HAL
open science

Transformations de phases et mécanismes de déformation dans les alliages de titane bêta

Angela-Maria Nicotra-Barbe

To cite this version:

Angela-Maria Nicotra-Barbe. Transformations de phases et mécanismes de déformation dans les alliages de titane bêta. Sciences de l'ingénieur [physics]. Université Paul Verlaine - Metz, 1996. Français. NNT : 1996METZ047S . tel-01777160

HAL Id: tel-01777160

https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01777160

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.

UNIVERSITÉ DE LORRAINE

AVERTISSEMENT

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

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

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

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

LIENS

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

ISGMP

INSTITUT SUPERIEUR DE GENIE MECANIQUE
ET PRODUCTIQUE

THESE

Présentée à

UNIVERSITE DE METZ

PAR

Angela M. NICOTRA-BARBE

Pour l'obtention du grade de :
DOCTEUR de L'UNIVERSITÉ de METZ

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

TRANSFORMATIONS DE PHASES ET MECANISMES DE DEFORMATION DANS LES ALLIAGES DE TITANE BETA

Soutenue le 12 Décembre 1996

JURY

Mme M.J. PHILIPPE	Professeur à l'Université de Metz	Directeur de Thèse
MM. J. DRIVER	Professeur à l'école des Mines de St. Etienne	Rapporteur
A. VASSEL	Docteur habilité à l'ONERA	Rapporteur
MM. P. VAN HOUTTE	Professeur à l'Université de Louvain (B)	Examinateur
A. MOLINARI	Professeur à l'Université de Metz	Examinateur
C. ESLING	Professeur à l'Université de Metz	Examinateur
G. BRAULT	Docteur-Ingénieur à la D.G.A de Paris	Examinateur
Y. COMBRES	Docteur-Ingénieur, chargé de recherche à CEZUS	Examinateur

Ecole Doctorale PROMEN

b 111947

ISGMP

INSTITUT SUPERIEUR DE GENIE MECANIQUE
ET PRODUCTIQUE

THESE

Présentée à

UNIVERSITE DE METZ

PAR

Angela M. NICOTRA-BARBE

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE
- METZ
N° inv 1996094 S
Cote S/M3 96/47
Loc Magasin

Pour l'obtention du grade de :
DOCTEUR de L'UNIVERSITÉ de METZ

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

TRANSFORMATIONS DE PHASES ET MECANISMES DE DEFORMATION DANS LES ALLIAGES DE TITANE BETA

Soutenue le 12 Décembre 1996

JURY

Mme M.J. PHILIPPE	Professeur à l'Université de Metz	Directeur de Thèse
MM. J. DRIVER	Professeur à l'école des Mines de St. Etienne	Rapporteur
A. VASSEL	Docteur habilité à l'ONERA	Rapporteur
MM. P. VAN HOUTTE	Professeur à l'Université de Louvain (B)	Examinateur
A. MOLINARI	Professeur à l'Université de Metz	Examinateur
C. ESLING	Professeur à l'Université de Metz	Examinateur
G. BRAULT	Docteur-Ingénieur à la D.G.A de Paris	Examinateur
Y. COMBRES	Docteur-Ingénieur, chargé de recherche à CEZUS	Examinateur

Ecole Doctorale PROMEN

AVANT-PROPOS

Le présent travail a été réalisé au Laboratoire d'Etude des Textures et Application aux Matériaux (LETAM), associé au CNRS (URA 2090) faisant partie de l'Institut Supérieur de Génie Mécanique et Productique (ISGMP) de l'Université de Metz.

Je suis reconnaissante à Monsieur le Professeur Claude ESLING de m'avoir accueillie dans son laboratoire. Son aide m'a permis de mener à bien ce travail. Pour avoir accepté de participer à mon jury de thèse, je le remercie.

Je remercie Madame le Professeur Marie Jeanne PHILIPPE de la confiance qu'elle m'a manifestée en m'accordant la responsabilité de ce travail. Elle a permis grâce à ses suggestions et ses remarques pertinentes l'avancement et la réalisation de ce travail.

Mes remerciements vont également à Monsieur le Professeur Julian DRIVER et Monsieur le Docteur Alain VASSEL d'avoir accepté d'être les rapporteurs de ce travail et de participer au jury de thèse.

Je remercie de même, Monsieur le Professeur Paul VAN HOUTTE, Monsieur le Professeur Alain MOLINARI, Monsieur le Docteur Gilles BRAULT et Monsieur le Docteur Yves COMBRES d'avoir accepté de participer au jury.

Je remercie Monsieur J. KLEPACZKO pour l'aide lors des essais de compression dynamique effectués au LPMM et Messieurs L. TOTH et M. POKORNY pour leur aide et leurs conseils avertis.

J'exprime toute ma reconnaissance à tous les membres du laboratoire pour leur aide et leur participation au bon déroulement de ce travail en particulier, A. THIL, F. et M. WAGNER, H. MOUSTAHFID, E. BOUZY, C. SCHUMAN, J. S. LE COMTE, J. FUNDENBERGER, M. DIOT et enfin N. NICLAS.

Je remercie chaleureusement ma collègue et amie Nabila MALOUFI de l'aide et de la gentillesse qu'elle m'a accordées tout au long de ce travail.

TABLE DES MATIERES

TABLE DES MATIERES

Cadre de l'étude 5

I- Introduction 6

II- Etude bibliographique 8

1- Le titane et ses alliages 8
1.1- Le titane
1.2- Les alliages de titane

2- Transformation de phases dans les alliages de titane β métastable 10
2.1- Phases obtenues par trempe 10
2.1.1- Les phases martensitiques α' et α"
2.1.2- La phase oméga athermique 11
2.1.3- La phase β 13
2.2- Phases obtenues par revenu 13
2.2.1- La phase oméga isothermique
2.2.2- La martensite α" de revenu 14
2.2.3- La phase β' 15
2.2.4- La phase α
2.2.5- Composés intermétalliques.

3- Transformation de phases des alliages de titane β sous contrainte à température ambiante 15
3.1- Nature des phases et conditions d'apparition
3.2- Effet de la phase ω athermique sur la transformation sous contrainte β -> α" des alliages β métastable 17

4- Mécanismes de déformation plastique dans les alliages de titane β 17
4.1- Déformation par glissement dans le cubique centré
4.2- Déformation par maclage dans le cubique centré 18
4.3- Observation des mécanismes de déformation dans les alliages de titane

5- Effet du mode de déformation et des éléments d'alliage sur les caractéristiques mécaniques 19

6- Conclusion 21

III-Techniques utilisées 23

1- Essais mécaniques 23
1.1- Essais de dureté
1.2- Essais de laminage à froid
1.3- Essais de traction
1.4- Essais de compression 24
1.4.1- Principe des barres d'Hopkinson
1.4.2- Limitation de la méthode 25

2- Traitements thermiques 25

3- Méthodes d'analyses 26
3.1- Microscopie optique
3.2- Méthodes complémentaires 26
3.2.1- Microscopie électronique à balayage
3.2.2- Microscopie électronique à transmission
3.3- Diffraction des RX 27
3.3.1- Détermination de la texture 28
3.3.1.1- Fonction de texture
3.3.1.2- Figure de pôles 29
3.4- Technique de mesure d'orientations individuelles ou locales (E.B.S.D.) 30
3.4.1- Principe
3.4.2- Conditions expérimentales 31

4- Conclusion 31

IV-Résultats expérimentaux 32

1- Détermination de l'alliage Ti-20V-XAl 32
1.1- Choix des alliages de titane β
1.2- Elaboration des tôles de titane β 33
1.3- Analyse de la composition chimique
1.4- Effet de la teneur en aluminium sur les mécanismes de déformation et de la stabilité de la phase β
1.4.1- Essais de laminage à froid 34
1.4.2- Essais de compression en dynamique
1.5- Conclusion 35

2- Etude des alliages Ti-20V et Ti-20V-5Al 42
2.1- Gamme de transformation et composition des alliages Ti-20V et Ti-20V-5Al 42
2.2- Transformation de phases 45

2.2.1- Les alliages β métastables Ti-20V....46
2.2.2- L'alliage stable Ti-20V-5Al....50
2.2.3- Conclusion....51
2.3- Mécanismes de déformation à froid pour les alliages Ti-20V et Ti-20V-5Al....64
2.4- Comportement mécanique à froid des alliages Ti-20V et Ti-20V-5Al....69
2.4.1- Influence de la taille de grain sur les caractéristiques mécaniques des alliages Ti-20V et Ti-20V-5Al....70
2.4.2- Influence du sens de prélèvement sur les caractéristiques mécaniques pour l'alliage Ti-20V de taille de grain 300 microns....71
2.4.3- Effet de la taille de grain sur la fraction surfacique maclée de l'alliage Ti-20V....72
2.4.4- Influence de la phase α sur les caractéristiques mécaniques des alliages Ti20V et Ti20V5Al....72
2.4.5- Essais de compression dynamique....73
2.4.6- Conclusion....73
2.5- Laminage à température ambiante et mécanismes de déformation et évolution de texture....76
2.6- Modélisation des textures de laminage....77
2.61- Descriptif du modèle....78
2.6.2- Résultats des simulations....79

V- Discussion....89

VI- Conclusions générales et perspectives....93

VII- Références bibliographiques....97

CADRE DE L'ETUDE

Le présent travail s'inscrit dans le cadre du contrat n°91/040 entre la Direction des Recherches, Etudes et Techniques (Délégation Générale pour l'Armement), et l'Université de METZ (LPMM et LETAM) sur l'étude des mécanismes de déformation dans les alliages de titane bêta.

Le Laboratoire d'étude des Textures et Applications aux Matériaux (LETAM) a réalisé l'étude microstructurale des alliages de titane bêta afin de déterminer leurs caractéristiques métallurgiques et leurs modes de déformation.

Le Laboratoire de Physique et Mécanique des Matériaux (LPMM), s'est chargé de la modélisation des caractéristiques mécaniques.

INTRODUCTION

I- INTRODUCTION

Au cours des trente dernières années, la métallurgie et les applications industrielles du titane ont connu un développement très important, en raison d'un ensemble de qualités spécifiques de ce métal adaptées aux besoins de certaines techniques de pointe.

Le titane présente des caractéristiques mécaniques intéressantes, pouvant être améliorées par des éléments d'alliage. Sa faible masse volumique de 4,5 g/cm^3 est intermédiaire entre celles de l'aluminium et du fer. Il en résulte notamment, une valeur du rapport résistance/poids qui fait du titane un matériau de choix pour tous les domaines où est recherché un allégement des structures : aérospatial, armement... Par exemple dans l'armement, on cherche à obtenir des blindages plus légers tout en gardant une bonne résistance à l'impact des projectiles.
Une bonne résistance mécanique à chaud, une tenue à l'oxydation satisfaisante, contribuent encore à augmenter l'intérêt de cette catégorie de matériaux.

Jusqu'à présent, l'alliage de titane le plus utilisé était le TA6V (Ti-6Al-4V) de structure biphasée ($\alpha + \beta$). On porte actuellement un grand intérêt aux alliages de titane bêta. Ils offrent l'avantage par rapport aux alliages α/β, d'une assez grande facilité de mise en forme. Il est possible d'obtenir de ces matériaux d'excellentes caractéristiques mécaniques et leurs propriétés peuvent être améliorées par des traitements thermiques.

Les caractéristiques mécaniques des alliages de titane bêta sont influencées par les mécanismes de déformation, glissement ou maclage, ainsi que des transformations de phases induites sous contrainte. Ces mécanismes sont fonction de la composition chimique et donc de la stabilité de la phase bêta. Pour des applications industrielles, il est nécessaire de connaître le comportement de ces matériaux sous sollicitations statiques et dynamiques. Il est important de comprendre l'influence des paramètres microscopiques sur le comportement de ces alliages, dans une large gamme de vitesse de déformation, en vue d'en améliorer les propriétés mécaniques.

Entre autres, les paramètres qu'il faut maîtriser pour obtenir les caractéristiques mécaniques recherchées sont la composition, la taille de grain. Ces connaissances peuvent permettre la définition d'un l'alliage de titane bêta qui présenterait une bonne adéquation entre limite élastique et ductilité.
Pour déterminer l'alliage idéal, les premières idées issues des travaux d'Hanada et Izumi [1] ont guidé nos réflexions. Les alliages métastables qui se déforment par maclage présentent un allongement important et

une limite d'élasticité basse. Les alliages stables qui se déforment par glissement ont, par contre, un allongement faible et une limite d'élasticité élevée. L'alliage idéal devrait donc se déformer par glissement, puis par maclage.

Le premier chapitre est consacré à la bibliographie. Il reprend les connaissances essentielles sur les alliages de titane bêta et tout particulièrement sur les transformations de phases induites thermiquement ou sous contrainte. L'effet du mode de déformation et des éléments d'alliage sur les caractéristiques mécaniques est également étudié.

Les méthodes expérimentales utilisées au service de l'étude sont détaillées dans le deuxième chapitre.

Une série d'alliages de titane bêta a été élaborée. Ils ont subi différents modes de sollicitations afin d'identifier les mécanismes de déformation. Les corrélations entre la composition et les mécanismes de déformation ont été établies.

Puis, pour deux compositions particulières, l'une de référence et l'autre proche de la composition souhaitée, il a été effectué des traitements thermomécaniques pour obtenir des tailles de grains différentes. L'influence des microstructures sur les mécanismes de déformation a été analysée. Pour cela, il a été effectué des essais mécaniques sous sollicitations statiques et dynamiques.

Enfin, les comparaisons entre les différents alliages ont permis de déterminer l'alliage et la microstructure dont les caractéristiques mécaniques sont optimisées. Les raisons de ce choix sont discutées à la lumière des résultats des études microstructurales et de la modélisation du comportement.

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

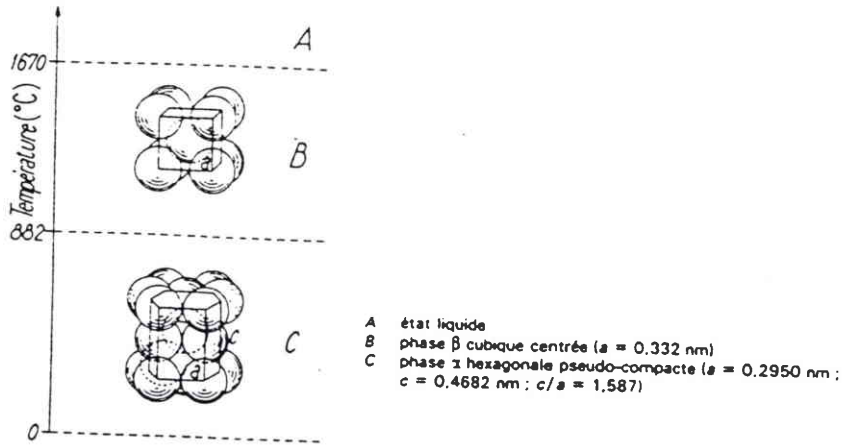


Fig. II-1 : Cristallographie du titane [4].

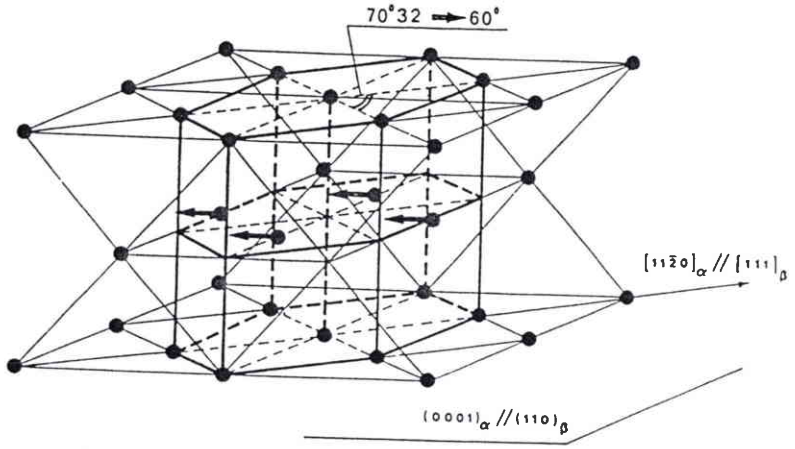


Fig. II-2 : Transformation martensitique, réseau cubique centré --> réseau hexagonal compact, réalisée par un faible déplacement de quelques atomes (flèches) et par un léger réarrangement de ceux-ci, l'angle de 70°12' devient 60° [7].

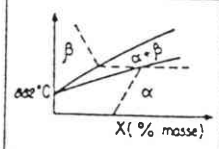
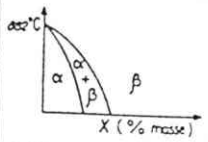
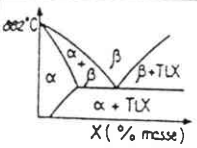
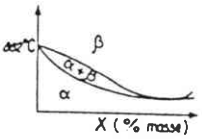
Éléments		Diagrammes d'équilibre (¹)	Solutions solides d'insertion	Solutions solides de substitution
Alphagènes			O_2, N_2, B, C	Al
Bêtagènes	Isomorphes			Mo, V, Nb, Ta
	eutectoïdes		H_2	Mn, Fe, Cr, Co, W, Ni, Cu, Au, Ag, Si
Neutres				Sn, Zr,

Tableau II-1 : Classification et effets des éléments d'alliage du titane sur le diagramme d'équilibre [5].

II- ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Cette étude bibliographique recense les phases en présence dans les alliages de titane, ainsi que les différents types d'alliages et l'influence des éléments d'addition sur les caractéristiques mécaniques. On peut obtenir après un traitement thermique ou lors de l'application d'une contrainte à température ambiante, sur un alliage de titane bêta, des phases hors équilibre. L'influence de ces phases, des éléments d'alliages, sur les mécanismes de déformation sera étudiée. Ces mécanismes ont des effets sur les caractéristiques mécaniques de ces alliages.

1 - *Le titane et ses alliages*

1.1- *Le titane*

Le titane est un élément qui présente une transformation allotropique. Il existe sous deux formes cristallographiques. A température ambiante le titane possède une structure hexagonale compacte appelée α, de paramètres de maille a = 0,295 nm, c = 0,4682 nm avec un rapport c/a = 1,587. Ce rapport inférieur à la valeur théorique de 1,633 signifie que le plan de base de l'hexagone n'est pas le seul plan de grande densité. En conséquence, plusieurs systèmes de glissements sont possibles, d'où la ductilité relativement importante du titane par rapport à d'autres métaux hexagonaux. Cette structure se transforme en une structure cubique centrée de paramètre de maille a = 0,332 nm, dite phase β à 882°C (fig. II-1). Elle est stable jusqu'à température de fusion de 1670 °C. La transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$ est une transformation de type martensitique dont le mécanisme a été proposé par Burgers dans le cas du zirconium [2] et repris ensuite dans le cas du titane [3]. Les relations d'orientation entre les deux phases, illustrées à la figure II-2, sont les suivantes :

plan $\{110\}_\beta$ // $\{0001\}_\alpha$

direction $\langle 111 \rangle_\beta$ // $\langle 11\text{-}20 \rangle_\alpha$

1.2- *Les alliages de titane*

Le titane étant un métal de transition, il peut former des solutions solides avec un grand nombre d'éléments d'addition (de substitution ou d'insertion). Le tableau II-1 nous donne une classification des principaux éléments d'alliages. Nous distinguons les éléments alphagènes qui élargissent le domaine d'existence de la phase α, les éléments bêtagènes

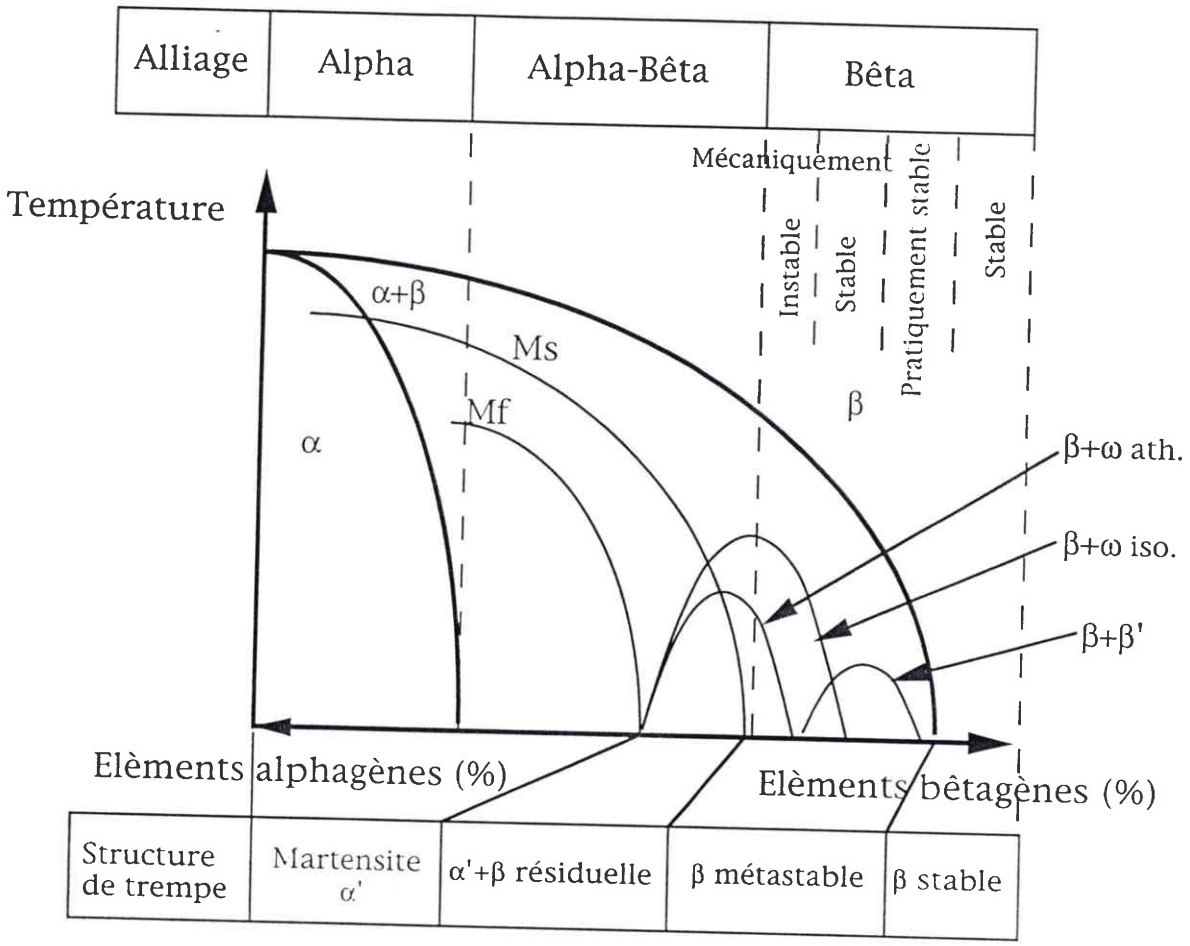


Fig. II-3 : Diagramme pseudo-binaire des alliages de titane [4].

qui stabilisent la phase β, et les éléments neutres qui ont peu d'effet sur la position des points de transformation. Il en résulte trois grandes catégories d'alliages, selon la proportion de phases α et β présentes à l'équilibre. La classification des alliages de titane est représentée schématiquement sur la figure II-3 qui donne un diagramme pseudo-binaire d'équilibre où figure aussi la constitution obtenue par trempe à partir du domaine β. En abscisse, les éléments alphagènes sont comptés négativement et les éléments bêtagènes positivement [4, 5, 6].

*** Les alliages monophasés alpha :**

Ils contiennent une forte majorité d'éléments alphagènes et sont donc entièrement constitués de phase α à température ambiante. De ce fait, ils ne sont pas sensibles aux traitements thermiques (par exemple l'alliage TA5E : Ti-5Al-2,5Sn). Le seul traitement thermique qui leur est applicable est le recuit dont le but est de relaxer les contraintes ou de recristalliser une structure écrouie. Ces alliages contiennent parfois de faibles quantités de phase β. Ils sont alors appelés alliages pseudo-alpha. Dans ce cas, la phase β peut être retenue sous forme métastable si un enrichissement en solutés bêtagènes peut se produire à travers le domaine α + β, au cours du refroidissement depuis le domaine β (par exemple l'alliage TA6Z5D : Ti-6Al-5Zr-0,5Mo-0,25Si).

*** Les alliages biphasés alpha-bêta :**

Les concentrations en éléments alphagènes et bêtagènes sont suffisantes pour obtenir un large domaine biphasé α + β, jusqu'à température ambiante (par exemple l'alliage TA6V : Ti-6Al-4V). La phase β peut se décomposer partiellement en phase α pendant le refroidissement ou en martensites α' (HC) ou α'' (Orth.) suite à une trempe (fig. II-3).

*** Les alliages monophasés bêta :**

La phase β peut être retenue sous deux formes en fonction de sa stabilité à température ambiante : alliages β stables ou métastables.

Les alliages β stables ont une forte teneur en élément bêtagène ce qui confère à la phase β une plus grande stabilité thermodynamique à température ambiante. Ainsi, la décomposition en phase α lors de traitements thermiques est peu probable (fig. II-3).

Les alliages β métastables ont des teneurs en éléments bêtagènes suffisamment élevées pour abaisser la température Ms (température de début de transformation de martensite) en dessous de la température ambiante et pour ralentir la cinétique de germination et de croissance de la phase α. Cette phase β métastable peut être retenue à température

ambiante sans qu'un refroidissement énergique soit nécessaire. Cependant on peut lors du refroidissement voir apparaître des phases martensitiques ω (H), α' (HC), α''(Orth).
Après trempe de ces alliages, on peut distinguer les alliages mécaniquement stables et instables (fig. II-3). Pour ces derniers, la phase β métastable obtenue par trempe est susceptible de se transformer en phases ω ou α" sous l'effet d'une contrainte à température ambiante. C'est dans cette catégorie que peut se classer l'alliage Ti-20V étudié.

2- *Transformation de phases dans les alliages de titane bêta métastable (β_m)*

Les caractéristiques mécaniques des alliages de titane β sont influencées par le mode de déformation, glissement ou maclage ainsi que les transformations de phases obtenues sous contrainte. Ces modes de déformation sont fonction de la stabilité de la phase β retenue à température ambiante. Il est donc nécessaire de connaître dans la phase β métastable les phases hors équilibre et leurs conditions d'obtention. Le mode de formation des différentes phases apparaissant dans les alliages de titane a déjà été clairement décrit [4, 5, 7]. Les paragraphes ci-dessous feront un rappel.

2.1- *Phases obtenues par trempe*

Les phases obtenues par trempe sont les phases martensitiques α' et α", ainsi que la phase ω athermique et la phase β à l'état métastable.

2.1.1- Les phases martensitiques α' et α"

∗ ***La martensite α' :***

Elle possède une structure hexagonale identique à celle de la phase α d'équilibre, mais avec la même composition que celle de la phase β dont elle est issue. Elle se forme, pour les alliages α et α/β, à partir de la matrice β, à des vitesses de refroidissement rapides, quand la teneur en élément bêtagène est suffisamment faible, inférieur à 5 % en équivalent molybdène ($Mo_{eq.}$) que l'on calcule grâce à la relation suivante :

$Mo_{eq.}$= Mo + V/1,5 + Cr/0,6 + Fe/0,35 + Cu/1,3 + Nb/3,6 % pondéral [8].

Pour les alliages de titane β métastables, la phase martensitique α' n'apparaît pas, car la température Ms de début de transformation martensitique se situe sous la température ambiante (fig. II-3). Duwez [9] a déterminé les courbes de transformation martensitique de

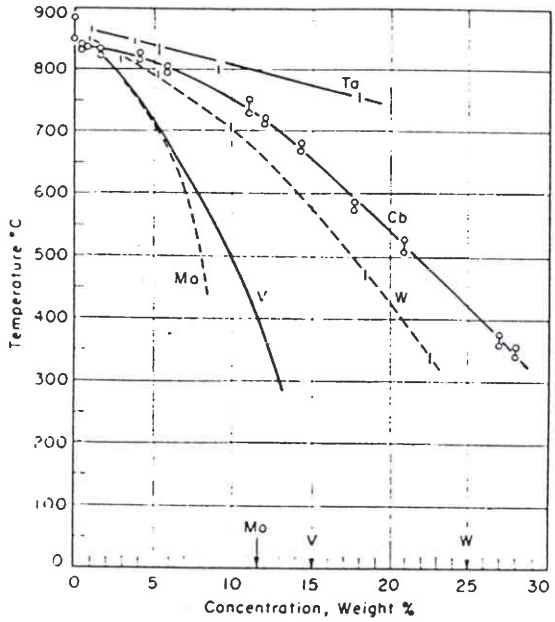


Fig. II-4 : Courbe de transformation martensitique Ms α' pour des alliages de titane binaires [9].

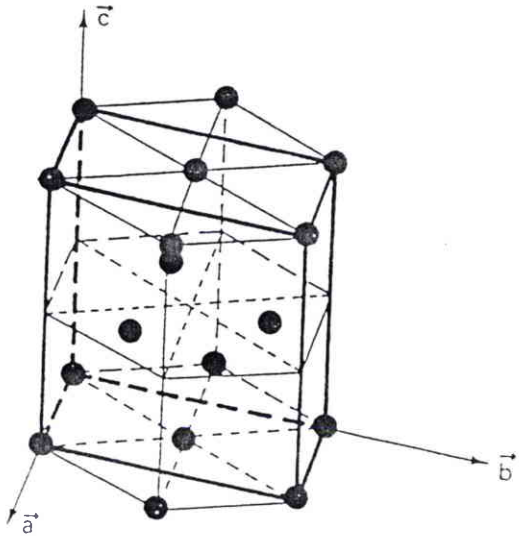


Fig. II-5 : Maille orthorhombique de la martensite α" [7].

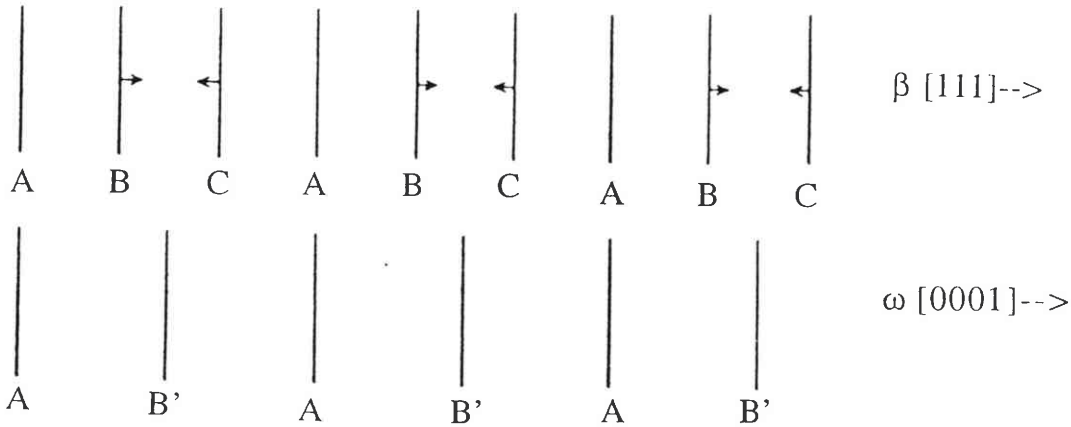


Fig. II-6 : Représentation schématique de la formation de la phase ω dans la phase β [13].

différents alliages binaires de titane pour des vitesses de refroidissement allant de 100°C/s à 1000°C/s (fig. II-4). Dans les alliages de titane-vanadium, une composition minimale de 15% en poids est nécessaire pour retenir la phase β à température ambiante après une trempe. Dans l'alliage Ti-20V la transformation β -> α' ne peut pas avoir lieu car $M_{s\alpha'}$ est inférieure à la température ambiante. La phase martensitique α' présente par rapport à la phase β les relations d'orientation de Burgers [2] suivantes :

$$\langle 11\text{-}20\rangle_{\alpha'} // \langle 111\rangle_{\beta}$$
$$\{0001\}_{\alpha'} // \{110\}_{\beta}$$

* ***La martensite α" :***

La phase α" est orthorhombique (fig. II-5). Elle est produite par un faible déplacement des positions atomiques de la structure hexagonale (α). Elle est considérée comme une structure intermédiaire entre les structures de la phase β et celle de la phase α'. Elle se déduit de la phase β par un cisaillement $\{112\}\ \langle 111\rangle_{\beta}$ de faible amplitude. La phase α" martensitique présente par rapport à la phase β les relations d'orientation suivantes [7] :

$$\{110\}_{\beta} // \{001\}_{\alpha''}$$
$$\langle 111\rangle_{\beta} // \langle 101\rangle_{\alpha''}$$

Une augmentation en éléments d'addition ou dans certains cas une trempe effectuée à plus basse température permet la formation de la martensite α". Elle est observée dans la plupart des alliages α/β et dans certains alliages β binaires tels que Ti-Mo et Ti-Nb [7]. Il a été observé dans les alliages binaire Ti-15V, où seules les phases β et ω sont présentes après trempe, que l'ajout de 0,5 % d'aluminium peut suffire à décomposer la phase β en β + ω + α" [10]. La martensite α" a été également observée après une trempe rapide dans certains alliages β métastables comme le T134 (Ti-11,6V-2Al-2Sn-6Zr), T129 (Ti-11,5V-2Al-2Sn-11,3Zr) [11] et l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al [12].

2.1.2- La phase Oméga athermique

La phase oméga athermique possède une structure hexagonale avec un rapport c/a = 0,613. Elle provient d'une transformation sans diffusion mettant en jeu un déplacement corrélatif de plans (111) de la phase β (fig. II-6) [13, 14]. La phase β de réseau cubique centré peut être schématisée comme l'empilement de plans (111) suivant la séquence ABC

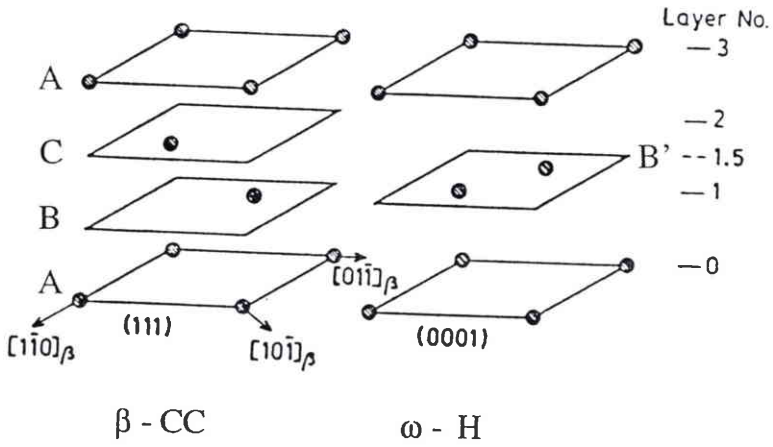


Fig. II-7 : Relation d'orientation entre β et ω [13].

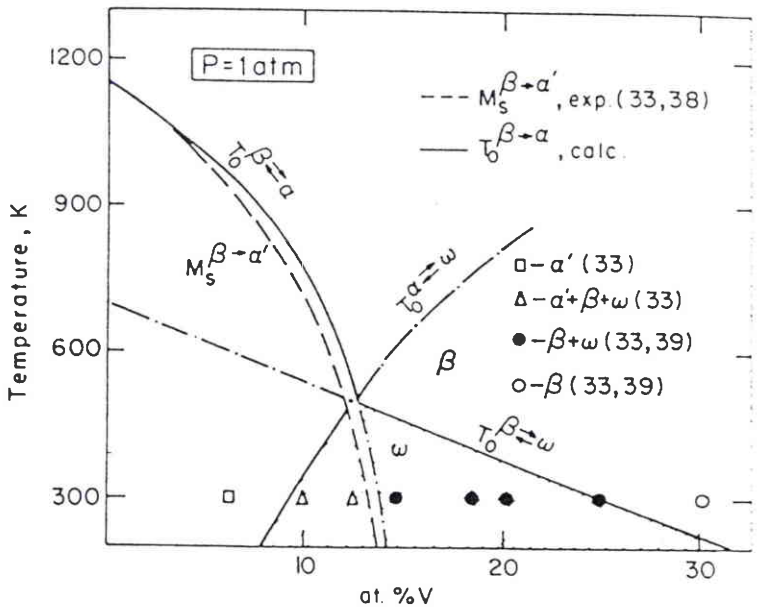


Fig. II-8 : Diagramme To-X pour l'alliage titane-vanadium [16].

ABC ... La transformation $\beta \rightarrow \omega$ existe dans la phase β dès que certaines conditions de température et de composition sont atteintes. Nous avons alors la mise en commun des plans B et C qui donnent un plan B' ("collapse plane") (fig. II-6). Ces déplacements sont causés par des rangées atomiques qui entrent en vibration permettant ainsi le déplacement de certains atomes parallèlement à la direction $[111]_\beta$.
La maille hexagonale est reliée à la maille cubique centrée de la phase β par :

- *les paramètres de maille*:

Ils ont été déterminés par diffraction des RX, neutrons et électrons [13].

$$a_\omega = \sqrt{2}\, a_\beta$$

$$c_\omega = (\sqrt{3}/2)\, a_\beta$$

- *les relations d'orientation*: (fig. II-7)

$$\langle 111 \rangle_\beta \;//\; \langle 0001 \rangle_\omega$$

$$\{110\}_\beta \;//\; \{11\text{-}20\}_\omega$$

Cette phase ω a été découverte dans la phase β des alliages de titane, zirconium et niobium [15]. La précipitation de la phase ω apparaît dans les alliages à phase β déjà fortement stabilisés (fig. II-3).

La phase oméga athermique a été mise en évidence dans les alliages titane-molybdène, titane-fer, titane-vanadium et zirconium-niobium, soumis à une trempe à l'eau depuis le domaine β. La phase ω athermique a la même composition que la phase β dont elle est issue.

Leibovitch et al. [16] ont réalisé une étude sur des alliages de Ti-V, pour analyser les phases en présence et les mécanismes de transformations diffusionnelles. La transformation $\beta \rightarrow \omega$ athermique se fait dès que la température devient inférieure à une température de transition $T_o\ \beta \Leftrightarrow \omega$, ce qui présente une certaine analogie avec la température de début de transformation M_s des martensites. On ne peut donc pas obtenir la phase ω athermique pour les alliages dans lesquels le pourcentage en vanadium est inférieur à 12% (atomique), parce que la température $T_o\ \beta \Leftrightarrow \omega$ est située en dessous de $M_s\ \alpha'$.
Cette étude a permis la construction d'un diagramme "To-X" (température de transition par exemple : $T_o\ \beta \Leftrightarrow \omega$) qui donne, en fonction de la température et du pourcentage en vanadium, les phases métastables ou stables présentes (fig. II-8).

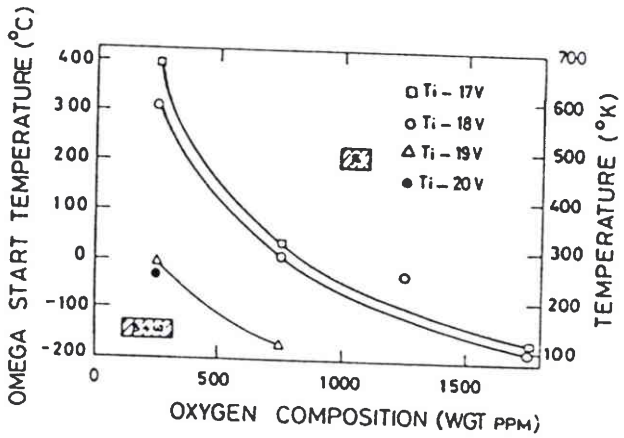


Fig. II-9 : Courbes de transition To $\beta \Leftrightarrow \omega$ en fonction du taux d'oxygène pour différents alliages de titane-vanadium [17].

Paton et Williams [17] ont montré que l'addition d'oxygène dans les alliages de titane-vanadium a pour effet de diminuer la température de transition T_0 $\beta \Leftrightarrow \omega$ (fig. II-9).

2.1.3- La phase β

Pour des teneurs en éléments bêtagènes élevées, de l'ordre de 11 % en équivalent molybdène, on peut par refroidissement suffisamment rapide, conserver la phase β de haute température. La transformation d'équilibre $\beta \rightarrow \alpha + \beta$ est supprimée et la phase β est retenue dans un état métastable à température ambiante. Cette phase pourra se décomposer au cours du traitement de revenu ou sous contrainte (fig. II-3) [4].

2.2- *Phases obtenues par revenu*

Pour les alliages riches en éléments bêtagènes, la phase β est conservée à l'ambiante à l'état métastable, après trempe. Le revenu aura pour effet d'aboutir à une structure d'équilibre, $\alpha + \beta$ ou $\beta + \omega$. La transformation $\beta \rightarrow \alpha + \beta$ n'aura lieu que pour des températures de revenu suffisamment élevées, c'est à dire supérieures à 450°C, pour des alliages de titane comme le Ti-Nb, Ti-Mo, Ti-Fe et Ti-V [7]. A des températures plus basses, plusieurs types de décompositions peuvent intervenir, comme la formation de la phase ω isothermique, de α" de revenu ou de la précipitation de la phase β' (CC). Ces transformations vont être décrites ultérieurement. Ces décompositions dépendent naturellement de la composition de l'alliage.

2.2.1- Phase ω isothermique

La phase oméga isothermique est produite par un traitement de vieillissement réalisé dans le domaine de température 250 à 450°C environ. La cinétique de la transformation devient trop lente lorsque la température est inférieure à 250°C. Au delà de 450°C, la précipitation de la phase stable α du diagramme d'équilibre est prépondérante [7].

La phase oméga isothermique a une composition qui varie au cours du temps. Elle a tendance à évoluer vers une valeur d'équilibre qui ne dépend ni de la température, ni de la teneur initiale de l'alliage. La composition à l'équilibre serait très proche de la limite inférieure de la composition de la phase oméga athermique. La précipitation de phase métastable oméga isothermique provient d'une transformation classique par germination et croissance. L'apparition de cette phase en plus ou moins grande proportion est liée à la composition chimique des alliages [18, 19, 20].

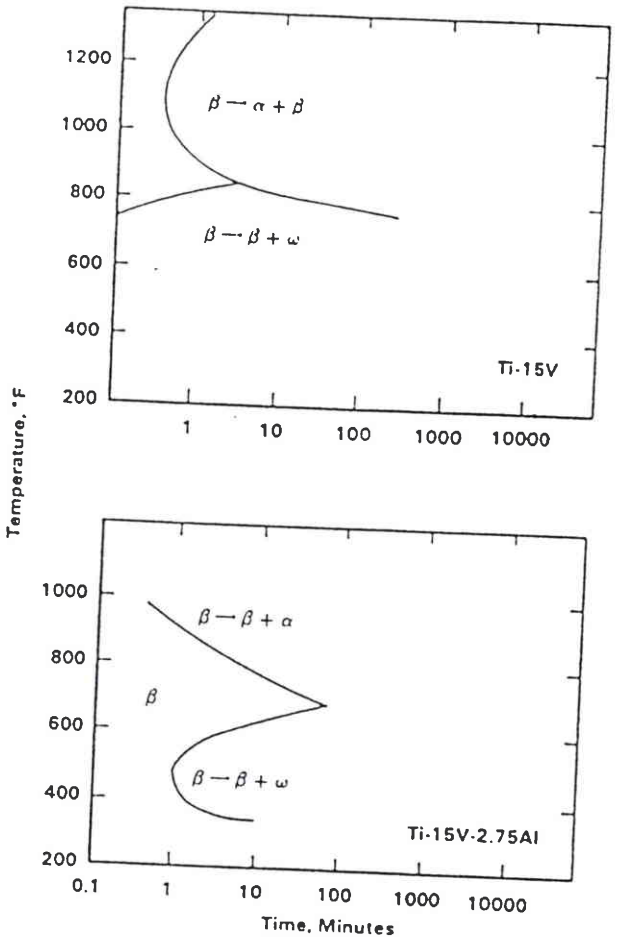


Fig. II-10 : Influence de l'aluminium sur les transformations β -->α et β -->ω pour l'alliage Ti-15V [19].

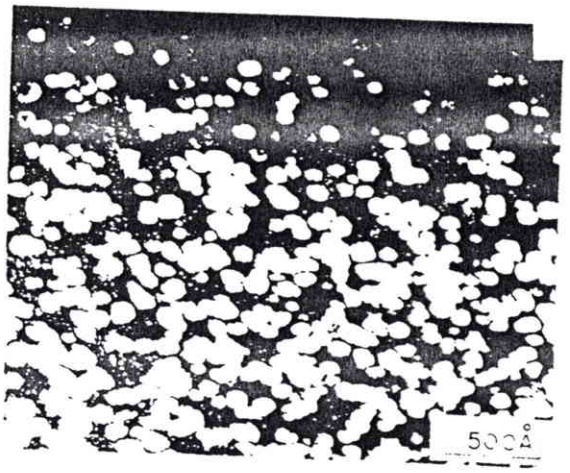


Fig. II-11 : Micrographie électronique en fond noir. Particules de phase ω dans le Ti-20V [21].

L'addition de zirconium, d'étain, d'aluminium, d'oxygène et d'hydrogène aurait pour effet de réduire l'apparition de la phase ω. Le zirconium et l'étain en présence d'éléments plus bêtagènes qu'eux (molybdène et vanadium) ont tendance à accroître la stabilité de la phase β et ainsi à diminuer le volume de la phase ω. L'aluminium tend à stabiliser la phase α. Il crée donc une compétition entre l'apparition de la phase α et la phase ω. Il y aurait disparition de la phase ω par mécanisme diffusionnel au profit de la phase α. L'influence de l'aluminium est visible sur l'allure des courbes T.T.T. (temps, transformation, température) de l'alliage Ti-15V (fig. II-10) [19]. Il augmente le temps d'incubation des phases ω et α.

La phase ω isothermique apparaît dans la matrice sous forme de petits précipités qui évoluent en fonction du temps. Morniroli [7] a observé des particules de 200 nm dans un alliage Ti-28Nb trempé puis vieilli à 360°C pendant quatre heures. Paton et al. dans le Ti-20V [21] ont trouvé des particules de phase ω d'une dizaine de nanomètres après vieillissement à 350°C pendant vingt minutes (fig. II-11).

La phase ω isothermique est due, comme la phase ω athermique, à une déformation locale du réseau cubique centré de la matrice β. Les micro-domaines qui en résultent vont être stabilisés grâce à la diffusion qui a lieu lors du traitement de vieillissement. Les relations d'orientation de la phase ω isothermique restent les mêmes que celles de la phase ω athermique. On constate que la présence de la phase ω conduit à l'augmentation de la dureté et du module d'élasticité. La formation de la phase ω fragilise le matériau. Elle est considérée comme nuisible pour les alliages de titane.

2.2.2- La martensite α" de revenu

Certains auteurs ont observé la présence de martensite α" après mise en solution dans le domaine β, trempe et revenu. Dans l'alliage Ti-10-2-3 (Ti-10V-2Fe-3Al), de la martensite α" est observée après mise en solution dans le domaine β puis revenu en dessous de 550°C [22].
Dans les alliages T17 (Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr) et β-CEZ (Ti-5Al-2Sn-4Zr-4Mo-2Cr-1Fe), la phase α" a été observée après mise en solution dans le domaine β puis revenu entre 300 et 450°C pour l'alliage T17 et 300-500°C pour β-CEZ [23, 24]. L'apparition de cette phase dans ces alliages serait provoquée par les déformations importantes engendrées par la précipitation des phases α et ω [22].
Les relations d'orientation de la phase α" de revenu avec la phase β restent les mêmes que celles de la phase α" de trempe.

2.2.3- La phase β'

Pour des alliages dont la teneur en éléments bêtagènes est trop élevée pour permettre la formation de phase ω isotherme et à une température de revenu comprise entre 200 et 500°C; on peut observer une décomposition isotherme de la phase β en phase β' (fig. II-3). Ces petits précipités β' (CC) sont appauvris en éléments bêtagènes, ils constituent les précurseurs de la germination de la phase α [22].

2.2.4- La phase α

La phase α d'équilibre peut se former à partir des phases β', ω et β. La morphologie et la distribution de la phase α dépendent de la composition de l'alliage et de son mode de germination.

2.2.5- Composés intermétalliques

Dans l'alliage binaire titane-aluminium, la limite de solubilité à 500°C de l'aluminium est proche de 7 % pondéral. Au-delà de cette valeur, on a l'apparition du composé Ti_3Al appelé α_2 (H) très fragilisant [25]. Cette limite de solubilité est fortement abaissée par la présence des interstitiels et par d'autres éléments comme le zirconium et l'étain. Dans la pratique, pour éviter l'apparition de la phase de type Ti_3Al, il faut que la teneur en équivalent aluminium soit inférieure à 9 %. L'aluminium équivalent ($Al_{eq.}$) se calcule grâce à la relation suivante :

$$Al_{eq.} = Al + Sn/3 + Zr/6 + 10.(O + C + 2N) \text{ \% pondéral [26].}$$

L'ajout d'éléments bêtagènes eutectoïdes (Cr, Fe...) peut conduire également à la formation de composés intermétalliques qui auraient des effets néfastes sur les propriétés mécaniques [4].

3- *Transformation de phase des alliages de titane β sous contrainte à température ambiante*

3.1- *Nature des phases et conditions d'apparition*

Les phases α", α' et ω peuvent se former dans des alliages de titane, par transformation de la phase β métastable lors de l'application d'une contrainte ; ce sont des martensites d'écrouissage. Elles sont observées dans les alliages β métastables où le point Ms est abaissé en-dessous de la température ambiante. Le point Ms ne doit pas se situer trop bas de Ms = 0°C, car plus la différence entre la température ambiante et Ms est grande, plus la transformation martensitique devient difficile. Ces phases

martensitiques résultent de la déstabilisation par écrouissage de la phase β de trempe. L'énergie mécanique fournie par les contraintes extérieures permet la formation de ces martensites. Elles peuvent alors apparaître à une température supérieure à Ms. Plus la température de déformation est supérieure à Ms et plus l'énergie mécanique à fournir sera importante.
La nature de la martensite formée lors de la déformation dépend de la composition des alliages. Ceux riches en éléments bêtagènes, comme par exemple le β III (Ti-11,5Mo-6Zr-4,5Sn) sont trop stables pour former ces martensites. La phase oméga (ω) d'écrouissage a été observée notamment dans les alliages de titane contenant 18 à 20% de vanadium [1, 7, 27, 28]. Les phases α' et α" ont été observées respectivement dans les alliages Ti-7Cr-4Zr-Al (α') et Ti-16V-6Sn-Al (α'') [17].

Menon [29] a analysé la transformation sous contrainte de l'alliage Ti-20V. Il a noté la présence de martensite α" sous forme de petites lattes uniquement à l'intérieur des macles de type {153} et non à l'intérieur de la matrice β. L'apparition de la phase α" semble être associée au processus de déformation par maclage, précédent la transformation de phase β -> α". On observe aussi la présence de fines particules de phase ω dans les zones maclées. Ces observations sont réalisées sur des échantillons trempés, donc susceptibles de former de la phase ω athermique. Selon l'auteur, il apparaît après déformation sur des clichés de diffraction des particules bien définies de phase ω. Ceci est révélateur de la croissance de la phase ω induite sous contrainte. Les phases α" et ω peuvent coexister dans les macles pour accommoder la déformation.
Une étude sur l'alliage Ti-10Zr-12V [30] a montré que le volume de phase ω peut croître isothermiquement à température ambiante sous l'effet de contraintes.
Duerig et Terlinde [31] ont également observé, après déformation, la présence de phases ω et α" à l'intérieur des macles mais de type {112}, pour le matériau Ti-10V-2Fe-3Al.

Les relations d'orientations entre les phase α" d'écrouissage et β sont les mêmes que celles de la martensite α" de trempe. Le passage de la structure cubique centrée β à la structure orthorhombique α" peut être schématisé en considérant la structure β comme une structure orthorhombique [32] où :

$$a_{\beta(orth)} = a_{\beta} \rightarrow a_{\alpha''}$$
$$b_{\beta(orth)} = \sqrt{2}a_{\beta} \rightarrow b_{\alpha''}$$
$$c_{\beta(orth)} = \sqrt{2}a_{\beta} \rightarrow c_{\alpha''}$$

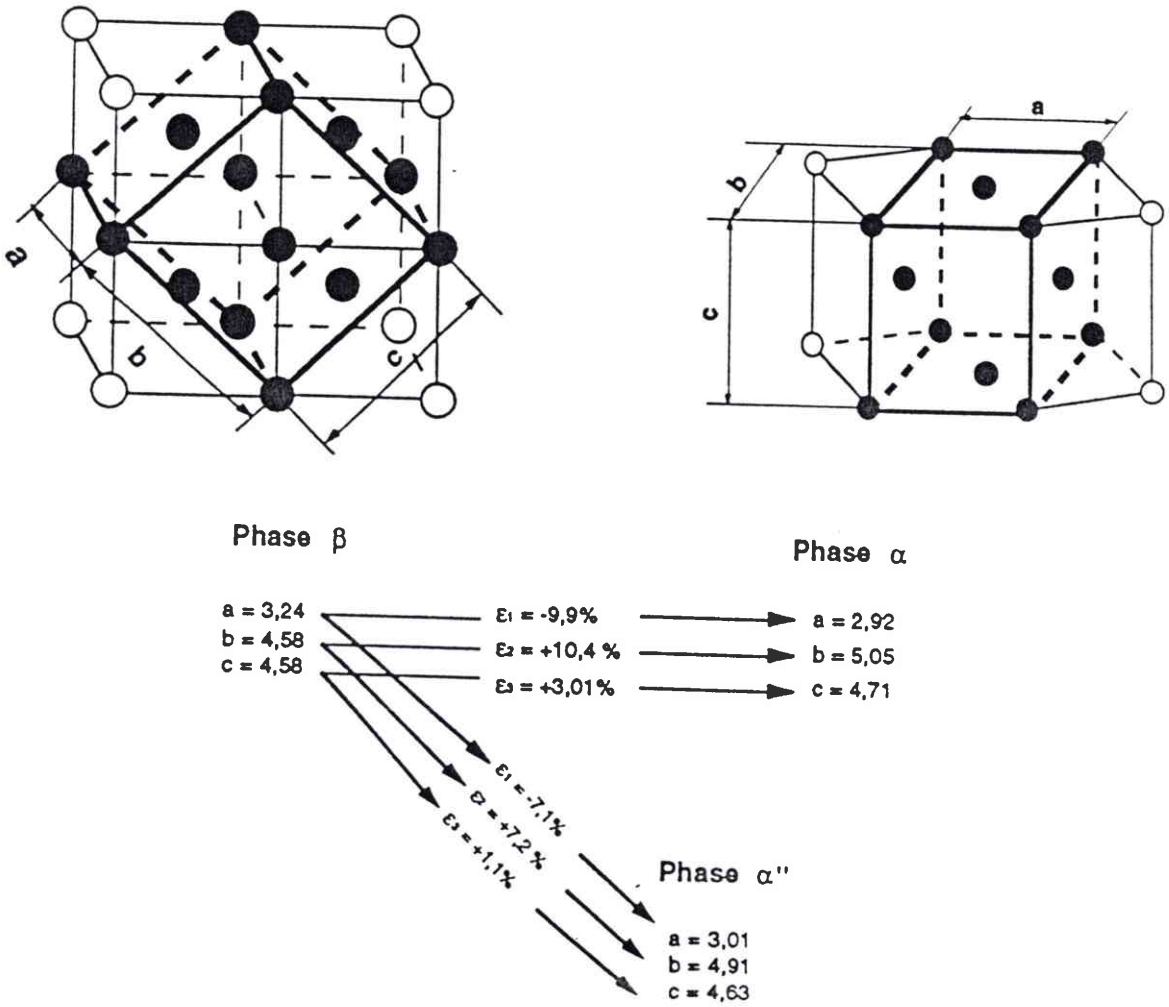


Fig. II-12 : Représentation orthorhombique des phases α et β. Les paramètres de réseau et de déformation ont été déterminés pour l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al [32].

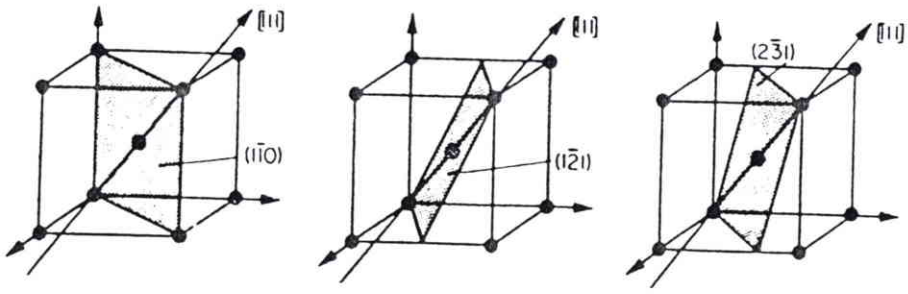


Fig. II-13 : Plans et directions de glissement dans le cubique centré [33].

Les déformations du réseau pour former les phases α' et α'' dans le cas de l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al [32] sont données par la figure II-12.
Les distances réticulaires entre les structures α' et α'' sont très proches. Il est donc difficile de les différencier par microscopie électronique en transmission. Par contre cela est possible par diffraction de rayons X. La structure martensitique α'' se différencie de la structure hexagonale par un dédoublement des raies α' (10-10) et (10-11). Elles se décomposent respectivement en (110), (020) et (111), (021) α''. C'est donc essentiellement ces raies qu'il est nécessaire de rechercher pour vérifier la présence de phase α'' d'écrouissage.

3.2- *Effet de la phase ω athermique sur la transformation sous contrainte β -> α'' des alliages β_m*

Deux théories sont en opposition sur l'effet de la présence de la phase ω athermique sur la transformation de phase β->α'' sous contrainte. Duerig et Terlinde [31] ont suggéré que l'amorçage de la transformation β->α'' nécessitait d'autant plus d'énergie que le volume de phase ω athermique était plus important dans la matrice. Flower [30] suppose que la phase oméga, qui s'oppose aux déplacements des dislocations et défauts générés lors de la déformation de l'alliage, augmente les contraintes internes du matériau facilitant, ainsi la transformation.

4 - *Mécanismes de déformation plastique dans les alliages de titane β*

Les déplacements relatifs des atomes, sous l'effet des contraintes externes, se font principalement par glissement ou/et par maclage. Les mécanismes de déformation dépendent des conditions expérimentales comme par exemple la température, la vitesse de déformation et de l'orientation des grains. La taille de grain et la présence d'une seconde phase influent également sur ces mécanismes.

4.1- *Déformation par glissement dans le cubique centré (c.c)*

Le glissement est défini par une direction et un plan. Les directions de glissement <111>, pour les structures cubiques centrées, sont celles qui comportent la plus grande densité d'atomes. Les plans de glissement {110} sont les plans denses du réseau. D'autres plans secondaires comme {112}, {123} (plans quasi-denses) peuvent être actifs (fig. II-13) [33].

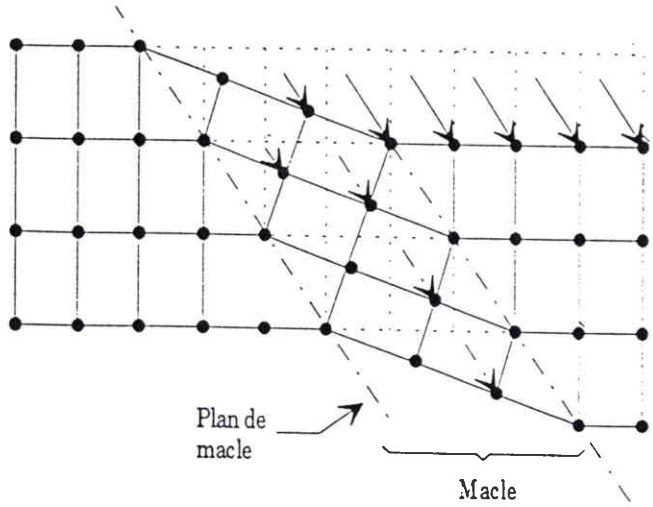


Fig. II-14 : Schéma d'une macle [33].

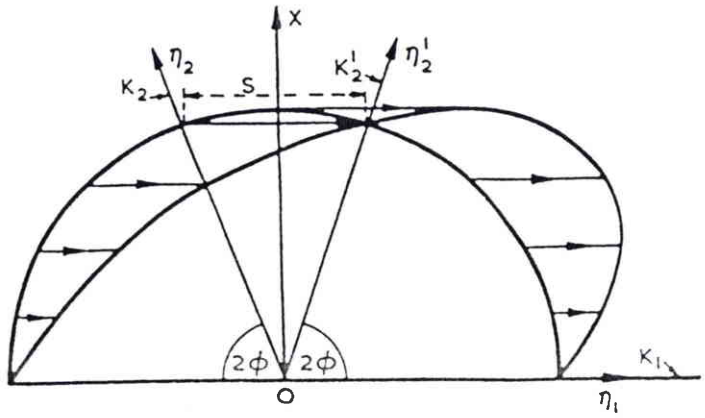


Fig. II-15 : Définition des éléments géométriques du maclage [33].

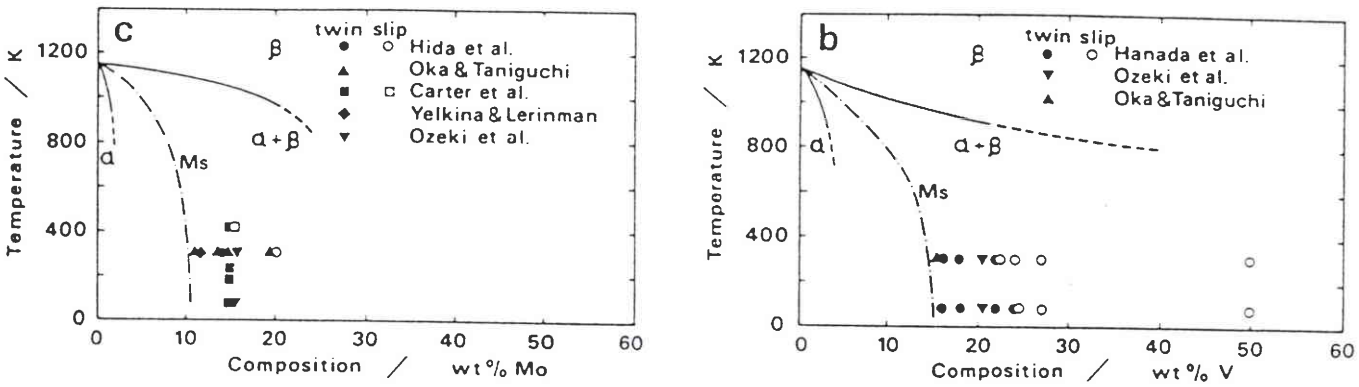


Fig. II-16 : Modes de déformation plastique en fonction de la composition pour différents alliages de titane β [36].

4.2- *Déformation par maclage dans le cubique centré*

Lors de la déformation par maclage les atomes subissent une translation par cisaillement du réseau parallèlement au plan de macle et selon une direction dite de maclage telle que le réseau maclé soit symétrique du réseau primitif par rapport au plan de macle appelé plan miroir. Le déplacement subi par chaque atome est ici inférieur à une distance interatomique (fig. II-14) [33]. La déformation par glissement conserve l'orientation du cristal, par contre la déformation par maclage en change l'orientation. La figure II-15 définit la disposition des éléments géométriques du maclage. Les deux plans importants caractérisant le maclage sont K_1, dit plan de maclage, et le plan K_2. Le plan K_1 est invariant par le cisaillement du maclage et contient la direction de maclage η_1. Le deuxième plan K_2 se retrouve après maclage dans une autre position K'_2 se déduisant l'une de l'autre par réflextion par rapport à K_1. Les deux directions η_2 et η'_2, contenues respectivement dans les plans K_2 et K'_2, forment un angle 2ϕ avec la plan K_1. Le taux de cisaillement $S = 2 \cot g\, 2\phi$ (fig. II-15).

Compte tenu du grand nombre de systèmes de glissement disponibles dans les métaux cubiques centrés, le maclage est peu fréquent. Des macles se forment surtout à basse température et à grande vitesse de déformation. Le système de maclage généralement rencontré est {112} <111> [33]. On note également la présence de macles de type {332} <113> accompagnées de phase ω dans les alliages cubiques centrés qui peuvent présenter une transformation martensitique. C'est le cas des alliages Fe-Be en solution sursaturée, comportant 20 à 25 % de Berylium [34].

4.3- *Observation des mécanismes de déformation dans les alliages de titane*

Les travaux les plus importants sont ceux de Hanada et Izumi qui ont travaillé sur les alliages Ti-V, Ti-Mo, Ti-Nb et sur des alliages contenant en plus du zirconium, de l'aluminium ou de l'étain, ainsi que sur des alliages industriels. Pour les alliages Ti-V, les études ont porté sur des monocristaux et des polycristaux [1, 27, 28, 35, 36].

Ces auteurs ont montré que le mode de déformation principal des alliages en phase β du titane est lié à la stabilité de l'alliage.
Le maclage {332} <113> se produit d'autant plus facilement que la phase β est instable. Quand la phase β devient plus stable, le maclage est inhibé et le mode de déformation principal est le glissement {112} <111> (fig. III-16). La stabilité de la phase β a été estimée à partir de clichés de

Alliages	Mode de déformation	d*0002/d*222
Ti-20V	maclage*	0.667 ± 0.002
Ti-20V-3Sn	maclage	0.662 ± 0.002
Ti-20V-0.15O	maclage	0.661 ± 0.002
Ti-20V-6Al	glissement	0.651 ± 0.003
Alliages commerciaux		
Ti-11.5-Mo-6Zr-4.5Sn	maclage	0.664 ± 0.002
Ti-15Mo-5Zr	maclage	0.664 ± 0.002
Ti-15Mo-5Zr-3Al	glissement	0.658 ± 0.002
Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr	glissement	0.650 ± 0.003
Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn	glissement	0.650 ± 0.003
Ti-8Mo-8V-2Fe-3Al	glissement	0.649 ± 0.003
Ti-13V-11Cr-3Al	glissement	0.643 ± 0.003

*** Le maclage est accompagné de la transformation de phase ω, lors de la déformation.**

Tableau II-2 : Rapport d^*_{0002}/d^*_{222} en fonction de la composition pour différents alliages de titane β [1].

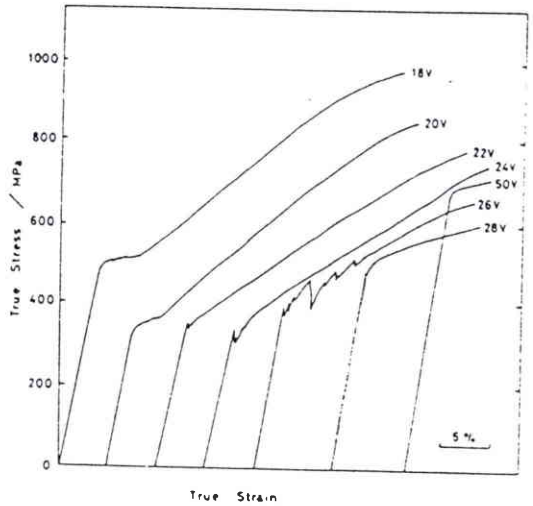


Fig. II-17 : Courbe de traction contrainte-déformation pour différents alliages de titane β déformés à 300 K (27 °C) [28].

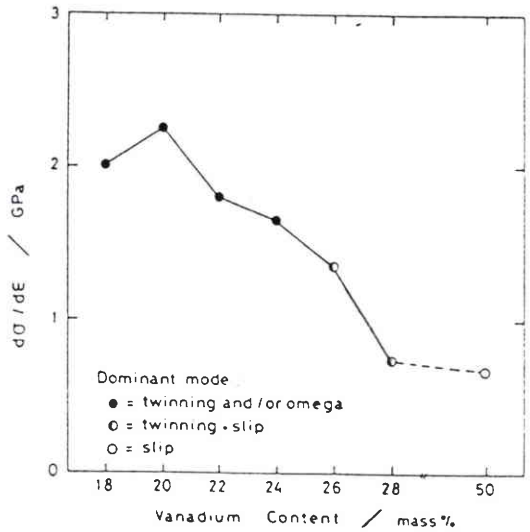


Fig. II-18 : Taux de consolidation et mode de déformation pour différents alliages de titane β déformés à 300 K (27 °C) [28].

diffraction électronique d'alliages trempés, pour lesquels une phase ω athermique est formée. Ils ont également remarqué que le changement de mécanisme de déformation se faisait lorsque le rapport $d^*_{(\omega)0002}/d^*_{(\beta)222}$ (rapport des distances interréticulaires, dans l'espace réciproque, correspondant aux phases ω induite sous contrainte et β) atteignait la valeur critique de 0,660 (tableau II-2) [1].

