Die Längenverteilungen zeigen dagegen eine gewisse Ähnlichkeit mit den Verteilungen der  $\beta$  - Domänengrößen und können somit durch eine logarithmische Normalverteilung beschrieben werden. In den Verteilungen der Plättchenlängen der gealterten Proben fallen die erhöhten Werte der Häufigkeiten kleinerer Plättchenlängen auf, die auf die Ausscheidung sekundären  $\alpha$  - Ausscheidungen während der Alterungsglühung zurückzuführen sind. Gleichzeitig werden in den gealterten Proben im Vergleich zu den ungealterten Proben größere Plättchenlängen gefunden, was darauf schließen läßt, daß während der Alterung neben der Ausscheidung neuer Plättchen auch ein Wachstum der bereits vorhandenen primären  $\alpha$  - Ausscheidungen stattfindet.

#### 6.3.4 Die Ermittlung der mechanischen Kennwerte im Zugversuch

Tabelle 28 faßt die im Zugversuch ermittelten Kennwerte der verschiedenen Proben zusammen.

Hinsichtlich der ermittelten Kennwerte kann festgestellt werden, daß die höchste Duktilität und die niedrigste Streckgrenze für einen Gefügestand erhalten werden, der im Temperaturgebiet der Hochtemperaturphase geglüht und anschließend abgeschreckt wurde (Probe TI920). Wird die Glühtemperatur unter die  $\beta$  - Umwandlungstemperatur abgesenkt (Proben TI870 bis TI850), so führt die Ausscheidung von  $\alpha$  und die damit verbundene Härtung der entsprechenden Gefüge zu einem Anstieg der Streckgrenze und einer Abnahme der Duktilität. Je weiter dabei die Temperatur abgesenkt wird, desto höher wird die Streckgrenze und desto niedriger wird die Duktilität. Werden die Proben zusätzlich bei niedrigeren Temperaturen gealtert (Proben TI870A bis TI850A), so ergibt sich im Vergleich zum ungealter-

Probe	R <sub>m</sub> / MPa	R <sub>p0,2</sub> / MPa	A / %
TI920	1159	722	9,9
TI870	1200	862	8,5
TI860	1180	881	7,9
TI850	1198	1008	6,9
TI870A	1495	1389	4,9
TI860A	1481	1331	5,3
TI850A	1403	1273	6,1

Tabelle 28: Mechanische Kennwerte der 7 verschiedenen Gefügestände

ten Zustand ein Anstieg sowohl in der Zugfestigkeit als auch in der Streckgrenze von ca. 200MPa. Gleichzeitig erniedrigt sich die Dehnung. Den größten Unterschied der Festigkeits- und Dehnungswerte zwischen ungealtertem und gealtertem Gefüge beobachtet man für die zweiphasigen Proben, bei denen die Lösungsglühtemperatur am nächsten an der  $\beta$ -Umwandlungstemperatur liegt. Dies ist dadurch begründet, daß mit steigender Lösungsglühtemperatur der Anteil an ausgeschiedener primärer  $\alpha$ -Phase abnimmt und somit die im Gefüge verbleibende  $\beta$ -Matrix aufgrund ihrer chemischen Zusammensetzung nach der Abschreckung eine relativ hohe Triebkraft für eine weitere  $\alpha$ -Ausscheidung aufweist. Im Zuge einer nachfolgenden Alterungsglühung wird sich nun in diesem Gefüge mehr sekundäres  $\alpha$  ausscheiden als in einem Gefüge, welches einen höheren Phasenanteil an primärem  $\alpha$  besitzt.

Der hohe Phasenanteil an sekundärer  $\alpha$  - Phase in den gealterten Proben bewirkt, wie schon im Rahmen der ersten Probenserie beschrieben, die deutliche Festigkeitssteigerung und ebenso signifikante Absenkung der Dehnung.

Betrachtet man die mechanischen Eigenschaften in Abhängigkeit der aktivierten Verformungsmechanismen so stellt man fest, daß die höchsten Dehnungswerte in den Gefügen erreicht werden, welche neben der Versetzungsgleitung einen Teil der aufgetragenen Verformung durch die Bildung verformungsinduzierten Martensits akkomodieren (Proben TI920, TI870 und TI860). Die Martensitbildung ist zu Beginn der Verformung der dominante Mechanismus. Ihre Einsatzspannung liegt im Bereich von ca. 700MPa, womit sich die vergleichsweise niedrige Streckgrenze dieser Gefügestände erklärt. Je höher der Anteil der durch die Bildung verformungsinduzierten Martensits akkomodierten Verformung an der Gesamtverformung ist, desto höher sind die beobachteten Dehnungen.

Der höchste Anteil an gebildetem Martensit (ca. 18%) liegt in Probe TI920 vor. Konform zu obigen Aussagen, weist diese Probe den höchsten Beitrag dieser Martensitbildung zur Verformungsakkomodation auf und besitzt somit die niedrigste Streckgrenze und die höchste Dehnung aller untersuchten Gefügestände.

Eine Verformungsakkomodierung einzig durch Versetzungsgleiten führt zu einem

Anstieg der Festigkeit und einer Abnahme der Dehnungen. Dabei ist, wie schon am Beispiel der in Kapitel 6.2.2 diskutierten Proben beschrieben, dieser Effekt um so ausgeprägter, je höher der Phasenanteil an ausgeschiedener  $\alpha$ -Phase ist.

### 6.3.5 Gefügeuntersuchungen der zugverformten Proben

Das Gefüge der Probe TI920 (siehe Abbildung 61 auf Seite 75) weist nach der Zugverformung eine hohe Anzahl von Martensitplättchen in den Körnern der  $\beta$ -Phase auf. Während in einigen Körnern nur eine Martensitvariante beobachtet werden kann (in diesen Körnern laufen eine Vielzahl von Plättchen nahezu parallel zueinander von einer Korngrenze zu einer gegenüberliegenden), weisen andere Körner mehrere verschiedene Martensitkolonien auf. Im Röntgendiffraktogramm kann die  $\alpha''$ -Martensitphase ebenfalls nachgewiesen werden. Unter Anwendung eines in [51] vorgeschlagenen Formalismus zur semiquantitativen Phasenanalyse des gebildeten Martensits in zweiphasigen Gefügen wurde dessen Phasenanteil in diesem Gefüge zu ca. 18% bestimmt. Die ebenfalls aus dem Diffraktogramm ermittelten Gitterparameter dieser orthorhombischen Phase (Cmcm-Struktur) ergeben sich zu:  $a = 0,301$  nm,  $b = 0,491$  nm und  $c = 0,463$  nm. Die sehr geringe Dicke der Martensitplättchen geht aus der transmissionselektronischen Abbildung 62 auf Seite 76 hervor, aus der selbige zu ca. 40 nm abgeschätzt werden kann.

Die rasterelektronenmikroskopisch untersuchten Gefüge der Proben TI870 bis TI850 (Abbildungen 63 - 65 auf Seite 77) weisen keine Unterschiede zu den entsprechenden Gefügen vor der Zugverformung auf. Neben der Gestalt der Spannungs - Dehnungs - Kurven kann einzig mittels Röntgendiffraktometrie für die Proben TI870 und TI860 das Vorhandensein der martensitischen  $\alpha''$ -Phase nachgewiesen werden. Im Diffraktogramm der Probe TI850 können diese zusätzlichen Interferenzen nicht gefunden werden. In den lichtoptischen sowie Raster - Elektronenmikroskopischen Gefügeabbildungen aller drei Proben können keine Martensitplättchen gefunden werden. Gleiches gilt für die Strukturuntersuchungen dieser Proben im TEM. Dafür weisen die Proben in den beiden Phasen  $\alpha$  und  $\beta$  eine Vielzahl von Versetzungen auf. Die Versetzungen enden an den Phasengrenzen. Im Rahmen der TEM - Untersuchungen (vergleiche Abbildungen 66 - 68 Seite 78) konnten keine Versetzungen detektiert werden, die die Phasengrenze passieren, was nach der zwischen beiden Phasen existierenden BURGER - Orientierungsbeziehung für bestimmte Gleitsysteme zu erwarten wäre. Indiziert man die Punktbeugungsdiagramme wie in den Abbildungen dargestellt, und beachtet man die Rotation zwischen Hellfeldbild und entsprechendem Beugungsbild für eine gegebene Vergrößerung so findet man, daß für die  $\alpha$ -Plättchen die a-Achse in Längsrichtung der Ebene dieser Plättchen liegt. Dies kann ebenfalls als Indiz dafür gewertet werden, daß es sich bei den länglichen  $\alpha$ -Ausscheidungen um Plättchen und nicht um Nadeln handeln muß.

Hinsichtlich der gealterten Proben TI870A bis TI850A gilt ebenfalls, daß sich die

Gefüge der Proben im Raster - Elektronenmikroskop vor und nach der Zugbeanspruchung nicht unterscheiden (vergleiche Abbildungen 69 - 71 Seiten 79 und 80). In den Röntgendiffraktogrammen sind nur Interferenzen der Phasen  $\alpha$  und  $\beta$  feststellbar. Die im TEM beobachteten Gefüge, welche auf Seite 81 in den Abbildungen 72 bis 74 wiedergegeben sind, zeigen die kleineren, sekundären  $\alpha$  - Plättchen, die während der Alterung zwischen den größeren primären Plättchen ausgeschieden wurden. Wiederum kann eine hohe Anzahl von Versetzungen in beiden Phasen festgestellt werden, welche an den Phasengrenzen liegenbleiben.

### 6.3.6 Zusammenfassung der Ergebnisse

Ausgehend von einem warmgewalzten Blech, welches der gleichen Charge entstammt, der auch die im vorangegangenen Abschnitt untersuchten Proben entnommen wurden, wurden durch Vakuumglühungen sieben verschiedene Gefügestände erhalten. Eine Glühung unter Ar - Schutzgas führte zur Ausbildung einer Oxidschicht auf der Probenoberfläche und einer nachweisbaren Versprödung dieser Proben.

Das Gefüge der  $\beta$  - lösungsgeglühten Probe besteht aus im Mittel  $220 \mu\text{m}$  großen  $\beta$  - Körnern. Eine Glühung im Zweiphasengebiet nahe der  $\beta$  - Umwandlungstemperatur führt zur Ausscheidung vorwiegend länglicher  $\alpha$  - Ausscheidungen. Anhand einer Untersuchung der Ausscheidung an zwei zueinander senkrechten Probenoberflächen konnte geschlußfolgert werden, daß es sich bei diesen Ausscheidungen um Plättchen und nicht um Nadeln handeln muß. Mit einer abnehmenden Glühtemperatur werden diese Plättchen im Mittel immer länger, ihre Dicken ändern sich hingegen kaum.

Werden diese zweiphasigen Gefüge anschließend gealtert, so scheidet sich sekundäre  $\alpha$  - Phase aus. Mittels quantitativer Gefügeanalyse konnte jedoch ein gleichzeitiges Wachstum der bereits vorhandenen primären Ausscheidungen vornehmlich in Längsrichtung dieser Plättchen beobachtet werden. Die Dicken dieser primären  $\alpha$  - Plättchen ändert sich auch bei der Alterung kaum.

Eine röntgenographische Bestimmung der Gitterparameter der  $\beta$  - Phase ergab den größten Wert für das Gefüge, welches vollständig aus dieser Phase besteht. Eine  $\alpha$  - Ausscheidung führt zu einer leichten Abnahme dieses Gitterparameters. Diese Abnahme ist für die gealterten zweiphasigen Gefügestände am ausgeprägtesten.

Die Gitterparameter der  $\alpha$  - Phase reagieren unterschiedlich auf verschiedene Wärmebehandlungsregime. Der a - Gitterparameter lag für alle ungealterten und gealterten Gefüge nahezu in der gleichen Größenordnung. Der c - Gitterparameter hingegen lag in den ungealterten Proben um ca.  $0,01 \text{ nm}$  höher als in den gealterten Gefügen. Dieser Unterschied wird der unterschiedlichen Löslichkeit der  $\beta$  - stabilisierenden Elemente in der  $\alpha$  - Phase bei den unterschiedlichen Wärmebehandlungstemperaturen und einer offensichtlich bevorzugten Verstreckung der c - Achse durch diese Legierungselemente zugeschrieben.

Anhand der durchgeführten Zugversuche kann eine deutliche Beeinflussung der me-

chanischen Kennwerte durch Gefügeveränderungen festgestellt werden. Generell gilt, daß die Ausscheidung von  $\alpha$  - Phase zu einer Festigkeitssteigerung und einer Dehnungsabnahme führt. Verstärkt wird dieser Effekt durch eine angeschlossene Alterung zweiphasiger, lösungsgeglühter Gefüge, da dabei sehr feine sekundäre  $\alpha$  - Phase ausgeschieden wird.

Die mechanischen Kennwerte können aber auch in Abhängigkeit der während der Zugverformung aktivierten Verformungsmechanismen diskutiert werden. Dabei kann festgestellt werden, daß die höchsten Duktilitäten in den Gefügeständen beobachtet werden, die sich neben Versetzungsgleiten auch teilweise durch martensitische Phasenumwandlung verformen. Die Duktilität ist dabei um so größer, je höher der Anteil an verformungsinduzierter Martensitbildung ist.

Die verformungsinduzierte Martensitbildung konnte im Gefüge der reinen  $\beta$  - Probe sowie in den zweiphasigen Gefügen, der um 20 bis 30°C unterhalb der  $\beta$  - Umwandlungstemperatur geglühten Proben beobachtet werden. In den beiden letzteren Gefügen scheint einerseits der beschränkte Anteil ausgeschiedener primärer  $\alpha$  - Phase dafür zu sorgen, daß die verbleibende  $\beta$  - Phase aufgrund der noch zwangsgelösten  $\alpha$  - stabilisierenden Elemente eine ausreichend niedrige mechanische Stabilität aufweist. Andererseits scheinen die  $\beta$  - Domänengrößen von 3,5 - 4,5  $\mu\text{m}$  ausreichend groß zu sein, um die mit der Martensitbildung in diesen Bereichen auftretenden Umwandlungsspannungen akkomodieren zu können. Die zur Initialisierung der Martensitbildung notwendigen Spannungen sind im Vergleich zur reinen  $\beta$  - Probe jedoch höher, wodurch leicht höhere Streckgrenzen bewirkt werden. Die außerdem schneller ansteigende Spannung in diesen beiden Gefügen führt zu einer zeitigeren Aktivierung des Versetzungsgleitens. Somit ist der Anteil, der durch Martensitbildung akkomodierten Verformung in diesen Proben niedriger als in der reinen  $\beta$  - Probe.

Als Kriterium für das Einsetzen der verformungsinduzierten Martensitbildung kann die mittlere Domänengröße der  $\beta$  - Phase herangezogen werden, welche sich direkt experimentell bestimmen läßt. Die erhaltenen Ergebnisse zeigen, daß  $\beta$  - Domänengrößen im Bereich von ca. 4  $\mu\text{m}$  ausreichen, um in den zweiphasigen Gefügen eine Martensitbildung zu bewirken. Hier ist jedoch zu beachten, daß der Ausscheidungszustand eines Gefüges von der Vorbehandlung des Materials (Erschmelzungsbedingungen, Warmwalzregime etc.) abhängt und eine Verallgemeinerung für Proben anderer Chargen nicht ohne weiteres möglich ist.

