



HAL
open science

Analyse des hétérogénéités de microstructure et de microtexture héritées par transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$ dans des pièces massives en alliage Ti-10V-2Fe-3Al: influence sur la dispersion des propriétés mécaniques

Maria Rita Chini

► **To cite this version:**

Maria Rita Chini. Analyse des hétérogénéités de microstructure et de microtexture héritées par transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$ dans des pièces massives en alliage Ti-10V-2Fe-3Al: influence sur la dispersion des propriétés mécaniques. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université de Lorraine, 2018. Français. NNT : 2018LORR0149 . tel-02331875

HAL Id: tel-02331875

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-02331875v1>

Submitted on 12 Oct 2023

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



AVERTISSEMENT

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

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

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

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

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

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

THÈSE

Pour l'obtention du titre de :

DOCTEUR de L'UNIVERSITÉ DE LORRAINE

École doctorale : Énergie Mécanique et Matériaux (EMMA)

Domaine de Recherche : Sciences des Matériaux

Présentée par :

MARIA RITA CHINI

Analyse des hétérogénéités de microstructure et de microtexture héritées par transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$ dans des pièces massives en alliage Ti-10V-2Fe-3Al - Influence sur la dispersion des propriétés mécaniques

CONFIDENTIEL

Thèse soutenue à huis clos le 7 septembre à Metz devant le jury composé de:

M. Moukrane DEHMAS	Professeur des universités, CIRIMAT	Rapporteur
M. Frédéric PRIMA	Professeur des universités, Chimie ParisTech	Rapporteur
Mme. Sandra ANDRIEU	Ingénieur Matériaux, Safran Landing Systems	Examineur
M. Olivier CASTELNAU	Directeur de recherches, CNRS	Examineur
M. Stéphane BERBENNI	Directeur de recherches, CNRS	Invité
M. Thomas BILLOT	Ingénieur Matériaux, Safran Landing Systems	Invité
M. Lionel GERMAIN	Maître de Conférences HDR, Université de Lorraine	Directeur de thèse
Mme. Nathalie GEY	Chargé de recherche, CNRS	Co-directrice de thèse

LEM3 – UMR 7239

7 rue Félix Savart - 57073 METZ CEDEX 03

Université de Lorraine – Pôle M4 : matière, matériaux, métallurgie, mécanique

Dijo Tennyson que si pudiéramos comprender una sola flor sabríamos quiénes somos y qué es el mundo. Tal vez quiso decir que no hay hecho, por humilde que sea, que no implique la historia universal y su infinita concatenación de efectos y causas.

El zahir. Jorge Luis Borges

Remerciements

Dans ces premières pages, je voudrais remercier profondément toutes les personnes qui m'ont aidé pendant ces années de travail.

Je tiens à remercier en premier lieu les membres de mon jury de thèse, qui m'ont fait un grand honneur en acceptant de participer : Monsieur Olivier Castelnau, président du jury et Monsieur Frédéric Prima et Monsieur Moukrane Dehmas rapporteurs cette thèse.

Ce travail est le fruit d'une collaboration entre le laboratoire LEM3 et l'entreprise Safran Landing Systems. Je tiens à remercier toutes les personnes qui ont permis le bon déroulement de cette thèse, en particulier Sandra Andrieu, Timothée Duval, Thomas Billot et Hadrien Weil.

Je tiens à remercier profondément mes directeurs de thèse, Lionel et Nathalie, pour tout leur soutien et pour tout ce qu'ils m'ont appris. Ils m'ont guidé et épaulé tout le long de ce travail de thèse.

Je tiens à remercier également Stéphane Berbenni, Thiebaud Richeton et Safaa Lahdi pour le soutien et l'aide avec la partie numérique de cette thèse. Je remercie également toutes les personnes qui m'ont aidé pendant les manipulations et donné des conseils, Olivier Perroud pour les mesures par diffractions de rayons X mais aussi pour toute l'aide fournie pour l'analyse de textures, Sébastien Gautrot pour les mesures par diffraction des neutrons, Laurent Weiss pour les découpes au jet d'eau des tous mes échantillons, Emerik Henrion pour les mesures au microscope confocale, Julien Guyon pour les manipulations au FIB mais aussi pour tout ce qu'il m'a appris en imagerie MEB, Etienne Brodu pour les mesures en TKD et Laurent Peltier pour les traitements thermiques. Je remercie aussi Auriane Mandrelli et Jérôme Slowensky pour leur aide. Je remercie également à tout le personnel administratif, Anne, Arlette, Jackeline et Marjorie.

Je remercie aussi tous mes collègues doctorants, Daria, Hana, Meriem, Pierre et Marie, pour leur soutien et tous les bons moments partagés. Je remercie tous mes amis en dehors du laboratoire qui sont ici en France ou plus loin, Soukayna, Oriana, Josefina et Leandro. A mes parents Orlando et Julia, qui m'ont épaulé quand les choses devenaient difficiles. Sans eux, tout ceci aurait été impossible. Et finalement Christophe, merci de me soutenir mais aussi de m'apporter de l'amour et du bonheur au quotidien.

Table des matières

Introduction générale	11
Chapitre 1 : Analyse bibliographique:	13
1.1. Introduction.....	13
1.2. Les alliages de titane	14
2.1. Le titane pur et la cristallographie de la transformation de phases.	14
2.2. Eléments d'alliage et classification des alliages de titane	14
2.3. L'alliage de titane Ti-10V-2Fe-3Al.....	17
2.4. Microstructures typiques	18
3. Mécanismes de formation de microstructures, microtextures et textures.....	21
3.1. Transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$ et sélection de variantes	21
3.2. Mécanismes actifs lors de déformation à haute-température	27
3.3. Mécanismes actifs lors d'un recuit isotherme	32
3.4. Textures cristallographiques	33
3.5. Résumé des relations entre paramètres du procédé et la microstructure.....	35
4. Formation des hétérogénéités de microstructures et de texture	36
4.1. Hétérogénéités des lingots.....	36
4.2. Hétérogénéités dues à la conversion	37
4.3. Hétérogénéités des billettes et des pièces industrielles.....	39
5. Propriétés mécaniques des alliages de titane et leur relation avec les microstructures hétérogènes	40
5.1. Comportement élastique	40
5.2. Plasticité des phases.....	43
5.3. Relation entre microstructure et propriétés en traction	44
5.4. Relation entre microstructure et propriétés en fatigue.....	48

Chapitre 2 : Étude préliminaire - Apport de la Modélisation micromécanique pour étudier l'effet de l'anisotropie de la phase β sur le comportement mécanique et la genèse de contraintes d'incompatibilités..... 53

Introduction.....	53
1. Partie 1: Modélisation du comportement élasto-viscoplastique en traction de la phase β : Influence de l'anisotropie élastique de la phase β et évaluation des contraintes d'incompatibilités	55
1.1. Description synthétique du modèle EVPSC-AFF: modèle auto-cohérent élasto-viscoplastique à champs translétés avec extension affine.....	55
1.2. Résultat des simulations.....	58
2. Partie 2: Évaluation des contraintes d'incompatibilités aux interfaces β/β à partir d'un modèle bi-cristallin à joint plan avec élasticité anisotrope.....	66
2.1. Présentation succincte du modèle analytique de calcul des contraintes d'incompatibilités élastiques.....	67
2.2. Calcul des contraintes d'incompatibilités pour une interface β/β observée sur une carte EBSD: $\langle 100 \rangle // AS$ et $\langle 111 \rangle$ proche $// AS$	69
2.3. Effet de différents paramètres microstructuraux sur la contrainte d'incompatibilité	72
2.4. Comparaison au modèle de Hook et Hirth.....	73
2.5. Application à une microstructure polycristalline, à partir de cartes EBSD de synthèse. ...	74
3. Conclusions.....	78

Chapitre 3 : Matériaux et techniques expérimentales..... 81

1. Introduction.....	81
2. Matériau, microstructure d'emploi et procédé	82
2.1. Matériau	82
2.2. Procédé de fabrication	82
2.3. Description de la matière étudiée.....	83
3. Campagne d'essais mécaniques.....	86
3.1. Essais de traction sur les billettes.....	86
3.2. Essais de fatigue sur les tranches forgées	87
4. Caractérisation de la texture macroscopique	88
4.1. Notion d'orientation cristallographique et de texture.....	88
4.2. Mesure de texture par diffraction de neutrons	89
4.3. Sélection des échantillons	91
4.4. Complément : variation du paramètre de maille de la phase β selon la microstructure .	91

4.5.	Post-traitement de données de figures de pôles expérimentales	93
5.	Caractérisation de la microstructure par microscopie	93
5.1.	Préparation des échantillons	93
5.2.	Microscopie optique	94
5.3.	Microscopie électronique à balayage	94
5.4.	Traitement d'images	95
6.	Microscopie d'orientations-Caractérisation de la microtexture	96
6.1.	Principe de la technique EBSD	96
6.2.	Acquisition des cartes EBSD	97
6.3.	Stratégie d'acquisition des cartes EBSD	97
6.4.	Représentation des données EBSD	98
6.5.	Post-traitement avancé des données EBSD	99
7.	Méthodologie d'analyse des faciès de rupture	102
7.1.	Microscopie confocale	103
7.2.	Méthodologie d'analyse EBSD au niveau du faciès :	103
7.3.	Imagerie 3D de la microstructure par FIB	104
7.4.	Transmission Kikuchi Diffraction (TKD)	106

Chapitre 4 : Caractérisation des hétérogénéités de microstructures et de microtextures dans une billette et leur influence sur la dispersion de propriétés mécaniques..... 109

1.	Introduction	109
2.	Dispersion des propriétés mécaniques dans une billette de microstructure bimodale	110
2.1.	Influence de la direction de prélèvement	110
2.2.	Influence de la localisation	112
3.	Texture cristallographique des billettes	114
3.1.	Texture de la phase β	114
3.2.	Texture de la phase α	117
3.3.	Relations entre texture et propriétés mécaniques	118
4.	Caractérisation des hétérogénéités de microstructure et microtexture	120
4.1.	Caractérisation de la microtexture des billettes	120
4.2.	Hétérogénéités à l'échelle de la billette : différences entre le cœur et la peau	131
5.	Etude de faciès de rupture	139
5.1.	Eprouvette de ductilité minimale	139

5.2. Eprouvette de résistance mécanique minimale.....	146
6. Discussion sur l'influence des hétérogénéités de microstructure et de microtexture sur les propriétés mécaniques en traction.....	157
7. Conclusions partielles.....	158
Chapitre 5 : Caractérisation des hétérogénéités de microstructures et de microtextures dans une tranche matricée et leur influence sur les durées de vie en fatigue.....	161
1. Introduction.....	161
2. Microstructure, microtexture et texture de la tranche forgée dans la couture et en dehors	162
2.1. Analyse morphologique.....	162
2.2. Texture et microtexture	167
3. Comportement en fatigue et analyse fractographique classique des tranches forgées	173
3.1. Durées de vie en fatigue.....	173
3.2. Sélection des éprouvettes pour l'analyse.....	173
3.3. Analyse fractographique	175
4. Microtexture au voisinage des sites de type 1.....	185
4.1. Microtexture de la phase β	185
4.2. Microstructure et microtexture des nodules α_p	187
4.3. Microstructure et microtexture des lamelles α_s	189
4.4. Bilan	190
5. Microtexture au voisinage des sites de type 2 ou de "déchaussement"	192
5.1. Microtexture de la phase β	192
5.2. Microstructure et microtexture des nodules α_p	195
5.3. Microstructure et microtexture des lamelles α_s	197
5.4. Analyse des frontières du site	200
5.5. Apport de coupes FIB pour l'étude locale de la microstructure	202
5.6. Bilan	215
6. Conclusions.....	217
 Conclusion générale et perspectives	 221
 Références	 229

Introduction générale

Les alliages de titane β -métastables sont de plus en plus utilisés dans les applications aéronautiques et aérospatiales où la température reste modérée ($<300^{\circ}\text{C}$). En particulier l'alliage de notre étude, le Ti-10V-2Fe-3Al, possède des propriétés rapportées à la densité élevées (notamment sa résistance mécanique et sa limite d'endurance) tout en gardant une ductilité et une ténacité correctes. De plus, sa capacité à répondre aux traitements thermiques permet d'obtenir une large gamme de microstructures d'emploi et donc des propriétés mécaniques. Ces traitements exploitent principalement la transformation de la phase β (cubique centrée), stable à haute température, en phase α (hexagonale compacte) plus stable à température ambiante. Ces caractéristiques rendent le Ti-10V-2Fe-3Al très attractif pour la fabrication de composants structuraux massifs tels que certaines parties du fuselage et des trains d'atterrissage. Il contribue ainsi à réduire la masse des avions qui gagnent ainsi en efficacité énergétique.

Cependant, les propriétés finales de ces alliages peuvent être très sensibles aux variations locales de microstructures et microtextures souvent mal maîtrisées lors du forgeage de pièces massives. Dans notre cas d'étude, la microstructure d'emploi est biphasée et bimodale. Elle comprend de la phase α sous forme de nodules et de lamelles enchevêtrées englobée dans une matrice β . De plus, cette microstructure est hétérogène et multi-échelle, ce qui contribue à la dispersion des propriétés mécaniques. La microtexture et la texture cristallographique ont également une énorme influence sur les propriétés finales car les phases α et β sont fortement anisotropes élastiquement et plastiquement.

La microstructure et la texture sont le résultat d'un procédé industriel complexe où les traitements thermomécaniques s'appuient sur la transformation de phase $\beta \leftrightarrow \alpha$. Les demi-produits (billettes) sont obtenus à partir d'un lingot par compressions orthogonales successives dans le domaine β puis $\alpha+\beta$. Ces billettes sont ensuite matricées en un brut de forge qui acquiert ses propriétés finales après un traitement thermique de vieillissement. Dans ce chemin thermomécanique, chaque étape joue un rôle important sur la distribution spatiale et cristallographique des constituants et donc sur les propriétés d'emploi.

Le but principal de cette thèse est donc de comprendre l'origine de la dispersion des propriétés mécaniques dans les demi-produits et pièces matricées en Ti-10V-2Fe-3Al. Ces travaux ont été réalisés dans le cadre d'une thèse CIFRE associant le Laboratoire de Matériaux et Procédés Spéciaux de Safran Landing Systems (SLS) situé à Bidos et le Laboratoire d'Etudes des Microstructures et Mécanique des Matériaux (LEM3) de l'Université de Lorraine situé à Metz. Ce mémoire présente une synthèse de ces travaux en cinq chapitres.

Dans le **chapitre 1**, l'étude bibliographique a pour objectif de décrire les hétérogénéités de microstructure et de texture rencontrées dans la littérature, de présenter leurs mécanismes de

formation et de déterminer leur influence sur les propriétés mécaniques. Cette partie est précédée par une présentation générale des alliages β métastables, de leurs propriétés et des mécanismes microstructuraux permettant d'obtenir leur microstructure d'emploi.

En complément de l'étude bibliographique, dans le **chapitre 2**, une étude théorique a été réalisée à l'aide de modèles micromécaniques et analytiques. Elle nous a permis de mettre en évidence que l'anisotropie de la phase β bien que n'ayant qu'une faible influence sur le comportement macroscopique, engendre des contraintes d'incompatibilité très importantes aux interfaces entre grains, en particulier lorsque la texture (ou la microtexture) est marquée.

Le **chapitre 3** présente les moyens expérimentaux mis en œuvre dans cette thèse : le matériau d'étude et sa microstructure, les campagnes d'essais mécaniques et les nombreuses techniques de caractérisation des microstructures, des textures et des faciès de rupture qui ont été nécessaires pour s'adapter au caractère multi échelle de la microstructure. La diffraction des neutrons, l'imagerie électronique couplée à l'analyse d'image et l'EBSD ont permis d'obtenir des données statistiques à l'échelle macroscopique. À l'échelle mésoscopique, les différents constituants de la microstructure ont pu être analysés séparément grâce à des techniques de reconstruction des microtextures de haute température. Enfin, à une échelle sub-microscopique, le microscope électronique avec une colonne ionique (FIB) a été utilisé pour isoler des régions d'intérêt pouvant ensuite être caractérisées en 3D ou par la technique TKD (Transmission Kikuchi Diffraction).

La caractérisation approfondie d'une billette est présentée dans le **chapitre 4**. La campagne d'essais de traction commence par mettre en évidence une grande dispersion de propriétés mécaniques. En parallèle, une caractérisation fine a révélé le caractère hétérogène et multi-échelle de la microstructure qui est expliqué en relation avec le procédé de fabrication. En particulier, il est montré que les constituants microstructuraux sont localement regroupés en domaines cristallins largement plus grands que ceux attendus d'une caractérisation classique. Des analyses des faciès de ruptures de deux éprouvettes ont permis aussi de pointer des configurations responsables de l'abaissement des propriétés mécaniques localement. L'ensemble est discuté de manière à relier la genèse des hétérogénéités au procédé et hiérarchiser les constituants selon leur influence sur les propriétés.

Le **chapitre 5** montre comment l'étape de matriçage modifie la microtexture et les propriétés mécaniques des billettes en introduisant de nouvelles disparités dans le matériau notamment au niveau du plan de joint des matrices aussi appelé couture. Dans cette zone, l'écoulement de matière est très différent et affecte la microstructure. Une campagne d'essais de fatigue a mis en évidence une grande dispersion des durées de vies et l'occurrence de deux types de sites d'amorçage avec des mécanismes de rupture a priori différents. La caractérisation fine des sites d'amorçage et de leur environnement a été réalisée par polissage manuel du faciès couplé à des acquisitions EBSD, mais également en utilisant deux techniques locales et complémentaires : l'imagerie 3D par MEB-FIB (Focus Ion Beam) et la technique TKD-on axis sur lame mince prélevée par FIB. L'ensemble des résultats est discuté pour identifier les configurations à l'origine des baisses de propriétés.

Chapitre 1:

Analyse bibliographique

1. Introduction

Le but de cette thèse est de mieux comprendre l'influence des hétérogénéités de microstructures, de microtextures et de textures sur les propriétés mécaniques de l'alliage de titane Ti-10V-2Fe-3Al. Dans cette revue de littérature, nous commençons par situer l'alliage de l'étude par rapport aux autres alliages de titane en décrivant brièvement les microstructures d'emploi.

La section suivante traite des mécanismes de formation de différents constituants de la microstructure en lien avec le procédé. Nous discutons d'abord des microstructures issues d'une transformation de phase et des mécanismes de sélection de variantes puis des mécanismes actifs en cours de déformation à haute température et lors des recuits ultérieurs. En s'appuyant sur ces mécanismes, nous décrivons ensuite comment le procédé peut produire des microstructures et des microtextures hétérogènes au sein de pièces industrielles en décrivant également la nature de ces hétérogénéités.

Enfin, la dernière section présente les relations entre la microstructure au sens large (incluant microtexture et texture) et les propriétés mécaniques. Nous présentons d'abord les propriétés élastiques et plastiques des phases α et β à température ambiante. Les deux dernières sections sont dédiées au comportement mécanique en traction et en fatigue et s'attardent en particulier sur leur relation avec les différents constituants de la microstructure et leurs hétérogénéités.

2. Les alliages de titane

2.1. Le titane pur et la cristallographie de la transformation de phases.

Le titane pur est un métal de transition léger de numéro atomique 22. Il présente deux structures cristallines stables:

- La **phase α** , stable à une température inférieure à 882°C. Elle présente une structure hexagonale pseudo-compacte (hcp) schématisée dans la Figure 1-1, de paramètres de maille $a = 0,295$ nm et $c = 0,4682$ nm à 25°C. Le rapport c/a , égal à 1,587, est inférieur à la valeur théorique de 1,633 de la structure hexagonale compacte idéale.
- La **phase β** , stable de 882°C jusqu'à sa température de fusion à 1670°C. Elle possède une structure cubique centrée (cc) schématisée dans la figure 1 avec un paramètre de maille $a=0,332$ nm à 900°C [1]

La transformation allotropique se fait en respectant la relation d'orientation (RO) proposée par Burgers pour le zirconium (Figure 1-1) [2]:

$$\begin{aligned} &\text{plans } \{110\}_\beta // \{0002\}_\alpha \\ &\text{directions } \langle -11-1 \rangle_\beta // \langle 2-1-10 \rangle_\alpha \\ &\text{directions } \langle -112 \rangle_\beta // \langle 01-10 \rangle_\alpha \end{aligned}$$

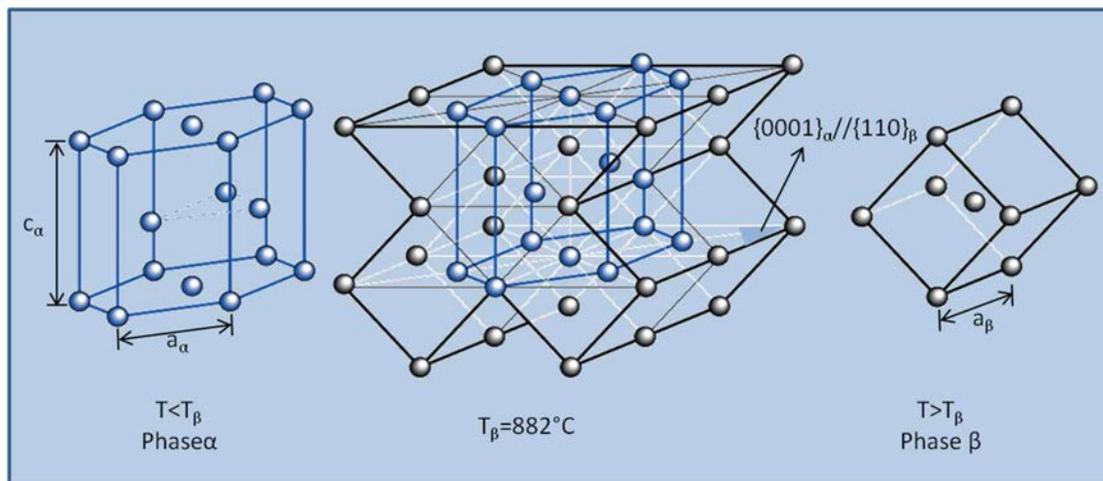


Figure 1-1 Transformation allotropique et relation de Burgers

2.2. Éléments d'alliage et classification des alliages de titane

Dans les applications industrielles, le titane est généralement employé sous forme d'alliage. Les éléments d'addition se classent en deux catégories : ceux qui stabilisent la phase α sont dit α -gènes et ceux qui stabilisent la phase β , β -gènes. Ils modifient les températures de transformation de phase, en particulier celle de transition $\alpha+\beta \rightarrow \beta$ qui est appelée transus β (notée T_β). Ceci est illustré

dans la Figure 1-2 qui présente la relation entre teneur en éléments d'alliages, phases présentes à température ambiante et le type d'alliage résultant [3].