D'après Hanada et al. [27], seul le maclage {332} <113> a été observé sur les alliages Ti-V pour une plage de composition allant de 16 à 24 % de vanadium. Par contre les travaux de Paton et Williams [17] confirment la présence du maclage de type {112} <111> pour les alliages Ti-V de composition similaire, de haute pureté à 300 ppm d'oxygène. Le désaccord peut être dû à la différence dans la quantité d'impuretés introduite lors des différents stades de préparation des échantillons.

Le maclage {332} <113> a été également observé dans les alliages β III (Ti-11,5Mo-6Zr-4Sn) et Ti-15Mo-5Zr où la quantité d'impuretés est supérieure à 0,1 % [1].

5- *Effet du mode de déformation et des éléments d'alliage sur les caractéristiques mécaniques*

Hanada et al. [28] ont étudié l'effet du mode de déformation sur les alliages Ti-V trempés contenant de 18 à 50% de vanadium et 300 ppm d'oxygène, avec une taille de grain de 200 microns. Ils ont pu observer différents phénomènes qui sont résumés sur les courbes figures II-17 et II-18. Les alliages β métastables Ti-18V et Ti-20V qui se déforment par maclage {332} <113> présentent d'une manière générale une faible limite d'élasticité et un allongement important. Le taux élevé de consolidation dans ces alliages déformés à 300 K (27°C) est dû probablement à un durcissement local consécutif à la présence de la phase ω induite sous contrainte. La phase oméga s'opposerait au déplacement des dislocations et défauts cristallins générés lors de la déformation de l'alliage. Ces travaux ont également montré qu'un allongement important est en rapport avec une densité élevée de dislocations dans les macles mécaniques. Dans les alliages stables Ti-28V, le maclage est annihilé et le glissement <111> devient le mode principal de déformation, entraînant une limite d'élasticité élevée et une déformation faible (fig. II-17 et II-18).

Par des clichés de diffraction électronique d'alliages de titane trempé, il a été mis en évidence que l'addition d'un troisième élément tel que l'étain, l'oxygène et l'aluminium dans le Ti-20V, supprime la transformation de phase ω induite sous contrainte dans les macles {332} <113> (fig. II-19), ou change le mode de déformation. On passe du maclage {332} <113> au glissement de type <111>. Le changement de stabilité est dû à l'addition d'un élément ternaire dans l'alliage Ti-20V,

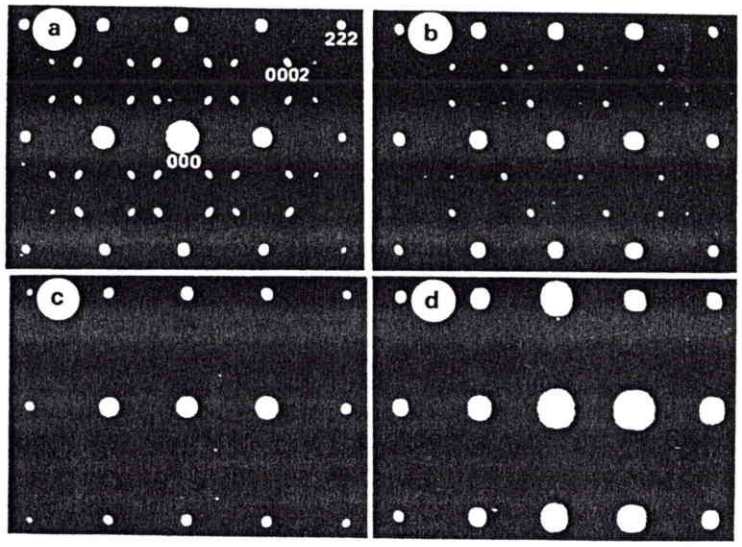


Fig. II-19 : Cliché de diffraction électronique (110)β d'alliages de titane trempé :(a) Ti-20V, (b) Ti-20V-3Sn, (c) Ti-20V-0.15O, (d) Ti-20V-6Al [1].

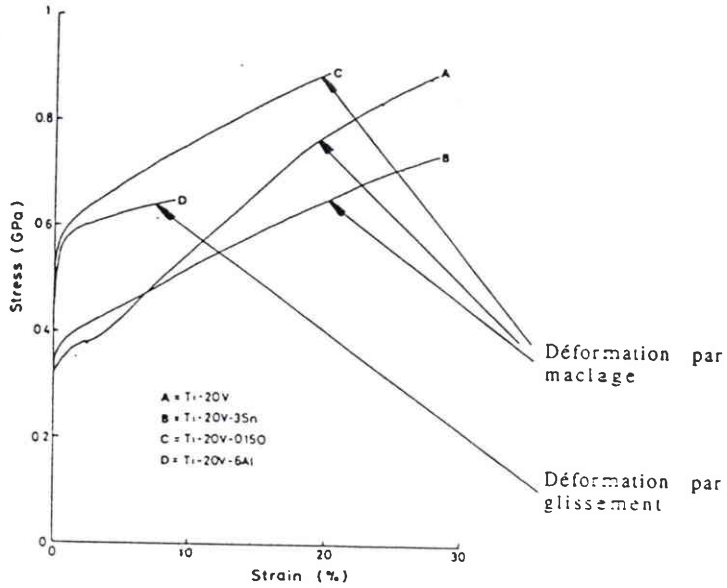


Fig. II-20 : Courbes de traction contrainte-déformation pour des alliages de Ti-20V trempés comportant ou non un élément d'alliage [1].

Alliages	Mode de déformation	Limite élastique en MPa	Allongement en %
Ti-20V	maclage*	328	37
Ti-20V-3Sn	maclage	350	39
Ti-20V-0.15O	maclage	555	27
Ti-20V-6Al	glissement	501	14

* Le maclage est accompagné de la transformation de phase ω, lors de la déformation.

Tableau II-3 : Mode de déformation, limite élastique et allongement en fonction de la composition pour différents alliages de titane β [27].

ceci induit les différences entre les courbes de traction contrainte-déformation (fig. II-20).

Hanada et Izumi relient directement mécanismes de déformation et propriétés mécaniques (tableau II-3). Or, pour changer de mécanisme de déformation, passer du maclage au glissement, il a fallu ajouter 6% d'aluminium.

Ces auteurs [18, 37] ont également étudié deux alliages Ti-16V et Ti-7Cr pour déterminer l'influence d'un troisième ou quatrième élément sur les propriétés mécaniques, sur le mode de déformation, ainsi que sur la stabilité de la phase β. Le pourcentage de vanadium et de chrome correspond à la teneur minimale de 16 et 7% respectivement, afin d'empêcher une transformation martensitique lors de la trempe. Le zirconium, l'étain et l'aluminium ont été choisis comme éléments d'alliage. Ce sont des éléments que l'on rencontre le plus souvent dans l'industrie. Hanada et al. ont montré que le zirconium a peu d'influence sur le mode de déformation et les caractéristiques mécaniques de la phase β (fig. II-21). On observe toujours du maclage (332) ainsi que la transformation de phase ω. Par contre l'addition d'étain et d'aluminium change le mode de déformation. Le maclage (332) est remplacé par une déformation martensitique α' ou α", suivant la composition. La structure cristalline de la martensite est orthorhombique (α") dans les alliages Ti-16V-Sn, Ti-16V-6Zr-Al et Ti-7Cr-Sn et hexagonale (α') dans Ti-7Cr-4Zr-Al. L'étain et l'aluminium suppriment la transformation de phase ω athermique. L'aluminium a un effet beaucoup plus marqué que l'étain. Il suffit d'ajouter 1,5% d'aluminium contre 4-5% d'étain pour augmenter la proportion de phase martensitique lors de la déformation.

En ajoutant beaucoup plus d'étain et d'aluminium, par exemple dans l'alliage Ti-16V-6Sn-3Al, on supprime les transformations martensitiques induites sous contrainte. La stabilité de l'alliage croît, le mode de déformation devient le glissement, induisant une baisse de la ductilité et une hausse de la limite d'élasticité (fig. II-22).

La formation de martensites d'écrouissage α' et α" conduit à une faible limite d'élasticité et une ductilité assez grande suivant les alliages. On peut remarquer que l'addition d'aluminium avec le zirconium pour les alliages Ti-16V-6Zr-Al et Ti-7Cr-4Zr-Al a tendance à faire apparaître une double limite d'élasticité (fig. II-23). Ce palier correspond en fait à la contrainte nécessaire pour initier la réaction β -> α" à température ambiante. Ce phénomène a été également remarqué dans l'alliage Ti-10-2-3 [37]. La distorsion associée à la formation de la phase α" fournit une base pour comprendre la présence de ce palier. Le réseau subit une distorsion, la formation de α" s'accompagne d'une déformation plastique.

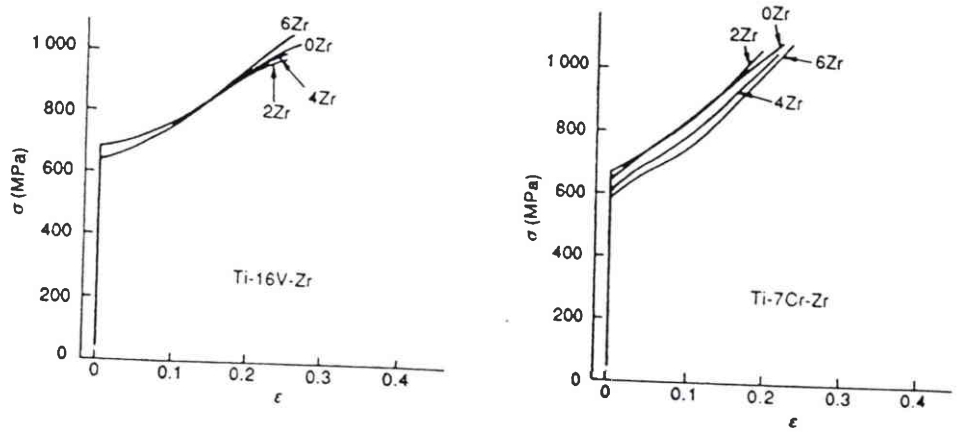


Fig. II-21 : Courbe de traction contrainte-déformation pour les alliages Ti-16V et Ti-7Cr dopés au zirconium [37].

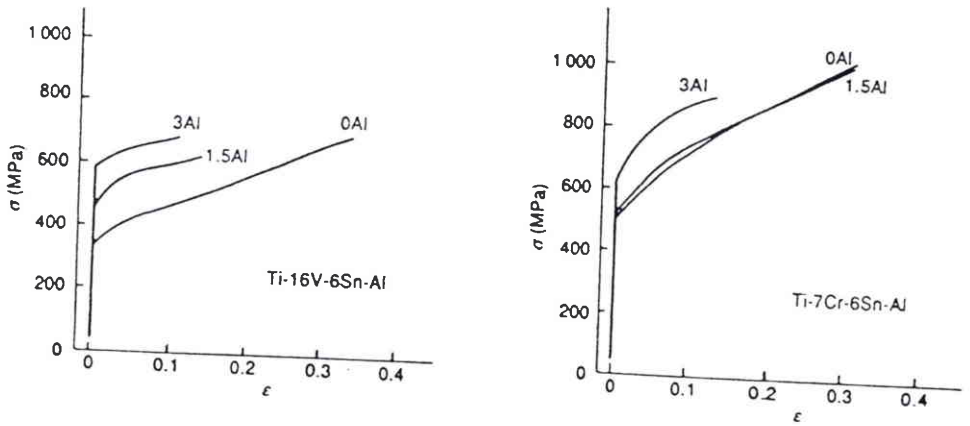


Fig. II-22 : Courbe de traction contrainte-déformation pour les alliages Ti-16V et Ti-7Cr dopés à l'étain et à l'aluminium [37].

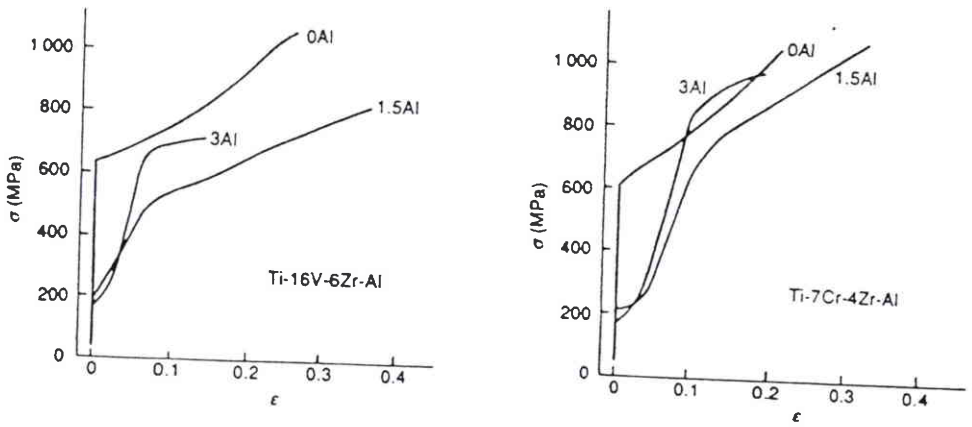


Fig. II-23 : Courbe de traction contrainte-déformation pour les alliages Ti-16V et Ti-7Cr dopés au zirconium et à l'aluminium [37].

La réaction β -> α" déforme le réseau de manière à accommoder la déformation par ce moyen en réduisant l'énergie du système. La martensite α" est souvent accompagnée de macles de type {112} <111> [38], ce qui implique la diminution de la limite d'élasticité apparente dans les alliages cités.

Les éléments comme l'oxygène, l'azote et le carbone permettent également d'augmenter la résistance de l'alliage. Cependant la teneur doit en être limitée car ils sont néfastes pour la ductilité et la tenue en fatigue. L'hydrogène, quant à lui, est un élément bêtagène eutectoïde qui conduit, même en très faible quantité, à la formation d'hydrures fragilisants. On limite sa teneur à 150 ppm.

6- *Conclusion*

La réponse aux traitements thermiques des alliages de titane est basée sur le fait que l'on peut conserver par trempe sous forme métastable la phase β de haute température. Cette phase β métastable est susceptible de former des phases comme α', α" ou ω, lors de traitements thermiques. L'apparition de ces phases dépend évidemment de la structure initiale et de la cinétique de refroidissement.
Le tableau II-4 fait un récapitulatif des principales phases présentes dans les alliages de titane. Pour l'apparition des phases α" et ω d'écrouissage dans les alliages β métastables, des conditions essentielles sont nécessaires : une mise en solution dans le domaine β, suivie d'une trempe rapide et/ou de l'application d'une contrainte.
Les alliages binaires semblent se déformer par maclage. L'ajout d'un troisième ou quatrième élément alphagène, en faible proportion, change le mode de déformation, favorisant ainsi la déformation par formation de martensites. De plus fortes quantités d'éléments d'alliage tendent à stabiliser l'alliage et le glissement devient le mode de déformation principal.

L'activité de ces mécanismes est liée à la stabilité de la phase β. Cette stabilité dépend de la composition chimique de l'alliage ainsi que des traitements thermiques et mécaniques réalisés. Les caractéristiques mécaniques liées au déclenchement de l'un ou l'autre de ces modes de déformation peuvent être très différentes. Un alliage de titane β se déformant par maclage aura une limite d'élasticité faible et une grande ductilité alors que si la déformation se fait par glissement, on a l'inverse. Si l'on veut obtenir un alliage de titane ayant une énergie de déformation ($W = \sigma.\varepsilon$) la plus élevée possible, celui-ci doit se déformer par glissement d'abord puis par maclage ensuite.

Phases	Structures	Caractéristiques, conditions d'apparition
α	Hexagonale	α est le produit stable de décomposition de la matrice β. La phase α obéit aux relations de Burgers.
α2	Hexagonale	Composé intermétallique, structure ordonnée de la phase α. Apparaît pour une teneur en aluminium supérieur à 9%.
α'	Hexagonale	Phase martensitique observée dans les alliages faiblement alliés.
α"	Orthorhombique	Autre phase martensitique qui apparaît dans les alliages de titane dont la teneur en éléments bêtagènes est plus élevée. Apparaît également lors d'une déstabilisation par écrouissage de la phase β.
ω - ω ath. - ω iso. - ω s.	Hexagonale	Produit de décomposition de la phase β lorsque l'alliage est suffisamment enrichi en éléments bêtagènes. - ω ath. : transformation de β lors d'une trempe rapide. - ω iso. : décomposition de β lors d'un revenu effectué entre 200 et 450°C environ. - ω s : décomposition de β sous contrainte.
β	Cubique centré	Phase stable à haute température.
β'	Cubique centré	Phase apparaissant dans les alliages à teneur élevée en éléments bêtagènes.

Tableau II-4 : Principales phases présentes dans les alliages de titanes [22].

Notre but essentiel sera de définir le ou les alliages de titane bêta ainsi que les procédés de fabrication qui permettront d'obtenir les meilleures caractéristiques mécaniques : le matériau choisi devra avoir, dans la mesure du possible, une limite d'élasticité élevée associée à une bonne ductilité.

Pour cela, les paramètres qu'il faut maîtriser sont la composition de l'alliage, -en particulier les effets de certains éléments comme l'aluminium, l'oxygène...- ainsi que la microstructure.

TECHNIQUES UTILISEES

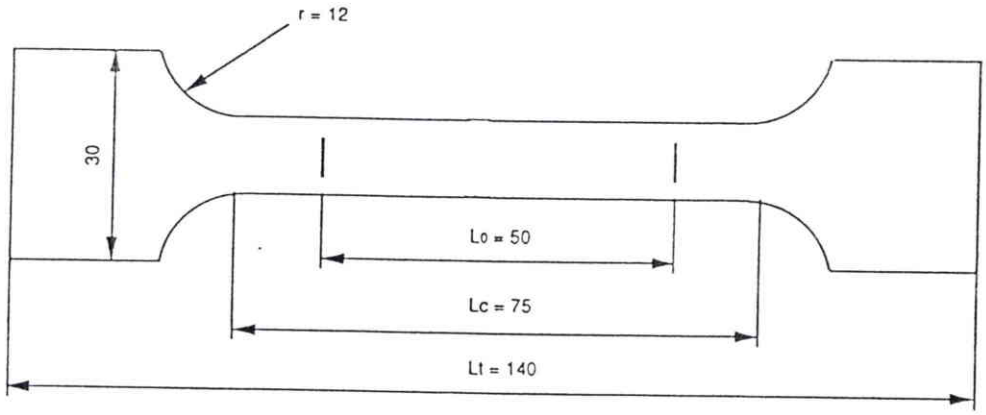


Fig. III-1 : Dimension des éprouvettes de traction de type ISO 50 (norme EN.10 0002).

III- TECHNIQUES UTILISEES

Par différents essais mécaniques (laminage, traction et compression) nous allons chercher à savoir quels mécanismes de déformation sont mis en jeu lors de ces sollicitations. Une étude de recristallisation sera faite. Une analyse détaillée des transformations de phase permettra une meilleure définition de la gamme d'élaboration. Enfin, une étude de la texture permettra d'identifier la séquence des mécanismes mis en jeu lors de la déformation.
Dans ce qui suit nous présentons d'abord les techniques utilisées pour mener à bien notre étude.

1- *Essais mécaniques*

1.1- *Essais de dureté*

Les essais de dureté des échantillons polis ont été réalisés à l'aide d'un duromètre de type VICKERS, avec une charge de 30 daN.

Les essais de microdureté ont été exécutés sur un microduromètre LEITZ avec une charge de 200 g (2 N).

Chaque valeur de dureté exprimée correspond à la moyenne arithmétique de cinq mesures.

1.2 - *Essais de laminage à froid*

Pour de petits échantillons (30 x 70 mm^2) ces essais de laminage, réalisés à très faible vitesse de déformation, ont été effectués sur un petit laminoir de laboratoire.

Pour des tôles de 80 x 300 mm x épaisseur de tôle, ces essais de laminage ont été effectués au LEDEPP (SOLLAC, Florange) sur un petit laminoir de type Duo de diamètre de cylindre 243 mm, pour une vitesse de passage de 45 m/min. La présence d'amorces de crique sur les rives, apparues au cours du laminage, a nécessité un affranchissement pour détentionner les bords.

1.3- *Essais de traction*

Les essais de traction ont été effectués sur une machine ZWICK au Laboratoire de Physique et Mécanique des Matériaux (LPMM) avec un extensomètre analogique de 20 mm pour des vitesses de traverse de 5 et 50 mm/min. L'usinage des éprouvettes de traction est réalisé suivant la norme européenne EN.10 0002-1989. Les dimensions des éprouvettes sont définies pour des tôles d'épaisseur comprise entre 0,1 et 3 mm (fig. III-1). L'essai de traction permet d'obtenir un grand nombre de

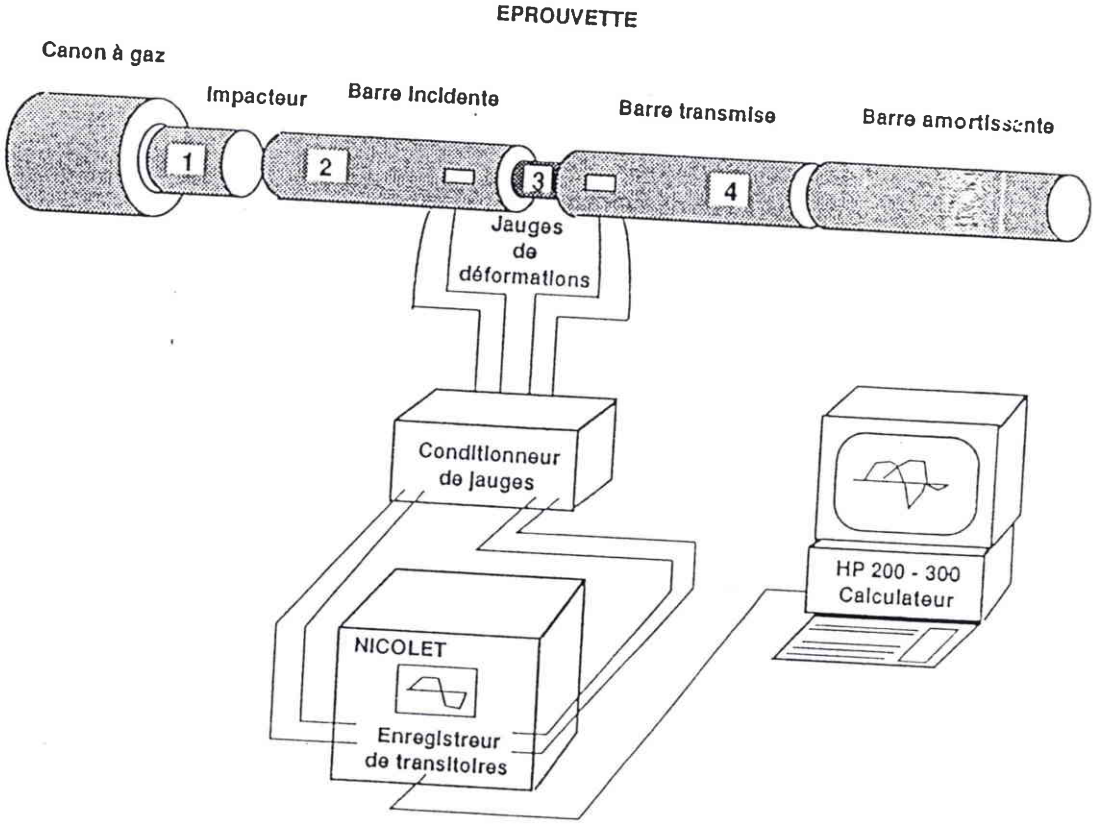


Fig. III-2 : Montage des barres d'Hopkinson [43].

caractéristiques mécaniques comme la limite apparente d'élasticité (Re), la résistance maximum à la traction (Rm) et l'allongement pour cent après rupture (A%). On peut également déterminer le coefficient d'anisotropie (r) et le coefficient d'écrouissage (n) [39]. Cet essai présente plusieurs avantages tels que la simplicité de mise en oeuvre et une assez bonne reproductibilité.

1.4- *Essais de compression*

Les essais de compression dynamiques ont été effectués au moyen des barres d'Hopkinson au LPMM.

1.4.1- Principe des barres d'Hopkinson

Les barres d'Hopkinson ont été décrites dans la littérature [40, 41] et les méthodes de dépouillement sont détaillées par Bensussan et al. [42]. Nous rappellerons ici les principales informations concernant cet essai. La figure III-2 présente le montage expérimental utilisé [43]. Le projectile (1) propulsé par un canon à gaz, entre en contact avec la barre incidente (2) créant une onde de compression. Celle-ci est prolongée par la barre transmettrice (4). L'échantillon (3) est placé entre les deux barres. Une bague d'arrêt permet de contrôler la déformation finale de l'éprouvette. Un système d'amortissement en bout de barre transmettrice permet d'éviter un déplacement important des barres de mesure. Sur chaque barre sont collées des jauges de déformation. Les signaux recueillis sont amplifiés, puis envoyés sur un enregistreur numérique. Ils sont stockés sur des disquettes magnétiques, puis transférés pour un traitement ultérieur. Les jauges collées permettent de mesurer les déformations correspondant aux signaux incidents (ε_I), réfléchis (ε_R) et transmis (ε_T) en utilisant les lois de propagation des ondes et en faisant l'hypothèse qu'il y a équilibre des contraintes aux interfaces barre-éprouvette. La déformation et la contrainte moyenne se déduisent des signaux de jauges :

Vitesse de déformation moyenne :

$$\bar{\dot{\varepsilon}}=-\frac{2c}{L}\varepsilon_R$$

Déformation moyenne :

$$\bar{\varepsilon}=-\frac{2c}{L}\int_0^t \varepsilon_R$$

Contrainte dans l'éprouvette :

$$\sigma = E_b \frac{A_b}{A_{ep}} \varepsilon_T$$

avec :

c	:	Vitesse du son dans les barres
L	:	Longueur de l'éprouvette
E_b	:	Module d'Young des barres
A_b	:	Section des barres
A_{ep}	:	Section de l'éprouvette

1.4.2- Limitation de la méthode

En dépouillant les essais à l'aide des signaux transmis et réfléchis, on accède aux grandeurs nécessaires à la détermination de la loi de comportement. Cette méthode de dépouillement a cependant des limitations. Tout d'abord, il doit y avoir équilibre des contraintes dans l'éprouvette. En pratique, les essais dynamiques ne pourront pas être dépouillés pour des déformations inférieures à 2 %. Les équations utilisées supposant des contraintes uniaxiales, il faut donc stopper l'essai avant l'apparition d'un "tonneau" sur l'éprouvette. Ceci est possible à l'aide de bagues d'arrêt qui limitent la déformation. Enfin, les contraintes d'inertie radiale doivent pouvoir être négligées. Ceci est vérifié si le rapport hauteur sur diamètre (h/d) de l'échantillon est correctement choisi. Pour le titane, h/d doit être compris entre 1 et 1,5 [44, 45]. Les frottements sont évités en utilisant de la graisse à l'interface barre-éprouvette. Ne disposant que de tôles d'épaisseur variant de 1 à 3 mm, nous avons dû poinçonner des pastilles de diamètre 8 mm qui vont être collées pour faire ces essais.

2- *Traitements thermiques*

Les traitements des tôles ont été réalisés dans un four sous vide équipé d'un système de refroidissement rapide à l'azote (1 bar).

Un dilatomètre de trempe de type ADAMEL-DT1000 piloté par micro-ordinateur a permis de suivre les transformations de phase lors du chauffage et du refroidissement, ainsi que l'étude de la recristallisation et de la croissance du grain pour les alliages de titane bêta.

Les éprouvettes de forme parallélépipèdique ont la géométrie suivante : 12 à 16 mm x 3 x épaisseur de la tôle. L'épaisseur des tôles varie de 1 à 3 mm. Les échantillons sont prélevés dans la direction de laminage de la tôle.

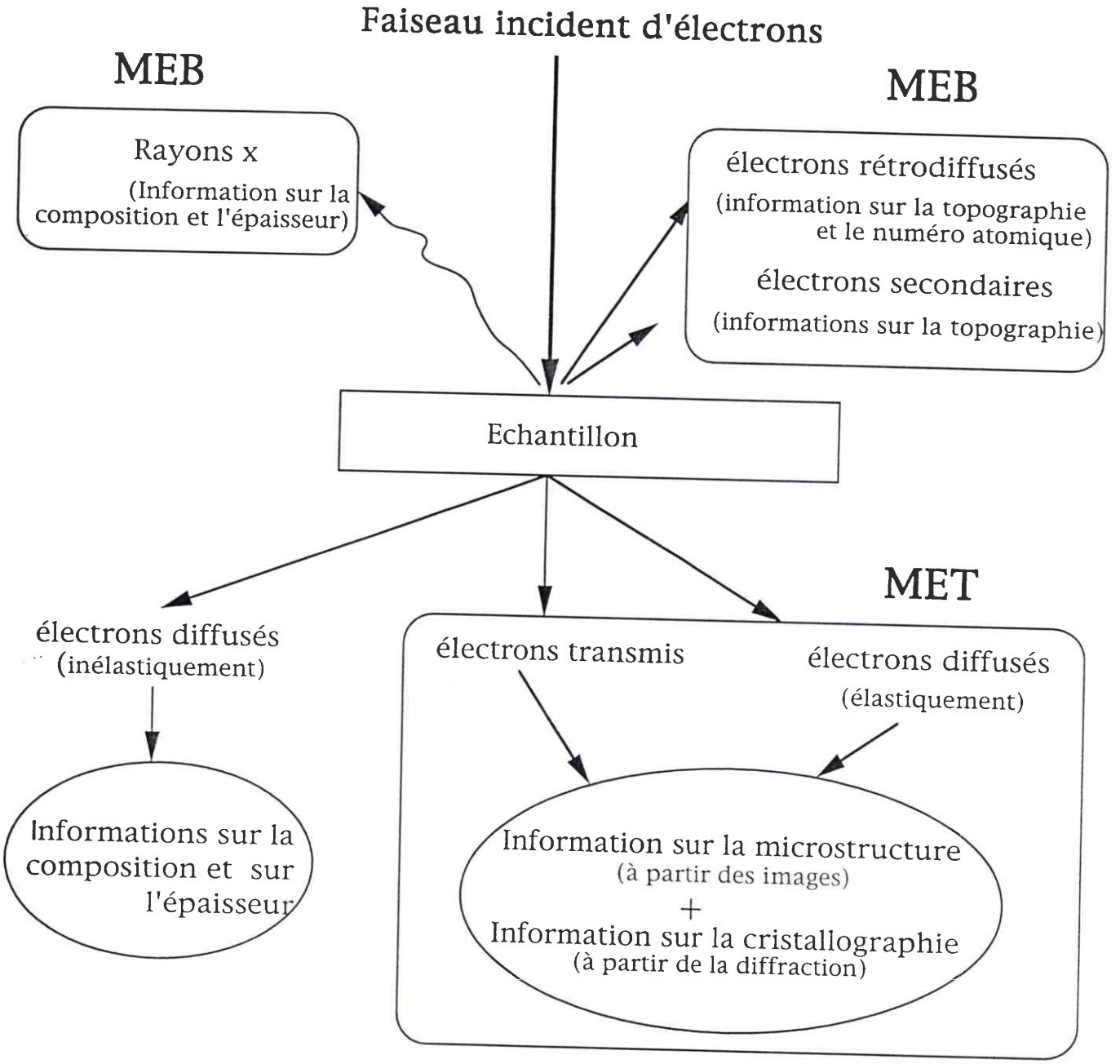


Fig. III-3 : Signaux qui résultent de l'interaction d'un faisceau d'électrons avec la matière.

Le cycle thermique est programmé par segments, les types de segment utilisés sont :

- mise à vide de l'enceinte étanche (8.10^{-2} mbar)
- montée en température
- maintien isotherme
- refroidissement (trempe hélium ou air comprimé).

3- *Méthodes d'analyse*

3.1 - *Microscopie optique*

La métallographie optique a pour but de mettre en évidence les constituants d'un matériau. Pour cela, on procède à l'examen au microscope par réflexion d'une surface d'un échantillon polie et attaquée.

La préparation adoptée est un polissage mécanique sous eau jusqu'au papier abrasif 1200.

Les échantillons suivant DL-DN (sur la tranche) subissent un polissage électrolytique ; les conditions sont les suivantes :

Electrolyte	: A3 (Alcool méthylique et Glycol butylique) de chez STRUERS.
Tension	: 15 V
Temps	: 1 mn
Température	: ambiante

Les échantillons suivants DL-DT sont polis sur un feutre imprégné d'une solution STRUERS OPS à base de gel de silice.

Après polissage, les échantillons sont attaqués chimiquement avec une solution contenant 3 cm^3 d'acide fluorhydrique, 6 cm^3 d'acide nitrique et 100 cm^3 d'eau distillée.

Les examens micrographiques jusqu'au grandissement de 1000 fois ont été effectués sur un microscope optique ZEISS.

3.2- *Méthodes complémentaires*

3.2.1- Microscopie électronique à balayage (M.E.B.)

Le principe de la microscopie électronique à balayage consiste à bombarder un échantillon par une faisceau d'électrons. Les informations provenant de l'interaction faisceau incident-matériau (fig. III-3), en particulier des électrons secondaires, sont transformées en signal électrique. Ce signal module l'intensité du faisceau d'un tube d'oscilloscope ou de télévision à balayage synchrone. L'image est obtenue après le balayage complet de l'écran [50].

La profondeur de champ du M.E.B. étant à peu près 300 fois supérieure à celle d'un microscope optique, il permettra une meilleure définition de petits constituants, comme la phase α.

La méthode de préparation des échantillons est la même que celle décrite pour la microscopie optique. Le microscope à balayage utilisé est un JEOL JSM-35C couplé à un système d'analyse X par dispersion d'énergie TRACOR du Laboratoire de Physique et Mécanique des Matériaux (LPMM).

3.2.2- Microscope électronique à transmission (M.E.T)

Le microscope électronique à transmission permet d'examiner un objet au moyen d'un faisceau d'électrons. Ce faisceau d'électrons traverse l'échantillon (lame mince) (fig. III-3), puis grâce à des lentilles électromagnétiques vient converger sur un écran fluorescent ou une plaque photographique, où se forme l'image. On peut obtenir également un diagramme de diffraction qui permet de déterminer la nature d'une phase et son orientation cristallographique [50].
Le grandissement peut atteindre 500000 et le pouvoir de résolution 0,2 nm. On peut ainsi étudier des constituants, comme la phase ω, que le microscope optique est incapable de résoudre.

La préparation des lames minces s'est déroulée comme suit. Les échantillons, de diamètre 3 mm, sont tout d'abord polis mécaniquement jusqu'à une épaisseur d'environ 50 microns, puis ils subissent un amincissement électrolytique par double jet, dans une solution contenant 30 cm^3 d'acide perchlorique, 300 cm^3 de méthanol, 175 cm^3 d'éther monobutylique à l'éthylène glycol, refroidie à une température de -20°C, sous une tension de 15 V. Les lames minces sont examinées dans un microscope JEOL 2000EX.

3.3- *Diffraction des rayons X*

Les rayons X sont produits par l'interaction d'électrons avec une cible métallique (fig. III-3). La diffraction des rayons X permet d'atteindre certaines caractéristiques des matériaux cristallisés, comme la valeur des paramètres cristallins, le facteur de structure ($I= |F_{hkl}|^2$) et permet de réaliser une analyse qualitative des phases présentes dans l'échantillon irradié. Si l'on considère un ensemble de plans réticulaires {hkl} équidistants de d, il y a diffraction lorsque la loi de Bragg est satisfaite :

$$n\lambda = 2\, d_{hkl} \sin \theta$$

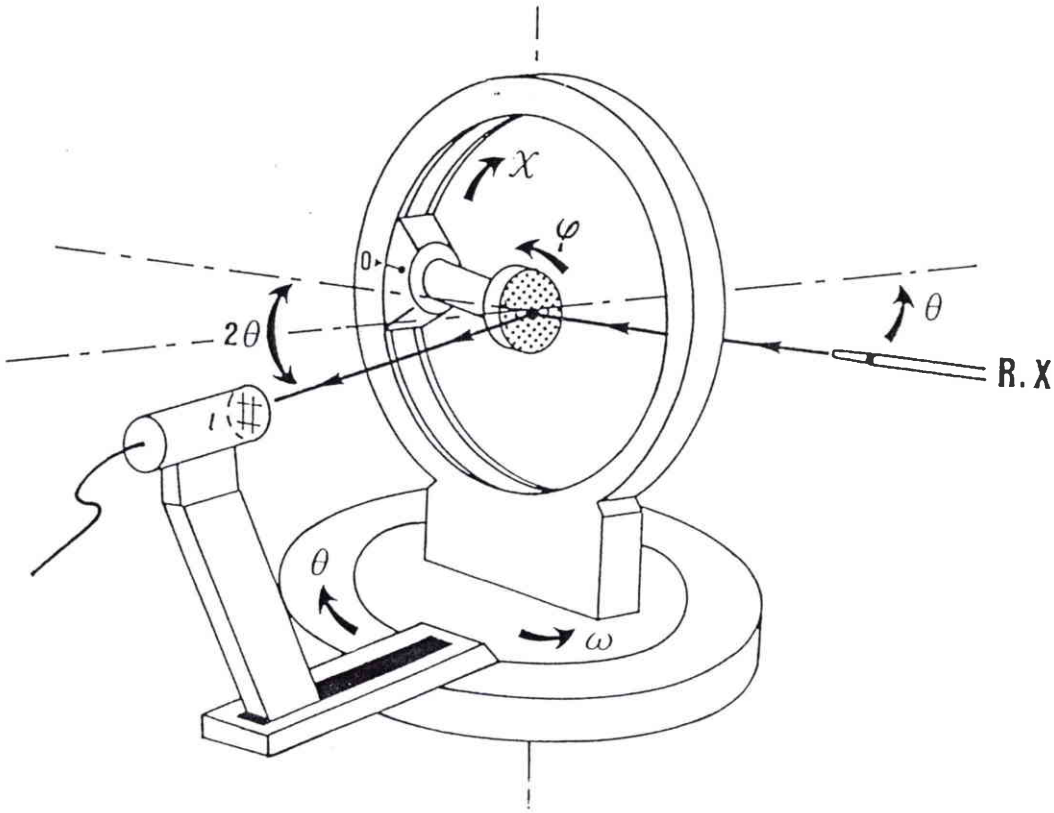


Fig. III-4 : Représentation schématique du goniomètre de type SIEMENS.
l : Compteur
o : Berceau d'Euler qui assure les deux rotations φ et χ de l'échantillon.

avec λ : longueur d'onde du rayonnement incident
d : distance entre deux plans cristallins
n : ordre de diffraction
θ : angle de Bragg.

Une réflexion d'ordre n sur une famille de plans réticulaires (hkl) peut être considérée comme une réflexion de premier ordre sur une famille de plans (nh, nk, nl) [50].

Les diffractogrammes $I = f(2\theta)$ ont été déterminés à l'aide d'un goniomètre de diffraction X SIEMENS (fig. III-4). Le rayonnement incident, émis par un tube à rayons X équipé d'une anticathode de cuivre, comprend essentiellement des raies $k_{\alpha 1}$ et $k_{\alpha 2}$. La raie K_β de longueur d'onde plus faible est supprimée par un filtre en Nickel, car la présence de cette raie risque de créer des confusions dans le dépouillement des diffractogrammes de rayons X. La quantité de phase à analyser doit être suffisante (supérieure à 5% environ) pour que les intensités diffractées soient supérieures au bruit de fond enregistré.

Les échantillons, afin d'être analysés, ont été préalablement polis mécaniquement jusqu'au papier 2400 puis attaqués chimiquement pour supprimer l'écrouissage en surface.

3.3.1- Détermination de la texture

Lors d'une déformation plastique comme le laminage, la traction ou la compression, les grains ne sont plus orientés de manière aléatoire. Le matériau présente une texture de déformation. Les propriétés de ces matériaux peuvent être anisotropes et dépendent des caractéristiques liées soit aux grains (nature et forme du réseau), soit au milieu polycristallin (taille des grains, orientations). La texture d'un matériau polycristallin est décrite par la répartition des orientations de ces grains.

3.3.1.1- *Fonction de texture*

La fonction de texture, ou fonction de densité des orientations (FDO), notée f(g), est une fonction statistique qui décrit la fraction volumique de cristallites ayant l'orientation g à dg près. Elle est décrite par la formule suivante [51] :

$$\frac{dV(g)}{V} = f(g)\, dg$$

avec :

$$\oint f(g)\, dg = 1$$

$$f(g) \geq 0$$

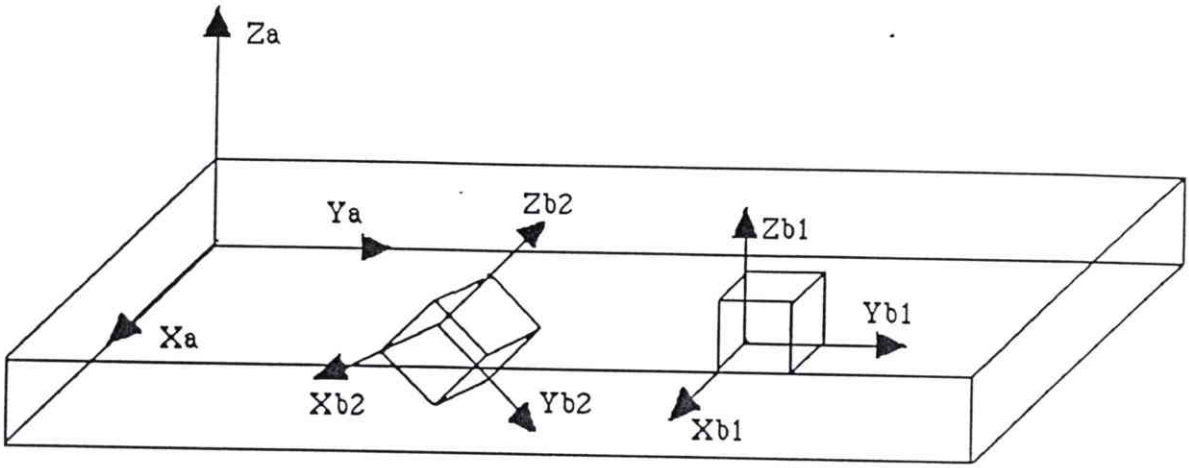


Fig. III-5 : Position des repères K_A de l'échantillon et K_B du cristal [52].

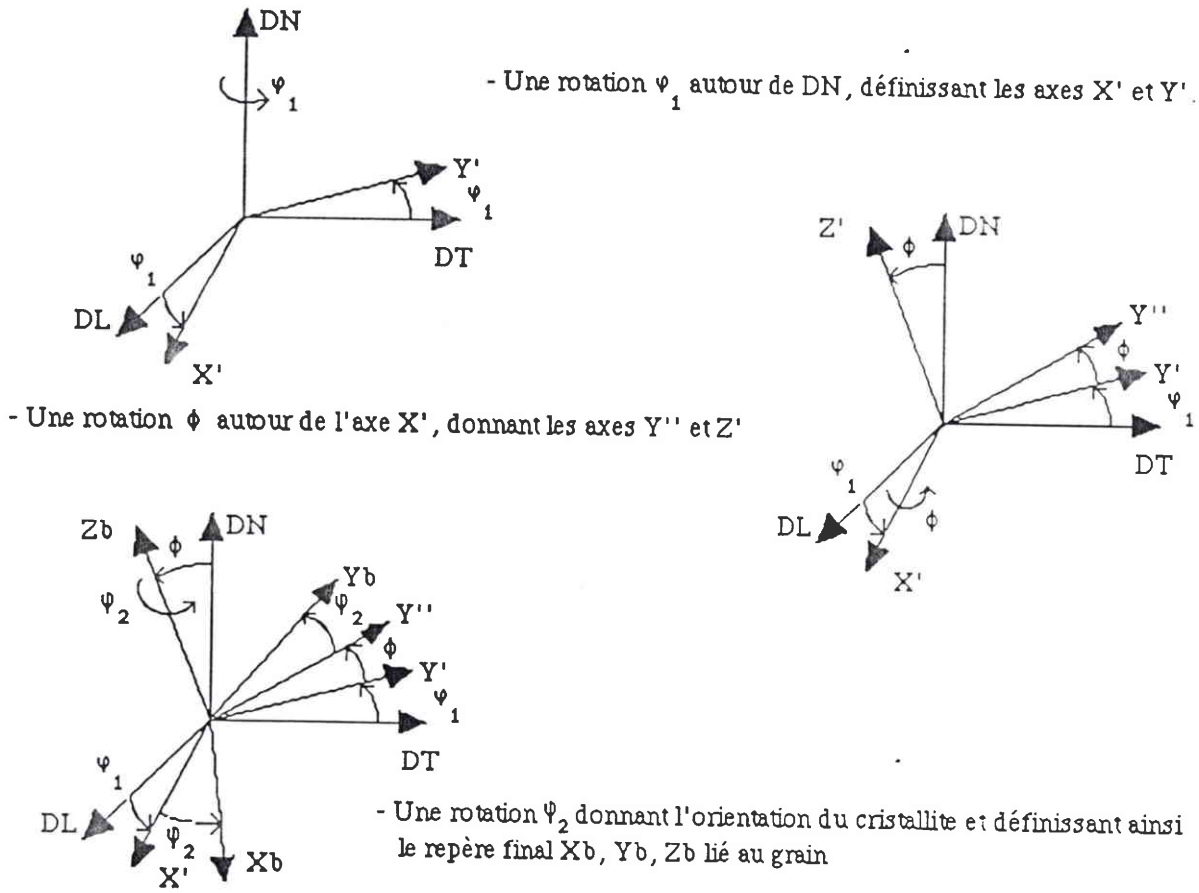


Fig. III-6 : Angles d'Euler $\{\varphi_1\ \phi\ \varphi_2\}$ de la rotation g définissant l'orientation du cristal [52].

En métallurgie l'orientation des grains par rapport à un repère macroscopique lié à l'échantillon est souvent exprimée par un couple (hkl)[uvw] où (hkl) est le plan du cristal parallèle au plan de l'échantillon et [uvw] la direction cristallographique parallèle à la direction de laminage. Or, du point de vue de l'échantillon, pour décrire complètement l'orientation des grains, il est nécessaire de prendre un repère lié à l'échantillon polycristallin (K_A : repère macroscopique) et un repère lié au réseau cristallin des grains (K_B : repère microscopique) (fig. III-5). Les trois axes Xa, Ya, Za du repère K_A seront pris parallèles respectivement à la direction de laminage (DL), à la direction transverse (DT) et à la direction normale (DN), dans le cas d'une tôle mince.
L'orientation du grain sera définie par la rotation g qui permet de passer du repère K_A au repère K_B : $K_A \text{--}g\text{-->} K_B$
Cette rotation est caractérisée au moyen des angles d'Euler φ_1, ϕ et φ_2 (fig. III-6) :

$$g = \{\varphi_1, \phi, \varphi_2\}$$

$$\text{avec } 0 \leq \varphi_1 \leq 2\pi \; ; \; 0 \leq \phi \leq \pi \text{ et } 0 \leq \varphi_2 \leq 2\pi$$

L'orientation du grain est figurée par un point représentatif dans l'espace des orientations ou l'espace d'Euler, lequel se réfère au repère de l'échantillon [51].

La détermination de la fonction f(g) permet une description quantitative de la texture cristallographique. On détermine f(g) à partir des figures de pôles et après un traitement numérique des informations, ou par des mesures d'orientations individuelles de grains.

3.3.1.2- *Figure de pôles*

La figure de pôles donne la distribution des normales aux plans cristallographiques (hkl) dans le repère d'échantillon K_A. Une figure de pôles est obtenue grâce à un goniomètre de texture qui est un diffractomètre à quatre cercles (fig. III-4). Les mesures se font en réflexion. L'échantillon est posé sur un support qui est animé de rotations indépendantes : la rotation de déclinaison (repérée par l'angle χ ou ψ) et la rotation d'azimut (angle φ). De plus, l'échantillon subit un balayage dont le rôle est d'augmenter la surface explorée en vue d'améliorer la qualité statistique. Le calcul de f(g) nécessite la mesure d'un certain nombre de figures de pôles. Chaque figure de pôles notée $I_{h\,i}(y)$ est définie par la densité des plans hi dont la normale hi est parallèle, à dy près, à une direction y fixe dans le repère d'échantillon K_A.
A chaque figure de pôles $I_{h\,i}(y)$ correspond une densité de pôle notée $P_{h\,i}$ définie par la relation suivante [51] :

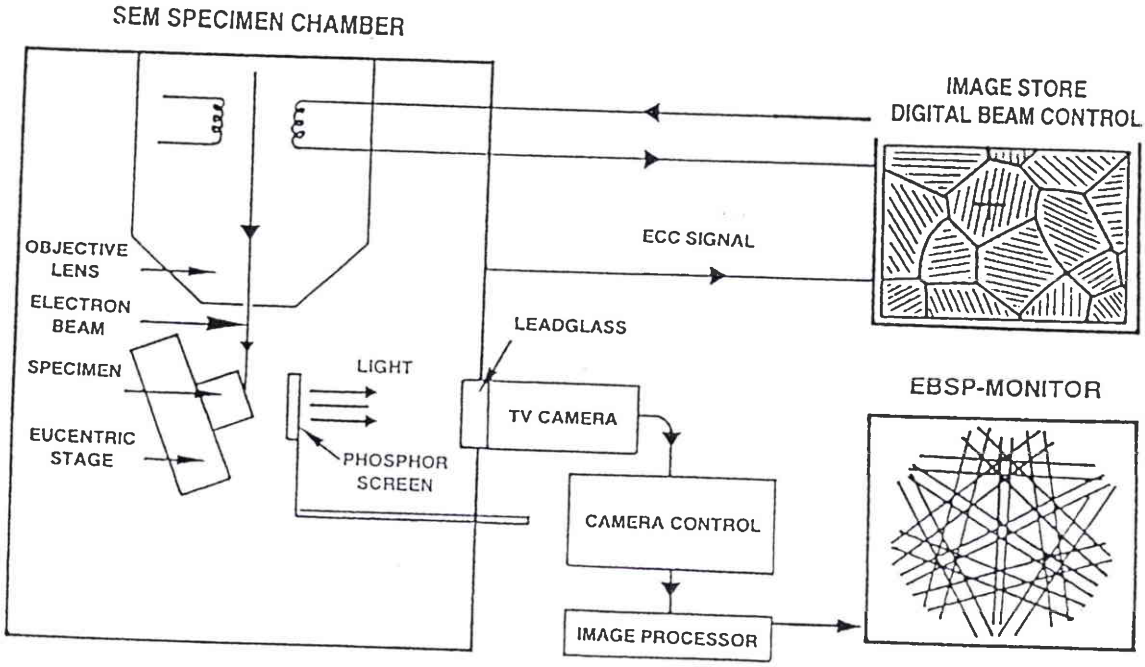


Fig. III-7 : Schéma de principe d'un M.E.B. couplé à une caméra pour la mesure des orientations individuelles [57].

$$\frac{dV}{V} = \frac{1}{4\pi} P_{hi}(y)\, dy$$

La relation entre une figure $I_{h\,i}(y)$ et la densité de pôles correspondante $P_{h\,i}$ est donnée par [51] :

$$P_{h\,i}(y) = N_i I_{h\,i}(y)$$

avec :

N_i : coefficient de normalisation

$I_{h\,i}(y)$: intensité de la figure de pôle mesurée

$P_{h\,i}(y)$: densité des pôles de direction cristalline hi qui coïncident avec la direction y du repère K_A

La détermination de la fonction de texture f(g) nécessite la résolution de la relation qui lie les fonctions de densité des pôles P_{hi} et la fonction de densité des orientations f(g) :

$$P_{hi} = \int_{hi//y} f(g)dg$$

L'analyse de texture consiste à résoudre cette équation intégrale en utilisant une méthode de calcul appropriée. La méthode utilisée préférentiellement au laboratoire (L.E.T.A.M.) est le développement en séries d'harmoniques sphériques qui a été proposée initialement et conjointement par Bunge [53] et par Roe [54].

3.4- *Technique de mesure d'orientation individuelle ou locale (Electron Back Scattered Diffraction)*

3.4.1- Principe

La mesure d'orientations individuelles des grains se fait grâce à la diffraction des électrons et à la technique E.B.S.D. Cette technique permet par l'indexation d'un diagramme de Kikuchi de trouver l'orientation d'un grain. Un diagramme de Kikuchi se forme suite à une diffusion inélastique des électrons à l'intérieur de l'échantillon, suivie d'une diffraction des électrons rétrodiffusés en incidence de Bragg sur les différentes familles de plans cristallographiques (fig. III-7). Ce diagramme se présente sous la forme de bandes d'épaisseur variable délimitées par des lignes. Elles représentent les traces des plans cristallographiques et leurs intersections sont des axes de zones [55, 56].

3.4.2- Conditions expérimentales

Les mesures d'orientations individuelles sont réalisées à l'aide du microscope électronique à balayage du type JEOL-JSM-820, auquel est couplé l'E.B.S.D.

Cette technique consiste à focaliser un faisceau d'électrons en mode sonde sur l'échantillon à étudier. Le faisceau d'électrons fait un angle de 70° environ (angle de tilt) avec la normale à l'échantillon, afin d'obtenir un rendement optimum en électrons rétrodiffusés. Le diagramme de diffraction d'électrons rétrodiffusés du cristal choisi (diagramme de Kikuchi) est recueilli sur un écran phosphorescent. Une caméra haute sensibilité permet le transfert du diagramme sur un écran de télévision vers l'ordinateur où les données sont traitées (fig. III-7). L'orientation du cristal est déterminée par comparaison avec des diagrammes théoriques pour la structure considérée à partir des données définies sur le diagramme expérimental. Un logiciel adapté permet de déterminer l'orientation individuelle des grains du polycristal [57].

Les dimensions des échantillons sont : 20 mm (DL) x 8 mm (DT) x épaisseur de la tôle.

La préparation des échantillons est la même que celle employée pour l'analyse au microscope optique.

4- *Conclusion*

Toutes ces méthodes seront mises au service de l'étude qui va suivre. Elles vont se compléter mutuellement pour obtenir toutes les informations nécessaires à la détermination de l'alliage dont les caractéristiques mécaniques seront optimales.

RESULTATS EXPERIMENTAUX

IV- RESULTATS EXPERIMENTAUX

1- *Détermination de l'alliage Ti-20V-XAl*

Un alliage de titane bêta se déformant par maclage aura une limite d'élasticité faible et une grande ductilité. S'il se déforme par glissement l'alliage aura au contraire une grande limite d'élasticité et une faible ductilité [1, 27, 28, 35, 36, 37]. Nous allons donc chercher à définir, un alliage de titane bêta ayant une limite d'élasticité et une ductilité élevées. Pour cela, l'idéal serait, compte tenu des informations de la littérature, qu'il se déforme d'abord par glissement, puis par maclage.

1.1- *Choix des alliages de titane bêta*

De nombreux travaux ont été réalisés par Hanada et Izumi sur les alliages de Ti-V et Ti-Mo [1, 27, 28, 35, 36, 37], nous donnant ainsi un point de départ pour déterminer l'alliage idéal. Afin d'obtenir une phase bêta stable en restant dans les conditions d'équilibre, il faut des taux importants de molybdène ou de vanadium. Il est plus intéressant de travailler avec un alliage de Ti-V qu'un Ti-Mo en raison de la plus faible densité du vanadium : 6,1 g/cm^3 au lieu de 10,2 g/cm^3 pour le molybdène, ceci en vue d'applications militaires, comme le blindage de véhicules légers. D'après Hanada et Izumi [28] les alliages de Ti-V, de composition allant de 16 à 24 % de vanadium, se déforment par maclage. L'alliage Ti-20V semble suffisamment stabilisé pour ne présenter que de la phase bêta métastable à basse température. L'ajout de 6 % d'aluminium dans cet alliage Ti-20V provoque l'apparition du glissement lors de la déformation (fig. II-21) [1]. Dans tous les alliages cités par Hanada et al., l'aluminium est très efficace pour changer le mode de déformation de la phase bêta.

Les matériaux étudiés dans le cadre de cette étude sont donc des alliages Ti-20V-XAl, la concentration (X) en aluminium variant de 0 à 6%. Il est intéressant d'analyser toute la gamme possible entre 0 et 6 % d'aluminium, de façon à cerner la transition maclage-glissement.

Lors de la définition de ces alliages, il a été demandé une teneur constante en oxygène d'environ 1300 ppm, correspondant aux teneurs obtenues dans des conditions industrielles, sachant que l'oxygène durcit et modifie la stabilité de l'alliage pour des teneurs supérieures à 0,2 %.

Une étude de la composition est faite à partir d'échantillons de taille de grains de 200 microns, similaires à ceux d'Hanada et Izumi [1], traités en phase bêta.

Alliages	Ti-20V Rep. 1	Ti-20V Rep. 2	Ti-20V-1Al Rep. 3	Ti-20V-2Al Rep. 4	Ti-20V-3Al Rep. 5	Ti-20V-4Al Rep. 6	Ti-20V-5Al Rep. 7	Ti-20V-6Al Rep. 8
%								
V	20.4	20.7	20.7	20	20.7	20	20.4	20.3
Al	<0.02	<0.02	0.99	1.98	3.08	4.09	5.1	5.71
ppm								
O	1140	1250	1040	1090	820	750	720	650
N	149	125	102	93	88	97	115	100
H	369	313	278	431	314	187	335	283
C	108	96	105	93	95	93	119	85
B	<50	<50	<50	<50	<50	<50	<50	<50
Co	<500	<500	<500	<500	<500	<500	<500	<500
Cr	<100	<100	<100	<100	<100	<100	<100	<100
Cu	<200	<200	<200	<200	<200	<200	<200	<200
Fe	47	78	50	46	44	127	53	52
Mn	<50	<50	<50	<50	<50	<50	<50	<50
Mo	<300	<300	<300	<300	<300	<300	<300	<300
Ni	<50	<50	<50	<50	<50	<50	<50	<50
Si	<300	<300	<300	<300	<300	<300	<300	<300
Sn	<100	133	<100	<100	<100	<100	<100	<100
Y	<50	<50	<50	<50	<50	<50	<50	<50
Zr	<50	<50	<50	<50	<50	<50	<50	<50

Tableau IV-1 : Analyse chimique sur tôles d'épaisseur 1.85 mm.

Boutons - 3 Fusions

↓

Laminage à chaud - Four à 900 °C
10 passes avec remise au four à chaque fois
e = 3.5 mm

↓

Grenaillage - Décapage
e = 2.7 mm

↓

Laminage à froid de 30 %
e = 1.85 mm

↓

Prélèvement pour analyse

Fig. IV-1 : Gamme de transformation des boutons (première série).

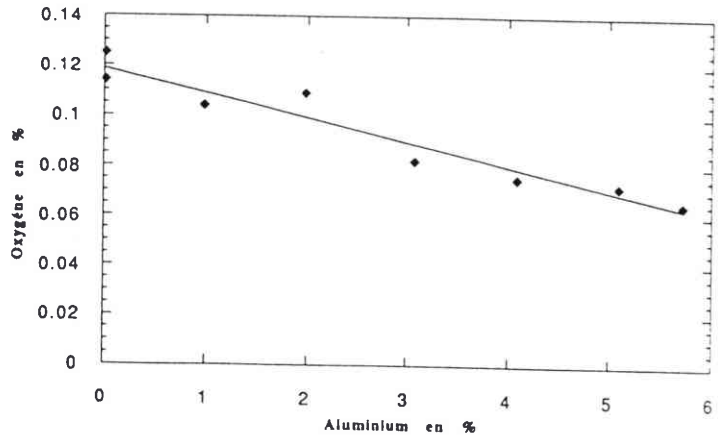


Fig. IV-2 : Influence de l'aluminium sur la teneur en oxygène pour les alliages de titane bêta Ti-20V-XAl, d'épaisseur 1.85mm.

1.2 - *Elaboration des tôles de titane bêta*

L'élaboration et la transformation des boutons ont été effectuées par le centre de recherche d'UGINE : CEZUS (Compagnie Européenne du Zirconium). Chaque bouton a une masse d'environ 50 grammes.

La composition chimique pondérale des différentes nuances de titane bêta est donnée dans le tableau IV-1. La figure IV-1 donne la gamme de transformation. Une étude de la microstructure de ces alliages laminés sera faite afin de déterminer les mécanismes de déformation et la présence ou non de la phase ω. L'effet de la composition sur les mécanismes de déformation et les propriétés mécaniques permettront de définir la composition d'un alliage qui aurait des propriétés optimisées.

1.3- *Analyse de la composition chimique*

Hanada et Izumi travaillaient avec 200 ppm d'oxygène ce qui industriellement est impossible à réaliser pour des grandes séries.

Les échantillons élaborés par CEZUS (tableau IV-1) présentent des teneurs en oxygène décroissantes quand la teneur en aluminium croît. Elles sont comprises entre 1250 ppm pour Ti20V (Rep. 2) et 650 ppm pour Ti20V5Al (Rep. 8) (fig. IV-2). L'aluminium doit désoxyder le bain au cours de la fusion.

Pour ces échantillons laminés à 30%, la dureté du matériau semble rester stable à 270 HV jusqu'à environ 1000 ppm d'oxygène, au delà de cette valeur, la dureté a tendance à augmenter et atteindre 400 HV (fig. IV-3).

Une autre série d'échantillons a été élaborée par CEZUS afin de garder une teneur constante en oxygène. Le tableau IV-2 présente les analyses chimiques des alliages effectuées sur les tôles d'épaisseur 2,5 mm recristallisées. La figure IV-4 donne la gamme de transformation de ces alliages. Le taux d'oxygène pour ces échantillons reste dans un domaine plus étroit allant, de 1260 ppm pour Ti20V (Rep. 9) à 1470 ppm pour Ti-20V-4Al (Rep. 14) (fig. IV-5). Pour ces échantillons laminés à 10% la dureté du matériau semble rester constante 270 HV (fig. IV-6).

1.4- *Effet de la teneur en aluminium sur les mécanismes de déformation et la stabilité de la phase bêta*

Tous les alliages élaborés sous forme de boutons possèdent des tailles de grains comprises entre 200 à 300 microns.

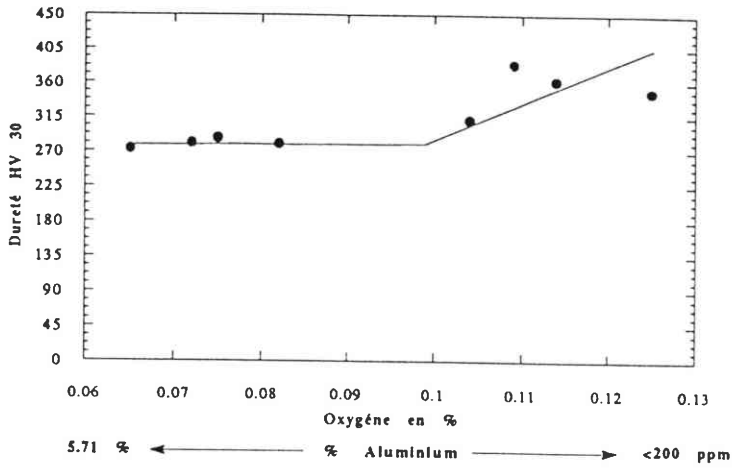


Fig. IV-3 : Influence de l'oxygène sur la dureté des alliages de titane bêta Ti-20V-XAl, d'épaisseur 1.85 mm, laminés 30%.

Alliages	Ti-20V Rep. 9	Ti-20V Rep. 10	Ti-20V-3Al Rep. 11	Ti-20V-3Al Rep. 12	Ti-20V-4Al Rep. 13	Ti-20V-4Al Rep. 14
%						
V	19.57	20.46	20.76	20.53	19.89	20.01
Al	0.0603	0.0508	3.03	3	4.02	3.97
ppm						
O	1260	1510	1630	1850	1240	1470
N	75	106	132	67	70	76
H	358	424	411	395	398	354
C	115	97	102	98	121	96
B	<50	<50	<50	<50	<50	<50
Co	<500	<500	<500	<500	<500	<500
Cr	90	107	<50	<50	<50	<50
Cu	<20	<20	<20	<20	<20	<20
Fe	305	194	48	65	279	286
Mn	<50	<50	<50	<50	<50	<50
Mo	<100	<100	<100	<100	<100	<100
Ni	88	94	54	69	67	69
Si	<300	<300	<300	<300	<300	<300
Sn	<100	<100	<100	<100	<100	<100
Y	<50	<50	<50	<50	<50	<50
Zr	<50	<50	<50	<50	<50	<50

Tableau IV-2 : Analyse chimique sur tôles d'épaisseur 2.5 mm.

Boutons - 3 Fusions : e = 13 mm

↓

Laminage à chaud - Four à 930 °C
7 passes avec remise au four à chaque fois
e = 3.5 mm

↓

Grenaillage - Décapage
e = 2.5 mm

↓

Prélèvement pour analyse

Fig. IV-4 : Gamme de transformation des boutons (deuxième série).

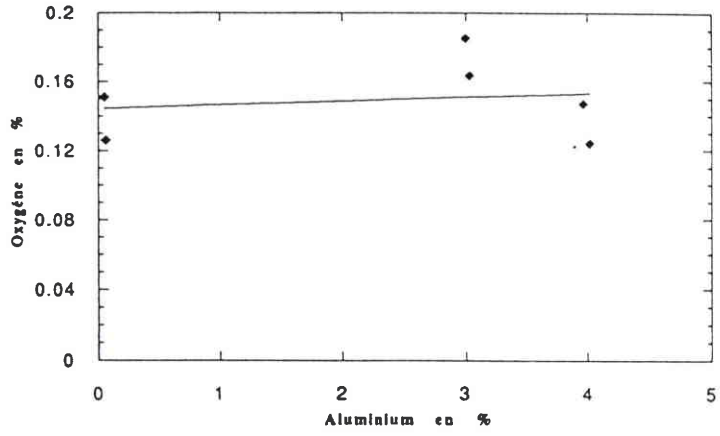


Fig. IV-5 : Influence de l'aluminium sur la teneur en oxygène pour les alliages de bêta Ti-20V-XAl, d'épaisseur 2.5 mm.

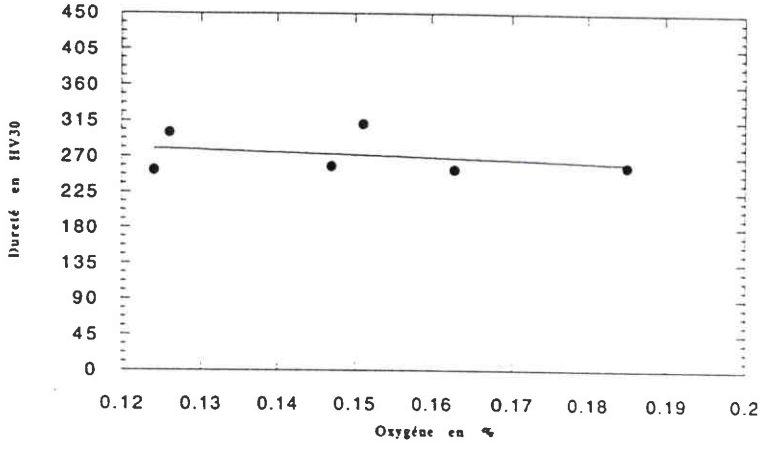


Fig. IV-6 : Influence de l'oxygène sur la dureté des alliages de titane bêta Ti-20V-XAl, d'épaisseur 2.5 mm, laminés 10%.