In einer im folgenden Abschnitt beschriebenen Untersuchung steht die Untersuchung der Verformungsmechanismen im Mittelpunkt. Die im Rahmen der hier realisierten Wärmebehandlungen eingestellten Gefüge sind für diese Untersuchungen nicht geeignet. Als problematisch ist vor allem die relativ hohe Versetzungsdichte vor der Zugverformung anzusehen, wie dies am Beispiel des entsprechenden Gefüges der im  $\beta$  - Gebiet rekristallisierten Probe ersichtlich ist. Eine Bestimmung der einzelnen, während der Zugverformung in der  $\beta$  - Phase aktivierten Gleitsysteme wird durch diese hohe Ausgangsversetzungsdichte erschwert, da einerseits eine optische

Unterscheidung zwischen bereits vorher vorhandenen und bei der Zugverformung neu gebildeten Versetzungen unmöglich ist. Andererseits bewirken die mit einer hohen Versetzungsdichte verknüpften erhöhten inneren Spannungen eine erschwerte Indizierung von Kikuchi - Diagrammen, welche zur Orientierungsbestimmung des Kornes, in dem die Gleitsysteme analysiert werden sollen, herangezogen werden müssen. Schließlich ist für die Gleitsystemanalyse eine genaue Festlegung der Versetzungslinie erforderlich, was in den bei höheren Verstzungsichten vorliegenden Versetzungsnetzwerken nicht ohne erhöhte Schwierigkeiten möglich ist. Daher wird nachfolgend versucht, durch Modifizierung der Wärmebehandlungsparameter diese Versetzungsdichte abzusenken, um eine derartige Analyse durchführen zu können.

## 6.4 Untersuchung der Verformungsmechanismen

Wie in den vorangegangenen Abschnitten dargestellt, eignen sich die bisher untersuchten Gefüge nur unzureichend für eine detaillierte Analyse der während der Zugverformung aktivierten Verformungsmechanismen. Besonders die hohen Versetzungsdichten in den Proben vor der Zugverformung erschweren eine transmissionselektronenmikroskopische Bestimmung der aktivierten Gleitsysteme in der  $\beta$  - Phase. Aus diesem Grund werden weitere Wärmebehandlungen mit dem Ziel durchgeführt, die Versetzungsdichte in dieser Phase abzusenken und nachfolgend eine entsprechende Analyse durchführen zu können.

### 6.4.1 Wahl der Glühbedingungen

Zur Absenkung der Versetzungsdichte in der  $\beta$  - Phase soll nachfolgend durch eine Erhöhung der  $\beta$  - Rekristallisationstemperatur erreicht werden. Die Abschätzung der Versetzungsdichte geschieht dabei visuell am TEM<sup>7</sup>.

Die Erhöhung der Rekristallisationstemperatur bewirkt allerdings neben der verstärkten Ausheilung von Gitterdefekten auch einen starken Anstieg der Wachstumsgeschwindigkeit der rekristallisierten Körner. So wurde beispielsweise für eine während einer Stunde bei 1200°C geglühte Probe eine mittlere Korngröße von 1500  $\mu\text{m}$  ermittelt. Da nun eine Kornvergrößerung sowohl die Festigkeit erniedrigt (HALL - PETCH - Beziehung), als auch zu einer Duktilitätsabnahme führt (in grobkörnigem Gefüge ist im Vergleich zu feinkörnigem Gefüge die kritische Spannung für die Reißbildung niedriger), ist dieser Effekt bei der Glühtemperaturwahl zu berücksichtigen. Die Glühtemperatur wurde somit zu 1000°C gewählt. Alle drei geglühten Proben wurden bei dieser Temperatur während einer Stunde rekristallisiert. Eine der Proben wurde nachfolgend in Wasser abgeschreckt. Die beiden anderen wurden im Ofen

<sup>7</sup>Eine experimentelle Bestimmung, welche durch Auszählen der Versetzungen mittels Digitalisieretaflet am TEM oder durch röntgenographische Profilanalyse unter Verwendung einer Eichprobe erfolgen könnte, wurde im Rahmen der Untersuchungen nicht durchgeführt

auf zwei Temperaturen unterhalb der  $\beta$  - Umwandlungstemperatur abgekühlt, dort während einer Stunde geglüht und anschließend ebenfalls in Wasser abgeschreckt. Durch diese zusätzliche Glühung wurde in diesen beiden Proben ein gewisser Phasenanteil an  $\alpha$  - Phase ausgeschieden.

Die verschiedenen Glühungen sind in Tabelle 29 dargestellt.

Probe	Wärmebehandlung
TN1000	1000°C / 1h / Wasserabschreckung
TN870	1000°C / 1h / Ofenabkühlung auf 870°C / 1h / Wasserabschreckung
TN850	1000°C / 1h / Ofenabkühlung auf 850°C / 1h / Wasserabschreckung

Tabelle 29: Wärmebehandlungsparameter einer dritten Probenreihe

#### 6.4.2 Die Gefüge vor der Zugverformung

Die Gefüge der Proben sind in den Abbildungen 75, 77 und 78 auf den Seiten 85 und 86 abgebildet. In allen drei Gefügen können equiaxiale  $\beta$  - Körner festgestellt werden, deren mittlere Größe zu 343  $\mu\text{m}$  bestimmt wurde. Die Temperaturerhöhung um 80°C im Vergleich zu Probe TI920 bewirkt also eine um nahezu 50% höhere mittlere Korngröße. Hinsichtlich der Versetzungsdichte ist festzustellen, daß sich diese durch die höhere Temperatur leicht erniedrigt zu haben scheint, wie dies Abbildung 76 auf Seite 86 vermuten läßt. Ungeachtet dessen, ist eine gewisse Anzahl von Versetzungen sichtbar. Desweiteren weist das Punktbeugungsdiagramm wie auch schon im Falle der Probe TI920 Spuren einer bei der Wasserabschreckung gebildeten athermischen  $\omega$  - Phase auf. In den Gefügen der Proben TN870 und TN850 sind durch die zusätzliche Glühungen  $\alpha$  - Ausscheidungen zu beobachten. Im Fall der Probe TN870 werden diese ausschließlich an den  $\beta$  - Korngrenzen beobachtet. Dabei scheidet sich diese  $\alpha$  - Phase in Form von kleinen, nahezu zueinander parallelen Plättchen aus. Eine derartige Morphologie wird in der Literatur auch als „allotriomorph“ bezeichnet [33]. Zusätzlich zu diesen Ausscheidungen, weist die Probe TN850  $\alpha$  - Ausscheidungen auf, die in Form von zueinander parallelen Plättchen von den Korngrenzen ins Korninnere wachsen. Diese Plättchen scheiden sich an denjenigen  $\beta$  - Korngrenzen aus, an denen sich vorab die oben beschriebene  $\alpha$  - Schicht gebildet hat. Somit scheidet sich die  $\alpha$  - Phase im Korninnern schon vor dem Erreichen einer  $\alpha$  - Schicht an allen Korngrenzen aus.

In den Röntgendiffraktogrammen sind aufgrund der geringen Phasenanteile der  $\alpha$  - Phase in den beiden entsprechenden Gefügen keine ausgeprägten Interferenzmaxima zu erkennen. Ebenfalls kann keine  $\omega$  - Phase nachgewiesen werden.

### 6.4.3 Durchführung der Zugverformungen

Aufgrund der oben beschriebenen Gefüge, sollten alle Proben die aufgebrachte Verformung durch verformungsinduzierte Martensitbildung und durch Versetzungsgleitung akkomodieren. Wie wir bereits im vorangegangenen Abschnitt gesehen haben, ist der Beitrag beider Mechanismen vom Verformungsbetrag abhängig. Im Rahmen der Zugversuche ist nun ein Verformungsgrad zu realisieren, der zur Aktivierung beider Mechanismen führt und somit deren nachfolgende Untersuchung gestattet. Dies entspricht, wenn man sich die entsprechende Zugkurve von TI920 ansieht, einem Verformungsgrad, für den in der Spannungs - Dehnungs - Kurve der Beginn des zweiten Streckgrenzen - Effektes (also des zweiten Anstiegs des „double yielding“ - Effektes) beobachtet wird. Nach Erreichen dieses Verformungsgrades sollen die Zugversuche anschließend abgebrochen werden.

Zur Ermittlung des Grenzverformungsgrades wurde für eine Probe des Zustands TN870 ein Zugversuch bis zum Bruch durchgeführt. Die erhaltene Kurve diente dann als Referenzkurve für die Festlegung des Grenzumformgrades. Anhand dieser Kurve wurde für die drei Gefüge eine Entlastung der Proben nach Erreichen von 8% Gesamtdehnung festgelegt. Die Aufnahme dieser Entlastungskurve gestattet dann die Untersuchung der partiellen Rückscherung des verformungsinduzierten Martensits. Diese partielle Rückscherung erfolgt dadurch, daß sich beim Entlasten das innere Spannungsfeld, welches zur Ausbildung des Martensits geführt hat, ändert, und sich somit das Korn den geänderten Spannungsverhältnissen anpassen muß. Für den Gefügezustand TN870 wurde eine zusätzliche Probe dadurch erhalten, daß die Zugspannungsentlastung schon nach Erreichen von 5% Gesamtdehnung durchgeführt wurde. Für diese Gesamtdehnung sollte der Beitrag des Versetzungsgleitens zur Verformungsakkomodation deutlich geringer sein als bei 8%. Diese unterschiedlichen Verformungsbeträge gestatten nachfolgend für ein identisches Gefüge die Untersuchung des Einflusses des Umformgrades und des damit verbundenen geänderten inneren Spannungszustandes auf die Stärke der partiellen Rückscherung des Martensits.

Die in den Zugversuchen ermittelten mechanischen Kennwerte sind in der nachfolgenden Tabelle 30 aufgeführt. Dabei bezeichnet  $\sigma_{\max}$  die vor der Entlastung erreichte Maximalspannung,  $\epsilon_{\text{rel,el}}$  die unter der Annahme reiner elastischer Rückdehnung der Probe verbleibende Gesamtdehnung<sup>8</sup>,  $\epsilon_{\text{rel,tot}}$  die gesamte Rückdehnung der Probe und  $\sigma_{\text{i,mart}}$  die Spannung, bei der in der Entlastungskurve der Übergang von einer linearen Spannungsabnahme zu einer nichtlinearen hin erfolgt und welche dem Einsetzen der Martensitrückscherung entspricht.

Die entsprechenden Spannungs - Dehnungs - Kurven sind in den Abbildungen 79 - 83 auf den Seiten 89 - 91 dargestellt.

<sup>8</sup>Zur Ermittlung dieses Wertes wurde die zu Beginn der Entlastung aufgenommene Gerade, die die generelle elastische Rückdehnung der Probe ausdrückt, auf die Abszisse extrapoliert

Ech.	$\sigma_{\max}$ / MPa	$R_{p;0,2}$ / MPa	$\varepsilon_{\text{rel,el}}$ / %	$\varepsilon_{\text{rel,tot}}$ / %	$\varepsilon_{\text{rel,el}} - \varepsilon_{\text{rel,tot}}$ / %	$\sigma_{i,\text{mart}}$ / MPa
TN1000(8%)	1011	719	5,9	4,6	1,4	460
TN8701(Bruch)	1079	700	8,9			
TN8702(8%)	1024	700	5,9	4,3	1,6	480
TN8703(5%)	886	703	3	1,4	1,6	570
TN850(8%)	1021	693	5,8	4,3	1,5	470

Tabelle 30: Aus den abgebrochenen Zugversuchen ermittelte mechanische Kennwerte der verschiedenen Gefügestände

Prinzipiell kann für in allen Kurven der erwartete „double yielding“ - Effekt festgestellt werden. Für die Proben TN870 und TN850 ist dieser leicht ausgeprägter als für den Zustand TN1000. Alle 5 Proben weisen Streckgrenzenwerte in der gleichen Größenordnung von 700MPa auf. Hinsichtlich der 3 auf 8% Gesamtdehnung verformten Proben kann festgestellt werden, daß sowohl die Werte der vor der Entlastung erreichten Maximalspannungen als auch die der nach der Entlastung bestehenden gesamten Restdehnungen nahezu identisch sind. Letzterer Wert gibt unter Beachtung der Werte von  $\varepsilon_{\text{rel,el}}$  an, daß in allen drei Proben durch die partielle Martensitrückscherung ein nahezu gleicher Betrag an Rückdehnung bewirkt wird. Betrachtet man die entsprechenden Werte für die Probe TN8703, so stellt man fest, daß dies auch für die auf nur 5% Gesamtdehnung verformte Probe gilt. Hinsichtlich der Einsatzspannungen der Martensitrückscherung weist die Probe mit dem niedrigsten Verformungsgrad die höchste Spannung auf. Bei ihr setzt folglich im Zuge der Entlastung die Martensitrückscherung eher ein als bei den stärker verformten Proben, bei denen darüberhinaus nahezu identische Werte für diese Einsatzspannung erhalten werden.

#### 6.4.4 Gefügeuntersuchungen der Proben nach der Zugverformung

Die Gefüge der zugverformten Proben sind in den Abbildungen 84 - 88 auf den Seiten 92 und 93 dargestellt. Generell sind in allen Gefügen Plättchen des verformungsinduzierten Martensits zu beobachten. In den Gefügen der Proben, welche bis zum Bruch oder bis auf 8% Gesamtdehnung verformt wurden, weisen dabei nahezu alle Körner diese Martensitplättchen auf. Dabei ist festzustellen, daß es eine gewisse Kornfraktion gibt, bei der jeweils nur eine Martensitvariante pro Korn auftritt und diese Martensitplättchen von einer Korngrenze zu einer gegenüberliegenden verlaufen. Eine andere Kornfraktion besteht aus Körnern, bei denen mehrere Martensitvarianten in bestimmten Bereichen des Kornes vorhanden sind. Etwas anders liegen die Verhältnisse bei der nur um 5% Gesamtdehnung verformten Probe. Neben den

Körnern, die ebenfalls fast vollständig von Martensitplättchen belegt sind und einer der beiden oben beschriebenen Kornfraktionen angehören, gibt es Körner, die entweder gar keinen Martensit enthalten oder bei denen nur in bestimmten Kornbereichen Martensitplättchen vorhanden sind.

In den Röntgendiffraktogrammen sind für die Probe TN1000 schwache Martensitinterferenzen zu erkennen. Für diese Probe wurde unter Verwendung des schon auf Probe TI920 angewandten Verfahrens der Phasenanteil an  $\alpha''$  - Martensit zu 9% bestimmt. Diese schwachen Martensitinterferenzen können in den Diffraktogrammen der anderen Proben nur vereinzelt oder gar nicht gefunden werden.

#### 6.4.5 Bestimmung von Gleitsystemen in der $\beta$ - Phase

Mit Hilfe des Transmissions-Elektronen-Mikroskops wurde unter Anwendung des in Abschnitt 3.7.2.1 beschriebenen Verfahrens die Bestimmung von Gleitsystemen in der  $\beta$  - Phase vorgenommen. Die Bestimmung erfolgte an der Probe TN8703. Diese wies aufgrund der niedrigen Gesamtverformung von 5% eine ausreichende Anzahl einzeln beobachtbarer Versetzungen auf. Auch wenn für den niedrigen Verformungsgrad die Verformungsakkommodation hauptsächlich durch die verformungsinduzierte Martensitbildung bewirkt wird, so tritt doch ein gewisser Anteil an Versetzungsgleitung auf, für den die dabei aktivierten Gleitsysteme bestimmt werden sollten.