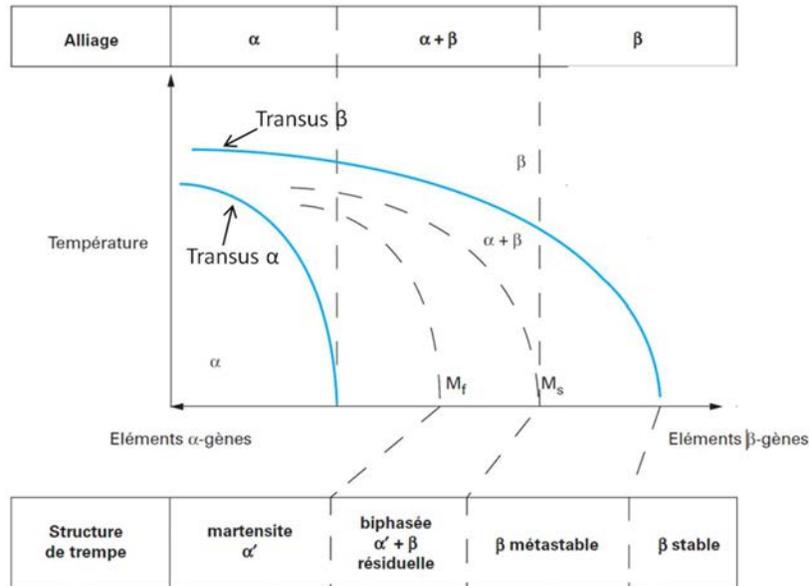


Figure 1-2 Diagramme de phases pseudo-binaire applicable aux alliages de titane [3]

Les éléments α-gènes augmentent la valeur de T_{β} élargissant ainsi le domaine α vers les températures plus élevées. Parmi les principaux éléments α-gènes, il y a l'aluminium (Al), le zirconium (Zr), l'étain (Sn), l'oxygène (O), le carbone (C) et l'azote (N). La teneur en éléments α-gènes peut s'évaluer selon la relation empirique suivante [4]:

$$[Al]_{eq} = [Al] + \frac{[Zr]}{6} + \frac{[Sn]}{3} + 10([O] + 2[N] + [C])$$

Généralement, la teneur en [Al] ne dépasse pas les 7% (fraction massique) dans un alliage de titane pour éviter la précipitation locale de phase α_2 fragilisante (composé intermétallique Ti_3Al).

Les éléments β-gènes abaissent la valeur de T_{β} et donc élargissent le domaine β vers les températures plus basses. Parmi les éléments β-gènes, on peut distinguer deux catégories :

- **les éléments β isomorphes**, miscibles en toutes proportions dans la phase β comme l'hydrogène (H), le molybdène (Mo), le vanadium (V) et le niobium (Nb) ;
- **les éléments β eutectoïdes**, pouvant former des précipités, tels que : le manganèse (Mn), le fer (Fe), le chrome (Cr), le silicium (Si), le nickel (Ni) et le cuivre (Cu) [3].

La teneur en éléments β-gènes s'évalue selon la relation empirique [5]:

$$[Mo]_{eq} = [Mo] + 0.6[V] + 0.44[W] + 0.28[Nb] + 0.22[Ta] + 1.25[Cr] + 1.22[Ni] + 1.7[Co] + 2.5[Fe]$$

Un $[Mo]_{eq}$ important indique un alliage avec une phase β fortement stabilisée. Les effets des éléments α -gènes et β -gènes sont approximativement additifs.

Les alliages de titane peuvent être classés en 5 catégories selon les phases présentes à température ambiante (Figure 1-2).

- Les **alliages α** : Ils comportent 100% de phase α à température ambiante.
- Les alliages **quasi- α** : Ils possèdent très peu de phase β stable, ils sont proches des alliages α .
- Les **alliages $\alpha + \beta$** : Il est possible d'obtenir une grande diversité de microstructures et donc de propriétés en faisant varier différents facteurs tels que les quantités d'éléments d'addition, les températures de mise en solution et de revenu ainsi que les vitesses de refroidissement.
- les **quasi- β ou β métastables**: Ils possèdent moins de phase α et sont proches des alliages β . Ils peuvent même conserver la phase β à température ambiante à l'état métastable après hypertrempe. Cette nuance d'alliages répond très bien aux traitements thermiques [3].
- Les alliages **β** : La phase β est stable thermodynamiquement ou faiblement métastable à température ambiante.

Le Tableau 1-1 résume les avantages et inconvénients de chaque type d'alliage.

Tableau 1-1 Avantages et inconvénients de chaque type d'alliage de titane [3]

Alliage	Avantages	Inconvénients
Alliages α et Quasi-α	Bonne stabilité sous contrainte à chaud. Faible allongement en fluage ($T < 650^\circ\text{C}$). Bonne soudabilité.	Ductilité au pliage inférieure à celle des alliages β . Transformation à chaud demandant plus de puissance mécanique. Peu de réponse aux traitements thermiques.
Alliages $\alpha + \beta$	Caractéristiques mécaniques élevées par traitements thermiques. Assez bonne ductilité. Bonne stabilité sous contrainte à chaud ($T < 500^\circ\text{C}$). Assez bonne résistance à l'oxydation.	Soudabilité fonction de la nuance et du procédé de soudage. Ductilité des soudures inférieure à celle des alliages α . Trempeabilité limitée.
Alliages quasi-β	Excellente ductilité et résistance moyenne à l'état trempé. Possibilité d'obtention de très hautes résistances, éventuellement après conformation à froid. Trempeabilité élevée.	Moins bonne tenue à l'oxydation et au fluage. Faible stabilité à chaud sous contrainte ; température d'emploi maximale : $350 < T_{max} < 450^\circ\text{C}$ selon la nuance.

2.3. L'alliage de titane Ti-10V-2Fe-3Al

L'alliage qui fait l'objet de notre étude est le Ti-10V-2Fe-3Al. C'est un alliage de titane β -métastable qui a été développé dans les années 1970. Il est très utilisé pour des pièces critiques en aéronautique comme les trains d'atterrissage et les rotors grâce à un excellent rapport entre sa limite d'endurance et sa masse volumique (Figure 1-3). Par ailleurs, il présente également de bonnes propriétés mécaniques : résistance mécanique et ductilité. Un autre avantage de cet alliage est que ses propriétés mécaniques restent stables jusqu'à 315°C [6].

Les éléments d'alliage suivant entrent en solution solide de substitution :

- le **vanadium** (10 %m.) : β -gène, il augmente la ductilité mais diminue la tenue à la corrosion;
- le **fer** (2 %m.) : β -gène, il améliore le compromis résistance-ductilité-fluage à température modérée;
- l'**aluminium** (3 %m.) : α -gène, il durcit la phase α , augmente la résistance et la tenue au fluage mais diminue la ductilité.

Son transus $T\beta$, situé entre 780°C et 830°C, permet une mise en forme à une température inférieure à celle du Ti-6Al-4V.

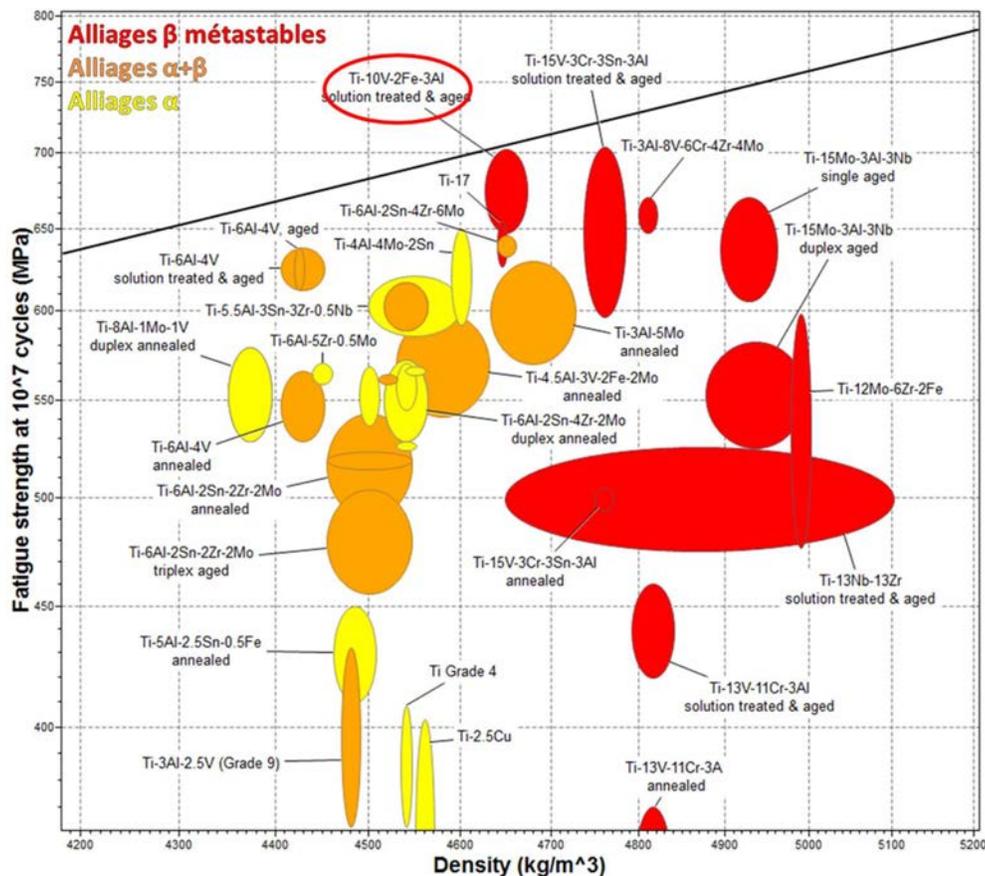


Figure 1-3 Diagramme d'Ashby présentant la limite d'endurance vs. masse volumique des alliages de titane de la base de donnée CES Edupack 2017 [7]

2.4. Microstructures typiques

Les alliages β -métastables peuvent présenter un grand éventail de microstructures grâce à leur capacité à retenir après trempe 100% de phase β dans un état métastable. Cette section présente les microstructures typiques rencontrées dans ces alliages.

Selon les séquences de traitements thermiques et thermomécaniques, trois grandes familles de microstructures sont couramment employées dans l'industrie :

- Les microstructures « lamellaires » ou « Widmanstätten »
- Les microstructures « nodulaires »
- Les microstructures « bimodales »

2.4.1. Microstructure lamellaire

Les microstructures lamellaires ont deux constituants: les lamelles de phase α et la phase β résiduelle qui se trouve entre ces lamelles comme « matrice ». Une microstructure typique est schématisée dans la Figure 1-4.

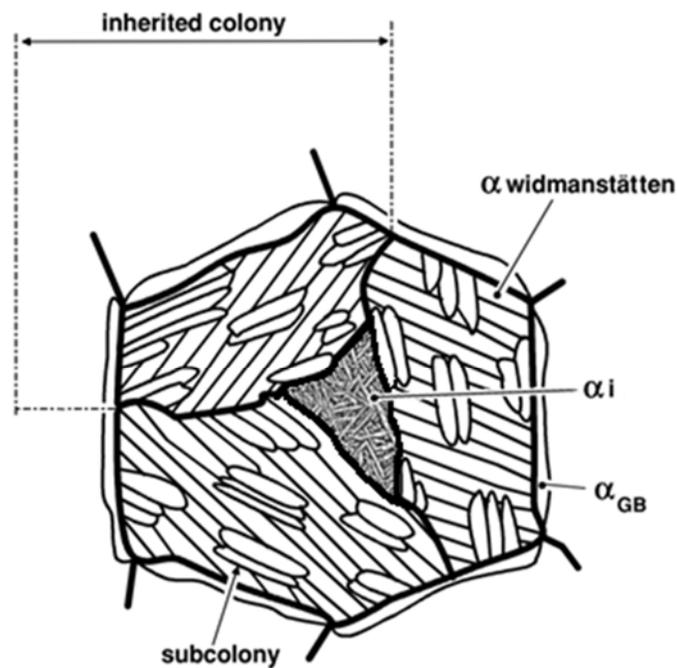


Figure 1-4 Schéma d'une microstructure lamellaire (adapté de [8])

Les microstructures lamellaires sont le résultat d'un refroidissement à vitesse modérée depuis le domaine β jusqu'à température ambiante (Figure 1-5). La précipitation de phase α commence le long des joints de grains β sous forme de liserés appelés α_{GB} (α grain boundary), puis des colonies de lamelles α (α_{WGB}) se forment à partir du liseré α_{GB} en héritant son orientation cristallographique et

enfin, de la phase α_i (pour α intragranulaire) peut précipiter sous forme de lamelles enchevêtrées ou de petites colonies formant une microstructure caractéristique dite en "panier tressé" ou "basket weave »[9].

Ces microstructures présentent une grande résistance mécanique mais une ductilité limitée notamment par la présence des liserés α_{GB} [9]. Le cycle thermique permettant d'obtenir ces microstructures est schématisé sur la Figure 1-5 et est détaillé dans la section 3.1.

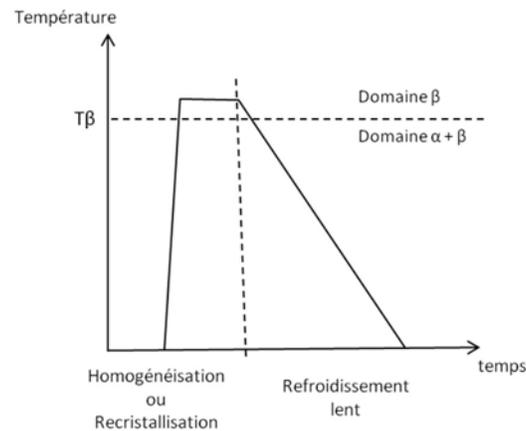


Figure 1-5 Traitements thermomécaniques pour l'obtention de microstructures lamellaires

2.4.2. Microstructure nodulaire

Les microstructures nodulaires sont composées de phase α sous forme de nodules équiaxes appelés α_p (α primaires) dispersés dans une matrice de phase β (Figure 1-6). Les nodules α_p permettent de limiter la croissance des grains β recristallisés. Ce type de microstructures présente une résistance mécanique inférieure mais une meilleure ductilité que les microstructures lamellaires.

Le procédé d'obtention consiste en une déformation à chaud suivie d'une recristallisation dans le domaine $\alpha + \beta$ comme schématisé dans la Figure 1-7. Ces étapes doivent être répétées au moins deux fois pour créer une microstructure où la phase α a entièrement globularisé. Les mécanismes mis en jeu lors de la globularisation de la phase α sont détaillés dans la section 3.3.2.

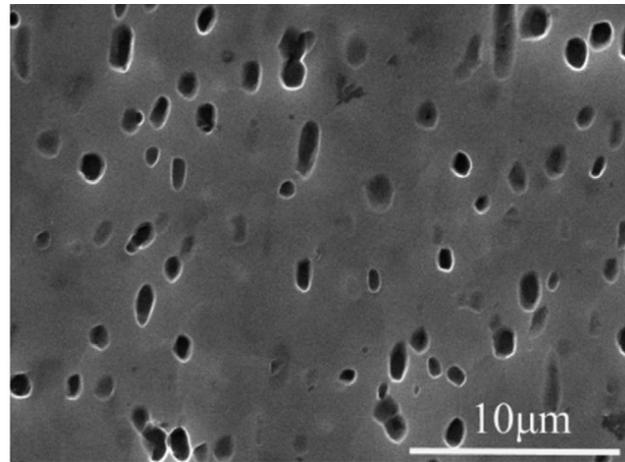


Figure 1-6 Microstructure nodulaire[10]

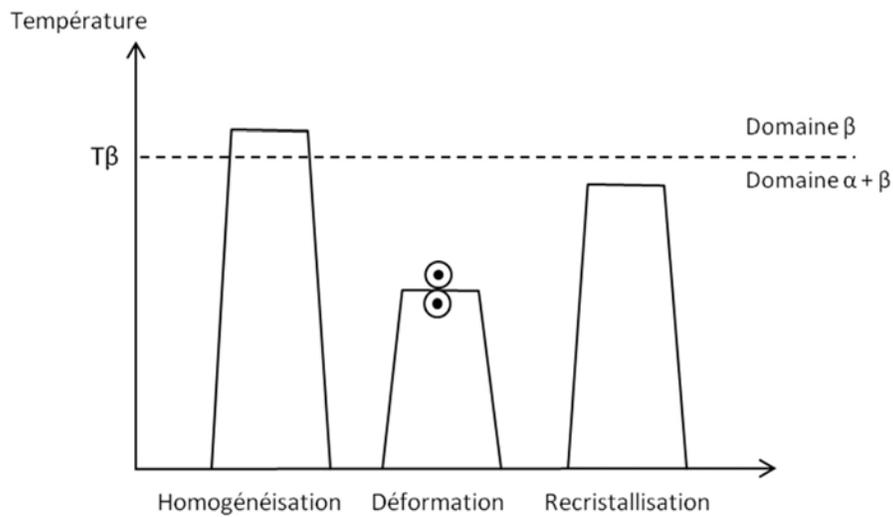


Figure 1-7 Traitements thermomécaniques pour l'obtention de microstructures nodulaires[9]

2.4.3. Microstructure bimodale

Une approche pour éviter les conséquences négatives des liserés α_{GB} sur la ductilité tout en gardant une grande résistance mécanique, consiste à former une microstructure bimodale [9]. La Figure 1-8 montre une image BSE typique de cette microstructure. Celle-ci est similaire à une microstructure nodulaire mais la phase β alors métastable a été partiellement transformée en phase α au cours d'un traitement de vieillissement (Figure 1-9). Cette phase α est alors qualifiée d' α_s par opposition aux nodules α_p déjà présents.

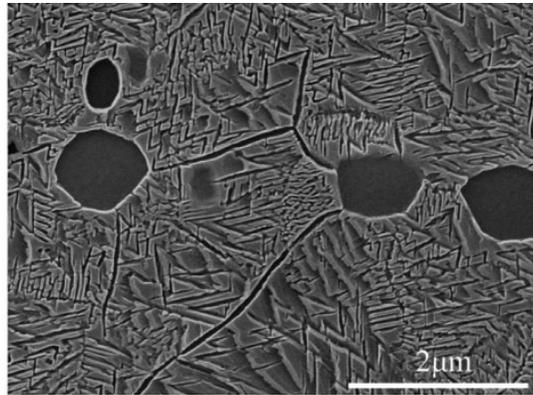


Figure 1-8 Microstructure bimodale [10]

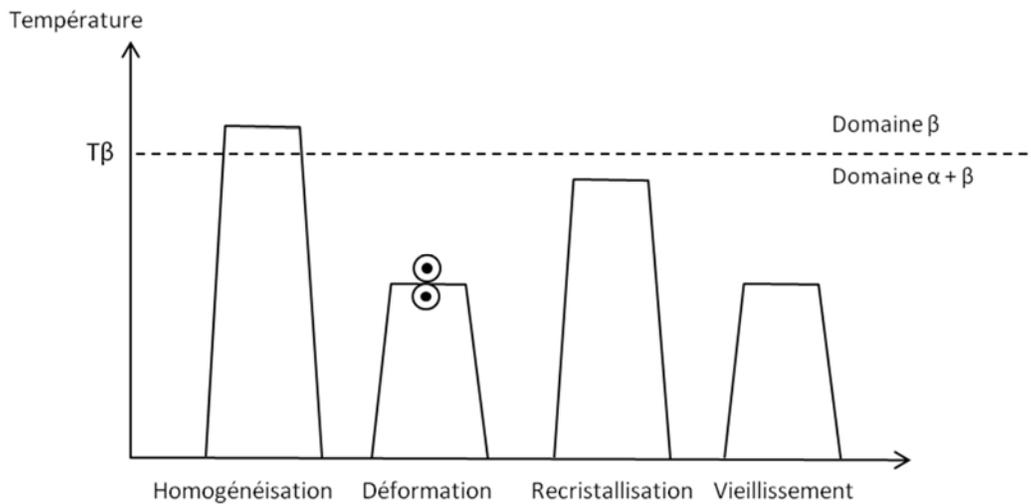


Figure 1-9 Procédés pour obtention de microstructures bimodales [9]

3. Mécanismes de formation de microstructures, microtextures et textures

Pour comprendre l'origine des hétérogénéités de microstructures présentes dans les pièces industrielles, il est nécessaire d'abord de bien maîtriser les mécanismes élémentaires de leur formation.

3.1. Transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$ et sélection de variantes

Dans les alliages β métastables lors d'un refroidissement depuis le domaine β , la transformation de $\beta \rightarrow \alpha$ est essentiellement contrôlée par diffusion et produit des microstructures lamellaires comme présentées à la section 2.4.1. La séquence de précipitation (α_{GB} , α_{WGB} , α_i) est schématisée dans la Figure 1-10.

Pour des alliages à forte teneur en éléments β -gènes et donc avec des températures de transformation plus basses, les colonies deviennent progressivement plus petites avec moins de lamelles, et la précipitation de la phase α se fait principalement sous forme de α_i [9].

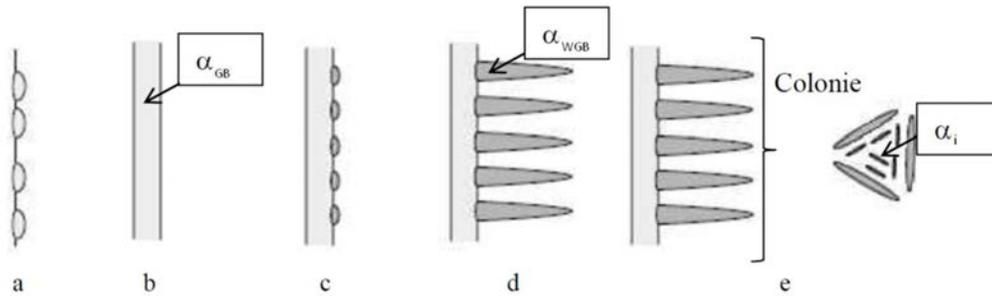


Figure 1-10 Schéma de précipitation de la phase α lors d'une trempe lente depuis le domaine β dans les alliages de titane: germination de phase α aux joints de grains (a), croissance d'un liseré de phase α_{GB} le long du joint de grains (b), germination de la phase α_{WGB} à l'interface α_{GB}/β (c), croissance d'une colonie de lamelles α_{WGB} depuis le joint (d) et apparition des lamelles α_i au sein du grain β dans certains cas (e) [11]–[13]

Les textures α résultantes peuvent être estimées directement à partir de la texture β car la transformation respecte la relation de Burgers. Selon cette relation, un cristal β peut donner naissance à 12 orientations cristallines α distinctes que l'on appelle variantes et un cristal α peut donner 6 orientations β [14]. Lorsque toutes les variantes α héritées d'une orientation β apparaissent avec une probabilité statistique égale, la transformation est dite sans sélection de variantes. Dans ce cas, la multiplication des orientations a tendance à diminuer la texture locale. Au contraire, dans une transformation avec sélection de variantes, certaines variantes α se forment plus fréquemment et/ou s'organisent topologiquement de manière non aléatoire. Glen et Pugh [15] ont déterminé qu'un monocristal pouvait donner naissance à de nombreuses orientations après la double transformation (41 pour le cycle $\beta \rightarrow \alpha \rightarrow \beta$ et 57 pour le cycle $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$). En pratique, il ne s'en forme souvent qu'une seule: celle de départ [3], [15], [16]. Cette expérience met bien en évidence la forte propension des alliages de titane à la sélection de variantes. On dit que les alliages de titane ont une forte hérédité de texture [17]. En conséquence, la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ peut renforcer la microtexture au lieu de l'atténuer.