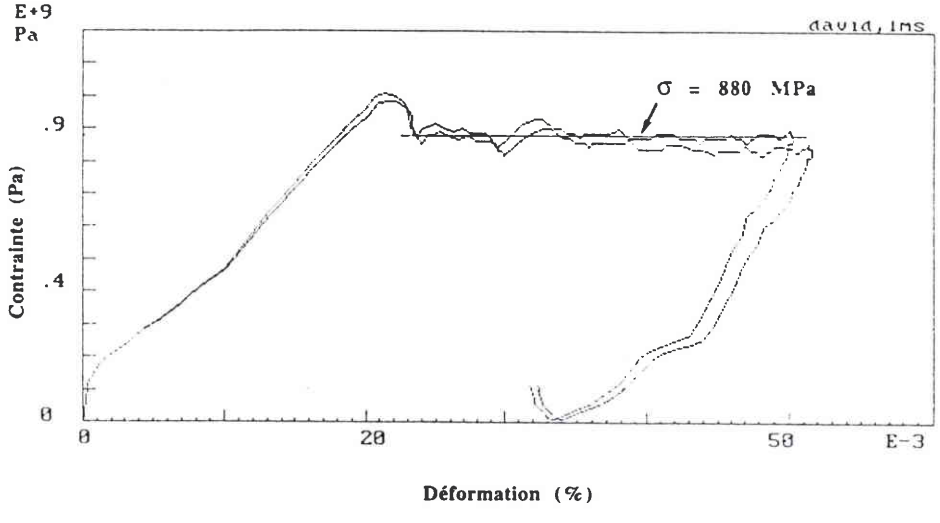


Fig. IV-7 : Détermination de la limite d'élasticité pour l'alliage Ti-20V-4Al, déformé à 0.05%, par l'essai des barres d'Hopkinson.

1.4.1- Essais de laminage à froid

Les premiers échantillons (tableau IV-1) ont été laminés à un taux de 30% et les seconds (tableau IV-2) à un taux de 10%, dans le but de cerner également l'évolution des types de mécanismes de déformation actifs en fonction du taux de déformation.

Pour les deux séries d'alliages nous observons en micrographie optique, quel que soit le taux de déformation, du maclage important jusqu'à 3 % d'aluminium (planches 1 et 2). On peut observer des bandes de glissement de type <111> et quelques macles dans les gros grains pour 4 et 5 % d'aluminium. (planches 3 et 4). Le maclage de type {332} <113> a été identifié pour l'alliage Ti-20V (Rep. 2) par M.E.T. (planche 5). Au paragraphe **2.3** (p. 64) nous chercherons a confirmer l'apparition de ce maclage et le type de glissement rencontré dans ces alliages.

Ces alliages de titane bêta ayant une taille de grains de 300 microns, les diffractogrammes θ-2θ n'ont pas pu mettre en évidence la phase ω lors de la déformation mécanique. Une étude au M.E.T. a été faite pour déterminer la présence éventuelle de cette phase. La présence de la phase ω a été décelée dans tous les alliages déformés, mais la quantité de phase (nombre de platelets) diminue avec la teneur en aluminium. Dans l'alliage Ti-20V-5Al (Rep. 8), on ne trouve plus que quelques platelets dans quelques grains (planche 5).

D'après Hanada et Izumi [1] le changement de mécanisme de déformation se fait, passage du maclage au glissement, lorsque le rapport $d^*_{(\omega)\ 0002}$ / $d^*_{(\beta)\ 222}$ atteint la valeur critique de 0,66 (tableau II-2). Une mesure du rapport $d^*_{(\omega)\ 0002}$ / $d^*_{(\beta)\ 222}$ a été réalisée pour l'alliage Ti-20V (Rep. 2) et l'on trouve 0,669 (Planche 5). Cette mesure est très difficile à obtenir pour l'alliage Ti-20V-5Al (Rep. 8). Les spots sont très faibles étant donné qu'il reste peu de phase ω mécanique en raison de la forte teneur en aluminium. Nous trouvons une valeur de 0,66. D'après Hanada cet alliage devrait se déformer par maclage (tableau II-2), ce qui n'est pas le cas. L'alliage Ti-20V-5Al qui se déforme principalement par glissement devrait avoir un rapport inférieur à 0,66.

1.4.2- Essais de compression en dynamique

Ces essais ont été réalisés pour définir les mécanismes de déformations d'un alliage intermédiaire à grande vitesse de déformation. Ils ont été effectués sur l'alliage Ti-20V-4Al (Rep. 6) à 19 m/s. Ces essais n'ont pas permis une grande déformation plastique, en raison de la grande limite d'élasticité de l'échantillon égale à 880 MPa (fig. IV-7), correspondant à la résistance limite de la barre d'impact. La déformation plastique n'a été que de 0,05 %. Après polissage électrolytique ou attaque

chimique, des macles sont visibles dans les gros grains (planche 6). Le mode de déformation principal est le glissement.

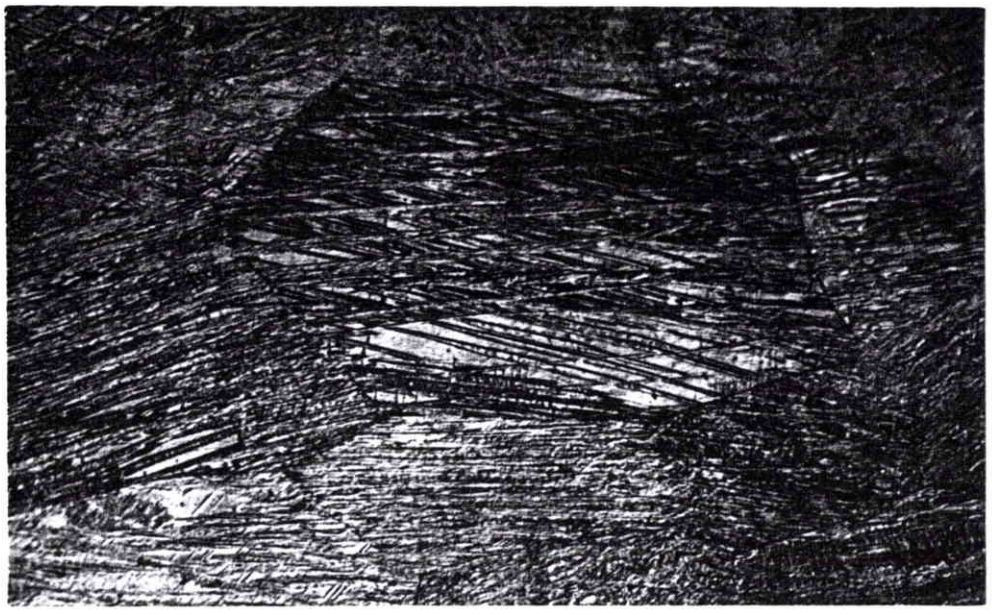
On peut remarquer que les macles de déformation sont plus nombreuses après une compression dynamique, que statique pour l'alliage Ti-20V-4Al. On constate également que les petits grains ont tendance à être moins maclés que les gros (planche 6).

1.5 - *Conclusion*

Nous avons constaté un petit décalage de nos résultats par rapport à ceux d'Hanada et Izumi [1]. Notre alliage Ti-20V (Rep. 2), contenant 1250 ppm d'oxygène, correspondant en fait à l'alliage Ti-20V-0,15O (tableau II-2). Il présente un rapport $d^*_{(\omega)\ 0002} / d^*_{(\beta)\ 222}$ un peu plus grand (0,669) que celui de Hanada et Izumi (0,661). Il en est de même pour l'alliage Ti-20V-5Al qui se déforme par glissement.
Le maclage semble donc être présent dès le début de la déformation pour tous les alliages dont la teneur en aluminium est inférieure à 4 % et ce quel que soit le taux de déformation en statique. Pour les alliages contenant 4 et 5 % d'aluminium nous avons noté essentiellement du glissement et quelques macles à 10 % de déformation et ce malgré une teneur en oxygène plus élevée (1240-1470 ppm) pour 4 % d'aluminium. A 30 % de déformation, la présence de macles est plus importante pour ces deux alliages, ainsi que lors de la compresssion dynamique de l'alliage à 4 % d'aluminium.

Le choix de la composition de l'alliage ayant les caractéristiques mécaniques recherchées, supposé se déformer par glissement (Re élevé) puis par maclage (A% élevé), s'est porté sur l'alliage Ti-20V-5Al avec une teneur en oxygène de 1200 ppm.

Outre la définition de la composition qui pourra être ajustée, il sera important de prendre en compte la taille de grain. C'est un paramètre important de la microstructure et qui modifie l'activité des mécanismes de déformation.



Laminage 30 %
---> DL
Ti-20V
Rep. 2

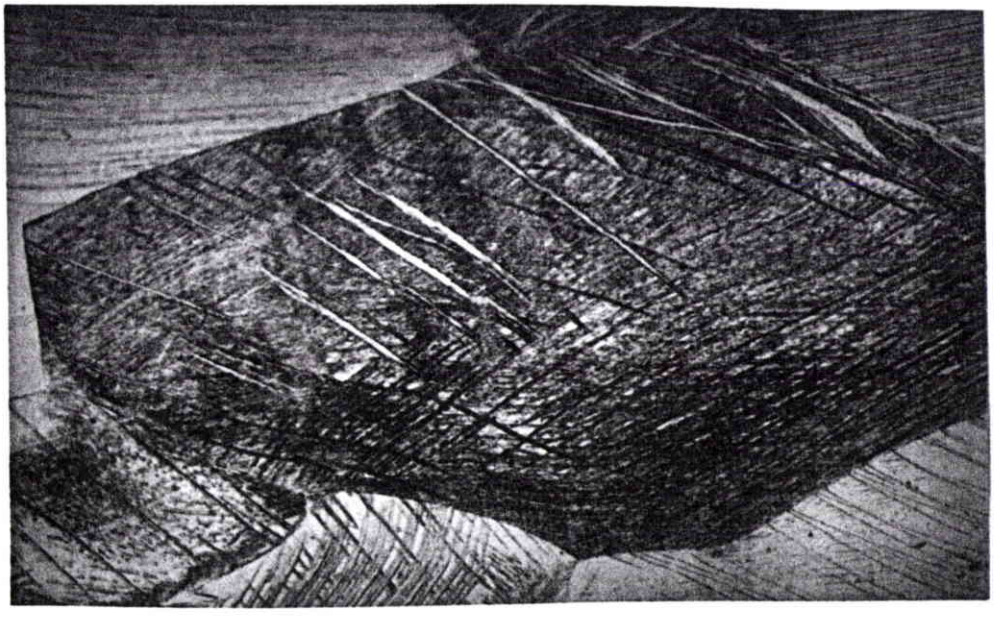
x 200

Déformation par maclage

Laminage 30 %
---> DL
Ti-20V-2Al
Rep. 4

x 100

Déformation par maclage

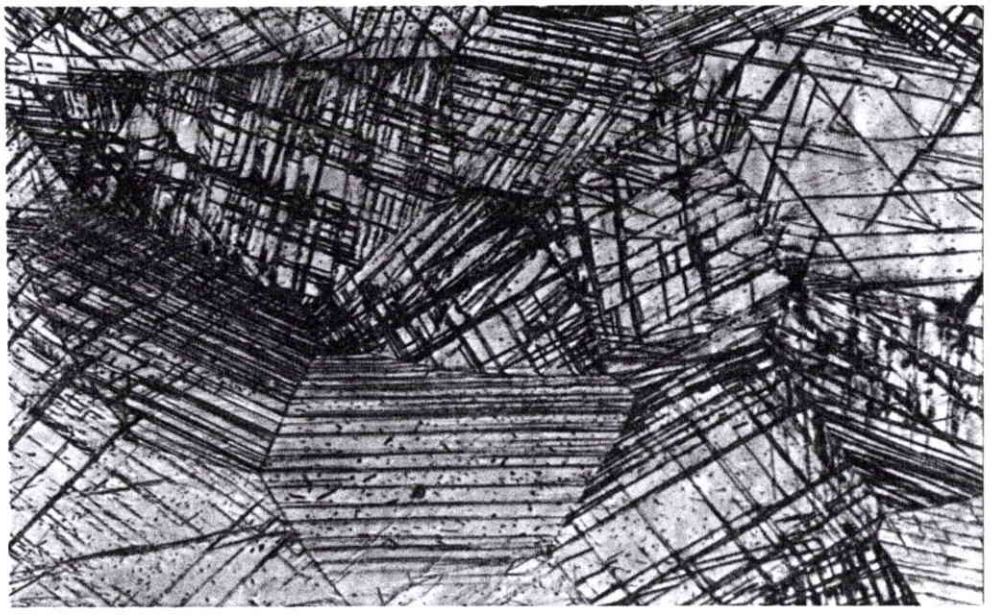


Laminage 30 %
---> DL
Ti-20V-3Al
Rep. 5

x 200

Déformation par maclage

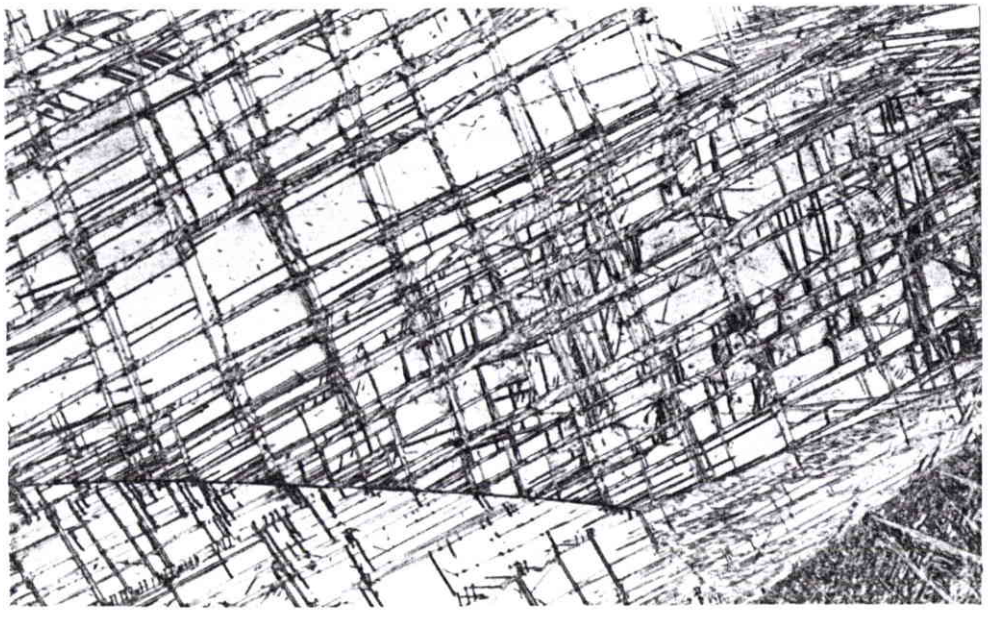
Planche n°1



Laminage 10 %
---> DL
Ti-20V
Rep. 9

x 100

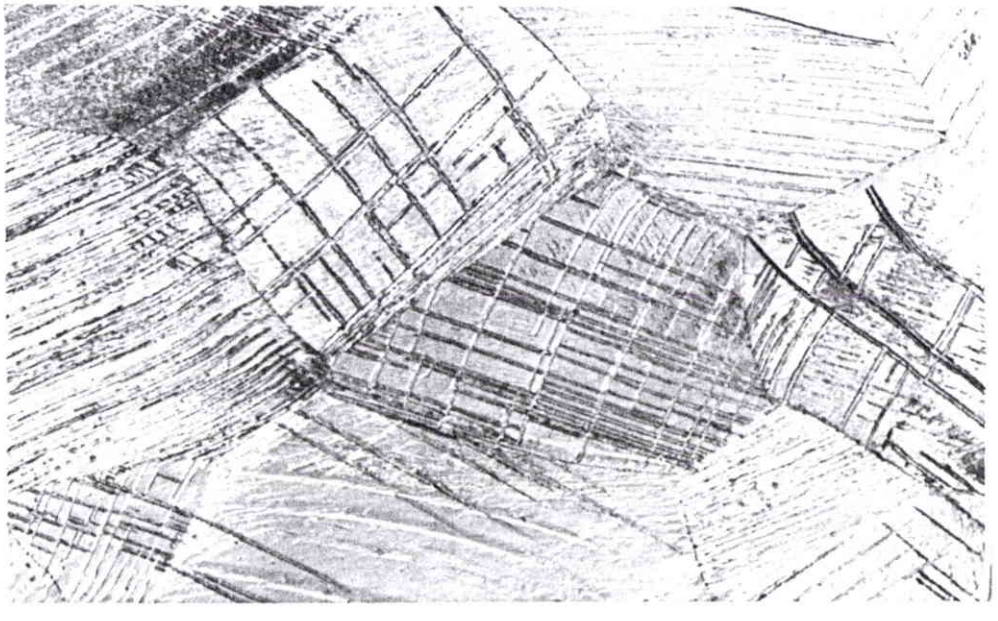
Déformation par maclage



Laminage 10 %
---> DL
Ti-20V
Rep. 10

x 200

Déformation par maclage

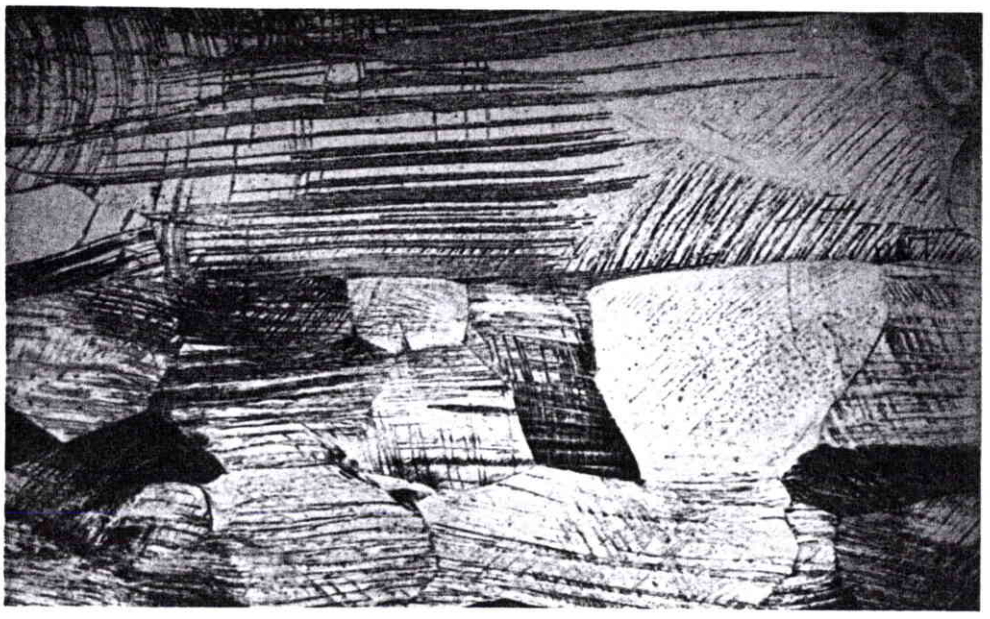


Laminage 10 %
---> DL
Ti-20V-3Al
Rep. 11

x 200

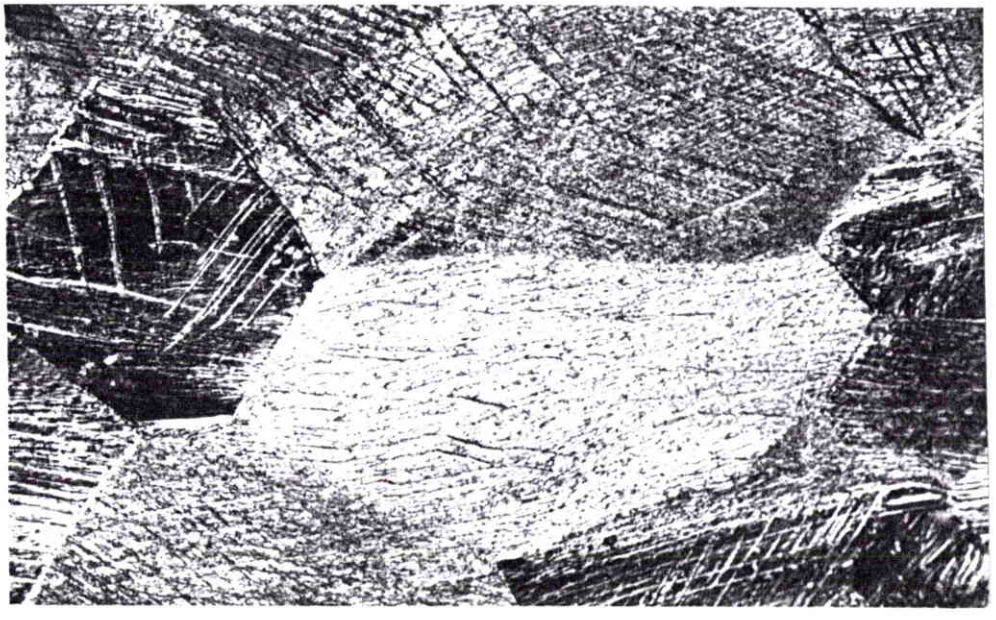
Déformation par maclage

Planche n°2



Laminage 30 %
---> DL
Ti-20V-4Al
Rep. 6
x 100

Déformation par glissement et maclage



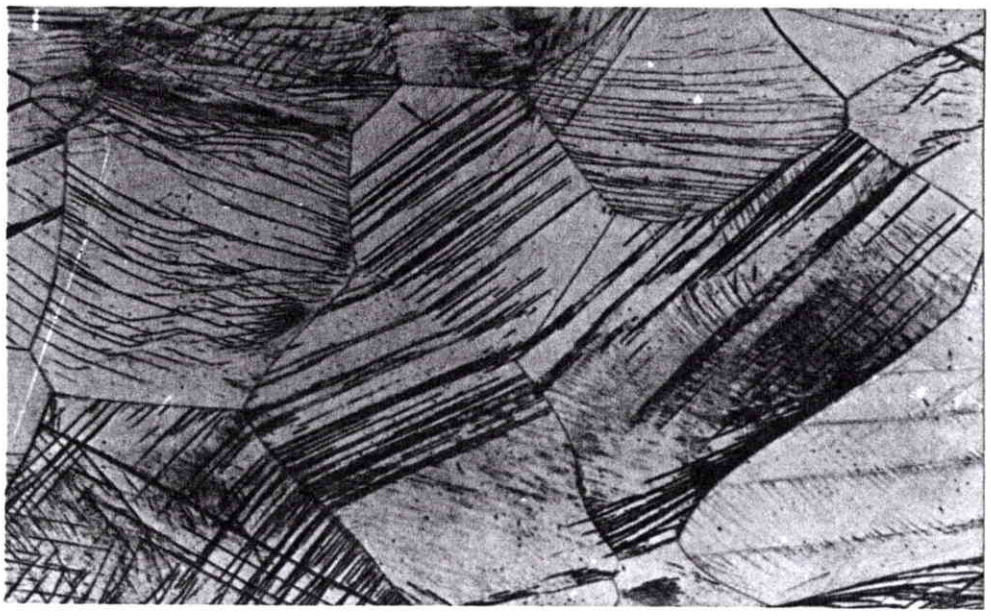
Laminage 30 %
---> DL
Ti-20V-5Al
Rep. 7
x 200

Déformation par glissement plus quelques macles

Laminage 30 %
---> DL
Ti-20V-6Al
Rep. 8
x 500

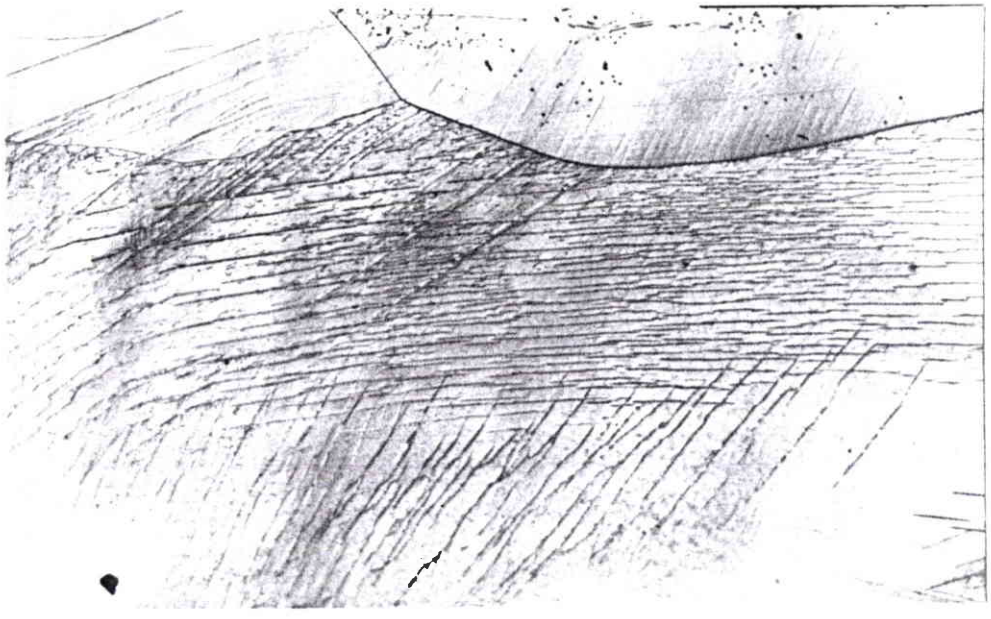
Déformation par glissement plus quelques macles

Planche n°3



Laminage 10 %
---> DL
Ti-20V-4Al
Rep. 13
x 100

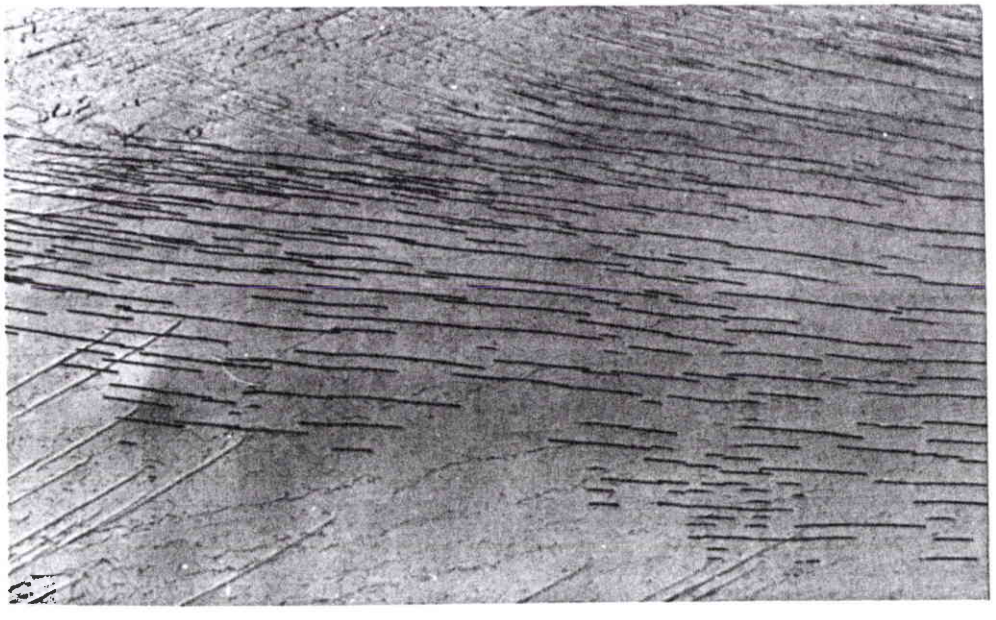
Déformation par glissement et maclage



Laminage 10 %
---> DL
Ti-20V-4Al
Rep. 14

x 100

Déformation par glissement

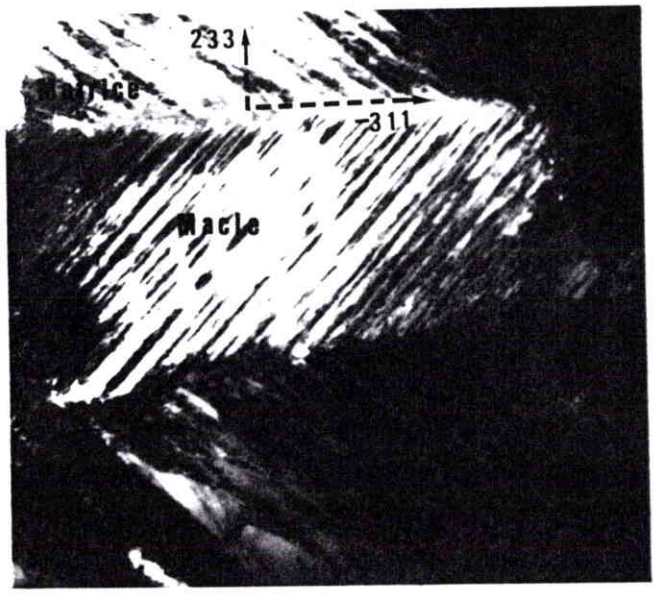


Laminage 10 %
---> DL
Ti-20V-4Al
Rep. 14

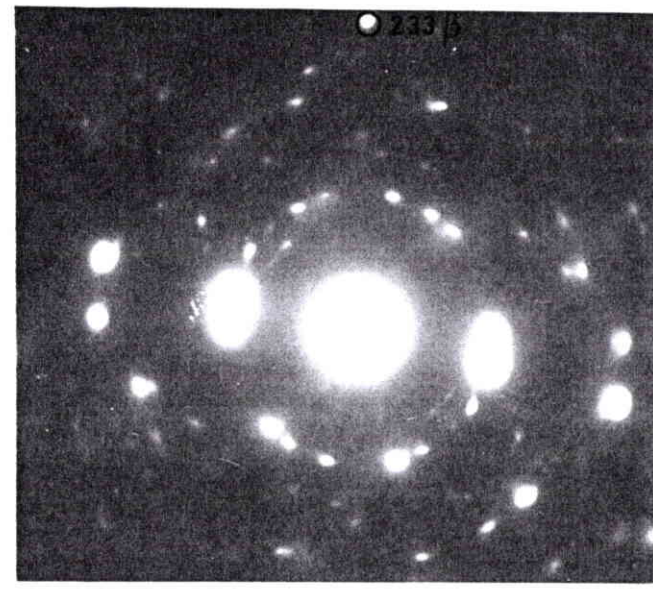
x 200

Déformation par glissement

Planche n°4

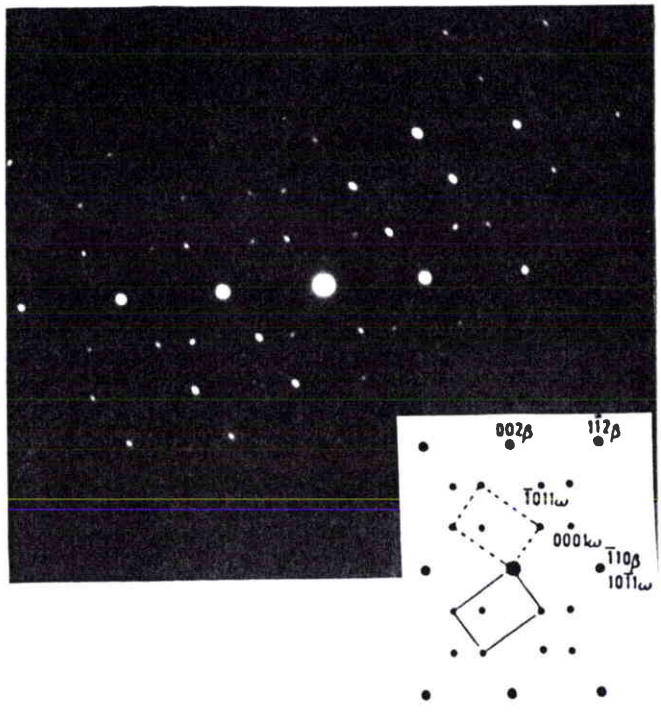


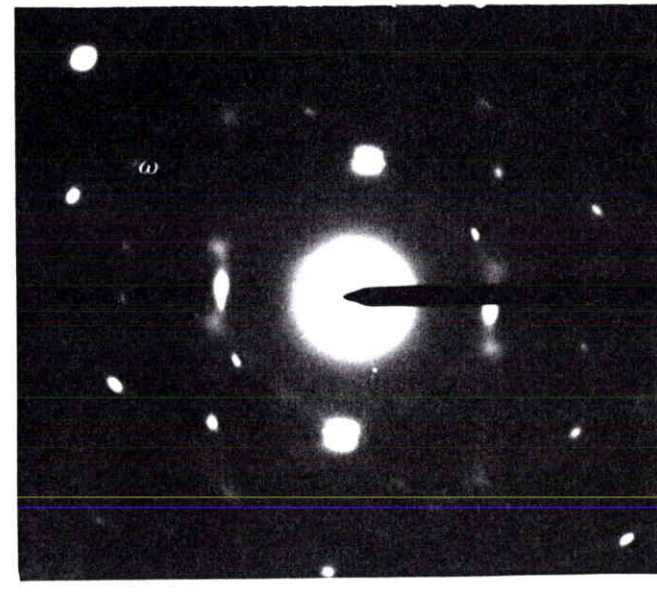
a)



b)

(a) : Micrographie réalisée par M.E.T. de l'alliage Ti-20V (Rep. 2) après laminage à froid de 30 %, où l'on voit une macle. (b) : Cliché de diffraction de cette région déformée (macle + matrice + phase ω), où le type de macle (233) [-311] a été identifié.

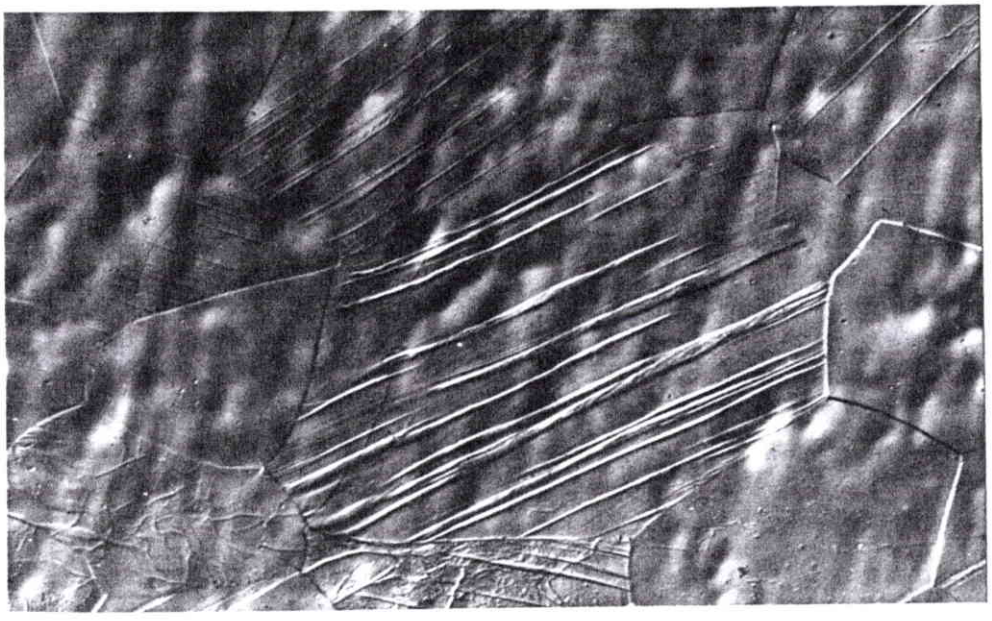




Ti-20V (Rep. 2) Ti-20V-5Al (Rep. 8)

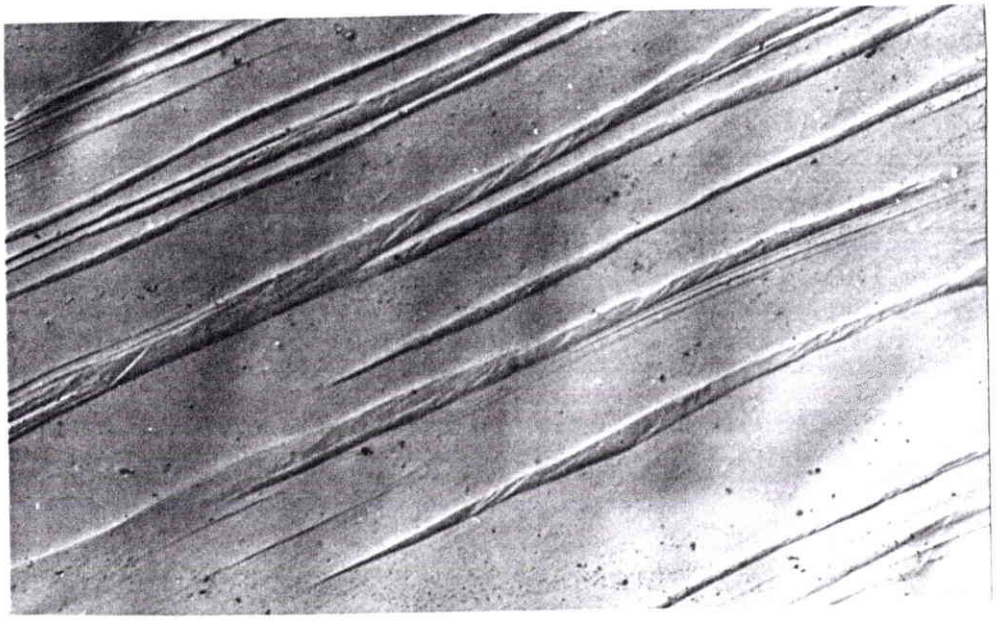
Clichés de diffractions d'axe de zone [110]β des alliages Ti-20V (Rep. 2) et Ti-20V-5Al (Rep. 8). Mise en évidence de la phase ω induite sous contrainte. Mesure du rapport $d^*_{(\omega)\ 00.2}$ / $d^*_{(\beta)\ 222}$ qui est de 0.669 pour Ti-20V et 0.66 pour Ti-20V-5Al.

Planche n°5



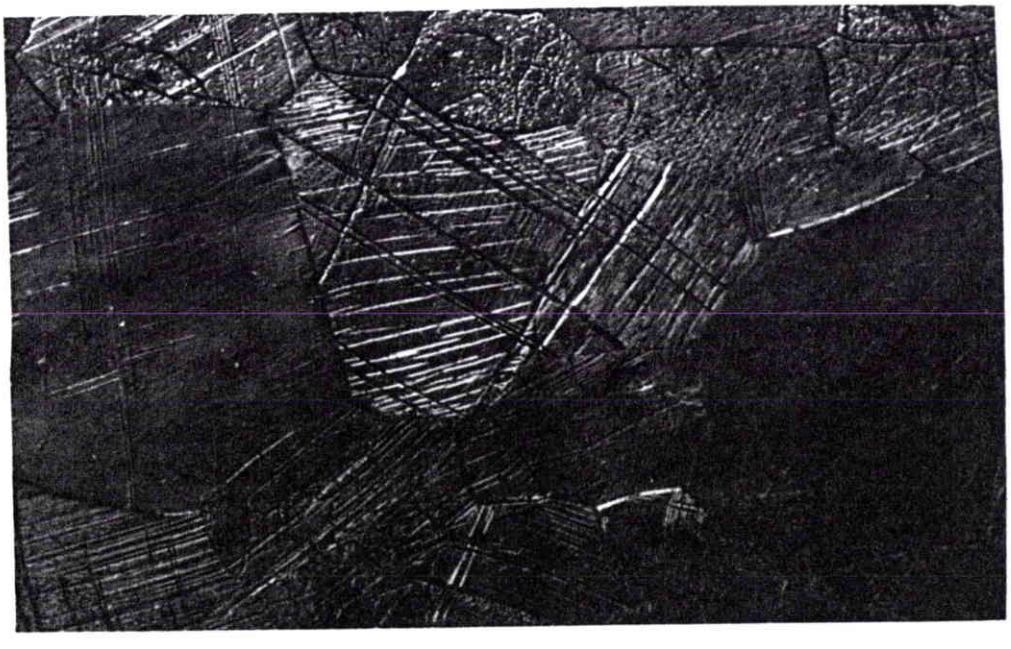
Compression dynamique de 0,05% de l'alliage Ti-20V-4Al
Rep. 6

Polissage électrolytique
x 200



Polissage électrolytique
x 500

Maclage dans les gros grains



Attaque chimique
x 200

Maclage dans les gros grains

Planche n°6

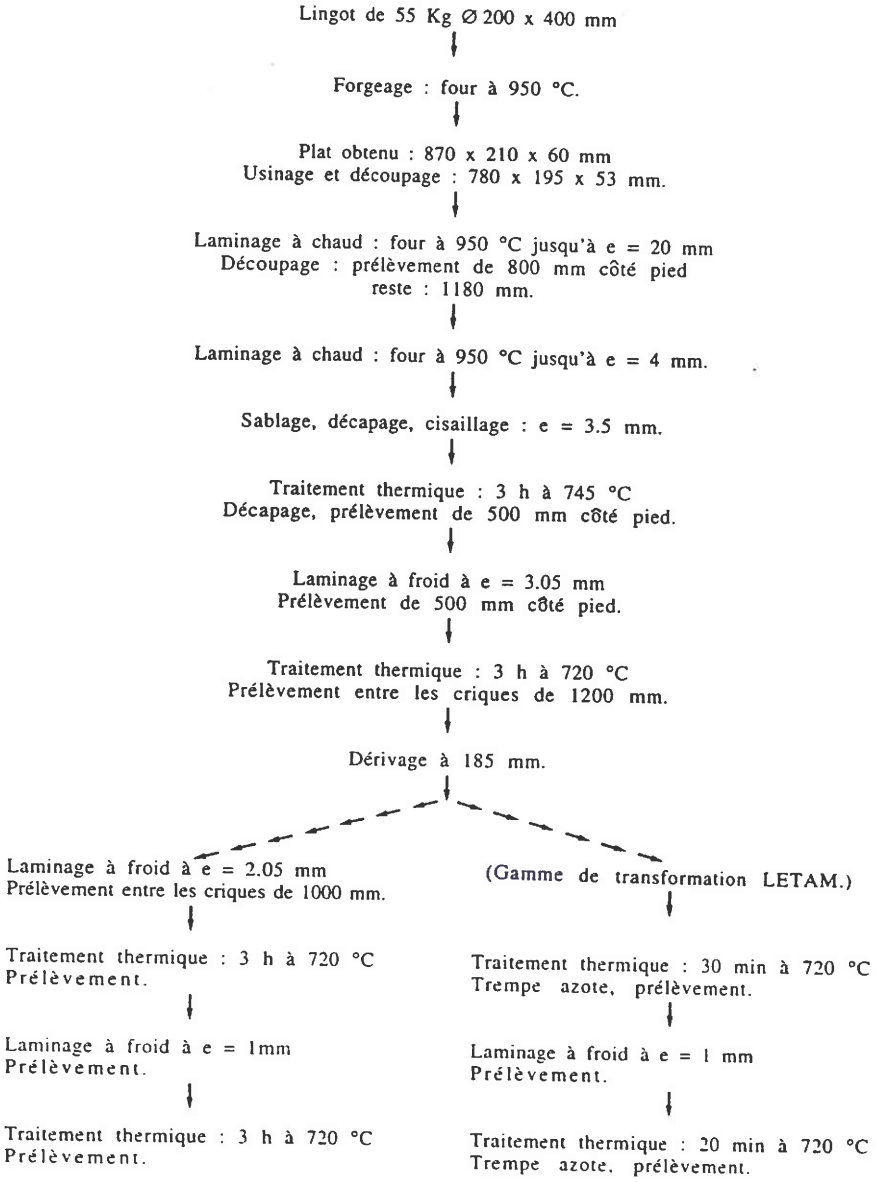


Fig. IV-8 : Gamme de transformation de l'alliage Ti-20V (Rep. 1903) élaboré par CEZUS et le LETAM.

Ti-20V ép. 3mm	Bord	Centre
%		
V	21.4	21.2
ppm		
Al	249	234
O	680	730
H	26	29
C	108	96
B	<50	<50
Co	<500	<500
Cr	137	131
Cu	<20	<20
Fe	582	561
Mn	<50	<50
Mo	<100	<100
Ni	101	99
Si	<300	<300
Sn	<100	<100
Y	<50	<50
Zr	<50	<50

Ti-20V ép. 1mm	A	B	C	D
%				
V	20.3	21.0	20.7	20.5
ppm				
Al	189	145	154	153
O	930	780	900	850
N	99	107	97	95
H	27	24	24	24
C	120	115	125	110
B	<50	<50	<50	<50
Co	<500	<500	<500	<500
Cr	133	131	131	133
Cu	<20	<20	<20	<20
Fe	628	624	624	628
Mn	<50	<50	<50	<50
Mo	<100	<100	<100	<100
Ni	102	100	105	104
Si	<300	<300	<300	<300
Sn	<100	<100	<100	<100
Y	<50	<50	<50	<50
Zr	<50	<50	<50	<50

Tableaux IV-3 et V-4 : Analyse chimique de l'alliage Ti-20V, épaisseur 3 et 1 mm (coulée 1903, CEZUS).

2 - *Etude des alliages Ti-20V et Ti-20V-5Al*

L'étude précédente a permis de définir les compositions des alliages qui se déforment par maclage et par glissement. Nous allons donc étudier dans le détail le comportement d'un alliage de chaque catégorie. Nous avons choisi d'étudier l'alliage binaire Ti-20V qui se déforme essentiellement par maclage de type {332} <113> (et par transformation de phase ω) et l'alliage Ti-20V-5Al que nous avons supposé être à la transition entre la stabilité et la métastabilité mécanique puisqu'il se déforme par glissement en statique. Pour optimiser les caractéristiques mécaniques du matériau Ti-20V-5Al, il faut pour cela définir entièrement sa gamme de transformation, la composition chimique et la taille de grain. Avant de se pencher sur ce problème, une étude préliminaire a été faite sur l'alliage Ti-20V. La méthodologie pourra être transposée à l'alliage Ti-20V-5Al.

2.1- *Gamme de transformation des alliages Ti-20V et Ti-20V-5Al*

2.1.1- L'alliage bêta métastable Ti-20V

Une coulée de 55 kg a été réalisée par CEZUS suivant la gamme de transformation figure IV-8. L'analyse chimique suivant l'épaisseur est donnée à différentes étapes par les tableaux IV-3 et IV-4.

Un problème de traitement thermique ou de refroidissement s'est produit pendant l'élaboration de cet alliage. On peut observer dans des micrographies l'apparition de fines aiguilles de phase α formées à partir de sites aussi bien intergranulaires qu'intragranulaires. Toutefois elle n'a pas été identifiée sur les diffractogrammes θ-2θ, les raies n'étant pas apparentes. Cette phase est présente tout au long de la gamme de transformation de l'épaisseur 4 mm à l'épaisseur 1 mm, que ce soit à l'état écroui ou recristallisé (planches 7, 8, 9). On peut observer sur les micrographies de l'épaisseur 3 mm écroui la présence de plaquettes à l'intérieur des macles de déformation (planche 7). Menon [29] les a identifiées comme étant de la martensite α" et de la phase ω induite sous contrainte. Cela reste à confirmer. Il pourrait s'agir d'un maclage secondaire. Des analyses chimiques de cette phase α et de la matrice bêta ont été faites au M.E.B, sur l'épaisseur 3 mm recuit où la phase α semble très présente. Aucune différence de composition n'a été décelée, bien que la solubilité très faible de vanadium dans la phase alpha induise normalement une différence. Ceci est dû probablement à la finesse de cette phase (planche 9). La plage analysée en analyse ponctuelle est trop grande pour séparer les différentes phases (poire d'émission supérieure à 1 μm^3). Un diffractogramme sur l'épaisseur 3 mm avant et après

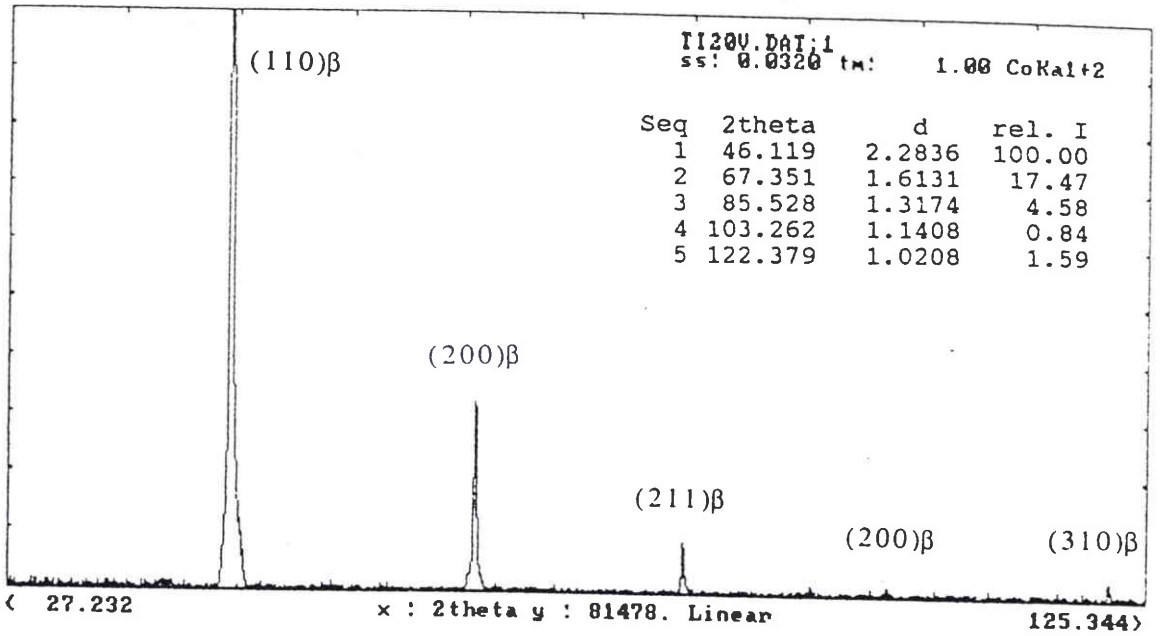


Fig. IV-9 : Diffractogramme θ-2θ de l'alliage Ti-20V, épaisseur 3 mm recristallisée.

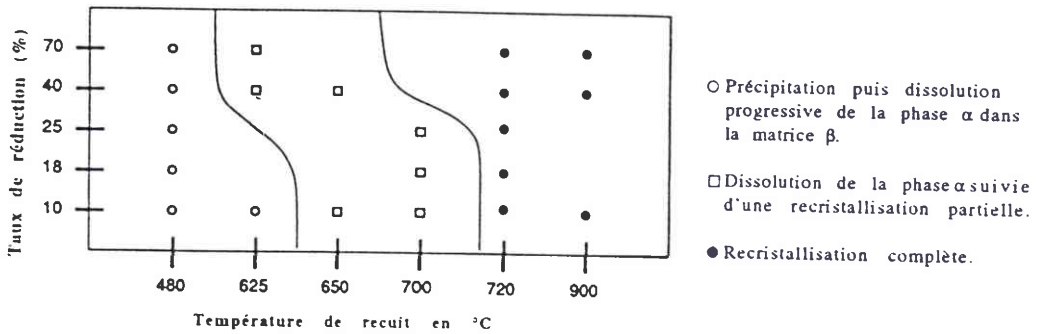


Fig. IV-10 : Influence de la température de recuit et de la déformation sur la recristallisation de l'alliage Ti-20V [47].

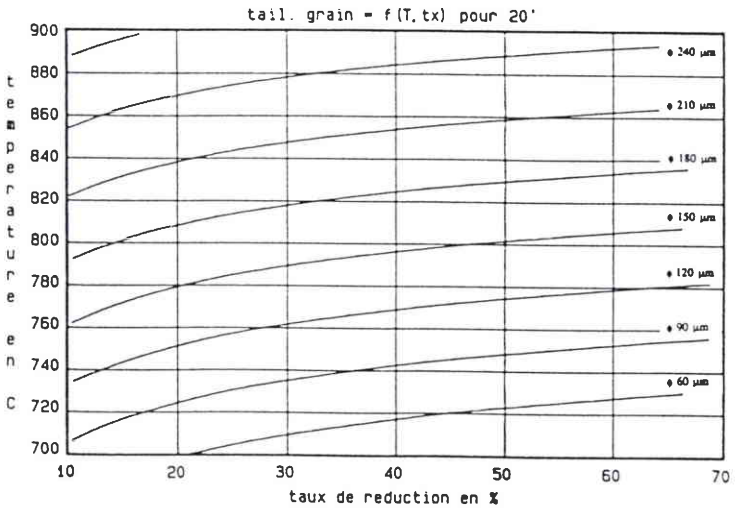


Fig. IV-11 : Estimation de la taille moyenne de grain de l'alliage Ti-20V, en fonction du taux de réduction et de la température de recuit pour un temps de maintien isotherme de 20 minutes [47].

traitement thermique ne permet de déceler que la phase bêta cubique centrée (fig. IV-9). Le paramètre de maille de la phase bêta est a = 0,323 nm. La phase ω athermique susceptible de se produire après trempe n'est pas visible. Il faut noter que la sensibilité de détection dans le cas de la diffraction des rayons X et sur le matériel du laboratoire est d'environ 5 % (pourcentage correspondant à la quantité de phase nécessaire).
Cette phase disparaît complètement lors d'un réchauffage à 720 °C pendant 30 minutes suivi d'un refroidissement à l'azote (planche 9).

La gamme de transformation élaborée par CEZUS (fig. IV-8) permet d'avoir en fin de laminage pour l'épaisseur 1 mm une taille de grain de 300 microns. La taille de grain est un paramètre qui n'est que très rarement pris en considération. Or, il a été montré, sur les alliages de zinc, de zirconium et pour la ferrite des aciers, qu'il existait une corrélation entre la taille de grain et l'activation du maclage comme mécanisme de déformation plastique [58]. Le maclage n'est plus observé en dessous d'une taille critique de grain pour ces alliages déformés à quelques pourcents. Nous allons donc étudier l'influence de ce paramètre sur l'apparition des mécanismes de déformation. C'est en choisissant correctement la gamme de fabrication que nous obtiendrons les tailles de grains recherchées.

Laheurte [47] a fait une étude de la croissance de grain après recristallisation de l'alliage Ti-20V. Il a déterminé par dilatométrie, à partir de tôles laminées (de 10 à 70%) et recuites, la température de recristallisation. Elle se situe à 720°C. Il a pu situer les différentes zones de dissolution de la phase α provenant de la décomposition de la phase β métastable (fig. IV-10). Le choix des paramètres pour l'étude de la croissance du grain a été optimisé à l'aide d'un plan d'expérience. Ce dernier a permis de définir un modèle estimatif de la taille moyenne de grain, en fonction du taux de réduction et de la température de recristallisation pour un temps de maintien isotherme de 20 minutes (fig. IV-11). L'influence prépondérante de la température sur la taille du grain recristallisé a été mise en évidence par la figure IV-12. Une taille de grain importante est le résultat d'une température de recristallisation élevée à taux de réduction identique. Par contre, il n'est pas observé au voisinage de l'écrouissage critique (10%) une augmentation importante de la taille de grain, pour une durée de recristallisation comprise entre 20 minutes et 2 heures.

Nous avons, avec la tôle d'épaisseur 3 mm (état recristallisé) mis en place une autre gamme de transformation (fig. IV-8), afin d'obtenir une taille de grain plus petite. Cette tôle a donc subi un laminage de 70% au CEA (Commissariat à l'Energie Atomique) de Saclay, suivi d'une recristallisation à 720°C pendant 20 minutes, afin d'obtenir une taille de grain moyenne de 40 microns.

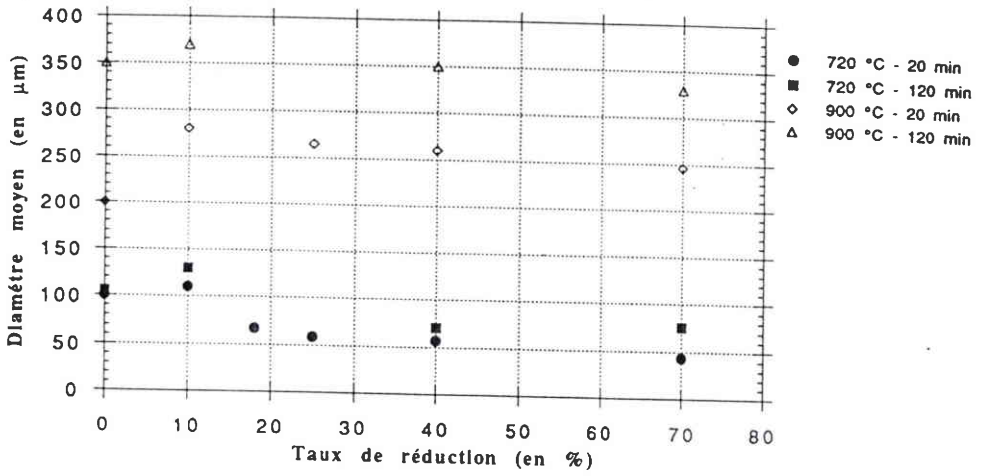


Fig. V-12 : Taille de grain de l'alliage Ti-20V en fonction du taux de réduction pour deux températures de recuit et deux temps de maintien isotherme [47].

Forgeage au pilon à 950 °C des lingotins de hauteur 50 mm
(Seule le lingotin V3 a été remis au four à épaisseur 20 mm)

↓

obtenu plats de 200 x 80 x 17.5 mm

↓

Four à 950 °C pendant 2 h 30

↓

Laminage : 5 passes de 2 mm avec remise au four entre chaque passe

↓

Laminage : 2 dernières passes de 1.5 mm sans remise au four

↓

plat obtenu : 500 x 80 x 4.5 mm

Fig. IV-13 : Gamme de transformation des alliages Ti-20V-5Al, V1, V2, V3 élaboré par CEZUS.

Alliages	Ti-20V-5Al V1	Ti-20V-5Al V2	Ti-20V-5Al V3
%			
V	19.6	19.9	20.0
Al	4.94	4.80	4.83
ppm			
C	126-113	121-111	136-117
H	61	68	75
N	83	85	477
O	970-1030	1040-1090	1240-1230

Tableau IV-5 : Analyse chimique de l'alliage Ti-20V-5Al, V1, V2,V3, épaisseur 4.5 mm.

2.1.2- L'alliage bêta stable Ti-20V-5Al

L'étude préliminaire réalisée sur des boutons de composition différentes avait permis de penser que l'alliage Ti-20V-5Al à 1200 ppm d'oxygène permettrait d'atteindre l'objectif défini, c'est à dire un alliage ayant une limite d'élasticité élevée et une grande ductilité. Il était souhaitable de confirmer ces résultats avant de passer à l'élaboration d'une coulée de 70 kg. CEZUS a donc élaboré trois petits lingots de 1 kg environ à l'aide d'un four L.C.F. (Four à Lévitation). Ces lingotins ainsi élaborés se présentent sous la forme de cônes dont les dimensions sont : 100 x 20 x 50 mm. Ils ont été transformés en tôles de 4,5 mm d'épaisseur, nommées V1, V2 et V3 de composition respectives de 800, 1000 et 1200 ppm d'oxygène. L'élaboration de ces 3 tôles est décrite par la figure IV-13. L'analyse chimique des trois tôles pour l'état final est donnée dans le tableau IV-5. On peut remarquer pour la tôle V3, où le taux d'oxygène était le plus proche de celui souhaité (1200 ppm), une teneur en azote de 477 ppm, ce qui est relativement élevé. Cette anomalie proviendrait d'un vide primaire insuffisant lors du prépompage avant fusion.

Afin d'obtenir deux tailles de grain différentes, comme pour l'alliage Ti-20V, plusieurs séquences de laminage et de recristallisation ont été réalisées sur les tôles V1 et V2, ceci afin d'optimiser les caractéristiques mécaniques de l'alliage Ti-20V-5Al. Les gammes de transformation sont décrites par la figure IV-14, ceci a permis d'obtenir une taille de grain moyenne de 250 microns pour la tôle V2 et de 65 microns pour la tôle V1 (planche 10). Il n'a pas été possible d'obtenir pour cet alliage une taille de grain plus petite car le laminage a été difficile, l'ajout d'aluminium a rendu le matériau moins ductile que le Ti-20V. Pour voir l'influence de l'oxygène sur les caractéristiques mécaniques, la tôle V3 a également subi une gamme de transformation (fig. IV-14). Lors du laminage CEZUS a rencontré quelques problèmes de traitements thermiques. Un diffractogramme θ-2θ à permis de mettre en évidence la présence de la phase α en fin de transformation (fig. IV-15 et planche 10). On peut constater la présence des pics de la phase α qui sont : (10-10), (0002), (10-11), (10-1-2), (11-20) et les pics de la phase β : (110), (200), (211). Cette phase α a pu germer au sein de la matrice car le refroidissement s'est effectué à l'air. Un taux d'oxygène relativement élevé de 2210-2260 ppm a été relevé en fin de réalisation, ceci à cause d'un problème de four. Cette tôle V3 a une taille de grain de 155 microns en fin de laminage. Cette manipulation n'a pas été refaite, car cet alliage nous permettra de déterminer l'influence de la phase α sur les caractéristiques mécaniques.

Sur ces deux alliages Ti-20V et Ti-20V-5Al pour lesquels nous avons deux tailles de grains différentes, des essais mécaniques seront

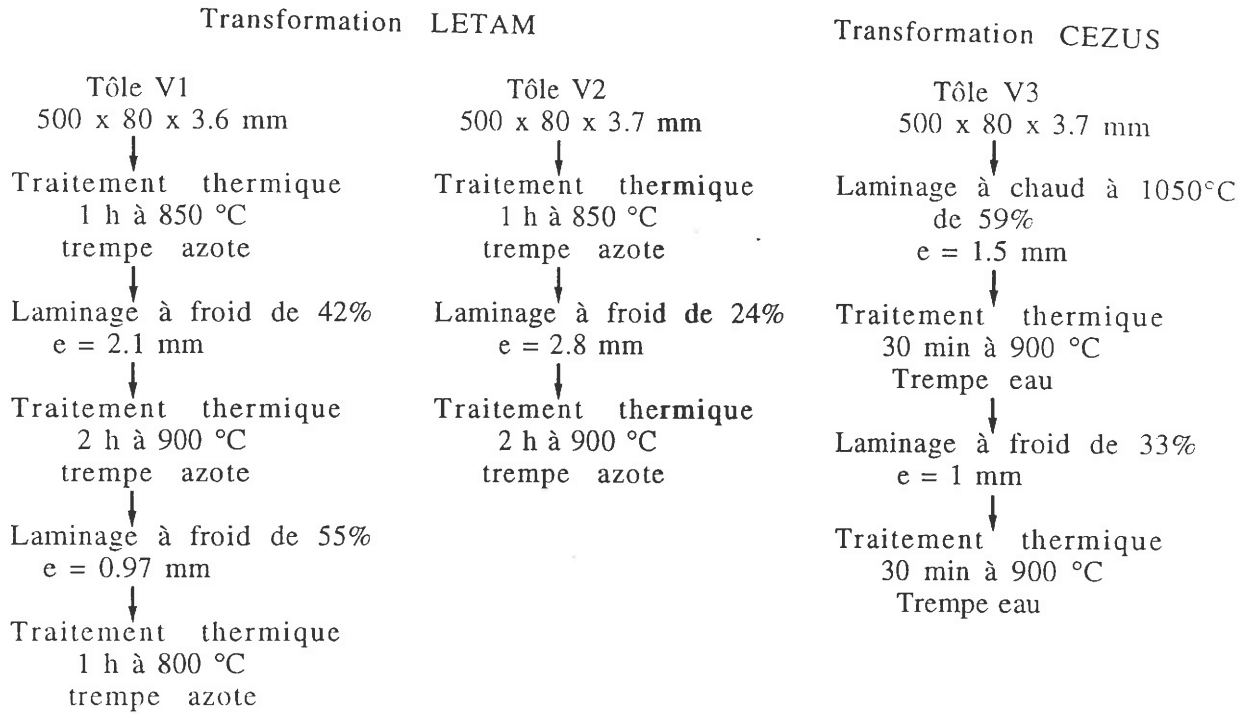


Fig. IV-14 : Gamme de transformation des alliages Ti-20V-5Al, V1, V2, V3, élaboré par CEZUS et le LETAM.

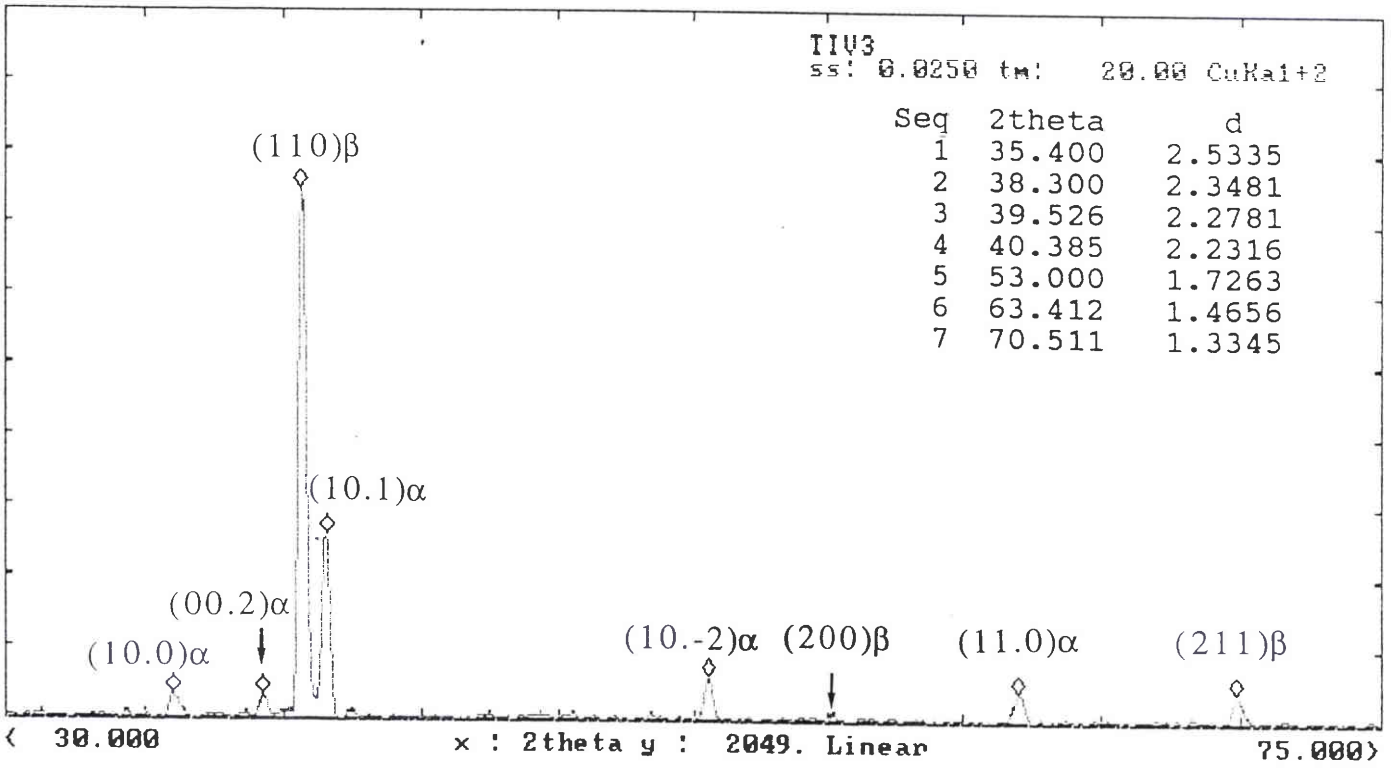


Fig. IV-15 : Diffractogramme θ-2θ de l'alliage Ti-20V-5Al, V3 après laminage à froid et recristallisation.

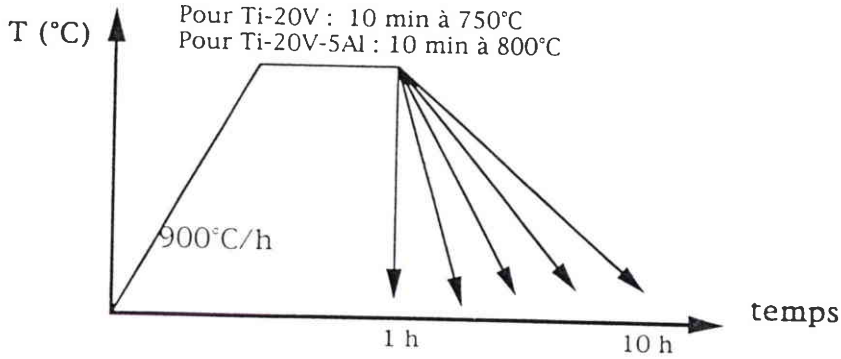


Fig. IV-16 : Premier cycle de traitement thermique où seul le temps de refroidissement varie de 1 à 10 heures (73 à 730 °C/h).