Die untersuchten Gleitsysteme sind in den Abbildungen 89 bis 96 auf den Seiten 94 bis 96 wiedergegeben. Die die jeweilige Kornorientierung angegebenden Kikuchi - Diagramme sind ebenfalls dargestellt. Die bestimmten Gleitsysteme sind in den Abbildungen mit fortlaufenden Nummern gekennzeichnet.

In Tabelle 31 sind die 12 bestimmten Gleitsysteme zusammen mit den zugehörigen SCHMID - Faktoren angegeben.

Es wurden zwei verschiedene Gleitsysteme,  $\{110\}\langle 111\rangle$  und  $\{112\}\langle 111\rangle$ , bestimmt. Dieses Ergebnis ist konform mit vergleichbaren Untersuchungen, bei denen Verformungsmechanismen in der Legierung TI20V untersucht wurden [?, 8]. Anhand der SCHMID - Faktoren der Gleitsysteme kann festgestellt werden, daß die Gleitsysteme 2, 3 oder 10 aufgrund ihrer hohen Werte mit großer Wahrscheinlichkeit während der Zugverformung aktiviert wurden. Bei den Gleitsystemen mit niedrigen SCHMID - Faktoren kann es sich hingegen einerseits um Versetzungen handeln, die vor der Zugverformung bereits im Material vorlagen und im Rahmen der vorangegangenen Herstellungs- und Bearbeitungsprozesse entstanden sind. Andererseits wäre es für diese Gleitsysteme aber auch möglich, daß sie während der Zugverformung aktiviert wurden. Dies wäre dann denkbar, wenn sich in einem Korn der lokale Spannungszustand beispielsweise aufgrund einer gewissen, bereits vorhandenen Anzahl von Versetzungen deutlich vom makroskopischen Spannungszustand unterscheidet. In diesem Falle würden sich unter Verwendung des Schmid'schen Schubspannungsgesetzes auch niedrige Werte für den Orientierungsfaktor dieser Gleitsysteme ergeben.

Nummer	Gleitsystem	SCHMID - Faktor
1	(101)[ $\bar{1}11$ ]	-0,12
2	(112)[111]	0,47
3	(110)[ $\bar{1}11$ ]	0,41
4	( $\bar{2}11$ )[111]	0,36
5	( $\bar{2}11$ )[111]	-0,27
6	( $\bar{1}01$ )[111]	-0,42
7	(110)[111]	0,20
8	( $\bar{2}11$ )[111]	0,26
9	(101)[ $\bar{1}11$ ]	0,38
10	( $\bar{2}11$ )[111]	-0,43
11	(110)[ $\bar{1}11$ ]	0,13
12	(112)[111]	0,25

Tabelle 31: Gleitsysteme der  $\beta$  - Phase in der Probe TN8703 und zugehörige SCHMID - Faktoren

Aus der geringen Anzahl bestimmter Gleitsysteme und der Tatsache, daß die Anzahl der auf die beiden Typen entfallenden Gleitsysteme identisch ist, kann keine Schlußfolgerung bezüglich des Beitrages beider Gleitsysteme zur Verformungsakkommodation im Bereich bis 5% Gesamtverformung abgeleitet werden.

#### 6.4.6 Untersuchung der verformungsinduzierten Martensitbildung $\beta \rightarrow \alpha''$

Ziel dieser Untersuchungen ist es, die kristallographischen Charakteristika der martensitischen  $\alpha''$  - Phase in den  $\beta$  - Körnern zu untersuchen. Spezielles Augenmerk liegt dabei auf der Bestimmung der Habitusebene zwischen beiden Phasen.

##### 6.4.6.1 Die experimentelle Bestimmung der Habitusebene

In einem ersten Schritt wurden die Habitusebenen zwischen den Martensitplättchen und der  $\beta$  - Phase bestimmt. Die Bestimmung erfolgt an einem Gefüge der Probe TN1000. Voraussetzung für die Habitusebenenbestimmung ist die Kenntnis der Orientierung der Körner, in welchen die Ermittlung durchgeführt werden soll. Die Kornorientierungen der 22 untersuchten Körner wurden mittels EBSD im Raster-Elektronenmikroskop ermittelt. Anschließend wurden die Winkel, die die Spuren eines Martensitplättchens auf zwei zueinander senkrecht stehenden Oberflächen des betrachteten Kornes mit dem äußeren Probenkoordinatensystem bilden, gemessen. Dies ist schematisch und als Beispiel für ein Korn in den Abbildungen 97 und 98

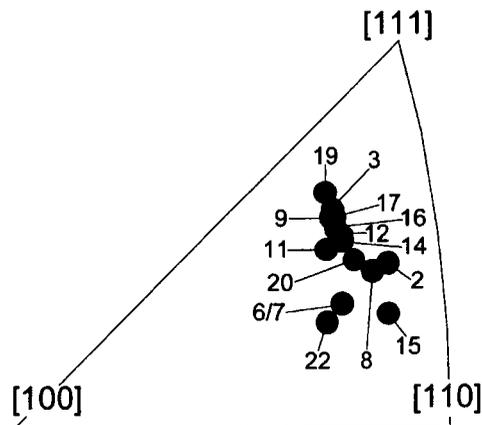


Abbildung 106: Pole der ermittelten Habitusebenen im Standarddreieck

auf der Seite 98 dargestellt. Eine Beschreibung der rechnerischen Ermittlung der Habitusebene wird in Anhang B der Arbeit gegeben.

15 der 22 untersuchten Körner wiesen auf den beiden rechtwinkligen Oberflächen Spuren der Martensitplättchen auf, welche für die Analyse herangezogen werden konnten.

In Abbildung 106 sind die Pole der bestimmten Habitusebenen im Standarddreieck dargestellt.

Trotz einer merklichen Dispersion der Ergebnisse kann festgestellt werden, daß eine Reihe von verschiedenen Polen nahe beieinander liegen (vergleiche z.B. Körner 3, 9, 11, 12, 14, 16, 17, 19).

Für die Dispersion der Ergebnisse können mehrere Faktoren verantwortlich gemacht werden. Einerseits ist die Messung jedes einzelnen Winkels der Martensitplättchen auf den beiden Oberflächen fehlerbehaftet. Dabei ist der Meßfehler um so größer, je kürzer das entsprechende Plättchen ist. Hinzu kommt eine weitere Fehlerkomponente, die daraus resultiert, daß im Rahmen der metallographischen Probenpräparation die Kante zwischen den beiden untersuchten Probenoberflächen nicht exakt rechtwinklig sondern leicht gebogen ist. Insgesamt kann der so bedingte Meßfehler zu 3° bis 5° pro Martensitplättchen abgeschätzt werden.

Ein weiterer Grund für die Ergebnisdispersion ist nach NISHIYAMA [129] darin zu sehen, daß die Matrix und das darin befindliche Martensitplättchen nicht vollkommen kohärent zueinander sind. Dies führt an der Grenzfläche zwischen beiden zur Ausbildung von Kohärenzspannungen, welche eine leichte Verschiebung der Habitusebene bewirken. Wie Untersuchungsergebnisse an Stahl mit 1,78 % C zeigen, führen dabei schon sehr geringe Spannungen an der Grenzfläche zu einer merklichen Verschiebung der Habitusebene.

Trotz der Dispersion findet man, wie bereits erwähnt, eine Reihe von Habitusebenen,

welche nahe beieinander liegen. Desweiteren findet man, daß diese Habitusebenen alle nahe einer Ebene  $\{234\}$  liegen. Dies geht auch aus Tabelle 32 hervor, in der der Winkel  $\gamma$  zwischen der bestimmten Habitusebene  $(hkl)_1$  und einer entsprechenden Ebene  $(hkl)_2$  des Typs  $\{234\}$  angegeben sind.

grain	$h_1$	$k_1$	$l_1$	$h_2$	$k_2$	$l_2$	$\gamma / ^\circ$
2	-0,74019	0,26599	-0,61756	4	2	3	7,0
3	0,53314	-0,76416	-0,36308	3	4	2	1,9
6	0,79790	-0,56521	0,20950	4	3	2	9,8
7	-0,79895	0,20753	-0,56495	4	2	3	10,0
8	-0,75936	-0,59576	0,26162	4	3	2	6,6
9	-0,34798	0,52918	-0,77387	2	3	4	2,7
11	-0,79223	-0,29512	0,53218	4	2	3	4,7
12	0,32236	0,55371	-0,77369	2	3	4	6,4
14	-0,77447	-0,31439	0,54937	4	2	3	3,9
15	-0,75660	0,62567	-0,19000	4	3	2	11,1
16	0,33045	0,54367	-0,76726	2	3	4	2,4
17	0,76863	-0,53590	0,34711	4	3	2	0,8
19	0,75863	0,52193	-0,38995	4	3	2	2,5
20	-0,57262	-0,77065	-0,27965	3	4	2	5,5
22	0,17766	0,53809	-0,82395	2	3	4	12,1

Tabelle 32: Winkel zwischen den experimentell bestimmten Habitusebenen und einer entsprechenden  $\{234\}$  - Ebene

Die Winkeldifferenz zwischen beiden Ebenen liegt für die in den Körnern 3, 9, 12, 14, 16, 17 und 19 bestimmten Habitusebenen unterhalb von  $5^\circ$ . Die größten Differenzen werden für die Körner beobachtet, deren Pole schon im Standarddreieck die größten Abweichungen aufwiesen und liegen in der Größenordnung von  $10^\circ$  bis  $12^\circ$ .

#### 6.4.6.2 Berechnung der Habitusebene für die Phasenumwandlung $\beta \rightarrow \alpha''$ mit Hilfe der Phenomenologischen Theorie

Im Anschluß an die experimentelle Bestimmung der Habitusebenen wurde die für die untersuchte Martensitumwandlung zu erwartende Habitusebene unter Verwendung der Phenomenologischen Theorie berechnet. Eine detaillierte Vorstellung dieser Theorie und Präsentation der Berechnungen ist in Abschnitt ... gegeben.

Die Phenomenologische Theorie basiert auf experimentellen Beobachtungen der martensitischen Phasenumwandlung (Wechsel des Kristallgitters, Existenz einer Habitusebene, Existenz einer definierten Orientierungsbeziehung zwischen beiden Phasen)

und versucht, diese mathematisch zu beschreiben. Dabei werden als einzige bekannte Größen die Gitterparameter der beiden Phasen benötigt.

Die Phasenumwandlung wird dabei in drei Teilschritte unterteilt. Ein erster Schritt dabei ist die Überführung des Ausgangskristallgitters in das entsprechende Martensitkristallgitter. Dieses wird durch Stauchung bzw. Streckung der Hauptachsen eines den beiden Phasen gemeinsamen Koordinatensystems erreicht. Diese Verformung wird auch als BAIN - Verformung bezeichnet und in den Rechnungen durch eine Matrix  $B$  ausgedrückt. Nach dieser Verformung ist eine existierende Habitusebene verzerrt und gedreht. Da jedoch eine Habitusebene eine Ebene ist, die während der Phasenumwandlung weder verzerrt noch gedreht wird, müssen diese beiden Effekte ebenfalls berücksichtigt werden. Um eine unverzerrte Habitusebene zu erhalten, wird eine sogenannte gitterinvariante Scherung  $S$  eingeführt, welche die Kristallstruktur der Martensitphase unverändert läßt. Eine solche Scherung kann entweder durch Versetzungsgleitung, Zwillingsbildung oder durch Kopplung beider Mechanismen erfolgen. Schließlich muß nun die unverzerrte Habitusebene noch gedreht werden, was mathematisch durch eine entsprechende Rotationsmatrix  $R$  beschrieben wird.

Die gesamte Verformung  $P_1$ , die durch die Martensitbildung bewirkt wird, ergibt sich dann als Matrixprodukt der einzelnen Matrizen gemäß Gleichung 6.1:

$$P_1 = RSB \quad (6.1)$$

Schaut man sich die Hauptkomponenten der BAIN - Verformung an, so stellt man fest, daß eine von ihnen nahezu null ist und somit in einer Hauptachsenrichtung die Kristallgitter nahezu identische Gitterparameter haben. In diesem Fall und unter der Voraussetzung, daß die beiden anderen Hauptachsenverformungen einer Stauchung bzw. einer Streckung entsprechen, kann in erster Näherung angenommen werden, daß die Habitusebene nach der BAIN - Verformung bereits unverzerrt ist [51]. In diesem Fall braucht die gitterinvariante Scherung nicht berücksichtigt zu werden und obige Gleichung vereinfacht sich zu:

$$P_1 = RB \quad (6.2)$$

Wie man in Kapitel 4.3.6.2 der Abbildung 100 auf Seite 101 entnehmen kann, ist obige Vereinfachung für die zu untersuchende Phasenumwandlung anwendbar. Die Habitusebenen wurden schließlich für die vereinfachte Theorie (Gleichung (6.2)) und die komplette Theorie nach Gleichung (6.1) bestimmt.

*a) Vereinfachte Phenomenologische Theorie:*

Die im Rahmen dieser Theorie durchgeführte Berechnung führt im kubischen Hauptachsensystem auf eine Habitusebene von  $(-0,738 \ 0,477 \ -0,477)$ . Diese Ebene ist vom

Typ {hkk} und liegt  $0,88^\circ$  von einer  $(\bar{3} 2 \bar{2})$  - Ebene entfernt.

Ein Vergleich mit den experimentell bestimmten Ebenen weist keine Übereinstimmung auf. Daraus kann geschlußfolgert werden, daß die angenommene Vereinfachung in Frage zu stellen ist.

a) *Komplette Phenomenologische Theorie:*

In diesen Berechnungen wurde die Notwendigkeit einer gitterinvarianten Scherung während der Phasenumwandlung berücksichtigt. Dabei wurde zuerst einmal angenommen, daß diese durch Versetzungsgleitung realisiert wird. Als Gleitsystem floß dabei das System (010)[101] der orthorhombischen Struktur in die Rechnung ein, da in Anlehnung an die Gitterparameter der orthorhombischen  $\alpha''$  - Phase diese Ebene die dichtest gepackteste ist.

Im Ergebnis der Berechnung erhält man zwei Lösungen für die Habitusebene. Diese beiden Lösungen haben ihre Ursache darin, daß für die Gleitrichtung zwei entgegengesetzte Richtungen mit folglich unterschiedlichen Vorzeichen möglich sind. Diese Vorzeichenänderung führt dann zu einer Vorzeichenänderung der Scherung  $g$  und daraus resultierend einiger Matrixelemente in den einzelnen Matrizen. Somit ergeben sich nach den diversen Koordinatensystemtransformationen zwei unterschiedliche Lösungen.