Les trois constituants d'une microstructure lamellaire (α_{GB} , α_{WGB} , α_i) sont régis par des mécanismes de sélection de variantes différents car leur précipitation a lieu séquentiellement et sur des défauts distincts (joints de grains, interfaces α/β , dislocations).

3.1.1. Sélection de variantes des α_{GB}

En absence de déformation des grains β , les liserés α_{GB} ont souvent une orientation unique tout le long du joint de grain. D'après Furuhashi et al., ceux-ci se forment par coalescence de plusieurs précipités dont l'orientation unique résulte d'une forte sélection de variantes [18]. Cependant des travaux plus récents en microscopie 3D ont montré que des précipités discontinus en 2D pouvaient être connexes en 3D et reliés à une ligne triple [19]. Le mécanisme sous-jacent serait une précipitation au point quadruple suivi d'un mouillage du plan de joint de grain [20]. La situation est différente lorsque les grains β ont été déformés. L'intersection entre les joints de grains β et les bandes de glissement sont alors des sites de précipitation privilégiés et la structure des dislocations locales influence alors la sélection de variantes. Dans ce cas, aucun critère simple ne permet alors de prédire la variante sélectionnée [21].

De nombreux critères ont été proposés pour la précipitation au joint de grain en absence de déformation. Une variante α_{GB} est toujours en relation d'orientation de Burgers avec un des grains β (le grain parent). Le grain adjacent peut alors être qualifié de grain *non-parent*. Les critères de sélection de variantes se divisent en deux catégories selon que la variante sélectionnée peut être prédite uniquement à partir de la désorientation avec le grain non-parent (3 paramètres) ou à partir de la description complète du joint de grain (5 paramètres).

Sélection de variantes à partir de la désorientation entre grains β :

Battacharyya et al. ont observé qu'une variante était sélectionnée de sorte à aligner son plan $(0001)_\alpha$ avec un plan (110) du grain β non-parent [22]. Plus récemment, Shi a montré que ce mécanisme n'était qu'un cas particulier d'un mécanisme plus général où la variante sélectionnée est celle qui minimise l'écart à la relation de Burgers avec le grain non-parent [23]. Le mécanisme sous-jacent est la création d'interfaces α/β de faible énergie qui remplacent le joint β/β de plus forte énergie. Ce mécanisme est respecté lorsque l'écart angulaire à la RO est inférieur à un angle qui est compris entre 10° [24] et 15° [23].

Sélection de variantes à partir des caractéristiques complète du joint de grain β :

La désorientation entre grains β ne représente que 3 des 5 paramètres qui permettent de caractériser complètement un joint de grain. Les deux paramètres restant sont les deux angles d'inclinaison du plan de joint dans le cristal de référence et ne peuvent être déterminés complètement que par des mesures 3D ce qui les rend plus difficiles à observer ou à intégrer à des modèles. Parmi les critères exploitant ces 5 paramètres, les travaux de Furuhashi et al. [21] et de Lee et al. [25] ont montré que la variante α pouvait être sélectionnée de manière à ce que la direction $\langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$ du précipité qui est parallèle à la direction $\langle 111 \rangle_\beta$ du grain parent fasse un angle minimal avec le plan de joint de grain. Furuhashi et al. [21] a établi que cette condition permet de maximiser la fraction de joint de grains β/β transformée par précipitation. Parmi les douze variantes du grain parent, 3 peuvent respecter ce critère et ont leurs pôles basaux $\{0001\}_\alpha$ à 60° les uns des autres.

Un autre critère a été proposé par Shi et al. [23]. La précipitation de la phase α aux joints de grains β , se fait de façon à ce que le plan $\{-1100\}_\alpha // \{2\bar{1}\bar{1}\}_\beta$, ou plan d'habitat (plan invariant pendant la transformation $\beta \rightarrow \alpha$) soit parallèle ou avec un angle minimum avec le plan de joint de grains [23]. Pour Lee et al. [26], [27], l'angle d'inclinaison entre le plan de joint de grain et le plan d'habitat d'un précipité a une influence significative sur la barrière de germination.

3.1.2. Sélection de variantes des α_{WGB}

La morphologie α_{WGB} se forme par diffusion en s'appuyant sur les liserés α_{GB} . Cette croissance se fait en rejetant les éléments β -gènes entre les lamelles et permet ainsi de stabiliser de la phase β interlamellaire. La largeur des lamelles dépend de la vitesse de refroidissement et leur plan d'habitat est proche de $\{334\}_\beta$. En ce qui concerne la sélection de variantes, les α_{WGB} héritent leur orientation cristallographique du liseré α_{GB} sur lequel ils s'appuient et croissent en relation de Burgers du côté du grain parent de l' α_{GB} . Par opposition du côté du grain non-parent, se forment généralement des précipités α_i [25]

Une exception notable se produit lorsque l' α_{GB} s'est formé en respectant la relation de Burgers avec le grain non-parent. Dans ce cas, des colonies α_{WGB} se forment de part et d'autre du joint de grain formant ce qui est qualifié de structure en plume [28]. Ces structures sont d'ailleurs suspectées de diminuer la tenue en fatigue des microstructures lamellaires [28].

3.1.3. Sélection de variantes des α_i

La morphologie α_i se forme à l'intérieur des grains β sur les défauts présents dans les grains tels que les dislocations ou peut être influencée par la présence de variantes déjà formées. La sélection de variante est tributaire des conditions de refroidissement. Plus le refroidissement est rapide moins la sélection de variantes est prononcée [29].

Influence des dislocations : Furuha et al. [18] ont établi que la variante pouvait être sélectionnée de sorte que la déformation maximale due à la transformation soit parallèle au vecteur de Burgers des dislocations. Selon Qiu et al. [29], c'est plutôt l'énergie d'interaction élastique qui permet de prédire la sélection d'une variante. L'effet est peu marqué pour les dislocations vis, mais est significatif pour les dislocations coins et mixtes où l'énergie élastique est très supérieure à la force motrice chimique de germination. L'orientation du plan d'habitat par rapport à la ligne de dislocation joue aussi un rôle important mais seulement lors de la croissance des variantes et pas lors de la germination.

Enfin, lorsque la densité de dislocations est très importante suite à une déformation par exemple, un autre mécanisme de sélection des variantes opère. Gey et al. [30] ont trouvé dans le cas du Ti-6Al-4V, que le système de glissement activé ($\{1\ 1\ 2\}_\beta <1\ 1\ 1>_\beta$ ou $\{1\ 1\ 0\}_\beta <1\ 1\ 1>_\beta$) déterminait aussi les plans et directions denses impliqués dans la relation de Burgers de la variante sélectionnée.

Sélection de variantes en présence d' α_i : La précipitation d'une variante crée un champ de contraintes élastiques tel qu'il peut plastifier localement la phase β [31]. Les variantes adjacentes précipitant ultérieurement sont alors sélectionnées de sorte à compenser ce champ de contraintes (ou les dislocations résultantes de la plastification). Ces groupements de variantes appelés auto-accommodants ont été rapportés dans le titane pur par Wang et al. [32] après transformation martensitique, mais aussi dans des alliages après transformation diffusive [25].

Généralement, la sélection des variantes auto-accommodantes est étudiée par EBSD en comparant la distribution expérimentale des désorientations entre variantes à la fréquence théorique des désorientations lorsque les variantes adjacentes sont aléatoires (Tableau 1-2).

Wang. et al. [32] ont observé que les variantes avec une désorientation de type 2 et 4 se forment fréquemment et l'expliquent par la minimisation de la déformation de transformation. En particulier, ceux avec une désorientation de type 2 forment une structure en triangle particulièrement remarquable (Figure 1-11).

Par contre, Van Bohemen et al. observent dans un alliage de titane que le type 6 se forme fréquemment et cela au détriment du type 4 [33]. Ils en concluent que la minimisation de la déformation de transformation ne suffit pas à expliquer la sélection des variantes lors de la précipitation α_i et que d'autres mécanismes peuvent jouer.

Tableau 1-2 Les types de joints α/α classés selon axe/angle de désorientation et leur fréquence théorique d'apparition[32].

Type	Désorientation	Fréquence théorique (%)
1	Identité	-
2	[11-20]/60°	18,2
3	[-10 -7 17 3]/60,83°	36,4
4	[-10 5 5-3]/63,26°	18,2
5	[7 -17 10 0]/90°	18,2
6	[0001]/10,53°	9,1

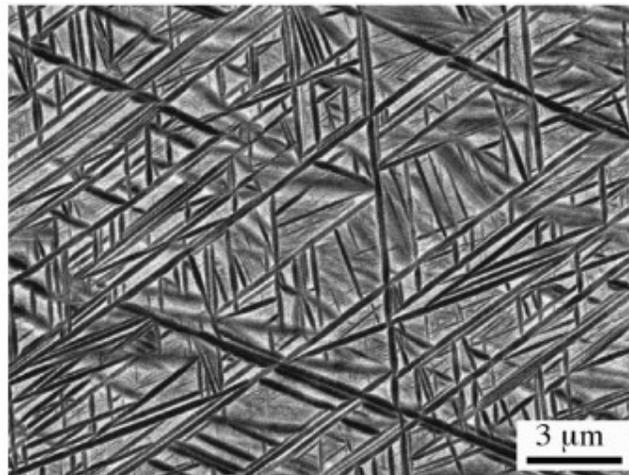


Figure 1-11 Image BSE d'une microstructure en triangle dans un Ti-4Al-4Mo-2Sn [25]

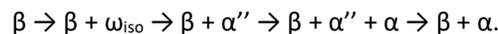
3.1.4. Formation de la phase α_s lors du vieillissement

Le traitement de vieillissement produit le durcissement du matériau à partir de la modification de la morphologie, de la répartition, de la composition et de la quantité des phases en présence, comparativement à son état normalisé [3]. Les lamelles α_s formées lors du vieillissement peuvent précipiter selon le même mécanisme diffusif que celui décrit dans la section 3.1. (α_{GB} , α_{WGB} , α_i) comme montré par Dehmas et al. [13] dans leur étude de l'alliage Ti 17. Elles pourraient donc suivre les mêmes critères de sélection de variantes. Toutefois, selon la vitesse de réchauffement du matériau, la précipitation α_{WGB} et α_i peut être réalisée à partir d'une phase intermédiaire, la phase ω ou la phase α'' .

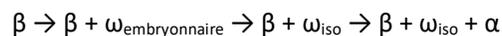
Phase ω : Cette phase peut apparaître soit lors du refroidissement rapide (ω athermique), soit au cours d'un traitement thermique (ω isotherme). Dans un domaine de températures compris entre 200° et 500°C, la décomposition isotherme de la phase β de certains alliages conduit à des dureté et fragilité exceptionnellement élevées [3]. Ce phénomène a été attribué à la formation transitoire de la phase ω initialement cohérente avec la matrice, invisible au microscope optique. Plusieurs travaux indiquent que la précipitation de la phase ω_{iso} permet une distribution des précipités α nanométriques plus uniforme et fine [34], [35]. Cette phase est décrite comme étant de maille hexagonale compacte avec trois atomes par maille et un rapport c/a égale à 1,613 [34], [36]. Pour l'éviter dans les alliages qui y sont susceptibles, la trempe doit être énergique; elle est suivie d'un vieillissement suffisamment long à des températures assez élevées (généralement supérieures à 425°C) pour assurer la dissolution des germes ω éventuellement formés [3]. Notons également que la présence d'aluminium permet d'éviter (ou du moins retarder) la formation de cette phase fragilisante [3].

Phase α'' : C'est une phase orthorhombique, précipitant sous contrainte dans la matrice β métastable [3].

Le chemin de précipitation dépend de la vitesse de réchauffement. Pour un réchauffement lent, Settefrati et al. [37] ont montré pour l'alliage Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr, qu'une microstructure 100% β suivait la séquence de précipitation suivante:



Cependant, Li et al. [38], qui ont étudié la transformation de phases dans l'alliage Ti-6Cr-5Mo-5V-4Al, ont établi la séquence de précipitation suivante:

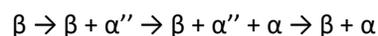


Dans ce cas, la phase ω_{iso} précipite en deux étapes distinctes:

- (1) la formation de $\omega_{embryonnaire}$ par transformation structurale displacive.
- (2) suivi d'un changement radical de la chimie par diffusion lorsqu'une taille critique est atteinte.

Prima et al. [35], [39] observé dans un alliage Ti 6.8Mo-4.5Fr--1.5AL. que la précipitation de la phase α lors du vieillissement s'initie sous forme de lamelle nanométrique par un mécanisme de déplacement au sein des précipités ω_{iso} ellipsoïdales. Après la disparition de la phase ω_{iso} , la croissances des précipités α est contrôlée par la mobilité des interfaces α/β , par un mécanisme diffusif dans la matrice β plus pauvre en éléments β -gènes

Pour des vitesses de réchauffement intermédiaires, Settefrati et al. [37] ont déterminé que la séquence de précipitation devient:



Dans le même travail, ils indiquent que la formation des variantes α_s auto-accommodantes serait liée à la formation directe de la phase α'' . Cette séquence de précipitation a été aussi observée par Aeby-Gautier et al. [40] dans l'étude de l'alliage Ti 17 et du Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr.

Enfin, pour des vitesses de réchauffement élevées, la transformation est directement $\beta \rightarrow \beta + \alpha$.

3.2. Mécanismes actifs lors de déformation à haute-température

3.2.1. Plasticité de la phase β

Lors des compressions successives à haute température, les grains ont tendance à s'allonger perpendiculairement à l'axe de déformation et sont donc caractérisés par un facteur de forme élevé [41]. La déformation plastique de la phase β se déroule par mouvement de dislocations sur les plans cristallographiques $\{110\}$, $\{112\}$, $\{123\}$, suivant la direction de plus grande compacité $\langle 111 \rangle$ (Tableau 1-3).

Tableau 1-3 : Systèmes de glissement dans la phase β .

Vecteur de Burgers	Plan de Glissement	Nombre
$\langle 111 \rangle$	$\{110\}$	12
$\langle 111 \rangle$	$\{112\}$	12
$\langle 111 \rangle$	$\{123\}$	24

En règle générale, le glissement est activé dans un système lorsque la cission résolue sur ce système atteint la cission critique. Ainsi la loi de Schmid [42] est souvent utilisée pour prédire les systèmes plus propices à la plasticité. La Figure 1-12a montre sur une figure de pôle inverse les valeurs du facteur de Schmid des différentes orientations cristallographiques en prenant en compte les trois familles de systèmes de glissement. Les systèmes activés préférentiellement sont ceux appartenant aux familles de plans $\{110\}$ et $\{112\}$, car ils présentent la plus grande compacité [43]. Cependant, certains travaux ont montré que la loi de Schmid n'est pas toujours applicable dans les matériaux cubiques centrés [44].

Un autre mécanisme de déformation a été reporté par G.I Taylor [45]. Il décrit le glissement dans les cristaux cubiques centrés comme du glissement "pencil glide $\langle 111 \rangle$ ". Dans ce mécanisme, le glissement peut se produire sur tout plan contenant une direction $\langle 111 \rangle$. Pour une direction de glissement $\langle 111 \rangle$ donnée, le plan de glissement opératoire est celui où la scission résolue est maximale. La Figure 1-12b montre les facteurs de Schmid du glissement type pencil glide $\langle 111 \rangle$ dans le cas de la traction uniaxiale, le triangle standard est divisé en deux régions ayant une direction de glissement $\langle 111 \rangle$ différente [46]. L'activation ou non des systèmes de glissement est un élément clé du développement de textures.

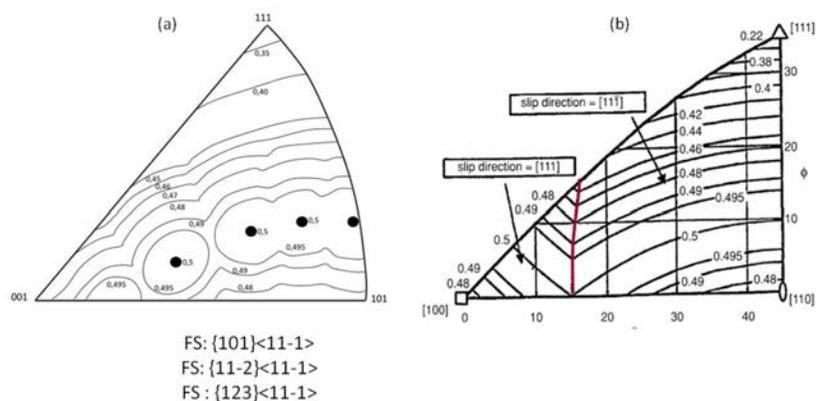


Figure 1-12 : Facteur de Schmid pour (a) les systèmes de glissement $[11]$ et (b) pour le glissement type pencil glide des cristaux cubiques centrés. [46]

3.2.2. Plasticité de la phase α en présence de β

La déformation dans le domaine biphasé est plus complexe car elle fait intervenir les mécanismes de déformation des deux phases et l'interaction des dislocations aux joints de phases.

La plasticité de la phase α à haute température opère principalement par mouvement de dislocations sur les quatre familles de systèmes de glissement présentées dans le Tableau 1-4. Il faut noter ici que la phase α est beaucoup moins ductile que la phase β car présentant un nombre de systèmes de glissement (12 + 12 plus difficiles à activer) notablement inférieure à cette dernière (48). La phase α est connue pour ne pas macler lors de la déformation à haute température [47] ou très peu [48].

Tableau 1-4 : Systèmes de glissement dans la phase α . et les scissions critiques mesurées dans le titane pur.

Type	Vecteur de Burgers	Plan de Glissement	Nb de systèmes	Ti CP (750°C) [47]
Basal < a >	<11-20>	{0001}	3	8.2 MPa
Prismatique < a >	<11-20>	{10-10}	3	8.2 MPa
Pyramidal < a >	<11-20>	{1 0-11}	6	8.2 MPa
Pyramidal de 1 ^{er} ordre < c+a >	<11-23>	{10-11}	6	82 MPa
Pyramidal de 2 nd ordre < c+a >	<11-23>	{11-22}	6	82 MPa

Comme dans le cas de la phase β , les systèmes qui présentent la scission critique résolue maximale sont activés. La scission critique de chacun de ces systèmes est influencée par les éléments d'alliage de la phase α et par la température. Les systèmes de glissement dominants sont le basal (0001)<11-

20> et le prismatique $\{10\cdot10\}\langle 11\cdot20\rangle$. Les directions de glissement $\langle 11\cdot20\rangle$ dans ces systèmes sont perpendiculaires à l'axe $\langle c\rangle$, et par conséquent ne permettent pas d'accommoder la déformation des grains avec un axe $\langle c\rangle$ parallèle à la direction de sollicitation. Dans ce cas, le glissement pyramidal dans les directions $\langle 11\cdot23\rangle$ devient possible. Les plans de glissement contenant cette direction sont le plan pyramidal de premier ordre $\{10\cdot11\}$ et le plan pyramidal de second ordre $\{11\cdot22\}$. La scission critique de ces systèmes pyramidaux est un ordre plus élevée que celle des systèmes basaux et prismatiques. Les alliages de titane présentent donc une réponse plastique anisotrope.

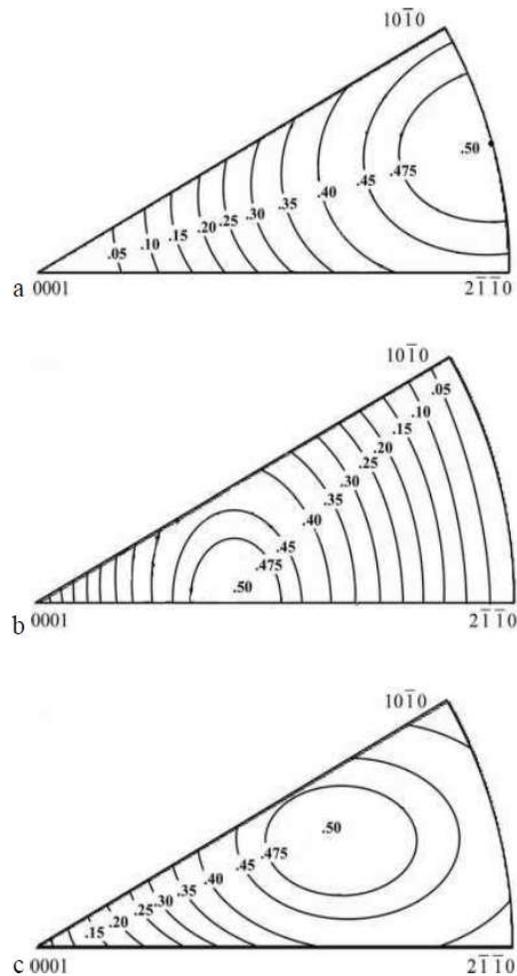


Figure 1-13 Lignes de niveau indiquant le facteur de Schmid maximal des systèmes de glissement de (a) type prismatique, (b) basal et (c) pyramidal pour la phase α du titane représentés sur une figure de pôle inverse.[11]

Aux joints d'interphase α/β , deux mécanismes peuvent opérer : soit les dislocations s'y accumulent produisant ainsi un écrouissage ; soit elles peuvent la traverser. Dans ce dernier cas, le glissement est continu aux joints de phases et offre peu de résistance au glissement [49]. Cette transmission est notamment possible lorsque les phases α et β sont en relation d'orientation de Burgers. Il est

important de souligner que chaque variante héritée de la relation de Burgers partage deux systèmes de glissement avec son cristal parent β (un sur les plans $\{110\}_\beta$ et un sur les plans $\{112\}_\beta$), ce qui peut permettre une continuité du déplacement des dislocations et bandes de cisaillement entre les deux phases lors de la plastification. Suri et al. ont étudié la transmission du glissement sur des monocolonies (monocristal β qui après transformation ne contient qu'une seule colonie de Widmanstätten). Ils ont remarqué que plus les directions et plans de glissement sont alignés, plus la transmission de dislocations est aisée. Dans le cas contraire, la transmission opère tout de même mais laisse des dislocations résiduelles qui s'accroissent à l'interface α/β [49].