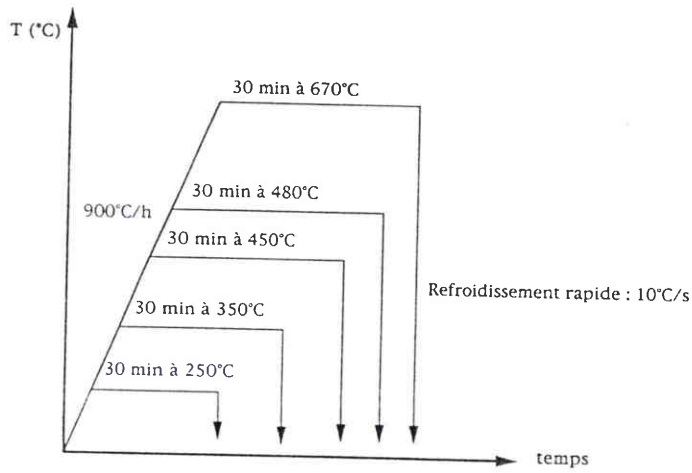
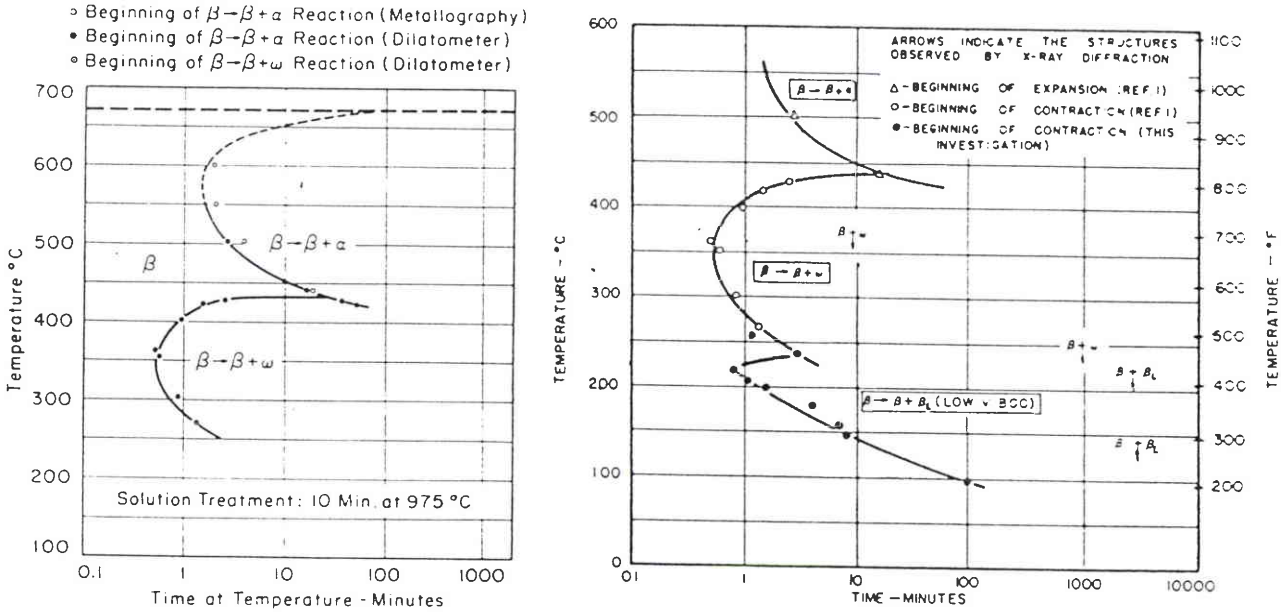


Fig. IV-17 : Deuxième cycle de traitement thermique où l'on fait varier la température de maintien.



a) b)

Fig. IV-18 : Diagramme T.T.T. (Temps, température, transformation), de l'alliage Ti-20V : a) d'après [60], b) d'après [59]

réalisés comme le laminage, la traction et la compression. Ces essais permettront de comprendre les effets de la composition et de la taille de grains sur les mécanismes de déformation lors de la déformation plastique. Avant de détailler cette partie, il est nécessaire de bien comprendre l'évolution des transformations de phases pendant l'élaboration de ces tôles, afin de permettre une meilleure définition de la gamme de transformation de ces alliages.

2.2- *Transformation de phases*

La compréhension des transformations de phases susceptibles de se produire lors des traitements thermiques est importante. Pour cela nous avons suivi l'évolution structurale au cours de traitements anisothermes.

Pour atteindre notre objectif, nous utiliserons la dilatométrie, la microscopie optique, l'essai de dureté Vickers et la diffractométrie.

Lors de la fabrication des tôles de Ti-20V et Ti-20V-5Al par CEZUS, au lieu d'avoir uniquement des grains bêta, la structure métallographique était composée de grains bêta marqués par de fines et nombreuses aiguilles de phase α. Elle s'est formée aussi bien sur des sites intergranulaires qu'intragranulaires (planches 7, 8, 9). Il est probable que la vitesse de refroidissement de ces tôles n'a pas été assez rapide. Des traitements thermiques en dilatométrie permettront d'éclaircir ce phénomène. A partir de grains bêta recristallisés l'apparition de la phase α sera suivie. Le cycle thermique utilisé est le suivant : la vitesse de montée en température est de 900°C/h. Le maintien isotherme, à 750°C pour Ti-20V et 800°C pour Ti-20V-5Al, est de dix minutes. Les temps de refroidissement choisis sont : 1, 2, 4, 6 et 10 heures, correspondant respectivement à : 730, 365, 180, 120, et 70°C/h (fig. IV-16). L'influence de la taille de grains sur les transformations de phases sera également étudiée pour l'alliage Ti-20V. Un deuxième cycle thermique de vieillissement (fig. IV-17) permettra de préciser la nature des phases en présence pour l'alliage Ti-20V de taille de grain 40 microns. Pour ce cycle la montée en température est toujours de 900°C/h. La température de maintien varie de 250 à 670°C. Le maintien isotherme est de 30 minutes et la vitesse de refroidissement de 10°C/s.

Pour une meilleure détection des pics de la phase α : (10-10), (0002) et (10-11), situés autour du pic (110) de la phase β et du pic (0001) de la phase ω, les diffractogrammes θ-2θ ont été effectués entre 30° et 45° avec un temps de comptage de 20 à 30 secondes tous les 0,01 à 0,05°.

La trempe de l'alliage Ti-20V, depuis le domaine β, conduit à la rétention à température ambiante, sous forme métastable, de la phase β de haute température. Lors d'un recuit ou revenu, cette structure

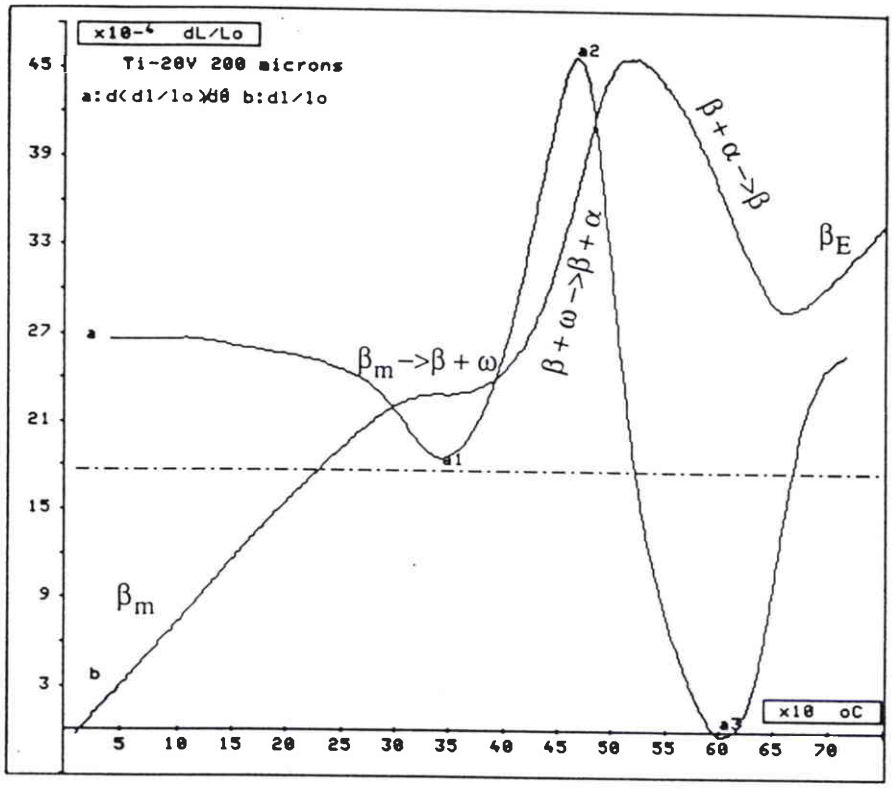


Fig. IV-19 : Courbes $d(dl/lo)/d\theta = f(\theta)$ et $dl/lo = f(\theta)$ obtenues lors du chauffage (Vc = 900°C/h) de l'alliage Ti-20V de taille de grain 200 microns.

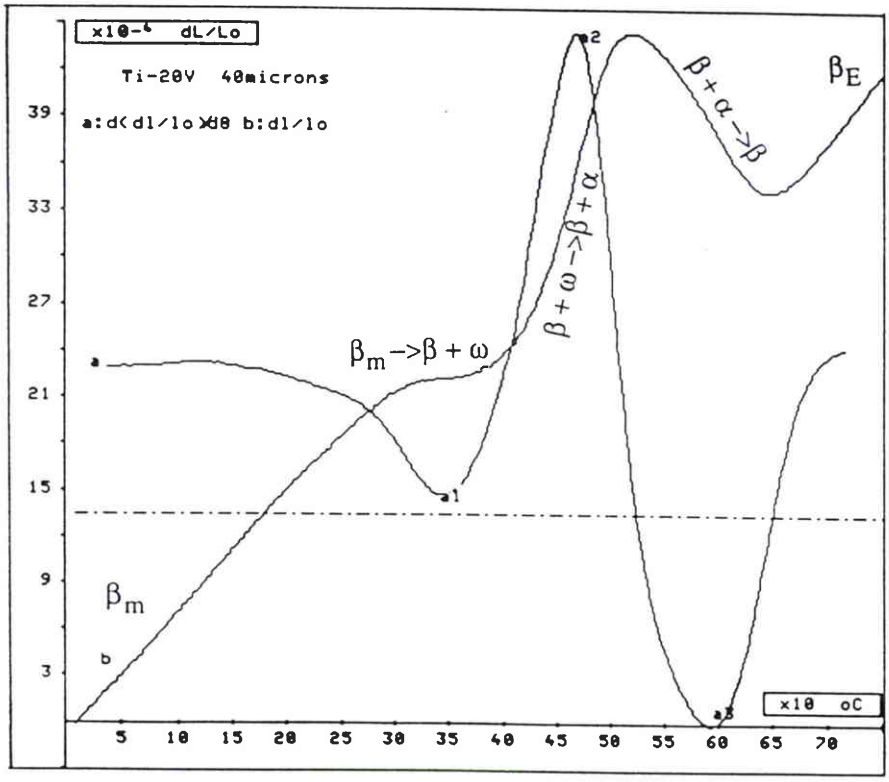


Fig. IV-20 : Courbes $d(dl/lo)/d\theta = f(\theta)$ et $dl/lo = f(\theta)$ obtenues lors du chauffage (Vc = 900°C/h) de l'alliage Ti-20V de taille de grain 40 microns.

instable (β_m) avec ou sans ω athermique, évolue vers un état d'équilibre en se décomposant. On peut connaître la cinétique de transformation de la phase β grâce aux courbes T.T.T. (fig. IV-18 a et 18 b), qui décrivent les transformations (T) de cette phase, en fonction du temps (T) de la température (T) pour l'alliage Ti-20V [59, 60].

Lors du chauffage et du refroidissement des échantillons, l'évolution structurale est suivie en analysant les courbes de dilatation thermique $dl/Lo = f(\theta)$ et $d(dl/Lo)/d\theta = f(\theta)$. Les températures de début et de fin de transformation des différentes phases sont données sur une moyenne de cinq essais.

2.2.1.- Les alliages β métastables Ti-20V

Entre 20 et 284 $\pm$ 4°C aucune trasformation de phase n'est visible sur les courbes de dilatation thermique de l'alliage Ti-20V de taille de grain 200 et 40 microns (fig. IV-19 et IV-20).

A la température de vieillissement de 250 °C, la seule phase en présence est bien la phase β (planche 11), matérialisée par le pic (110) de la phase cubique centrée sur le diffractogramme θ- 2θ (fig. IV-21).

Le coefficient de dilatation ($\alpha = (1/l) \times (dl/d\theta)$) de la phase β à basse température est de l'ordre de 10^{-5}/ °C (K^{-1}), pour ces alliages.

Sur les courbes de dilatation thermique de l'alliage Ti-20V de taille de grain 200 et 40 microns (fig. IV-19 et IV-20), on peut remarquer qu'entre les températures 284 $\pm$ 4°C et 384 $\pm$ 5°C, en fonction de l'état initial apparaît la décomposition de la phase β_m suivant la transformation suivante :

$$\beta \text{ métastable} \rightarrow \beta + \omega \text{ isotherme}$$

L'apparition de cette phase ω, invisible au microscope optique, est accompagnée par une augmentation de la densité de l'alliage. L'accroissement de certaines propriétés, telles que la dureté ou la conductivité électrique a également été remarqué [59, 61]. Ces précipités de ω isothermique sont le résultat d'un processus de germination et croissance dans la matrice β et de la présence de la phase ω athermique éventuellement apparue lors de la trempe de ces alliages.

Pour des échantillons de Ti-20V vieillis à 120 et 200°C pendant 50 heures, Harmon et al. [59] ont constaté, par diffraction des rayons X, que la matrice se décompose en deux phases cubiques centrées de paramètres de maille différents : $\beta \rightarrow \beta + \beta_L$ (low) (fig. IV-18 b). Ces différences de paramètres sont le résultat de zones à basse teneur en vanadium (11%) dues à l'appauvrissement en soluté plus ou moins rapidement suivant la température de revenu, alors que dans la matrice, la teneur en vanadium augmente légèrement jusqu'à 22%.

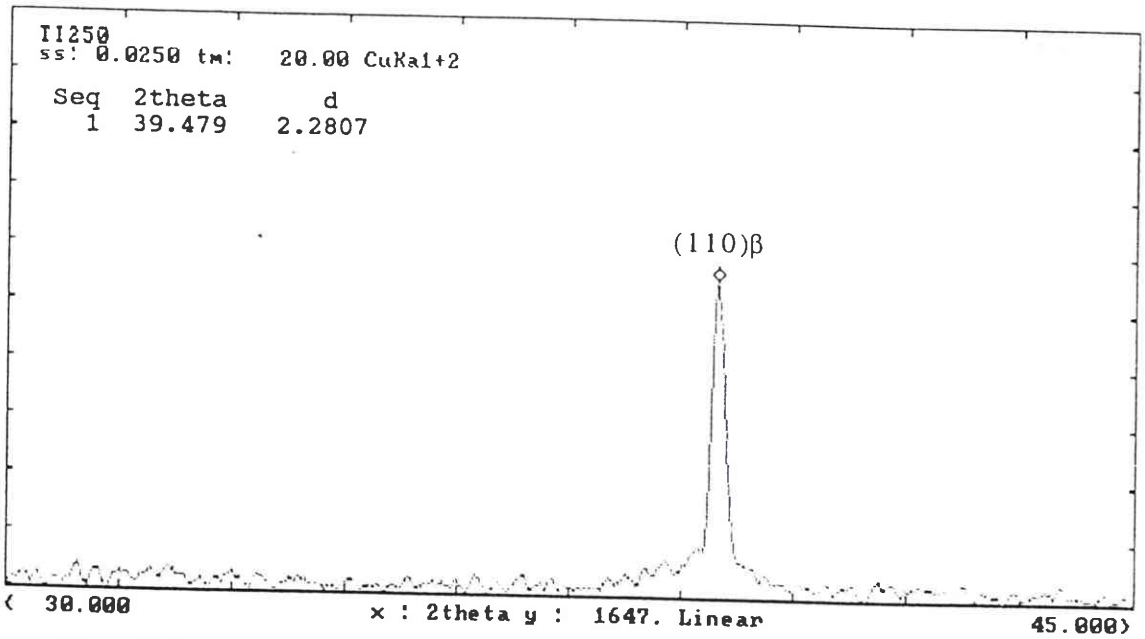


Fig. IV-21 : Diffractogramme θ- 2θ de l'alliage Ti-20V de taille de grain 40 microns, pour une température de vieillissement de 250 °C pendant 30 min.

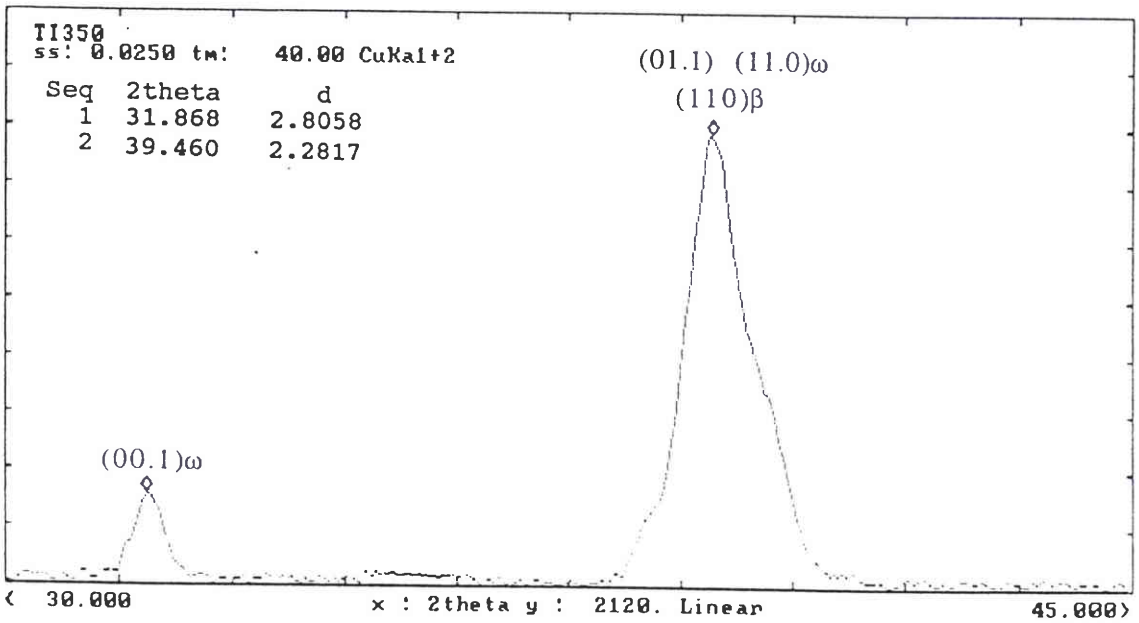


Fig. IV-22 : Diffractogramme θ- 2θ de l'alliage Ti-20V de taille de grain 40 microns, pour une température de vieillissement de 350 °C pendant 30 min.

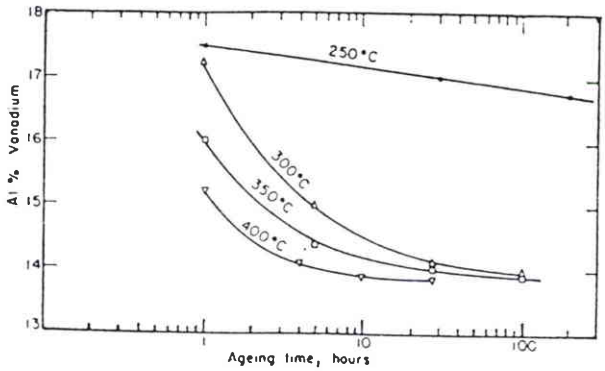


Fig. IV-23 : Teneur en vanadium de la phase ω isothermique en % atomique, en fonction de la durée et de la température de vieillissement, pour l'alliage Ti-20V [66].

Les zones appauvries en vanadium seraient les sites de germination de la phase ω à plus haute température. Ce qui donnerait la transformation suivante : $\beta + \beta_L \rightarrow \beta + \omega$.

A la température de 349 $\pm$ 3°C, 50% de phase ω sont présents lors de la transformation : $\beta \rightarrow \beta + \omega$ isotherme, matérialisée par le point a1 de la courbe dérivée (fig. IV-19 et IV-20).

A la température de vieillissement de 350°C, par micrographie on observe toujours la phase β (planche 11), par contre le diffractogramme met bien en évidence la présence de la phase ω isothermique (fig. IV-22), par l'apparition du pic (0001) et probablement du pic (11-20) ou (01-11) confondu avec le pic (110) de la phase β, car il y a élargissement de ce pic.

Hickman [66], pour l'alliage de titane contenant 19 atomes % de vanadium (20% massique), a montré que les précipités de phases ω isothermiques s'appauvrissaient en vanadium au cours du temps. Et cela plus la température de vieillissement augmente, pour atteindre une teneur minimum d'équilibre d'environ 14% atomique (15 % massique) (fig. IV-23). Ce processus est accompagné par une expansion de la maille élémentaire, mais avec un rapport c/a qui reste constant et égal à 0,613. Ces particules de phase ω favorisent la formation de la phase α qui continue à s'appauvrir en vanadium, permettant ainsi la formation de la phase β d'équilibre.

Entre les températures 384 $\pm$ 5°C et 524 $\pm$ 4°C, nous avons la transformation suivante :

$$\beta + \omega \rightarrow \beta + \alpha$$

La précipitation de la phase α est prépondérante avec l'augmentation de la température. Cette transformation s'accompagne d'une extension de la maille. La phase ω joue un rôle important lors de la précipitation de la phase α. Une fine et uniforme répartition de la phase α ne serait que le reflet de la phase ω qui se crée à plus basse température. La phase α grossirait au détriment de la phase ω [62]. Cette transformation, commence généralement aux joints de grains, puis s'étend progressivement dans toute la matrice β, en donnant une structure α orientée ou aciculaire.

A la température de vieillissement de 450°C après un maintien de 30 minutes, on observe bien par micrographie une fine précipitation de phase α intergranulaire et intragranulaire qui apparaît dans la matrice β (planche 11). Le diffractogramme θ-2θ figure IV-24, confirme bien la présence de cette phase α par l'apparition des pics suivant : (10-10), (0002), (10-11). Il reste encore un peu de phase ω qui ne s'est pas

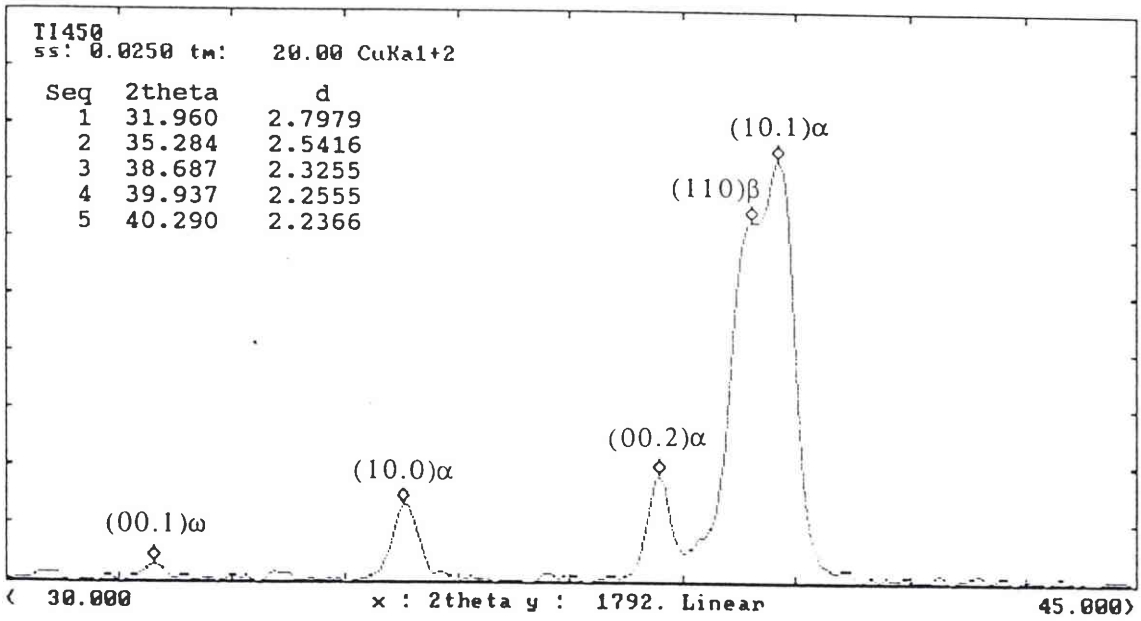


Fig. IV-24 : Diffractogramme θ- 2θ de l'alliage Ti-20V de taille de grain 40 microns, pour une température de vieillissement de 450 °C pendant 30 min.

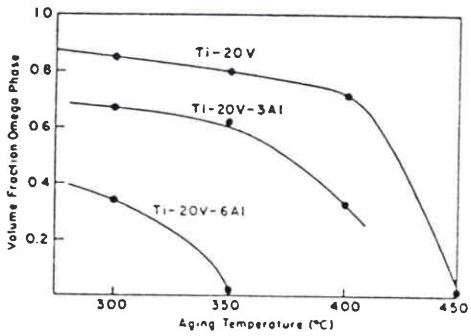


Fig. IV-25 : Fraction volumique de la phase ω, dans l'alliage Ti-20V-XAl, en fonction de la température de vieillissement, pour une durée comprise entre 1/2 et 10 heures [20].

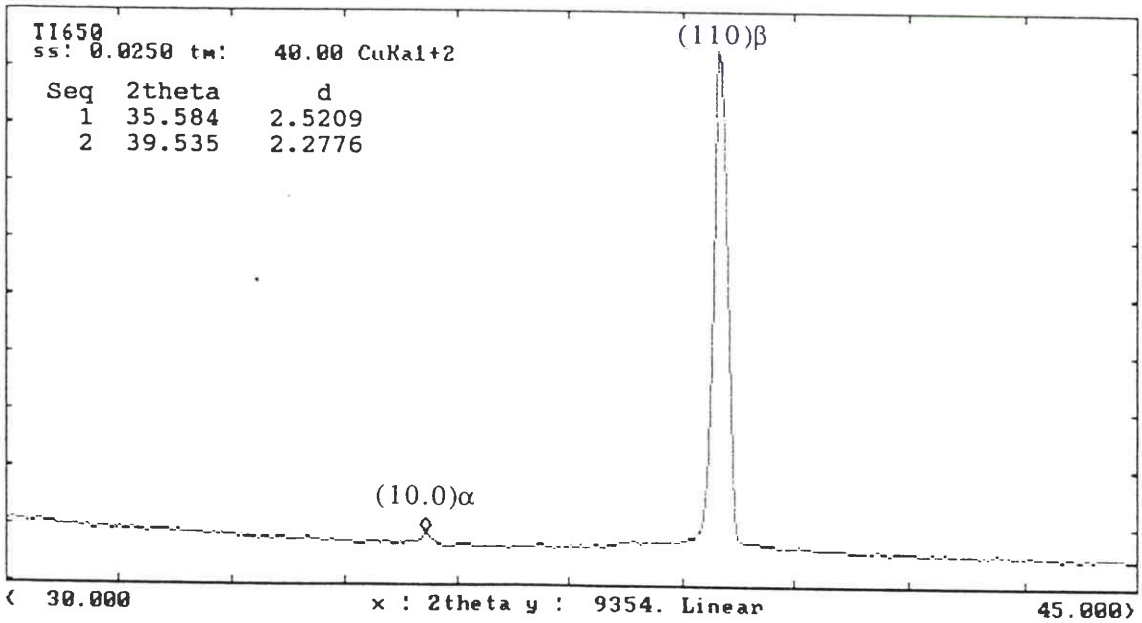


Fig. IV-26 : Diffractogramme θ- 2θ de l'alliage Ti-20V de taille de grain 40 microns, pour une température de vieillissement de 650 °C pendant 30 min.

transformée en phase α.
Williams [20], qui a travaillé sur la décomposition de la phase β métastable de l'alliage Ti-20V a montré que la fraction volumique de la phase métastable ω était quasiment nulle à 450°C, pour un temps de vieillissement compris entre 1/2 heure et 10 heures (fig. IV-25). La fraction volumique n'évolue pratiquement pas durant toute cette période. On peut voir également l'influence de l'aluminium qui retarde et diminue la présence de la phase ω dans l'alliage Ti-20V.

A la température de 462 $\pm$2°C, 50% de la phase ω s'est transformée en phase α. Cette transformation est matérialisée par le point a2 de la courbe dérivée (fig. IV-19 et IV-20).

Une précipitation importante de la phase α est présente dans la matrice β, à la température de vieillissement de 480°C (planche 12). La phase α grossirait au détriment et à la place de la phase ω.

Pour l'alliage Ti-20V de taille de grain 200 microns, la dissolution progressive de la phase α qui évolue vers une phase β d'équilibre s'effectue entre les températures 524 $\pm$4°C et 690 $\pm$10°C :

$$\alpha + \beta \rightarrow \beta_E$$

Pour l'alliage Ti-20V de taille de grain 40 microns la dissolution totale de la phase α se produit à une température plus basse : 656 $\pm$8°C.

A la température de 619 $\pm$7°C, 50% de la phase α sont transformés en phase β, ce qui est matérialisé par le point a3 de la courbe dérivée (fig. IV-19 et IV-20).

A la température de vieillissement de 650°C, la phase α est en très faible proportion dans l'alliage. On ne voit plus qu'un seul pic (10-10) de la phase α sur le diffractogramme θ-2θ (fig. IV-26). Elle n'est quasiment plus visible par micrographie (planche 12), car nous sommes proches de la température de transformation $\alpha \rightarrow \beta$.

La cinétique de la transformation $\beta + \alpha \rightarrow \beta$ est très lente. Pour 20 % de vanadium sur les diagrammes d'équilibre, figures IV-27 et IV-28, la température de transformation n'est pas définie [63, 64]. L'allure des courbes dilatométriques nous permet de la définir vers 690 $\pm$10°C pour l'alliage Ti-20V de taille de grain 200 microns et 656 $\pm$8°C pour l'alliage Ti-20V de taille de grain 40 microns (fig. IV-29). Au delà de ces températures, nous avons la phase β d'équilibre. Ce qui est confirmé lors du vieillissement à 670°C (planche 12).

Quelle que soit la vitesse de refroidissement (1 à 10 heures), les courbes de dilatométrie ne présentent pas de changement de phase $\beta \rightarrow \alpha$, ce qui montre que cette transformation est très lente. On retrouve pourtant la transformation $\beta \rightarrow \omega$, non visible sur difractogramme, qui

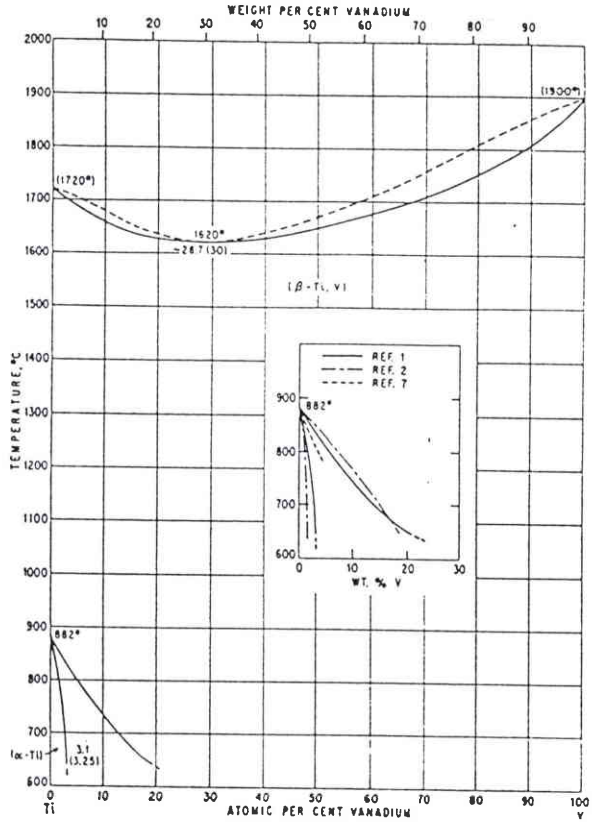


Fig. IV-27 : Diagramme d'équilibre des alliages Ti-V. [63]

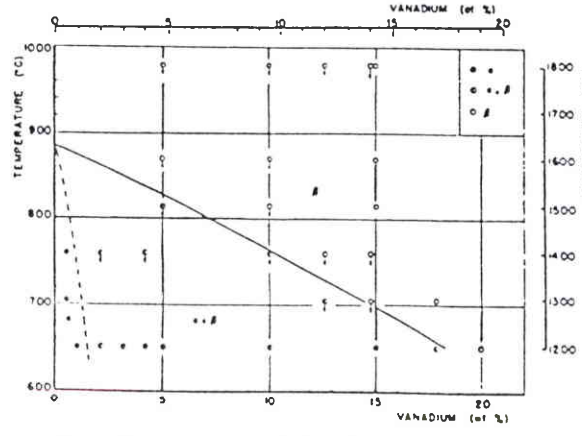


Fig. IV-28 : Diagramme de phases partiel du système Ti-V, les flèches verticales représentent les échantillons pour lesquels il y a transformation de phase α', lors de la trempe [64].

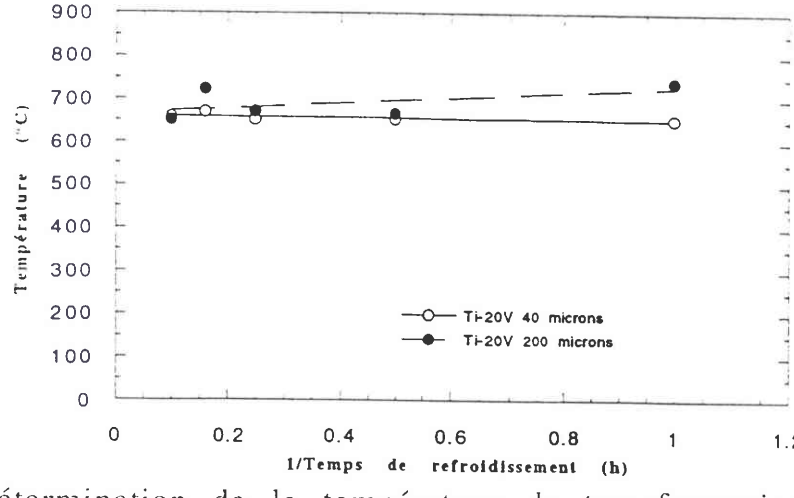


Fig. IV-29 : Détermination de la température de transformation α->β pour l'alliage Ti-20V.

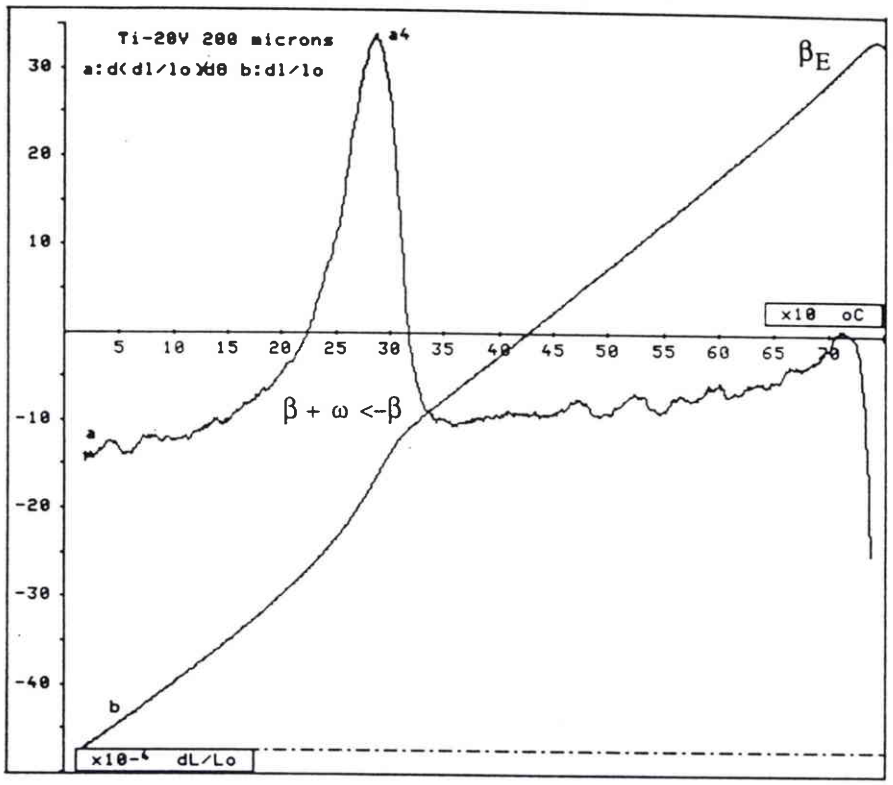


Fig. IV-30 : Courbes d(dl/lo)/dθ = f(θ) et dl/lo = f(θ) obtenues lors du refroidissement (Vr = 730°C/h) de l'alliage Ti-20V de taille de grain 200 microns.

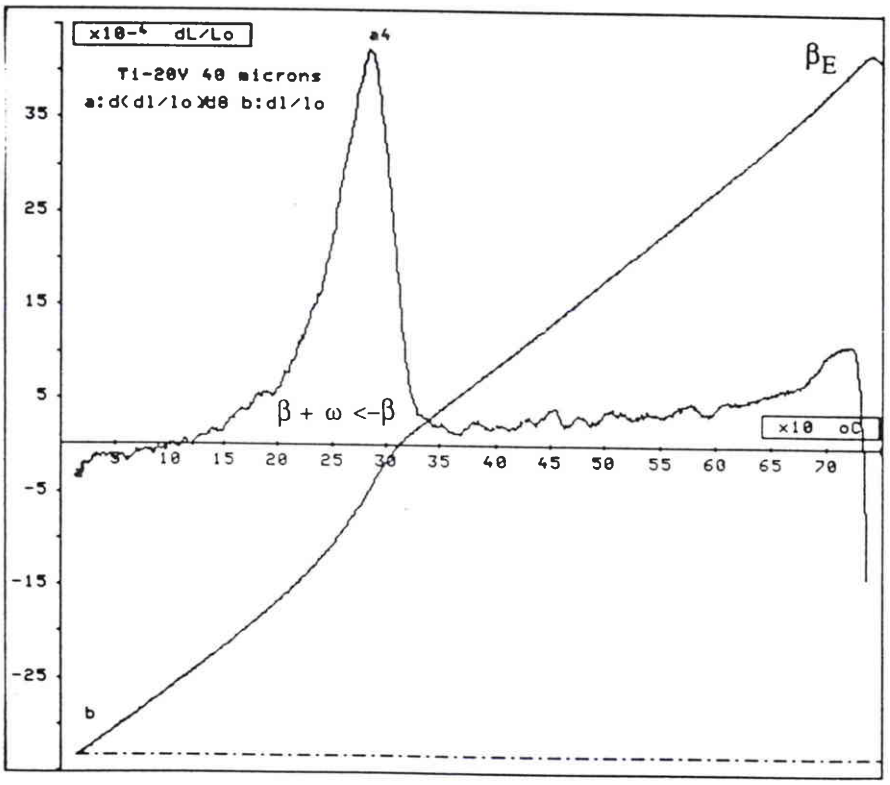


Fig. IV-31 : Courbes d(dl/lo)/dθ = f(θ) et dl/lo = f(θ) obtenues lors du refroidissement (Vr = 73°C/h) de l'alliage Ti-20V de taille de grain 40 microns.

débute pour 1 heure de refroidissement vers une température de 323 ± 2°C et se termine vers 137 ± 2°C (fig. IV-30). Pour 10 heures de refroidissement elle débute vers 350 ± 2°C et se termine vers 227 ± 3 °C (fig. IV-31). Cette transformation se matérialise par une contraction de la maille. Le point a4 sur la courbe dérivée (fig. IV-30 et IV-31), correspondant respectivement à 287 ± 3°C et 313 ± 3°C pour 1 et 10 heures de refroidissement, représente 50% de la phase ω qui s'est transformée. Par un refroidissement très lent, il se forme des précipités de phase ω isothermique durant la traversée du domaine de température par germination et croissance (courbes T.T.T., fig. IV-18). La précipitation de la phase ω lors du chauffage ne pouvait être évitée. Une vitesse de chauffage de 10 °C/s provoque une réversion directe ω-> β [47].

Un refroidissement inférieur à une heure de l'alliage Ti-20V donne une structure constituée uniquement de grains bêta équiaxes. Après une heure (Vr = 730°C/h), même si aucune transformation β –> α n'est visible sur la courbe dilatométrique, certains grains présentent une très fine précipitation intergranulaire de phase α. Une durée de refroidissement plus grande conduit à une structure métallographique composée de fines et nombreuses petites aiguilles de phase α. Elles se forment aussi bien sur des sites intergranulaires qu'intragranulaires (planches 13, 14). Les joints de grains et les défauts cristallographiques sont les sites privilégiés de germination de la phase α. Ces joints présentent une grande densité de fines aiguilles de phase α, du fait qu'elles ne s'orientent que suivant quelques directions dans un même grain. Elles sont probablement en relation d'épitaxie avec la matrice β. Les alliages Ti-20V refroidis pendant 10 heures (planches 13, 14), présentent une structure ayant une précipitation intergranulaire importante et quelques petites zones de phase β non transformée. On peut conclure quant aux structures obtenues lors des différents refroidissements, que l'alliage Ti-20V est sensible à la cinétique de refroidissement continu après un maintien dans le domaine β. Si la phase β peut être retenue à température ambiante par trempe, dès que la vitesse de refroidissement atteint la valeur critique de 730°C/h (1h), la transformation en phase α devient possible. Elle se caractérise par une précipitation préférentielle sur les défauts. La morphologie de cette phase est aciculaire et forme de petits amas répartis régulièrement dans toute la matrice β. Plus la vitesse de refroidissement diminue et plus la fraction volumique de la phase α augmente. Elle a été mise en évidence, dans l'alliage Ti-20V, de taille de grain 40 microns, après 10 heures de refroidissement par diffractogramme θ- 2θ (fig. IV-32). On peut constater la présence de trois pics de la phase α hexagonale qui sont : (10-10), (0002), (10-11) et un pic (110) de la phase β. Comme la fraction volumique totale de ces aiguilles est très faible, elle n'a pas pu être mise en évidence par

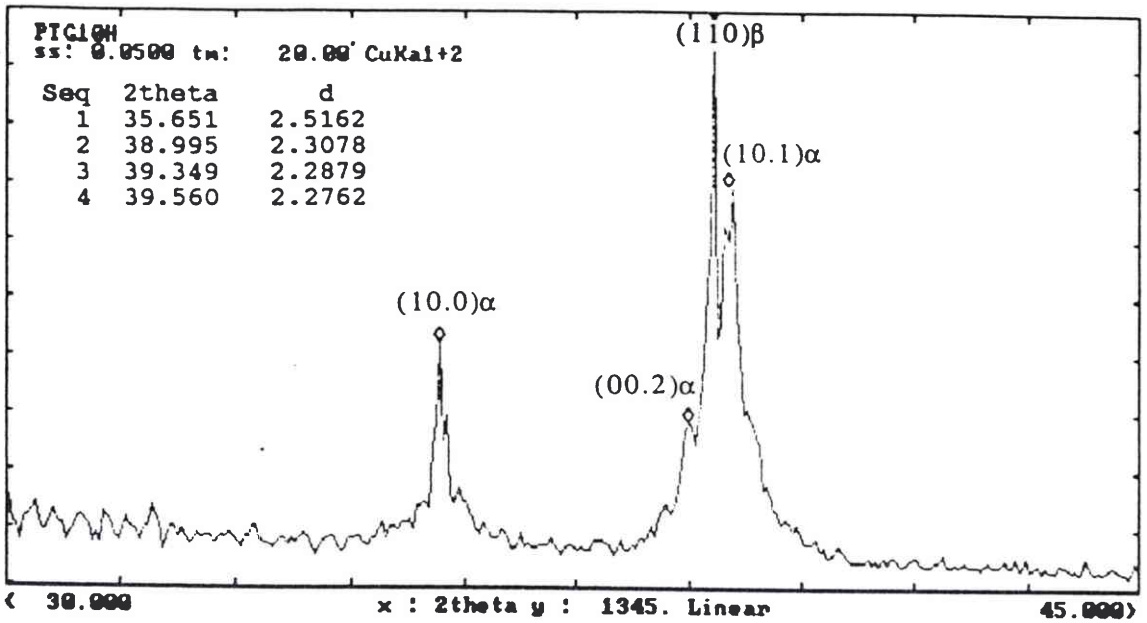


Fig. IV-32 : Diffractogramme θ- 2θ de l'alliage Ti-20V de taille de grain 40 microns, pour un refroidissement de 10 heures.

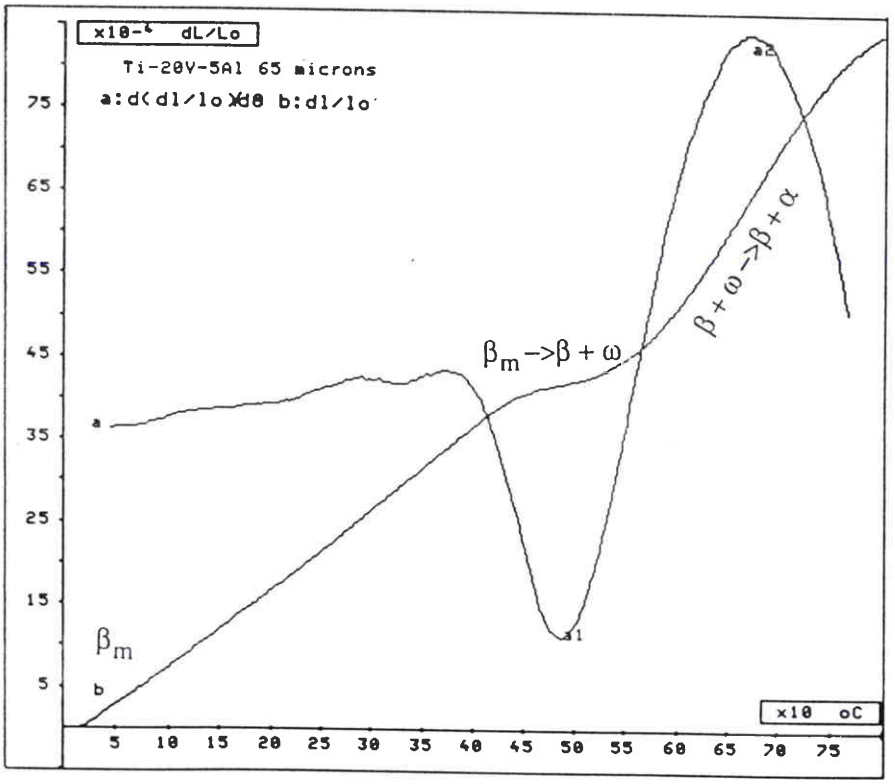


Fig. IV-33 : Courbes d(dl/lo)/dθ = f(θ) et dl/lo = f(θ) obtenues lors du chauffage (Vc = 900°C/h) de l'alliage Ti-20V-5Al de taille de grain 65 microns, revenu à 800°C.

diffractomérie dans l'alliage de départ, Ti-20V d'épaisseur 3 mm (planche 7). Dans cet alliage, il est resté de larges plages de phase β non transformée, ce qui n'est pas le cas pour les alliages refroidis 10 heures, où là, la phase α est prépondérante (planches 13, 14). Cette phase α, a comme paramètres de maille a = 0,4615 nm, c = 0,2905 nm avec c/a = 1,588.

Pour l'alliage Ti-20V, la taille de grain n'a pas ou peu d'influence sur les températures de changements de phases pendant le chauffage et le refroidissement. Par contre la température de transformation de phase $\beta + \alpha \rightarrow \beta_E$ baisse quand la taille de grain diminue.

Le coefficient de dilatation de la phase β, à basse et haute température, est quasiment le même au chauffage et au refroidissement. Pour les alliages Ti-20V, de taille de grains 40 et 200 microns, il est de l'ordre de 10^{-5}/°C (K^{-1}).

2.2.2- L'alliage stable Ti-20V-5Al

L'addition d'aluminium dans l'alliage Ti-20V retarde la formation des différentes phases lors du traitement de revenu anisotherme. La courbe de dilatométrie correspondant au traitement de revenu à 800°C (fig. IV-33) ne permet pas de définir la fin de la dissolution de la phase α. Trois essais à plus haute température (1100 °C) ont été réalisés pour essayer de la mettre en évidence (fig. IV-34). Les transformations de phases se déroulent aux températures suivantes :

$\beta \rightarrow \beta + \omega$ isotherme : 373 ± 5 °C à 544 ± 8 °C
$\beta + \omega \rightarrow \beta + \alpha$: 544 ± 8 °C à 775 ± 8 °C

L'allure de la courbe de dilatométrie (fig. IV-34) ne nous permet pas de définir avec exactitude la température de fin de dissolution de la phase α. Elle doit se situer au environ de 970 ± 10°C.

L'aluminium étant un élément alphagène, il augmente, le domaine de la phase α ainsi que la température de transformation $\alpha \rightarrow \beta$.

Pour cet alliage Ti-20V-5Al, nous retrouvons les mêmes évolutions de phases que pour l'alliage Ti-20V, seulement avec un décalage des températures dû à l'ajout d'aluminium.

Pour les refroidissements d'une à quatre heures, aucune transformations de phase n'est visible sur les courbes dilatométriques, car l'aluminium diminue la présence de la phase ω. Par contre pour les refroidissements de six et dix heures, nous retrouvons la transformation $\beta \rightarrow \beta + \omega$. Elle débute à la température de 563 ± 2°C et se termine à 444 ± 2°C pour six heures de refroidissement. Pour dix heures de refroidissement, elle apparaît entre 541 ± 2°C et 431 ± 2°C (fig. IV-35). Le

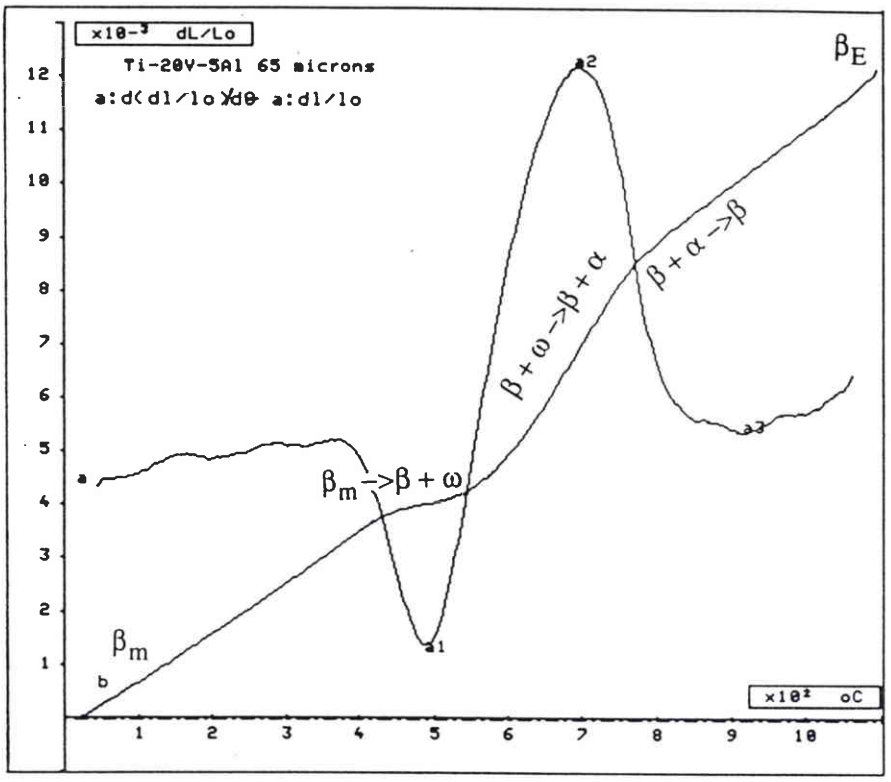


Fig. IV-34 : Courbes d(dl/lo)/dθ = f(θ) et dl/lo = f(θ) obtenues lors du chauffage (Vc = 900 °C/h) de l'alliage Ti-20V-5Al de taille de grain 65 microns, revenu à 1100°C.

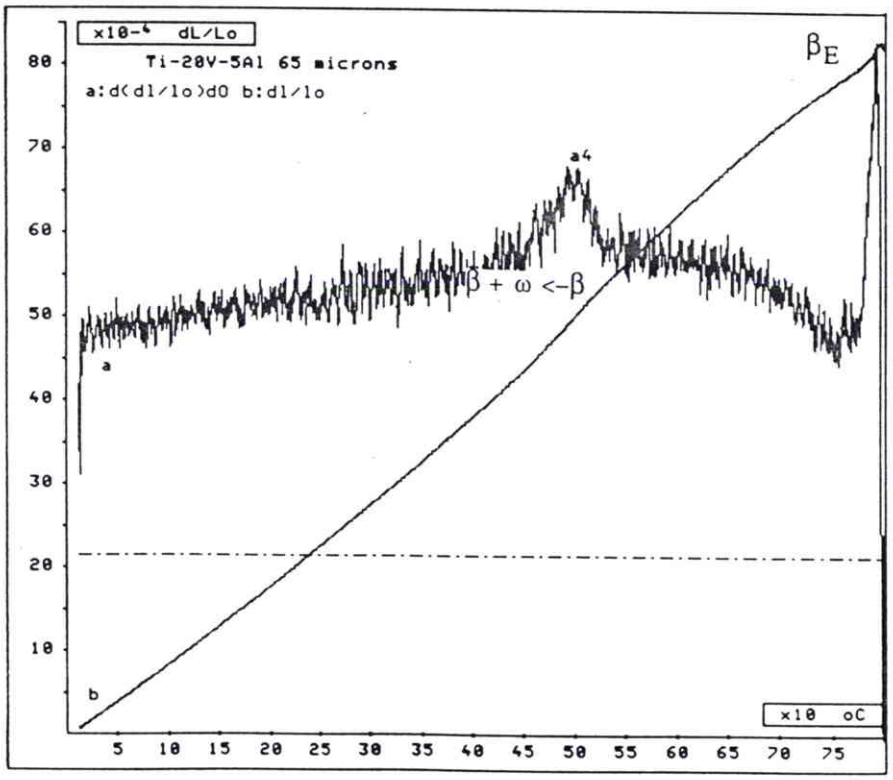


Fig. IV-35 :Courbes d(dl/lo)/dθ = f(θ) et dl/lo = f(θ) obtenues lors du refroidissement (Vr = 73°C/h) de l'alliage Ti-20V-5Al de taille de grain 65 microns.

refroidissement étant très lent (73°C/h), la transformation $\beta \rightarrow \beta + \omega$ peut se produire. Les points a4 sur les deux courbes dérivée, correspondant respectivement à 500 ± 3°C et 495 ± 3°C pour 6 et 10 heures de refroidissement (fig. IV-35), représentent 50% de la phase ω qui s'est transformée. En comparant la hauteur des deux "pics" matérialisés par les points a4, de l'alliage Ti-20V et Ti-20V-5Al pour 10 heures de refroidissement (fig. IV-31 et IV-35), on peut en déduire que la phase ω est en faible proportion dans l'alliage Ti-20V-5Al. Elle n'est pas visible par diffractometrie.

La transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$ lors du refroidissement n'est pas visible sur les courbes de dilatation thermique, comme pour les alliages Ti-20V. Un refroidissement inférieur à une heure donne une structure constituée uniquement de grains bêta équiaxes. Comme pour l'alliage Ti-20V après une heure, même si aucune transformation $\beta \rightarrow \alpha$ n'est visible sur la courbe dilatométrique, tous les grains bêta présentent une très fine précipitation de phase α aussi bien sur des sites intergranulaires qu'intragranulaires. Ce phénoméne s'accentue d'autant plus que la durée de refroidissement devient grande (planche 15). Au bout de 10 heures de refroidissement (planche 15), nous avons une structure qui présente une précipitation intergranulaire importante et quelques petites zones de phase β non transformée. L'alliage Ti-20V-5Al semble beaucoup plus sensible à la cinétique de refroidissement que l'alliage Ti-20V. La phase α a été mise en évidence après 10 heures de refroidissement par diffractomérie (fig. IV-36). On constate bien la présence de trois pics de la phase α hexagonale qui sont : (10-10), (0002), (10-11) et un pic (110) de la phase β. La présence de la phase ω n'est pas visible même si elle est détectée par dilatométrie. Une petite taille de grains et la présence d'aluminium dans l'alliage Ti-20V-5Al fait apparaître une phase α fine et importante dans toute la matrice β.

2.2.3- Conclusion

Les coefficients de dilatation, de la phase β à basse et haute température, au chauffage et au refroidissement pour les alliages Ti-20V et Ti-20V-5Al sont du même ordre de grandeur : 10^{-5}/°C (K^{-1}).

Pour l'alliage Ti-20V, la dissolution de la phase α se produisant au delà de la température de 524 ± 4°C, est caractérisée par une contraction si le sens de prélèvement est longitudinal. Elle s'accompagne d'une forte expansion dans le sens transversal de la tôle. Le comportement dilatométrique de la dissolution de la phase α est influencé par les effets conjugués de l'anisotropie du coefficient de dilatation de la phase α et de la texture. Ainsi l'orientation préférentielle des axes cristallographiques a et c de la maille hexagonale de la phase α, par rapport au sens de

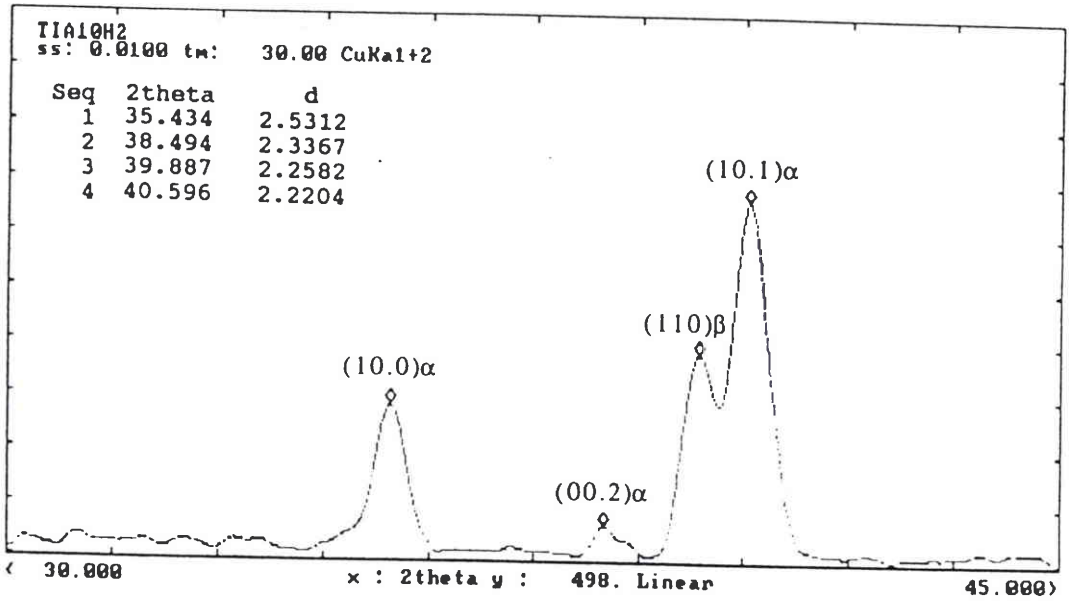


Fig. IV-36 : Diffractogramme θ-2θ de l'alliage Ti-20V-5Al, V1 de taille de grain 65 microns, pour un refroidissement de 10 heures.

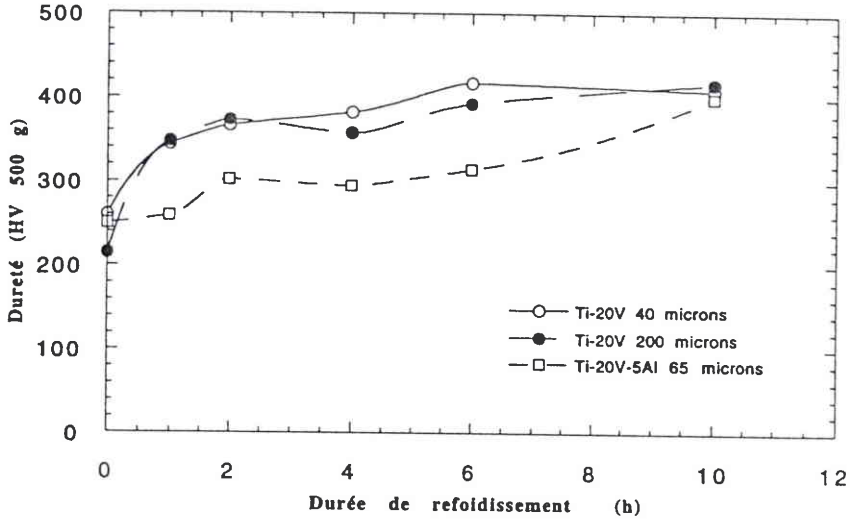


Fig. IV-37 : Courbes de dureté pour les alliages Ti-20V et Ti-20V-5Al en fonction du temps de refroidissement.

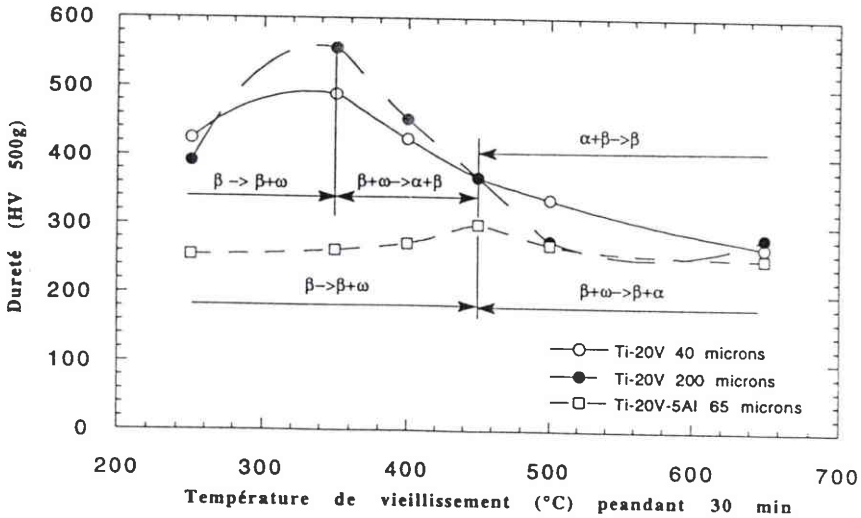


Fig. IV-38 : Courbes de dureté pour les alliages Ti-20V et Ti-20V-5Al en fonction de la température de vieillissement, pour un temps de maintien isotherme de 30 min.

prélèvement, se traduit par une augmentation ou une diminution du coefficient de dilatation moyen de l'échantillon lors de sa transformation en phase β qui a un coefficient de dilatation isotrope [47].

Les températures de début et de fin de transformation, lors du refroidissement, sont d'autant plus élevées que la vitesse de refroidissement est lente. Elles sont sensiblement constantes pour toutes vitesses inférieures ou égales à 730°C/h (1h de refroidissement).

Quelle que soit la durée du refroidissement, les courbes de dilatation n'ont pas permis de mettre en évidence la transformation β -> α et ce pour les deux alliages Ti-20V et Ti-20V-5Al. Cette transformation est très lente ou elle n'est pas visible par dilatométrie. Ce dernier cas est envisageable si la transformation est du type Burgers. Lors du refroidissement les cristaux β donnent des cristaux α hexagonaux de douze orientations différentes : les 6 plans $\{110\}_\beta$ donnent 6 plans de base $\{0001\}_\alpha$ et dans chacun des 6 plans deux directions $<111>_\beta$ peuvent donner une direction $<11\text{-}20>_\alpha$. Ne décelant aucune transformation β -> α sur la courbe correspondant à 10 heures de refroidissement, aucune des variantes ne doit être prépondérante. C'est peut-être pour cette raison que l'alliage ne se dilate pas [65].

Des essais de microdureté ont été réalisés sur les trois alliages étudiés en fonction du temps de refroidissement. La dureté des alliages Ti-20V de taille de grain 40 et 200 microns suit la même tendance. Elle augmente régulièrement avec le temps de refroidissement pour atteindre 410 HV à 10 heures de refroidissement (fig. IV-37). L'alliage Ti-20V-5Al a une dureté plus faible que celle de l'alliage Ti-20V. L'aluminium retarde la formation de la phase ω qui durcit le matériau. La dureté augmente faiblement de 250 HV pour 1 heure à 300 HV pour 6 heures de refroidissement. La précipitation d'une grande quantité de phase α, au bout de 10 heures de refroidissement, fait augmenter considérablement la dureté de l'alliage Ti-20V-5Al, au même niveau que l'alliage Ti-20V (fig. IV-37).

L'évolution de la dureté des alliages Ti-20V et Ti-20V-5Al, en fonction de la température de vieillissement, est représentée figure IV-38. On peut remarquer que la présence de la phase ω dans les alliages de Ti-20V fait augmenter considérablement la dureté, mais fragilise le matériau. La présence de la phase α durcit légèrement l'alliage par rapport à son état initial. Cette évolution pour l'alliage Ti-20V est en accord avec les résultats de Brotzen et al. [67] (fig. IV-39). L'aluminium diminue ou fait disparaître la formation de la phase ω dans l'alliage Ti-20V-5Al.

La structure initiale de l'alliage Ti-20V trempé est constituée d'une solution solide β métastable et homogène sursaturée en titane. Les

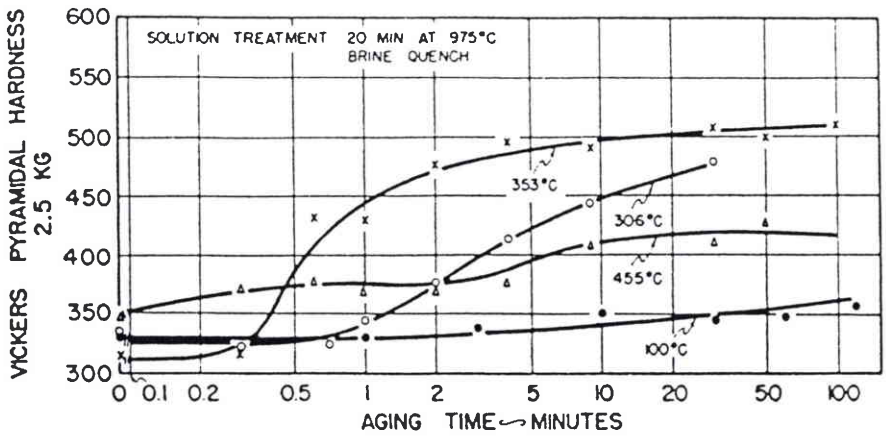


Fig. IV-39 : Courbes de dureté pour l'alliage Ti-20V vieilli à différentes températures [67].

	Ti-20V	Ti-20V-5Al
Température de début de transformation $\beta m \rightarrow \beta + \omega$isotherme	284 ± 4 °C	373 ± 5 °C
50 % de phase ω transformée	349 ± 3 °C	483 ± 6 °C
Température de fin de transformation $\beta m \rightarrow \beta + \omega$isotherme	384 ± 5 °C	544 ± 8 °C
Température de début de transformation $\beta + \omega \rightarrow \beta + \alpha$	384 ± 5 °C	544 ± 8 °C
50 % de phase α transformée	462 ± 2 °C	685 ± 4 °C
Température de fin de transformation $\beta + \omega \rightarrow \beta + \alpha$	524 ± 4 °C	775 ± 8 °C
Température de début de transformation $\beta + \alpha \rightarrow \beta E$	524 ± 4 °C	775 ± 8 °C
50 % de phase β transformée	619 ± 7 °C	915 ± 5 °C
Température de fin de transformation $\beta + \alpha \rightarrow \beta E$	Ti-20V 200 µm = 690 ± 10 °C Ti-20V 40 µm = 656 ± 4 °C	970 ± 10 °C

Tableau IV-6 : Récapitulatif des phases en présences et leur domaine de température pour les alliages Ti-20V et Ti-20V-5Al.

phases α et ω qui se forment lors du chauffage vont éliminer ce titane en sursaturation, jusqu'à ce que l'on atteigne la composition d'équilibre β_E.

La précipitation de la phase ω est généralisée et continue dans la matrice. Elle est au contraire localisée et discontinue pour la phase α. Au voisinage immédiat des précipités de phase α, la matrice aura la composition d'équilibre β_E. Le reste de la matrice aura une composition proche de β_m et sera donc très instable [68].