Auf das kubische Hauptachsensystem  $K_c$  bezogen ergeben sich für ein negatives und ein entsprechend positives  $g$  die beiden folgenden Lösungen:

$$\vec{n}_{K_c}(g^-) = \begin{pmatrix} 0,75903 \\ -0,38831 \\ 0,52258 \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad \vec{n}_{K_c}(g^+) = \begin{pmatrix} 0,70936 \\ -0,57718 \\ 0,43169 \end{pmatrix}$$

In der nachfolgenden Tabelle 33 sind die Winkeldifferenzen zwischen den experimentell bestimmten Habitusebenen und den beiden berechneten Ebenen aufgeführt. Die Winkeldifferenz wurde dabei unter Vernachlässigung der Vorzeichen der Ebenenindizes und entsprechendes Ordnen der Ebenenindizes ermittelt. Der Winkel  $\nu^-$  entspricht dabei dem Winkel zwischen experimenteller und für negative Scherung berechneter Habitusebene,  $\nu^+$  bezeichnet den entsprechenden Winkel mit der für positive Scherung berechneten Ebene.

Es kann festgestellt werden, daß für alle experimentell bestimmten Habitusebenen eine bessere Übereinstimmung mit der für negative Scherung berechneten Ebene gefunden werden kann. Eine physikalische Erklärung der Tatsache, daß offensichtlich eine negative Scherung für die Berechnung angenommen werden muß, kann jedoch nicht gegeben werden. In einer Reihe vergleichbarer Arbeiten [129-131] wird im Widerspruch zu obigen Ergebnissen berichtet, daß beide Scherungen  $g$  zu kristallographisch äquivalenten Lösungen führen. Diese Behauptung wird jedoch von den Autoren nicht bewiesen. Einzig LIEBERMAN et. al [132] berichten ebenfalls von zwei

numéro de grain	$\nu^- / ^\circ$	$\nu^+ / ^\circ$
2	8,9	10,3
3	2,9	5,2
6	10,8	13,7
7	10,9	13,7
8	8,4	10,4
9	2,5	6,26
11	5,1	8,9
12	6,9	9,1
14	4,6	7,8
15	12,8	14,7
16	1,9	6,1
17	1,2	5,6
19	2,2	5,9
20	6,9	9,4
22	12,7	16

Tabelle 33: Winkeldifferenz zwischen experimentell bestimmten und berechneten Habitusebenen

unterschiedlichen Lösungen. Da sie jedoch experimentell nur Habitusebenen feststellten, die einer der beiden Lösungen entsprechen, wurde daraus geschlußfolgert, daß diese Lösung die energetisch günstigere zu sein scheint.

Versucht man, eine Ebene zu finden, deren ganzzahlige Indizes nahe den beiden errechneten Ebenen sind, so findet man, daß die für negative Scherung berechnete Habitusebene nur  $2,6^\circ$  von einer Ebene ( $4 \bar{2} 3$ ) entfernt liegt. Für die andere Ebene ergibt sich eine Winkeldifferenz von  $3,95^\circ$  zu einer ( $4 \bar{3} 2$ ) - Ebene. Unter diesem Gesichtspunkt liefern beide Lösungen Habitusebenen, die zur Familie  $\{234\}$  gehören, und mit den experimentellen Ergebnissen übereinstimmen.

Alternativ zu obigen Habitusebenenberechnungen wurde unter Anwendung eines von LIEBERMAN et al. [132] aufgestellten Formalismus eine Habitusebenenberechnung unter der Hypothese durchgeführt, daß die gitterinvariante Scherung durch Zwillingsbildung realisiert wird. Dabei wurde als Zwillingsebene eine (111) - Ebene der orthorhombischen Martensitstruktur angenommen, wie diese auch experimentell unter anderem von WILLIAMS [45] ermittelt wurde.

In Analogie zum Formalismus der vorangehend beschriebenen Habitusebenenberechnungen wird wiederum davon ausgegangen, daß bei einer martensitischen Phasenumwandlung eine Ebene zwischen den beiden Phasen existieren muß, welche im Mittel unverzerrt sein soll und damit zu einer minimalen Dehnungsenergie zwischen beiden Phasen führt und welche damit die Habitusebene darstellt. Als notwendige und hin-

reichende Bedingung für die Existenz dieser Habitusebene gilt erneut, daß eine der Hauptachsendehnungen während der Umwandlung null sein muß. Aus Untersuchungen der Gitterparameter der beiden an der Umwandlung beteiligten Phasen wurde jedoch von den obigen Autoren festgestellt, daß die bei der Umwandlung gebildete Phase inhomogen sein muß und daß diese Inhomogenität durch das Entstehen von zueinander in Zwillingbeziehung stehenden martensitischen Bereichen gegeben sein kann. Somit liegt dem angewandten Formalismus die Annahme zugrunde, daß sich aus der kubisch raumzentrierten  $\beta$  - Phase im Zuge der martensitischen Phasenumwandlung unterschiedliche  $\alpha''$  - Bereiche bilden, welche in Zwillingorientierung zueinander stehen.

Die ausführliche mathematische Beschreibung der Berechnung der Habitusebene unter Anwendung des von LIEBERMAN et al. [132] aufgestellten Formalismus ist auf den Seiten xxx - xxx wiedergegeben. Da diesem Formalismus in weiten Teilen die gleichen Annahmen wie bei der Habitusebenenbestimmung mit Versetzungsgleitung zugrunde liegen, sind auch die mathematischen Operationen an mehreren Stellen identisch.

Im Endergebnis der Berechnungen ergeben sich in Analogie zu den Berechnungen unter Verwendung der Versetzungsgleitung ebenfalls zwei Lösungen:

$$\vec{n}_{K_c}(\text{Zwilling 1}) = \begin{pmatrix} 0,5493808 \\ -0,5040082 \\ 0,6664506 \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad \vec{n}_{K_c}(\text{Zwilling 2}) = \begin{pmatrix} 0,5352022 \\ -0,5016264 \\ -0,6796540 \end{pmatrix}$$

Erstere Ebene liegt  $2,37^\circ$  von einer  $(\bar{3}\bar{3}4)$  - Ebene entfernt, für die zweite Lösung ergibt sich eine Winkeldifferenz von  $1,44^\circ$  zu einer  $(3\bar{3}4)$  - Ebene. Die für die orthorhombische  $(111)$  - Zwillingbildung berechneten Habitusebenen liegen nahe an Ebenen des Typs  $\{3\bar{3}4\}$  und weisen damit keine Übereinstimmung mit den experimentellen Befunden auf. Daraus kann abgeleitet werden, daß die gitterinvariante Scherung zum Erhalt einer unverzerrten Habitusebene im Falle des orthorhombischen  $\alpha''$  - Martensits mit hoher Wahrscheinlichkeit durch Versetzungsgleitung unter Aktivierung des orthorhombischen Gleitsystemes  $(010)[101]$  erfolgt.

#### 6.4.6.3 Anwendung der Ergebnisse der Phänomenologischen Theorie

Im Anschluß an die Habitusebenenberechnungen wurde die Richtigkeit der Ebene, für die die beste Übereinstimmung zwischen experimenteller Beobachtung und Berechnung erhalten worden war, an zwei weiteren Proben - TN8701 und TN8703 - überprüft. Diese beiden Proben repräsentieren zwei unterschiedliche Verformungsgrade und ihre Gefüge sind in Form einer Kartographie in den Abbildungen 102 und 103 auf den Seiten 111 und 112 abgebildet. An der Probe TN8701 wurden die Orientierungen von 122 Körnern ermittelt, für die Probe TN8703 betrug die

untersuchte Kornanzahl 144. Anschließend wurden die Winkel aller in den entsprechenden Körnern beobachtbaren Spuren der Martensitplättchen gegen die Walzrichtung des äußeren Koordinatensystems bestimmt. Ebenfalls wurden für diese Körner die entsprechenden Winkel aller 24 symmetrischen Martensitvarianten in diesem Koordinatensystem berechnet, die sich für die Habitusebene, welche sich für negatives  $g$  unter Verwendung der kompletten Phenomenologischen Theorie ergeben hatte, ergeben. Die so erhaltenen Winkel konnten nachfolgend verglichen werden. In den Tabellen 34 und 35 ist ein Vergleich der gemessenen und berechneten Winkel ( $\gamma_{\text{exp}}$  bzw.  $\gamma_{\text{theo}}$ ) für eine ausgewählte Anzahl von Körnern angegeben.

Für beide Proben kann festgestellt werden, daß für die überwiegende Mehrzahl der Martensitplättchenspuren eine gute Übereinstimmung der experimentell bestimmten Winkel mit einer der 24 symmetrischen Varianten gefunden werden kann. Es treten jedoch in beiden Proben vereinzelt auch Plättchen auf, für die eine Winkeldifferenz von  $10^\circ$  und darüber gefunden wird. Bei diesen stärker abweichenden Martensitplättchen fällt aber auf, daß für die anderen im gleichen Korn befindlichen Martensitplättchen eine gute Winkelkorrespondenz festzustellen ist. Ursache für die vereinzelt hohen Abweichungen könnte, wie schon in Abschnitt 6.4.6.1 angegeben, die Existenz örtlich stark unterschiedlicher Eigenspannungsfelder sein, welche zu einer starken Dispersion der Habitusebenen führen können. Diese Vermutung stützt sich auf die Beobachtung, daß es sich bei den abweichenden Martensitplättchen meist um sehr kleine Plättchen in unmittelbarer Nähe einer Korngrenze handelt und somit das Spannungsfeld des Nachbarkornes zu einer Änderung des Spannungsfeldes unmittelbar an der entsprechenden Korngrenze führen könnte. Ohne die Kenntnis der lokalen Spannungsfelder in einem Korn, welche einer direkten experimentellen Bestimmung nicht zugänglich sind, kann diese Hypothese jedoch nicht bestätigt werden.

#### 6.4.7 Zusammenfassung der Ergebnisse

Die mechanischen Eigenschaften sowie die während einer Zugverformung aktivierten Verformungsmechanismen wurden an drei verschiedenen Gefügen untersucht. Die Wärmebehandlungsparameter wurden aus den Ergebnissen der vorangegangenen Probenserie abgeleitet. Ein bei Raumtemperatur vollständig aus  $\beta$ -Phase bestehendes Gefüge sowie zwei zweiphasige  $\alpha + \beta$ -Gefüge wurden eingestellt, deren  $\alpha$ -Anteil durch unterschiedliche Glühtemperaturen variiert.

Die Zugversuche wurden für eine Probe bis zum Bruch, für vier andere Proben bis zum Erreichen einer bestimmten Verformungsgrades durchgeführt. Letzteres gestattete die Untersuchung des Materialverhaltens bei Entlastung. Im Rahmen der Zugversuche konnte festgestellt werden, daß für alle drei unterschiedlichen Gefüge gleiche Verformungsgrade zu nahezu identischen Festigkeits- und Duktilitätskennwerten führen. Die Ausscheidung der geringen  $\alpha$ -Phasenanteile in den beiden

grain	variant	$\gamma_{\text{exp}}/^\circ$	$\gamma_{\text{theo}}/^\circ$	$\Delta\gamma/^\circ$
1	1	7	1,83	5,17
6	3	-59	-55,71	3,29
	10	53	53,90	0,90
8	2	-55	-57,46	2,46
	9	62	64,01	2,01
	23	32	19,95	<b>12,05</b>
30	17	-41	-44,00	3,00
	21	33	31,35	1,65
	22	6	2,36	3,64
40	9	-23	-30,94	7,94
	11	-36	-37,51	1,51
	13	30	32,60	2,60
47	1	-51	-51,18	0,18
	14	-71	-73,82	2,82
	19	39	50,68	<b>11,68</b>
70	1	-59	-59,33	0,33
	2	64	67,54	3,54
	4	49	45,94	3,06
90	7	-54	-56,44	2,44
	15	19	34,32	<b>15,32</b>
	20	-42	-40,68	1,32
95	2	44	48,47	4,47
	9	-68	-66,43	1,57
	15	-49	-45,61	3,39
108	19	-41	-38,18	2,82
111	11	64	61,69	2,31
113	7	-55	-54,79	0,21
	13	-14	-12,11	1,89
	24	62	63,82	1,82
120	19	-64	-66,25	2,25

Tabelle 34: Experimentelle und berechnete Winkel mit der Walzrichtung der Spuren der Martensitplättchen einer ausgewählten Kornanzahl der Probe TN8701

grain	variant	$\gamma_{\text{exp}}/^\circ$	$\gamma_{\text{theo}}/^\circ$	$\Delta\gamma/^\circ$
2	1	43	43,36	0,36
	3	-9	-10,95	1,95
	6	-36	-37,19	1,19
	13	35	41,51	6,51
3	4	-64	-66,71	2,71
	11	90	88,98	1,02
	24	-13	-10,68	2,32
12	11	-38	-37,99	0,01
	16	-78	-67,04	<b>10,96</b>
	17	27	23,62	3,38
35	9	-34	-34,51	0,51
	20	54	52,15	1,85
30	17	-41	-44,00	3,00
	21	33	31,35	1,65
	22	6	2,36	3,64
40	5	-87	-73,38	<b>13,62</b>
	6	25	31,45	6,45
	21	44	44,65	0,65
	22	-28	-24,62	3,38
61	7	-63	-59,52	3,48
	10	-5	-6,69	1,69
	12	66	70,13	4,13
	21	49	50,07	1,07
109	9	15	14,81	0,19
	15	46	50,83	4,83
	19	-15	-0,30	<b>14,70</b>
135	4	73	69,45	3,55
	11	50	46,80	3,20
	24	-62	-62,74	0,74
144	6	37	36,19	0,81
	7	-51	-53,46	2,46

Tabelle 35: Experimentelle und berechnete Winkel mit der Walzrichtung der Spuren der Martensitplättchen einer ausgewählten Kornanzahl der Probe 1N8703

zweiphasigen Gefügen beeinflusst die ermittelten Kennwerte nicht. Bei der Entlastung nach vorangegangener Zugverformung bildet sich unabhängig vom realisierten Verformungsgrad (5 % bzw. 8 %) die gleiche Menge Martensit zurück. Ein niedrigerer Verformungsgrad führt jedoch dazu, daß diese partielle Martensitrückscherung schon eher bei der Entlastung einsetzt.

Die Gefüge der verschiedenen Proben weisen für eine Zugverformung bis zum Bruch und Gesamtverformungen von 8 % in allen  $\beta$  - Körnern Martensitplättchen auf. Im Gefüge der nur um 5 % verformten Probe lassen sich hingegen drei Kornfraktionen unterscheiden. Eine erste Fraktion besteht aus Körnern, die, wie auch in den Gefügen der anderen Proben, nahezu vollständig Martensitplättchen aufweisen. Eine zweite Kornfraktion wird von Körnern gebildet, die nur partiell Martensit aufweisen. Die dritte Kornfraktion in diesem Gefüge wird schließlich durch diejenigen Körner gebildet, die keinen verformungsinduzierten Martensit enthalten.

Eine an der um 5 % verformten Probe durchgeführte Analyse von Gleitsystemen in der  $\beta$  - Phase ergab Gleitsysteme vom Typ  $\{110\}\langle 111\rangle$  und  $\{112\}\langle 111\rangle$ . Aufgrund der Tatsache, daß eine identische Anzahl von Gleitsystemen für jedes der beiden Systeme bestimmt wurde und ebenfalls bedingt durch die geringe Anzahl bestimmter Gleitsysteme läßt diese Analyse jedoch keinen detaillierten Schluß auf den Beitrag jedes einzelnen der beiden Gleitsysteme zur Verformungsakkommodation in der untersuchten Probe zu. Um zu gesicherteren Aussagen über den Beitrag jedes dieser Gleitsysteme zur Akkommodation der Gesamtverformung zu gelangen, ist die Untersuchung statistisch repräsentativerer Korn - bzw. Probenanzahlen unabdingbar.