3.2.3. Mécanismes d'adoucissement dynamiques

Plusieurs mécanismes d'adoucissement permettent de diminuer la quantité de dislocations introduites par la déformation. Les mécanismes présentés ci-dessous sont qualifiés de dynamiques car opérant simultanément avec la déformation. Plusieurs travaux indiquent que la restauration dynamique est le mécanisme prédominant d'adoucissement dans les alliages $\alpha+\beta$ et β métastable [50]. Poletti et al. [51] ont montré pour le Ti-6Al-4V et le Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr, à grande vitesse de déformation, que la relaxation du matériau par restauration dynamique est suivie par une recristallisation dynamique continue, et que seulement à vitesse de déformation modérée, la restauration dynamique est prédominante.

Restauration dynamique

La restauration dynamique se produit par l'annihilation de dislocations de signes opposés ou par réarrangement de celles-ci pour constituer des sous-joints de faible désorientation. Avec la progression de la déformation, ces sous-grains vont se désorienter jusqu'à pouvoir être considérés comme des grains indépendants. Ce mécanisme est courant dans les matériaux ayant une forte énergie de faute d'empilement, car il nécessite une grande mobilité des dislocations. [52]. Robertson et McShane [53] considèrent dans leurs études du Ti-10V-2Fe-3Al que le mécanisme d'adoucissement prédominant lors de la déformation dans les domaines β et α/β est la restauration dynamique car les sous-grains β sont facilement observés dans l'état β forgé.

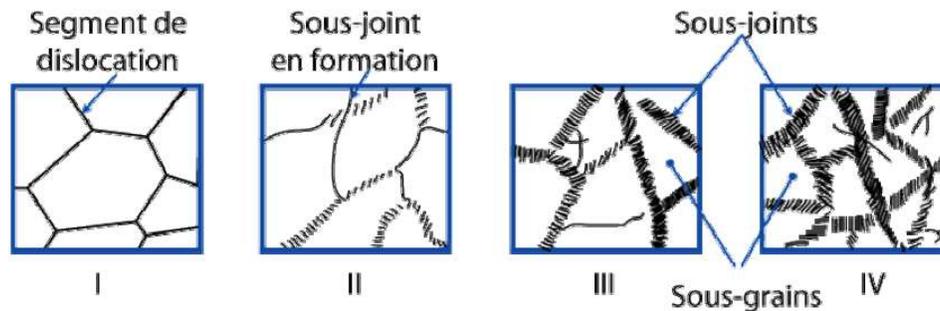


Figure 1-14 Schéma de la restauration dynamique[52]

Recristallisation dynamique discontinue

Dans le cas de matériaux dont les dislocations sont peu mobiles (à faible énergie de défaut d'empilement), la germination et croissance des nouveaux grains est possible là où il existe un gradient de densité de dislocations (joints de grains, points triples et bandes de cisaillement). La croissance des germes s'effectue au détriment de la matrice écrouie. La recrystallisation dynamique discontinue peut conduire à deux types de structures schématisées dans la Figure 1-15: une recrystallisation en collier ou une recrystallisation cyclique. Ce mécanisme permet l'élimination d'un grand nombre de dislocations par migration des joints de grains, et il est donc responsable d'un adoucissement important durant la déformation à chaud. [52]

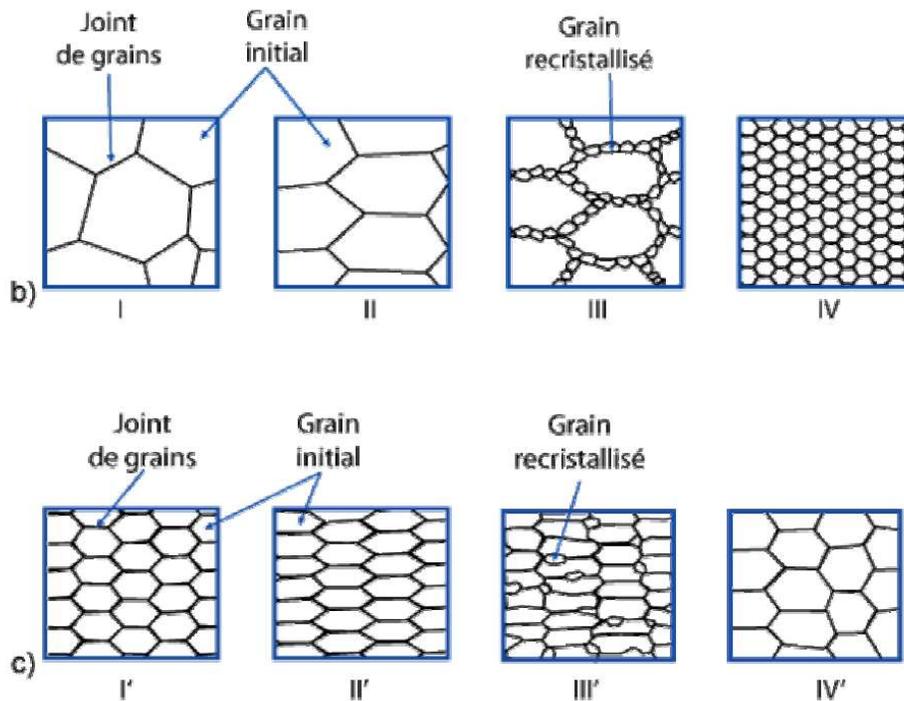


Figure 1-15 Schéma de la recrystallisation b) en collier c) cyclique[52]

Même si la restauration dynamique est le mécanisme prédominant d'adoucissement [50], [53], différents auteurs ont rapporté que les deux mécanismes d'adoucissement sont actifs dans les alliages de titane [51], [54]. En réalité, Weiss et Semiatin parlent plutôt de recrystallisation métadynamique dans le sens où la germination de nouveaux grains n'a pas lieu à proprement parler. Des sous-grains restaurés suffisamment désorientés par rapports à leurs voisins servent de précurseurs et croissent dans la matrice écrouie comme des grains recrystallisés [54]. Cette recrystallisation sélective dans des régions de forte déformation le long des joints de grains β produits des microstructures hétérogènes. À l'intérieur des grains β la restauration dynamique domine due à la force motrice réduite pour la recrystallisation.

Lors de déformation dans le domaine $\alpha+\beta$, la recrystallisation dynamique prend une part plus importante, comme l'ont rapporté Furuhashi et al. [55] dans leur étude sur le Ti-10V-2Fe-3Al. À faible

taux de déformation, la phase β plastifie en premier. Les dislocations s'accumulent alors dans la phase β à proximités des interphases α/β qui constituent alors des sites privilégiés pour l'apparition de nouveaux grains β . Avec l'augmentation de la déformation, la phase α plastifie également et forme des sous-grains par un mécanisme de restauration [54]. Par ailleurs, Raghunathan et al. [56] ont montré qu'il existait une forte influence de la vitesse de déformation. Aux fortes vitesses, la phase β restaure peu, la phase α se déforme peu et une texture de déformation β se développe. Avec la diminution de la vitesse de déformation, la restauration dynamique devient le mécanisme qui contrôle l'évolution des microstructures.

3.3. Mécanismes actifs lors d'un recuit isotherme

3.3.1. Recristallisation et croissance de grain de la phase β

Lors d'un recuit isotherme à haute température, la phase β subit d'abord une recristallisation primaire suivie d'une croissance de grains. La recristallisation est normalement caractérisée par l'apparition de nouveaux grains par germination et croissance qui se développent au détriment des régions déformées [54]. Par contre, dans les alliages de titane, il a été montré que le mécanisme est différent. On parle plutôt de méta-recristallisation [57]. Dans ce mécanisme, les grains restaurés des composantes minoritaires de la texture jouent un rôle important. Ils sont par définition entourés de joints de fortes désorientations très mobiles qui conduisent à la disparition des plus petits grains mais à la croissance rapide des gros grains. Cela se traduit par une évolution de texture où la composante principale s'atténue au profit de la composante minoritaire.

La croissance de grain a été étudiée par Ivasishin et al. [58]. Cette croissance étant contrôlée par la mobilité des joints de grains, les évolutions de microstructure et de texture sont semblables à celles opérant lors de la recristallisation et les cinétiques seront donc très dépendantes de la texture initiale.

La recristallisation a également été étudiée suite à une déformation dans le domaine $\alpha+\beta$. Barnett et al. [59] ont remarqué après déformation et recuit dans le domaine $\alpha+\beta$, que des grands grains β sont recristallisés de façon homogène en grains β plus fins avec des angles de désorientation corrélés proches d'une distribution aléatoire.

3.3.2. Formation des nodules α_p

Une microstructure bimodale ou nodulaire, s'obtient par déformation dans le domaine $\alpha+\beta$ suivie par un recuit sub-transus. D'après Weiss et al. [60], la globularisation des α_p se fait en deux étapes principales (Figure 1-16):

1) **Formation de sous-joints α/α** par restauration dynamique et statique. La fragmentation de la microstructure lamellaire en sous-grains est plus efficace dans les grains où les systèmes de glissement prismatique et basal sont opérationnels simultanément. Dans les régions plus dures où seuls les systèmes prismatique ou pyramidal $\langle c+a \rangle$ opèrent, des bandes de cisaillement peuvent se développer, produisant du "kinking". La formation de bandes de cisaillement concentre la déformation autour des régions dures qui accumulent peu de dislocations. Les lamelles α sont donc fragmentées, soit par formation de sous-joints à l'intérieur des lamelles si la déformation est

homogène, soit par cisaillement local des lamelles, si la déformation est hétérogène. La désorientation entre les sous-grains ainsi formés est faible dans le premier cas et plus importante dans le second.

2) **Pénétration de la phase β** . Après fragmentation des lamelles, la phase β mouille les interfaces α/α en divisant les fragments jusqu'à obtention de l'équilibre des énergies d'interface. Un revenu après déformation assure la formation de la structure équiaxe, avec une taille des nodules qui n'excède pas la largeur des lamelles initiales. La globularisation est plus efficace dans les régions où la déformation est plus intense.

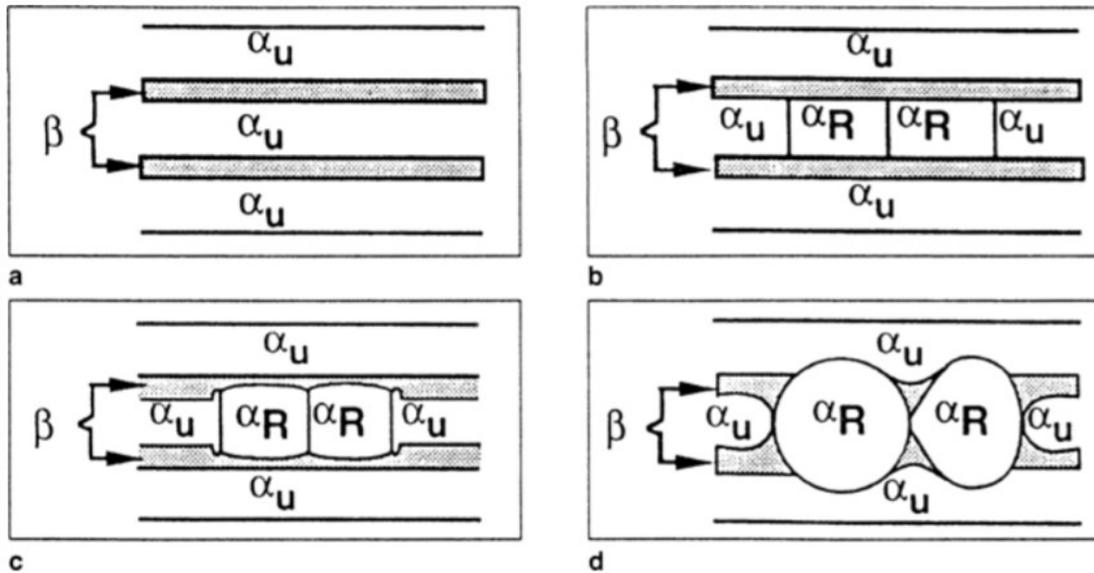


Figure 1-16 Schéma du mécanisme de formation des nodules α_p [61]

3.4. Textures cristallographiques

La déformation n'agit pas seulement sur la taille et morphologie des constituants de la microstructure mais aussi sur leurs orientations cristallographiques [62]–[66]. Des textures cristallographiques marquées induisent des propriétés mécaniques anisotropes. Les variations de texture et de microtexture (texture à l'échelle locale) dans des grandes pièces finales, constituent une grande source d'hétérogénéités et jouent un rôle fondamental dans la dispersion de propriétés mécaniques. Les textures cristallographiques de déformation dépendent des paramètres suivants:

- le **mode de déformation** (laminage unidirectionnel, laminage croisé, forgeage, etc.): il détermine la symétrie de la texture, des exemples sur la phase α sont donnés dans la Figure 1-17.
- le **température de déformation**: elle détermine le type de texture. Aux basses températures, une grande fraction volumique de phase α est présente, et par conséquent une texture α de déformation est développée. Cette texture peut être du type basal ou transverse. Aux températures de déformation plus 'hautes', une fraction volumique plus importante de la phase β est présente, et par conséquent une texture β de déformation est développée. La phase α

hérite alors cette dernière après transformation $\beta \rightarrow \alpha$ via la relation de Burgers . La Figure 1-17 montre schématiquement les différentes textures α qui peuvent être formées lors du laminage et de la compression à différentes températures [67].

- Le **taux et vitesse de déformation**: ils déterminent l'intensité de la texture et la fibre renforcée
- les **microstructures et la texture de départ**.

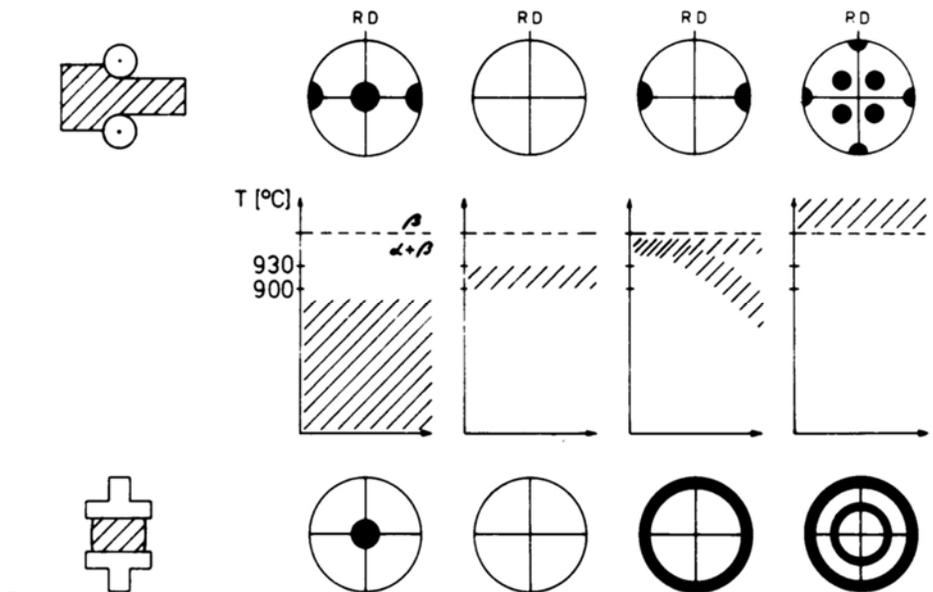


Figure 1-17 Textures cristallographiques schématisées (Figures de pôles 0002 pour la phase α) formées en alliages $\alpha+\beta$ lors de deux modes de déformation différents à températures différentes.[68]

3.4.1. Texture de la phase β

Une compression uniaxiale dans le domaine β conduit à une texture de déformation, formée d'orientations stables à la suite du glissement. Plusieurs études ont souligné le renforcement des textures de fibres $\langle 100 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ parallèle à l'axe de compression [52], [69], [70]. Boas et Schmid ont montré que la fibre $\langle 111 \rangle$ parallèle à l'axe de compression se développe lorsque les systèmes $\{110\}\langle 111 \rangle$ sont actifs et les deux fibres $\langle 111 \rangle + \langle 100 \rangle$ lorsque se rajoute les systèmes $\{112\}\langle 111 \rangle$. Le renforcement de ces deux fibres dans les alliages de titane a été observé par Chaussy et Le Corre [69], [70]. La vitesse de déformation a un impact sur l'activation des différents systèmes de glissement et donc sur la fibre renforcée: à faible vitesse, seulement la fibre $\langle 100 \rangle$ est renforcée et avec l'augmentation de la vitesse de déformation, la fibre $\langle 111 \rangle$ devient plus forte au détriment de la $\langle 100 \rangle$. La Figure 1-18 illustre comment les orientations cristallines tournent vers ces deux fibres stables sous compression.

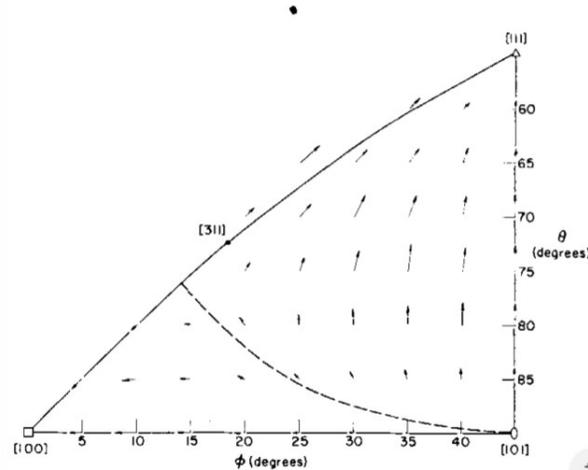


Figure 1-18 Rotations calculées avec le modèle de Taylor en utilisant le mode de déformation pencil glide pour une compression de 5 PCT. La ligne pointillée sépare les grains qui tournent vers $\langle 100 \rangle$ de ceux qui tournent vers $\langle 111 \rangle$ [71]

La recristallisation change aussi la texture. En effet, les grains recristallisés issus d'une germination ont des orientations cristallographiques aléatoires, alors que les grains restaurés gardent une orientation cristallographique proche de celle du grain d'origine. Expérimentalement, Chaussy a constaté qu'un maintien en température après déformation, fait disparaître la texture $\langle 111 \rangle$ et affaiblit la texture $\langle 100 \rangle$. Elle en conclut que la composante $\langle 111 \rangle$ est moins stable en recristallisation que la composante $\langle 100 \rangle$ [70]. Notons que la disparition de cette fibre a aussi été notée par Delfosse sur le Ti-17 [52].

3.4.2. Texture de la phase α

Dans le domaine $\alpha+\beta$, la température de déformation contrôle la fraction volumique de phase α présente. À basse température, la texture est une texture α de déformation (texture basale, basale/transverse ou transverse) [67]. Avec l'augmentation de la température, la fraction de phase β augmente. La texture hérite alors des composantes de déformation β via la relation de Burgers avec éventuellement un mécanisme de sélection de variantes qui peut encore renforcer la texture. La Figure 1-17 montre comme exemple différentes texture résultantes selon le mode et température de déformation.

3.5. Résumé des relations entre paramètres du procédé et la microstructure

Chaque étape du procédé a une influence plus ou moins marquée sur la microstructure finale. La synthèse des relations entre paramètres du procédé et microstructure réalisée par Duval dans sa thèse résume bien ces relations [11].

Tableau 1-5 Influences des paramètres des traitements thermomécaniques sur la microstructure [11]

Étape	Paramètres du procédé	Influence microstructurale
Homogénéisation	Température de maintien	Taille des grains β
	Temps de maintien	
Déformation	Type de déformation	Symétrie de texture
	Taux de déformation	Densité de dislocations
		Sous structures de grains β
	Vitesse de déformation	Recristallisation β
		Fibre renforcée et intensité de texture
Température de déformation	Fibre renforcée	
Recristallisation	Température de recuit	Structure en « collier » aux joints β
	Durée de recuit	Taille maximale de colonies α_s
	Vitesse de refroidissement	Taille et fraction des nodules α_p
		Type de texture α et/ou β
		Taux de phase α_p
Vieillessement	Vitesse de refroidissement	Forme des nodules α_p
		Taille des colonies α_{wgb}
		Taille des lamelles α
		Épaisseur des sous-joints de grains α_{gb}
Vieillessement	Vitesse de refroidissement	Apparition de α_2 et/ou ω
		Taille des colonies α_{WGB}
		Taille des lamelles α
Vieillessement	Vitesse de refroidissement	Épaisseur du liseré α_{GB} aux joints de grains

4. Formation des hétérogénéités de microstructures et de texture

Chaque étape du procédé de fabrication influence la microstructure du produit final. Même si les forgerons cherchent à obtenir un produit le plus homogène possible, la taille des produits, les nombreux paramètres du procédé et la forte hérédité des alliages de titane rendent cette tâche difficile. Cette section décrit la nature des hétérogénéités observées dans différents demi-produits en expliquant leur origine.

4.1. Hétérogénéités des lingots

Les lingots sont des pièces de fonderie qui sont hétérogènes par nature. Glavicic et al. [72] ont analysé la microstructure et la texture d'un lingot du 915mm de diamètre en Ti-64 (Figure 1-19). Ils ont montré que, les grains β à cœur sont équiaxes et la texture peu marquée. À l'opposé, les grains β en peau sont colonnaires et présentent une très forte texture où la fibre (100) est alignée dans une direction radiale. Dans tous les cas, les grains sont grossiers et leur diamètre peut atteindre plusieurs dizaines de millimètres. Outre le gradient de microstructure, certains éléments chimiques (Fe, Cr, Mn, V et Cu) ont tendance à ségréger et modifient localement la température de transus $T\beta$ [73]



Figure 1-19 Macrographie d'un lingot de 915mm de diamètre montrant les différentes morphologies des grains β [72].

4.2. Hétérogénéités dues à la conversion

La conversion d'un lingot en billette, consiste en une suite de compressions d'abord dans le domaine β puis $\alpha+\beta$. Deux géométries peuvent être employées : on parle de « cogging » pour des compressions dans deux directions radiales perpendiculaires et d'« upsetting » dans la direction axiale, l'alternance cogging / upsetting visant à raffiner au mieux la microstructure grossière du lingot. Selon Semiatin et al. [61], le couple température / vitesse de déformation est un paramètre qui influence beaucoup l'homogénéité de la microstructure. En effet, la fenêtre de température de déformation idéale est réduite et les gradients peuvent être forts surtout en périphérie où le matériau est en contact avec l'outillage. Ces gradients peuvent être tels qu'en fin de conversion, la périphérie peut déjà être dans le domaine $\alpha+\beta$ alors que le cœur est encore à une température supérieure au transus. Par ailleurs, la gamme de vitesse permettant d'activer la recristallisation dynamique est très réduite (Figure 1-20) [74]. Un recuit de recristallisation β post-déformation vise alors à obtenir une taille de grain β homogène (entre 100 μm et 1mm).