La phase β_m se décompose, lors du chauffage, pour l'alliage Ti-20V, de la façon suivante :

$$\beta_m \rightarrow \beta + \omega \rightarrow \beta + \alpha + \omega \rightarrow \beta + \alpha \rightarrow \beta_E$$

L'ajout d'aluminium pour l'alliage Ti-20V-5Al ralentit la cinétique de transformation de phases et augmente le domaine de températures de la phase α ainsi que la température de transformation $\alpha \rightarrow \beta$. Le tableau IV-6 fait un récapitulatif des phases en présence et leurs domaines de température pour les deux alliages, lors du chauffage.

Les températures de transformation $\alpha \rightarrow \beta$ pour l'alliage Ti-20V, déterminées par dilatométrie sont donc 656 $\pm$ 8°C pour Ti-20V de taille de grain 40 microns et 690 $\pm$ 10°C pour Ti-20V de taille de grain 200 microns. Elles peuvent être déterminées par les relations suivantes :

(1) : T (°C) = 955 + 19,4 (Al - 6) - 8,3 (V - 4) + 194.(O/10000) [69].
(2) : T (°C) = 872 + 23,4 Al - 12,4 V + 194 (O/10000) [70].

Pour l'alliage Ti-20V avec 1000 ppm d'oxygène les températures de transformation calculées sont : 724°C (1) et 643°C (2). Ces températures sont proches de celles déterminées par dilatométrie.

Pour l'alliage Ti-20V-5Al à 1000 ppm d'oxygène, les températures de transformation sont calculées à 822°C (1) et 760°C (2). Par dilatométrie la température de transformation $\alpha \rightarrow \beta$ n'a pas pu être déterminée avec exactitude, elle se situe probablement vers 970 $\pm$ 10°C. Le décalage d'environ 150 et 200°C entre les températures calculées et mesurées est dû probablement à l'état de référence qui n'est pas identique, c'est à dire qu'il faut tenir compte des traitements thermomécaniques qu'a subi l'alliage ainsi que de la taille de grain.

L'analyse micrographique des structures est en accord avec les interprétations des changements de phases enregistrés.

Ces alliages sont sensible au mode de refroidissement. Il faut donc une durée de refroidissement inférieure à une heure (Vr > 730°C/h), pour éviter la formation de la phase α.

Les mécanismes de transformation $\beta \rightarrow \alpha$ ont été étudiés par Fujii et Suzuki [71] sur deux alliages α,β qui sont le Ti-6Al-4V et le Ti-6Al-6V-2Sn. Ces auteurs mettent en évidence trois mécanismes de formation de

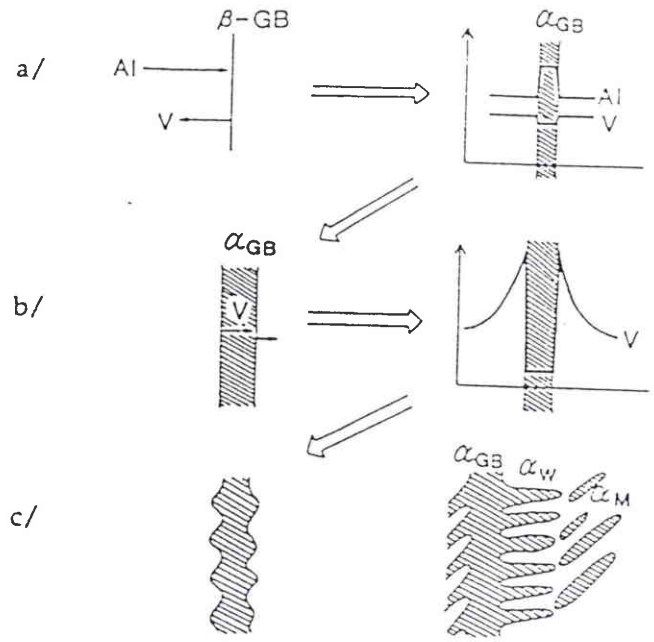


Fig. IV-40 : Représentation schématique de la transformation de phase β-->α d'après Fujii et Suzuki [71].

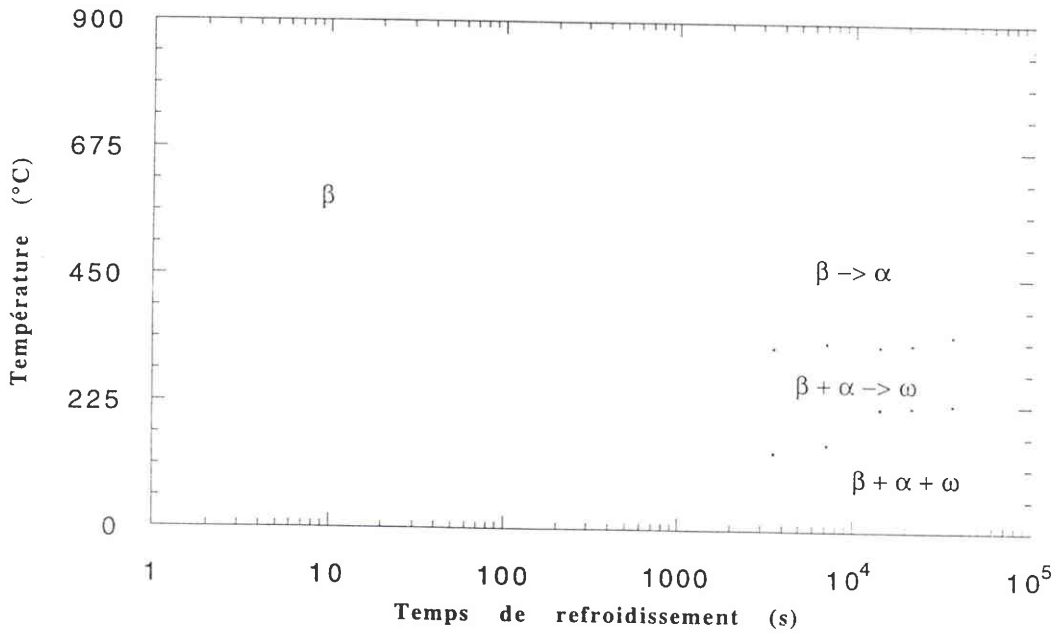


Fig. IV-41 : Courbe T.R.C. (transformation en refroidissement continu) de l'alliage Ti-20V.

la phase α, en liaison avec la concentration des éléments d'alliage présents dans les deux phases. Ces mécanismes sont représentés figure IV-40 et se résument par les trois points suivants :

a) La phase α précipite préférentiellement aux joints des anciens grains β. Cette phase est notée α_{GB}. Les éléments d'alliage alphagènes tels que l'aluminium diffusent vers le joint, les éléments bêtagènes comme le vanadium vers l'intérieur du grain. La diffusivité de l'aluminium dans le titane β étant supérieure à celle du vanadium, l'augmentation de la concentration en aluminium est supérieure à la diminution en vanadium.

b) Le vanadium continue de diffuser du joint de grain vers l'intérieur du grain. Près de ce joint il s'est produit un enrichissement en vanadium. La phase β fortement stabilisée qui en résulte, retarde la croissance de α_{GB} et lui confère sa morphologie en plaquettes, plus ou moins épaisses en fonction de la cinétique de refroidissement.

c) Des ondulations se forment à la frontière α_{GB}-grain, correspondent à des fluctuations de concentration en vanadium. Les "creux" très enrichis en vanadium empêchent toute croissance de la phase α_{GB}. A proximité des "sommets", la phase β est appauvrie en vanadium, et α_{GB} croît vers l'intérieur du grain β. Cette phase est appelée α_W (structure de type Widmanstätten) et forme des colonies d'aiguilles en relation d'orientation avec le grain β. En même temps une phase aiguillée α_M germe dans le grain et forme des sous-colonies d'aiguilles, ou une structure en vannerie quand la vitesse de refroidissement est plus rapide.

La proportion de phase α_M par rapport à α_W dépend de la facilité avec laquelle la diffusion des éléments d'alliage s'opère. Un refroidissement très lent facilite cette diffusion et augmente la proportion de phase α_M. Dans ces alliages la transformation β -> α est contrôlée par la diffusivité des éléments d'alliage, en particulier le vanadium, dont la diffusivité est très faible.

Les courbes de dilatation nous ont permis de préciser les limites des divers domaines de transformation de l'alliage, pour chaque vitesse de refroidissement. Les observations au microscope optique ont permis de préciser et de confirmer les résultats de l'analyse dilatométrique. Grâces à ces résultats expérimentaux on peut tracer un diagramme T.R.C. (transformation (T) en refroidissement (R) continu (C)) approximatif de l'alliage Ti-20V, car la transformation α -> β n'est pas visible par dilatométrie (fig. IV-41). Les données dilatométriques concernant l'alliage Ti-20V-5Al ne permettent pas de tracer un diagramme T.R.C.

L'étude des transformations de phases qui a été faite va permettre une meilleure définition de la gamme d'élaboration de ces alliages.

Présence de la phase α dans l'alliage Ti-20V

Epaisseur 4 mm
Recristallisé

x 100

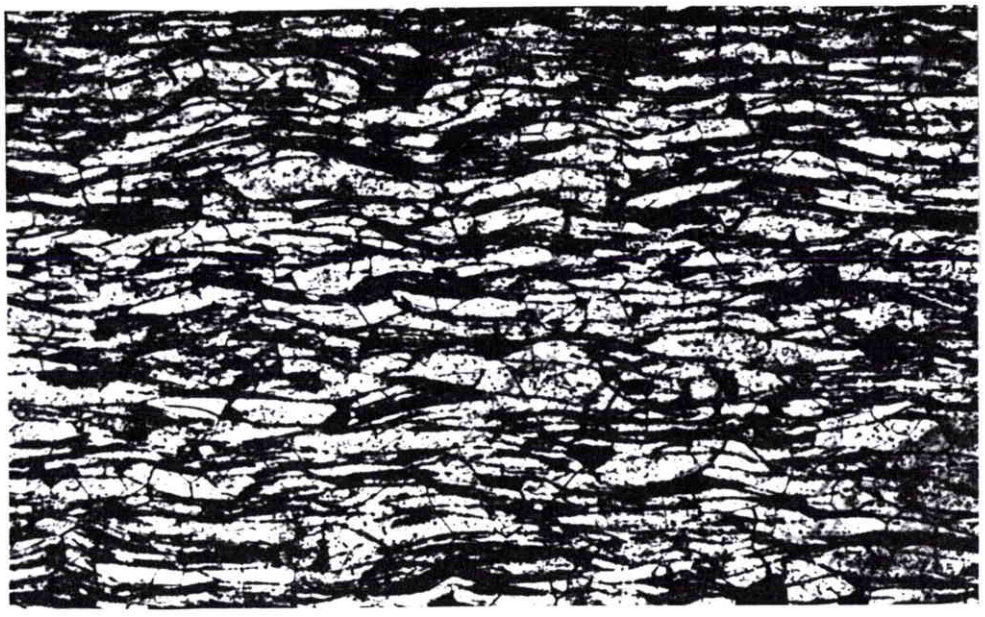
Epaisseur 3 mm
Ecroui

x 200

Epaisseur 3 mm
Ecroui

x 500

Planche n°7



Présence de la phase α dans l'alliage Ti-20V

Epaisseur 3 mm
Recristallisé

x 50

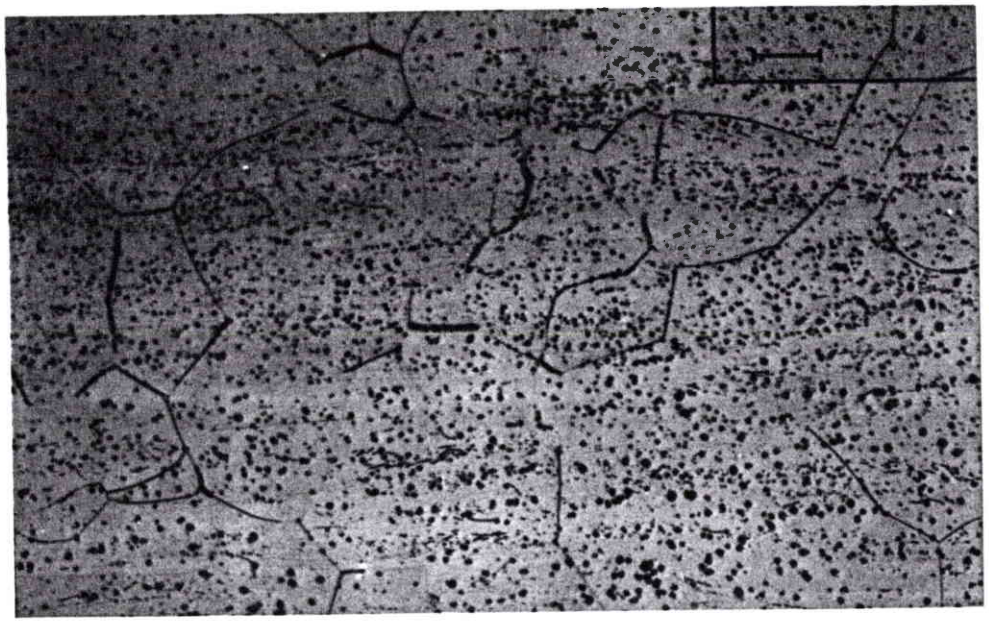
Epaisseur 3 mm
Recristallisé

x 200

Epaisseur 1 mm
Ecroui

x 200

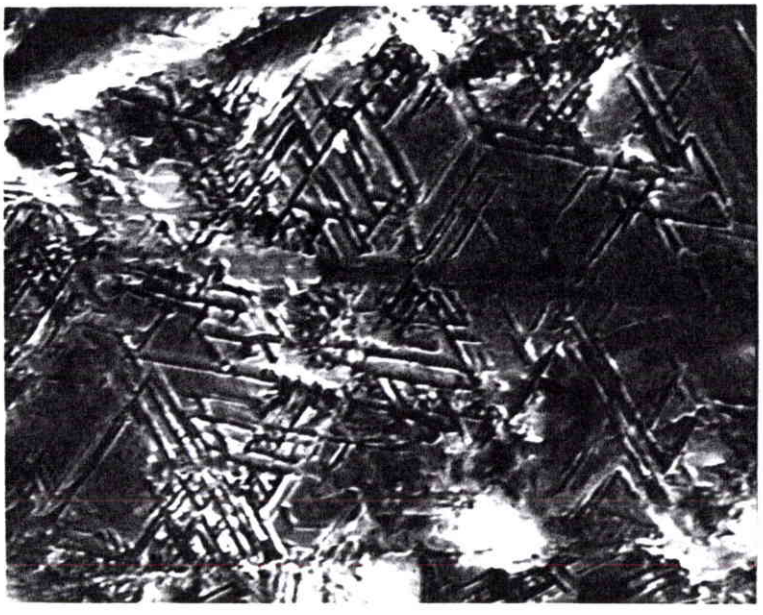
Planche n°8



Présence de la phase α dans l'alliage Ti-20V

Epaisseur 1 mm
Recristallisé

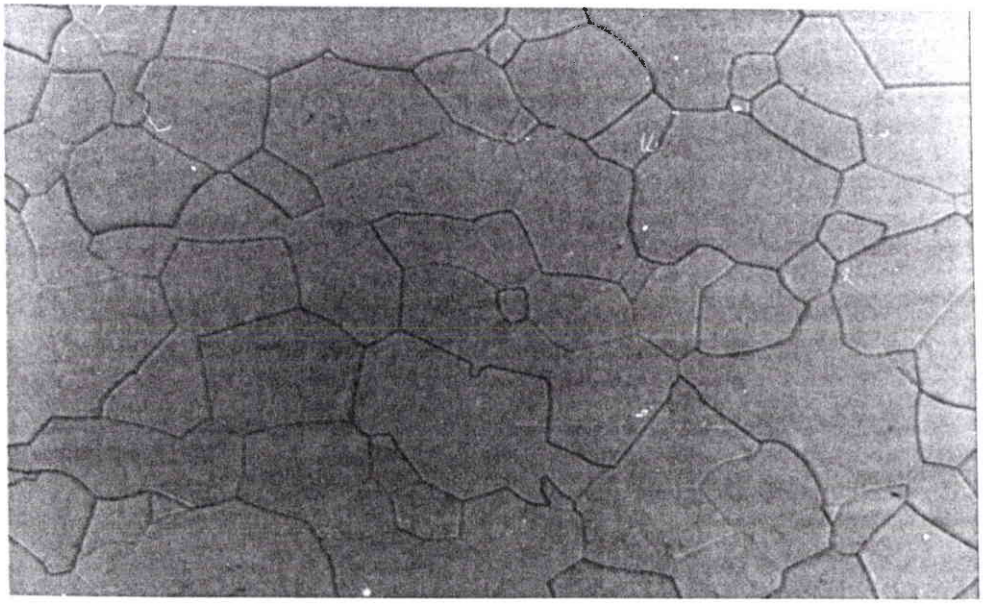
x 200



M.E.B.

Epaisseur 3 mm
Recristallisé

x 1000

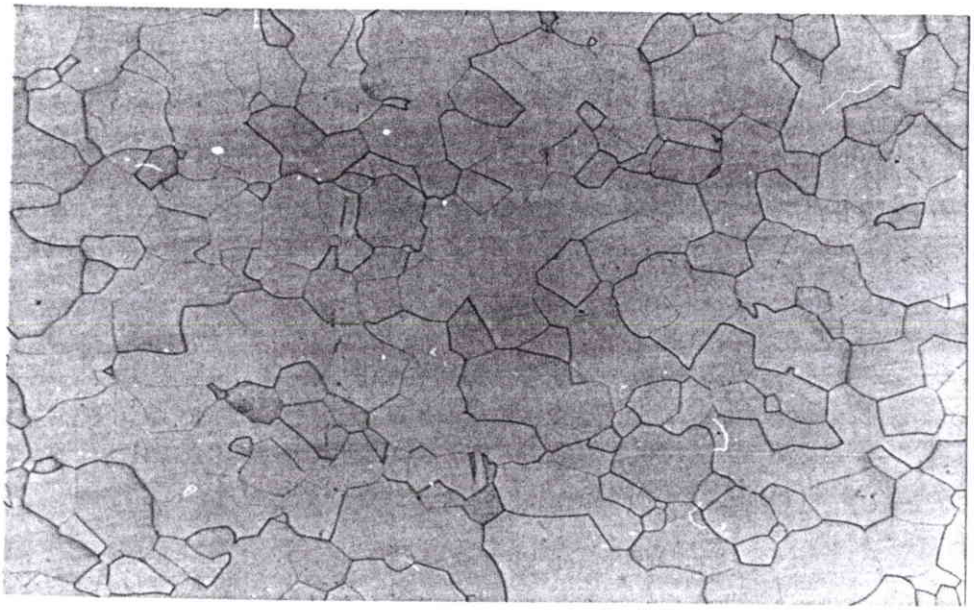


Disparition de la phase α après 30 min à 720 °C

Epaisseur 3 mm

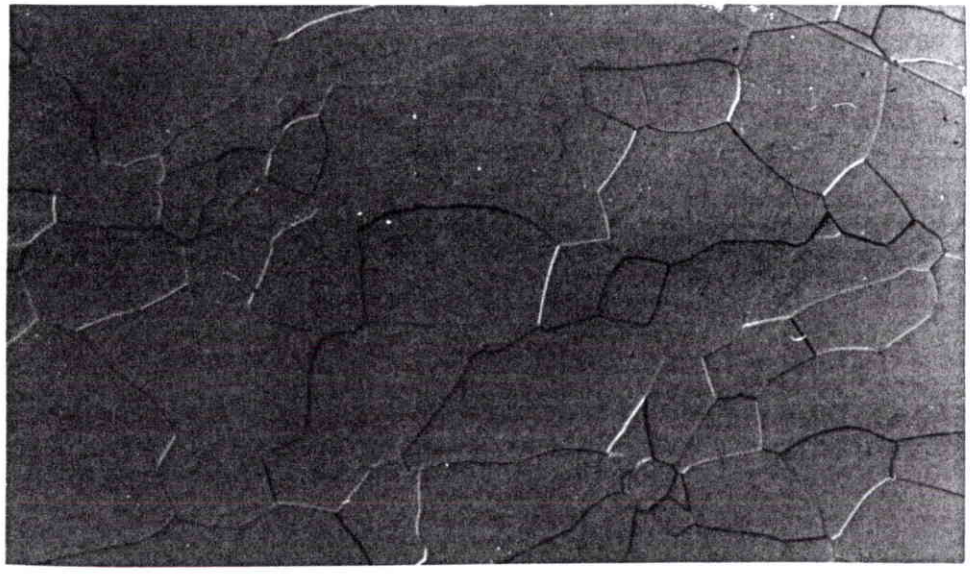
x 100

Planche n°9



Ti-20V-5Al, V1

x 50



Ti-20V-5Al, V2

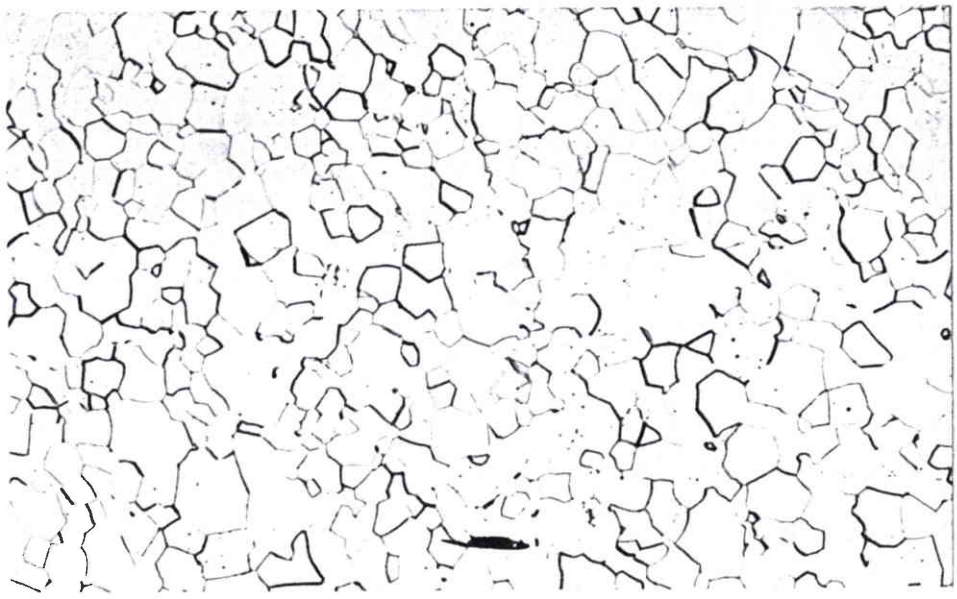
x 50

Ti-20V-5Al, V3

Présence de la phase α

x 50

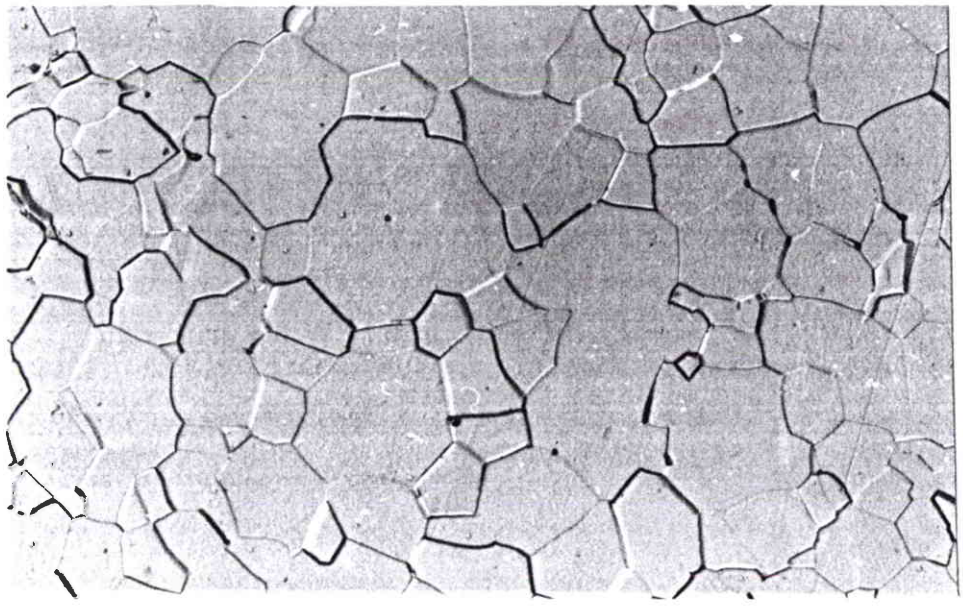
Planche n°10



Ti-20V 40 µm

Vieillissement
250 °C/30 min

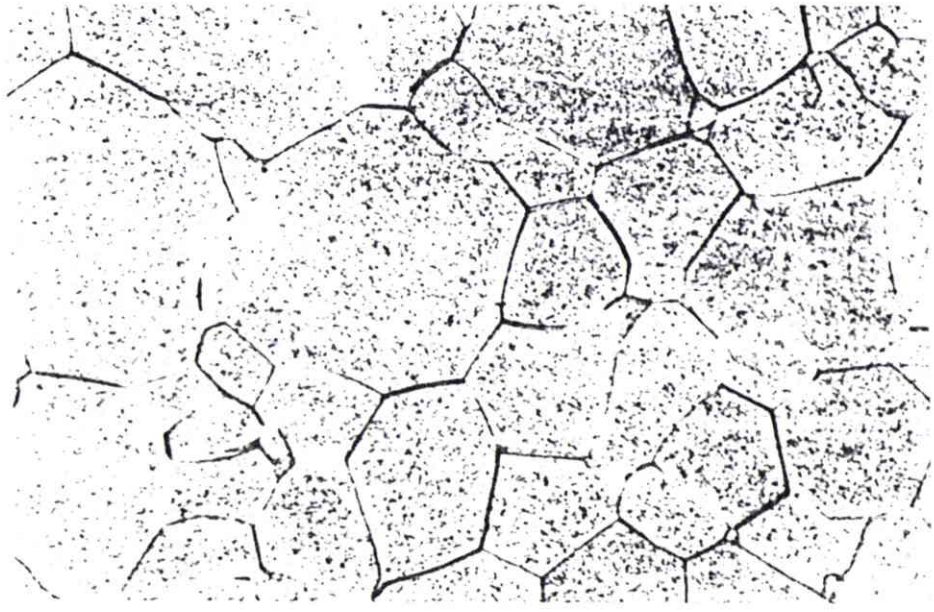
x 100



Ti-20V 40 µm

Vieillissement
350 °C/30 min

x 500

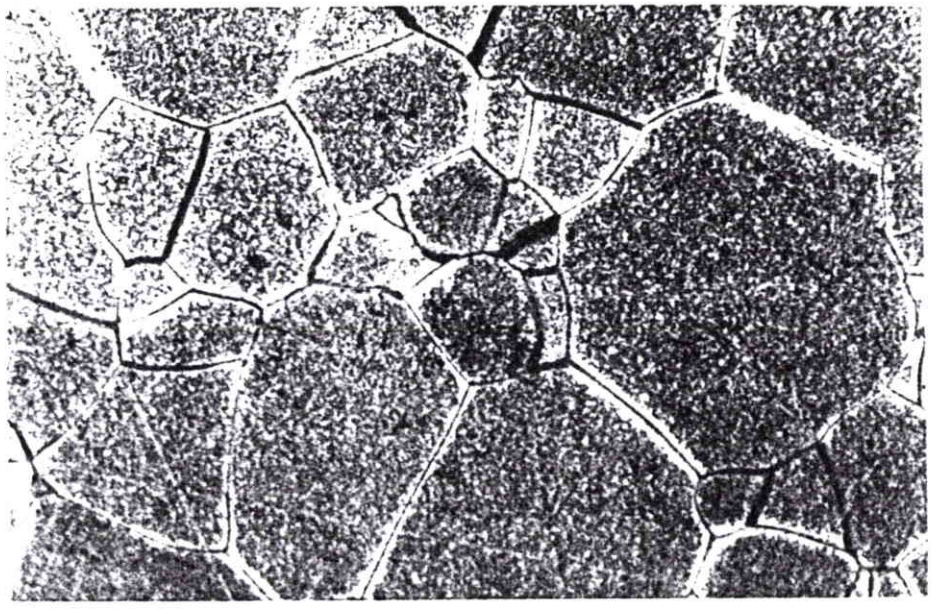


Ti-20V 40 µm

Vieillissement
450 °C/30 min

x 500

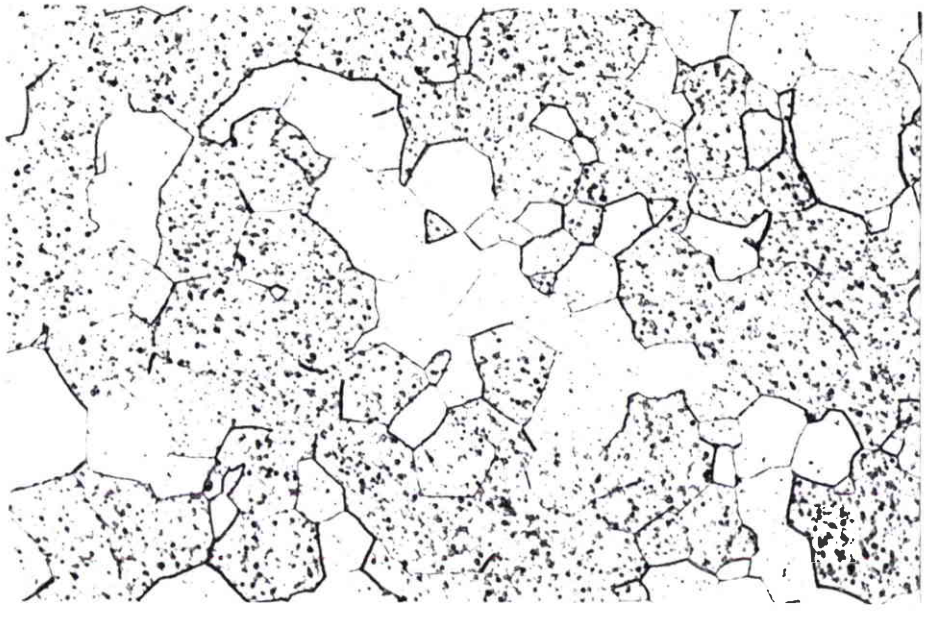
Planche n°11



Ti-20V 40 µm

Vieillissement
480 °C/30 min

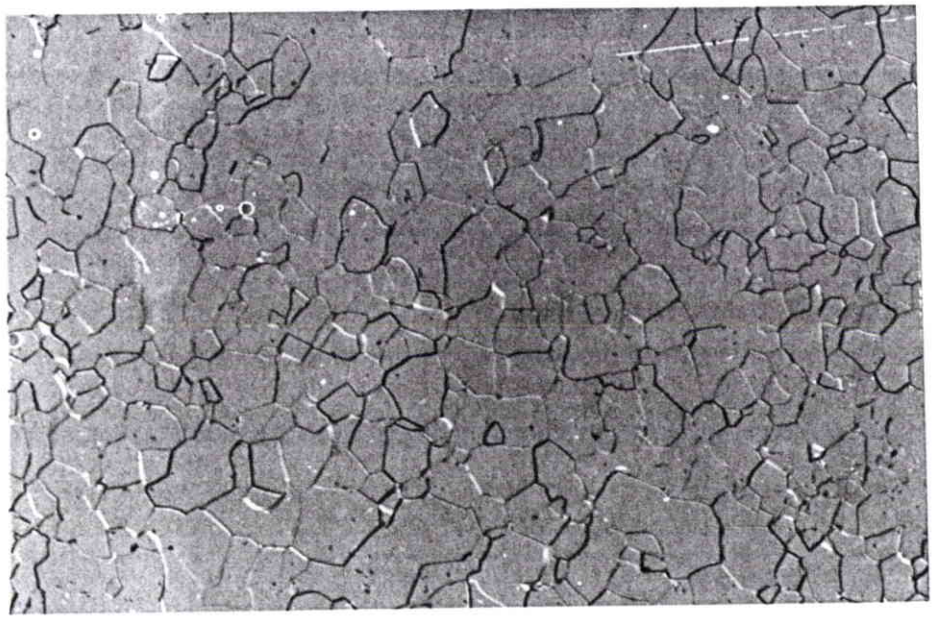
x 500



Ti-20V 40 µm

Vieillissement
650 °C/30 min

x 200

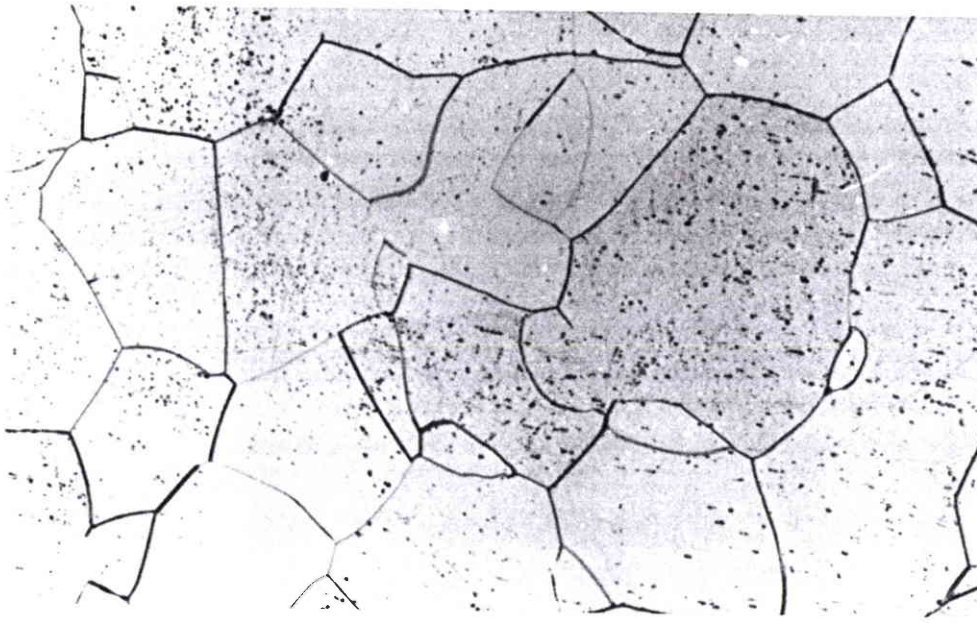


Ti-20V 40 µm

Vieillissement
670 °C/30 min

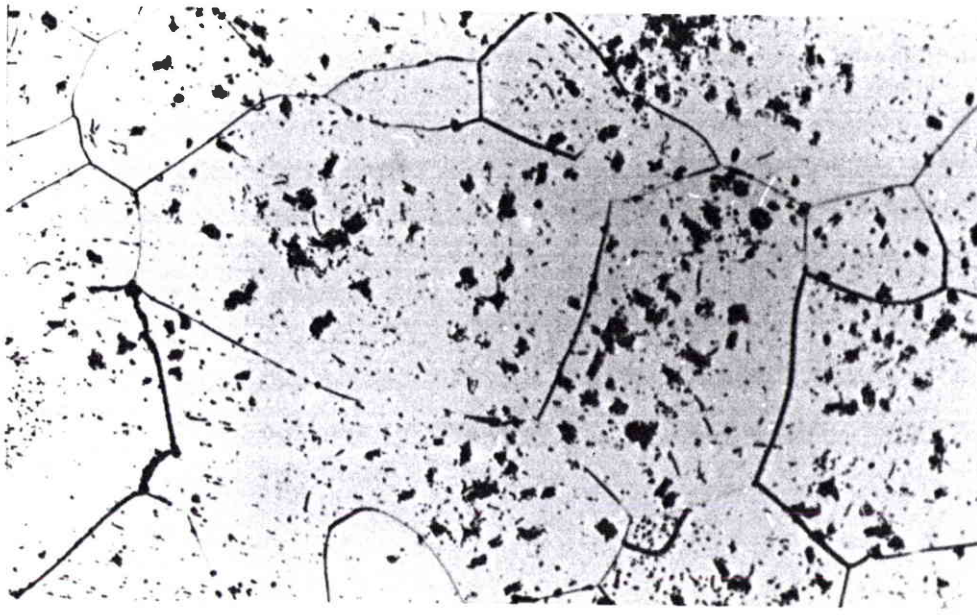
x 200

Planche n°12



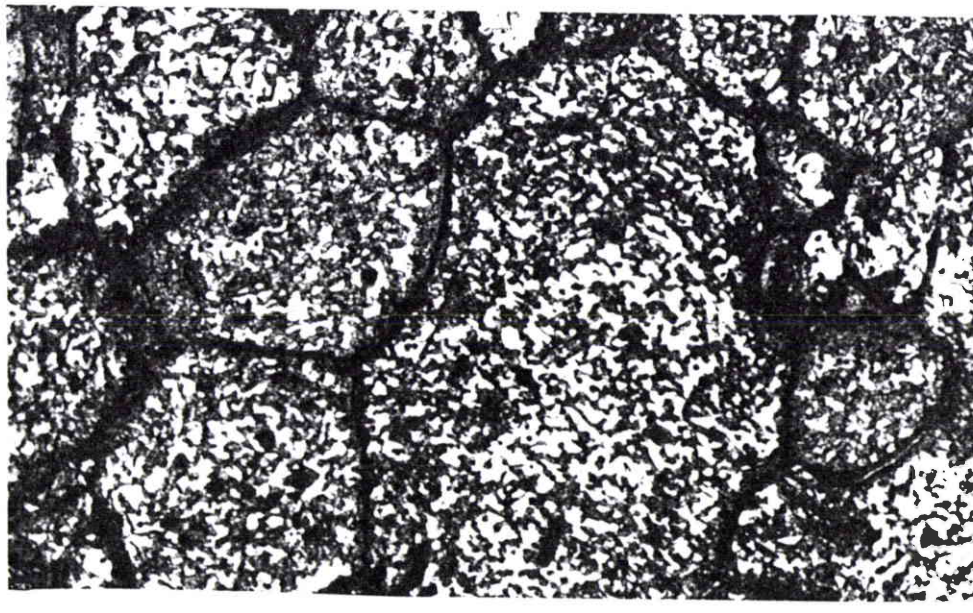
Evolution de l'apparition de la phase α dans l'alliage Ti-20V
200 µm

Temps de refroidissement
1 heure
x 200



Temps de refroidissement
6 heures

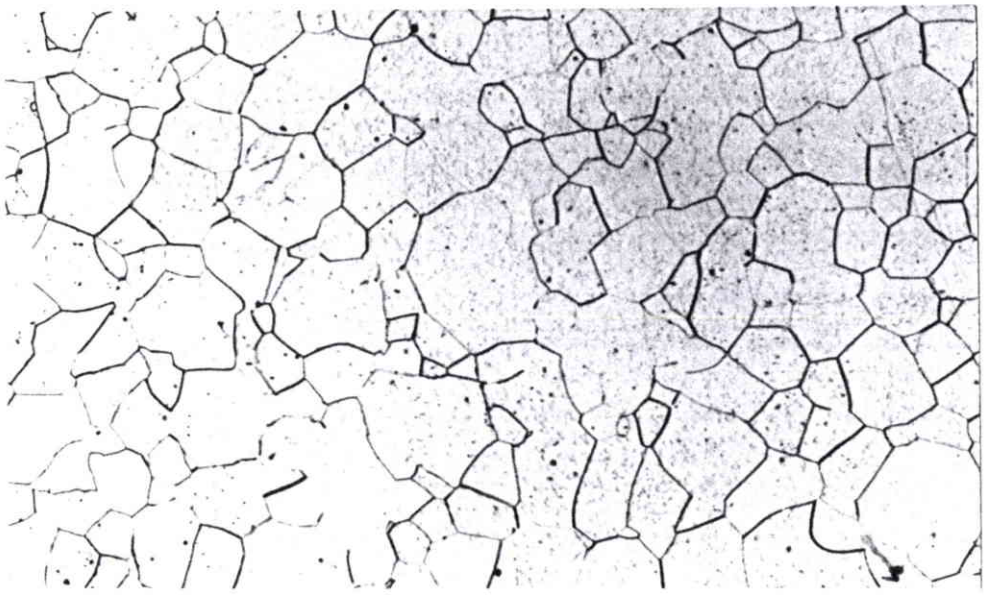
x 200



Temps de refroidissement
10 heures

x 200

Planche n°13

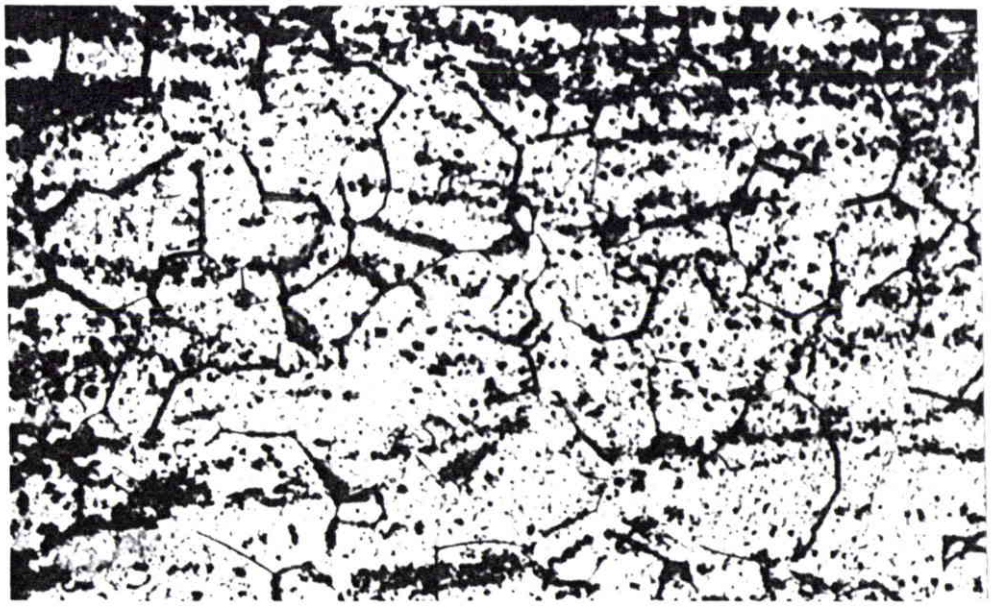


Evolution de l'apparition de la phase α dans l'alliage Ti-20V
40 µm

Temps de refroidissement
1 heure
x 200

Temps de refroidissement
6 heures

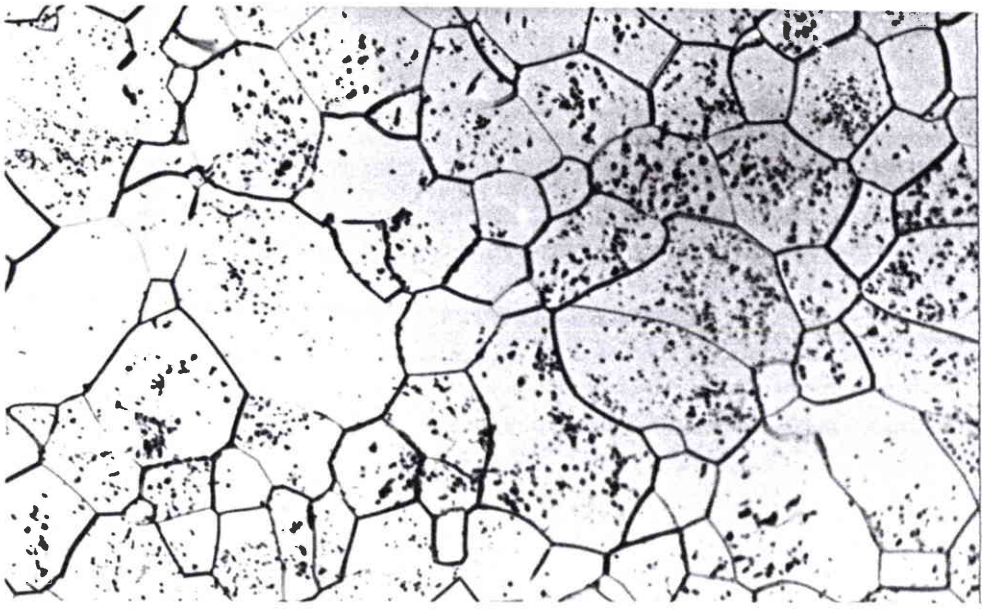
x 200



Temps de refroidissement
10 heures

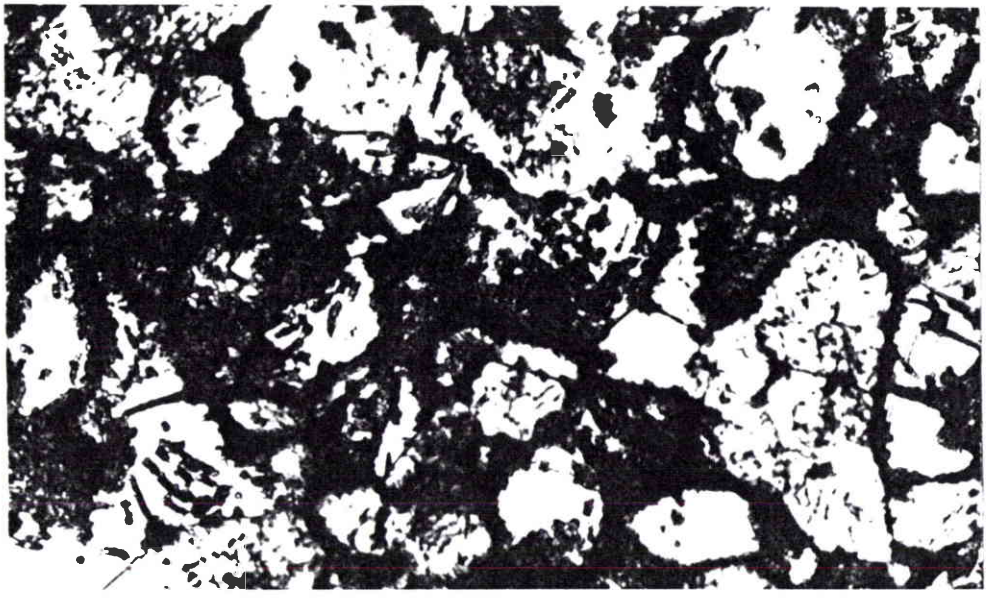
x 200

Planche n°14



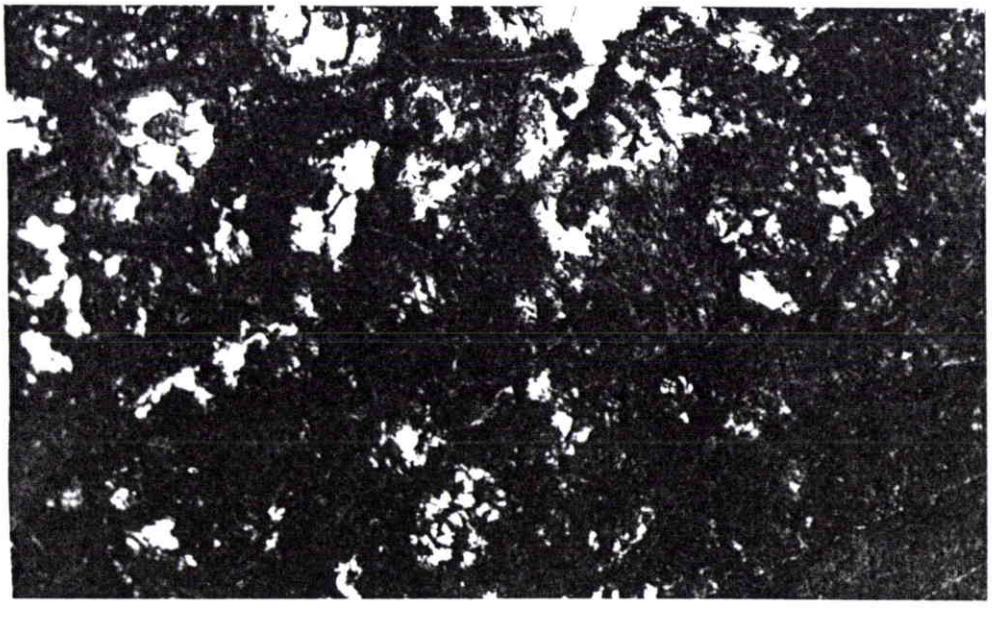
Evolution de l'apparition de la phase α dans l'alliage Ti-20V-5Al
65 µm

Temps de refroidissement
1 heure
x 200



Temps de refroidissement
6 heures

x 200



Temps de refroidissement
10 heures

x 200

Planche n°15

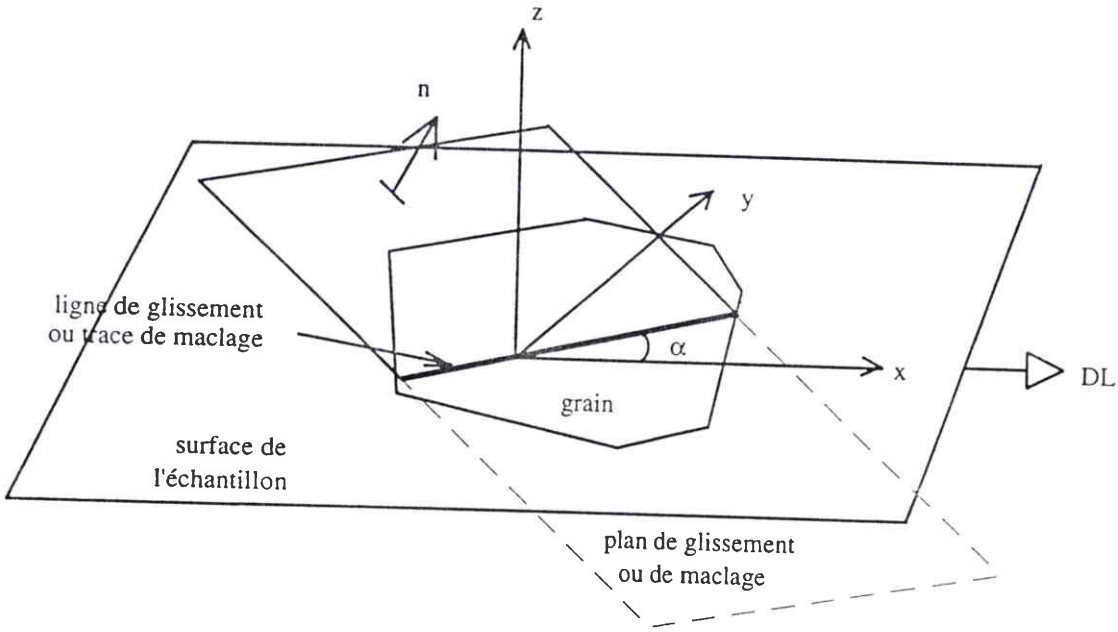


Fig. IV-42 : Détermination des systèmes de déformation par E.B.S.D. et microscopie optique [72].

2.3- *Mécanismes de déformation à froid pour les alliages Ti-20V et Ti-20V-5Al*

Les mécanismes de déformation vont être étudiés pour les deux alliages Ti-20V et Ti-20V-5Al qui ont des comportements mécaniques très différents. L'identification de ces mécanismes nous permettra d'expliquer les comportements à "froid". Pour ce faire, une analyse quantitative sera menée en microscopie électronique à balayage couplée à l'E.B.S.D. pour les identifier. Nous procéderons ensuite à une analyse qualitative en microscopie électronique à transmission. Ces études seront menées sur des échantillons recristallisés dont la taille de grain moyenne est de l'ordre de 40 à 300 microns. Ces échantillons seront déformés en laminage et en traction.

2.3.1- Méthode de détermination d'un plan de glissement et de maclage en surface par M.E.B.

Une étude au M.E.T. ne permet pas une étude statistique des mécanismes de déformation, car il faudrait observer un nombre de grains très élevé. Elle nous renseigne pourtant de manière précise sur la nature de ces mécanismes : plans et directions de glissement et de maclage, aux faibles taux de déformation (≤10%). Une étude combinée utilisant à la fois la technique de mesure d'orientation individuelle et la microscopique optique permettra de faire une étude statistique des modes de déformation [72].

Les échantillons utilisés sont l'alliage Ti-20V (épaisseur 2 mm) et Ti-20V-5Al, V2 (épaisseur 3 mm) recristallisés dont les tailles de grain sont respectivement de 200 et 250 microns. Le choix d'une grosse taille de grain est fait pour faciliter l'observation et les mesures en E.B.S.D. après déformation. Un laminage de 5% a été effectué sur ces deux alliages. La déformation plastique a été adaptée par différents mécanismes de déformation. Une analyse au microscope optique va nous permettre de sélectionner les grains sur lesquels nous allons travailler. La figure IV-42 donne les paramètres nécessaires à la détermination de la trace d'un plan de glissement ou maclage. Par microscopie optique on relève l'angle α entre la trace du plan de glissement ou du plan de maclage et la direction de laminage (axe de référence du positionnement de l'échantillon) des grains choisis, ensuite par E.B.S.D. on mesure l'orientation individuelle de ces grains [72]. Pour une meilleure statistique nous avons travaillé avec 60 grains pour chaque alliage. Connaissant tous les systèmes de déformation éventuellement activés et leurs orientations individuelles (angles d'Euler), il est possible de déterminer l'angle théorique que fait la trace des plans de glissement ou de maclage avec la direction de laminage (fig. IV-42) [72]. Pour identifier

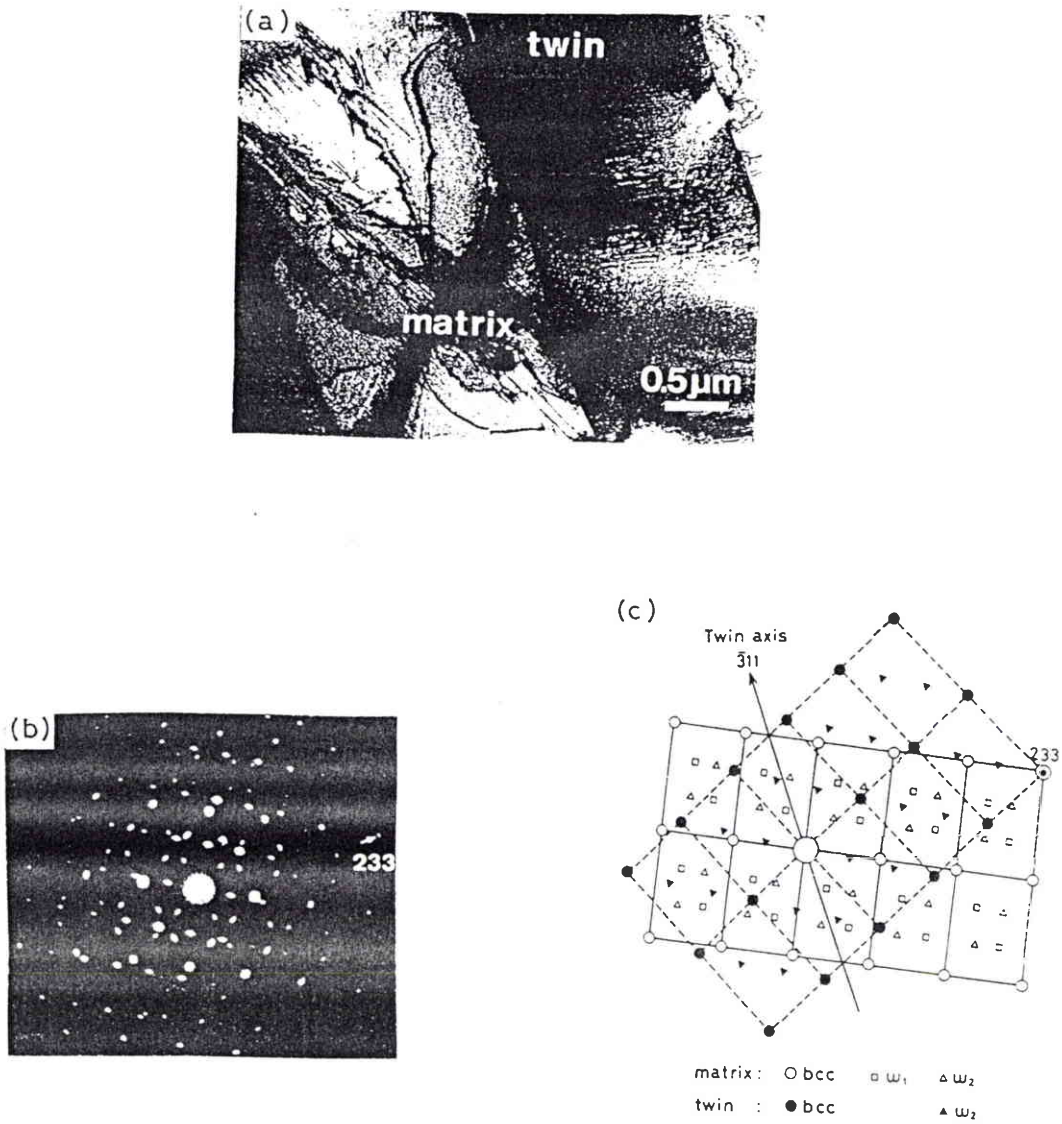


Fig. IV-43 : (a) Micrographie réalisée par M.E.T. de l'alliage Ti-20V déformé par traction où l'on voit une macle. (b) Cliché de diffraction de cette région déformée, présence de la phase ω. (c) Représentation schématique du cliché de diffraction (b) où le type de macle (233) [-311] a été identifié [73].

le système de déformation activé lors de la déformation, il suffit de comparer les angles théoriques aux angles expérimentaux. Il est à noter que les valeurs mesurées ne seront pas identiques aux valeurs théoriques, étant donné que cette mesure ne peut être faite immédiatement après l'apparition du système de glissement ou de maclage. La matrice et sa macle ou sa ligne de glissement s'étant déformées, une légère différence d'angle est possible. Il est de plus nécessaire de prendre en compte les erreurs de mesure. On fixe donc un écart angulaire de 5° maximum pour déterminer le système de déformation.

2.3.1.1- *L'alliage Ti-20V*

Pour l'alliage Ti-20V, le seul système de déformation mis en évidence par M.E.T., est le maclage de type {332} <113> (fig. IV-43 et planche 5) [26, 27, 73, 74]. C'est grâce à ce type de maclage que la transformation de phase $\beta \rightarrow \omega$ peut apparaître dans cet alliage lors de la déformation. La méthode décrite plus haut va permettre l'identification du maclage rencontré dans notre alliage.

Après le laminage de 5%, plus de 80% des grains β sont maclés (planche 16), ce qui confirme que le maclage est un système activé dès le début de la déformation. Pour les 60 grains de l'alliage Ti-20V, l'angle α théorique (α th.) a été calculé pour les 12 systèmes de maclage {112} <111> et {332} <113>. Il a été comparé à l'angle α expérimental (α exp.). L'écart absolu entre α expérimental et α théorique devait être inférieur à 5° pour que le type de macle soit identifié. Tous ces résultats sont retranscrits dans le tableau IV-7. On peut constater que seul le maclage de type {332} <113> a été identifié et cela pour des macles épaisses ou fines. Dans un même grain, trois variants ou plans de macles de type {332} au maximum sont activés sur les 12 possibles.

2.3.1.2- *L'alliage Ti-20V-5Al*

Hanada et al. [1, 26, 27] ont observé, pour les alliages bêta stables comme l'alliage Ti-20V-6Al [1], le système de glissement {112} <111>. D'après nos observations micrographiques, nous avons constaté que nous avions du glissement dévié (planche 16). Sous l'effet des contraintes internes élevées induites dans le réseau, les dislocations vont se propager en changeant de plan, mais pas de direction. Elles vont suivre les plans de glissement les plus proches afin d'accommoder la contrainte. La déviation des dislocations se traduit par des décrochements. Le calcul de α théorique (α th.) est fait pour trois systèmes de glissement qui peuvent être activés dans les structures cubiques centrés : {110} <111>, {112} <111> et {123} <111>. Les tableaux IV-8 a et IV-8 b nous donnent tous les

Grains	Angle α exp.	Angle α th.	Type de macle	Ecart absolu entre α exp. et α th.
1	109,5 131,5 54	114,174 131,447 49,9	(33-2) (32-3) (-3-2-3)	4,674 0,053 4,1
2	90	89,544	(33-2)	0,456
3	63	64,129	(23-3)	1,129
4	72,5 81	75,39 85,73	(-233) (-332)	2,89 4,73
5	51	55,866	(2-33)	4,866
6	68,5	66,8	(32-3)	1,7
7	46	48,276	(-323)	2,76
8	26 114,5	26,830 110,014	(-323) (2-33)	0,83 4,486
9	53	52,256	(23-3)	0,744
10	69,5 80	72,3 79,62	(-332) (23-3)	2,8 0,38
11	39,5	37	(3-32)	2,5
12	42,5 137,5	44,248 135,970	(2-33) (-233)	1,748 1,53
13	21 90 134,5	18,299 94,847 135,447	(32-3) (-332) (-3-3-2)	2,701 4,847 0,947
14	71	75,6	(-3-3-2)	4,6
15	120,5 25	119,364 28,243	(33-2) (3-23)	1,136 3,243
16	40 95,5	44,025 94,869	(-3-3-2) (33-2)	4,025 0,631
17	49,5	51,337	(-332)	1,837
18	37	35,284	(3-32)	1,716
19	20	20,041	(23-3)	0,041
20	63 94	67,933 91,48	(33-2) (-233)	4,933 2,52
21	47,5 150	52,484 154,296	(-2-3-3) (3-23)	4,984 4,296
22	32 116,5	34,471 113,843	(-3-23) (3-23)	2,471 2,657
23	109,5	105,504	(2-33)	3,996
24	59	62,234	(-233)	3,234
25	7 115	11,937 110,639	(3-23) (32-3)	4,937 4,361
26	28 139	32,99 143,241	(-233) (3-32)	4,99 4,241
27	66	69,439	(23-3)	3,439
28	112	116,736	(-3-3-2)	4,736
29	73,5 43	73,526 43,382	(32-3) (-332)	0,026 0,382
30	113,5 133,5	117,932 135,007	(3-32) (3-23)	4,432 1,507
31	47,5 145	51,569 145,293	(23-3) (-2-3-3)	4,069 0,293
32	21,5 62,5	21,546 65,264	(23-3) (-332)	0,046 2,764
33	123,5	128,013	(3-23)	4,513
34	129,5	134,172	(3-32)	4,672
35	9,5 144,5	10,809 144,034	(-3-2-3) (33-2)	1,309 0,466
36	58	60,363	(-2-3-3)	2,363
37	69,5	74,104	(33-2)	4,604
38	18 131,5	13,43 126,591	(3-23) (-332)	4,57 4,909
39	32 141	34,88 142,657	(-3-3-2) (32-3)	2,88 1,657
40	95	90,45	(-3-3-2)	4,55
41	65 95 2	69,547 94,814 3,435	(33-2) (-323) (-3-2-3)	4,547 0,186 1,435
42	30 143	30,637 142,454	(2-33) (-332)	0,637 0,546
43	91	87,341	(33-2)	3,659
44	78	82,846	(-3-2-3)	4,846
45	97 127	99,776 129,267	(-3-2-2) (3-32)	2,776 2,267
46	91	87,363	(3-23)	3,637
47	106,5	104,732	(32-3)	1,768
48	27,5 144	29,42 144,7	(32-3) (-3-3-2)	1,92 0,7
49	72	72,355	(2-33)	0,355
50	49,5 110 142	54,082 111,765 142,766	(32-3) (3-32) (3-23)	4,582 1,765 0,766
51	73,5	71,269	(-332)	2,231
52	33 109,5	33,539 108,923	(3-32) (-3-3-2)	0,539 0,577
53	99,5 143,5	103,414 148,198	(-3-3-2) (2-33)	3,914 4,698

Tableau IV-7 : Identification du type de macle activé dans 53 grains pour l'alliage Ti-20V par comparaison de l'angle α expérimental avec l'angle α théorique.

Grains	Angle α exp.	Angle α th.	Type de glissement	Ecart absolu entre α exp. et α th.	Grains	Angle α exp.	Angle α th.	Type de glissement	Ecart absolu entre α exp. et α th.
1	30 115	33,1 117,826	(3-21) (231)	3,1 2,828	23	124,5 39	122,469 39,196	(32-1) (3-12)	2,031 0,196
2	47,5 11	47,83 11,887	(-123) (21-3)	0,33 0,887	24	0 81	1,875 80,932	(101) (-231)	1,875 0,068
3	26 139,5	27,378 137,472	(121) (110)	1,378 2,028	25	103	102,528	(110)	0,472
4	92,5 15	92,614 15,559	(10-1) (3-12)	0,114 0,559	26	35,5 141	36,463 145,52	(-132) (01-1)	0,963 4,52
5	78 3,5	77,44 2,627	(21-1) (2-31)	0,56 0,773	27	88,5 151 35	89,54 151,954 35,584	(1-12) (1-21) (31-2)	1,04 0,954 0,584
6	90,5 112 56,5	92,125 112,126 57,4	(-213) (2-31) (011)	1,625 0,125 0,9	28	89 145,5 24	89,575 140,929 25,296	(12-1) (1-23) (-312)	0,575 4,57 1,296
7	4 96,5	6,753 96,673	(101) (10-1)	2,753 0,173	29	73	73,652	(1-2-1)	0,652
8	57,5 108,5	53,519 109,877	(-321 (21-3)	3,981 1,377	30	4 74,5 142,5	3,885 74,179 142,791	(2-1-1) (211) (132)	0,115 0,321 0,291
9	36 154,5	36,159 155,515	(1-21) (101)	0,159 1,015	31	55 24 173,5	55,248 22,981 174,26	(1-12) (1-21) (121)	0,248 1,019 0,76
10	53,5 116,5	53,5 115,752	(321) (2-11)	0 0,748	32	66 130,5	65,831 130,814	(3-21) (011)	0,169 0,314
11	135 36,5	134,447 37,545	(123) (12-3)	0,553 1,045	33	33 124,5	32,862 125,132	(110) (1-10)	0,138 0,632
12	67,5	64,604	(10-1)	2,896	34	39,5 134 114	37,012 135,002 114,716	(10-1) (2-13) (132)	2,488 1,002 0,716
13	41 72 149	40,826 74,337 149,619	(21-3)) (1-1-2) (321)	0,174 2,337 0,619	35	54,5 10,5	49,532 12,4	(112) (1-12)	4,968 1,9
14	84	83,215	(21-3)	0,785	36	153,5 49	153,257 46,694	(1-10) (21-1)	0,243 2,306
15	96,5 24	97,109 23,654	(110) (2-1-1)	0,609 0,346	37	48 124	47,602 126,606	(110) (-231)	0,398 2,606
16	135	134,903	(110)	0,097	38	85,5 102,5	83,579 102,45	(1-1-2) (23-1))	1,921 0,05
17	95 167,5	95,091 167,238	(231) (12-3)	0,091 0,262	39	49 15	51,453 193193	(01-1) (-132)	2,453 4,193
18	50 139,5 54	49,431 137,629 54,61	(121) (13-2) (132)	0,569 1,871 0,61	40	0 95 49	2,81 96,217 50,239	(01-1) (011) (101)	2,81 1,217 1,239
19	132	133,807	(2-11)	1,807	41	64	63,702	(32-1)	0,298
20	153 84	151,597 82,784	(121) (2-1-1)	1,403 1,216	42	27 96	27,546 96,513	(2-11) (21-1)	0,546 0,513
21	38 126,5	37,039 126,113	(2-11) (011)	0,961 0,387	43	28,5 63,5	27,182 58,531	(312) (110)	1,318 4,969
22	168,5 66,5	164,699 66,101	(121) (2-1-1)	3,801 0,399	44	126	125,174	(12-1)	0,826

Tableau IV-8 a : Identification du type de glissement activé dans 54 grains pour l'alliage Ti-20V-5Al par comparaison de l'angle α expérimental avec l'angle α théorique.

Grains	Angle α exp.	Angle α th.	Type de glissement	Ecart absolu entre α exp. et α th.
45	128,5	128,389	(1-1-2)	0,111
46	30	34,962	(121)	4,962
	59,5	60,851	(10-1)	1,351
	53	53,526	(-123)	0,526
47	66	61,49	(101)	4,51
	41	41,912	(2-31)	0,912
48	45,5	46,03	(1-32)	0,53
	15	16,187	(1-23)	1,187
	73	73,56	(-231)	0,56
49	102	103,606	(011)	1,606
	37	36,238	(1-23)	0,762
50	73	72,347	(2-1-1)	0,653
	68	69,412	(123)	1,412
	123	120,497	(2-31)	0,003
51	150	147,598	(1-21)	2,102
	156,5	155,839	(3-21)	0,661
52	14,5	15,437	(1-2-1)	0,937
	45,5	44,659	(011)	0,841
	67,5	62,995	(123)	4,509
53	150	150,261	(2-1-1)	0,261
	46,5	47,182	(231)	0,682
54	157,5	156,953	(231)	0,547
	54	54,342	(11-2)	0,342

Tableau IV-8 b : Identification du type de glissement activé dans 54 grains pour l'alliage Ti-20V-5Al par comparaison de l'angle α expérimental avec l'angle α théorique.