Eine experimentelle Bestimmung der Habitusebene zwischen verformungsinduziertem Martensit und  $\beta$  - Ausgangsphase erfolgte durch Analyse der Spuren eines Martensitplättchens auf zwei zueinander senkrechten Probenoberflächen. Trotz einer Dispersion der Ergebnisse ergaben sich dabei Habitusebenen des Typs  $\{234\}$ . Eine Berechnung der Habitusebene unter Anwendung der Phänomenologischen Theorie führte für eine vereinfachte Theorie auf eine Habitusebene vom Typ  $\{322\}$ , welche nicht mit den experimentellen Beobachtungen übereinstimmt. Die Anwendung der vollständigen Theorie ergab unter der Annahme, daß die Verzerrung der Habitusebene während der Umwandlung durch Versetzungsgleitung unter Aktivierung des Systems  $(010)[101]$  in der orthorhombischen Struktur kompensiert wird, zwei Ebenen, die beide nahe einer Ebene des Typs  $\{234\}$  sind. Dabei wurde festgestellt, daß die Ebene, die für eine negative Scherung berechnet wurde, besser mit den experimentellen Befunden übereinstimmt. Eine physikalische Erklärung hierfür konnte jedoch nicht angegeben werden. Eine Habitusebenenberechnung unter der Annahme, daß  $(111)$  - Zwillingsbildung in der orthorhombischen Struktur die Überführung der verzerrten in eine unverzerrte Habitusebene bewirkt ergab wiederum zwei Ebenen, die allerdings vom Typ  $\{334\}$  sind und nicht mit den experimentellen Beobachtungen korrelieren.

Eine Bestätigung für die Gültigkeit der  $\{234\}$  - Habitusebene lieferte eine zusätzliche Analyse an zwei weiteren Proben, bei der gemessene und berechnete Winkel von Martensitplättchen mit der Walzrichtung des äußeren Probenkoordinatensystemes miteinander verglichen wurden.

## 6.5 Zusammenfassung aller Ergebnisse und Ausblick

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde die Aktivierung der verschiedenen Verformungsmechanismen in Abhängigkeit des vorliegenden Gefügestandes und die Auswirkung dessen auf die mechanischen Eigenschaften der metastabilen  $\beta$  - Titan - Legierung  $\beta$  - Cez untersucht.

Es konnte gezeigt werden, daß sowohl die Aktivierung der Verformungsmechanismen als auch die mechanischen Eigenschaften der Legierung stark vom konkreten Gefügestand, und damit von der durchgeführten Wärmebehandlung abhängen. Zwei Verformungsmechanismen der  $\beta$  - Phase (Versetzungsgleitung und martensitische Phasenumwandlung) treten im untersuchten Werkstoff auf. Tragen beide zur Akkomodation der aufgebrachten Verformung bei, so werden gute Duktilitätswerte bei gleichzeitig guter Festigkeit beobachtet. Ist die Versetzungsgleitung hingegen der einzige Verformungsmechanismus, so führt dies zu einer deutlichen Steigerung der Festigkeit der Legierung und einer damit einhergehenden Duktilitätsabnahme. Der auf Gefügeänderungen sehr sensibel reagierende Verformungsmechanismus ist die martensitische Phasenumwandlung. Diese wird nur in Gefügen beobachtet, die entweder bei Raumtemperatur zu 100 % aus  $\beta$  - Phase bestehen oder in zweiphasigen Gefügen, bei denen der Phasenanteil an  $\alpha$  - Phase eine bestimmte Quantität nicht übersteigt. Wichtigste Gefügeparameter für die Initiierung der Martensitbildung sind die durch ihre chemische Zusammensetzung bedingte mechanische Stabilität der  $\beta$  - Phase, welche möglichst niedrig sein sollte, sowie die Größe der Körner bzw. der Domänen dieser Phase, welche möglichst groß sein sollte.

Der größte Anteil an verformungsinduzierter Martensitbildung wird in einem Gefüge beobachtet, welches zu 100 % aus  $\beta$  - Phase besteht. In zweiphasigen Gefügen tritt diese auf, wenn die Legierung 20 bis 30° unterhalb der  $\beta$  - Umwandlungstemperatur lösungsgeglüht wurde. In diesen Fällen wurden  $\beta$  - Domänengrößen im Bereich von 4  $\mu\text{m}$  erhalten. Bei niedrigeren Glühtemperaturen oder anschließender Alterung kann kein verformungsinduzierter Martensit detektiert werden.

Als Parameter, welcher als Kriterium für die Aktivierung der Martensitbildung herangezogen werden kann, ist nur die Korn- bzw. Domänengröße der  $\beta$  - Phase einer direkten Bestimmung zugänglich.

Zwei unterschiedliche Gleitsysteme konnten in der  $\beta$  - Phase im TEM bestimmt werden -  $\{110\}\langle 111\rangle$  und  $\{112\}\langle 111\rangle$ . Aufgrund der niedrigen Gesamtanzahl bestimmter Gleitsysteme sowie einer identischen Anzahl von Versetzungen jedes dieser Gleitsysteme ist eine Abschätzung des Beitrages eines jeden Gleitsystemes

an der Akkomodation der aufgebrauchten Gesamtverformung nicht möglich. Hierzu wären weiterführende Untersuchungen zur Ermittlung einer statistisch repräsentativen Anzahl von Gleitsystemen wünschenswert, welche Aufschluß über den Beitrag eines jeden Gleitsystemes an der Gesamtverformungsakkomodation geben könnten. Die experimentelle Bestimmung der Habitusebene zwischen dem verformungsinduzierten  $\alpha''$  - Martensit und der  $\beta$  - Phase ergab Ebenen nahe des Typs {234}. Eine Berechnung dieser Habitusebenen unter Verwendung einer vereinfachten Phenomenologischen Theorie führte auf Ebenen nahe {322}, welche nicht mit den experimentellen Beobachtungen übereinstimmen. Wird hingegen die vollständige Phenomenologische Theorie unter Einführung des orthorhombischen Gleitsystems (010)[101] zur Verzerrungskompensation der Habitusebene angewandt, so ergeben die beiden Lösungen Ebenen nahe {234}. Eine Berechnung der Habitusebene unter der Annahme, daß die Verzerrungskompensation der Habitusebene durch Zwillingsbildung unter Aktivierung des orthorhombischen (111) - Zwillingsystemes erfolgt, ergab schließlich zwei Habitusebenen nahe {334}.

Eine Bestätigung der {234} - Habitusebene scheint eine weitere Untersuchung zu liefern, in deren Verlauf die Position von beobachteten Martensitplättchen eines Kornes mit denen der 24 symmetrisch möglichen Martensitvarianten in diesem Korn verglichen wurden, welche für eine Habitusebene aus der Phenomenologischen Theorie unter Einführung obigen Gleitsystemes berechnet wurden. Dabei konnte in vielen Fällen eine gute Übereinstimmung zwischen Beobachtung und Berechnung gefunden werden.

Generell ist anzumerken, daß die in der vorliegenden Arbeit erhaltenen Ergebnisse nicht ohne Weiteres verallgemeinerbar sind. Dies gilt insbesondere für die Einstellung der verschiedenen Gefügestände durch die unterschiedlichen durchgeführten Wärmebehandlungen, da die Intensität der Gefügeänderungen während einer derartigen Wärmebehandlung stark von der Vorbehandlung des Werkstoffes (Erschmelzungsbedingungen der Legierung, Warmwalzregime des Halbzeugs etc.) abhängt. Es erscheint daher lohnenswert, den Einfluß dieser Parameter auf das nach einer anschließenden Wärmebehandlung ausgebildete Gefüge zu untersuchen. Von besonderem Interesse könnten dabei vor allem die Warmwalzparameter des Halbzeugs, wie Walztemperatur, Anzahl der Walzstiche oder die Blechdickenabnahme pro Walzstich sein.

Desweiteren haben die Untersuchungen gezeigt, daß eine Überführung von im Labormaßstab gewonnenen Ergebnissen in den industriellen Fertigungsprozeß häufig eine Reihe von Problemen bereitet. Es wäre daher wünschenswert Untersuchungen durchzuführen, im Rahmen derer Aussagen darüber gewonnen werden, unter welchen industriellen Bedingungen dem Labormaßstab gleiche Gefüge und damit letztlich gleiche mechanische Eigenschaften an der untersuchten Legierung erhalten werden können.

## A Liste de pics de diffraction

Phase	Reflex	$2\Theta / ^\circ$ (Cu- $k_\alpha$ )	d / nm	$2\Theta / ^\circ$ (Fe- $k_\alpha$ )
$\alpha$ (hcp) a=0,295 nm c=0,468 nm	(10.0)	35,119	0,2555	44,559
	(00.2)	38,467	0,234	48,908
	(10.1)	40,219	0,2242	51,967
	(10.2)	53,053	0,1726	68,281
	(11.0)	63,015	0,1475	82,102
	(10.3)	70,782	0,1331	93,401
$\beta$ (bcc) a=0,324 nm	(110)	39,324	0,2291	50,025
	(200)	56,827	0,162	73,446
	(211)	71,337	0,1322	91,233
$\alpha''$ (orthorh.) a=0,301 nm b=0,491 nm c=0,463 nm	(110)	34,964	0,2566	44,358
	(020)	36,600	0,2455	46,479
	(002)	38,899	0,2315	49,472
	(111)	40,182	0,2244	51,148
	(021)	41,635	0,2169	53,052
	(112)	53,286	0,1719	68,598
	(022)	54,487	0,1684	70,230
	(200)	61,623	0,1505	80,127
	(130)	64,834	0,1438	81,695
	(113)	71,278	0,1323	91,139
(023)	72,351	0,1306	95,755	
$\omega$ (hcp) a=0,4607 nm c=0,2821 nm	(10.1)	39,110	0,2303	49,747
	(00.2)	66,229	0,1411	86,710
	(10.2)	70,843	0,1330	93,493

Tableau 36: Les valeurs de  $2\Theta$  et de d pour des phases différentes dans l'alliage de titane  $\beta$ -Cez

## B Calcul des plans d'accolement expérimentaux

La figure 107 montre les deux traces  $T_1$  et  $T_2$  dans platelet martensitique dans un grain observables sur deux surfaces perpendiculaires dans un repère macroscopique  $K_A$  (voir aussi la figure 97 page 99).

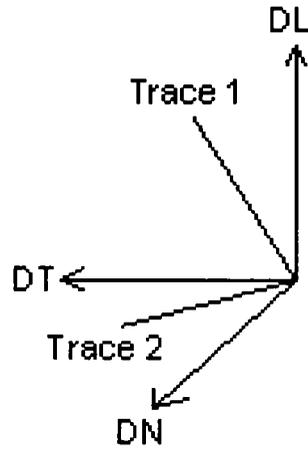


Figure 107: Les deux traces d'un platelet martensitique observable sur deux surfaces perpendiculaires d'un échantillon dans le repère macroscopique de l'échantillon

Les deux traces définissent alors deux vecteurs  $\vec{V}_1$  et  $\vec{V}_2$  avec les coordonnées suivantes:

$$\vec{V}_1 = \begin{pmatrix} \cos \alpha \\ \sin \alpha \\ 0 \end{pmatrix}, \quad \vec{V}_2 = \begin{pmatrix} 0 \\ \sin \beta \\ \cos \beta \end{pmatrix} \quad (2.1)$$

Ces deux vecteurs déterminent alors un plan dans le repère  $K_A$ , dont la normale de ce plan  $\vec{N}_{K_A}$  est égale à:

$$\vec{N}_{K_A} = \frac{\vec{V}_1 \wedge \vec{V}_2}{\|\vec{V}_1 \cdot \vec{V}_2\|} = \begin{pmatrix} \frac{\sin \alpha \cdot \cos \beta}{\sin \alpha \cdot \sin \beta} \\ -\frac{\cos \alpha \cdot \cos \beta}{\sin \alpha \cdot \sin \beta} \\ \frac{\cos \alpha \cdot \sin \beta}{\sin \alpha \cdot \sin \beta} \end{pmatrix} \quad (2.2)$$

Pour déterminer les coordonnées de cette normale dans le repère cristallin liée à chacun de grains, qu'on va appeler par la suite  $K_B$ , il faut tenir compte de matrices de rotation  $M(g)$  qui mènent un repère dans l'autre et qui sont obtenues par des mesures des orientations individuelles de grains par EBSD. La relation générale est la suivante:

$$\vec{N}_{K_A} = M(g) \cdot \vec{N}_{K_B} M(g)^{-1} \quad (2.3)$$

Pour obtenir  $\vec{N}_{K_B}$  on en déduit alors:

$$\vec{N}_{K_B} = M(g)^{-1} \cdot \vec{N}_{K_A} M(g) \quad (2.4)$$

## Bibliographie

- [1] BANIA, P. J.,  
*Beta titanium alloys and their role in the titanium industry*, Beta titanium alloys, eds. A. Vassel, D. Eylon, Y. Combres, Editions de la revue de métallurgie (1994), 7 - 19
- [2] PHILIPPE, M.-J.,  
*Deformation mechanisms and mechanical properties in a  $\alpha$ ,  $\alpha + \beta$  and  $\beta$  titanium alloys. A review*, Proceedings of the 8<sup>th</sup> world conference on titanium, eds. P. A. Blenkinsop, W. J. Evans, H. M. Flower (1995), 956 - 963
- [3] HANADA, S., O. IZUMI,  
*Correlation of tensile properties, deformation modes and phase stability in commercial  $\beta$  phase titanium alloys*, Metall. Trans. **18A** (1987), 265 - 271
- [4] FLOWER, H. M.,  
*The plastic deformation of metastable  $\beta$  titanium alloys*, Proceedings of the 5<sup>th</sup> world conference on titanium, eds. G. Lütjering, U. Zwicker, W. Bunk (1984), 1651 - 1658
- [5] KOBAYASHI, T., M. NIINOMI, I. INAGAKI,  
*Toughening of typical ( $\alpha + \beta$ ) and  $\beta$  type titanium alloys by grain coarsening and strain induced transformation*, Proceedings of the 6<sup>th</sup> world conference on titanium, eds. P. Lacombe, R. Tricot, G. Béranger (1988), 1595 - 1600
- [6] RACK, H. J.,  
*Strength / fracture toughness relationships in aged Ti - 3Al - 8V - 6Cr - 4Mo - 4Zr*, Proceedings of the 4<sup>th</sup> world conference on titanium, eds. H. Kimura, O. Izumi (1980), 1627 - 1635
- [7] NIINOMI, M., T. KOBAYASHI, I. INAGAKI, A. W. THOMPSON,  
*The effect of deformation - induced transformation on fracture toughness of commercial titanium alloys*, Metall. Trans. **21A** (1990), 1733 - 1744
- [8] NICOTRA - BARBE, A. M.,  
*Transformations de phases et mécanismes de déformation dans les alliages de titane bêta*, thèse, Université de Metz (1996)
- [9] ROUBAUD, C., T. GROSDIDIER, M.-J. PHILIPPE, Y. COMBRES,  
*Improvement of the  $\beta$ -Cez alloy mechanical properties by thermomechanical treatments*, Proceedings of the 8<sup>th</sup> world conference on titanium, eds. P. A. Blenkinsop, W. J. Evans, H. M. Flower (1995), 996 - 1003