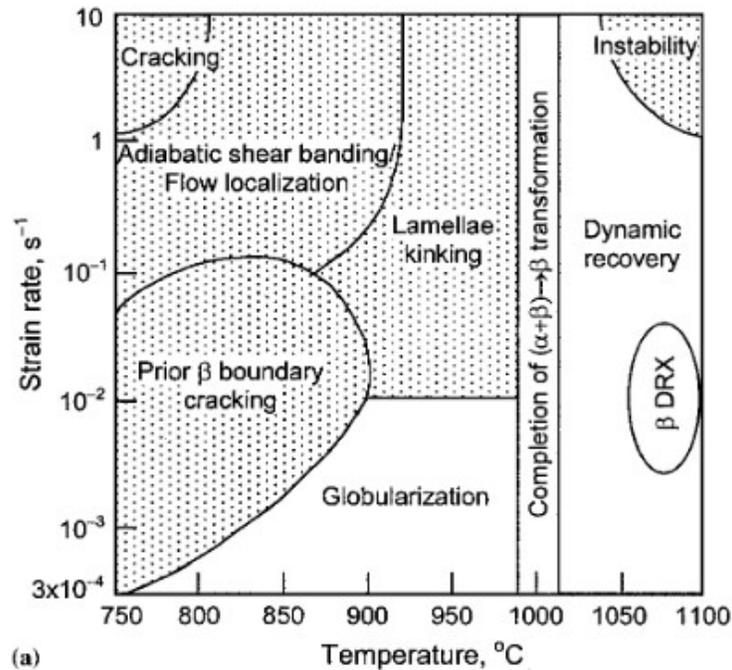


Figure 1-20 : Mécanismes actifs lors de la conversion dans les domaines β et $\alpha+\beta$ du Ti-6Al-4V [74]

Enfin, le cogging introduit un gradient de déformation dans le matériau qui peut induire des variations de microstructure et de texture. En effet, des hétérogénéités de déformations lors de la compression sont souvent observées sous la forme de bandes de cisaillement macroscopiques [75]. Ce type d'hétérogénéités lié au taux de déformation est souvent appelé "croix du forgeron". Ces hétérogénéités sont encore plus marquées plus la température est basse et la vitesse de déformation élevée [75]. Semiatin et al. ont montré que le taux de globularisation est sensible au premier ordre au taux de déformation et à la vitesse de déformation et au second ordre à la microstructure initiale et à la température [76]. Venkatesh et al. [77] ont modélisé la répartition de la déformation dans une billette de Ti-6Al-4V. Ils ont pu montrer qu'il est possible d'avoir une déformation homogène selon la direction axiale lorsqu'un pas de cogging adapté est choisi. Par contre, radialement, la déformation hétérogène induit un gradient de microstructure. Ceci est illustré sur la Figure 1-21 qui présente la distribution du taux de phase α globularisée dans la section transversale d'une billette au cours de cogging [78]. Pilchak et al. [79] ont également relevé des variations de morphologie des nodules dont le facteur de forme augmente lorsqu'on se rapproche de la périphérie des billettes.

La texture des billettes dépend aussi très fortement de la localisation. Davies a mesuré la texture à de nombreuses positions dans une billette de 250mm de diamètre soit par EBSD soit par diffraction de neutrons. Il a montré que malgré la forme circulaire de la billette, la texture était marquée par les premières étapes de cogging où les compressions successives sont orthogonales [64]. Par ailleurs, Pilchak et al. [79], ont également montré des variations de texture avec le diamètre des billettes probablement à cause des variations du taux de corroyage.

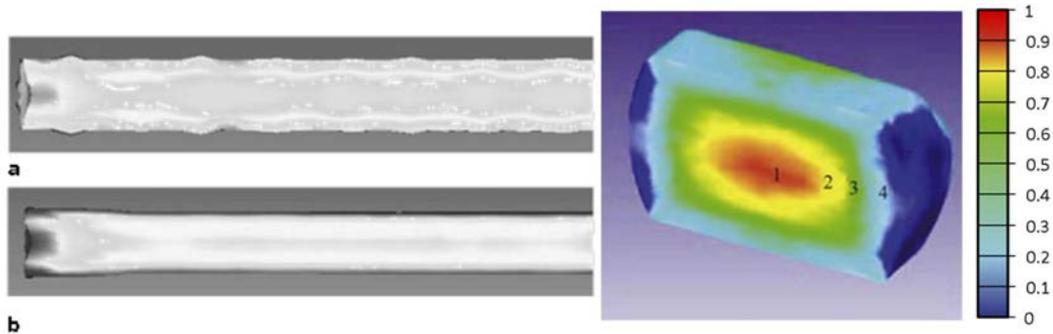


Figure 1-21 (a) et (b) niveau d'iso-déformation dans une billette dans le plan DA/DR, deux pas de cogging différents ont été utilisés [77]. Fraction de phase α globularisée dynamiquement dans une billette au cours du cogging (adapté de [78])

4.3. Hétérogénéités des billettes et des pièces industrielles

4.3.1. Description des macrozones

La microstructure finale des billettes et des pièces industrielles est également hétérogène. Dans certains alliages $\alpha+\beta$ de microstructure bimodale ou équiaxe, la distribution spatiale des grains α_p n'est pas homogène. Ce type d'hétérogénéité appelé "macrozone" [80] consiste en un regroupement de nodules α_p de même orientation et ayant souvent un facteur de forme important (rapport entre les axes long et court des grains). La présence de macrozones α n'est pas obligatoirement associée à la présence de macrozones β [63], [81]. Plusieurs travaux montrent un lien entre l'existence de ces macrozones et la dispersion des réponses mécaniques [65], [80]–[82]. Davies a classé les macrozones en deux catégories selon leur texture [64]:

- Dans les **macrozones axiales (texture basale)**, les axes c de la phase α_p sont alignés sur l'axe d'élongation des grains β qui est aussi souvent parallèle à l'axe long des grains α .
- Dans les **macrozones transversales**, les grains α_p ont tendance à avoir à la fois leur axe c et un plan $\{10\text{-}10\}$ dans le plan transverse des grains β allongés. Les macrozones les plus grandes et les plus marquées sont souvent de type transversal.

Pilchak et al. [79] ont également étudié la taille des macrozones en fonction de leur localisation dans des billettes de différents diamètres. Les macrozones sont petites à cœur et atteignent leur taille maximale à mi-rayon.

4.3.2. Origine des macrozones

Les mécanismes de formation des macrozones ont été décrits par Germain et al. [65]. Elles sont la conséquence de plusieurs phénomènes distincts:

(1) **La formation initiale de colonies de grand taille:** Suite à la déformation dans le domaine β ou à la recristallisation qui suit, les grains β sont d'une taille allant de la centaine de microns à plusieurs millimètres. Suite au refroidissement, des colonies α_{WGB} de grande taille peuvent se former. Lorsque

de la sélection de variante se produit (structures plumes décrite section 3.1.2), la taille de ces colonies peut même dépasser celle des grains β comme le suggère Glavicic et al. [83].

(2) **La globularisation hétérogène des nodules α_p qui produit peu de nouvelles orientations:** Lors de la conversion dans le domaine $\alpha+\beta$, toutes les lamelles d'une colonie se déforment de la même manière et conservent donc la même orientation, ou au moins un axe c $\langle 0002 \rangle$ parallèle. Le processus de globularisation qui convertit les lamelles α_p déformées en nodules α_p équiaxes est initié pendant la déformation dans le domaine $\alpha+\beta$, amplifié pendant le recuit de recristallisation dans le domaine $\alpha+\beta$. Il ne crée pas beaucoup de nouvelles orientations mais disperse les orientations α autour des orientations des lamelles déformées. La globularisation est particulièrement moins efficace dans les régions où les phases α_p déformées et β sont encore liées par la relation d'orientation de Burgers, on peut alors supposer que moins de dislocations sont épinglées aux interfaces α/β ce qui diminue l'efficacité de la globularisation. Selon Bieler et al [84], l'efficacité de la globularisation des lamelles dépend de l'angle entre l'axe c et la direction de compression avec une efficacité maximale lorsque les systèmes de glissement prismatique et basal ont pu être activés. Dans les régions plus dures où seulement les systèmes prismatique ou pyramidal $\langle c+a \rangle$ opèrent, des bandes de cisaillement peuvent se développer, produisant du "kinking". La formation de bandes de cisaillement concentre la déformation autour des régions dures qui accumulent peu de dislocations, et qui garderont un facteur de forme élevé [84].

(3) **La texture α_p de déformation:** Comme expliqué dans la section 3.4.2, Les alliages de titane développent des textures de déformation marquées à cause du nombre limité de systèmes de glissement de la structure hexagonale [67]. Avec la déformation, des grains d'orientation différente peuvent donc tourner vers la même composante stable de déformation. Ce mécanisme a également été rapporté par Delfosse et al. dans le Ti-17 [85]. Ce mécanisme contribue donc à augmenter la taille des macrozones.

5. Propriétés mécaniques des alliages de titane et leur relation avec les microstructures hétérogènes

Les caractéristiques des différents constituants de la microstructure (phase, fraction volumique, orientation cristallographique, taille, morphologie et distribution spatiale) déterminent les propriétés mécaniques finales en traction et fatigue. Cette section décrit tout d'abord les propriétés élastiques et plastiques à l'échelle du monocristal. Ces données via des modèles à transition d'échelle et en prenant en compte la texture cristallographique peuvent permettre de décrire les propriétés des polycristaux (voir chapitre 2). Les mécanismes de rupture seront discutés ensuite, ainsi que l'influence de chaque constituant de la microstructure et ses hétérogénéités sur les propriétés en traction et en fatigue.

5.1. Comportement élastique

5.1.1. Monocristal de phase α

Un monocristal de titane pur présente un comportement élastique anisotrope à température ambiante dû à sa structure cristalline. Les constantes élastiques mesurées à température ambiante sont données dans le Tableau 1-6. Son module de Young est le plus élevé lorsque la direction de l'axe $\langle c \rangle$ est parallèle à l'axe de sollicitation. Cette direction "rigide" exhibe un module de Young de 145

GPa contre 100 GPa pour une direction perpendiculaire [86]. La Figure 1-22 présente les courbes d'iso-valeurs du module d'Young sur le triangle standard. Cette anisotropie du monocristal induit une anisotropie du polycristal α lorsqu'une texture cristallographique marquée existe [87].

Tableau 1-6: Coefficient d'élasticité du titane pur à température ambiante [GPa]

C_{11}	C_{33}	C_{44}	C_{12}	C_{13}	Ref
162	180	46.7	92	69	[86]

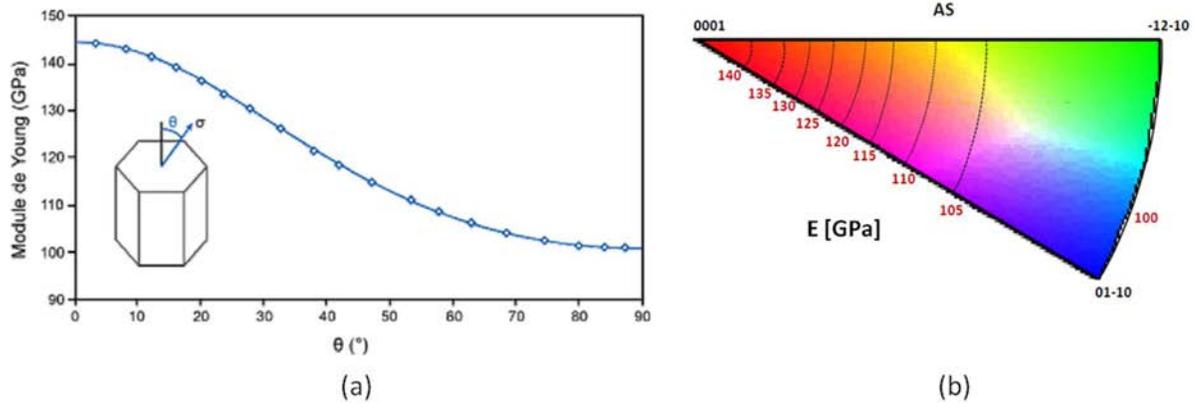


Figure 1-22 (a) Valeur du module de Young à température ambiante en fonction de l'orientation du réseau hexagonal vis à vis de la direction de la contrainte σ [86] (b) Courbes d'iso-valeurs du module d'Young pour le titane α en GPa projetées dans le triangle standard. Code de couleur IPFZ// AS (axe de sollicitation)

5.1.2. Monocristal de phase β

La phase β n'étant stable dans le titane pur qu'à haute température, ses constantes élastiques sont plus difficiles à caractériser que celles de la phase α . Plusieurs méthodes ont été mise en œuvre dans la littérature pour les déterminer. Par exemple, certains auteurs les ont mesurées sur des alliages contenant suffisamment de phase β résiduelle. D'autres ont effectué des mesures à haute température dans le domaine β . En conséquence, les valeurs publiées dans la littérature présentent de grandes disparités et le coefficient d'anisotropie peut varier entre 1,69 et 8,33 selon les auteurs, les alliages ou les techniques de caractérisation (

Tableau 1-7).

Quel que soit le jeu de coefficients C utilisé, la rigidité d'un monocristal β dépend de la direction cristallographique sollicitée. Cela est illustré sur le triangle standard de la Figure 1-23 où les lignes d'iso-module élastique ont été déterminées à partir des valeurs de Brandes et al. [88] ($A=4,58$). Ainsi la direction la plus rigide est la direction [111], la plus souple est la [100], la direction [110] présentant une rigidité intermédiaire.

Tableau 1-7 Constantes d'élasticité pour la phase β et coefficient d'anisotropie élastique selon différents auteurs pour différents alliages de titane.

Références	Constantes d'élasticité [GPa]			Coefficient d'anisotropie	Alliage	Type d'étude
	C_{11}	C_{12}	C_{44}	$A=2C_{44}/(C_{11}-C_{12})$		
Martin, 2012. [89]	100	70	36	2.40	Ti 17-Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr	Modèle autocohérent et éléments finis
Brandes et al., 1992.[88]	134	110	55	4.58	Pur	Mesures par technique de diffraction de neutrons
Petry et al., 1991 [90]	134	110	36	3	Pur	Mesures à haute température par diffraction de neutrons
Herbig, 2011. [91]	153	101	57	2.19	B21S	Mesures par diffraction des rayons-X
Ledbetter et al., 2004. [92]	97.7	82.7	37.5	5.00	Pur	Mesures à haute température par spectroscopie de résonance ultrasonore
Fréour et al., 2011. [93]	167	115	44	1.69	Ti17	Mesures par diffraction des rayons-X
Tane et al., 2008. [94]	65.1	40.5	32.4	2.63	Ti-29Nb-Ta-Zr	Mesures acoustique et approximation de Hill
Raghunathan et al., 2007 [95]	140	128	50	8.33	Ti 10-2-3	Mesures par diffraction des rayons-X et Modèle autocohérent

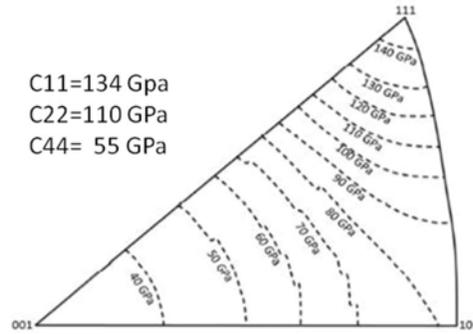


Figure 1-23 Courbes d'iso-valeurs du module d'Young dans l'axe de sollicitation pour la phase β projetées dans le triangle standard. Coefficients de Brandes et al. [88]

5.2. Plasticité des phases

5.2.1. Plasticité de la phase α

Comme nous l'avons vu (voir section 3.2.2), la déformation plastique de la phase α est dominée par le glissement prismatique et basal selon la direction $\langle a \rangle$ [80], [96], [97]. Toutefois le glissement dans une direction $\langle c+a \rangle$ est fondamental du point de vue de la mécanique des milieux continus puisqu'il assure une déformation homogène du matériau. Bridier et al. ont prouvé [98] la coexistence de modes de glissement pyramidaux, basaux et prismatiques dans un Ti-6Al-4V. On peut noter que les scissions critiques dépendent de la composition des phases. Williams et al. ont montré sur des monocristaux que celles-ci évoluaient linéairement avec la composition chimique (Figure 1-24) [99].

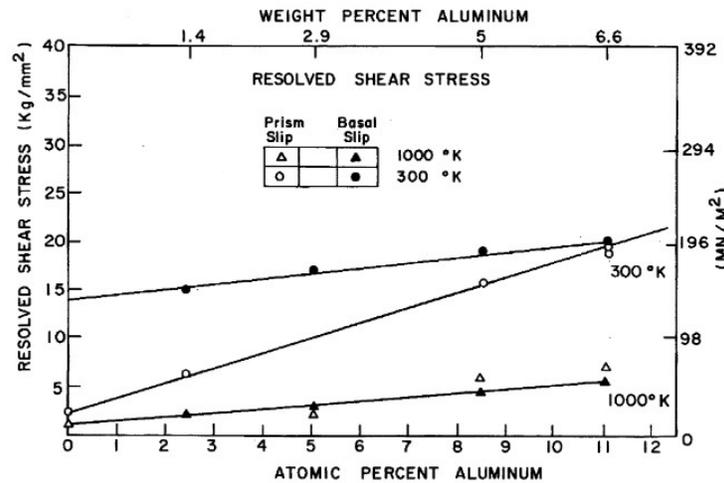


Figure 1-24: Evolution des scissions critiques des systèmes de glissement basal et prismatique avec la composition en aluminium de la phase α [99]

Dans certaines conditions, notamment lorsque la phase α est peu alliée, du glissement par maclage peut s'activer. Trois systèmes de maclage ont été fréquemment reportés [100]:

- des macles de compression $\{1-212\}\langle 1-100 \rangle$ (formant une désorientation $64.6^\circ \langle 1-100 \rangle$)
- des macles de traction de type 1 $\{1-102\}\langle 11-20 \rangle$ (formant une désorientation $84.8^\circ \langle 11-20 \rangle$)

- des macles de traction de type 2 $\{11-21\}\langle 1-100 \rangle$ (formant une désorientation $35.1^\circ \langle 1-100 \rangle$).

5.2.2. Plasticité des colonies α/β

À température ambiante, la plasticité de la phase β est contrôlée par le glissement plastique. C'est à dire par les systèmes de glissement et leurs scissions critiques résolues. Même si les systèmes de glissement sont bien connus (voir section 3.2.1), très peu de travaux ont cherché à déterminer les scissions critiques de la phase β seule. La difficulté est ici la même que pour les constantes élastiques et les quelques valeurs que l'on peut trouver sont assez dispersées.

En général, la phase β étant sous forme de liserés dans les colonies, plusieurs auteurs [101], [102] ont cherché à établir le comportement des colonies en tant que constituant. Savage et al. ont ainsi montré que dans une colonie, les trois systèmes basaux et prismatiques n'ont pas les mêmes scissions critiques. Lorsque que système de glissement actif de la phase α est aligné avec celui de la phase β , la scission critique sur ce système est de 15 à 40% plus faible que sur les autres systèmes de la même famille.

5.3. Relation entre microstructure et propriétés en traction

5.3.1. Mécanismes d'endommagement et de rupture.

Il est communément admis que l'endommagement ductile d'un matériau se fait en trois étapes : (i) amorçage, (ii) croissance et (iii) coalescence de microcavités ou microfissures. Souvent ces dernières se forment sur ou à partir de particules dures ou d'inclusions [103]. Dans les alliages de titane de qualité aéronautique où la propreté inclusionnaire est une considération importante, la microstructure influence en grande partie la localisation de l'amorçage de l'endommagement.

Dans le cas des microstructures lamellaires, les sites d'apparition et propagation de fissures sont traditionnellement les interfaces entre les lamelles et la matrice mais également les grandes colonies de lamelles. Lütjering montre que dans le cas de l'alliage Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo [104] que lorsque les lamelles α sont assez fines et ne forment pas de grandes colonies, les fissures ont tendance à se former au niveau des interfaces des lamelles les plus longues et les plus larges avec la matrice et à les suivre. Cependant, dans le cas où les lamelles sont plus grossières et organisées en colonies, les fissures se forment, soit dans des bandes de glissement qui s'étendent sur presque toute la largeur de la colonie, soit à l'intersection de ces bandes avec la colonie adjacente.

Dans les microstructures bimodales, Terlinde et al. [105] ont signalé 5 sites possibles de germination de microcavités lors de la sollicitation en traction. Ces cinq sites, illustrés sur la Figure 1-25, sont tous adjacents à un constituant ayant une grande longueur de glissement effective ou à une bande de déformation. Parmi ces constituants, on trouve : les liserés α_{GB} , les nodules α_p et les colonies α_s orientées tel que le système de glissement actif soit commun entre les phases β et α . A cette interface, les dislocations ne pouvant être transmises s'accumulent et peuvent conduire à un amorçage.

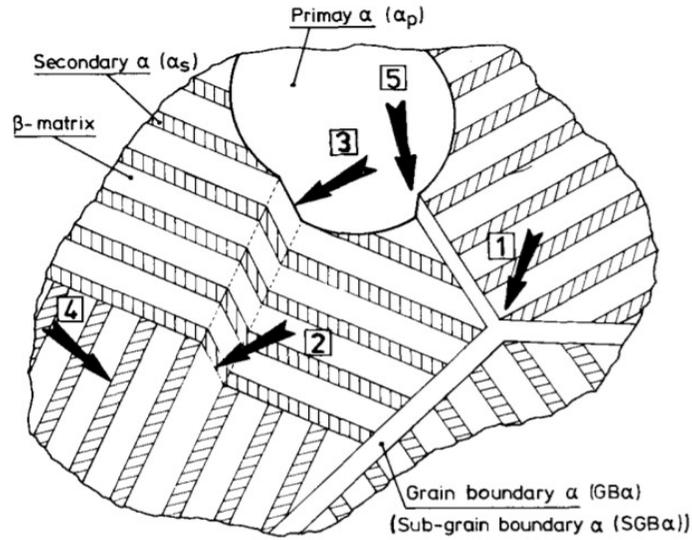


Figure 1-25 Schéma signalant les possible sites de germination de cavités due à la concentration de contraintes ou de déformations [105]

Il est toutefois difficile d'inclure l'ensemble de ces sites potentiels dans un modèle. Ainsi, dans son modèle d'endommagement, Clément ne prend en compte que deux mécanismes distincts (illustrés dans la Figure 1-26) [106]:

- L'amorçage au sein des nodules par l'activation de glissement plastique (clivage des nodules α_p)
- La décohésion au niveau de l'interface nodule / matrice par cavitation

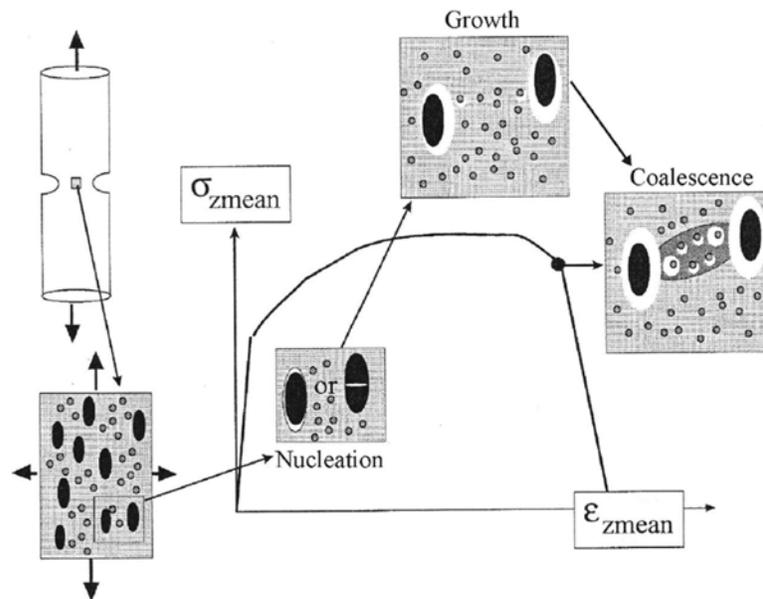


Figure 1-26 Modèle d'endommagement proposé par Clément [106]

La croissance des cavités/microfissures est aussi très dépendante de la microstructure. Souvent, cette croissance a lieu le long des systèmes de glissements activés ou des interfaces. Plus les éléments traversés par la microfissure sont grands, plus celle-ci progresse vite et facilement. Lorsqu'une fissure atteint une longueur de quelques centaines de micromètres, sa propagation devient rapide et de moins en moins sensible à la microstructure.