Type de glissement	Nombre de grains	Taux de glissement (%)
{112}	14	26
{110}	6	11
{123}	5	9
{112} + {110}	5	9
{112} + {123}	10	19
{110} + {123}	9	17
{112} + {110} + {123}	5	9

Tableau IV-9 : Fréquence d'apparition des différents type de glissement dans un grain de l'alliage Ti-20V-5Al.

types de glissement trouvés dans les grains de l'alliage Ti-20V-5Al laminé à 5% (planche 16). Sur un ensemble de 54 grains, les glissements identifiés sont du type (110) et/ou (211) et/ou (123). Il peut coexister dans un même grain la combinaison de un à trois types de glissements différents. Le tableau IV-9, nous donne le taux d'apparition de systèmes de glissement dans un grain. Nous avons le glissement (112) qui est le plus fréquent avec 26%, puis 11% pour (110) et 9% pour (123). Dans certains grains plusieurs types de glissement peuvent être couplés. Nous avons les couples de glissements (112) + (110) avec 9%; (123) + (112) avec 19%; (110) + (123) avec 17% et (112) + (110) + (123) avec seulement 9%. On peut remarquer que peu de systèmes de glissement sont activés dans un grain. On trouve un seul plan de glissement d'un type donné pour 46%, deux plans pour 45% et 9% pour trois types de glissement.

2.3.2- Détermination des mécanismes de déformation par M.E.T

Pour l'alliage Ti-20V le maclage de type {332} <113> a bien été identifié, que ce soit par M.E.T. ou par E.B.S.D. En ce qui concerne l'alliage Ti-20V-5Al où les trois types de glissement ont été identifiés, une étude par M.E.T. permettra de déterminer avec certitude les mécanismes de déformation dans cet l'alliage. Cette étude a été menée sur une éprouvette de Ti-20V-5Al de taille de grain 65 microns, sollicité en traction à 6%.

L'analyse des dislocations a été réalisé grâce à la technique mise au point par Schwarzer et Zaefferer à l'Institut de Métallurgie de Clausthal-Zellerfeld [75, 76]. Dans un premier temps, il faut déterminer le vecteur de Burgers. Il faut tout d'abord déterminer les orientations individuelles des grains grâce aux diagrammes de Kikuchi, ceci afin de choisir des grains qui ont des orientations très différentes. Cela permet de mettre en relation l'influence de l'orientation des cristallites avec les systèmes de déformation actifs. Il est également nécessaire de choisir des grains où la densité de dislocation n'est pas trop élevée pour reconnaître les dislocations. La détermination du vecteur de Burgers est basée sur l'exploitation du critère $\vec{g}.\vec{b} = 0$. Les mesures se font à l'aide du programme ORKID mis au point par Schwarzer et Zaefferer [75, 76]. Ce programme permet de visualiser le diagramme de Kikuchi du grain et il donne les réflexions où la dislocation doit être invisible. Il permet un déplacement en x et y sur le diagramme de Kikuchi et ceci de la même façon qu'avec le goniomètre du microscope de manière à avoir le faisceau d'électrons (vecteur d'onde $\vec{g}$) parallèle à un plan (hkl) (planche 17). Les dislocations observées seront encore présentes ou auront disparues, c'est à dire que les dislocations de vecteurs de Burgers $\vec{b}$ devront être

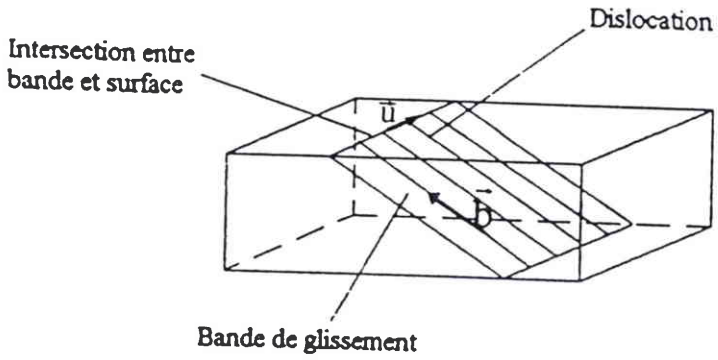


Fig. IV-44 : Observation des dislocations vis sous forme de bandes de glissement qui coupent la surface de l'échantillon en des points précis [77].

perpendiculaire au vecteur d'onde $\vec{g}$ pour disparaitre (planche 18). Après deux ou trois déplacements on peut déduire le vecteur de Burgers des dislocations observées.

Après la détermination du vecteur de Burgers, il faut pour caractériser entièrement une dislocation connaître la direction de la ligne de dislocation ($\vec{u}$). La détermination de la direction de la ligne de dislocation s'effectue en mesurant la projection de la longueur de la ligne pour une orientation donnée. Le programme calcule l'orientation cristallographique de la ligne mesurée ainsi qu'un plan contenant cette ligne. On amène ensuite l'échantillon dans une autre orientation. On mesure à nouveau la dislocation, le programme calcule à nouveau l'orientation de la ligne et un plan contenant la ligne. L'intersection entre ces deux plans représente la ligne de dislocation recherchée [76]

En connaissant le vecteur de Burgers et la ligne de dislocation, le programme peut déterminer le plan de glissement de la dislocation, si celle-ci est de type coin ou mixte (plan de glissement = $\vec{b} \wedge \vec{u}$). Pour les dislocations vis qui sont très nombreuses dans cette alliage, le programme ne peut pas déterminer un plan de glissement précis, car il existe beaucoup de solutions ($\vec{b}$ // $\vec{u}$). Pour déterminer le plan de glissement d'une dislocation vis, il faut effectuer quelques mesures supplémentaires. On observe souvent les dislocation vis sous forme de bandes de glissement qui coupent la surface de l'échantillon en des point précis (fig. IV- 44). En mesurant l'intersection de ces bandes de glissement avec la surface de l'échantillon, on peut déterminer une direction appartenant au plan de glissement et donc le calculer. La mesure de la ligne formée par l'intersection des bandes de glissement et de la surface se fait de la même manière que pour la ligne de dislocation [77].

Nos résultats ont mis en évidence deux types de dislocations. Les premières sont étroites, longues et très serrées, de type vis. Elle sont en majorité dans l'alliage Ti-20V-5Al, à plus de 80% . Elles sont visibles dans la planche 16. Le système de glissement déterminé est du type <111> {112}. Le deuxième type de lignes, peu nombreuses, plus marquées sont beaucoup plus espacées les unes des autres. Ce système a été plus difficile à déterminer; il semble qu'il soit du type {110} <111>. D'autres essais devront confirmer ces résutats. Nous pouvons seulement dire que le système le plus rencontré, dans cet alliage de titane bêta Ti-20V-5Al, est le glissement {112} <111>.

2.3.3- Conclusion

Sur les 60 grains étudiés pour les deux alliages Ti-20V et Ti-20V-5Al, 10 % seulement n'ont pas pu être analysés. L'écart angulaire était trop important pour identifier les types de glissement ou de maclage. Cet

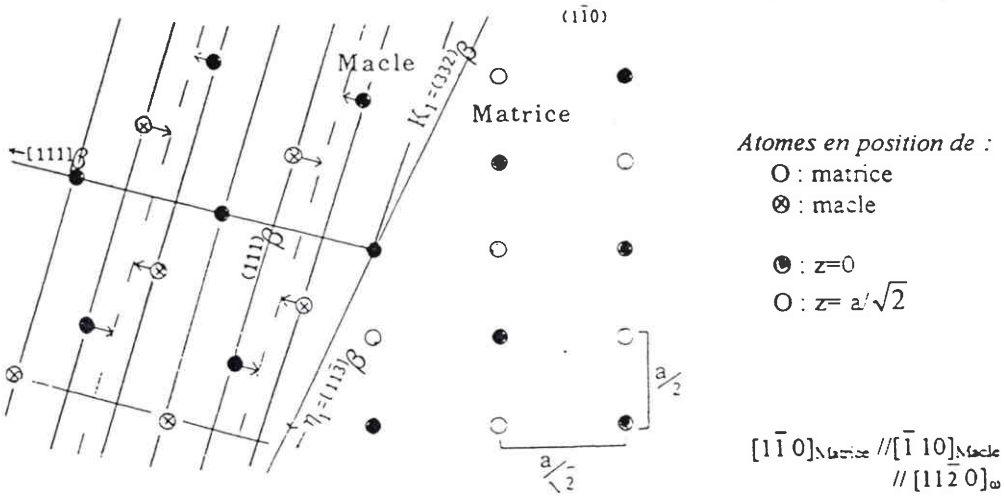


Fig. IV-45 : Mécanisme de formation de le phase ωa dans la macle de type {332} <113> [74]

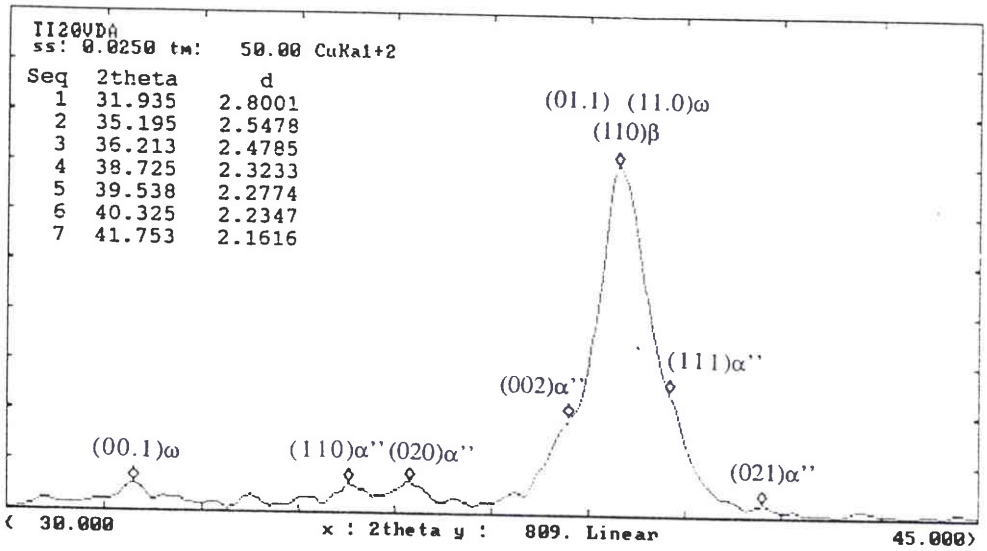


Fig. IV-46 : Diffractogramme θ- 2θ de l'alliage Ti-20V de taille de grain 40 microns laminé 80%, à basse température (- 160 °C).

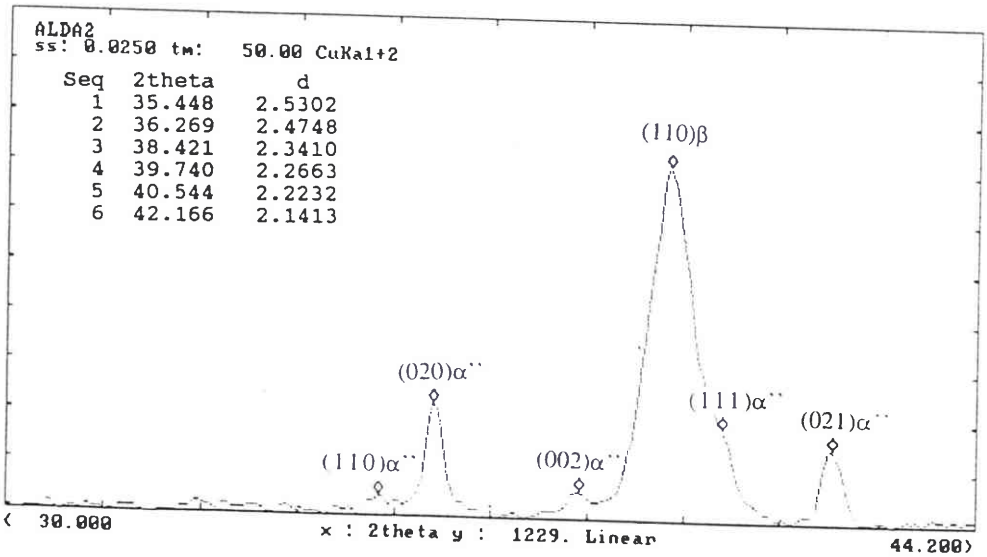


Fig. IV-47 : Diffractogramme θ- 2θ de l'alliage Ti-20V-5Al, V1 de taille de grain 65 microns laminé 70%, à basse température

écart a pu être provoqué par la déformation qui s'est produite, entre le moment de la formation de la macle ou du glissement et celui où a été réalisé la mesure. L'action de contraintes locales dues aux forces d'interaction de macles adjacentes ou de glissement peut également agir sur cet écart [78].

L'alliage Ti-20V se déforme bien par maclage de type {332} <113>. Par la méthode géométrique de Toth et Serghat [72], nous pouvons définir le type des macles, qu'elles soient fines ou épaisses. Cette méthode donne une bonne statistique des mécanismes de déformation. De plus, en microscopie éléctronique à transmission, la phase ω_s (phase martensitique induite sous contrainte) a été mise en évidence (Planche 5 et fig. IV-43) [73, 74]. Elle se trouve localisée à l'intérieur des macles {332} et il existe un seul variant ω_s dans une macle. Dans une macle de type (-233) [311] sur les quatre variants ω_s la seule qui se développe suivant les relations d'orientations $(00.1)\omega_s$ // $(-111)\beta$ et $[-12.0]\omega_s$ / / $[110]\beta$ est celle dont l'axe [0001] est parallèle à η_2. Cette direction de la macle $\eta_2 = [-111]\beta$ est donc parallèle avec l'axe c [0001] de ω_s (fig. IV-45) [74].

Pour l'alliage Ti-20V-5Al en surface par E.B.S.D., trois types de glissement avec la direction <111> ont été trouvés : (112), (123) et (110). On observe un ou deux plans de glissement d'un type donné dans un grain et très rarement trois. Par M.E.T. les résultats montrent que pour cet alliage le nombre de systèmes de glissement actifs dans un grain est limité. Le système de glissement principal est de type {112} <111>. Nos résultats sont en concordance avec les données bibliographiques [1].

Lors de la déformation par laminage à température ambiante la phase α" n'a pas été mise en évidence. La température de début de transformation martensitique ($Ms\alpha$") pour ces alliages est inférieure à la température ambiante. Des essais de laminage à très basse température (-160°C) ont été réalisés sur les alliages à petite taille de grains, pour un taux de déformation suffisant : 80% pour Ti-20V et 70% pour Ti-20V-5Al. Sur le diffractogramme de l'alliage Ti-20V de taille de grain 40 microns (figure IV-46), on peut noter la présence de la phase α" par la présence de cinq petits pics α" : (110), (020), (002), (111), et (021). La phase ω a été également mise en évidence par la présence du pic (0001) caractéristique de cette phase et les autres pics (01-11), (11-20) confondues avec (001) de la phase bêta. Les pics de la phase α" sont beaucoup plus intenses sur le diffractogramme de l'alliage Ti-20V-5Al de taille de grains 65 microns (fig. IV-47). L'addition d'un élément alphagène favorise la présence de cette phase, tout en faisant diminuer

ou disparaître la phase ω. La phase α" de structure orthorhombique a comme paramètre de maille a = 0,2944 nm, b = 0,495 nm, c = 0,4682 nm. Elle est visible sur les micrographies de l'alliage Ti-20V et Ti-20V-5Al, après un taux de déformation très important (planche 19).

Cette étude au micoscope optique couplée à l'E.B.S.D., qui complète les études en M.E.T., a permis de déterminer les mécanismes de déformation apparaissant au début de la déformation plastique pour ces deux alliages. Leurs comportements vont être analysés lors d'essais mécaniques comme la traction et le laminage.

2.4 - *Comportement mécanique à froid des alliages Ti-20V et Ti20V-5Al*

Nous allons étudier maintenant le comportement mécanique à froid des deux alliages Ti-20V et Ti-20V-5Al dans différentes conditions de sollicitations. Les essais seront menés avec des vitesses de déformation variables de façon à faire intervenir plus ou moins facilement le maclage. De la même façon, nous étudierons des alliages dont les tailles de grain sont différentes. En effet, la taille de grain a une influence sur la déformation plastique. Elle permet, quand elle diminue, une augmentation de la limite d'élasticité. Plus elle diminue, plus les mouvements de dislocations dans le matériau lors d'une sollicitation mécanique sont bloqués. Le blocage des dislocations par les joints de grains se traduit par une loi dite de Hall et Petch [33] :

$$\sigma y = \sigma o + Ky.d^{-1/2}$$

avec :
- σy : limite élastique du matériau
- d : diamètre moyen des grains
- σo : contrainte appelée force de frottement
- Ky : facteur caractérisant l'influence des joints de grains

Hanada et al. [1] ont montré que les alliages se déformant par maclage ont une limite d'élasticité faible et une ductilité élevée. Ceux qui se déforment par glissement ont par contre une limite d'élasticité élevée et une ductilité faible (fig II-21). Par ailleurs lorsque la taille de grain varie il existe un changement dans l'ordre d'apparition des mécanismes de déformation. C'est par exemple le cas dans les matériaux de symétrie hexagonale [79]. Le déclenchement du maclage est freiné lorsque la densité des joints de grains augmente. Hull et al. [75] ont constaté que la contrainte pour initier le maclage était régie par une relation du type : $d^{-1/2}$, identique à la loi de Hall et Petch.

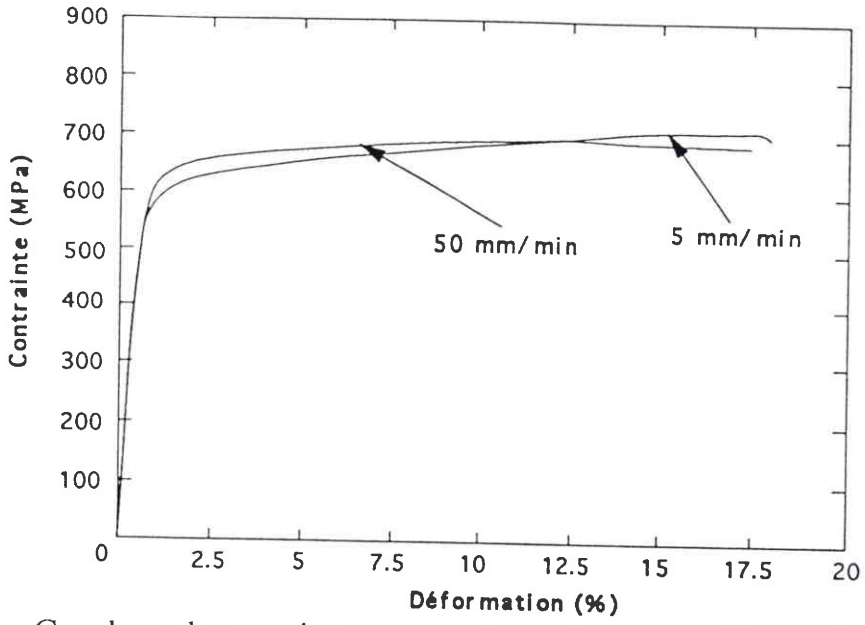


Fig. IV-48 : Courbes de traction conventionnelle de l'alliage Ti-20V de taille de grain 300 microns, déformé à 5 et 50 mm/min.

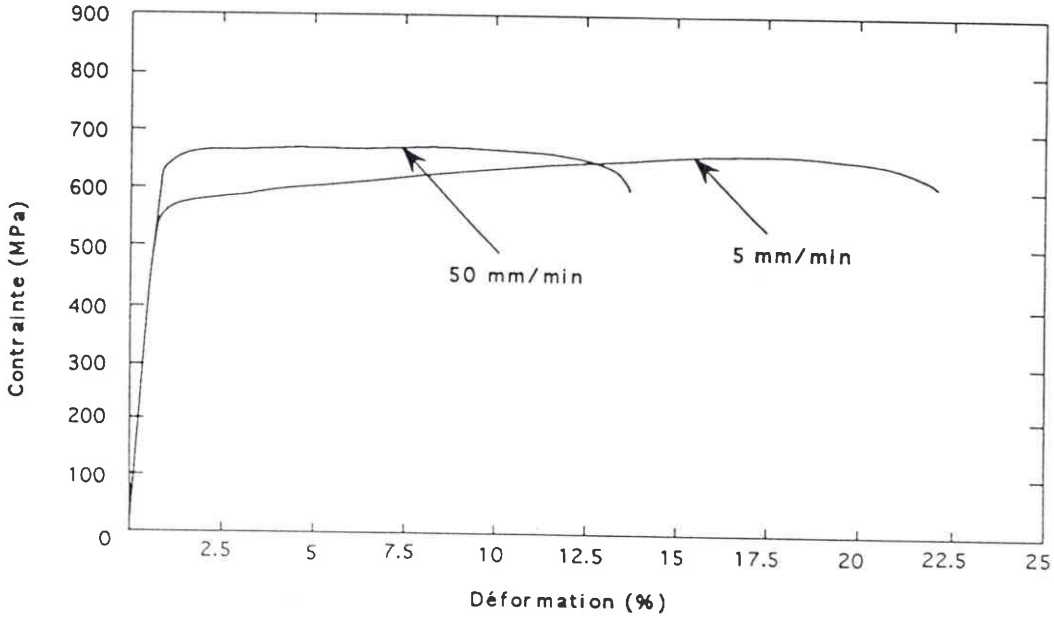


Fig. IV-49 : Courbes de traction conventionnelle de l'alliage Ti-20V de taille de grain 40 microns, déformé à 5 et 50 mm/min.

	Vitesse de déplacement	Re (MPa)	At %	E (MPa)	Rm (MPa)	(Rm-Re) = ΔR
Ti20V 300 µm	5 mm/min	520 ± 15	17,5	85100	716 ± 13	196
	50mm/min	534 ± 14	16	98000	686 ± 15	152
Ti20V 40 µm	5 mm/min	560 ± 21	24	80000	655 ± 10	95
	50 mm/min	635 ± 19	12	80000	663 ± 10	28

Tableau IV-10 : Caractéristiques mécaniques : Re, A_t%, E, Rm (moyenne sur 4 essais), de l'alliage Ti-20V de taille de grain 40 et 300 microns, pour deux vitesses de déformation.

2.4.1- Influence de la taille de grain sur les caractéristiques mécaniques

2.4.1.1- L'alliage Ti-20V

Les figures IV-48 et IV-49, illustrent l'allure des courbes de traction conventionnelle uniaxiale F/so = f(dL/Lo) obtenues pour les alliages dont les tailles de grains sont de 300 et 40 microns, soumises à deux vitesses de traction de 5 et 50 mm/min. Ces essais sont réalisés à la température ambiante, pour des éprouvettes prélevées dans le sens du laminage (DL). On peut résumer les caractéristiques mécaniques obtenues pour les deux alliages par le tableau IV-10. Ces caractéristiques mécaniques ont été déterminées à partir des résultats de quatre essais identiques.

Pour une vitesse de déplacement de 5 mm/min la taille de grain n'a pas réellement d'influence sur la limite d'élasticité. Nous avons une différence de 40 MPa entre les deux limites d'élasticité et la dispersion enregistrée autour des valeurs moyennes n'est pas significative. Par contre l'allongement à rupture est plus important (24 %) pour une petite taille de grain que pour une grande taille de grain (17,5 %).

A 50 mm/min, on observe une augmentation de la limite d'élasticité de 100 MPa lorsque la taille de grain diminue.

Pour l'alliage Ti-20V la différence entre Re et Rm est importante et l'écrouissage est grand à 5 mm/min. La différence ΔR (Rm-Re) est égale à 196 MPa pour Ti-20V 300 microns (tableau IV-10), alors que la limite d'élasticité est de 520 MPa. Si on augmente la vitesse de déformation et surtout lorsque la taille de grain diminue les courbes de traction s'applatissent et la différence ΔR diminue (tableau IV-10).

2.4.1.2- L'alliage Ti-20V-5Al

Les mêmes essais de traction sont réalisés sur l'alliage Ti-20V-5Al de taille de grain 250 et 65 microns (fig. IV-50 et V-51). Les caractéristiques mécaniques sont résumées par le tableau IV-11. Ces caractéristiques mécaniques ont été déterminées à partir des résultats de quatre essais identiques.

L'apport d'aluminium dans l'alliage Ti-20V fait augmenter la limite d'élasticité tout en diminuant la ductilité.

La taille de grain n'a qu'une légère influence sur la limite d'élasticité, nous avons une augmentation de 64 MPa pour 5 mm/min et 72 MPa pour 50 mm/min, lorsqu'on passe d'une taille de grain de 250 à 65 microns. L'allongement à rupture reste le même pour les deux vitesses de déformation.

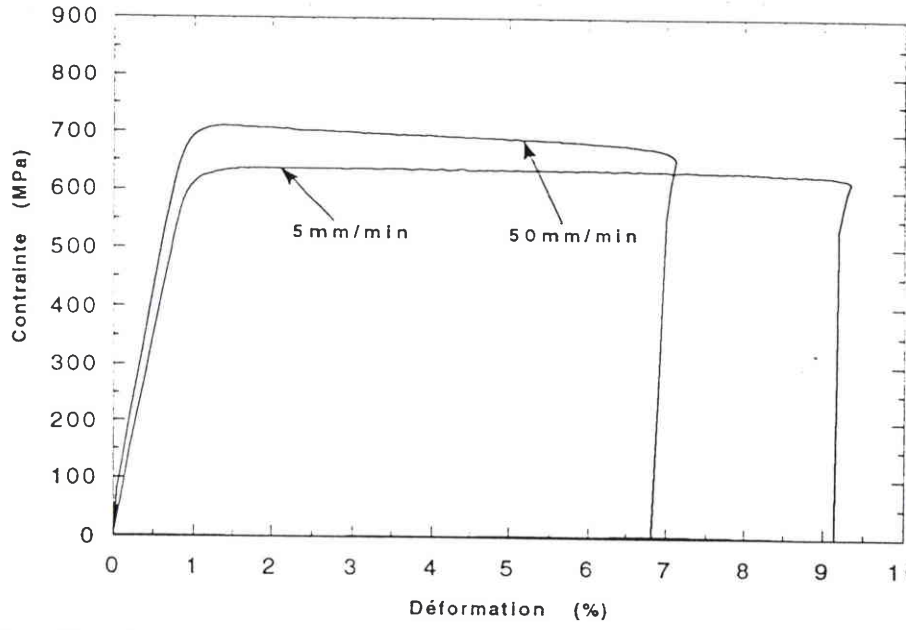


Fig. IV-50 : Courbes de traction conventionnelle de l'alliage Ti-20V-5Al de taille de grain 250 microns, déformé à 5 et 50 mm/min.

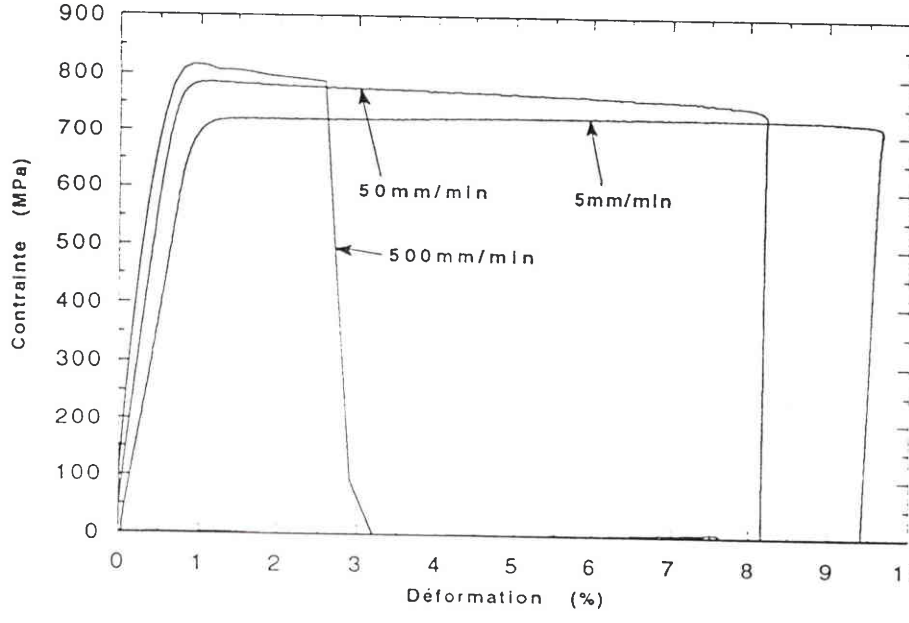


Fig. IV-51 : Courbes de traction conventionnelle de l'alliage Ti-20V-5Al de taille de grain 65 microns, déformé à 5, 50 et 500 mm/min.

	Vitesse de déplacement	Re (MPa)	At %	E (MPa)	Rm (MPa)	(Rm-Re) = ΔR
Ti20V5Al-V2 250 µm	5 mm/min	604 ± 15	9	73100	647 ± 7	43
	50mm/min	664 ± 16	7	76000	702 ± 10	38
Ti20V5Al-V1 65 µm	5 mm/min	668 ± 16	9.5	96000	714 ± 9	46
	50 mm/min	736 ± 18	8	90000	775 ± 10	39
	500 mm/min	780 ± 10	3	100000	817 ± 10	37

Tableau IV-11 : Caractéristiques mécaniques : Re, A_t%, E, Rm (moyenne sur 4 essais), de l'alliage Ti-20V-5Al de taille de grain 65 et 250 microns, pour deux vitesses de déformation.

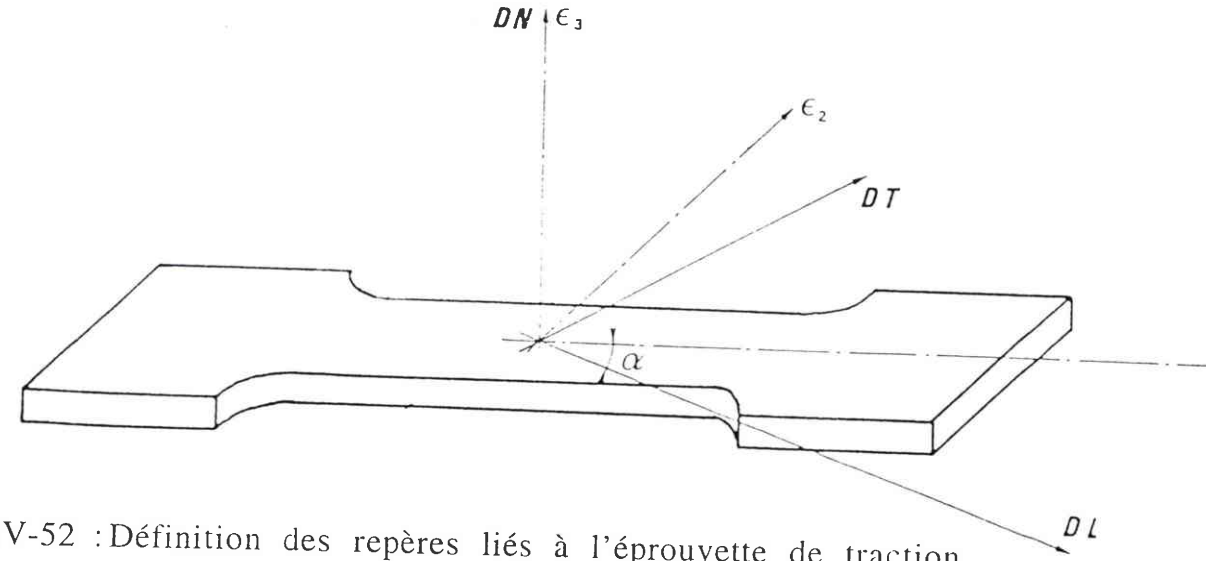


Fig. IV-52 : Définition des repères liés à l'éprouvette de traction.
ε_1 : déformation principale suivant la longueur,
ε_2 : déformation principale suivant la largeur,
ε_3 : déformation principale suivant l'épaisseur.

Sens de prélévement	Vitesse de déplacement	Re (MPa)	E (MPa)	r	n
0°	5 mm/min	520 ± 15	85100	0.79	0.1
	50mm/min	534 ± 14	98000	0.88	0.09
30°	5 mm/min	530 ± 15	84000	0.54	0.11
	50 mm/min	540 ± 10	105000	0.59	0.085
45°	5 mm/min	506 ± 15	83000	0.71	0.12
	50mm/min	527 ± 10	98000	0.88	0.09
60°	5 mm/min	510 ± 10	88100	0.69	0.13
	50 mm/min	547 ± 10	109000	0.68	0.097
90°	5 mm/min	522 ± 10	90000	0.75	0.1
	50mm/min	522 ± 15	97000	0.67	0.09

Tableau IV-12 : Influence du sens de prélèvement sur les caractéristiques mécaniques : Re, E, r, n (moyenne sur 4 essais) pour l'alliage Ti-20V de taille de grain 300 microns pour deux vitesses de déformation.

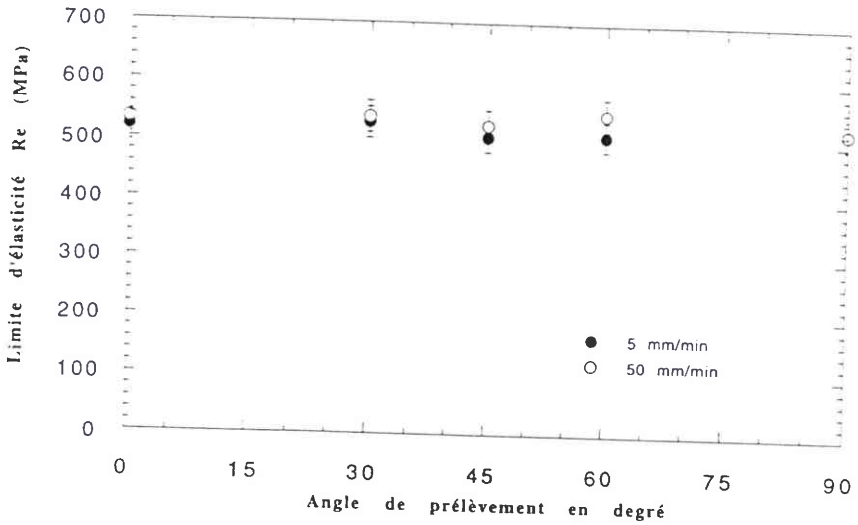


Fig. IV-53 : Variation de la limite d'élasticité (Re) dans le plan de la tôle, pour l'alliage Ti-20V de taille de grain 300 microns.

Un essai à 500 mm/min a été réalisé sur Ti-20V-5Al de taille de grain 65 microns. On peut constater que la limite d'élasticité augmente considérablement jusqu'à 780 MPa, par contre l'allongement à rupture baisse (3%). En augmentant la vitesse de traction on simule un essai à basse température. Le matériau n'a pas le temps d'accomoder la déformation (baisse de la température ductile-fragile) et il y a rupture rapide.

La différence entre Re et Rm est très faible pour cet alliage (tableau IV-11) et Rm est atteint généralement en moins de 1%, ensuite la force décroit. L'écrouissage est très faible et diminue quand la vitesse de déformation augmente. Ceci pourrait être dû à une localisation de l'écoulement plastique. Cependant, aucune microbande de cisaillement n'a été mise en évidence par microscopie.

2.4.2- Influence du sens de prélèvement sur les caractéristiques mécaniques pour l'alliage Ti-20V de taille de grain 300 microns.

Il est nécessaire d'avoir une quantité de matière suffisante pour déterminer le coefficient d'anisotropie (r) en fonction de l'angle de prélèvement (α). Ces mesures n'ont pu être réalisées que sur l'alliage Ti-20V d'épaisseur 1 mm. On a donc découpé et usiné 36 éprouvettes de traction prélevées à 0°, 30°, 45°, 60°, 90° par rapport à la direction de laminage (DL) (fig. VI-52) et réalisé des essais de traction jusqu'à 10 % pour permettre la détermination de r (α). Les résultats des essais de traction réalisés pour les deux vitesses de déplacement 5 et 50 mm/min sont reportés dans la tableau IV-12. Ces essais permettent de voir l'influence du sens de prélèvement sur les caractéristiques mécaniques. On peut remarquer que, quel que soit le sens de prélèvement des éprouvettes de traction, la limite d'élasticité est constante pour les deux vitesses de déplacement (fig. IV-53). Le module d'Young est de l'ordre de 94 GPa pour cet alliage. Le coefficient d'anisotropie (r) variant peu, de 0,54 à 0,88 (fig. IV-54), cela permet de dire que le matériau a un comportement relativement "isotrope" dans le plan de la tôle. Pour déterminer dans notre cas le coefficient d'écrouissage l'utilisation d'une loi de type Hollomon est satisfaisante dans le domaine des allongements répartis (fig. IV-55). Le coefficient d'écrouissage en fonction de l'angle de prélèvement et de la vitesse de déformation est visualisé figure IV-56, pour 5 mm/min il est en moyenne de 0,11. Il baisse très légèrement à 0,09 pour 50 mm/min.

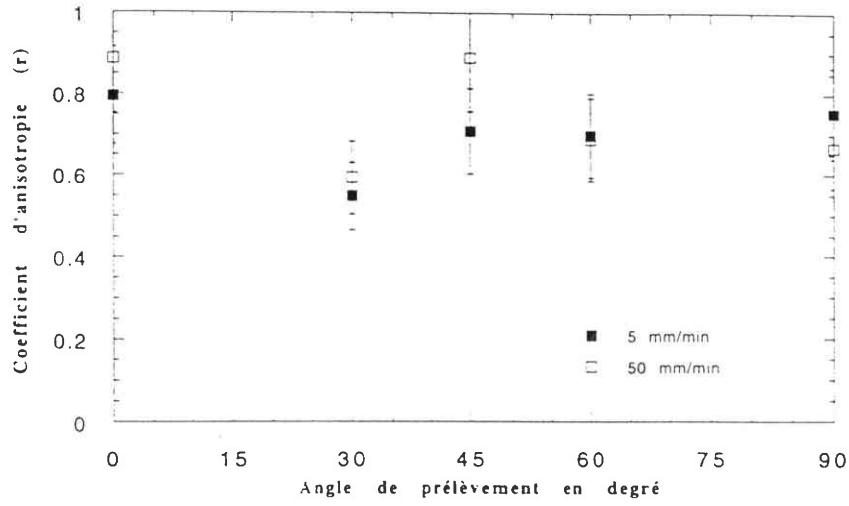


Fig. IV-54 : Variation du coefficient d'anisotropie (r) dans le plan de la tôle, pour l'alliage Ti-20V de taille de grain 300 microns.

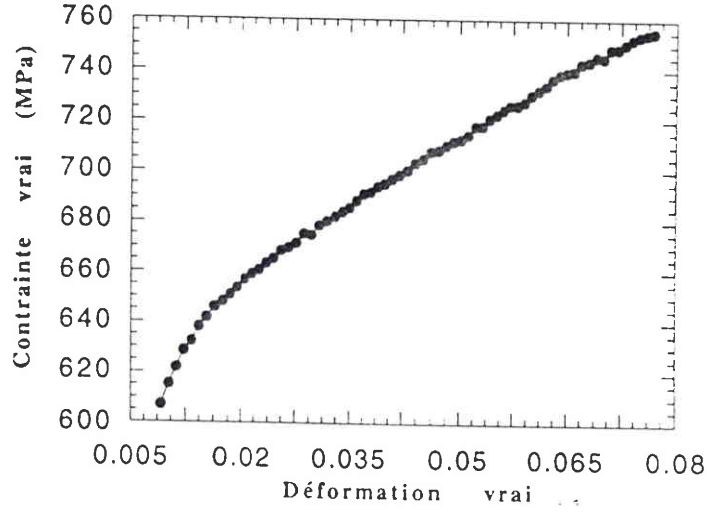


Fig. IV-55 : Courbe de traction rationnelle de l'alliage Ti-20V de taille de grain 300 microns déformé à 5 mm/min.

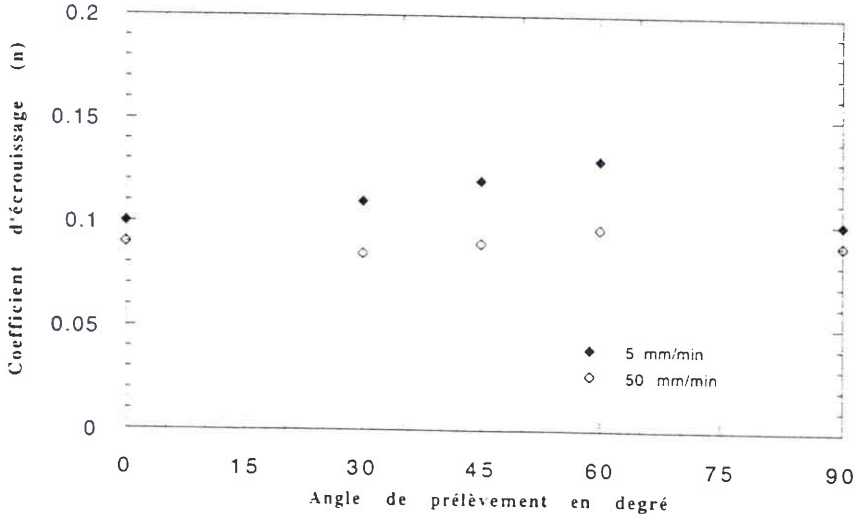


Fig. IV-56 : Variation du coefficient d'écrouissage (n) dans le plan de la tôle, pour l'alliage Ti-20V de taille de grain 300 microns.

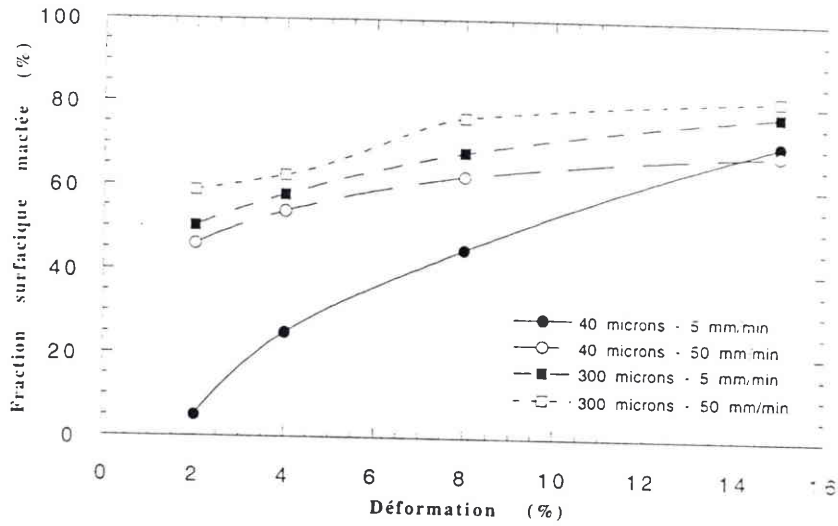


Fig. IV-57 : Fraction surfacique maclée en fonction du taux de déformation pour l'alliage Ti-20V de taille de grain 40 et 300 microns, soumis à deux vitesses de déformation.

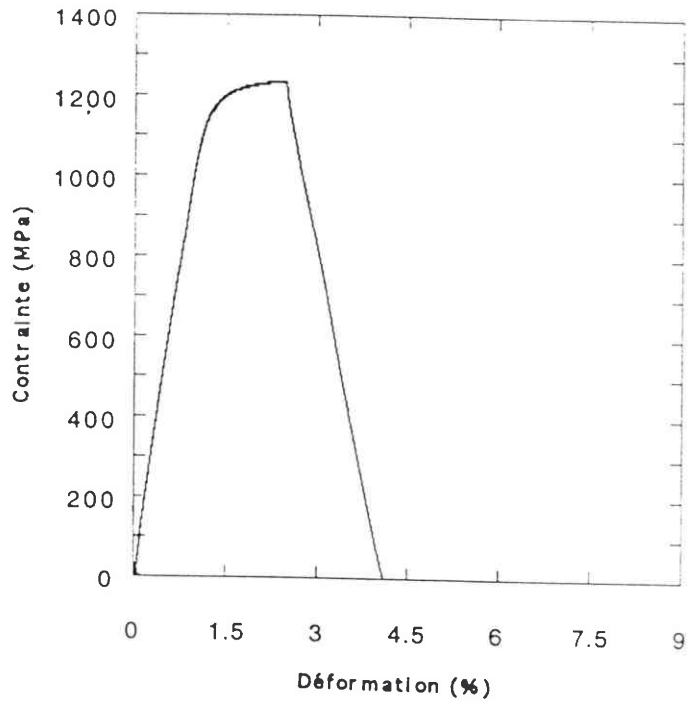


Fig. IV-58 : Courbes de traction conventionnelle à rupture de l'alliage Ti-20V de taille de grain 300 microns déformé à 50 mm/min. Influence de la phases α.

2.4.3- Effet de la taille de grain sur la fraction surfacique maclée de l'alliage Ti-20V

L'observation des éprouvettes de traction dans le sens longitudinal a permis de suivre l'évolution de la fraction surfacique maclée en fonction de la déformation. Elle a été réalisée sur les deux tailles de grains 40 et 300 microns pour les deux vitesses de déplacement 5 et 50 mm/min.

Sur la figure IV-57 on peut constater que la fraction surfacique maclée augmente avec le taux de déformation, quelles que soient la taille de grain et la vitesse de déplacement. Pour une taille de grain de 300 microns on peut voir, que la fraction surfacique maclée augmente plus vite que dans le cas d'une taille de grain de 40 microns. La fraction surfacique est très faible au début de la déformation pour une petite taille de grain. Elle croit progressivement quand la déformation augmente et ce, d'autant plus que la vitesse de déformation est grande. Le maclage diminue, ou est plus difficile à initier, lorsque la densité des joints de grains augmente. Les joints de grains sont des empilements de dislocations qui empêchent la progression des macles dans les autres grains.

Un essai de traction à rupture a été réalisé sur un échantillon à petite taille de grain, à 50 mm/min. Nous avons cherché à avoir la localisation de la déformation en amincissant le milieu de l'éprouvette sur une largeur de 30 mm. Cet essai a permis de voir différents phénomènes (planche 20). Les parties maclées se situent près de la zone de rupture. Juste à côté de cette zone pourtant déformée, aucune macle n'est présente. Cette partie peut s'être déformée par glissement, pourtant aucune ligne de glissement n'est visible optiquement.

Le maclage est important dès le début de la déformation, quand deux facteurs sont réunis, une grande taille de grain et une grande vitesse de déformation (ou une température basse).

Pour les déformations importantes, la différence entre la fraction surfacique maclée pour une petite et une grande taille de grain disparaît.

2.4.4- Influence de la présence de la phase α sur les caractéristiques mécaniques des alliages Ti-20V et Ti-20V-5Al

Quelques essais de traction jusqu'à rupture ont été réalisés sur des éprouvettes Ti-20V de taille de grains 300 microns et Ti-20V-5Al (V3) de taille de grain 155 microns, pour lesquelles la phase α était présente à environ 25 % pour Ti-20V et 80 % pour Ti-20V-5Al (planche 9 et 10). La limite d'élasticité et la résistance à la rupture des alliages biphasés $\beta + \alpha$ sont nettement supérieures à celles de la phase β seule. Nous avons,

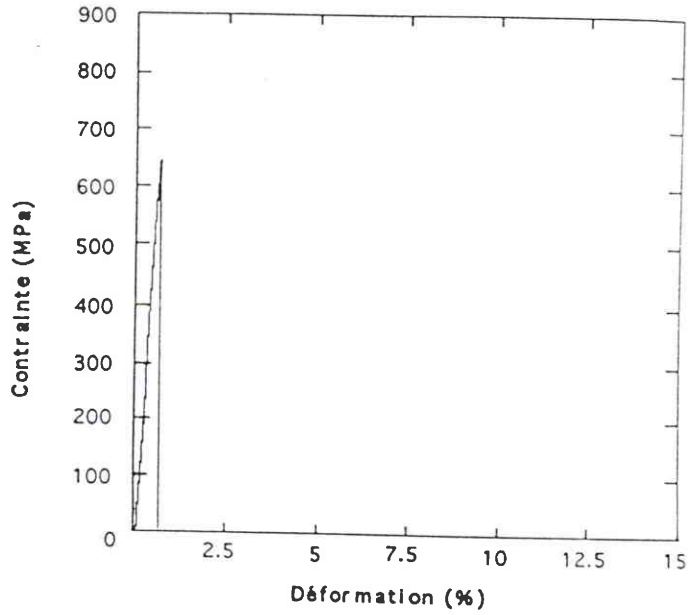


Fig. IV-59 : Courbes de traction conventionnelle de l'alliage Ti-20V-5Al, V3 de taille de grain 250 microns, déformé à 50 mm/min. Influence de la phases α.

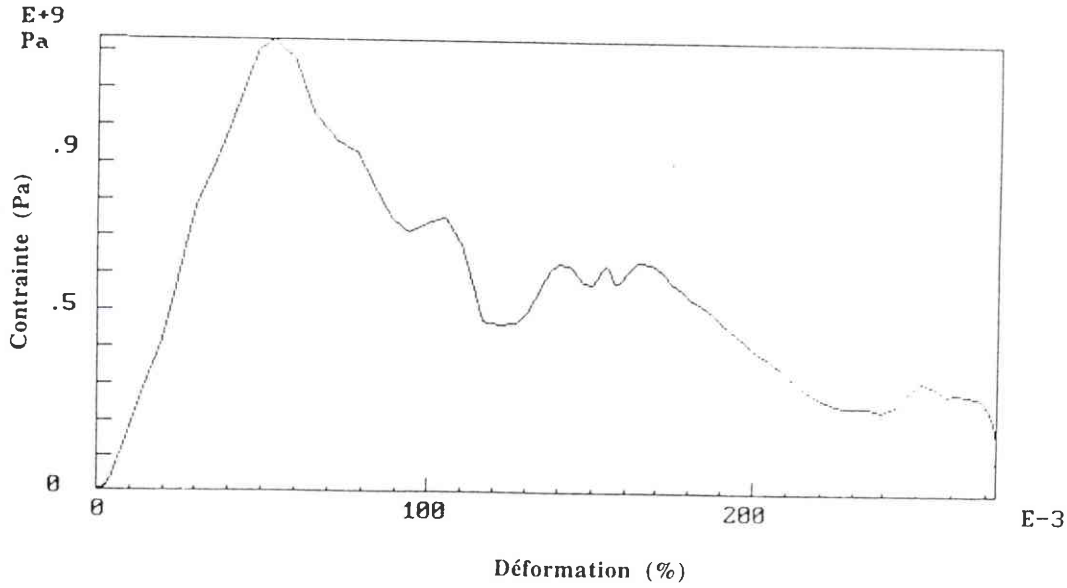


Fig. IV-60 : Détermination de la limite d'élasticité pour l'alliage Ti-20V-5Al V2 de taille de grain 250 microns, déformé à 23 %, par l'essai des barres d'Hopkinson.

pour l'alliage Ti-20V une limite d'élasticité de 1087 ± 15 MPa avec un module d'Young de 103 GPa. Par contre l'allongement à rupture est de seulement 3 %. La limite à la rupture est de 1230 ± 10 MPa (fig. IV-58).

L'alliage Ti-20V-5Al (V3), se comporte comme un matériau fragile car il casse à 635 ± 15 MPa dans la zone élastique (fig. IV-59). La présence de la phase α et d'un taux d'oxygène important (2210-2260 ppm) ont tendance à fragiliser cet alliage.

2.4.5- Essais de compression en dynamique

Deux pastilles de Ti-20V-5Al (V2), de taille de grains 250 microns, ont subi une déformation de 23 % sous une vitesse d'impact de 24,04 m/s. Après traitement des signaux enregistrés une courbe contrainte-déformation a pu être dessinée (fig. IV-60). La limite d'élasticité est de 1238 MPa. Nous pouvons remarquer sur cette courbe qu'il n'y a pas d'écrouissage dans le domaine plastique. Le même phénomène a été rencontré lors des essais de traction de cet alliage (fig. IV-50 et V-51). Nous avons une vitesse de déformation moyenne de 2000 s^{-1}. Les irrégularités dans le domaine plastique sont dues à la géométrie de l'éprouvette. Elle est composée de deux pastilles où l'interface implique des interférences dans les signaux. Des essais sur des éprouvettes conventionnelles permettront de mieux cerner les caractéristiques de cet alliage en compression dynamique. Le mode principal de déformation de ce matériau est toujours le glissement. Cependant on note la présence de macles dans différents grains. Les macles de déformation sont plus nombreuses après une compression dynamique, qu'un essai de traction en statique. Les gros grains ont tendance à être plus maclés que les petits grains (planche 21).

2.4.6- Conclusion

Pour l'alliage Ti-20V, lorsque la vitesse de déformation augmente, la limite d'élasticité augmente aussi et particulièrement lorsque la taille de grain est petite, tout en faisant baisser la ductilité.

Le maclage est important dès le début de la déformation pour une grande taille de grain et croît progressivement lors de la déformation. Pour la taille de grain de 40 microns, en augmentant la vitesse de traction, il semble qu'au début de la déformation le glissement soit actif, puis le maclage prend le relais. Le maclage diminue lorsque la densité des joints de grains augmente.

Pour une taille de grain importante, quelle que soit la vitesse de déformation, le coefficient d'écrouissage a une moyenne d'environ 0,1. Le matériau a un comportement relativement isotrope dans le plan de la

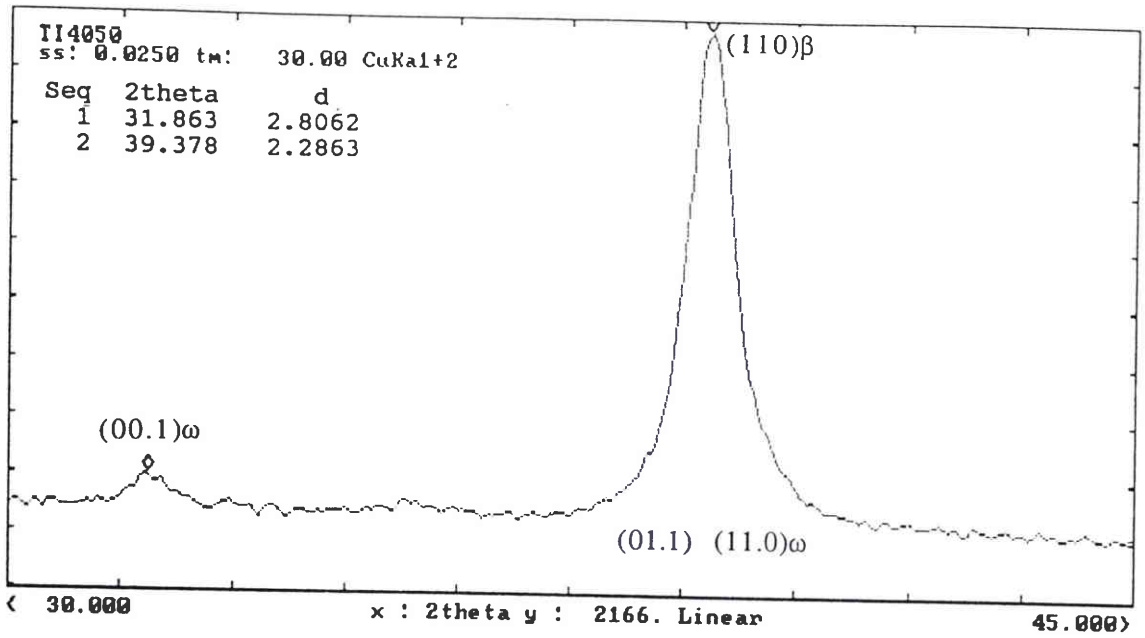


Fig. IV-61 : Diffractogramme θ- 2θ de l'alliage Ti-20V de taille de grain 40 microns, essai de traction jusqu'à rupture à 50 mm/min.

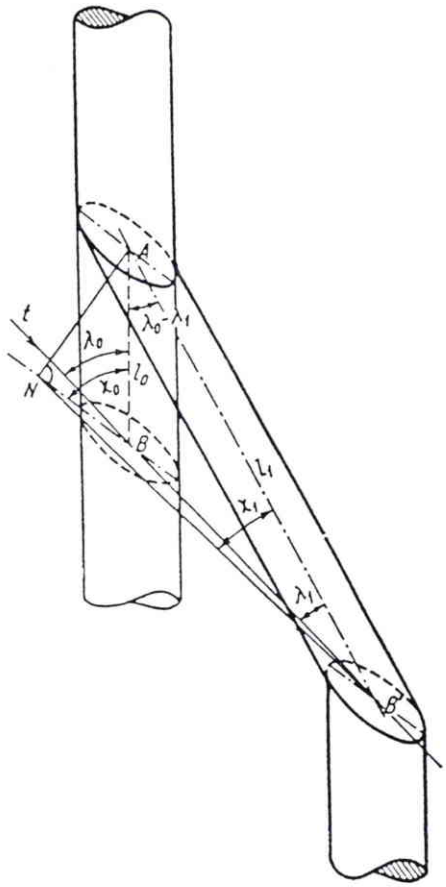


Fig. IV-62 : Calcul du cisaillement et de l'allongement produit par une déformation par maclage. Axe AB avant déformation, AB' axe après déformation. BB' (t) est la direction de glissement [81].

tôle.

A 50 mm/min pour une petite taille de grain, l'alliage ne semble pas subir d'écrouissage. La résistance mécanique ultime (Rm) du matériau est proche de la limite élastique (Re) (tableau IV-10).
A 5 mm/mn au contraire, la différence pour cet alliage, entre Re et Rm, est plus marquée (tableau IV-10).

Lors de la déformation, la phase ω_s est induite sous contrainte via le maclage. Cette phase est mise en évidence sur le diffractogramme de l'alliage Ti-20V de taille de grain 40 microns (fig. IV-61); par l'apparition du pic (0001); les pics (01-11) (11-20) étant confondues avec le pic (110) de la phase bêta. Une taille de 300 microns ne permet pas de visualiser la phase ω_s sur les diffractogrammes. La fraction volumique de cette phase n'est pas suffisante dans le matériau pour qu'elle soit détectée, ou bien, il y a un effet important de l'orientation du grain β et les platelets ω qui naissent très orientés ne sont pas obligatoirement visibles sur les diffractogrammes.
Pour l'alliage Ti-20V, systématiquement lorsque le mécanisme de déformation principal est le maclage (planche 22) associé à la transformation de phase ω_s, on note une forte consolidation et une différence importante entre Re et Rm. Un maclage secondaire (à l'intérieur des macles) apparaît pour accommoder la déformation (planche 22). Il est de même type que les macles primaire {332} <113> [74].

Il est à noter que dans les monocristaux le maclage ne contribue généralement pas beaucoup à l'allongement. Il a plus souvent pour effet de modifier l'orientation d'une partie du cristal et de l'amener dans une position où le glissement est plus facile. On peut calculer la déformation produite pour un système de maclage. Dans une direction définie par les angles χ et λ avec le plan et la direction de maclage, un segment de longueur l_0 se transforme en segment de longueur l_1 telle que (fig. IV-62) [33, 81] :

$$\Delta = \frac{l_1}{l_0} = \sqrt{1 + 2\,s \sin\chi \cos\lambda + s^2 \sin^2\chi}$$

s étant le cisaillement de maclage. Selon l'orientation, on peut avoir contraction ou allongement. Les déformation extrêmes sont obtenues pour $\chi = \lambda$ et sont données par :

$$\Delta_{max} = \frac{s}{2} + \sqrt{\frac{s^2}{4} + 1}$$

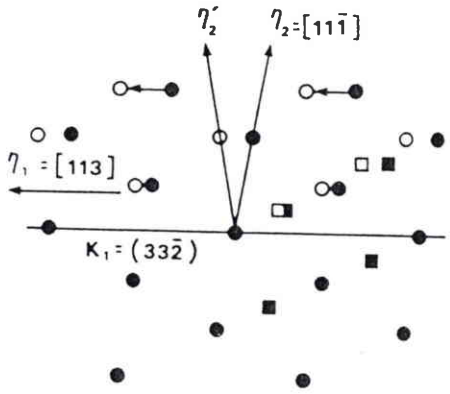


Fig. IV-63 : Représentation schématique des mouvements atomiques pour le maclage de type (33-2) [113]. Position atomiques des plans A : ● et B : ■ avant maclage. Position atomique des plans A : ○ et B : □ après maclage [35].

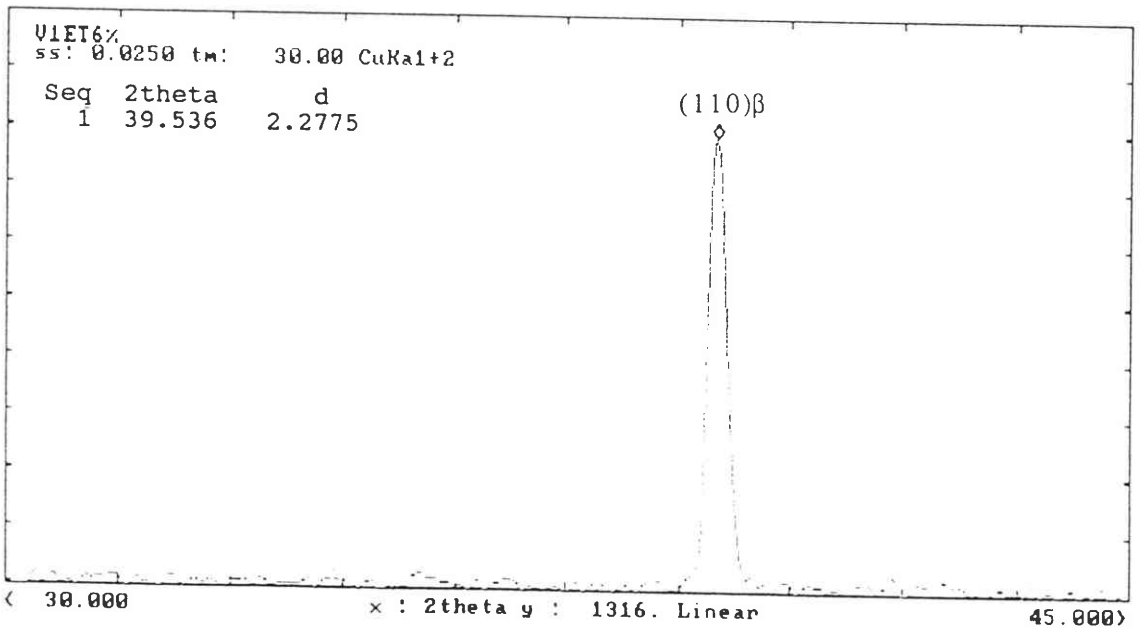


Fig. IV-64 : Diffractogramme θ-2θ de l'alliage Ti-20V-5Al de taille de grain 65 microns, essai de traction jusqu'à rupture à 50 mm/min.

L'alliage Ti-20V, se déformant par maclage de type {332} <113>, a un taux de cisaillement de 0,353 (fig. IV-63). La déformation maximum (Δ_{max}), de cet alliage en utilisant la formule ci-dessus est égale à 19 %, si l'on considère un grain 100 % maclé. En réalité les macles se développent par saccades discontinues et n'occupent qu'une fraction parfois faible du cristal. La formation d'un maclage secondaire (à l'intérieur des macles) peut contribuer également à l'allongement.

Il est intéressant de comprendre ce qui permet à l'alliage Ti-20V d'avoir une ductilité de 24 % (fig. IV-49) à 28 % (fig. II-21), ductilité difficilement explicable par la seule présence du maclage.

L'alliage Ti-20V-5Al semble plus sensible a l'augmentation de la vitesse de déformation en traction que l'alliage Ti-20V. En effet pour l'alliage Ti-20V-5Al de taille de grains 250 microns, la différence entre $Re_{5\ mm/min}$ et $Re_{50\ mm/min}$ est de 60 MPa contre 14 MPa pour l'alliage Ti-20V 300 microns. L'apport d'aluminium fait augmenter considérablement la limite d'élasticité tout en faisant diminuer la ductilité. Quelles que soient la vitesse de déformation et la taille de grain, on peut voir que le mode de déformation principal de cet alliage est le glissement de type linéaire ou dévié (planche 23). Le maclage est aussi présent dans certains gros grains et plus rarement dans les petits. La fraction surfacique maclée reste malgré tout très faible (< 5 %). Lors des essais de traction de l'alliage Ti-20V-5Al, de taille de grain 65 microns, la seule phase présente est la phase β (fig. IV-64).
La taille de grain n'a pas d'influence sur l'allongement à rupture quand la vitesse de déformation augmente de 5 à 50 mm/min. Le coefficient d'écrouissage calculé sur une courbe de traction rationnelle est de 0,03. L'alliage ne subit pas réellement d'écrouissage, on peut voir sur les courbes de traction que la résistance mécanique ultime (Rm) est proche de la limite élastique (Re) (tableau IV-11). La zone plastique de la courbe de traction est représentée par un plateau (fig. IV-51). Cependant l'allongement à rupture n'a que légèrement diminué, 8 % pour l'alliage Ti-20V-5Al - 65 microns, au lieu de 12 % pour l'alliage Ti-20V - 40 microns pour une vitesse de 50 mm/min. La faible consolidation rencontrée pour un essai où il y a essentiellement du glissement pourrait s'expliquer par l'apparition d'un nombre limité de systèmes de glissement dans un grain, ce qui a été noté lors des déterminations des systèmes de glissement actifs par E.B.S.D.

L'alliage Ti-20V-5Al de taille de grain 250 microns se comporte assez bien en compression dynamique. Sa limite d'élasticité a doublé par rapport à celle d'un essai en traction.

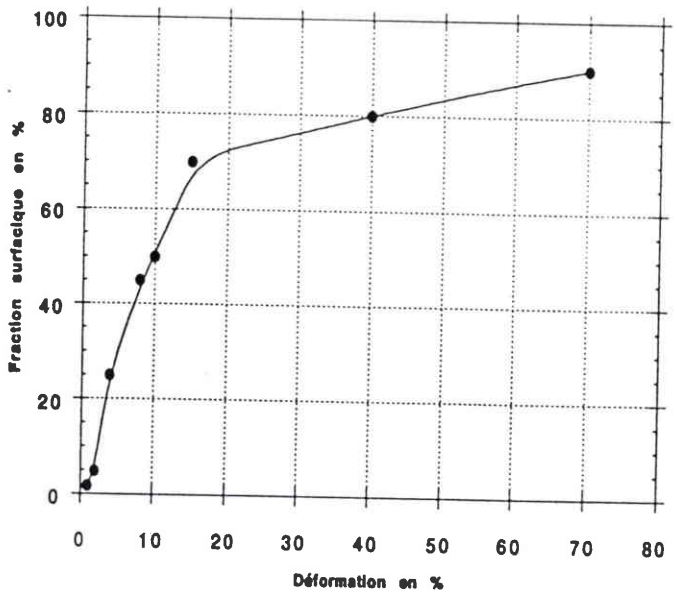


Fig. IV-65 : Fraction surfacique maclée en fonction du taux de réduction en laminage pour l'alliage Ti-20V.

La présence de la phase α dans les deux alliages Ti-20V et Ti-20V-5Al a tendance à faire augmenter la limite d'élasticité et diminuer la ductilité.