- [10] GROS DIDIER, T., C. ROUBAUD, M.-J. PHILIPPE, Y. COMBRES,  
 *$\beta$ -rich microstructure influence on the deformation mechanisms and cold-formability of the  $\beta$ -Cez alloy*, Proceedings of the 8<sup>th</sup> world conference on titanium, eds. P. A. Blenkinsop, W. J. Evans, H. M. Flower (1995), 837 - 842
- [11] Combres Y., B. CHAMPIN,  
 *$\beta$  - Cez properties*, Beta titanium alloys in the 1990's, eds. D. Eylon, R. R. Boyer, D. A. Koss, TMS Publications (1993), 477 - 483
- [12] GÉLAS, B., M. ARMAND, L. SÉRAPHIN, R. TRICOT,  
*Titane et alliages de titane*, Techniques de l'ingenieur **M557** (1976), 13 - 22
- [13] BANIA, P. J.,  
*Beta titanium alloys and their role in the titanium industry*, Beta titanium alloys in the 1990's, eds. D. Eylon, R. R. Boyer, D. A. Koss, TMS Publications (1993), 3 - 14
- [14] EYLON, D.,  
*A review of beta titanium alloys*, Beta titanium alloys, eds. A. Vassel, D. Eylon, Y. Combres, Editions de la revue de métallurgie (1994), 75 - 82
- [15] DONACHIE, JR., M. J.,  
*Titanium - a technical guide*, ASM International (1989)
- [16] TERLINDE, G., G. FISCHER,  
*Beta titanium alloys*, Proceedings of the 7<sup>th</sup> world conference on titanium, eds. F. H. Froes, I. L. Caplan (1992), 721 - 728
- [17] FROES, F. H., H. B. BOMBERGER,  
*The beta titanium alloys*, Journal of metals **7** (1985), 28 - 37
- [18] BLENKINSOP, P. A.,  
*Titanium alloys. Advances in alloys, processes, products and applications*, Journal de physique IV, colloque 7 **3** (1993), 161 - 169
- [19] MC QUILLAN, M. K., *Phase transformations in titanium and its alloys*, Metallurgical reviews **8** (1963), 41 - 104
- [20] POLKIN, I. S., S. G. GLAZUNOV, A. A. ILYN,  
*Theory of alloys and phase transitions*, Proceedings of the 7<sup>th</sup> world conference on titanium, eds. F. H. Froes, I. L. Caplan (1992), 547 - 561
- [21] MURAKAMI, Y., O. IZUMI, T. NISHIMURA,  
*Phase transformation and heat treatment in Ti alloys*, Titanium, Science and Technology, DGM - Verlag (1985), 1403 - 1422

- [22] BURGERS, W. G.,  
*The process of transition of the cubic body - centered modification into the hexagonal close - packed modification of zirconium*, Metallwirtschaft **13** (1934), 785 - 791
- [23] NEWKIRK, J. B., A. H. GEISLER,  
*Crystallographic aspects of the beta to alpha transformation in titanium*, Acta Met. **1** (1953), 310 - 374
- [24] MCHARGUE, C. J.,  
*The crystallography of the titanium transformation*, Acta Cryst. **6** (1953), 529 - 530
- [25] WISKEL, S. J., W. V. YOUDELIS, J. G. PARR,  
 $\alpha \rightarrow \beta$  transformation in titanium, Trans. AIME **215** (1959), 875 - 877
- [26] RHODES, C. G., N. E. PATON,  
*The influence of microstructure on mechanical properties in Ti - 3Al - 8V - 6Cr - 4Mo - 4Zr (Beta-C)*, Metall. Trans. **8A** (1977), 1749 - 1761
- [27] RHODES, C. G., J. C. WILLIAMS,  
*The precipitation of  $\alpha$  - phase in metastable  $\beta$  - phase Ti alloys*, Metall. Trans. **6A** (1975), 2103 - 2114
- [28] HANADA, S., O. IZUMI,  
*The decomposition of metastable  $\beta$  - phase titanium alloys*, Trans. Jap. Inst. Met. **21** (1980), 201 - 210
- [29] BÉCHET, J., S. BEIN,  
*Precipitation mechanisms in metastable beta titanium alloys*, Beta titanium alloys, eds. A. Vassel, D. Eylon, Y. Combres, Editions de la revue de métallurgie (1994), 83 - 91
- [30] BEIN, S., J. BÉCHET,  
*Phase transformation kinetics and mechanisms in titanium alloys Ti - 6.2.4.6,  $\beta$  - Cez and Ti - 10.2.3*, Journal de physique IV, colloque C1 **6** (1996), 99 - 108
- [31] SANGUINETTI, R., E. GAUTIER,  
*Alpha phase morphology and associated phase transformation sequences during thermal treatment of beta and alpha / beta titanium alloys*, Beta titanium alloys, eds. A. Vassel, D. Eylon, Y. Combres, Editions de la revue de métallurgie (1994), 93 - 107

- [32] DUERIG, T. W., J. C. WILLIAMS,  
*Overview: microstructure and properties of beta titanium alloys*, Beta titanium alloys in the 1980's, eds. R. R. Boyer, H. W. Rosenberg, TMS Publications (1983), 19 - 67
- [33] BÉCHET, J., C. ANGELIER, B. CORMIER, O. LACAGNE, M. LHERMITTE,  
*Phase transformations in near  $\beta$  - Ti alloy: microstructure and mechanical properties*, Proceedings of the 7<sup>th</sup> world conference on titanium, eds. F. H. Froes, I. L. Caplan (1992), 643 - 650
- [34] HENRI, A., A. VASSEL,  
*Structural stability of  $\beta$  - Cez alloy*, Proceedings of the 7<sup>th</sup> world conference on titanium, eds. F. H. Froes, I. L. Caplan (1992), 97 - 103
- [35] POLKIN, I. S., B. A. KOLACHEV,  
*Phase transformation, thermal and thermomechanical processing of titanium alloys*, Proceedings of the 6<sup>th</sup> world conference on titanium, eds. P. Lacombe, R. Tricot, G. Béranger (1988), 1481 - 1487
- [36] MEKIDECHE, A., J. DEBUIGNE, M. MATECKI, D. ANSEL, B. JOUNEL,  
*microstructural transformations in the  $\beta$  - Cez alloy*, Proceedings of the 8<sup>th</sup> world conference on titanium, eds. P. A. Blenkinsop, W. J. Evans, H. M. Flower (1995), 2338 - 2344
- [37] COMBRES, Y., J. BÉCHET, A. VASSEL,  
*Precipitation mechanisms and subsequent hardening kinetics in the  $\beta$  - Cez alloy*, Journal de physique IV, colloque C7 **3** (1993), 171 - 176
- [38] ANGELIER, C., S. BEIN, J. BÉCHET,  
*Building a continuous cooling transformation diagram of  $\beta$  - Cez alloy by metallography and electrical resistivity measurements*, Metall. Trans. **28A** (1997), 2467 - 2475
- [39] MURAKAMI, Y., K. NAKAO, Y. YASUDA, N. TOKUSHIGE,  
*Phase transformation and heat treatments of Ti - 15Mo - 5Zr - 3Al*, Titanium, Science and Technology, DGM - Verlag (1985), 1543 - 1550
- [40] FUJII, H., H. G. SUZUKI,  
*New concept on the  $\beta$  to  $\alpha$  phase transformation in titanium alloys*, Proceedings of the 6<sup>th</sup> world conference on titanium, eds. P. Lacombe, R. Tricot, G. Béranger (1988), 1489 - 1494
- [41] WURZWALLNER, K., G. LÜTJERING, H. PUSCHNIK, R.R. BOYER,  
*Microstructure and mechanical properties of  $\beta$  - Cez*, Beta titanium alloys,

- eds. A. Vassel, D. Eylon, Y. Combres, Editions de la revue de métallurgie (1994), 135 - 142
- [42] GAUTIER, E., D. DELANNOY,  
*Effect of thermomechanical treatments on the  $\beta \rightarrow \alpha$  transformation of the  $\beta$  - Cez alloy*, Beta titanium alloys, eds. A. Vassel, D. Eylon, Y. Combres, Editions de la revue de métallurgie (1994), 49 - 57
- [43] MENON, E. S. K., H. I. AARONSON,  
*Black plate formation in Ti - X alloys*, Acta met. **34** (1986), 1963 - 1973
- [44] MURAKAMI, Y.,  
*Phase transformation and heat treatment - critical review*, Proceedings of the 4<sup>th</sup> world conference on titanium, eds. H. Kimura, O. Izumi (1980), 153 - 167
- [45] WILLIAMS, J. C.,  
*Kinetics and phase transformations - critical review*, Proceedings on the 2<sup>th</sup> world conference on titanium (1972), 1433 - 1494
- [46] DUERIG, T. W., J. ALBRECHT, D. RICHTER, P. FISCHER,  
*Formation and reversion of stress induced martensite in Ti - 10V - 2Fe - 3Al*, Acta met. **30** (1982), 2161 - 2172
- [47] DAVIS, R., H. M. FLOWER, D. R. F. WEST,  
*The decomposition of Ti - Mo alloy martensites by nucleation and growth and spinodal mechanisms*, Acta met. **27** (1979), 1041 - 1052
- [48] IVASISHIN, O. M., N. S. KOSENKO,  
*On the nature of orthorhombic symmetry of martensite*, Proceedings of the 7<sup>th</sup> world conference on titanium, eds. F. H. Froes, I. L. Caplan (1992), 721 - 728
- [49] KAJIWARA, S.,  
*Roles of dislocations and grain boundaries in martensite nucleation*, Metall. Trans. **17A** (1986), 1693 - 1702
- [50] DUERIG, T. W., R. M. MIDDLETON, G. T. TERLINDE, J. C. WILLIAMS,  
*Stress assisted transformation in Ti - 10V - 2Fe - 3Al*, Proceedings of the 4<sup>th</sup> world conference on titanium, eds. H. Kimura, O. Izumi (1980), 1503 - 1508
- [51] Pionnier, D.,  
*Etude de la transformation de phases  $\beta \rightarrow \alpha''$  induite sous contrainte dans l'alliage de titane  $\beta$  - Cez*, thèse, Université de Metz (1997)

- [52] DUERIG, T. W., D. F. RICHTER, J. ALBRECHT,  
*Shape memory in Ti - 10V - 2Fe - 3Al*, Scripta Met. **16** (1982), 957 - 961
- [53] KOLLEROV, M. Y., A. A. ILYN, D. Y. MAKARENKO, M. Y. BRUN,  
*Martensitic transformations and shape memory effect in titanium alloys*, Proceedings of the 8<sup>th</sup> world conference on titanium, eds. P. A. Blenkinsop, W. J. Evans, H. M. Flower (1995), 2571 - 2578
- [54] NWOBU, A. I. P., H. M. FLOWER, D. R. F. WEST,  
*Decomposition of stress - induced and deformed orthorhombic  $\alpha''$  - martensite in near  $\beta$  - Ti alloys*, Proceedings of the 6<sup>th</sup> world conference on titanium, eds. P. Lacombe, R. Tricot, G. Béranger (1988), 1583 - 1588
- [55] YOUNG, M., E. LEVINE, H. MARGOLIN,  
*The aging behavior of orthorhombic martensite in Ti - 6 - 2 - 4 - 6*, Metall. Trans. **5A** (1974), 1891 - 1898
- [56] FROST, P. D., W. M. PARRIS, L. L. HIRSCH, J. R. DOING, C. M. SCHWARTZ,  
*Isothermal transformation of titanium - chromium alloys*, Trans. ASM **46** (1954), 231 - 256
- [57] SILCOCK, J. M.,  
*An x - ray examination of the  $\omega$  phase in TiV, TiMo and TiCr alloys*, Acta Met. **6** (1958), 481 - 493
- [58] COOK, H. E.,  
*On first - order structural phase transitions - II. the omega transformation in Zr - Nb alloys*, Acta Met. **23** (1975), 1044 - 1054
- [59] SASS, S. L.,  
*On the plotting of electron diffraction patterns from single crystals containing oriented second phases*, Trans. AIME **245** (1969), 1836 - 1838
- [60] HICKMAN, B. S.,  
*Omega phase precipitation in alloys of titanium with transition metals*, Trans. AIME **245** (1969), 1329 - 1336
- [61] BYWATER, K. A., J. C. CHRISTIAN,  
*Precipitation reactions in titanium - tantalum alloys*, Phil. Mag. **25** (1972), 1275 - 1289
- [62] VOHRA, T. K.,  
*Electronic basis for omega phase stability in group IV transition metals and alloys*, Acta Met. **27** (1979), 1671 - 1675

- [63] HIDA, M., E. SUKEDAI, C. HENMI, K. SAKAUE, H. TERAUCHI,  
*Stress induced products and ductility due to lattice instability of  $\beta$  phase single crystal of Ti - Mo alloys*, Acta Met. **30** (1982), 1471 - 1479
- [64] KOUL, M. K., J. F. BREEDIS,  
*Phase transformations in beta isomorphous titanium alloys*, Acta met. **18** (1970), 579 - 588
- [65] SIKKA, S. K., Y. K. VOHRA, R. CHIDAMBARAM,  
*Omega phase in materials*, Prog. Mat. Sci. **27** (1982), 245 - 310
- [66] KUAN, T. S., R. R. AHRENS, S. L. SASS,  
*The stress - induced omega phase transformation in Ti - V alloys*, Metall. Trans. **6A** (1975), 1767 - 1774
- [67] DE FONTAINE, D., N. E. PATON, J. C. WILLIAMS,  
*The omega phase transformation in titanium alloys as an exemple of displacement controlled reactions*, Acta Met. **19** (1971), 1153 - 1162
- [68] SASS, S. L.,  
*The  $\omega$  phase in a Zr - 25 at% Ti alloy*, Acta Met. **17** (1969), 813 - 820
- [69] DE FONTAINE, D.,  
*Simple models for the omega phase transformation*, Metall. Trans. **19A** (1988), 169 - 175
- [70] WILLIAMS, J. C., M. J. BLACKBURN,  
*The influence of misfit on the morphology and stability of the omega phase in titanium - transition metal alloys*, Trans. AIME **245** (1969), 2352 - 2355
- [71] WILLIAMS, J. C., B. S. HICKMAN, H. L. MARCUS,  
*The effect of omega phase on the mechanical properties of titanium alloys*, Metall. Trans. **2** (1971), 1913 - 1919
- [72] ZWICKER, U.,  
*Titan und Titanlegierungen*, Springer-Verlag Berlin, Heidelberg, New York (1974)
- [73] PARTRIDGE, P. G.,  
*The crystallography and deformation modes of hexagonal close - packed metals*, Metallurgical reviews **118** (1968), 169 - 193
- [74] ADDA, Y., J. M. DUPOUY, J. PHILIBERT, Y. QUERE,  
*Déformation plastique*, Eléments de métallurgie physique **5** INSTN CEA (1985), 1313 - 1339