5.3.2. Propriétés en traction des différentes microstructures

Les relations entre les microstructures et les propriétés mécaniques ont été amplement étudiées dans les alliages de titane. Un exemple est donné dans la Figure 1-27, où T. Duval met en évidence l'influence de différentes microstructures sur les propriétés mécaniques d'un même alliage β métastable (Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr) [11]. Une microstructure avec des lamelles fines est très résistante mais peu ductile et inversement pour les microstructures nodulaires. Une microstructure bimodale correspond alors au meilleur compromis entre résistance et ductilité.

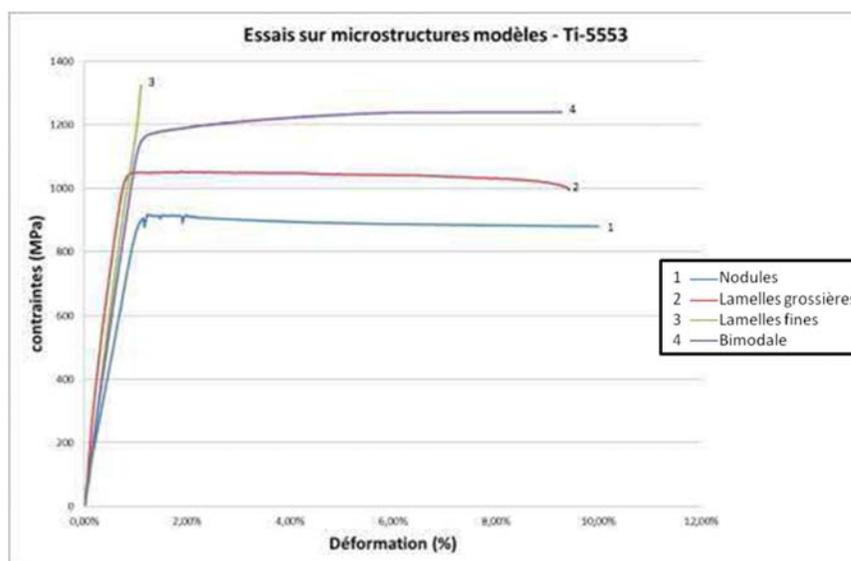


Figure 1-27 Essais de traction sur microstructures modèles et industrielles Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr sur micro-éprouvettes [11]

Dans les microstructures bimodales, les propriétés mécaniques en traction dépendent des fractions de constituants, de leur morphologie, taille et orientation cristallographique. Les sections suivantes présentent l'influence de chaque constituant de la microstructure (lamelles α_s , liserés α_{GB} , nodules α_p et grains β) sur les propriétés en traction puis un résumé est donné dans le Tableau 1-8.

Influence de la phase α_s sur les propriétés en traction

La phase α_s peut se présenter sous trois morphologies (α_{GB} , α_{WGB} et α_i) qui ont leur influence propre sur les propriétés mécaniques.

Morphologie α_i : La fraction volumique et taille des précipités α_i influencent sur la limite d'élasticité qui dépend principalement de l'espacement interparticulaire [107]. L'augmentation de la fraction volumique de précipités ainsi que la diminution de leur épaisseur augmente la résistance mécanique et la limite d'élasticité, mais elle entraîne aussi une diminution de la ductilité [3], [108]. Ceci est

accompagné par une propension croissante à la localisation des contraintes [105]. De plus, l'augmentation de la tortuosité du chemin de propagation des fissures, liée aux morphologies lamellaires α_i , augmente la ténacité et a également pour effet de diminuer la vitesse de propagation des fissures par rapport à des microstructures équiaxes [3] ou en colonies [67].

Morphologie α_{WGB} : Dans une microstructure 100% lamellaire, la taille des colonies α_{WGB} est le paramètre le plus critique car il détermine la longueur de glissement effective. Cette affirmation n'est pas directement transposable aux microstructures bimodales où ce paramètre est sujet à controverse. Certains travaux montrent qu'avec l'augmentation de la taille des colonies, la résistance mécanique et la limite d'élasticité diminuent alors que la ductilité augmente. Cependant, Terlinde et al. [105], ont déterminé qu'une augmentation de la longueur des lamelles α (et donc une augmentation de la taille des colonies) provoque une augmentation équivalente des longueurs de glissement effectives induisant des concentrations de contraintes locales aux interfaces qui réduit la ductilité.

Morphologie α_{GB} : Il est connu que des liserés α_{GB} continus ont une influence négative sur la ductilité [107]. Cet effet négatif peut être expliqué par la différence de résistance entre l' α_{GB} et la structure durcie par vieillissement à l'intérieur des grains [68]. Par conséquent, les fissures sont essentiellement contraintes de suivre la couche α_{GB} , donnant lieu à un abaissement de la ténacité.

Influence des nodules α_p sur les propriétés en traction

La présence de nodules α_p améliore la ductilité [11]. En effet, les nodules α limitent la croissance des grains β en épinglant les joints de grains. Ce faisant, ils limitent aussi la taille maximale des colonies α_s améliorant ainsi la résistance mécanique. Cependant, cet effet est contrebalancé par la répartition des éléments d'alliage. La composition de lamelles α_s évolue avec la fraction de phase α_p et il a été montré qu'une augmentation de la fraction volumique de nodules α_p abaisse la résistance de la partie lamellaire. En pratique une fraction de nodules α_p comprise entre 10% et 20% produit un bon compromis entre résistance et ductilité [67]. Terlinde et al. ont également montré que le facteur de forme des α_p avait une influence importante; la présence de nodules α_p allongés diminuant fortement la ductilité [109].

Lors d'essais de traction in situ, Duval et Bridier ont observé que les premiers phénomènes de plasticité dans la microstructure sont liés à l'apparition de bandes de glissement dans les nodules α_p . Celles-ci sont associées au glissement principalement sur les systèmes basal et prismatique et finissent par produire des micro-fissures au sein des nodules ou aux interfaces avec la matrice transformée [11], [98].

Influence des hétérogénéités et de la texture

C'est ainsi que des pièces industrielles fortement texturées en α présentent des caractéristiques de résistance mécanique significativement différentes selon la direction de la contrainte par rapport à direction (0002) prédominante de la texture. Les différences de comportement mécanique ont été liées à la capacité à induire le glissement dans les différentes orientations. Le chargement en traction dans la direction perpendiculaire aux plans basaux, montre une limite élastique et résistance mécanique relativement élevée avec une réduction de la ductilité.

Dans le cas des pièces présentant une microtexture β , les propriétés mécaniques dépendront aussi de la direction de sollicitation considérée. Les observations réalisées par T. Duval lors des essais de traction *in situ* ont vérifié une très forte hétérogénéité de déformation élastique des grains β qui influencent la plasticité des nodules α_p . Les grains β de type (001) (ayant un plan (001) perpendiculaire à la direction de sollicitation) se déforment en premier et démontrent un grand nombre de phénomènes plastiques tandis que les grains β de type (111), présentent un module d'élasticité plus élevé et se déforment très peu sans trace d'activité plastique [11]. Ainsi les premières bandes de glissement se forment dans les nodules α_p dans les grains β (100), favorablement orientés pour atteindre des déformations élastiques élevées. Ce phénomène contribue encore à accentuer ainsi l'hétérogénéité de distribution spatiale de la déformation plastique.

5.3.3. Résumé des relations microstructure - propriétés en traction

Le Tableau 1-8 réalisé par T. Duval [11] résume les principales relations microstructure-propriétés .

Tableau 1-8 Influence des éléments microstructuraux sur les propriétés mécaniques en traction [11](↑ influence favorable, ↓ influence défavorable, = pas d'influence)

Paramètre microstructural	Re _{0,2}	A%
	Rm	
Diminution de la taille de nodules α_p	↑	↓
Présence d'un liseré α_{GB}	=	↓
Présence de colliers α_p	=	↑
Diminution de la taille des colonies α_{WGB}	↑↓	↑↓
Diminution de la taille des lamelles	↑	↓
Augmentation de la fraction nodules α_p	↓	↑

5.4. Relation entre microstructure et propriétés en fatigue.

5.4.1. Mécanismes d'endommagement et de rupture

L'endommagement en sollicitations cycliques est beaucoup plus sensible à la microstructure et à la texture que celui en traction monotone. Hall [110] a établi que la durée de vie totale (N_t) est déterminée comme la somme des nombres de cycles atteint dans chacune des 3 étapes suivante:

Étape I: N_n -Nombre de cycles jusqu'à l'amorçage d'une discontinuité de taille a_n (schématisée dans la Figure 1-28). Des discontinuités dans le volume ou la surface (CLD-crack like discontinuity-dans la Figure 1-28) peuvent être déjà présentes comme défauts dans le matériau ou naître comme conséquence de la concentration de déformation plastique locale. La localisation de la déformation dépend de la microstructure, de la configuration cristalline et de la présence des défauts dans le matériau.

Étape 2: N_s - Nombre de cycles lors de l'amorçage de fissure de taille a_i (fissure courte et détectable). Souvent plusieurs microfissures se forment indépendamment les unes des autres à partir des discontinuités. La propagation des fissures courtes est sensible à la microstructure et à la cristallographie. Les microfissures progressent au sein du matériau en utilisant dans un premier temps les systèmes de glissements activés ou les interfaces.

Étape 3: N_σ - Nombre de cycles lors de la propagation d'une fissure "longue" et fissure critique: La propagation d'une fissure longue n'est quasiment plus sensible à la microstructure et ni à la cristallographie. Cette étape peut être divisée en deux:

- une première étape où la propagation des fissures peut être décrite à partir de la mécanique linéaire de la rupture qui conçoit le matériau comme un solide continu
- une deuxième étape à partir de laquelle la fissure atteint une taille critique a_c et dont la propagation ne peut plus être décrite pas la mécanique linéaire. Dans ce régime, la propagation est très rapide jusqu'à la rupture finale.

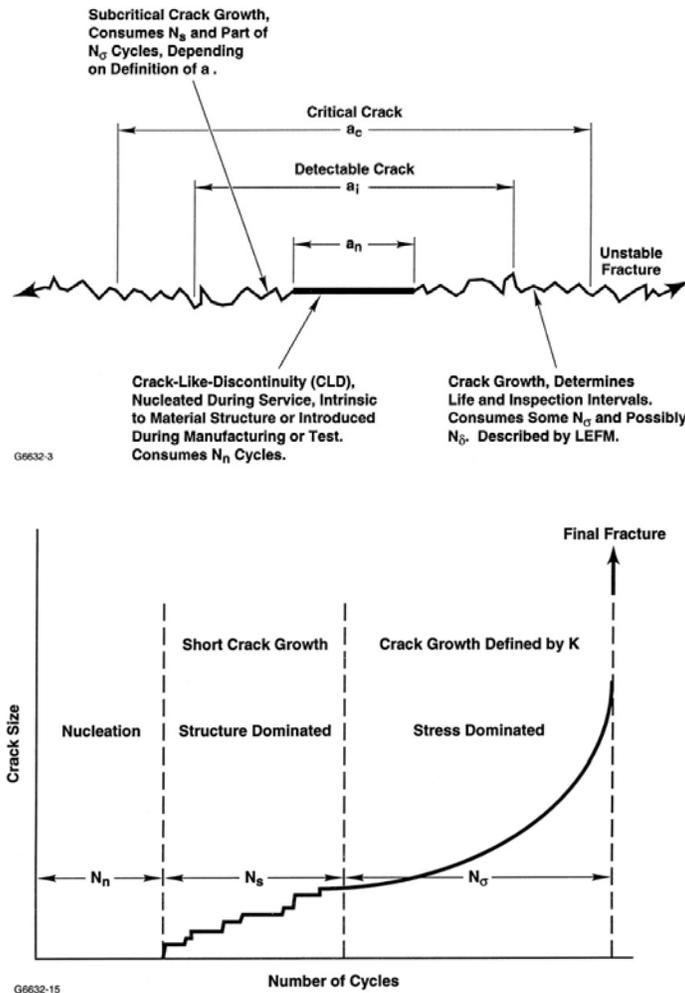


Figure 1-28 Schématisation des tailles des discontinuités, fissures courtes et fissures longues et nombre des cycles dans une sollicitation cyclique[110].

5.4.2. Influence des constituants et de leur orientation

L'amorçage de microfissures est très sensible à la microstructure et la cristallographie. La taille des nodules α_p , des colonies α_{WGB} et des ex grains β sont des paramètres clés qui déterminent l'amorçage de fissures et donc la durée de vie en fatigue. D'une manière générale, plus la taille des constituants est petite, plus l'amorçage est retardé, car une taille réduite des constituants entraîne une réduction des longueurs de glissement effectives [110].

L'apparition de fissures est associée généralement aux bandes de glissement principalement dans la phase α . Dans les microstructures bimodales, de nombreux travaux montrent que l'amorçage des fissures en fatigue a lieu dans les nodules de α_p [11], [82], [110], [111]. La tenue en fatigue est améliorée lorsque la taille des nodules α_p est réduite. La même tendance est observée lors de la diminution de leur fraction volumique [67]. Comme en traction monotone, le facteur de Schmid peut être utilisé pour prédire les systèmes de glissement activés et en déduire les domaines cristallographiques favorables à l'amorçage des fissures [82]. Bridier et al. ont observé que les fissures apparaissent souvent sur des plans de glissement prismatiques (majoritairement) et basaux (moins souvent). Toutefois, les fissures associées à du glissement basal semblent apparaître plus tôt et se propager plus rapidement et contrôlent ainsi la durée de vie finale dans le sens où elles ont une plus grande probabilité d'atteindre la taille critique. Bache et Evans ont d'ailleurs montré que la durée de vie en fatigue est améliorée lorsque l'orientation des grains permet une activation aisée du système prismatique [112].

Des fissures s'amorcent aussi souvent à l'interface entre les bandes de glissement dans la phase α et la matrice moins déformée plastiquement. Souvent les bandes de glissement créent des surfaces d'extrusions/intrusions qui vont contribuer aussi à la concentration de contraintes et déformations [110], [113].

Par ailleurs, la taille des colonies α_{WGB} et leur orientation relative par rapport aux colonies adjacentes influence également la durée de vie. Eylon et Hall, dans leur étude des microstructures lamellaires, ont trouvé des bandes de glissement qui traversent les colonies perpendiculairement aux lamelles α et ont montré que ces bandes sont des chemins privilégiés de propagation des fissures [114].

5.4.3. Influence des hétérogénéités sur la tenue en fatigue

La nature des constituants n'est pas le seul facteur à prendre en compte. Leur distribution spatiale a également une influence déterminante sur la tenue en fatigue. Il est maintenant largement admis que les propriétés des alliages de titane (et la tenue en fatigue en particulier) sont contrôlées par des domaines où les constituants ont des orientations cristallographiques proches. Le terme le plus général pour qualifier ces domaines est « effective structural units » (ESU) [115] [116] mais cela peut correspondre par exemple à des macrozones (voir section 4.3.1), des plumes (voir section 3.1.2), des colonies [117] ou des ex-grains β . Dans des produits présentant des textures marquées, les ESU contrôlent la déformation plastique et finalement les propriétés mécaniques macroscopiques. De manière générale, la présence des macrozones est liée à une diminution de la durée de vie [80], [118]–[121].

Bridier et al. [82] et Bantounas et al. [122] ont observé que la formation de fissures de fatigue est favorisée dans les macrozones où les nodules ont leur axes-c proche de l'axe de sollicitation.

L'endommagement précoce en fatigue dans ces macrozones serait le résultat de la formation de fissures selon le plan basal. L'anisotropie élastique de la phase α favorise des contraintes normales au plan basal élevées dans ce type de macrozones [82]. Dans ce cas, les faciès de rupture sont caractérisés par des facettes et surfaces de clivage. Bantounas a trouvé que ce phénomène est encore accentué lorsque par sélection de variantes lors de la transformation $\beta \rightarrow \alpha_s$, les colonies α_s ont hérité d'une orientation proche de celles de nodules. Par contre, les macrozones comprenant des nodules avec leur axe $\langle c \rangle$ perpendiculaire à la direction de chargement ont plutôt joué le rôle d'obstacles à la croissance des fissures et se traduisent par des formes irrégulières sur les faciès de rupture lorsqu'elles sont près du site d'initiation de la fissure.

L'influence des ex-grains β sur les propriétés en fatigue a été rapportée par T. Duval. Lors d'essais de fatigue interrompus, il a montré que les fissures apparaissent initialement dans les nodules α_p au sein de grains β avec une direction $\langle 001 \rangle$ parallèle à l'axe de sollicitation mais que ce sont les grains avec une direction $\langle 101 \rangle$ dans lesquels les densités de fissures sont les plus importantes. Il explique cela par une très forte hétérogénéité de déformation élastique des grains β [11], mais aussi par les variantes de Burgers de ces grains peu glissiles.

Chapitre 2:

Etude préliminaire - Apport de la modélisation micromécanique pour étudier l'effet de l'anisotropie de la phase β sur le comportement mécanique et la genèse de contraintes d'incompatibilité

Introduction

L'étude bibliographique a permis de pointer la complexité des microstructures des alliages de titane β métastable et les difficultés à prédire les comportements mécaniques macroscopiques, en fonction de la morphologie des constituants, leur distribution topologique et leur texture locale. Par ailleurs, la littérature pointe de nombreuses incertitudes concernant le comportement intrinsèque de chacune des phases α et β , déjà en terme de comportement élastique linéaire. En particulier pour la phase β , les modules élastiques anisotropes sont mal connus et les valeurs publiées présentent une large dispersion synthétisée dans le tableau 1-7 du chapitre 1. Celles-ci présentent une grande étendue des coefficients d'anisotropie (coefficient de Zener) avec des valeurs allant notamment de 1,4 à 8,3.

Cependant, la phase β est présente à environ 40% dans les microstructures d'emploi des alliages β métastables et constitue la matrice dans laquelle la phase α se développe aux différentes étapes du procédé. D'ailleurs, l'étude approfondie des faciès de rupture d'éprouvettes de traction et de fatigue révèle la trace des grains β primaires issus de la forge en β [123]. En plus, l'amorçage des fissures a lieu au sein des grains β d'orientation particulière ou même à proximité de certains joints β/β spécifiques (décorés par la précipitation α) [123].

L'anisotropie élastique de la phase β peut avoir une forte influence sur le comportement élastique et la transition élastique-viscoplastique, par le développement de fortes contraintes/déformations d'incompatibilités¹. Ces dernières vont localement fragiliser le matériau et contribuer à l'effondrement du comportement macroscopique.

Par conséquent, nous avons conduit une étude théorique en amont de notre étude expérimentale principale. En collaboration avec Stéphane Berbenni et Thiebaud Richeton, notre but était d'explorer deux approches théoriques en modélisation micromécanique à champs « moyens », développées

¹ Dans ce travail, une contrainte (resp. déformation) d'incompatibilité est définie par la différence entre la contrainte (resp. déformation) locale et la contrainte (resp. déformation) macroscopique appliquée. Cette quantité est aussi désignée comme « contrainte (resp. déformation) inter-granulaire » dans la communauté « homogénéisation des matériaux ».

récemment au LEM3, afin d'évaluer les contraintes d'incompatibilités élastiques et plastiques et leur impact sur le comportement mécanique des alliages de titane avec une microstructure modèle simplifiée (dans un premier temps, 100% en phase β). Ce chapitre détaille en deux parties chacune des approches et son application au contexte de cette thèse.

Partie 1: Modélisation du comportement élasto-viscoplastique en traction de la phase β : Influence de l'anisotropie élastique de la phase β et évaluation des contraintes d'incompatibilités

Cette première approche consiste à appliquer un modèle micromécanique auto-cohérent en élasto-viscoplasticité pour simuler le comportement en traction d'un alliage de titane 100% β . Cette étude a été conduite en collaboration avec Safaa Lahdi, post-doctorante au LEM3 (l'intégralité de son travail, qui dépasse le contexte de l'étude réalisée dans le cadre de cette thèse, est publiée dans [124], [125]).

Notre objectif était d'évaluer le rôle couplé des anisotropies élastiques et plastiques de la phase β sur la transition élasto-visco-plastique et la genèse des contraintes d'incompatibilités élastiques et plastiques. Nous présentons en particulier l'effet de l'anisotropie élastique, de la texture cristallographique et de la morphologie des grains β sur le comportement du matériau en traction simple.

Partie 2: Évaluation des contraintes d'incompatibilités aux interfaces β/β à partir d'un modèle bi-cristallin

La deuxième approche consiste à adapter et appliquer un modèle 'Bi-cristal' pour évaluer les contraintes d'incompatibilités aux interfaces β/β dues à l'anisotropie élastique et tenant compte de l'orientation des cristaux de part et d'autre du joint et de l'orientation de l'interface (notamment sa normale) par rapport à la direction de chargement extérieur.

Cette approche a l'avantage de prendre en compte le voisinage de deux grains par rapport aux approches telles que des modèles autocohérents, Taylor, etc. L'approche qui suppose un joint plan infini est beaucoup moins gourmande en temps de calcul que des simulations numériques par éléments finis (EF) ou par FFT (transformées de Fourier rapide). Pour autant, la qualité d'évaluation des contraintes d'incompatibilités est très proche des EF pour le même type de configuration.