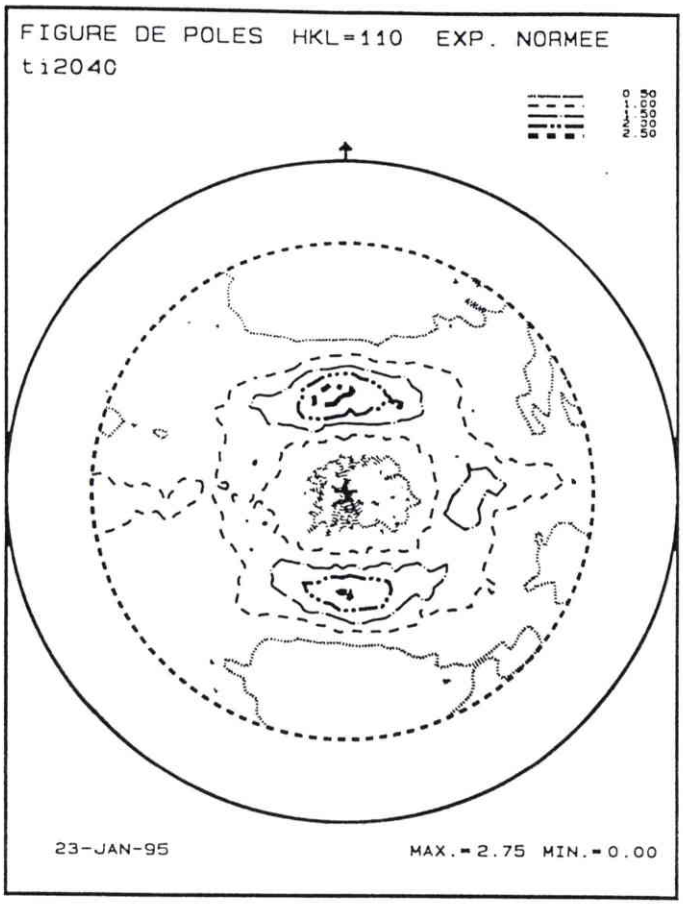
2.5- *Laminage à température ambiante et mécanismes de déformation et évolution de texture*

Nous avons jusqu'à présent cherché à identifier les différents mécanismes de déformation présents dans les alliages Ti-20V et Ti-20V-5Al en laminage et en traction directement par des méthodes microscopiques. Pour avoir une meilleure connaissance de ces mécanismes, nous allons suivre l'évolution de texture en laminage dans les mêmes conditions pour les deux alliages et essayer de modéliser cette évolution à partir des données sur les mécanismes de déformation en notre possession.
Les alliages ont été laminés à la température ambiante par une succession de petites passes jusqu'à un taux de réduction en épaisseur de 10, 30, 40 à 60% environ. Les textures avant et après laminage ont été mesurées.

La connaissance de la fraction surfacique maclée expérimentale est importante pour les modélisations (fig. IV-65). Elle nous permet de fixer les contraintes critiques de cisaillement pour le maclage par rapport au glissement grâce, à la comparaison des fractions surfaciques utilisées lors de la simulation, avec les données expérimentales.

La texture de l'alliage Ti-20V avant déformation à 60% n'est pas isotrope (fig. IV-66), elle est déjà marquée, car bien que recristallisée avant essai, le matériau garde une partie de son histoire mécanique. La figure de pôles (110) montre un alignement prononcé de la direction [110] suivant la direction transverse de la tôle.

L'évolution de texture a été déterminée pour les deux tailles de grain. Cette évolution est la même pour les deux, mais les textures sont beaucoup plus marquées pour l'alliage à petite taille de grain. En comparant la texture de l'alliage Ti-20V (fig. IV-67) à celle d'un acier laminé à froid (fig. IV-68) [82], on peut constater qu'elles présentent des similitudes et en particulier, les composantes principales correspondent à celles d'un matériau cubique centré laminé qui se déforme par glissement de type <111>.
Pourtant l'alliage Ti-20V se déforme au début de la déformation plastique par maclage et transformation de phase sous contrainte (ωs). On doit donc également trouver du glissement en quantité importante dans les alliages Ti-20V fortement déformés. La phase ωs induite sous contrainte dans l'alliage Ti-20V de taille de grain 40 microns a été mise en évidence dès un laminage de 10 %, sur les diffractogrammes θ- 2θ par



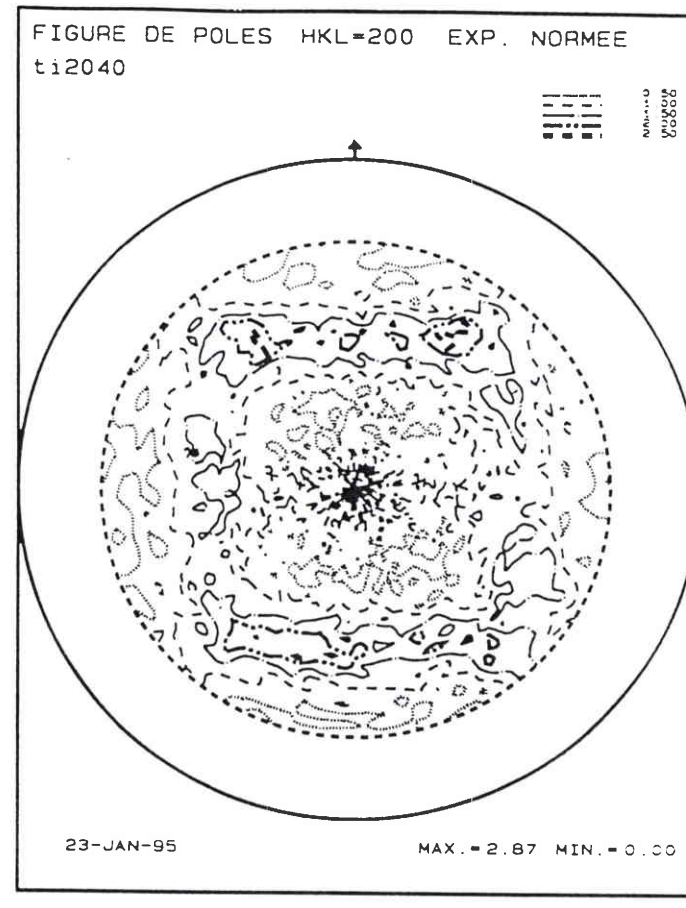
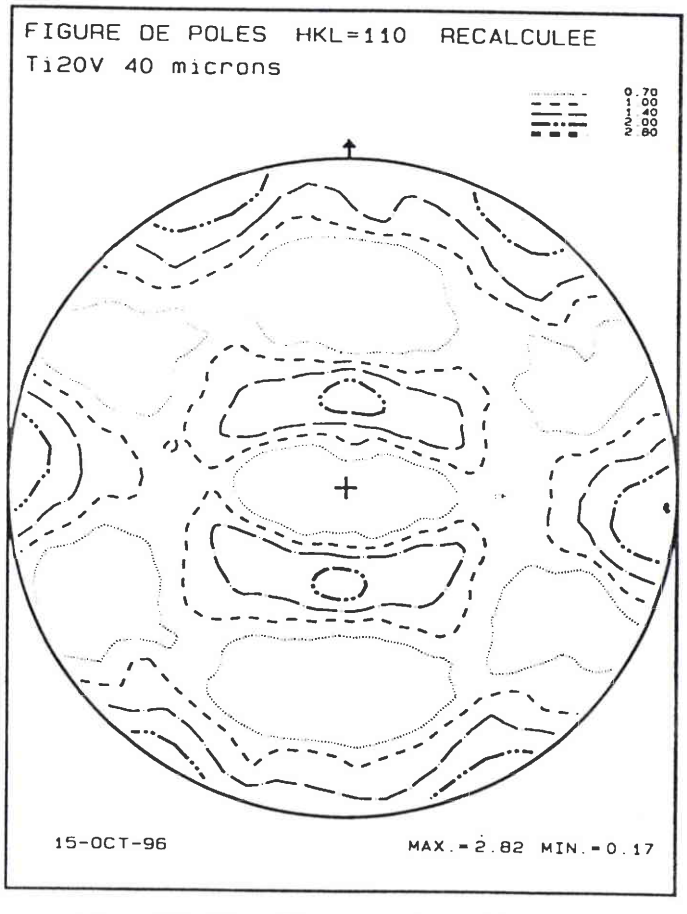


Fig. IV-66 : Figures de pôles (110) et (200) de l'alliage Ti-20V de taille de grain 40 microns recristallisé.



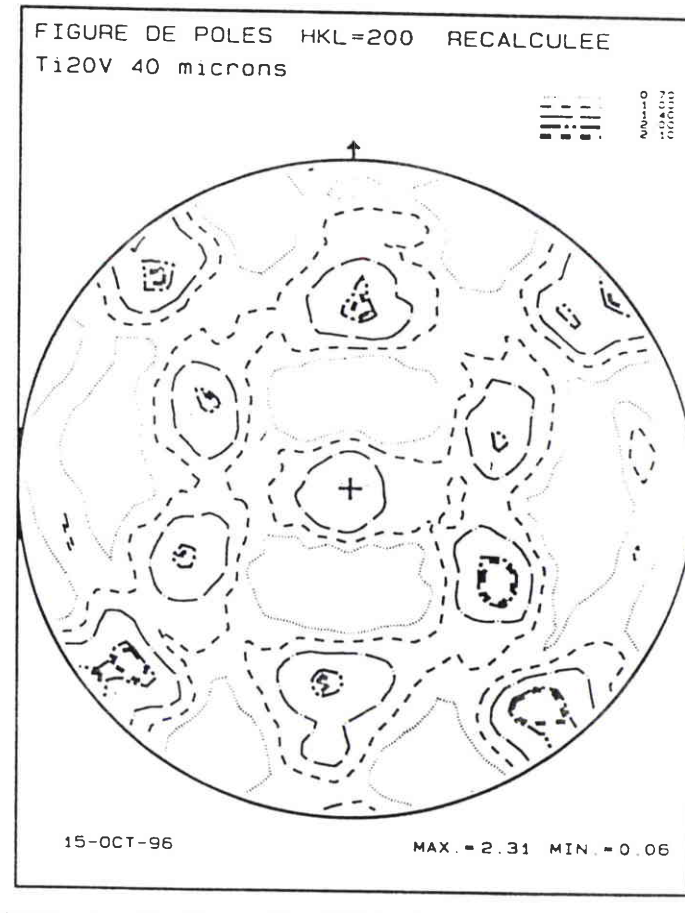


Fig. IV-67 : Figures de pôles (110) et (200) de l'alliage Ti-20V de taille de grain 40 microns laminé 60 %.

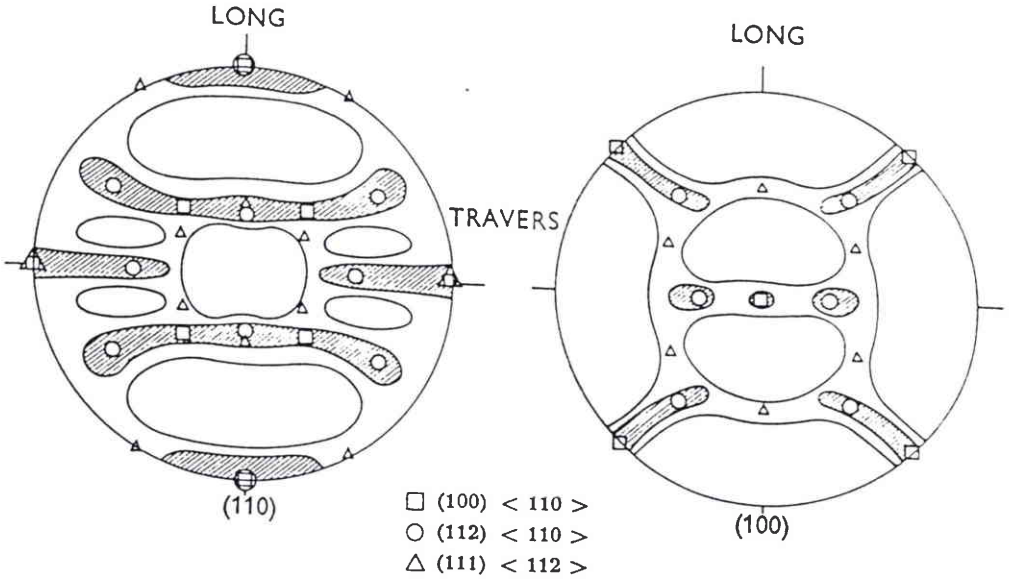


Fig. IV-68 : Figures de pôles (110) et (100) d'un fer laminé à froid à 98,5 % [82].

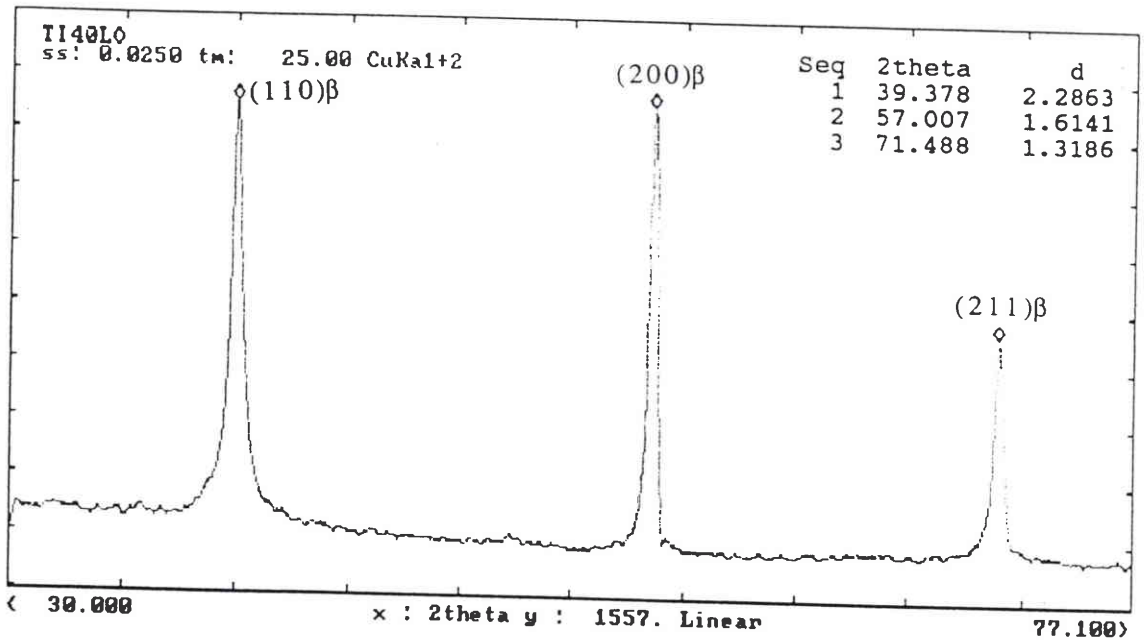


Fig. IV-69 : Diffractogramme θ- 2θ de l'alliage Ti-20V de taille de grain 40 microns avant déformation.

la présence des pics (00.1), (00.2) et probablement des pics (01.1)(11.0), (02.1), (01.2)(12.1)(03.0) confondus avec les pics (110), (200), (211) de la phase bêta (fig. IV-69 et V-70).

La texture de laminage du Ti-20V de taille de grain 40 microns est plus marquée que celle du Ti-20V de taille de grain 300 microns, du fait d'une présence encore plus importante du glissement. Ceci n'est pas anormal comme l'ont déjà signalé différents auteurs [83] puisque le maclage ne fait apparaître aucune composante de texture nouvelle particulière. Sur les figures de pôles (110) et (200) nous avons 2 orientations préférentielles de (φ_1 ϕ φ_2) : (30, 54, 45) et (0, 0, 45).

L'alliage Ti-20V-5Al, de taille de grain 65 microns, a comme mode principal de déformation le glissement de type linéaire ou dévié. L'évolution de texture est assez proche de celle de l'alliage Ti-20V, mais plus marquée encore (fig. IV-71). Or pour cet alliage les examens micrographiques ont clairement montré la prédominance du glissement cristallographique. Il semble donc assez probable que les systèmes de glissement activés dans l'alliage Ti-20V participent à la déformation plastique de l'alliage Ti-20V-5Al. Sur les figures de pôles (110) et (200) nous avons 2 orientations préférentielles de (φ_1 ϕ φ_2) qui sont : (0, 33, 45) et (0, 50, 45) (fig. IV-71).
Le diffractogramme θ-2θ (fig. IV-72) montrent que seule la phase β est présente dans cet alliage à un taux de réduction de 40%. Pourtant à 60% de déformation (fig. IV-73) nous avons un élargissement des trois pics (110) (220) et (200) de la phase bêta, on peut supposer la présence de la phase ω_s en faible proportion (< à 6%).

2.6- *Modélisation des textures de laminage*

A partir d'un modèle de plasticité et avec des hypothèses les plus proches de la réalité, nous allons essayer de reproduire les évolutions de textures lors d'un laminage à froid. La modélisation permettra d'améliorer nos connaissances sur les mécanismes de déformation mis en jeu dans ces deux alliages Ti-20V et Ti-20V-5Al.

Le modèle utilisé dans cette étude est le modéle de Taylor, il désigne en fait le modèle de Taylor-Bishop-Hill, car Taylor [84] et Bishop et Hill [85, 86] en utilisant des approches différentes aboutissent à des conclusions similaires.

Les hypothèses de ce modèle sont les suivantes :

- la déformation est homogène, c'est à dire que la déformation au niveau d'un grain (ou microscopique) est identique à celle de l'échantillon polycristallin (ou macroscopique).
- la déformation plastique se fait par glissement cristallographique.

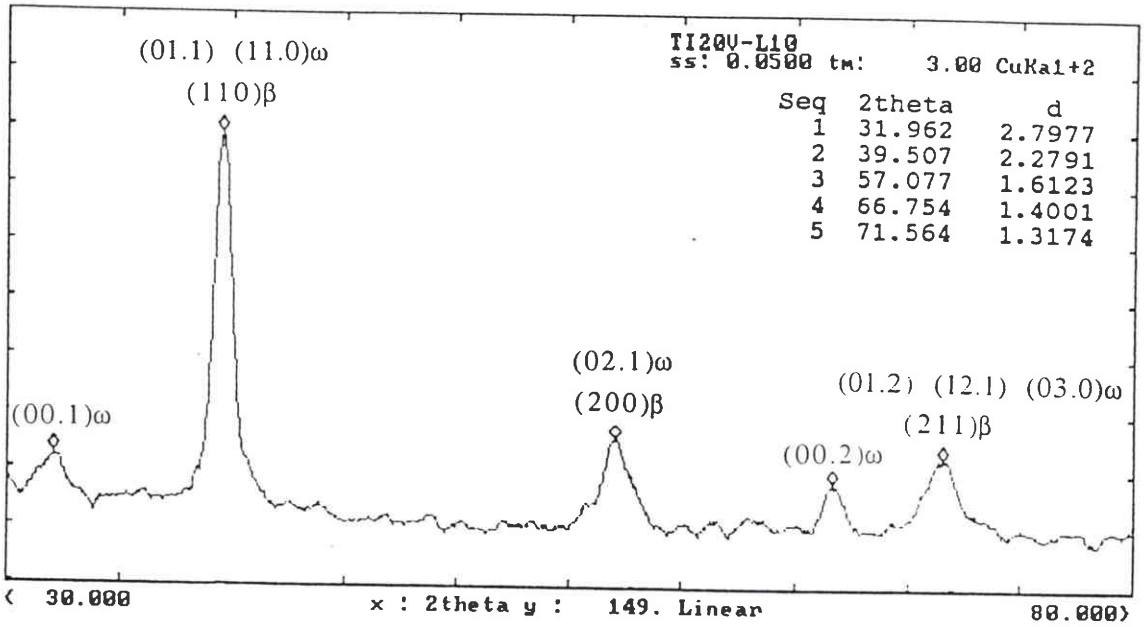
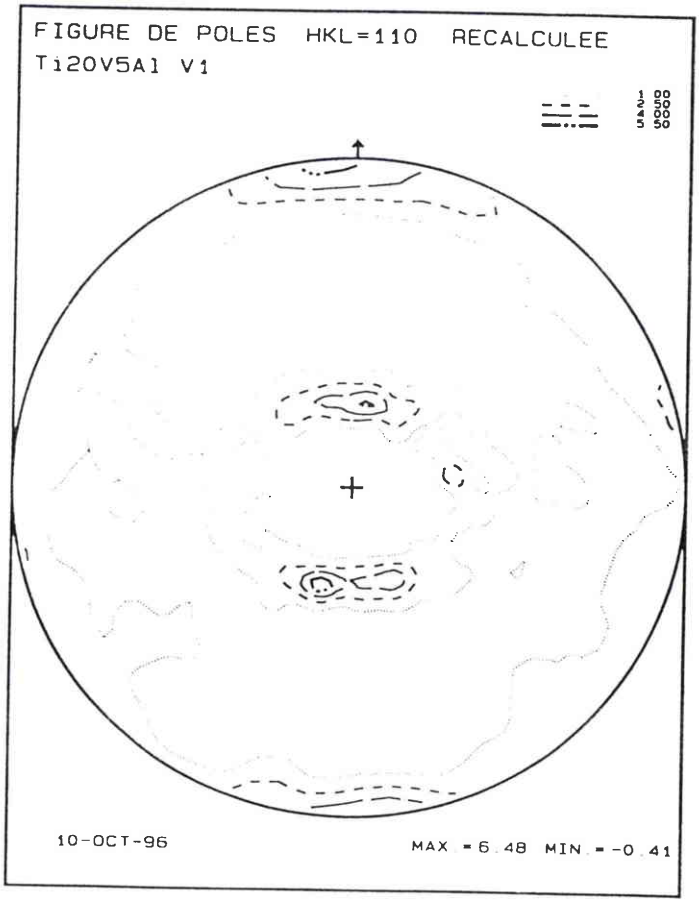


Fig. IV-70 : Diffractogramme θ- 2θ de l'alliage Ti-20V de taille de grain 40 microns laminé 10 %.



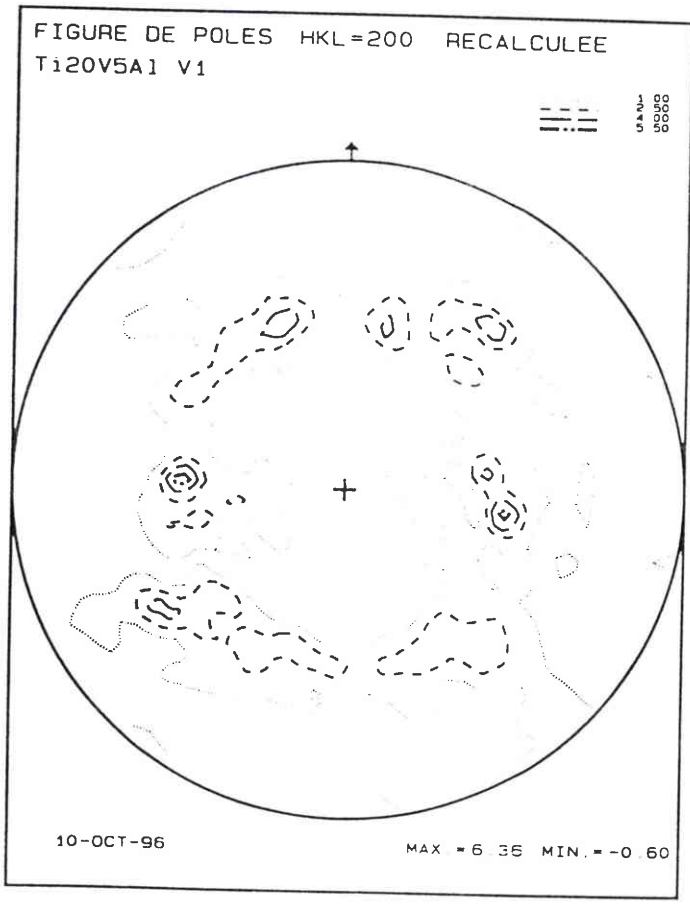


Fig. IV-71 : Figures de pôles (110) et (200) de l'alliage Ti-20V-5Al V1 de taille de grain 65 microns laminé 60 %.

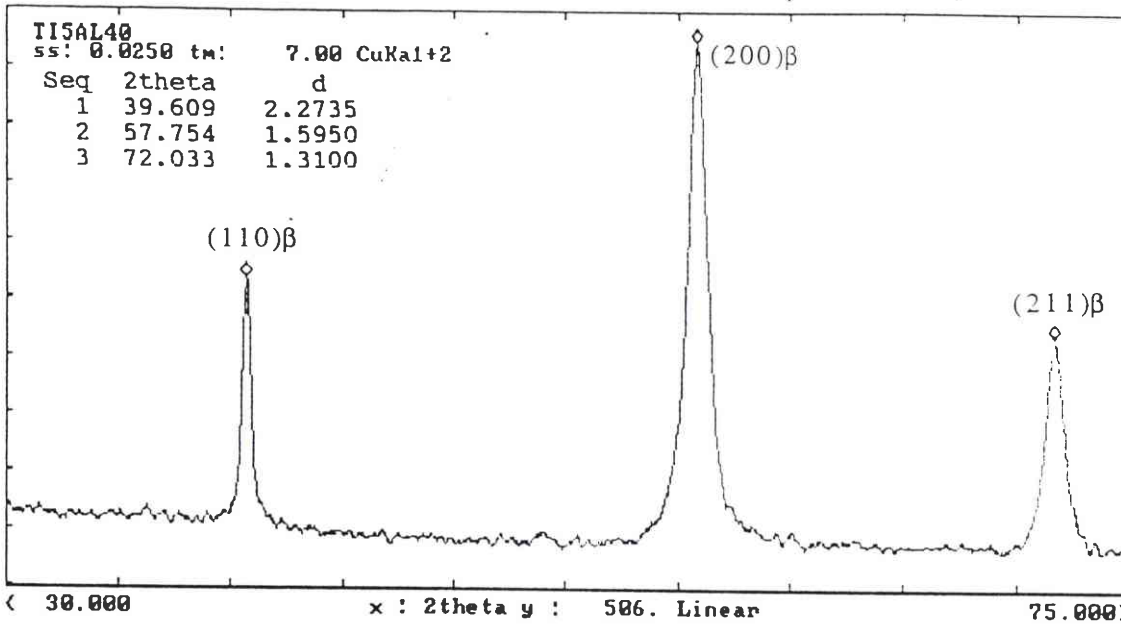


Fig. IV-72 : Diffractogramme θ- 2θ de l'alliage Ti-20V-5Al V1 de taille de grain 65 microns laminé 40 %.

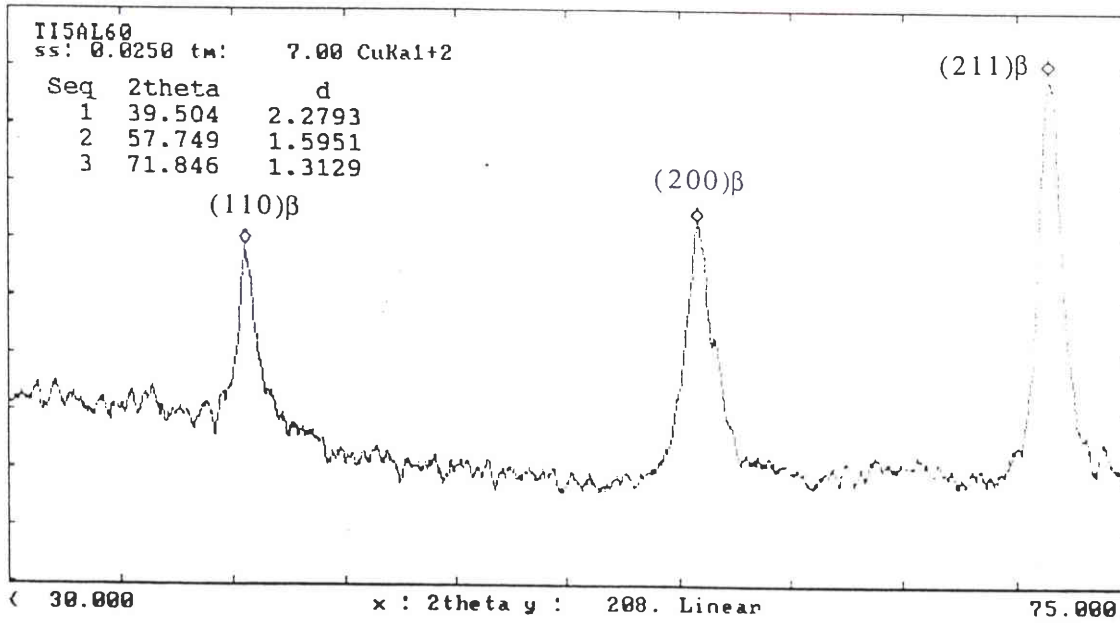


Fig. IV-73 : Diffractogramme θ- 2θ de l'alliage Ti-20V-5Al V1 de taille de grain 65 microns laminé 60 %.

- le glissement sur un plan cristallographique suit la loi de Schmid ou loi de la cission résolue critique, valeur à partir de laquelle un système de glissement peut être activé.
- la sélection des systèmes de déformation actifs dans un grain est assurée par un critère de minimisation du travail interne.
- il est possible de prendre en compte la déformation par maclage.

La théorie de Taylor-Bishop-Hill a été largement décrite dans la littérature [87, 88, 89, 90]. Elle a été l'objet de plusieurs développements, par la prise en compte de la forme des grains, du maclage et d'autres paramètres, dont nous rappellerons ici les grandes lignes.

2.6.1- Description du modèle

Dans le cas d'une déformation totalement imposée (DTI), cinq systèmes de glissements indépendants sont nécessaires pour accomoder une déformation quelconque tout en assurant la compatibilité. Les combinaisons imposées étant très nombreuses, celle qui est réalisée est la la combinaison qui minimise l'énergie interne de déformation. L'hypothèse de l'uniformité des déformations ou DTI n'est valable que dans le cas ou les interactions entre les grains sont fortes. Lorsque le taux de déformation plastique devient important les grains sont de formes asymétriques et allongées et les interactions peuvent devenir négligeables sur une ou deux composantes. On introduit alors la théorie de la déformation partiellement imposée (DPI) ou Taylor relaxé. Ceci a pour conséquence dans le cas du laminage, de reduire le nombre de systèmes de déformation indépendants nécessaires pour accommoder une déformation donnée en laissant une (modèle de Lath) ou deux composantes (modèle de Pancake) de cisaillement librement ajustables.
Ce modèle permet de prendre en compte le maclage à partir d'hypothèses simplificatrices. Le maclage est traité comme un speudo-glissement (s = 0,353).

Lors de la modélisation, la déformation sera considérée comme une succession de petites déformations (P). Une déformation macroscopique finie est réalisée au cours d'une simulation en fixant comme données les éléments suivants : un tenseur gradiant de déformation dE dans le repère de l'échantillon et le nombre P de pas de déformation. La déformation par laminage peut être considérée comme une déformation plane. Le tenseur de déformation est le suivant :

$$dE = \begin{pmatrix} 0{,}05 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -0{,}05 \end{pmatrix}$$

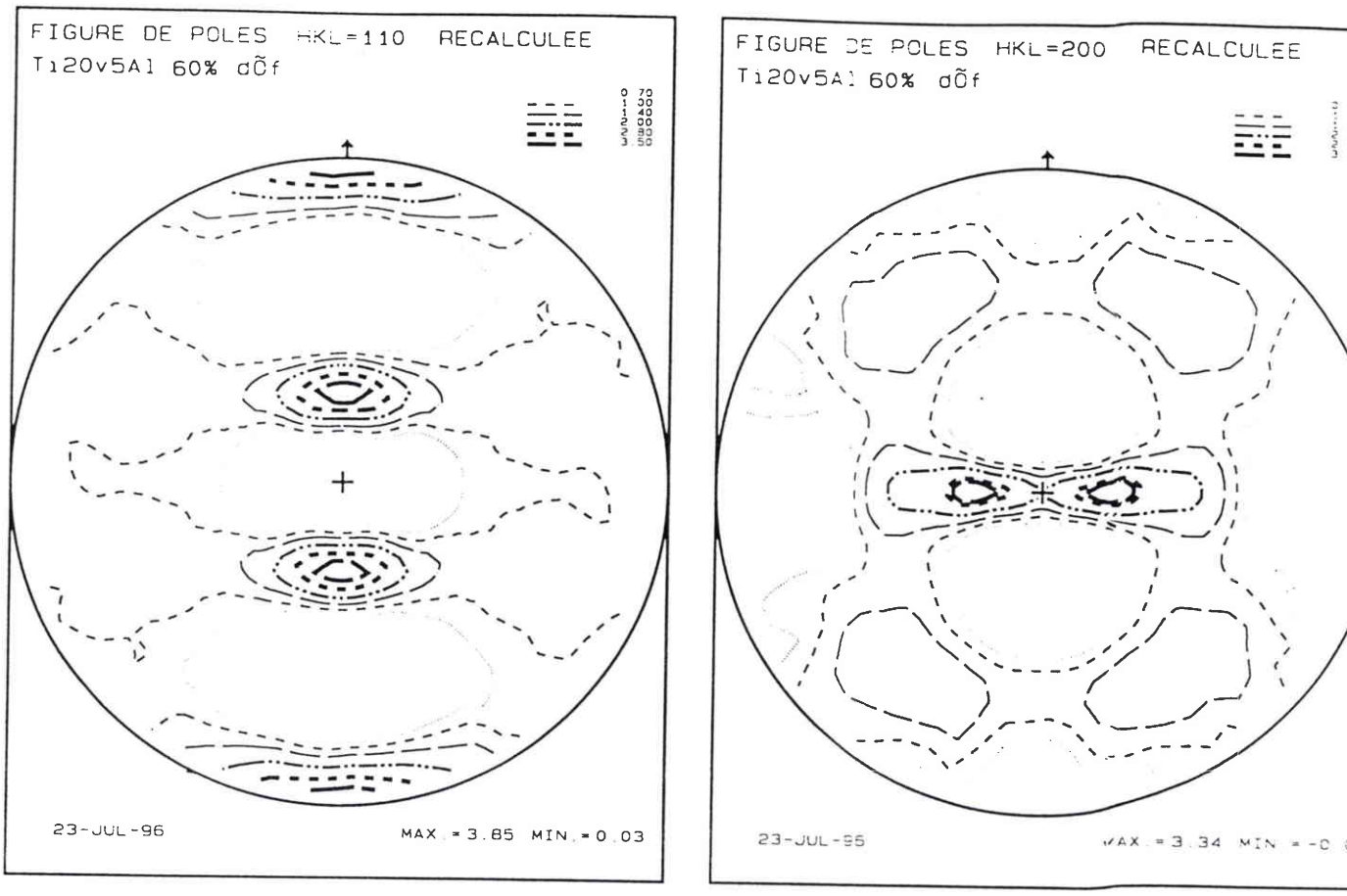


Fig. IV-74 : Texture simulée pour l'alliage Ti-20V-5Al avec le glissement {112} <111>.

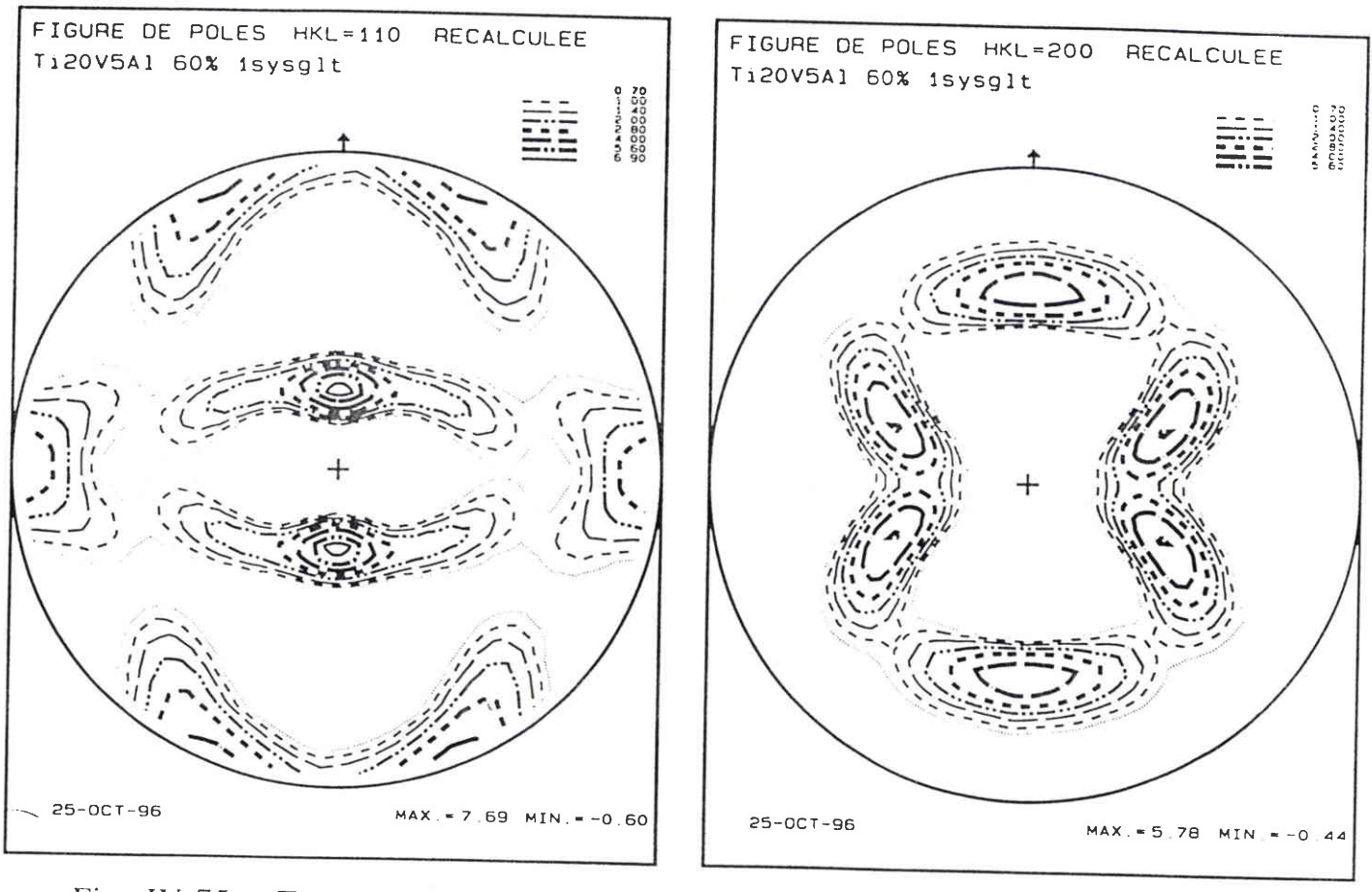


Fig. IV-75 : Texture simulée pour l'alliage Ti-20V-5Al avec le glissement {110} <111>.

La déformation équivalente $d\bar{\varepsilon}$ est définie par :

$$d\bar{\varepsilon} = \sqrt{\frac{2}{3} d\varepsilon_{ij} d\varepsilon_{ij}}$$

Un pas de déformation correspond à :

$$d\bar{\varepsilon} = 0{,}058$$

Le taux de réduction en épaisseur se calcule par la formule suivante :

$$\frac{\Delta h}{h_0} = \frac{h - h_0}{h_0} = 1 - (1 - d\bar{\varepsilon})^P$$

Le choix du taux de déformation nous fixe le nombre de pas à effectuer pour la déformation en question [91].

Le modèle de Taylor permet une bonne prévision, au moins qualitative, des textures de déformation des polycristaux.

2.6.2- Résultats des simulations

Les modélisations se feront à partir des textures initiales expérimentales. L'évolution de la texture a été modélisée en utilisant l'hypothèse de déformation totalement imposée (DTI). Cette hypothèse est justifiée car on suppose que la forme des grains est équiaxe, donc dans ce cas l'interaction entre les grains est forte.
La texture de départ des alliages Ti-20V et Ti-20V-5Al a été discrétisée en 941 orientations pour Ti-20V et 992 pour Ti-20V-5Al.

Pour l'alliage Ti-20V-5Al où le maclage {332} <113> est inexistant, seul le glissement est pris en compte pour la modélisation. Compte tenu de nos résultats concernant la détermination des systemes de glissements (direction de glissement unique <111>, plans de type {112} et plans {110}), nous avons testé différentes simulations :

- à partir uniquement du glissement {112},
- à partir uniquement du glissement {110},
- puis, (en fonction des résultats en microscopie et des simulations "modèles" précédentes) à partir d'une combinaison des deux systèmes.

Les résultats de ces simulations montrent que pour les simulations "modèles", on retrouve les composantes principales des textures expérimentales, en utilisant du glissement {112} pour l'alliage Ti-20V-5Al (fig. IV-74). Cependant, d'autres composantes mineures de la texture expérimentales apparaissent en utilisant du glissement {110} (fig. IV-75). Nous avons alors utilisé différentes combinaisons pour les rapports

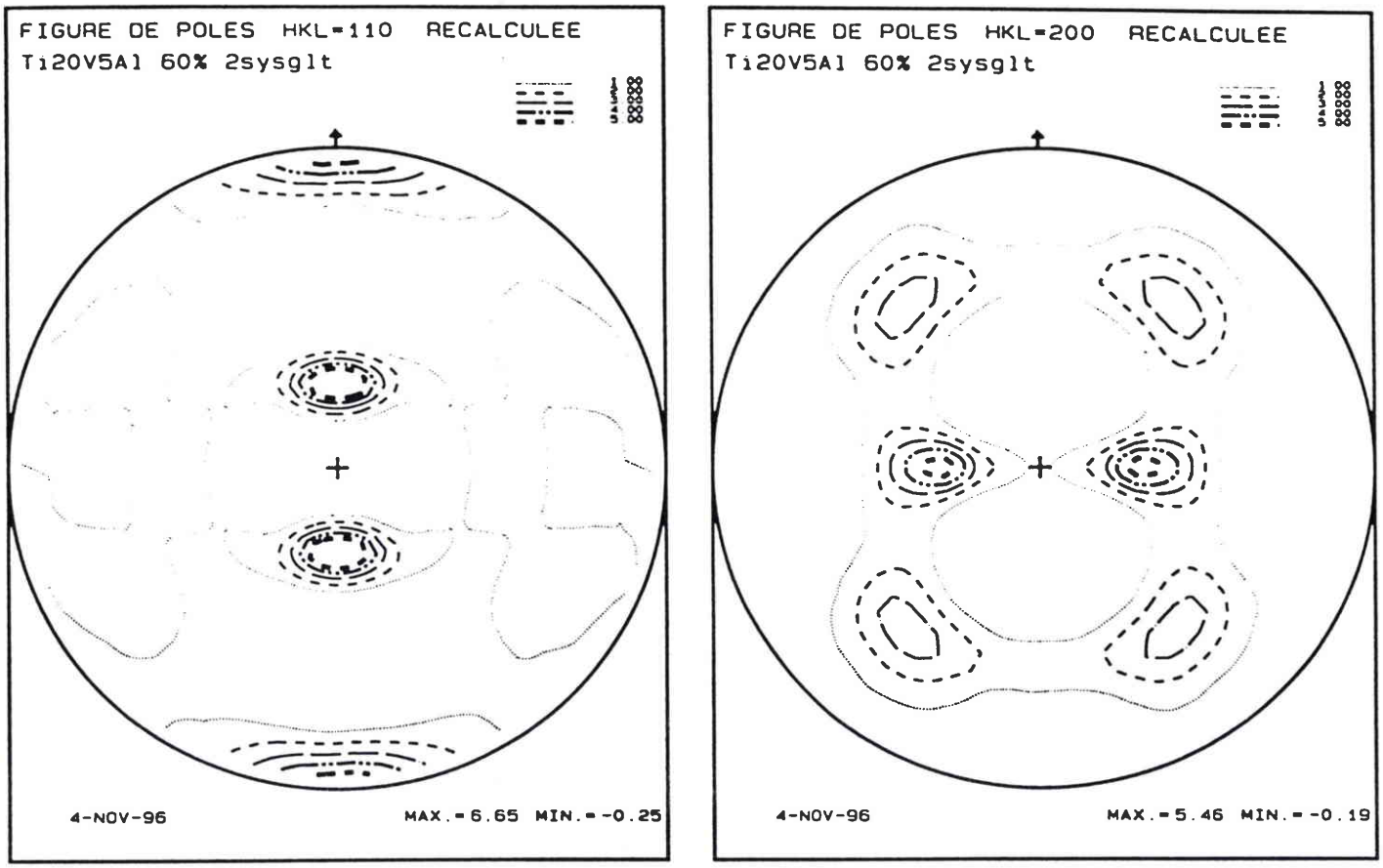


Fig. IV-76 : Texture simulée pour l'alliage Ti-20V-5Al avec 55% de glissement {112} <111> et 45 % de glissement {110} <111>..

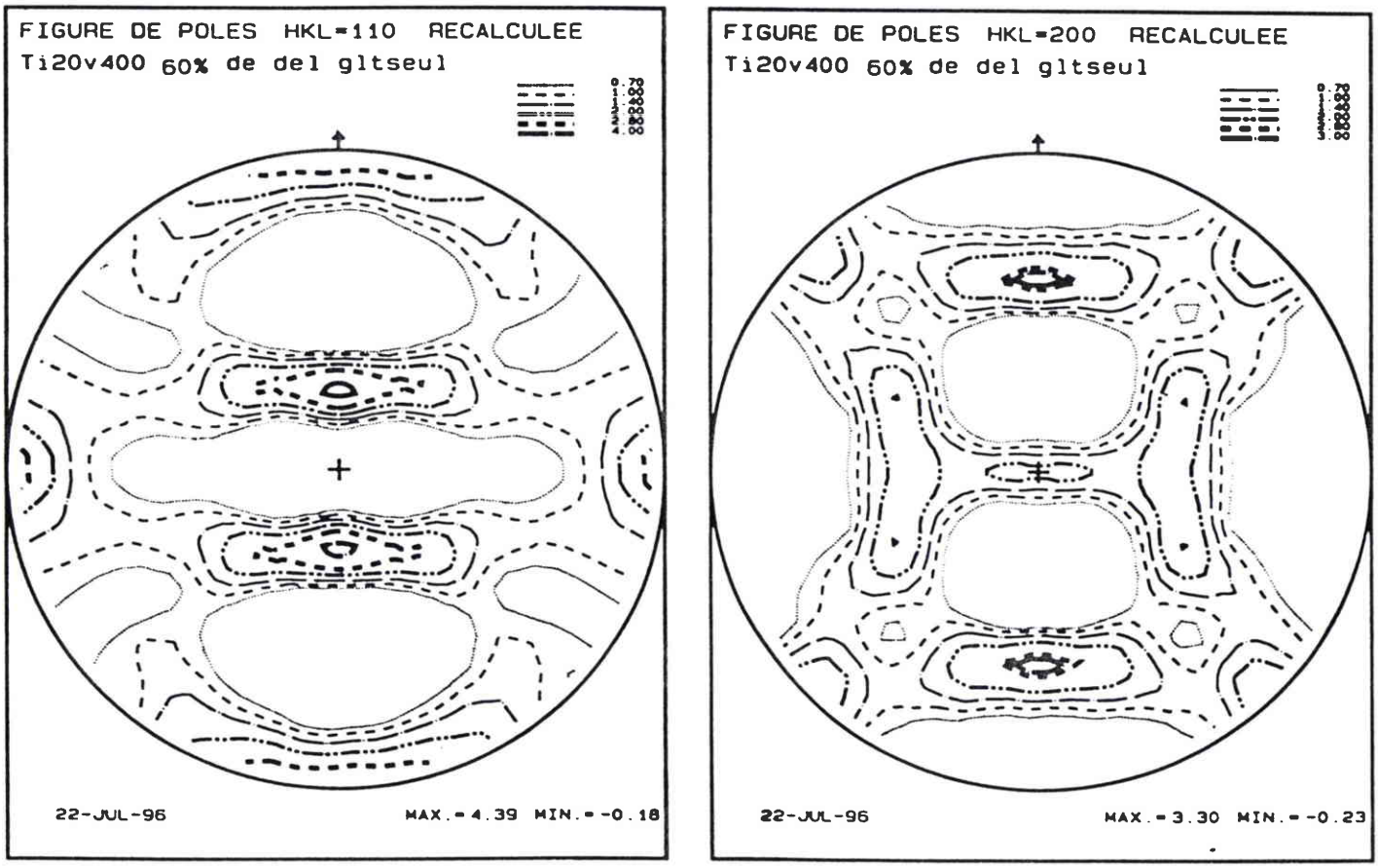


Fig. IV-77 : Texture simulée pour l'alliage Ti-20V avec le glissement {112} <111> et le maclage {332} <113>.

entre les cissions critiques de ces systèmes de façon à garder une activité majoritaire du glissement {112}. Nous obtenons une simulation assez correcte avec une activité de 55% de glissement {112} et de 45% pour le glissement {110}, avec des valeurs de cission critiques relatives correspondant à 1 pour {112} et 1,15 pour {110} (fig. IV-76). Ces résultats sont proches des statistiques expérimentales notées.

Dans le cas de l'alliage Ti-20V qui se déforme par maclage, nous avons également testé différentes simulations :

- uniquement avec du maclage {332} <113>,
- maclage {332} <113> plus introduction du glissement {112} <111>,
- maclage {332} <113> plus introduction du glissement {110} <111>.

Une simulation uniquement avec du maclage ne donne pas de bon résultats. Il faut obligatoirement introduire du glissement pour que la texture simulée soit proche de la texture expérimentale. Les simulations introduisant du maclage et du glissement sont représentés par les figures IV-77 pour le glissement {112} <111> et IV-78 pour le glissement {110} <111>. On peut remarquer que la texture modélisée avec du glissement {110} <111> ressemble à la texture expérimentale.

Une autre simulation avec le mélange des deux systèmes de glissements a été faite. Une activité de 50% de glissement {112} et de 50% pour le glissement {110} pour la simulation (fig. IV-79) ne donne pas de bon résultats. Nous avons donc cherché à minimiser l'influence du glissement {112} <111>. Il a été introduit au modèle une activité de 60% pour le glissement {110} et de 40% pour le glissement {112} (fig. IV-80) avec des valeurs de cissions critiques relatives corespondant à 1,15 pour {112} et 1 pour {110}. Cette simulation montre qu'il est nécessaire d'avoir majoritairement du glissement sur les plans {110} pour obtenir une correspondance avec la texture expérimentale (fig. IV-67). Les résultats confirment que le maclage ne crée pas de nouvelles composantes. Quand il est pris en compte il entraine une modification importante de la texture. Lors des modèlisations le maclage a été minimisé pour correspondre aux textures expérimentales. Il va de soi que nous n'avons pas lors de cette modélisation pris en considération la transformation de phase $\beta \rightarrow \omega$ qui se traduit simplement par une disparition de la quantitée transformée.

On peut en déduire que l'alliage Ti-20V se déforme également par glissement et majoritairement de type {110} <111> en plus du maclage et de la transformation de phase.

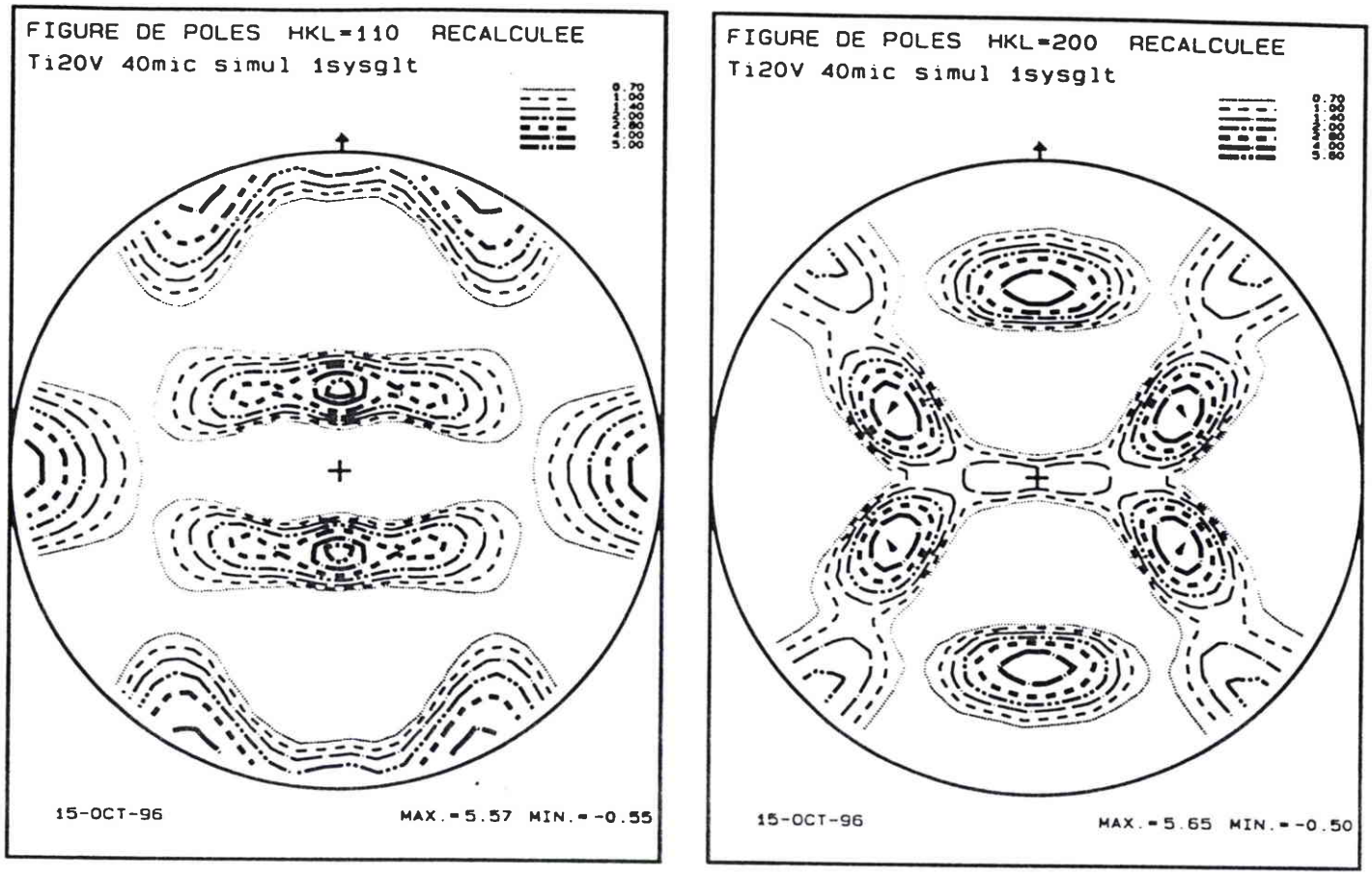


Fig. IV-78 : Texture simulée pour l'alliage Ti-20V avec le glissement {110} <111>et le maclage {332} <113>.

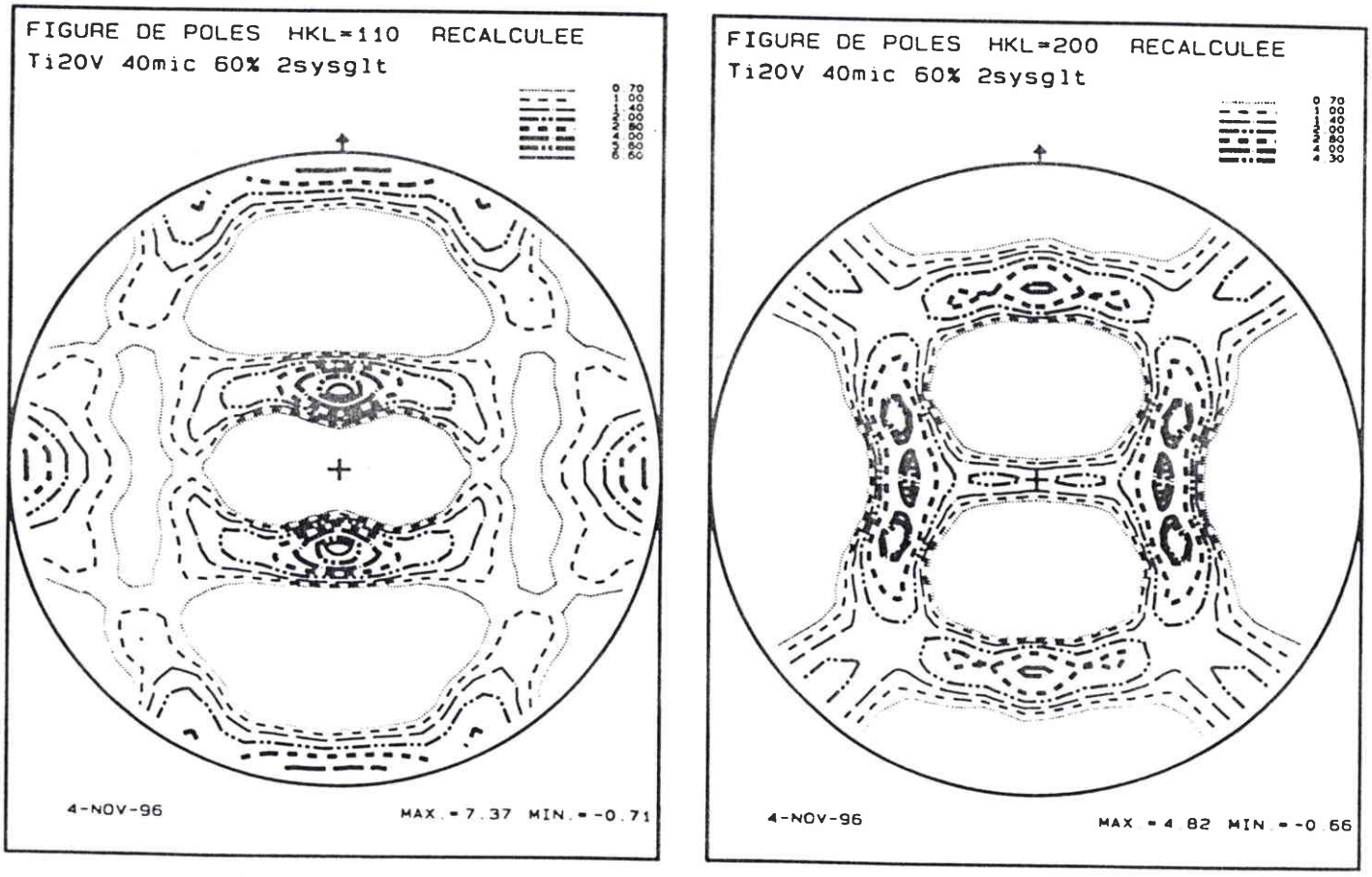
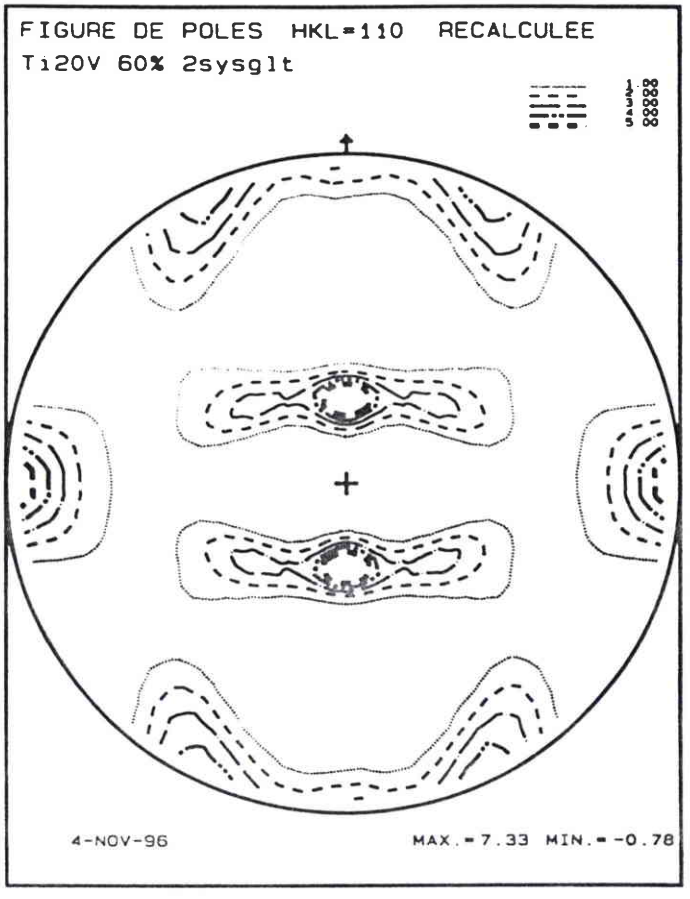


Fig. IV-79 : Texture simulée pour l'alliage Ti-20V avec 50% de glissement {112} <111> et 50 % de glissement {110} <111> et le maclage {332} <113>.



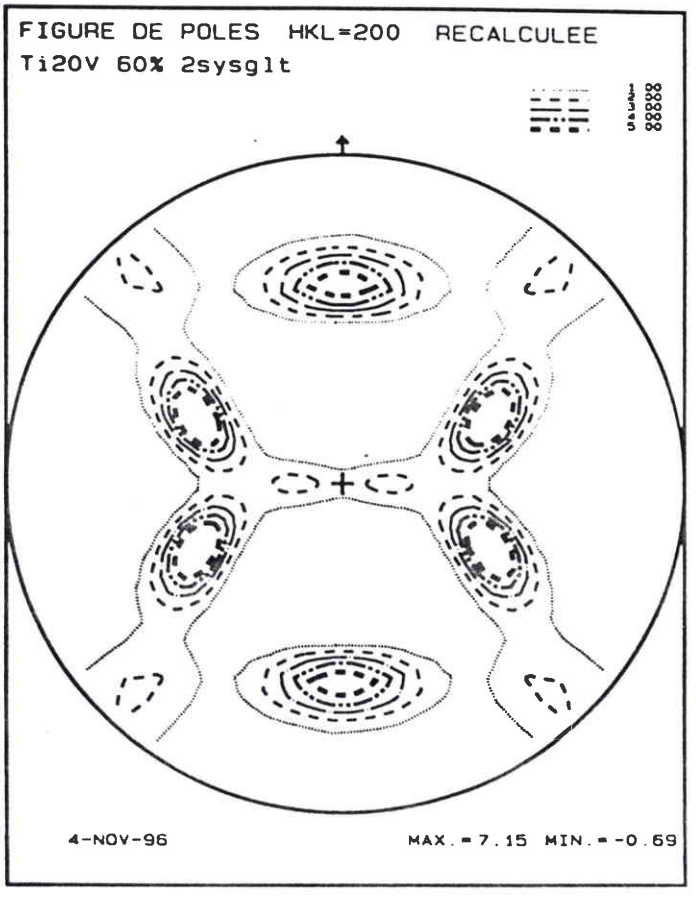
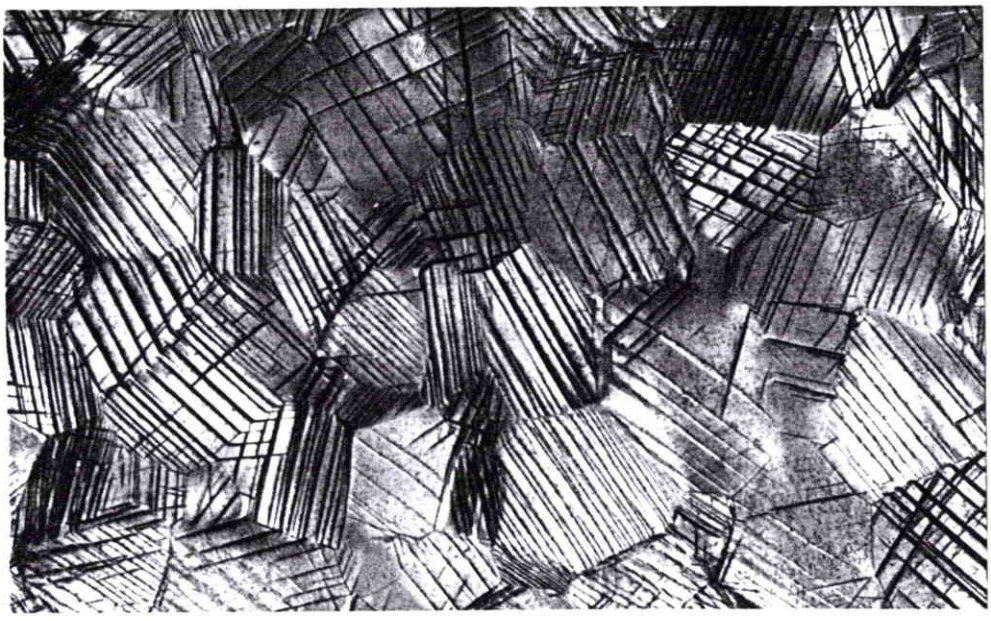


Fig. IV-80 : Texture simulée pour l'alliage Ti-20V avec 40% de glissement {112} <111> et 60 % de glissement {110} <111> et le maclage {332} <113>.



Ti-20V 200 µm

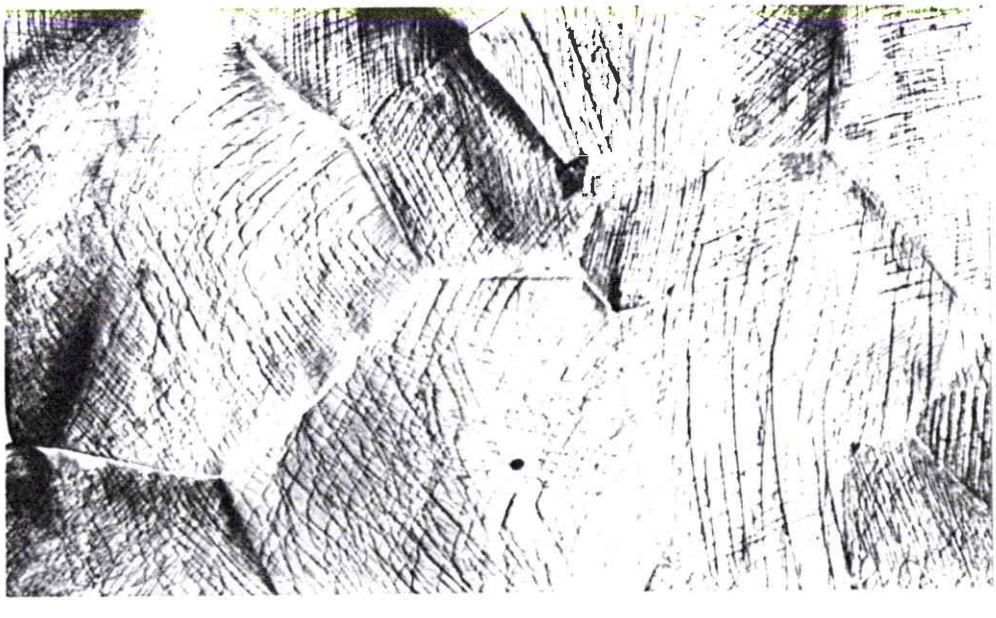
Laminage 5 %
---> DL

x 50

Ti-20V-5Al, V2
250 µm

Laminage 5 %
---> DL

x 100



Ti-20V-5Al, V2
250 µm

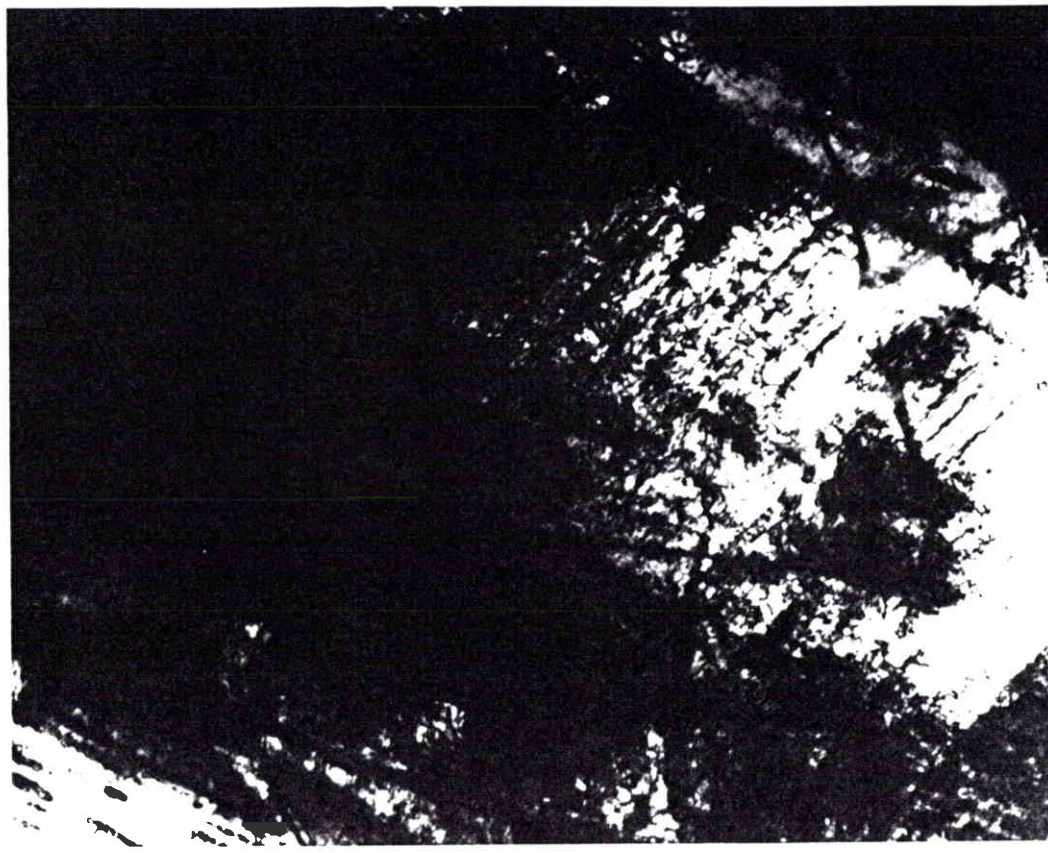
Laminage 5 %
---> DL

x 200

Planche n°16

Détermination des dislocations de type vis <111> {112} dans l'alliage Ti-20V-5Al de taille de grain 65 microns déformé par traction à 6%.