- [75] SCHATT, W.,  
*Einführung in die Werkstoffwissenschaft*, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig (1991)
- [76] KLASSEN - NEKLYUDOVA, M. V.,  
*Mechanical twinning of crystals*, Consultants Bureau, New York (1964)
- [77] YOO, M. H., J. K. LEE,  
*Deformation twinning in h.c.p. metals and alloys*, Phil. Mag. A **63** (1991), 987 - 1000
- [78] BLACKBURN, M. J., J. C. WILLIAMS,  
*Phase transformations in Ti - Mo and Ti - V alloys*, Trans. AIME **242** (1968), 2461 - 2469
- [79] GUIBERT, J. Ph., C. SERVANT,  
*Deformation mechanisms in a  $\beta_m$  alloy*, Proceedings of the 8<sup>th</sup> world conference on titanium, eds. P. A. Blenkinsop, W. J. Evans, H. M. Flower (1995), 972 - 979
- [80] GUIBERT, J.-P.,  
*Etude des mécanismes de déformation d' un alliage de titane  $\beta$  métastable*, thèse, Université Paris XI Orsay (1995)
- [81] YELKINA, O. A., R. M. LERNIMAN,  
*Structural variations during the deformation and ageing of a metastable  $\beta$  titanium alloy of Ti - Mo*, Phys. Met. Metall. **45** (1979), 78 - 83
- [82] HANADA, S., O. IZUMI,  
*Transmission electron microscopic observations of mechanical twinning in metastable beta titanium alloys*, Metall. Trans. **17A** (1986), 1409 - 1420
- [83] HANADA, S., T. YOSHIO, K. NISHIMURA, O. IZUMI,  
*Tensile properties and plastic deformation modes in  $\beta$  - phase titanium alloys*, Proceedings of the 6<sup>th</sup> world conference on titanium, eds. P. Lacombe, R. Tricot, G. Béranger (1988), 105 - 110
- [84] OKA, M., Y. TANIGUCHI,  
*Crystallographic of stress - induced products in metastable beta Ti - Mo alloys*, Proceedings of the 4<sup>th</sup> world conference on titanium, eds. H. Kimura, O. Izumi (1980), 709 - 715
- [85] NWOBUI, A. I. P., H. M. FLOWER, D. R. F. WEST,  
*Structure / property relationships in near beta Ti - V - Fe - Al based alloys*,

- Proceedings of the 7<sup>th</sup> world conference on titanium, eds. F. H. Froes, I. L. Caplan (1992), 531 - 538
- [86] ISHIYAMA, S., S. HANADA, O. IZUMI,  
*Effect of Zr, Sn and Al additions on deformation mode and beta phase stability of metastable beta Ti alloys*, ISIJ International **31** (1991), 807 - 813
- [87] OKA, M., Y. TANIGUCHI,  
*{322} deformation twins in a Ti - 15,5 pct V alloy*, Metall. Trans. **10A** (1979), 651 - 653
- [88] HANADA, S., A. TAKEMURA, O. IZUMI,  
*The mode of plastic deformation of  $\beta$  Ti - V alloys*, Trans. Jap. Inst. Met. **23** (1982), 507 - 517
- [89] WILLIAMS, J. C., B. S. HICKMAN, D. H. LESLIE,  
*The effect of ternary additions on the decomposition of metastable beta - phase titanium alloys*, Metall. Trans. **2** (1971), 477 - 484
- [90] NICOTRA - BARBE, A. M., M.-J. PHILIPPE,  
*Strain mechanisms and mechanical properties of various  $\beta$  phase titanium alloys*, Beta titanium alloys, eds. A. Vassel, D. Eylon, Y. Combres, Editions de la revue de métallurgie (1994), 189 - 196
- [91] MORINAGA, M., M. KATO, T. KAMIMURA, M. FUKUMOTO, I. HARADA, K. KUBO,  
*Theoretical design of  $\beta$  - type titanium alloys*, Proceedings of the 7<sup>th</sup> world conference on titanium, eds. F. H. Froes, I. L. Caplan (1992), 217 - 224
- [92] WILLIAMS, D. N., R. A. WOOD, E. S. BARTLETT,  
*Effect of composition on the properties of strain - transformable  $\beta$  titanium alloys*, Metall. Trans. **3** (1972), 1529 - 1536
- [93] FEENEY, J. A., M. J. BLACKBURN,  
*Effect of microstructure on the strength, toughness and stress - corrosion cracking susceptibility of a metastable beta titanium alloy (Ti - 11,5Mo - 6Zr - 4,5Sn)*, Metall. Trans. **1** (1970), 3309 - 3323
- [94] BOYER, R. R., J. H. HALL,  
*Microstructure - property relationships in titanium alloys (critical review)*, Proceedings of the 7<sup>th</sup> world conference on titanium, eds. F. H. Froes, I. L. Caplan (1992), 77 - 88

- [95] BOYER, R. R., G. W. KUHLMAN,  
*Processing properties relationships of Ti - 10V - 2Fe - 3Al*, Metall. Trans. **18A** (1987), 2095 - 2103
- [96] FROES, F. H., C. F. YOLTON, J. M. CAPENOS, M. G. H. WELLS, J. C. WILLIAMS,  
*The relationship between microstructure and age hardening response in the metastable beta titanium alloy Ti - 11,5Mo - 6Zr - 4,5Sn (Beta III)*, Metall. Trans. **11A** (1980), 21 - 31
- [97] TERLINDE, G., H.-J. RATHJEN, K.-H. SCHWALBE,  
*Microstructure and fracture toughness of the aged  $\beta$ -Ti alloy Ti - 10V - 2Fe - 3Al*, Metall. Trans. **19A** (1988), 1037 - 1049
- [98] MORA, L., C. QUESNE, R. PENELLE,  
*Influence of prior  $\beta$  grain size on the creep behavior of  $\beta$ -Cez alloy*, Proceedings of the 8<sup>th</sup> world conference on titanium, eds. P. A. Blenkinsop, W. J. Evans, H. M. Flower (1995), 1091 - 1098
- [99] FLOWER, H. M., A. I. P NWOBU, D. R. F. WEST,  
*Age hardening reaction in transage 129 and 134*, Titanium, Science and Technology, DGM - Verlag (1985), 1567 - 1574
- [100] DUERIG, T. W., G. T. TERLINDE, J. C. WILLIAMS,  
*Phase transformations and tensile properties of Ti - 10V - 2Fe - 3Al*, Metall. Trans. **11A** (1980), 1987 - 1998
- [101] COMBRES, C., G. DUMAS, A.-M. CHAZE, B. CHAMPIN,  
*Deformation and fracture mechanisms in the  $\beta$  metastable  $\beta$ -Cez alloy*, Proceedings of the 7<sup>th</sup> world conference on titanium, eds. F. H. Froes, I. L. Caplan (1992), 105 - 112
- [102] BRESLAUER, E., A. ROSEN,  
*Relationship between microstructure and mechanical properties in metastable  $\beta$  titanium 15 - 3 alloy*, Mat. Sci. Tech. **7** (1991), 441 - 446
- [103] TERLINDE, G. T., T. W. DUERIG, J. C. WILLIAMS,  
*Microstructure, tensile deformation and fracture in aged Ti - 10V - 2Fe - 3Al*, Metall. Trans. **14A** (1983), 2101 - 2115
- [104] TERLINDE, G., G. FISCHER,  
*Beta titanium alloys*, Proceedings of the 8<sup>th</sup> world conference on titanium, eds. P. A. Blenkinsop, W. J. Evans, H. M. Flower (1995), 2177 - 2194

- [105] PETERS, J. O., G. LÜTJERING, M. KOREN, H. PUSCHNIK, R. R. BOYER, *Processing, microstructure and properties of  $\beta$ -Cez*, Proceedings of the 8<sup>th</sup> world conference on titanium, eds. P. A. Blenkinsop, W. J. Evans, H. M. Flower (1995), 1403 - 1410
- [106] KAWABE, Y., S. MUNEKI, *Strengthening and toughening of titanium alloys*, ISIJ International **31** (1991), 785 - 791
- [107] KAWABE, Y., S. MUNEKI, *Strengthening capability of beta titanium alloys*, Beta titanium alloys in the 1990's, eds. D. Eylon, R. R. Boyer, D. A. Koss, TMS Publications (1993), 187 - 197
- [108] CHAIT, R., *Factors affecting the tensile ductility of a metastable beta titanium alloy*, Metall. Trans. **6A** (1975), 2301 - 2303
- [109] GRANDEMANGE, D., Y. COMBRES, D. EYLON, *Effect of the morphology of the primary alpha phase on the mechanical properties of beta-cez alloy*, Beta titanium alloys in the 1990's, eds. D. Eylon, R. R. Boyer, D. A. Koss, TMS Publications (1993), 227 - 235
- [110] CHESNUTT, J. C., F. H. FROES, *Effect of  $\alpha$  - phase morphology and distribution on the tensile ductility of a metastable beta titanium alloy*, Metall. Trans. **8A** (1977), 1013 - 1017
- [111] BOWEN, A. W., *On the strengthening of a metastable  $\beta$  - titanium alloy by  $\omega$  - and  $\alpha$  - precipitation*, Proceedings of the 4<sup>th</sup> world conference on titanium, eds. H. Kimura, O. Izumi (1980), 1317 - 1326
- [112] FISCHMEISTER, H., B. KARLSSON, *Plastizitätseigenschaften grob zweiphasiger Werkstoffe*, Z. Metallkunde **68** (1977), 311 - 327
- [113] COMBRES, Y., B. CHAMPIN, *Processing, properties and applications of the  $\beta$  - Cez alloy*, Beta titanium alloys in the 1990's, eds. D. Eylon, R. R. Boyer, D. A. Koss, TMS Publications (1993), 27 - 38
- [114] PRANDI, B., E. ALHERITIERE, F. SCHWARTZ, M. THOMAS,  *$\beta$  - Cez, a high performance titanium alloy for aerospace engines*, Proceedings of the 6<sup>th</sup> world conference on titanium, eds. P. Lacombe, R. Tricot, G. Béranger (1988), 811 - 818

- [115] HUNGER, H. - J.,  
*Ausgewählte Untersuchungsverfahren in der Metallkunde*, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig (1983)
- [116] MURR, L. E.,  
*Electron and ion microscopy and microanalysis - principles and applications*, M. Dekker Inc., New York, Basel (1982)
- [117] AEBERHARD, M.,  
*Glimmentladungsspektroskopie (GDOES)*, Schichtwerkstoffe, Metallographie und Analytik an Fallbeispielen, Thun / Suisse (1995) 1 - 8
- [118] VETTERS, H., T. HIRSCH, H. R. STOCK, P. MAYR,  
*Dünne Hartstoffschichten prüfen*, Metalloberfläche **47** (1993), 294 - 301
- [119] IVES, M., D. B. LEWIS, C. LEHMBERG,  
*Depth profile analysis of multilayer Ni - Fe alloy coatings by glow discharge optical emission spectroscopy (GDOES) and energy dispersive x - ray (EDX) linescan - a comparative study*, Surface and Interface analysis **25** (1997), 191 - 201
- [120] NEFF, H.,  
*Grundlagen und Anwendung der Röntgen - Feinstruktur - Analyse*, R. Oldenburg, München (1962)
- [121] OETTEL, H.,  
*Struktur- und Gefügeanalyse metallischer Werkstoffe*, 5. Lehrbrief Anwendung von Vielkristalluntersuchungen, TU Bergakademie Freiberg (1991)
- [122] SCHWARZER, R. A.,  
*The determination of local texture by electron diffraction - a tutorial review*, Textures and Microstructures **20** (1993), 7 - 27
- [123] ENGLER, O., G. GOTTSTEIN,  
*A new approach in texture research: local orientation determination with EB-SP*, steel research **63** (1992), 413 - 418
- [124] ZAEFFERER, S.,  
*Entwicklung und Anwendung eines elektronenmikroskopischen on-line Verfahrens zur Bestimmung von Verformungssystemen in hexagonalen Werkstoffen*, Dissertation, TU Clausthal (1995)
- [125] HENRY, A.,  
*Relations microstructures - propriétés d'emploi dans l'alliage de titane  $\beta$ -Cez*, thèse, Université de Paris VII (1993)

- [126] RHINES, F. N.,  
*Microstructurology, behavior and microstructure of materials*, DR. Riederer - Verlag, Stuttgart (1986)
- [127] EDINGTON, J. W.,  
*Practical electron microscopy in materials science 1-4*, eds. Macmillan Press Ltd. (1976)
- [128] WALLACE, T. A., R. K. BIRD, K. E. WIEDEMANN,  
*The effect of oxidation on the mechanical properties of Beta-21S*, Beta titanium alloys in the 1990's, eds. D. Eylon, R. R. Boyer, D. A. Koss, TMS Publications (1993), 115 - 126
- [129] NISHIYAMA, Z.,  
*Martensitic Transformations*, eds. M. Fine, M. Meshii, C. Wayman, Academic Press (1978)
- [130] BOWLES, J. S., J. K. MACKENZIE,  
*The crystallography of martensite transformations I/II*, Acta Met. **2** (1954), 129 - 147
- [131] BOWLES, J. S., J. K. MACKENZIE,  
*The crystallography of martensite transformations IV - body centered cubic to orthorhombic transformations*, Acta Met. **5** (1957), 137 - 149
- [132] LIEBERMAN, D. S., M. S. WECHSLER, T. A. READ,  
*Cubic to orthorhombic diffusionless phase change - experimental and theoretical studies of AuCd*, J. Appl. Phys. **26** (1955), 473 - 484

## Liste des tableaux

1	Eléments bêtagènes [13] . . . . .	12
2	Effet des paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques des alliages $\beta$ - métastables . . . . .	33
3	traitements thermiques des 3 nuances du $\beta$ - Cez . . . . .	47
4	Résultats des essais de traction de 3 nuances du $\beta$ - Cez . . . . .	48
5	Taille moyenne des domaines $\beta$ dans les 3 nuances du $\beta$ - Cez . . . . .	50
6	Composition chimique de la tôle initiale de l'alliage du $\beta$ Cez . . . . .	56
7	Valeurs des caractéristiques mécaniques de l'état initial . . . . .	58
8	Traitements thermiques de la deuxième série d'échantillons . . . . .	58
9	Paramètres de maille des échantillons TI870, TI860 et TI850 non tractionnés . . . . .	65
10	Paramètres de maille des échantillons TI870A, TI860A et TI850A non tractionnés . . . . .	67
11	Tailles moyennes des domaines $\beta$ pour les différentes microstructures biphasées . . . . .	68
12	Longueurs et largeurs moyennes des platelets $\alpha$ pour différentes microstructures biphasées . . . . .	71
13	Résultats des essais de traction de la nouvelle série de traitements thermiques . . . . .	73
14	Conditions des traitements thermiques des échantillons prévus pour l'étude des mécanismes de déformation . . . . .	88
15	Caractéristiques mécaniques lors des essais de traction interrompus des différents échantillons . . . . .	92
16	Systèmes de glissement déterminés dans la phase $\beta$ de l'échantillon TN8703 avec les facteurs de SCHMID correspondants . . . . .	100
17	Plans d'accolement déterminés à l'aide des traces des platelets martensitiques de l'échantillon TN1000 et comparaison avec un plan correspondant à la famille {234} . . . . .	103
18	Différence angulaire entre les plans d'accolement expérimentalement déterminés et les deux plans d'accolement calculés . . . . .	111
19	Angles mesurés et calculés des traces martensitiques dans certains grains de l'échantillon TN8701 . . . . .	119
20	Angles mesurés et calculés des traces martensitiques dans certains grains de l'échantillon TN8703 . . . . .	120
21	Mechanische Kennwerte der Proben E1 bis E3 . . . . .	129
22	Chemische Zusammensetzung des untersuchten $\beta$ -Cez - Ausgangsbleches . . . . .	132
23	Parameter der neuen Wärmebehandlungen . . . . .	133
24	Gitterparameter der Proben TI920, TI870, TI860 und TI850 . . . . .	135