1. Partie 1: Modélisation du comportement élasto-viscoplastique en traction de la phase β : Influence de l'anisotropie élastique de la phase β et évaluation des contraintes d'incompatibilités

L'influence de l'anisotropie élastique de la phase β sur son comportement en régime élastique et lors de la transition élasto-visco-plastique a été évaluée à l'aide d'un modèle auto-cohérent élasto-viscoplastique à champs translétés avec extension affine (EVPSC-AFF), développé au LEM3 par Stéphane Berbenni et al.[126], C. Mareau et al.[127] et K.E.K. Amouzou et al. [128]. Ce modèle est fondé sur un schéma d'homogénéisation élasto-viscoplastique autocohérent, qui est résolu par la méthode des champs translétés. Par ailleurs, la linéarisation de la loi d'écoulement à l'échelle du cristal se fait par la méthode affine. Cette approche 'affine' (au premier ordre) offre une description satisfaisante de la réponse locale moyenne d'un polycristal avec loi d'écoulement fortement non linéaire à l'échelle de la plasticité cristalline [127]. Ainsi, ce modèle rend compte de l'élasticité cristalline et de la plasticité, ainsi que des effets de vitesse de déformation. En plus, il est capable de considérer un nombre important de grains décrits par leurs orientations cristallographiques, fractions volumiques et morphologies.

Dans la suite, nous rappelons d'abord les principales étapes du modèle en précisant surtout la loi de comportement utilisée à l'échelle du cristal et le choix de ces paramètres. Ensuite, nous présentons les résultats de simulation, en particulier l'effet de l'anisotropie élastique, de la texture cristallographique et de la morphologie des grains β sur la modélisation du comportement du matériau en traction simple.

1.1. Description synthétique du modèle EVPSC-AFF: modèle auto-cohérent élasto-viscoplastique à champs translétés avec extension affine

1.1.1. Homogénéisation par approche autocohérente

Dans les approches d'homogénéisation (comme illustré dans la Figure 2-1), les tenseurs macroscopiques de taux de contrainte/déformation ($\dot{\Sigma}$ and \dot{E}) d'un volume élémentaire représentatif (VER) de volume V sont obtenus en faisant la moyenne des tenseurs locaux ($\dot{\sigma}$ et $\dot{\epsilon}$) (et en utilisant le théorème de la moyenne) comme suit:

$$\dot{\Sigma} = \frac{1}{V} \int_V \dot{\sigma}(x) dx = \langle \dot{\sigma} \rangle, \quad \dot{E} = \frac{1}{V} \int_V \dot{\epsilon}(x) dx = \langle \dot{\epsilon} \rangle \quad (1)$$

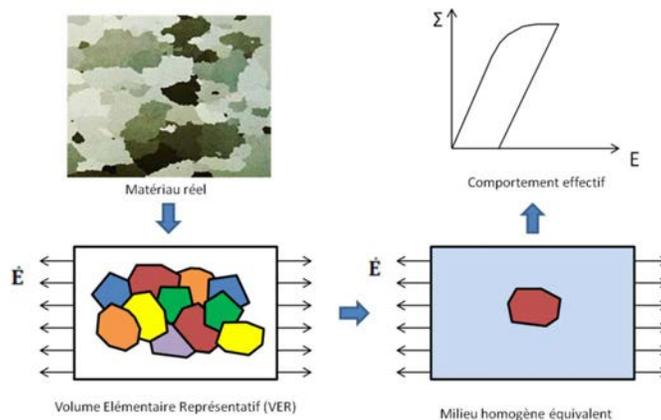


Figure 2-1 : Schéma du principe d'homogénéisation dans le cas d'un matériau polycristallin.

1.1.2. Loi d'écoulement viscoplastique à l'échelle du monocristal β

À l'échelle du monocristal, on suppose que la phase β a un comportement élasto-viscoplastique. Le taux de déformation totale se décompose en une partie élastique ($\dot{\boldsymbol{\epsilon}}^e$) et une partie viscoplastique ($\dot{\boldsymbol{\epsilon}}^{vp}$):

$$\dot{\boldsymbol{\epsilon}} = \dot{\boldsymbol{\epsilon}}^e + \dot{\boldsymbol{\epsilon}}^{vp} \quad (2)$$

Dans l'éq. (2), $\dot{\boldsymbol{\epsilon}}^e = \mathbf{s} : \dot{\boldsymbol{\sigma}}$ est issue de la loi de Hooke généralisée (où $\mathbf{s} (= \mathbf{c}^{-1})$: le tenseur local de complaisances), et $\dot{\boldsymbol{\epsilon}}^{vp} = \mathbf{g}(\boldsymbol{\sigma})$ est la loi de comportement viscoplastique non linéaire.

La partie viscoplastique résulte de l'activation de différents systèmes de glissement 's', accompagnée d'un phénomène d'écrouissage cinématique et isotrope.

Pour décrire la loi de comportement viscoplastique à l'échelle du monocristal, nous avons utilisé le modèle phénoménologique de plasticité cristalline proposé par Méric et Cailletaud [129], [130] pour lequel le taux de glissement sur un système 's' est donné par l'expression suivante :

$$\dot{\gamma}^s = \left(\frac{|\tau^s - x^s| - r^s}{K} \right)^n \text{sign}(\tau^s - x^s) \quad (3)$$

Où :

- $\langle x \rangle = \max(x, 0)$

- τ^s est la scission résolue sur le système 's' : $\tau^s = \mathbf{R}^s : \boldsymbol{\sigma}$ avec \mathbf{R}^s la partie symétrique du tenseur d'orientation de Schmid $\left(R_{ij}^s = \frac{n_i^s l_j^s + n_j^s l_i^s}{2} \right)$,

- K et n sont deux coefficients du matériau qui caractérisent sa viscosité,

- x^s and r^s sont respectivement les variables liées à l'écrouissage cinématique et isotrope, données par les expressions suivantes :

$$x^s = c^s \alpha^s \quad \text{avec} \quad \dot{\alpha}^s = \dot{\gamma}^s - d^s \alpha^s |\dot{\gamma}^s| \quad (4)$$

et

$$r^s = r_0^s + \sum_{r=1}^N H_{sr} b^r Q^r q^r \quad \text{with} \quad \dot{q}^r = (1 - b^r q^r) |\dot{\gamma}^r| \quad (5)$$

c, b, d and Q sont des paramètres d'écrouissage, \mathbf{H} est une matrice $N \times N$ qui décrit les interactions entre les différents systèmes de glissement, où N est le nombre total de systèmes de glissement du monocristal β (ici $N = 48$ en considérant les trois systèmes $\{110\}$, $\{112\}$ et $\{123\}$ <111> observés dans les matériaux cc [43]).

Par conséquent à l'échelle d'un grain, le taux de déformation viscoplastique est donné par la relation suivante :

$$\dot{\boldsymbol{\epsilon}}^{vp} = \sum_{s=1}^N \mathbf{R}^s \left(\frac{|\tau^s - x^s| - r^s}{K} \right)^n \text{sign}(\tau^s - x^s) \quad (6)$$

1.1.3. Linéarisation de la loi de comportement par une approche affine

On rappelle que la loi de comportement viscoplastique est donnée par une fonction non linéaire entre le taux de déformation viscoplastique $\dot{\epsilon}^{vp}$ et le tenseur des contraintes σ . L'approche de linéarisation affine [127], permet de linéariser cette loi pour un niveau de contrainte donné selon l'expression suivante (illustrée dans la

Figure 2-2) :

$$\dot{\epsilon}^{vp} = \mathbf{m}_t : \sigma + \dot{\eta} \quad (7)$$

avec \mathbf{m}_t : le tenseur des complaisances viscoplastiques tangentes

$\dot{\eta}$: le tenseur de taux de déformation viscoplastique « extrapolé après coup ».

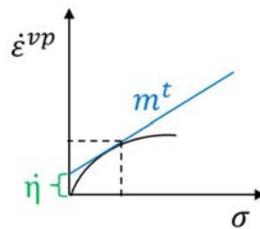


Figure 2-2 : Linéarisation de la loi d'écoulement plastique

L'expression de ces deux tenseurs est explicitée dans [124], [125], [131] pour le modèle phénoménologique considéré ici (eq. 3).

1.1.4. Identification des paramètres de la loi

Les paramètres de plasticité correspondant au monocristal β pour la loi constitutive de Méric et Cailletaud [129] ont déjà été identifiés par G. Martin [131] à partir des travaux réalisés dans le programme de recherche PROMITI sur le Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr 100% β et le Ti-17 100% β (ce dernier présente cependant l'inconvénient d'induire la phase α'' sous contrainte après 4% de déformation). Le résultat des courbes de traction de ces alliages 100% β (en particulier le Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr qui ne présente pas de transformation α'' sous contrainte) révèle un taux d'écrouissage faible, quasi-linéaire entre 2 et 4% de déformation. En l'absence de courbe de fatigue, les auteurs assument un écrouissage cinématique linéaire ($d = 0$) et pas d'écrouissage isotrope ($Q = b = 0$). Les autres paramètres (n, K, r_0 and c) sont calibrés pour reproduire le comportement en traction (voir Martin [131]). Les paramètres pour le monocristal utilisé dans cette étude sont résumés dans le Tableau 2-1.

Tableau 2-1 : Loi viscoplastique et paramètres d'écrouissage de [131]

	n	$K(\text{MPa} \cdot \text{s}^{1/n})$	$r_0(\text{MPa})$	$c(\text{MPa})$
{110} <111>	20	300	113	200
{112} <111>	20	300	113	200
{123} <111>	20	300	123	400

1.1.5. Homogénéisation des comportements élasto-viscoplastiques

L'homogénéisation du comportement élasto-viscoplastique non linéaire est un sujet très complexe à traiter. En effet, les équations (2 à 7) montrent que ce comportement implique la présence simultanée de mécanismes instantanés de l'élasticité et de ceux dépendant du temps de la viscoplasticité qui est non linéaire. Cela conduit à des relations complexes qui peuvent être difficiles à modéliser par les outils classiques de l'homogénéisation.

L'approximation auto-cohérente à 1 site est formulée ici grâce à la méthode des champs translétés qui est une approche à variables internes. Les variables internes sont les déformations viscoplastiques qui dépendent de l'histoire du matériau aux travers des états de contraintes par phase. Les détails de cette méthode dans le cas d'une linéarisation affine de la règle d'écoulement viscoplastique peuvent être trouvés dans [125], [127], [128]. Par rapport à d'autres approches en élastoviscoplasticité dites héréditaires [132], la mise en œuvre numérique est beaucoup plus facile car aucune utilisation de la transformation de Laplace-Carson (en viscoélasticité non vieillissante) n'est nécessaire. En conséquence, des expressions explicites de $\dot{\sigma}$ et $\dot{\epsilon}$ sont obtenues. Une autre approche à variables internes en viscoélasticité linéaire pour les poly-cristaux a été récemment développée et utilisée dans le cas du vieillissement [133].

1.2. Résultat des simulations

Dans cette partie, nous appliquons le modèle EVPSC-AFF décrit précédemment pour prédire le comportement de la phase β en traction simple. Notre objectif est en particulier d'évaluer par la modélisation micromécanique à champs moyens l'effet de l'anisotropie élastique de la phase β sur le comportement élastique et la transition élasto-visco-plastique en évaluant notamment l'évolution des contraintes d'incompatibilités. Ces aspects sont analysés en considérant différentes configurations microstructurales. On considère d'abord le cas d'une microstructure β équiaxe non texturée, pour laquelle nous pouvons comparer nos résultats aux courbes de traction déjà publiées pour l'alliage Ti-17 et Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr [14,9]. On note que le module d'Young de ce type d'alliages 100% β avec une texture isotrope se trouve autour de 60-68 GPa [106](cas du Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr [106], [131]). Ensuite, on considère l'effet de la texture cristallographique puis l'effet de la morphologie des grains β sur le comportement mécanique de la phase β .

Dans le chapitre bibliographique, nous avons pointé les disparités importantes au niveau des valeurs publiées dans la littérature pour les constantes élastiques de la phase β (chap.1, Tableau 1-7). Ces variations sont essentiellement dues à la composition chimique de la phase β mais également aux méthodes de détermination des constantes. Parmi l'ensemble des jeux de constantes élastiques recensés dans le Tableau 1-7 du chapitre 1, ceux publiés par Martin [131], Petry [90] et Raghunathan [95], permettent d'obtenir un module d'Young proche de celui observé expérimentalement dans le cas d'une texture isotrope pour les alliages considérés [2]. Par conséquent, nous retiendrons ces 3 jeux pour les simulations à venir. Ce module isotrope ainsi que les modules directionnels $\langle 100 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ sont calculés dans le Tableau 2-2. On note qu'ils sont pourtant obtenus avec des anisotropies élastiques très différentes (A variant de 2,4 à 8,33). Par ailleurs, le cas isotrope ($A=1$) a été ajouté à nos simulations pour comparaison. Le coefficient de Poisson considéré est de 0,35 et le module d'Young est de 69,4 GPa.

Tableau 2-2 : Modules d'Young (E) directionnels et du polycristal non texturé [GPa] pour différents jeux de constantes élastiques

Modules d'Young (directionnels et isotrope) (GPa)	Différents modules d'Young		
	Martin et al.[131]	Petry et al. [90]	Raghunathan et al.[95]
	A=2,4	A=3	A=8,3
$E_{\langle 100 \rangle}$	42,3	34,8	17,7
$E_{\langle 111 \rangle}$	93,9	98	133,2
E polycristal (texture isotrope)	69,4	66,6	67,2

1.2.1. Cas d'une microstructure β équiaxe et non texturée

La Figure 2-3 présente la simulation d'une courbe de traction à deux vitesses de déformation ($2 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et $2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) pour les 3 jeux de constantes élastiques. Les données numériques sont superposées aux données expérimentales jusqu'à 2% de déformation (cercles rouges) de l'alliage Ti-17, pour lequel nous avons des données en traction pour deux vitesses de déformation. Ces données sont issues des travaux de thèse de A. Settefratti [134]. Dans [134], les grains β avaient une taille de 350 μm et sans texture.

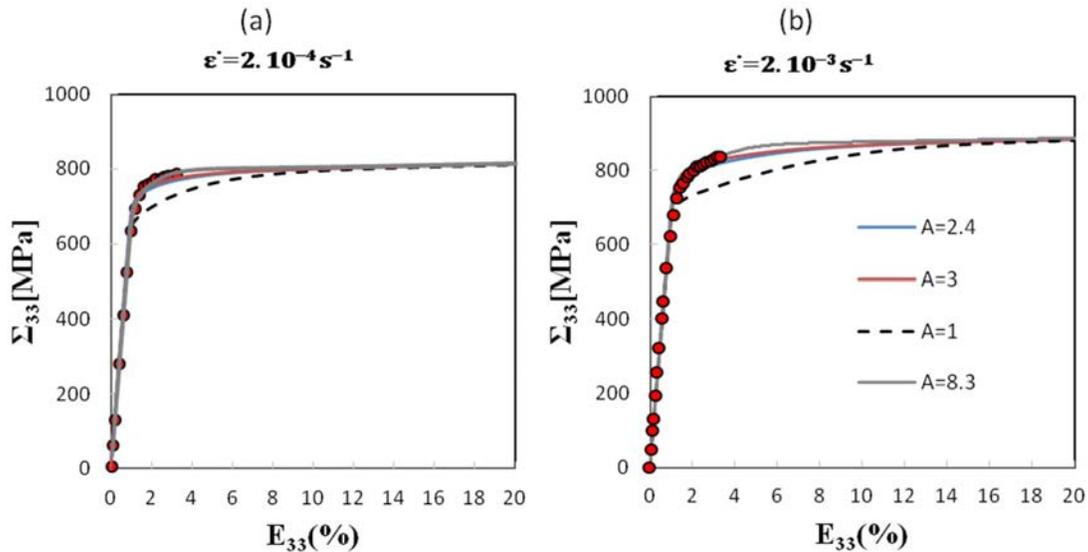


Figure 2-3 : Contrainte macroscopique en traction (Σ_{33}) vs. déformation macroscopique (E_{33}) estimée par le modèle EVPSC-AFF à deux vitesses de déformation imposées : $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ en utilisant quatre facteurs d'anisotropie élastique de Zener (A). Les résultats numériques sont comparés aux résultats expérimentaux issus de [14] (cercles rouges) (microstructure β équiaxe avec une texture isotrope).

On peut noter 3 points intéressants :

1. La comparaison aux données expérimentales est très satisfaisante. L'évolution du comportement élasto-visco-plastique en traction avec différentes vitesses de déformation est bien reproduite. Cela valide les paramètres du modèle et sa capacité à prédire le comportement monotone à différentes vitesses.
2. Les 3 jeux de constantes, qui correspondent pourtant à des anisotropies élastiques bien différentes, donnent comme attendu le même comportement élastique macroscopique. Cependant, la transition élasto-visco-plastique pour la réponse macroscopique est légèrement différente entre $A=2,4$; $A=3$ et $A=8,3$. Ainsi pour un matériau non texturé et avec des grains de morphologie équiaxe ce qui est réaliste pour ce matériau 100% β (cf. Martin [131]), les effets d'anisotropie élastique ne peuvent pas être bien captés au niveau de la transition élasto-visco-plastique macroscopique (sous réserve d'utiliser des coefficients élastiques qui traduisent le comportement élastique du matériau).
3. Le cas de l'élasticité isotrope ($A=1$ sur la figure) ne permet pas de reproduire la transition élasto-visco-plastique. En effet, dans le cas $A=1$, la transition prédite commence pour des contraintes beaucoup plus faibles. Sauzay [135] a démontré que dans le cas des métaux à symétrie cubique, il est nécessaire de prendre en compte l'anisotropie élastique cristalline pour améliorer les prédictions de l'activation du glissement. Cela montre bien qu'un modèle plus complexe en élasticité anisotrope est requis pour espérer prédire le comportement de la phase β .
4. Comme prévu par le modèle auto-cohérent, les courbes contrainte-déformation présentent le même comportement asymptotique viscoplastique lorsque les contraintes élastiques deviennent négligeables, c'est-à-dire, aux plus grandes déformations. Cependant, l'état asymptotique viscoplastique pour $A = 1$ est atteint pour une déformation plus élevée, montrant une transition élastique / (visco)plastique plus longue contrairement aux cas anisotropes. L'état asymptotique n'est atteint que pour des déformations macroscopiques de $\sim 10\%$ et de $\sim 15\%$ lorsque les vitesses de déformation sont égales $2 \times 10^{-4} s^{-1}$ et à $2 \times 10^{-3} s^{-1}$, respectivement.

Au delà de la reproduction des réponses macroscopiques en traction aux deux vitesses de déformation considérées, il est intéressant d'exploiter le modèle pour évaluer les contraintes d'incompatibilités dans les grains β et leurs évolutions au cours de la déformation, en fonction de l'anisotropie élastique cristalline de la phase β . Ainsi la Figure 2-4a montre les contraintes d'incompatibilités ($\sigma_{33} - \Sigma_{33}$) prédites dans les grains β orientés respectivement selon la fibre $\langle 100 \rangle$ et $\langle 111 \rangle // AS$ (Axe de Sollicitation) en fonction de la déformation macroscopique pour $A = 1; 2,4; 3$ et $8,3$ (pour une texture aléatoire et des grains équiaxes). On rappelle que ces deux fibres $\langle 100 \rangle$ et $\langle 111 \rangle // AS$ donnent les valeurs extrêmes de module d'Young (voir Figure 1-25 du chapitre 1 et le Tableau 2-2 dans ce chapitre). Les Figure 2-4b et c présentent l'évolution de la déformation plastique locale dans les mêmes grains (ε_{33}^{vp}) en fonction de la déformation macroscopique. Celles-ci sont utiles pour analyser l'entrée en plasticité des grains en lien avec la stabilisation des contraintes d'incompatibilités.

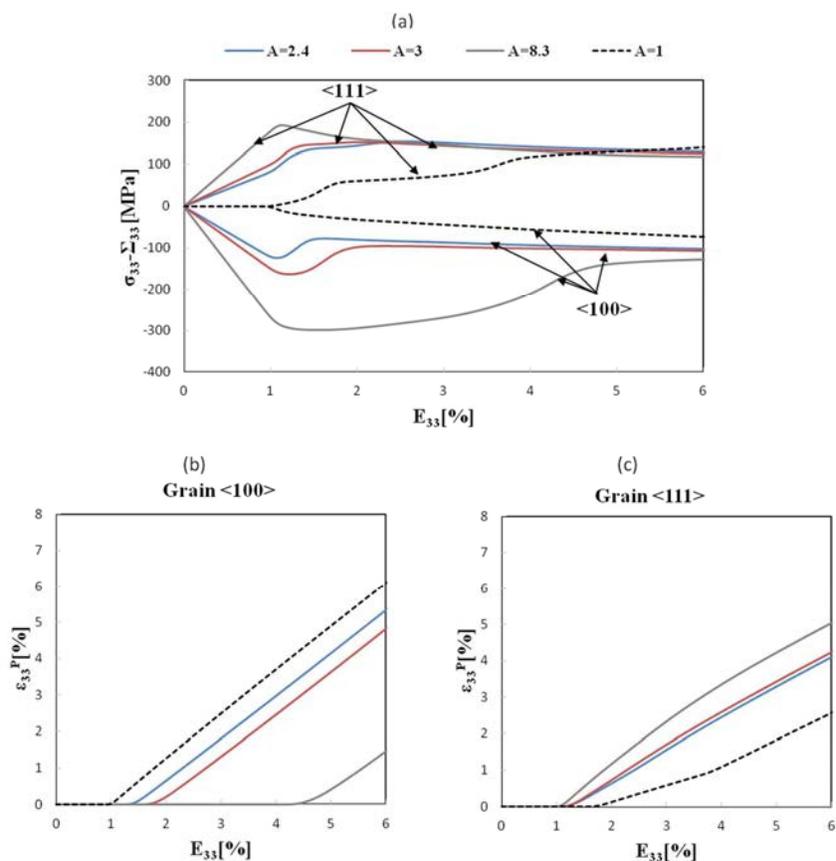


Figure 2-4 : (a) Contraintes d'incompatibilités ($\sigma_{33} - \Sigma_{33}$) et (b) déformation plastique locale (ϵ_{33}^{vp}) en fonction de la déformation macroscopique (E_{33}) dans un grain <100> et un grain <111> (Axe de Sollicitation). Les résultats numériques sont donnés pour différents coefficients d'anisotropie A. Cas d'une microstructure β équiaxe avec une texture aléatoire à la vitesse $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

Plusieurs résultats importants sont reportés:

- (1) Les contraintes d'incompatibilités augmentent linéairement avec la déformation macroscopique dans le domaine élastique, puis diminuent progressivement lorsque la déformation plastique commence. Les profils de contraintes d'incompatibilités montrent que les contraintes locales les plus élevées sont atteintes dans les grains <111> (c'est à dire ceux à plus fort module directionnel) à la fin du régime élastique.
- (2) Les contraintes d'incompatibilités élastiques proviennent de l'anisotropie élastique de la phase β et de la distribution des orientations (texture isotrope). Elles dépendent donc de la valeur de A. Les contraintes d'incompatibilités obtenues pour A = 8,3 sont les plus élevées pour les deux types de grains (<100> et <111>). À titre de comparaison, aucune contrainte d'incompatibilité n'est observée pour A = 1 dans le domaine élastique (Figure 2-4a) de fait de l'isotropie élastique. Dans ce cas, les contraintes d'incompatibilités d'origine plastique se développent plus tard en déformation.