Exemple du contraste de dislocation vis <111>.



x 14000

Digramme de Kikuchi correspondant à ce grain
longeur de diffraction : 270 mm.

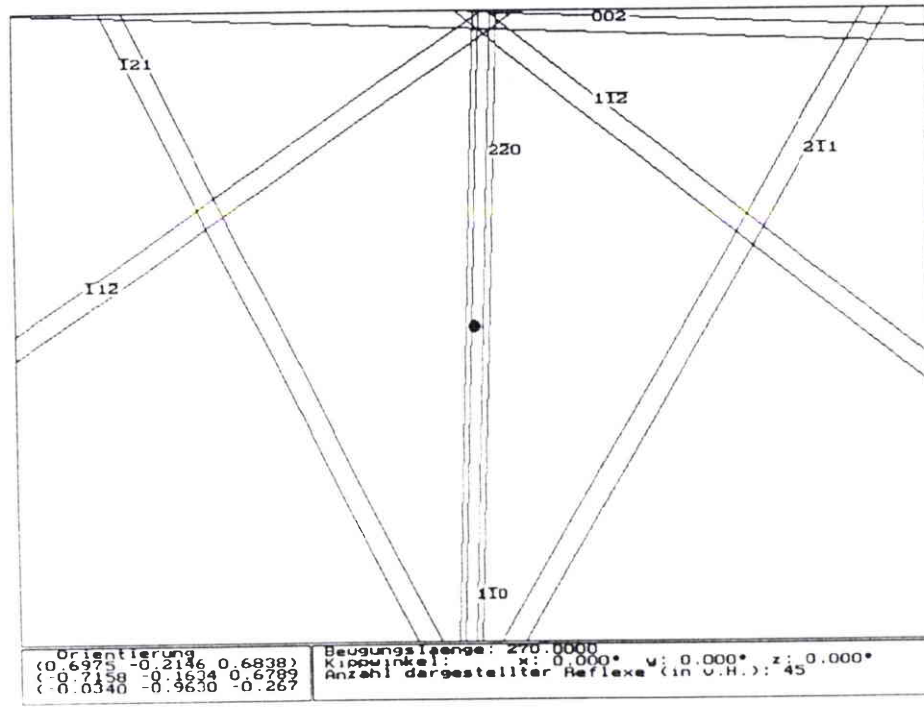
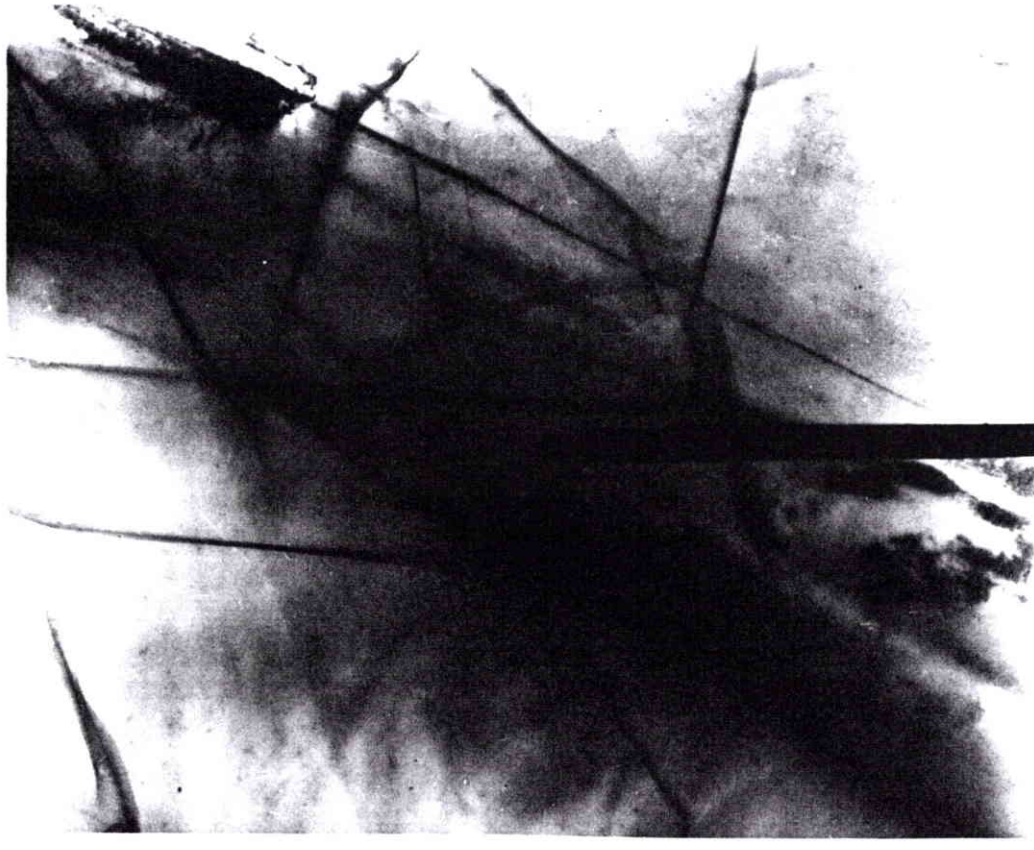


Planche n°17

Détermination des dislocations de type vis <111> {11-2} dans l'alliage Ti-20V-5Al de taille de grain 65 microns déformé par traction à 6%.

Exemple de la disparition du contraste de dislocations vis <111>.



x 14000

Digramme de Kikuchi correspondant à ce grain
longeur de diffraction : 270 mm.

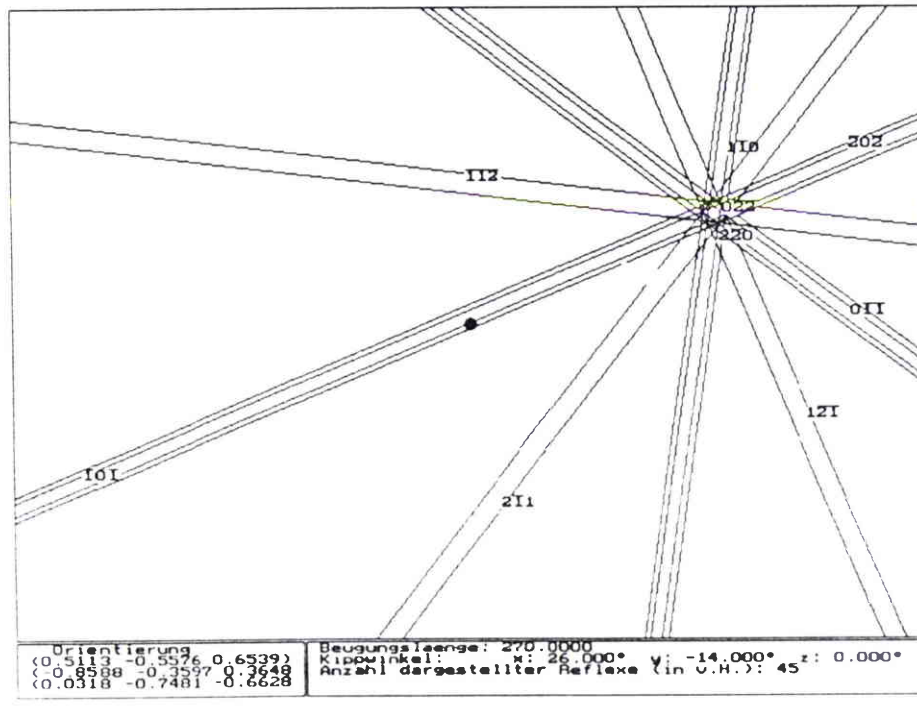
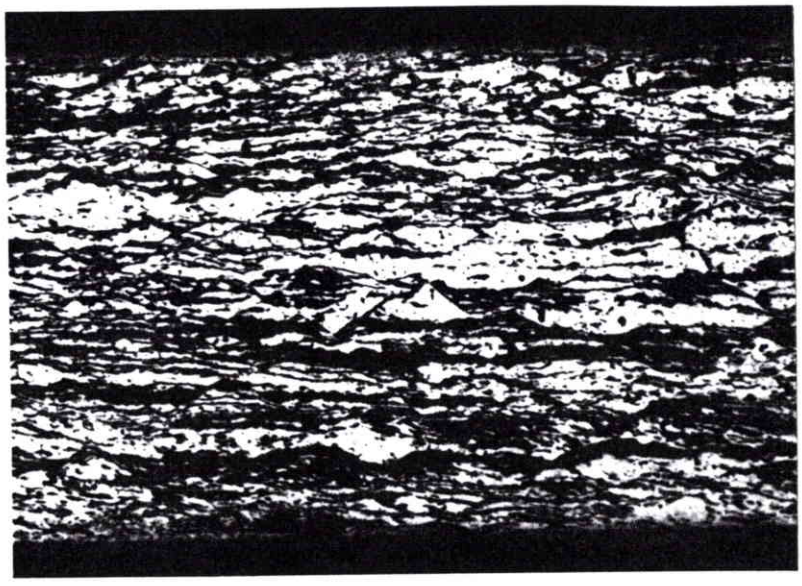
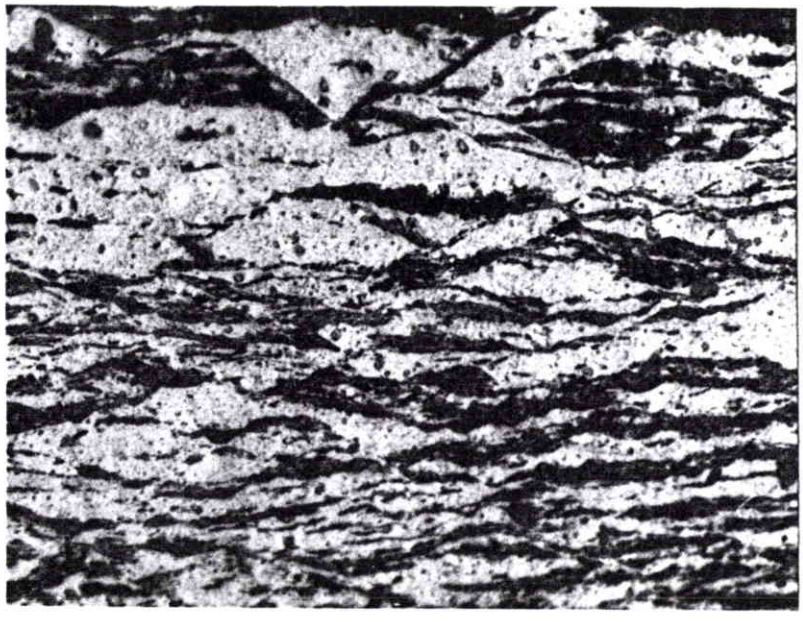


Planche n°18

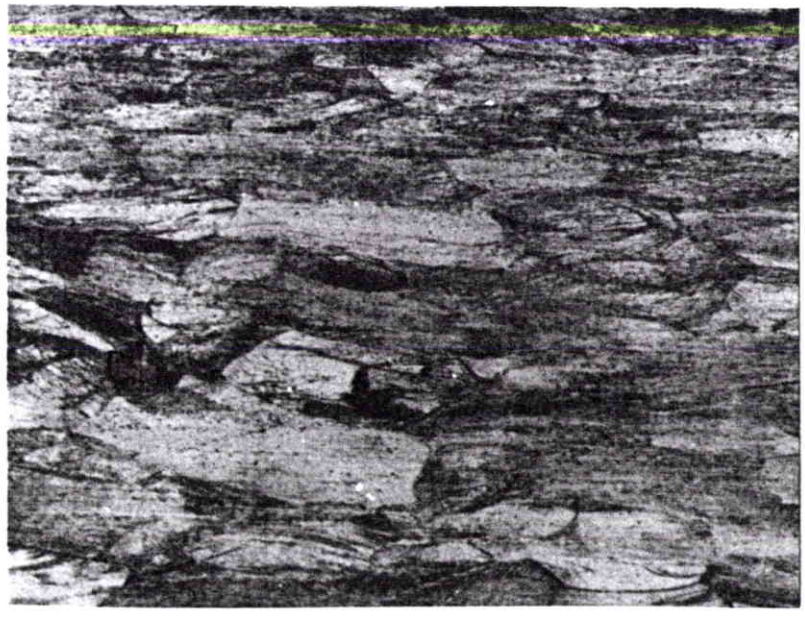


Présence de la phase α'' dans l'alliage Ti-20V laminés à 80 %, à basse tempèrature (-160 °C°)

x 200



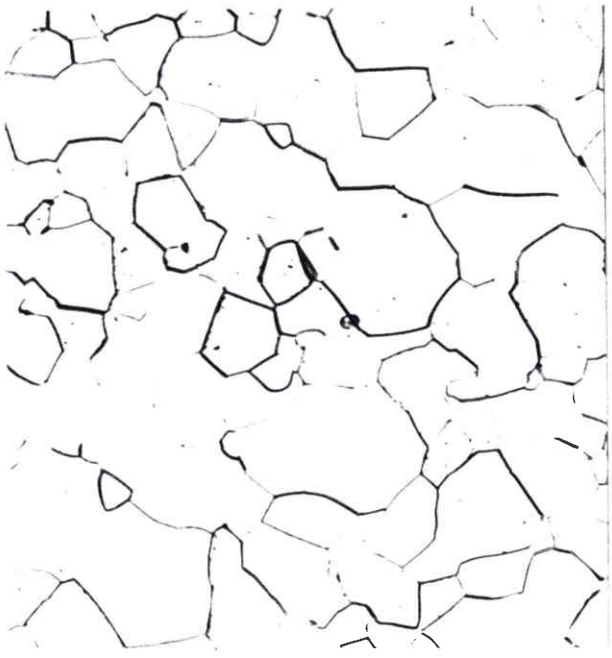
x 500



Présence de la phase α'' dans l'alliage Ti-20V-5Al laminés à 70 %, à basse tempèrature (-160 °C°)

x 200

Planche n°19



Ti-20V 40 µm
Déformé en traction à 50 mm/min jusqu'à rupture.

Zone 1

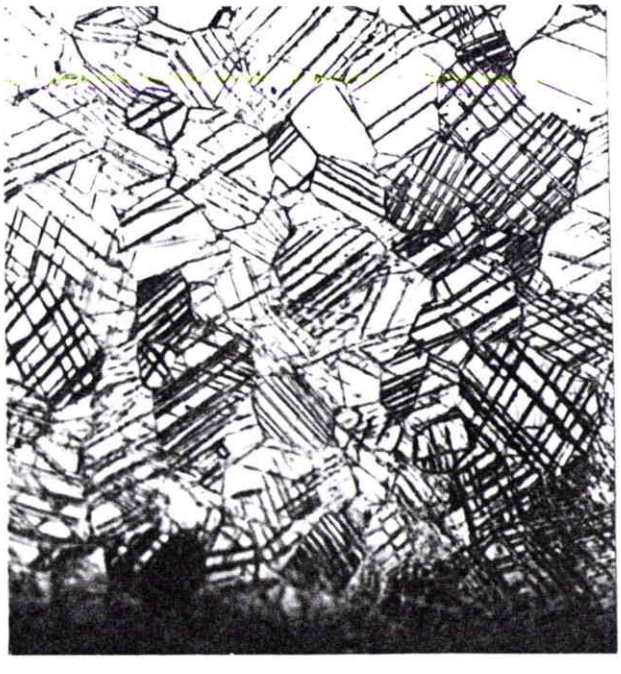
Déformation par glissement

x 200

Zone 2

Déformation par maclage

x 200



Zone 3

Déformation par maclage

x 200

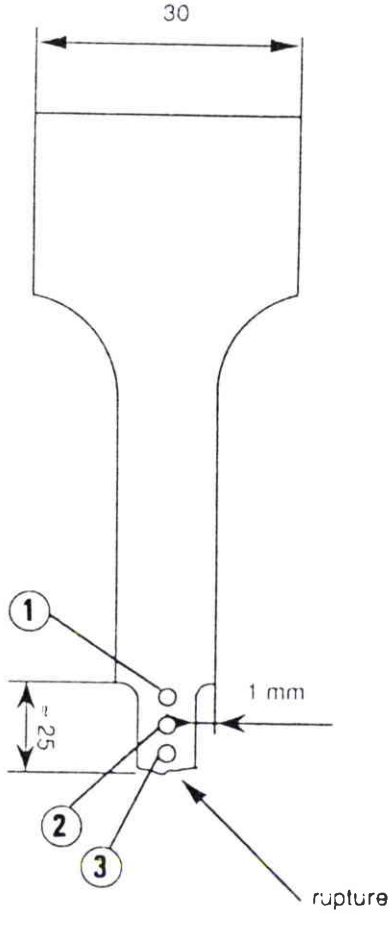
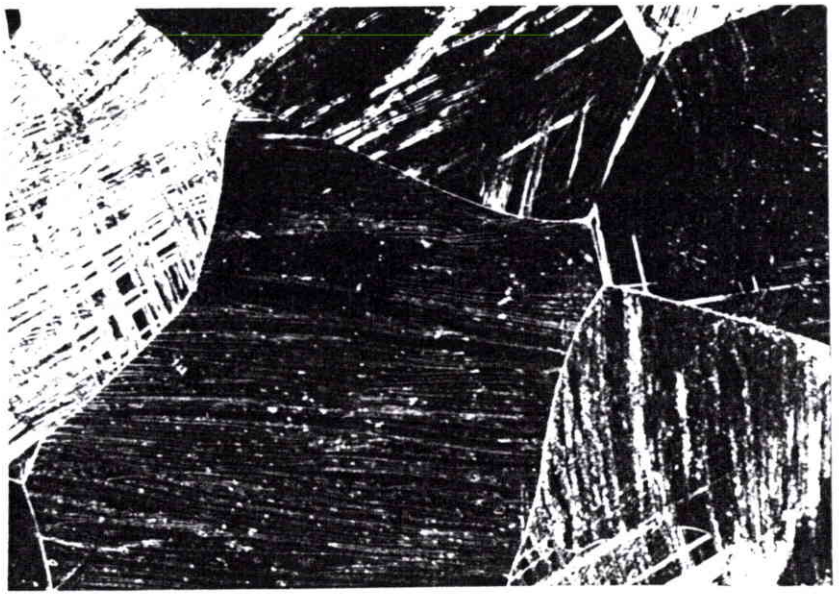
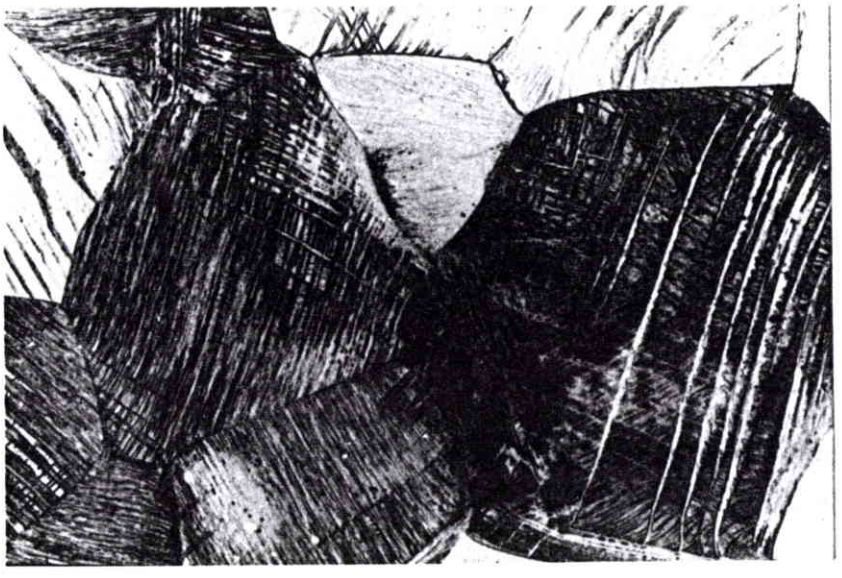


Planche n°20



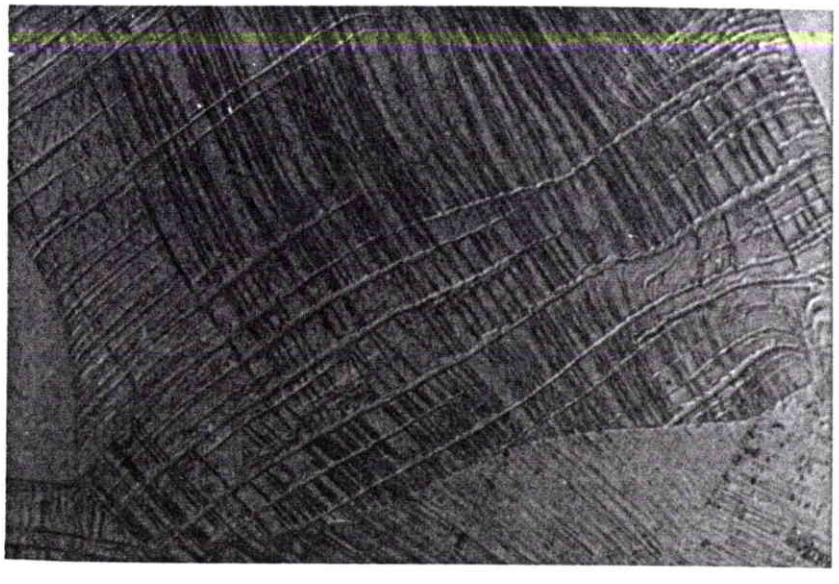
Compression dynamique de l'alliage Ti-20V-5Al, V2 de 23 %

Déformation par glissement
x 100



Apparition de macles

x 100



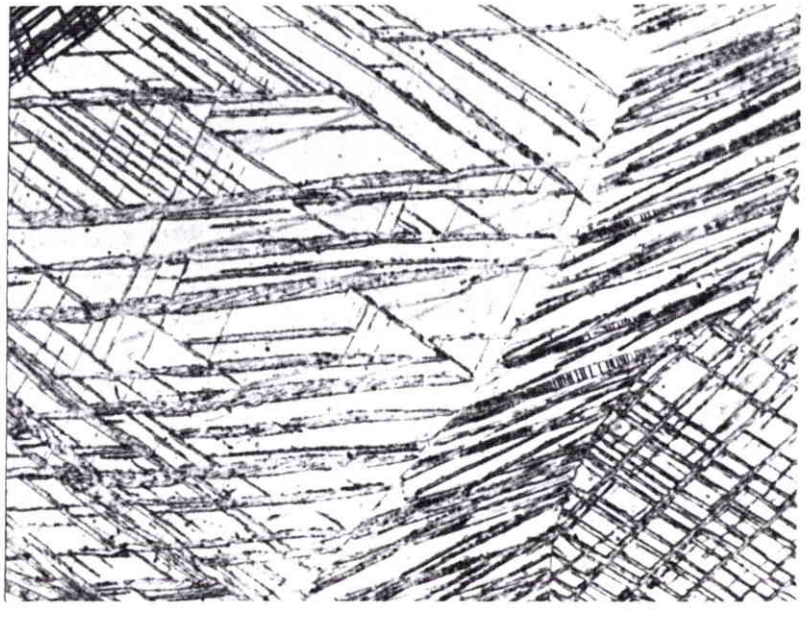
Macles plus glissement

x 200

Planche n°21

Essais de traction
de l'alliage Ti-20V

Ti-20V 40 µm
Déformation à 8%
Vitesse de déplacement
5 mm/min
x 200
Déformation par maclage



Ti-20V 300 µm

Déformation à 10%
Vitesse de déplacement
5 mm/min
x 200

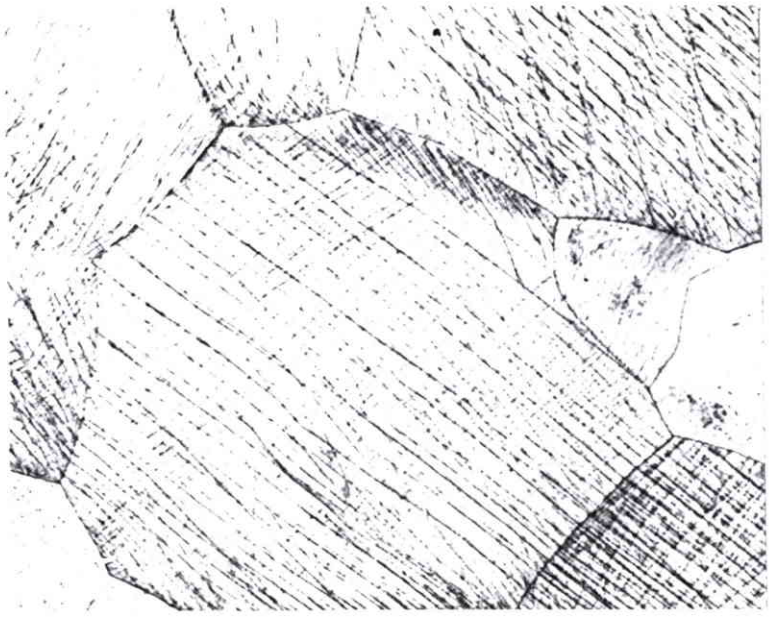
Déformation par maclage

Ti-20V 300 µm

Déformation à 10%
Vitesse de déplacement
50 mm/min
x 200

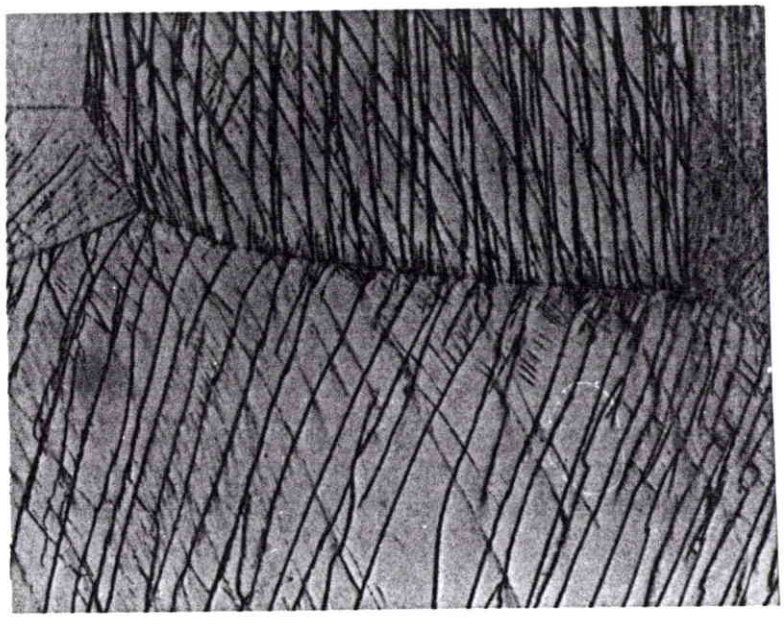
Déformation par maclage

Planche n°22



Essais de traction
de l'alliage Ti-20V-5Al

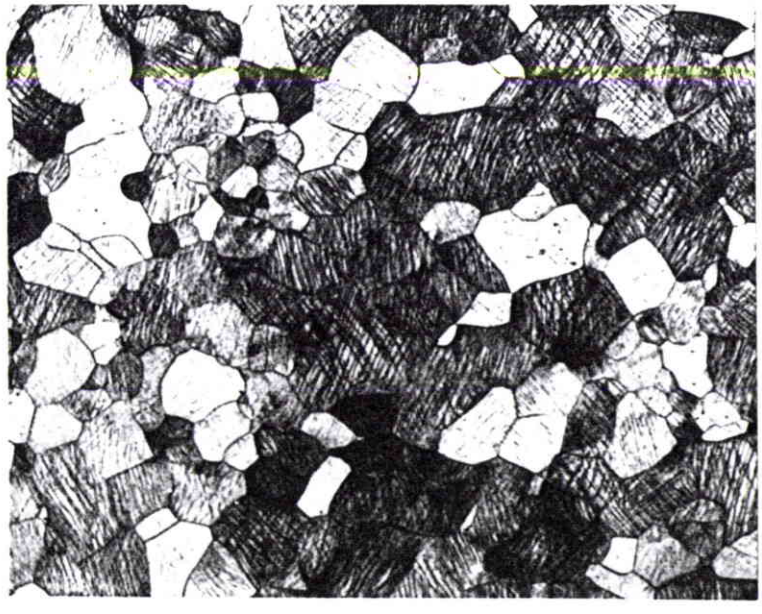
Ti-20V-5Al 250 µm
Déformation à rupture
Vitesse de déplacement
50 mm/min
x 100
Déformation par
glissement linéaire



Ti-20V-5Al 250 µm

Déformation à 8%
Vitesse de déplacement
5 mm/min
x 200

Déformation par
glissement dévié



Ti-20V-5Al 65 µm

Déformation à 6%
Vitesse de déplacement
50 mm/min
x 50

Planche n°23

DISCUSSION

V- DISCUSSION

Nous avons essentiellement étudié le comportement de deux alliages de titane bêta Ti-20V et Ti-20V-5Al. L'aluminium retarde l'apparition des phases ω et α et les courbes de dilatation thermique lors du chauffage affichent un décalage de +160 à 300°C selon le type de transformation par rapport aux courbes de l'alliage Ti-20V. De même au refroidissement, selon la vitesse de refroidissement, pour l'alliage Ti-20V on peut obtenir les phases β_m ou $\beta_m + \omega$. La transformation $\beta \rightarrow \alpha$ ayant une cinétique très lente, elle ne peut être obtenue que pour des vitesses de refroidissement très lentes. Pour l'alliage Ti-20V-5Al, lorsque la vitesse de refroidissement est supérieure à 730°C/h (12°C/min) aucune transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$ n'est visible optiquement. Pour une vitesse de refroidissement supérieure à 120°C/h, ce qui est au moins six fois plus lent que dans le cas du Ti-20V, on retrouve la transformation de phase $\beta \rightarrow \omega$ sur les courbes dilatométriques. L'aluminium retarde la formation de la phase ω isothermique. De plus la température de transition $T\omega$ diminue avec l'augmentation de la teneur en aluminium. En contre partie dans l'alliage Ti-20V-5Al la phase α apparaît plus nettement que dans l'alliage Ti-20V pour des vitesses de refroidissement supérieures à 730°C/h. Lors d'un refroidissement lent, la présence d'aluminium accroît la précipitation de la phase α et particulièrement dans les alliages à petites tailles de grains et fait apparaître une phase α fine et importante dans toute la matrice β.

Lors d'une déformation plastique à température ambiante, les mécanismes de déformation activés dans l'alliage Ti-20V sont essentiellement le maclage de type {332} <11-3> accompagné d'une transformation de phase sous contrainte ω_s qui a lieu à l'intérieur des macles. Du glissement de direction <111> a été mis en évidence dans les macles [74]. Dès le début de la déformation plastique le maclage apparaît dans différents grains. On peut noter qu'il s'agit dans un même grain de plusieurs macles d'un même système (plan) donc parallèles entre elles. Puis, ces macles peuvent s'élargir lorsque le taux de déformation augmente. Il faut attendre à peu près 10% de déformation pour voir nettement apparaître des macles secondaires de type {332} <11-3> à l'intérieur de macles primaires {332} <11-3> [74] (souvent dans les zones d'intéractions entre deux macles). De plus, il faut noter que la fraction volumique maclée est d'autant plus importante que la taille de grain est importante, que la vitesse de déformation est élevée et que le taux de déformation est important. Cependant, notons que la courbe représentant la fraction volumique maclée est une courbe parabolique avec une asymptote tendant vers une limite (après 40% de déformation). Il est à

souligner que même pour des taux de déformation élevés le nombre maximal de systèmes (de plans) de maclage activés est de trois dans un grain, alors que la multiplicité du système {332} <11-3> est de douze.

La formation de macle de type (332) [11-3] est accompagnée par la formation de platelets de phase ω_s qui correspond à une transformation de phase sous contrainte durant la déformation plastique. La quantité de phase transformée est très limitée et de plus, les platelets ω_s sont de petite taille. On ne peut déceler la présence de la phase ω_s qu'en microscopie électronique à transmission pour des échantillons déformés jusqu'à 10% de déformation globale. Elle est visible par contre sur des diffractogrammes θ-2θ, dès que le taux de déformation atteint 10% et plus en laminage, pour des échantillons de taille de grain de 40 microns. Ces platelets de phase ω_s sont alignés à l'intérieur de la macle dans laquelle ils se sont développés et un seul variant, parmis les quatre possible, existe dans une macle donnée.

D'après Guibert [74] le variant ω_s qui apparaît est celui qui a l'orientation [00.1] parallèle à la direction η_2, deuxième direction invariante pendant le maclage comme le définit le schéma figure VI-45. Ainsi, sur quatre variants, le seul qui se développe suivant les relations d'orientations $(00.1)\omega_s$ // $(-111)\beta$ et $[-12.0]\omega_s$ // $[110]\beta$ est celle dont l'axe c [0001] de ω_s est parallèle à la direction de la macle η_2 (η_2 = $[-111]\beta$). Enfin, après quelques pour cent de déformation, de longues dislocations vis toutes parallèles au vecteur de Burgers <111> ont été identifiées tant dans la matrice que dans les macles. Compte-tenu de nos méthodes d'identification en M.E.T., il a été difficile d'identifier le plan de glissement. Dans les macles, les lignes de dislocations <111> correspondent à la direction η_2 ($<111>\beta$).

Pour lever cette difficulté, nous avons réalisé la détermination de l'évolution de texture en laminage, ce qui nous a permis de mettre en évidence les composantes principales de la texture induites lors du laminage. A l'aide d'un modèle de plasticité et à partir de la texture initiale expérimentale, la modélisation nous indique qu'il est nécessaire d'avoir une majorité de glissement sur le plan {110} pour pouvoir obtenir une image correcte de la texture finale. Ceci est cohérent avec les résultats de microscopie électronique où nous décelons souvent des dislocations toutes parallèles sur un plan. Ainsi pour l'alliage Ti-20V, trois types de mécanismes de déformation sont mis en jeu pendant la déformation plastique. Compte tenu du fait que nous n'avons pas de données sur les rapports de contraintes critiques et/ou de cisaillement entre ces mécanismes et à défaut des taux de déformation adaptés par chacun d'eux, il était illusoire de vouloir modéliser les courbes contraintes-déformations. Cependant, nous allons tenter une approche qualitative. Rappelons que le calcul du taux de déformation adapté par

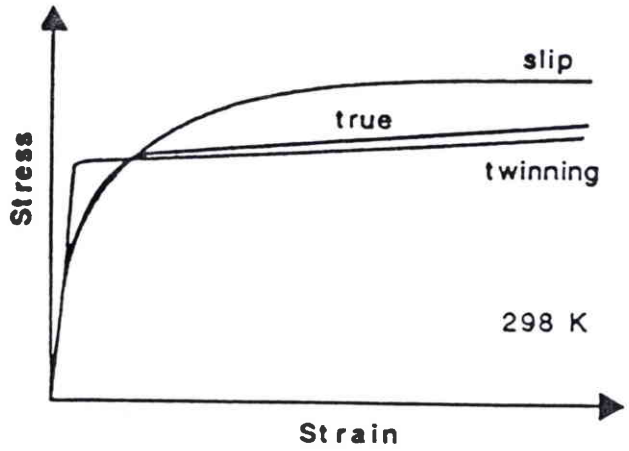
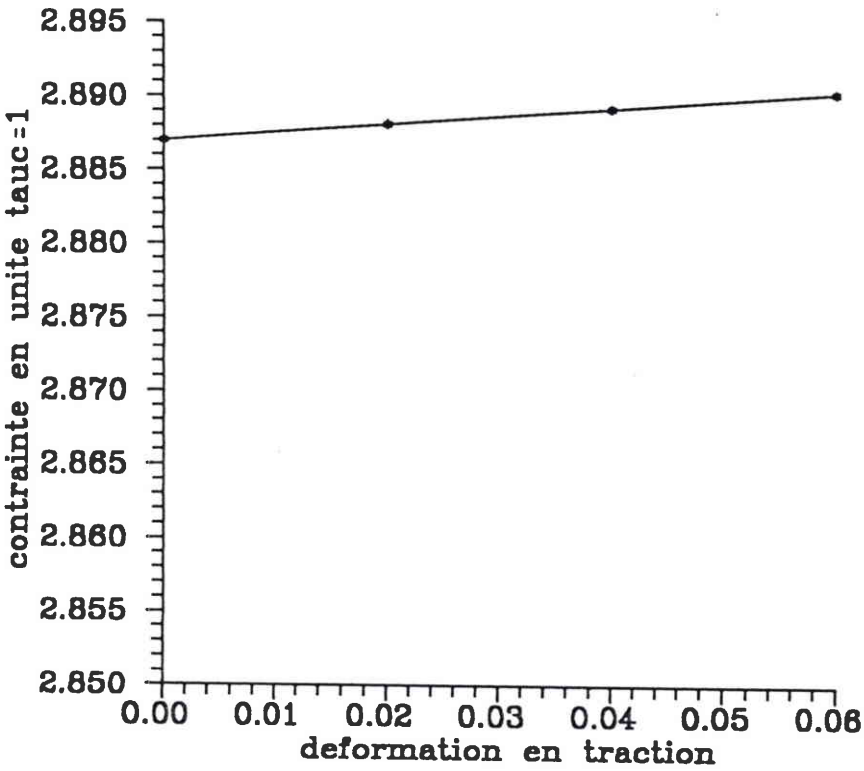


Fig. V-1 : Représentation schématique de l'effet du mode de déformation sur une courbe de traction à 25°C [93].

maclage qui a été fait au paragraphe **2.4.6** (p. 74) a montré que même si l'échantillon était complètement maclé, le taux de déformation atteint serait de 0,19. Or, le maclage primaire n'atteint que 60% de fraction volumique maclée. La fraction volumique transformée en ω_s est plus faible (< 15%) pour un essai de traction. Le cisaillement associé à la transformation est égal à 0,33 et le taux de déformation adapté est non négligeable. De plus, la phase ω a un effet durcissant très important puisque compte tenu des relations d'orientations entre β et ω (désignées ci-dessus) aucun système de glissement de la phase β n'est compatible (plans et directions cohérentes) avec un système de glissement de la phase ω hexagonale. Ceci n'est pas le cas pour les phases martensitiques α' et α" qui ont des plans et des directions "communes" avec la phase mère β compte tenu des relations d'orientations. La taille des platelets peut également être à l'origine d'un durcissement important. Ces platelets ont des dimensions souvent inférieures à 1 micron, ce qui n'est pas le cas pour les autres transformations de phases dans les alliages de titane β. De ce fait, ces platelets ne se déforment plus plastiquement durant la déformation. Enfin, la présence de glissement de type {110} <111> qui rentre en compétition avec les autres mécanismes entraîne également un durcissement par écrouissage et assure une partie de la ductilité de cet alliage Ti-20V.
Qualitativement, nous pouvons essayer de comprendre la forme des courbes de traction de cet alliage. Au début de la déformation plastique, le mécanisme activé majoritairement (quasi seul) est le maclage de type {332} <113> qui se déclenche en cascade sur un seul plan dans chaque grain. Comme l'a déjà remarqué expérimentalement M.J. Philippe [92] et ceci ayant été modélisé par Song et Gray III [93] (fig. V-1), le maclage seul conduit à des courbes de traction où l'écrouissage est très faible. Le début de la déformation plastique de l'alliage Ti-20V étant réalisé avec un écrouissage faible (planéité de la courbe de traction), on peut donc penser que ce phénomène est lié à la seule présence du maclage. Puis, lorsque les autres mécanismes, glissement et transformation de phase ω se mettent en place, le durcissement devient important et un fort écrouissage est noté, celui-ci étant accompagné d'une ductilité importante.

En ce qui concerne l'alliage Ti-20V-5Al, seul le glissement cristallographique assure la déformation plastique. Là encore, nos résultats au microscope optique et électronique mettent en évidence qu'il s'agit de glissement sur un plan principal avec pour direction de glissement <111>. Dans 50% des grains, un seul système est actif jusqu'à 5% de déformation (voir M.E.T. et M.E.B.). Ainsi, dans l'alliage Ti-20V-5Al, au début de la déformation plastique, un seul système de glissement est activé majoritairement; celui-ci étant de type {112} <111>. Rappelons que



Prévision de l'évolution de contrainte en traction axysymétrique par le modèle auto-cohérent.
Nombre de systèmes actives : 4,12
Localisation de glissement dans le système le plus active : 45%.

Fig. V-2 : Pévision de l'évolution de contrainte en traction par le modèle auto-cohérant pour l'alliage Ti-20V-5Al.

notre étude de l'évolution de texture en laminage nous a permis de mettre en évidence des composantes principales de texture qui ne peuvent exister que si le glissement est majoritairement activé sur les plans (112). En comparant le comportement des grains de l'alliage Ti-20V-5Al à celui d'un monocristal qui ne se déforme que sous l'action d'un seul système de glissement, on peut comprendre que l'écrouissage soit quasi-nul. Nous pouvons le vérifier également en utilisant un modèle de plasticité de type visco-plastique et en choisissant comme mécanisme de déformation le système dont le facteur d'orientation est maximal. Dans ce cas, l'écrouissage lors de la déformation plastique est quasi-nul et la ductilité est faible (voir courbes figure V-2 réalisées au LPMM par L. Toth)

CONCLUSIONS GENERALES ET PERSPECTIVES

VI- CONCLUSIONS GENERALES ET PERSPECTIVES

Dans le présent travail, nous avons étudié différents alliages de titane β de composition Ti-20V-XAl, avec une concentration (X) en aluminium variant de 0 à 6%. Cette étude initiée à partir de différents travaux, en particulier ceux d'Hanada et Izumi, avait deux objectifs essentiels. D'une part, mieux connaître ces alliages, leurs transformations de phases (en fonction de la température), les mécanismes de déformation à froid et leurs conséquences sur le comportement mécanique de ces alliages. D'autre part, la définition d'un alliage qui permettrait d'obtenir le meilleur compromis entre limite d'élasticité et ductilité; c'est-à-dire avoir un alliage qui a la limite d'élasticité la plus élevée possible tout en gardant une bonne ductilité en particulier sous sollicitation dynamique.

Dans une première étape, l'étude des mécanismes de déformation mis en jeu lors de la déformation plastique à froid a permis de montrer que les alliages qui contiennent jusqu'a 4% d'aluminium se déforment essentiellement par maclage et ce, dès le début de la déformation en statique. Les alliages qui contiennent 5 et 6% d'aluminium se déforment par glissement dès le début de la déformation plastique en statique.
Nous avons donc étudié de façon plus détaillée deux alliages Ti-20V et Ti-20V-5Al. Les transformations de phase induites lors de la variation de la température au chauffage comme au refroidissement ont été précisées et il est clair que l'aluminium retarde la naissance de la phase ω. Ces deux alliages sont sensibles à la cinétique de refroidissement continu après un maintien dans le domaine bêta. La phase bêta est retenue à température ambiante par trempe. Mais dès que la vitesse de refroidissement atteint la valeur critique de 730 °C/h, la transformation de phase β -> α devient possible, même si aucune transformation n'est décelée sur la courbe dilatométrique.

Avant déformation plastique, les alliages Ti-20V contiennent un peu de phase ω_a. Dans le cas de l'alliage Ti-20V-5Al, la quantité de phase ω est très faible. Pendant la déformation plastique, l'alliage Ti-20V se déforme par maclage de type {332} <113>. De plus, la transformation de phase ω et du glissement, probablement de type {110} <111>, apparaissent. Le maclage intervient dès le début de la déformation dans tous les cas sauf lorsque la taille de grain est inférieure à 40 microns. Dans ce cas, sa participation est réduite. Le maclage apparaît d'autant plus facilement que la vitesse de déformation est grande et que la taille de grain est importante. Le maclage est accompagné d'une transformation de phase ω_s sous contrainte et le seul variant induit à l'intérieur de la macle est le variant dont l'axe <0001> est parallèle à η_2 [-111] de la macle.

Le cisaillement induit lors du maclage est de 0,353 pour une macle (332) et la fraction volumique maclée, après un essai de traction à rupture à l'ambiante, ne dépasse pas 60%. Le cisaillement correspondant à la transformation de phase ω_s est égal à 0,33. La fraction volumique transformée est faible et la variation de volume et de dimension assez négligeable (< 0,1%). Du glissement <111> apparaît également sur un plan donné dans un grain. La modélisation de l'évolution de texture lors du laminage permet de reproduire l'évolution expérimentale qui fait apparaître des composantes majeure précises (et non des fibres comme dans les aciers), grâce à l'utilisation principale du glissement de type (110). Les mesures de traction de l'alliage Ti-20V à température ambiante montrent une limite d'élasticité peu élevée de 635 MPa, une ductilité et un écrouissage assez importants après les premiers stades de la déformation (24% d'allongement repartis en statique). Une analyse qualitative des relations mécanismes de déformation-propriétes semble montrer que ceci est dû à l'activation des trois mécanismes.

Pour l'alliage Ti-20V-5Al en statique, le mécanisme de déformation actif est le glissement. Dans les premiers pour cent de la déformation, seul un plan est activé (celui dont le facteur d'orientation (de Schmidt) est le plus élevé). En utilisant un modèle de plasticité, nous avons pu reproduire l'évolution de texture expérimentale lors du laminage et obtenir les composantes majeures de la texture (qui ne sont pas des fibres) seulement en utilisant majoritairement du glissement {112} <111>, ce qui est en accord avec nos déterminations en microscopie.
Le comportement mécanique en statique révèle une limite d'élasticité élevée de 736 MPa et une ductilité et un écrouissage faibles. Ceci est dû au fait que dans les premiers pour cent de la déformation pratiquement seul un système de déformation est activé par grain.

Ainsi, l'alliage qui pourrait présenter le meilleur compromis pour ces propriétés mécaniques devrait en particulier en dynamique se déformer d'abord par glissement pour avoir une limite d'élasticité élevée, puis par maclage et transformation de phase pour obtenir une bonne ductilité. L'addition de 4,5% en masse d'aluminium (avec une teneur en oxygène de 1200 ppm) devrait permettre d'obtenir cet alliage et via des traitements thermiques, l'adaptation de la taille de grain permettrait d'obtenir les caractéristiques mécaniques souhaitées. La présence d'aluminium limite l'apparition de petits précipités de phase ω_a fragilisante. Notre travail ouvre la voie à un certain nombre de questions que nous n'avons pas pu traiter compte tenu du temps qui nous était imparti mais qui devraient donner lieu à développement.

Tout d'abord; en ce qui concerne les mécanismes de déformation de nombreux points restent en suspens et devront être explicités.
Pourquoi le maclage est-il de type (332) et non pas plus classiquement comme dans les cubiques centrées de type (112)? Est-ce son association systématique à un variant ω_s et les cisaillements associés qui en sont la cause ?
Pourquoi l'alliage Ti-20V présente-t-il du glissement essentiellement sur le plan de type (110) ? Ceci pourrait géométriquement s'expliquer dans la macle compte tenu de la présence des platelets ω_s et des relations d'orientations correspondantes.
Pourquoi l'alliage Ti-20V-5Al se déforme principalement par glissement de type (112) ? Là encore les quelques précipités ω_a existants pourraient jouer un rôle. Il en va de même des paramètres de maille qui sont légèrement différents entre les deux alliages. La repartition de l'aluminium doit également être regardée.

Dans tous les cas, il va être maintenant nécessaire de quantifier le taux de présence de chaque mécanisme de déformation et de définir quelle "part" de déformation plastique chacun d'eux assure en précisant en microscopie électronique le type de glissement et le nombre de systèmes présents avec exactitude. C'est seulement lorsque ces connaissances de base seront acquises qu'il sera possible de modéliser le comportement (courbes de traction) de l'alliage Ti-20V par exemple.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE

VII- REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE

[1] - HANADA and O. IZUMI
Correlation of tensile properties, deformation modes and phase stability in commercial beta-phase titanium alloys.
Metallurgical Transactions A, Vol. 18, Februar 1987, pp. 265-271.

[2] - W.G. BURGES
The process of transition of the cubic body-centered modification into the hexagonal close-packed modification of zirconium.
Metallwirstchaft, 13, 1934, p. 785.

[3] - L. SERAPHIN
Réponse des alliages de titane aux traitements thermiques.
Mémoires scientifiques, Rev. Métallurgique, 62, n°4, 1965, pp. 291-304.

[4] - B. CHAMPIN, B. GELAS
Traitements thermiques des alliages de titane.
Techniques de l'Ingénieur, M1335.

[5] - B. GELAS, M. ARMAND, L. SERAPHIN, R. TRICOT
Titane et alliages de titane.
Techniques de l'Ingénieur, M 557.

[6] - N. COME-DINGREMONT
Déformation à chaud et évolutions microstructurales des alliages de TA6V et β-Cez dans le domaine β.
Thèse de Doctorat de l'INPL,1991, Nancy.

[7] - J.P. MORNIROLI
Etude de la formation des martensites et de la phase oméga, dans certains alliages du titane et du zirconium.
Thèse de Doctorat de l'Université de Nancy I, 1974.

[8] - R. TRICOT
Traitement thermomécanique des alliages de titane pour l'aéronautique.
Matériaux et techniques, Jan./Fév. 1988, p. 47.

[9] - P. DUWEZ
The martensite transformation temperature in titanium binary alloys.
Trans. A.S.M., Vol. 45, 1953, pp. 934-1676.

[10] - I. MAEDA and H.M. FLOWER
The effect of aluminium on the Phase Transformations in Ti-15V.
Sixth world conference on titanium, France 1988, pp. 1589-1594.

[11] - A.I.P. NWOBU, H.M. FLOWER, D.R.F. WEST
Strain induced transformation and plasticity in transage Ti-11,6V-2Al-2Sn-6Zr (T134) and Ti-11,5V-2Al-2Sn-11,3Zr (T129).
Journal de physique, colloque C4, supplément au n°12, Tome 43, Déc. 1982, pp. 315-320.

[12] - A.I.P. NWOBU, T. MADEA, H.M. FLOWER, D.R.F. WEST
The constitution of Ti-rich alloys of the Ti-V-Fe-Al system.
Alloy phase diagrams, pp. 102,112.

[13] - S.K. SIKKA, Y.K. VOHRA, R. CHIDAMBRARAM
Omega phase in materials.
Reprinted from progress in Materials Science an International Review Journal, Vol. 27, n° 3-4, 1982, pp. 245-310.

[14] - D. FONTAINE
Simple models for omega phase transformation.
Met. Trans. A, Vol. 19A, Feb. 1989, pp. 169-175.

[15] - W. M. PARRIS, L.L. HIRSCH, P. D. FROST
Low temperature aging in titanium alloys.
Trans. A.I.M.E., 197, 1953, p.178.

[16] - C. LEIBOVICH, A. RABINKIN, M. TALINANKER
Phase transformation in metastable Ti-V alloys induced by high pressure treatment.
Metallurgical Transactions A, Vol. 12, August 1981, pp.1513-1519.

[17] - N.E. PATON, J.C WILLIAMS
The influence of oxygene content on the athermal beta -> omega transformations .
Scripta. Met., Vol. 7, 1973, pp. 647-650.

[18] - S. ISHIYAMA, S. HANADA and O. IZUMI
Effect of Zr, Sn and Al addition on deformation mode and beta phase stability of metastable beta Ti alloys.
ISIJ International, vol. 31, 1991, n° 8, pp. 807-813.

[19] - S.R. SEAGLE
Principles of beta transformation on heat treatment of titanium

alloys.
Metals Engineering Institute - 1969 A.S.M. - (Etited by D. KESSLER).

[20] - J.C. WILLIAMS, B.S. HICKMAN and D.H. LESLIE
The effect of ternary additions on the decomposition of metastable beta-phase titanium alloys.
Metallurgical Transactions A, Vol. 2, Februar 1971, pp. 477-484.

[21] - N.E. PATON, R.A. SPURLING, C.G. RHODES
Hydrogen in beta phase titanium alloys.
3rd. int. conf. MORAN wy Ang., 1980, pp. 270-279.

[22] - A. HENRI
Relations microstructure-propriétés d'emploi dans les alliages de titane Bêta-Cez.
Thèse de Doctorat de l'Université Paris VII, 1993.

[23] - J. BECHET, B. HOCHEID
Titanium Science & technologie, eds Lutjering Zwinocker Bunk, Vol.3, 1984, p.1613.

[24] - M. LHERMITE
Contribution à l'étude des transformations structurales pendant le revenu de l'alliage bêta-Cez.
Mémoire CNAM, Avril 1990.

[25] - Binary alloy phase diagrams
Editor : Thaddeus B. MASSALSKI
Vol. 2, 1986, p. 175.

[26] - H. W. ROSENBERG
The science technology and application of titanium.
Ed-RI Jaffee- ME Promisel Pergamon, 1970, p. 851.

[27] - S. HANADA, T. YOSHIO, K. NISHIMURA and O. IZUMI
Tensile properties and plastic deformation mode in beta-phase titanium alloys.
Sixth world conference on titanium, France 1988, pp. 105-110.

[28] - S. HANADA, T. YOSHIO and O. IZUMI
Effect of plastic deformation modes on tensile properties of beta titanium alloys.
Trans. of the Japan Institute of Metals, Vol. 27, n° 7, 1986,

pp. 496-503.

[29] - E.S.K. MENON, J.K. CHAKRAVARTTY, S.L. WADEKAR,S. BANERJEE
Stress induced and martensitic transformation in Ti-20V
Journal de physique, colloque C4, supplément au n°12, Tome 43, Déc. 1982, pp. 321-326.

[30] - H.M. FLOWER
The platic deformation of metastable beta titanium alloys.
Titanium Science and Technology, Vol. 3, 1984, pp. 1651-1657.

[31] - T.W. DUERIG, G.T. TERLINDE
Phase transformation and tensile properties of Ti-10V-2Fe-3Al.
Met. Trans., vol. 11A, 1980, p. 1987.

[32] - T.W. DUERIG, J. ALBRECHT, D. RICHTER, P. FISCHER
Formation and reversion of stress induced martensite in Ti-10V-2Fe-3Al.
Acta met., Vol. 30, 1982, pp. 2161-2172.

[33] - Y. ADDA, J.M. DUPOUY, J. PHILIBERT, Y. QUERE
Eléments de métallurgie physique
Déformation plastique, Tome 5, INSTN CEA Collection enseignement pp. 1313-1339.

[34] - R.H. RICHMAN
The diversity of twinning in body centered cubic structures
Deformation twinning, pp. 238 -278.

[35] - S. HANADA, A. TAKEMURA and O. IZUMI
The mode of plastic deformation of beta Ti-V alloys.
Transaction of the Japan Institute of Metals, Vol. 23, n°9, 1982, pp. 507-517

[36] - S. HANADA, M. AZEKI and O. IZUMI
Deformation characteristics in beta phase Ti-Nb alloys.
Metallurgical Transactions A, Vol. 16A, May 1985, pp. 789-795.

[37] - S. ISHIYAMA, S. HANADA
Effect of Zr, Sn and Al addition on the mechanical properties of metastable beta Ti alloys.
The Sumitomo Search, n° 54, 1993, pp. 41-47.

[38] - T.W. DUERIG, R.G. MIDDELTON, G.T. TERLINDE, J.C. WILLIAMS
Stress assisted deformation in Ti-10V-2Fe-3Al.
Titanium'80 Science and Technology, AIME, Vol. 2, 1980, pp. 1503-1512.

[39] - J. BARRALIS, G. MAEDER
Précis de métallurgie.
Elaboration, structures-propriétés et normalistion, AFNOR NATHAN, pp. 148-151.

[40] - G.L. WULF
Int. J. Mech. Sci., Vol. 21, pp. 713-718, 1979.

[41] - B. DE GELAS, L. SERAPHIN, R. TRICOT, R. CASTRO
Rev. de Met., Vol. 71, n° 1, 1974, p. 51.

[42] - P. BENSUSSAN, J. CLISSON, N. GABARD, L. PENAZZ
Présentation des essais dynamiques aux barres d'Hopkinson.
ENSTA/DYMAT-MIO, 1988.

[43] - S. GABELOTAUD
Comportement sous sollicitations statique et dynamique du titane pur et de deux de ses alliages.
Thèse de Doctorat de l'Université de Paris XI, Centre d'Orsay, 1990.

[44] - J.Z. MALINOWSKI, J.R. KLEPACZO
Int. J. Mech. Sci., Vol. 28, n° 6, 1986, p. 381.

[45] - E.D.M. DAVIES, S.C. HUNTER
J. Mech. Phys. Solids, Vol. 11, n° 11, 1963, p. 155.

[46] - ASTM E112
Standard methods for estimating the average grain size of metals
American National Standards Institute, pp. 205-230.

[47] - P. LAHEURTE
Effet de la taille de grain sur la déformation plastique de l'alliage de titane bêta métastable Ti-20V.
Mémoire d'Ingénieur CNAM, Metz, 1993.

[48] - R.T. DEHOFF, F.N. RHINES
Microscopie quantitative.
Masson et Cie., 1972.

[49] - R.T. HOWARD, M.COHEN
Quantative Metallography by Point-Couting and Linear Analysis.
Trans. AIME, 172, 1947, p. 413.

[50] - P. PARNIERE
Métallographie par diffraction des RX, des électrons et des neutrons.
Techniques de l'Ingénieurs, Vol. M100, pp.1-24.

[51] - H.J. BUNGE
Mathematische Methoden der Texturanalyse
Z. Mettalkunde, Vol. 56, 1965, p. 872.

[52] - C. SCHUMAN
Etude de l'évolution de la texture cristallographique d'acier extra-doux au cours du tréfilage et d'une opération particulière de laminage. Détermination des contraintes internes.
Thèse de Doctorat de l'Université de Metz, 1994.

[53] - H.J. BUNGE
J. of Apll. Phys., Vol. 36, 1965, p. 2024.

[54] - R.J. ROE
Journal of Applied Physics 37, 1966, p. 2069.

[55] - ALAM
Proc. R. Soc. A, 1954, p. 221.

[56] - J. A.VENABLES, C.J. HARLAND
Phil. Mag., Vol. 27, 1973, p.1193

[57] - N. H. SCHMIDT, J.B. SORENSEN, D. J. JENSEN
Sc. Micr, Vol. 5, 1991, p. 637

[58] - N.R. ECOB, B. RALPH
Effect of grain size on flow stress of textured Zn alloy.
Metal Science, Vol. 17, 1983, pp.317-324.

[59] - E. L. HARMON, A. R. TROIANO
Beta transformation characteristics of titanium alloys with vanadium and aluminium.
Trans. of the A.S.M., Vol. 53, 1959, pp. 43-53.

[60] - E. L. HARMON, J. KOSOL, A. R. TROIANO
Mechanical properties correled with transformation characteristics of titanium- vanadium alloys.
Trans. of the A.S.M., Vol. 50, 1958, pp. 414-437.

[61] - I.S. POLKIN and B.A. KOLATCHEV
Phase transformation, thermal and thermomecanical processing of titanium alloys.
Sixth world conference on titanium, France 1988, pp. 1481-1486.

[62] - Y. MURAKAMI, O. IZUMI, T.NISHIMURA
Phase transformation and heat treatment in titanium alloys.
Titanium Science and Technology, Vol. 3, 1984, pp. 1403-1422.

[63] - M. HANSEN
Consitution of binary alloys.
Second Edition, Mc GRAW-HILL BOOK COMPAGNY, INC.
1958, p. 1241.

[64] - P. PIETROKOWSKY, P. DUWEZ
Partial titanium-vanadium phase diagram.
Trans. AIME, Journal of metals, 1952, pp. 627-630.

[65] - C. CHAIX
Etude du fluage anormal du titane pendant la transformation allotropique $\alpha \rightarrow \beta$.
Thèse, 1975, Paris-Sud.

[66] - B. S. HICKMAN
Precipitation of the omega phase in titanium-vanadium alloys.
Journal of the Institute of Metals, Vol. 96, 1968, pp. 330-337.

[67] - F.R. BROTZEN, E.L. HARMON, A.R. TROIANO
Decomposition of beta titanium.
Trans. AIME, Journal of Metals, Feb.1955, pp. 413-420.

[68] - G. VIVIER, J MERLIN, P.F. GOBIN
Etude des phénomènes élastique et anélastique associés à la précipitation des phases α et ω isothermique dans l'alliage de titane βIII.
Materials Science and Engineering, 37, 1979, pp. 207-212.

[69] - Formule interne CEZUS du service qualité sur l'allige TA6V

[70] - C. F. YOLTON, F. H. FROES, R.F. MALONE
Alloying element effects in metastable beta titanium alloys.
Metal. Trans., Vol. 10A, N 1, January 1979, pp. 132-134.

[71] - H. FUJII, H.G. SUZUKI
New concept on the β to α phase transformation in titanium alloys.
Sixth World Conference on Titanium, Vol. 3, France 1988,
pp. 1489-1494.

[72] - L.S. TOTH, M. SERGHAT
A technique to determine the relative strengths of deformation mechanisms in hexagonal materials.
Submitted to Scripta Metallurgica et Materiala, March 1995.

[73] - S. HANADA, O. IZUMI
Transmission electron microscopic observation of mechanical twinning in metastable beta titanium alloys.
Met. Trans., vol. 17A, 1986, pp. 1409-1420.

[74] - J-P. GUIBERT
Etude des mécanismes de déformation d'un alliage de titane bêta instable.
Thèse de Doctorat de l'Université Paris XI Orsay, 1995.

[75] - S. ZAEFFERER, R.A. SCHWARZER
Automated measurement of single grain orientations in the T.E.M.
Z. Metallkund 85, 1994, pp. 585-591.

[76] - R.A. SCHWARZER
Principles of orientation imaging microscopy in SEM and TEM.
Z. Metallkund, 1995.

[77] - A. FRANK
Etude des mécanismes de déformation dans le T40.
Papport de D.E.A., Université de Metz, 1995.

[78] - F. LE CRAS
Contribution à l'étude de la déformation du titane par laminage à froid.
Mémoire d'Ingénieur CNAM, 1995, Metz.

[80] - M.J. PHILIPPE, C. ESLING, B. HOCHEID
Role of twinning in texture development and in plastic deformation of hexagonal materials.

Textures and Microstrucures, Vol. 7, N° 4, 1988, pp. 265-301.

[81] - M. V. KLASSEN-NEKLYUDOVA
Mechanical twinning of crystals.
Consultants bureau, New York, 1964, pp. 15-16.

[82] - P. COULOMB
Les textures dans les métaux de réseau cubique
DUNOD, Paris, 1972

[83] - M.J.P. PHILIPPE, F. WAGNER, C. ESLING
Textures, deformation mechanisms and mechanical properties of hexagonal materials.
ICOTOM 8, The Metallurgical Society, 1988, pp. 837-842.

[84] - G. I. TAYLOR
J. Inst. Met., Vol. 62, 1938, p. 307.

[85] - J. F. W. BISHOP, R. HILL
Phil. Mag., Vol. 42, 1951, p.414.

[86] - J. F. W. BISHOP, R. HILL
Phil. Mag., Vol. 42, 1951, p.1298.

[87] - U. F. KOCKS
Met. Trans., Vol.1, 1970, p. 1121.

[88] - J. G. SEVILLANO, P. VAN HOUTTE, E. AERNOUDT
Prog. Mater. sci, Vol. 25,1980, pp. 69 et 412.

[89] - P. VAN HOUTTE, F. WAGNER
Preferred orientation in deformed metals and rocks : an introduction to modern texture analysis.
H. R. WENK (edt.), Academic Press, New-York, p.233.

[90] - P. VAN HOUTTE
Textures and microstructures, Vol. 8, Vol. 9, 1988, p.313.

[91] - F.E. MELLAB
Thèse de Doctorat de l'Université de Metz, 1992.

[92] - M.J. PHILIPPE
Contribution à l'étude de la déformation des matériaux

hexagonaux.
Thèse d'Etat à l'Université de Metz, 1983.

[93] - S.G. SONG, G. T. GRAY III
Influence of temperature and strain rate on slip and twinnig behavior of Zr.
Metallurgical Transactions A, Vol. 2A, October 1995.

Transformations de phases et mécanismes de déformation dans les alliages de titane bêta.

Résumé :

L'un des objectifs de cette thèse a été de définir un alliage de titane bêta qui présente une bonne adéquation entre limite élastique et ductilité. Aussi les paramètres qu'il faut maîtriser pour obtenir les caractéristiques mécaniques recherchées sont la composition et la taille de grain. Les caractéristiques mécaniques de ces alliages sont influencées par les mécanismes de déformation (glissement, maclage, et transformations de phases induites sous contrainte). Ces mécanismes dépendent de la composition chimique et donc de la stabilité de la phase bêta. Les alliages métastables qui se déforment par maclage présentent un allongement important et une limite d'élasticité basse. Les alliages stables qui se déforment par glissement ont par contre un allongement faible et une limite d'élasticité élevée. L'alliage idéal devrait donc, au début de la déformation, se déformer par glissement, puis ensuite par maclage. Pour deux compositions particulières, l'une de référence (Ti-20V) et l'autre proche de la composition souhaitée (Ti-20V-5Al), nous avons effectué des traitements thermomécaniques pour obtenir des tailles de grains différentes. L'influence des microstructures sur les mécanismes de déformation a été analysée. Pendant la déformation plastique, l'alliage Ti-20V se déforme par maclage de type {332} <113>. De plus, la phase ωs (phase induite sous contrainte) et du glissement, essentiellement de type {110} <111>, apparaissent lors de la déformation. Le maclage intervient dès le début de la déformation dans tous les cas sauf lorsque la taille de grain est inférieure à 40 microns. Dans ce cas, sa participation est réduite. Le maclage apparaît d'autant plus facilement que la vitesse de déformation est grande et que la taille de grain est importante. La modélisation de l'évolution de texture lors du laminage permet de reproduire l'évolution expérimentale qui fait apparaître différentes composantes majeures. La présence de ces composantes est due à la participation majoritaire du glissement {110} <111>. Pour l'alliage Ti-20V-5Al en statique, le mécanisme de déformation actif est le glissement. Dans les premiers pour cent de la déformation, seul un plan est activé. En utilisant un modèle de plasticité, nous avons pu reproduire l'évolution de texture expérimentale lors du laminage et obtenir les composantes majeures de la texture seulement en utilisant majoritairement du glissement {112} <111>. La comparaison entre les différents alliages a permis de déterminer l'alliage et la microstructure dont les caractéristiques mécaniques seront optimisées. Les raisons de ce choix sont discutées à la lumière des résultats des études microstructurales et de la modélisation du comportement.

Phase transformation and deformation mechanisms in titanium beta alloys

Summary :

The aim of this Phd was to design a Ti-β alloy that would have a good Y.S/ductility balance. The mechanical properties of these alloys depend on their deformation mechanisms (glide system, twinning, stress induced phase transformation) and the parameters to be controled are the chemical composition and the grain size. Metastable alloys that deform essentially by twinning show low yield strength and large elongation. On the contrary, stable alloys deform by gliding and are characterised by higher Y.S. and smaller elongation. The ideal alloy should therefore start deformation by glide and later in the deformation, activate twinning. For two specific chemical compositions, Ti-20V and Ti-20V-5Al, we have carried out thermomecanical heat-treatments to obtain different grain sizes. The influence of the microstructure on the deformation mechanisms has been studied. During plastic deformation, the Ti-20V alloy deforms by {332} <113> twinning. In addition, stress induced ωs transformation and {110} <111> glide are also involved in the deformation. Twinning is always activated first, except when the grain size is lower than 40 µm. In this case, its contribution to the deformation is limited. Twinning occurs more easily for sufficiently large grain sizes and high deformations rates. Modeling of the texture evolution during rolling allowed us to verify these observations through the analysis of the main texture components. The presence of these components can be associated to {110} <111> glide. For the Ti-20V-5Al loaded in a static deformation mode, only glide was activated. During the first percentage of strain, only one glide system is actived. Using a plasticity model, we have shown that the main texture components were associated with {112} <111> glide. Comparison of the various alloys has allowed to select the optimum alloys as well as its optimum microstructure for improving mechanical properties. The reasons of this choice have been discussed in the light of our experimental results.