25	Gitterparameter der Proben TI870A, TI860A und TI850A . . . . .	135
26	Mittlere Domänengrößen der $\beta$ - Phase der verschiedenen zweiphasigen Gefüge . . . . .	136
27	Mittlere Längen und Dicken der $\alpha$ -Plättchen in den verschiedenen Gefügen . . . . .	136
28	Mechanische Kennwerte der 7 verschiedenen Gefügezustände . . . . .	138
29	Wärmebehandlungsparameter einer dritten Probenserie . . . . .	143
30	Aus den abgebrochenen Zugversuchen ermittelte mechanische Kennwerte der verschiedenen Gefügezustände . . . . .	145
31	Gleitsysteme der $\beta$ - Phase in der Probe TN8703 und zugehörige SCHMID - Faktoren . . . . .	147
32	Winkel zwischen den experimentell bestimmten Habitusebenen und einer entsprechenden $\{234\}$ - Ebene . . . . .	149
33	Winkeldifferenz zwischen experimentell bestimmten und berechneten Habitusebenen . . . . .	152
34	Experimentelle und berechnete Winkel mit der Walzrichtung der Spuren der Martensitplättchen einer ausgewählten Kornanzahl der Probe TN8701 . . . . .	155
35	Experimentelle und berechnete Winkel mit der Walzrichtung der Spuren der Martensitplättchen einer ausgewählten Kornanzahl der Probe TN8703 . . . . .	156
36	Les valeurs de $2\theta$ et de $d$ pour des phases différentes dans l'alliage de titane $\beta$ -Cez . . . . .	160

## Liste des figures

1	Modèle de sphères des structures cristallines des deux structures allotropiques du titane a) hexagonale compacte, b) cubique centrée	10
2	Les diagrammes de phases pour les différents types d'addition [12]	11
3	Diagramme de phases pseudo binaire du titane avec un stabilisateur $\beta$ [10] . . . . .	13
4	Diagramme schématique TTT (temps - température - transformation) d'un alliage $\beta$ métastable montrant les différents sièges de la germination [26] . . . . .	16
5	Représentation des phases $\alpha$ et $\beta$ par des structures orthorhombiques [46] . . . . .	18
6	Modèle de la formation de la phase $\omega$ [66] . . . . .	21
7	Systèmes de glissement principaux dans la phase $\alpha$ . . . . .	22
8	Systèmes de glissement principaux dans la phase $\beta$ . . . . .	23

9	Relation entre direction de traction, plan de glissement et direction de glissement [72] . . . . .	23
10	Modèle du maclage, conversion d' une sphère dans un ellipsoïde [73]	24
11	Systèmes de maclage principaux dans la phase $\alpha$ . . . . .	25
12	Systèmes de maclage principaux dans la phase $\beta$ . . . . .	26
13	Variation de la contrainte de seuil de la transformation martensitique en fonction de la température (alliage Ti 10V - 2Fe - 3V) [43] . . .	28
14	Elongation jusqu'à rupture vs. limite d' élasticité pour des microstructures différentes de l' alliage Ti - 10V - 2Fe - 3Al [104] . . . . .	30
15	Illustration schématique de la propagation de fissures . . . . .	32
16	Réaction et interaction d'un faisceau électronique avec un matériau solide [116] . . . . .	35
17	Principe schématique d'un système a) WDXA, b) EDXA [116] . .	36
18	Dimensions des éprouvettes de traction plates . . . . .	37
19	Éprouvettes de traction encapsulées dans une ampoule de verre en silice . . . . .	39
20	Représentation schématique des processus de l' atomisation et de l' excitation dans un système de GDOES [117] . . . . .	40
21	Reflection d'un faisceau incident de rayons X sur des plans cristallographiques d'un matériau cristallin . . . . .	41
22	Géométrie de la formation des lignes de KIKUCHI par diffraction des électrons [116] . . . . .	44
23	Microstructure par MEB de l' échantillon E1 . . . . .	49
24	Microstructure par MEB de l' échantillon E2 . . . . .	49
25	Microstructure par MEB de l' échantillon E3 . . . . .	50
26	Distributions des tailles de domaines $\beta$ :a) E1, b) E2, c) E3 . . . . .	51
27	Diffraction de rayons X de l'échantillon E1 . . . . .	51
28	Diffraction de rayons X de l'échantillon E2 . . . . .	52
29	Diffraction de rayons X de l'échantillon E3 . . . . .	52
30	Microstructure par MET de l'échantillon E1 . . . . .	53
31	Microstructure par MET de l'échantillon E2 . . . . .	53
32	Microstructure par MET de l'échantillon E3 . . . . .	53
33	a) Micrographie par MEB de l'état initial avant déformation, b) diffractogramme de rayons X correspondant . . . . .	57
34	Courbe de traction de l'état initial . . . . .	57
35	Concentrations des éléments Ti, N, C, H, O et Mo en fonction de la profondeur de la couche surfacique . . . . .	59
36	Micrographie par MEB d'un échantillon traité à 870°C pendant une heure avec la couche d'oxyde à gauche . . . . .	60
37	Courbe de traction d'un échantillon traité à 870°C pendant une heure, avec couche d' oxyde . . . . .	61

38	Courbe de traction d'un échantillon traité à 870°C pendant une heure, sans couche d'oxyde . . . . .	61
39	Microstructure par MO de l'échantillon TI920 avant traction, → = DL, b) diffractogramme correspondant . . . . .	62
40	Micrographie par MET de l'échantillon TI920 avant traction en champ clair, b) cliché de spots $(011)_\beta$ . . . . .	63
41	a) Micrographie par MEB de l'échantillon TI870, → = DL, b) diffractogramme correspondant . . . . .	64
42	a) Micrographie par MEB de l'échantillon TI860, → = DL, b) diffractogramme correspondant . . . . .	64
43	a) micrographie par MEB de l'échantillon TI850, → = DL, b) diffractogramme correspondant . . . . .	64
44	Micrographie par MEB de l'échantillon TI870 montrant deux surfaces perpendiculaires voisines . . . . .	65
45	a) micrographie par MEB de l'échantillon TI870A, → = DL, b) diffractogramme par rayons X correspondant . . . . .	66
46	a) micrographie par MEB de l'échantillon TI860A, → = DL, b) diffractogramme par rayons X correspondant . . . . .	66
47	a) micrographie par MEB de l'échantillon TI850A, → = DL, b) diffractogramme par rayons X correspondant . . . . .	67
48	a) - c):Distributions de tailles de domaines $\beta$ , d) - f):Distributions de longueurs des platelets $\alpha$ , g) - i):Distributions de largeurs des platelets $\alpha$ des échantillons TI870, TI860 et TI850 . . . . .	69
49	a) - c):Distributions de tailles de domaines $\beta$ , d) - f):Distributions de longueurs des platelets $\alpha$ , g) - i):Distributions de largeurs des platelets $\alpha$ des échantillons TI870A, TI860A et TI850A . . . . .	70
50	Taille moyenne des domaines $\beta$ en fonction de la température de mise en solution . . . . .	71
51	Influence de la température de mise en solution sur les longueurs et largeurs des précipiés $\alpha$ . . . . .	72
52	Courbe de traction rationnelle de l'échantillon TI920 . . . . .	73
53	Courbe de traction rationnelle de l'échantillon TI870 . . . . .	73
54	Courbe de traction rationnelle de l'échantillon TI860 . . . . .	74
55	Courbe de traction rationnelle de l'échantillon TI850 . . . . .	74
56	Courbe de traction rationnelle de l'échantillon TI870A . . . . .	74
57	Courbe de traction rationnelle de l'échantillon TI860A . . . . .	75
58	Courbe de traction rationnelle de l'échantillon TI850A . . . . .	75
59	Contrainte maximale à la rupture $R_m$ , limite d'élasticité $R_{p0,2}$ et élongation à la rupture A en fonction de la température de mise en solution des échantillons TI870, TI860 et TI850 . . . . .	76

60	Contrainte maximale à la rupture $R_m$ , limite d'élasticité $R_{p0,2}$ et élongation à la rupture $A$ en fonction de la température de mise en solution des échantillons TI870A, TI860A et TI850A . . . . .	77
61	a) Micrographie par MO de l'échantillon TI920A, $\rightarrow$ = Dir. de traction, b) diffractogramme de rayons X correspondant . . . . .	77
62	a) Micrographie par MET des platelets de la martensite $\alpha''$ , formée sous contrainte dans l'échantillon TI920, champ noir $(111)_{\alpha''}$ , b) cliché de diffraction correspondant . . . . .	78
63	a) Micrographie par MEB de l'échantillon TI870, $\rightarrow$ = Dir. de traction, b) diffractogramme correspondant . . . . .	79
64	a) Micrographie par MEB de l'échantillon TI860, $\rightarrow$ = Dir. de traction, b) diffractogramme correspondant . . . . .	79
65	a) Micrographie par MEB de l'échantillon TI850, $\rightarrow$ = Dir. de traction, b) diffractogramme correspondant . . . . .	79
66	a) Micrographie par MET de l'échantillon TI870, b) cliché de diffraction correspondant . . . . .	80
67	a) Micrographie par MET de l'échantillon TI860, b) cliché de diffraction correspondant . . . . .	80
68	a) Micrographie par MET de l'échantillon TI850, b) cliché de diffraction correspondant . . . . .	80
69	a) Micrographie par MEB de l'échantillon TI870A, $\rightarrow$ = Dir. de traction, b) diffractogramme par rayons X correspondant . . . . .	81
70	a) Micrographie par MEB de l'échantillon TI860A, $\rightarrow$ = Dir. de traction, b) diffractogramme par rayons X correspondant . . . . .	82
71	a) Micrographie par MEB de l'échantillon TI850A, $\rightarrow$ = Dir. de traction, b) diffractogramme par rayons X correspondant . . . . .	82
72	Micrographie par MET de l'échantillon TI870A . . . . .	83
73	micrographie par MET de l'échantillon TI860A . . . . .	83
74	micrographie par MET de l'échantillon TI850V . . . . .	83
75	a) Micrographie par MO de l'échantillon TN1000 avant traction, b) diffractogramme de rayons X correspondant . . . . .	89
76	a) Micrographie par MET de l'échantillon TN1000 avant traction, b) cliché de spots $(011)_{\beta}$ correspondant . . . . .	89
77	a) Micrographie par MO de l'échantillon TN870 avant traction, b) diffractogramme de rayons X correspondant . . . . .	90
78	a) Micrographie par MO de l'échantillon TN850 avant traction, b) diffractogramme de rayons X correspondant . . . . .	90
79	Courbe de traction de l'échantillon TN1000, tractionné à 8 % . . . . .	92
80	Courbe de traction de l'échantillon TN870, tractionné jusqu'à rupture . . . . .	93
81	Courbe de traction de l'échantillon TN870, tractionné à 8 % . . . . .	93

82	Courbe de traction de l'échantillon TN870, tractionné à 5 % . . .	93
83	Courbe de traction de l'échantillon TN850, tractionné à 8 % . . .	94
84	Micrographie par MO de l'échantillon TN1000 tractionné à 8 %, b) diffractogramme de rayons X correspondant . . . . .	95
85	Micrographie par MO de l'échantillon TN8701 tractionné jusqu'à rupture, b) diffractogramme de rayons X correspondant . . . . .	95
86	Micrographie par MO de l'échantillon TN8702 tractionné à 8 %, b) diffractogramme de rayons X correspondant . . . . .	95
87	Micrographie par MO de l'échantillon TN8703 tractionné à 5 %, b) diffractogramme de rayons X correspondant . . . . .	96
88	Micrographie par MO de l'échantillon TN850 tractionné à 8 %, b) diffractogramme de rayons X correspondant . . . . .	96
89	a) Dislocations dans la phase $\beta$ , 1:(101)[ $\bar{1}11$ ], 2:(11 $\bar{2}$ )[111], b) diagramme de Kikuchi correspondant . . . . .	97
90	a) Dislocations dans la phase $\beta$ , 3:(110)[ $\bar{1}11$ ], b) diagramme de Kikuchi correspondant . . . . .	97
91	a) Dislocations dans la phase $\beta$ , 4:( $\bar{2}11$ )[ $\bar{1}11$ ], b) diagramme de Kikuchi correspondant . . . . .	97
92	a) Dislocations dans la phase $\beta$ , 5:( $\bar{2}11$ )[111], 6:( $\bar{1}01$ )[111], b) diagramme de Kikuchi correspondant . . . . .	98
93	a) Dislocations dans la phase $\beta$ , 7:( $\bar{1}10$ )[111], b) diagramme de Kikuchi correspondant . . . . .	98
94	a) Dislocations dans la phase $\beta$ , 8:( $\bar{2}11$ )[111], b) diagramme de Kikuchi correspondant . . . . .	98
95	a) Dislocations dans la phase $\beta$ , 9:(101)[ $\bar{1}11$ ], 10:(211)[ $\bar{1}1\bar{1}$ ], b) diagramme de Kikuchi correspondant . . . . .	99
96	a) Dislocations dans la phase $\beta$ , 11:(110)[ $\bar{1}11$ ], 12:( $\bar{1}\bar{1}2$ )[111], b) diagramme de Kikuchi correspondant . . . . .	99
97	Représentation schématique de l'analyse des traces des platelets martensitiques sur deux surfaces perpendiculaires de l'échantillon . . .	101
98	Micrographie du même grain sur deux surfaces perpendiculaires d'un échantillon TN1000 avec des traces des platelets martensitiques arrivant sur le bord . . . . .	101
99	Les positions des plans d'accolement déterminés, représentés dans le triangle standard . . . . .	102
100	Correspondance possible entre les réseaux cubiques et orthorhombiques . . . . .	104
101	Déformation d'une sphère unitaire en une ellipsoïde due à la déformation pure de BAIN . . . . .	105

- 102 La déformation pure de BAIN des régions a) 1 et b) 2. Les vecteurs unitaires  $(i,j,k)$  représentent le repère cubique;  $(i',j',k')$  et  $(i'',j'',k'')$  représentent les axes principaux de la déformation de BAIN dans les deux régions . . . . . 113
- 103 Coupe de la phase orthorhombique montrant la structure lamellaire d'un volume relatif  $x$  pour la macle 2 et d'un volume relatif de  $(1-x)$  pour la macle 1. La ligne brisée  $0A'B'...V'$  provient de la ligne droite  $0V$  dans la structure cubique de départ . . . . . 113
- 104 Cartographie de l'échantillon TN8701, 50 x . . . . . 117
- 105 Cartographie de l'échantillon TN8703, 50 x . . . . . 118
- 106 Pole der ermittelten Habitusebenen im Standarddreieck . . . . . 148
- 107 Les deux traces d'un platelet martensitique observable sur deux surfaces perpendiculaires d'un échantillon dans le repère macroscopique de l'échantillon . . . . . 161