- (3) Même si les réponses macroscopiques sont similaires pour les trois jeux de constantes (comme le montre la Figure 2-3), les contraintes d'incompatibilités prédites sont différentes dans les grains en fonction de leurs orientations, en régime élastique et pendant la transition élastique-viscoplastique (même entre $A = 2,4$ et $A = 3$).
- (4) L'anisotropie élastique modifie également la déformation à laquelle les différentes orientations de grains entrent en plasticité et par conséquent modifie la stabilisation des contraintes d'incompatibilités au cours de la déformation. Spécifiquement pour les grains orientés $\langle 100 \rangle // AS$, les contraintes d'incompatibilités prédites pour $A = 8,3$ se stabilisent seulement à une déformation macroscopique de $\sim 4,5\%$, alors qu'elles se stabilisent plus tôt pour $A = 2,4$ et $A = 3$ (pour une déformation de $1,5\%$). En fait, les contraintes d'incompatibilités ne se stabilisent pas avant que les grains $\langle 100 \rangle$ ne deviennent plastiques comme cela est montré sur la Figure 2-4b. Pour $A = 8,3$, leur déformation plastique commence seulement à une déformation macroscopique de $4,5\%$ alors que pour $A = 2,4$ et $A = 3$, elle commence plus tôt à $1,5\%$.
- En ce qui concerne les grains $\langle 111 \rangle$, la Figure 2-4b montre que sa déformation plastique commence pour une déformation macroscopique légèrement plus faible ($\sim 1,3\%$) que les grains $\langle 100 \rangle$ pour les trois coefficients d'anisotropie $A = 2,4; 3; 8,3$ mais celle pour $A = 8,3$ augmente un peu plus vite. Ceci explique pourquoi les contraintes d'incompatibilités prédites générées dans les grains $\langle 111 \rangle$ convergent rapidement vers le même état asymptotique viscoplastique pour toutes les valeurs A comparées à celles prédites dans les grains $\langle 100 \rangle$.
- Même si les grains $\langle 100 \rangle$ plastifient après les grains $\langle 111 \rangle$, la déformation plastique accumulée dans les grains $\langle 100 \rangle$ en fin de déformation est beaucoup plus importante que dans les grains $\langle 111 \rangle$ (Figure 2-4b et 4c, en particulier pour $A=1; 2,4$ et 3).

Pour la suite des simulations portant sur l'effet de la texture et de la morphologie des grains, nous n'avons conservé que les constantes proposées par Martin et Pétry (ceux de Raghunathan avec $A = 8,3$ paraissent en fait moins réalistes). Même si les coefficients d'anisotropie sont proches ($A = 2,4$ et $A = 3$), les comportements locaux peuvent être différents. D'ailleurs, dans le Tableau 2-2, on note déjà des écarts au niveau de $E_{\langle 100 \rangle}$ entre les deux jeux de coefficients, ce qui a un impact sur les comportements locaux des grains.

1.2.2. Influence de la texture: cas d'une microstructure β équiaxe texturée

Dans cette partie, nous avons en particulier considéré une microstructure entièrement en phase β et anisotrope composée de 60% de fibres $\langle 111 \rangle$ et $40\% \langle 100 \rangle // AS$ (avec une dispersion de 5° dans les deux cas). Ce type de texture β est typique d'un alliage de titane déformé par compression en β (l'axe des composantes de fibre étant parallèle à la direction de compression) [136].

Les courbes de contrainte-déformation de traction prédites par le modèle pour cette texture β sont tracées sur la Figure 2-5 pour les deux coefficients d'anisotropie $A = 2,4$ et 3 (à la vitesse de $2 \times 10^{-3} s^{-1}$). Elles sont comparées au cas non texturé (texture aléatoire) et aux cas des textures de fibre $\langle 100 \rangle$ et $\langle 111 \rangle // AS$.

Les modules élastiques effectifs obtenus sont de 70 GPa (pour $A = 2,4$) et $67,3$ GPa (pour $A = 3$). Il n'y a donc pas de variations significatives entre une texture aléatoire et la texture considérée ici. Par

contre, on note une augmentation significative de la limite d'élasticité d'environ 93 MPa. La texture considérée a aussi un effet sur la transition élastique-viscoplastique: l'état asymptotique est atteint pour des déformations plus faibles. Ceci est principalement dû à la forte incompatibilité plastique induite par les deux composantes de fibres qui compense les incompatibilités d'origine élastique.

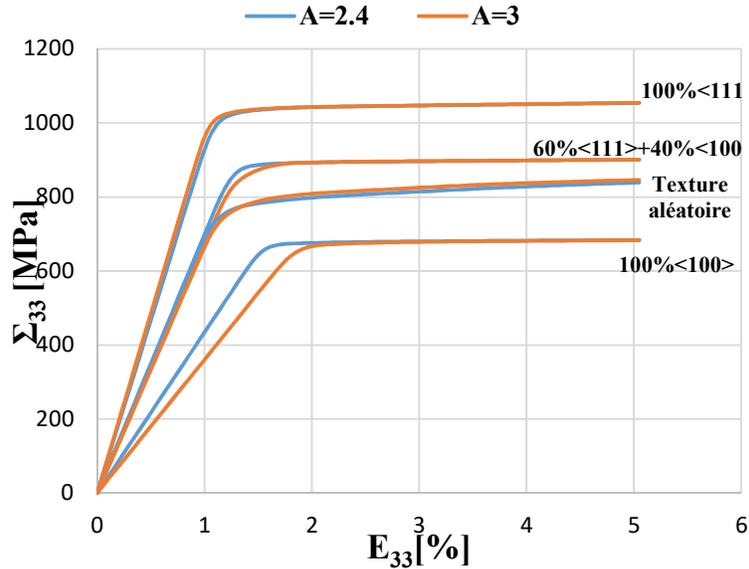


Figure 2-5 : Contrainte macroscopique (Σ_{33}) vs déformation macroscopique (E_{33}) estimée par le modèle Affine EVPSC-AFF en utilisant deux coefficients d'anisotropie (A): A = 2,4 et A = 3 (microstructure β équiaxe avec texture β de compression, comparée à la texture aléatoire et aux cas des fibres $\langle 100 \rangle$ et $\langle 111 \rangle // AS$ à une vitesse de $2 \times 10^{-3} s^{-1}$).

La Figure 2-6 présente l'évolution des contraintes d'incompatibilités dans les grains orientés $\langle 111 \rangle // AS$ et $\langle 100 \rangle // AS$ pour le cas de la texture isotrope et le cas de la texture de compression pour le coefficient de Zener A=2,4 (a) et A=3(b). Pour les deux coefficients d'anisotropie, la texture a pour effet une stabilisation des contraintes d'incompatibilités plus rapide et à une valeur inférieure.

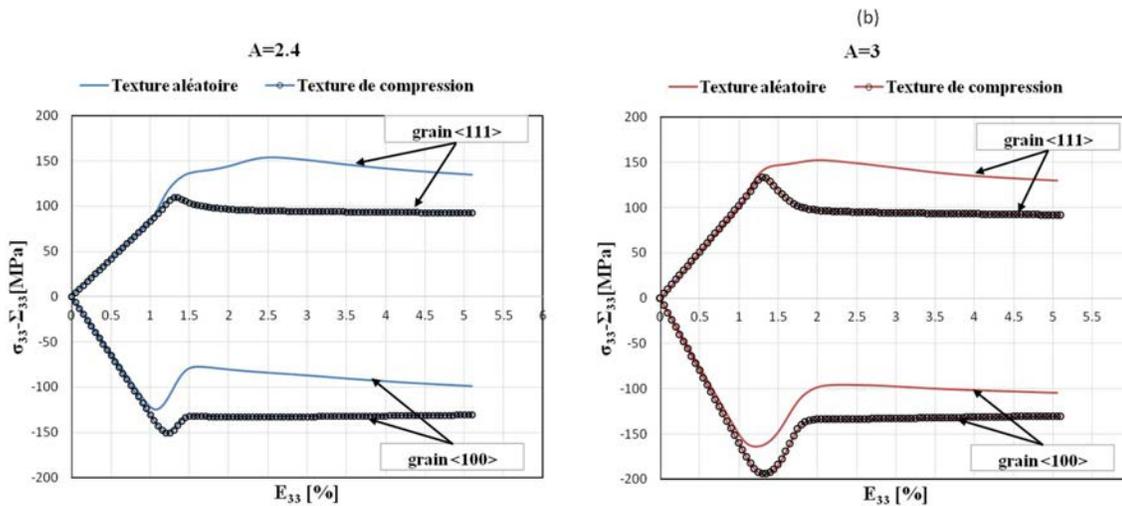


Figure 2-6 : Contraintes d'incompatibilités dans les grains orientés $\langle 111 \rangle // AS$ et $\langle 100 \rangle // AS$ pour une texture isotrope et pour une texture de compression dans le cas A=2,4 et (a) et A=3 (b).

La Figure 2-7 présente la déformation plastique locale dans les grains orientés $\langle 100 \rangle // AS$ et $\langle 111 \rangle // AS$ en fonction de la déformation macroscopique pour une texture isotrope (a) et la texture de compression (b). La simulation montre que les grains $\langle 111 \rangle$ plastifient toujours en premier par rapport aux grains $\langle 100 \rangle$ (en particulier pour $A=3$, cas où $E_{\langle 100 \rangle}$ est le plus faible, cf. Tableau 2-2). L'écart de déformation macroscopique entre les deux types de grains pour plastifier est plus important pour le coefficient d'anisotropie plus élevé (indépendamment de la texture). Par contre, l'évolution de la déformation plastique est lente pour la composante $\langle 111 \rangle$ à fort module par rapport à la composante $\langle 100 \rangle$ à faible module. Par conséquent, nous pouvons en déduire que les grains $\langle 100 \rangle$ se déforment plus plastiquement que les grains $\langle 111 \rangle$: cet écart augmente de façon importante avec la texture de compression (Figure 2-7a et b).

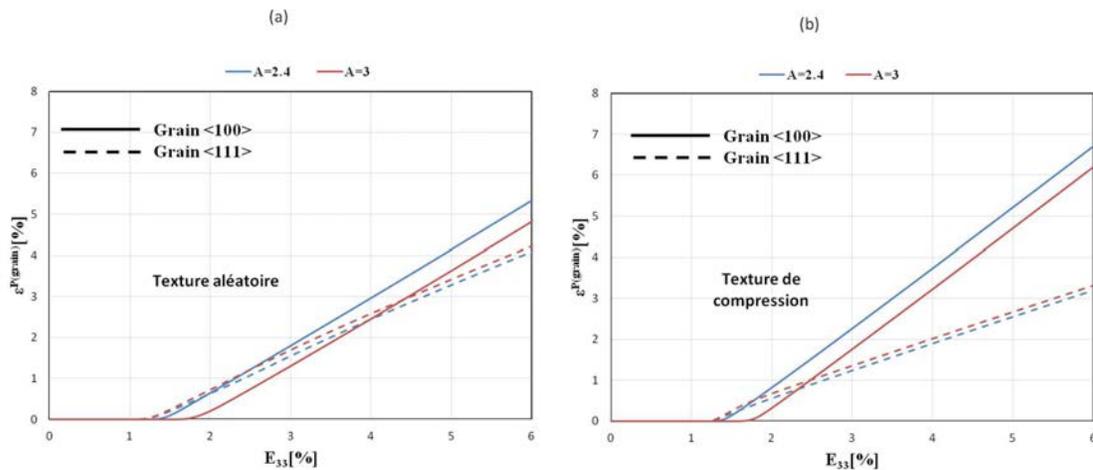


Figure 2-7 : Déformation plastique dans les grains orientés $\langle 100 \rangle // AS$ et $\langle 111 \rangle // AS$ pour une texture isotrope (a) et pour une texture de compression (b) pour les coefficients d'anisotropie de 2,4 et 3. Un écart important (3%) est observé entre les grains $\langle 100 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ dans le cas du polycristal texturé, après 6% de déformation macroscopique.

1.2.3. Effet de la morphologie des grains β

L'effet de la morphologie des grains sur le comportement macroscopique et les contraintes d'incompatibilités est présenté sur la Figure 2-8 (cas d'une texture aléatoire).

Les morphologies des grains prises en compte sont des sphères ($b/a=c/a=1$), des sphères un peu aplaties ($a = b > c$ avec $a/c=b/c=3$) ou des ellipsoïdes allongées dans la direction de chargement ($a = b < c$ avec $c/a=c/b=3$) où a , b et c sont les demi-axes de l'ellipsoïde dans le repère macroscopique de l'étude. On simule le cas d'une sollicitation selon l'axe dans la longueur du grain (référéncé LONG) et selon un axe transversal (référence TRANS). Dans le modèle, les tenseurs d'Eshelby [137] associés aux tenseurs de modules effectifs anisotropes (C^e , B_t^e) et les différentes morphologies ellipsoïdales ont été calculés numériquement en utilisant l'intégration numérique de Gauss-Legendre présente dans le code CRYSDYN-AFF (développé au LEM3).

Le résultat des simulations montre que la morphologie a un effet négligeable sur le comportement macroscopique pour les rapports de forme utilisés (3 ou 1/3) qui sont réalistes par rapport à la morphologie des grains de la phase β (avec un texture isotrope ou de compression). Cependant, elle

modifie fortement les contraintes locales d'incompatibilités et peut donc affecter le comportement mécanique final des alliages de titane β . Ceci est illustré sur la Figure 2-8 qui donne les contraintes d'incompatibilités prédites pour les grains $\langle 111 \rangle$ et $\langle 100 \rangle$ de notre ensemble de grains orientés de manière aléatoire soumis à une traction uniaxiale.

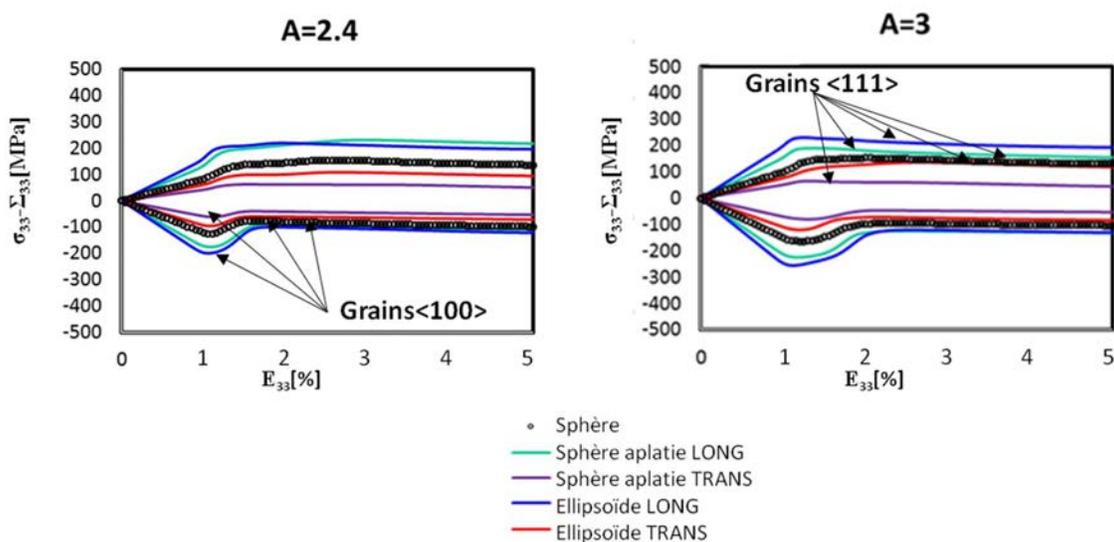


Figure 2-8 : Contraintes d'incompatibilités dans les grains $\langle 100 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ calculées pour différentes formes de grains et coefficients d'anisotropie (A). Les simulations sont effectuées sur un polycristal non texturé et soumis à une tension uniaxiale.

Les tendances sont proches dans le cas d'une texture de compression. Les plus grandes amplitudes de contraintes d'incompatibilités entre les grains $\langle 111 \rangle$ et $\langle 100 \rangle$ sont rapportées pour les grains ellipsoïdaux orientés dans le sens 'LONG' et les plus faibles pour les grains sphères aplaties orientés dans le sens 'TRANS', quelle que soit l'anisotropie élastique (les grains β sphériques constituent un cas intermédiaire). À la fin du régime élastique, les contraintes d'incompatibilités obtenues avec des ellipsoïdes orientées dans le sens "LONG" sont environ deux à trois fois celles obtenues avec des sphères aplaties orientées "TRANS" pour A = 2,4 et A = 3.

2. Partie 2: Évaluation des contraintes d'incompatibilités aux interfaces β/β à partir d'un modèle bi-cristallin à joint plan avec élasticité anisotrope

La deuxième approche consiste à appliquer un modèle de type 'Bi-cristal' pour évaluer les contraintes d'incompatibilités élastiques à l'interface, en prenant en compte l'orientation des grains de part et d'autre du joint et l'orientation de l'interface par rapport au chargement extérieur. Cette approche est complémentaire par rapport à celle s'appuyant sur le modèle autocohérent EVPSC-AFF appliquée précédemment. En effet, l'approche autocohérente EVPSC-AFF considère localement le comportement moyen d'un grain dans un milieu homogène équivalent (MHE) et où les incompatibilités aux interfaces ne sont pas explicitement prises en compte.

Les joints de grains sont souvent le siège de fortes contraintes d'incompatibilités qui sont à l'origine de l'endommagement du matériau. De nombreuses études théoriques et expérimentales ont été menées sur des bi-cristaux afin d'obtenir une meilleure compréhension du rôle spécifique des joints de grains lors de la déformation plastique [138]–[142].

Récemment Richeton et Berbenni [139] et Tiba et al. [138] ont proposé comme extension du travail de Gemperlova et al. [140], le calcul des contraintes locales et contraintes d'incompatibilités en élasto-plasticité complète par une résolution analytique des équations de la mécanique des champs de dislocations (FDM : « Field Dislocation Mechanics » en anglais) [143]. Cette approche présente l'avantage de prendre en compte l'orientation de cette discontinuité par rapport aux orientations des grains et l'influence du voisinage réel du grain. Dans le cas où l'orientation tridimensionnelle d'un joint plan ou quasi-plan est connue expérimentalement, cette approche prend en compte les interactions directes entre grains β voisins, au contraire d'un modèle autocohérent qui intègre uniquement une accommodation inter-granulaire de type grain β /MHE. Un autre avantage de ce modèle, est qu'il est complètement analytique et fournit donc des résultats immédiats. Il permet ainsi d'étudier un très grand nombre de configurations très rapidement sans passer par des calculs EF ou FFT. Ce modèle a été vérifié par comparaison à des calculs EF [128] et a été validé expérimentalement pour d'autres métaux de symétrie cubique comme le nickel [138].

Aussi dans cette partie, ce modèle est mis en œuvre pour évaluer les contraintes d'incompatibilités élastiques au niveau des interfaces β/β . On reste comme pour la partie précédente, sur un calcul réalisé pour une configuration modèle d'un alliage de titane β métastable. Par la suite, on rappelle d'abord les grandes lignes du modèle analytique. Ensuite, ce modèle est appliqué à une interface β/β composée de deux orientations proches respectivement de la fibre $\langle 111 \rangle$ et $\langle 100 \rangle // AS$. Ces orientations ont été obtenues à partir d'un joint β/β réel mesuré dans une carte EBSD. On présente en premier lieu les résultats pour un chargement à 600MPa puis les résultats pour une montée en charge jusqu'à la contrainte initiant la plasticité dans l'un des grains, en discutant l'influence de l'inclinaison du joint et des valeurs de constantes élastiques utilisées sur les contraintes calculées. Nos résultats sont aussi comparés à ceux obtenus avec le modèle bicristal simplifié de Hook et Hirth [144]. Enfin, le modèle est appliqué à une carte EBSD de synthèse pour évaluer avec une approche simplifiée, l'impact de la texture sur le développement de fortes contraintes d'incompatibilités élastiques.

2.1. Présentation succincte du modèle analytique de calcul des contraintes d'incompatibilités élastiques

Dans ce modèle, le joint est considéré comme une interface géométrique au sens « macroscopique » sans caractère intrinsèque discret dépendant de ses unités structurales (défauts intrinsèques à l'interface). Seule la désorientation intergranulaire est prise en compte ainsi que la normale à l'interface.

Un bicristal est modélisé par les cristaux I et II, de fraction volumique f et $(1-f)$, respectivement et séparés par un joint de grains plan supposé d'extension infinie. Ce joint correspond à une interface de discontinuité plane. Quatre repères sont définis: le repère macroscopique (x_M, y_M, z_M) , les repères microscopiques liés à chaque cristal et finalement le repère du joint de grain (GB en abréviation anglaise pour « grain boundary »). La configuration statique est représentée sur la Figure 2-9. Cette figure montre les cristaux I et II séparés par le plan de joint de grains qui s'étend dans le plan $x_{GB}z_{GB}$ avec sa normale n dirigée le long de la direction positive y_{GB} .

Les données d'entrée du modèle sont:

- les 3 modules (ou complaisances) élastiques du cristal β
- l'orientation cristallographique de chaque cristal donnée par les angles d'Euler
- l'orientation du joint de grain données par sa normale
- la fraction volumique des deux grains

Pour cette dernière, il est nécessaire de connaître l'angle de la trace du joint de grains (ψ) dans le plan $(XY)_M$ par rapport à l'axe $+X_M$. L'inclinaison du joint de grain par rapport à Z_M (ϵ_{GB}) peut être déterminée par coupe transverse (par ex. au FIB). En l'absence de cette information, on considère un joint de grains plan d'inclinaison variable de 0° à 180° , ce qui permet de voir l'influence de cette inclinaison sur les contraintes d'incompatibilité. Ainsi, Il est possible d'appliquer le modèle directement à partir de données EBSD (la trace du joint pouvant se mesurer manuellement ou être calculée automatiquement).

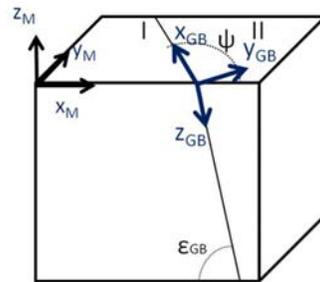


Figure 2-9 : Représentation schématique du bicristal et notations des différents repères d'étude.

La résolution analytique des expressions explicites pour les champs de contraintes dans le cas général de l'élasticité anisotrope hétérogène avec plasticité a été développée dans [138], [139]. Les formules analytiques ont été obtenues en résolvant les équations de champ de la théorie de la mécanique de champs statiques de dislocations que l'on ne détaillera pas dans ce rapport.

Dans les équations suivantes, les notations matricielles de Voigt sont adoptées : 11 → 1, 22 → 2, 33 → 3, 23 → 4, 13 → 5 and 12 → 6, et on note $\varepsilon_4=2\varepsilon_{23}$, $\varepsilon_5=2\varepsilon_{13}$ and $\varepsilon_6=2\varepsilon_{12}$. Le bicristal est soumis à un tenseur de contraintes homogènes Σ (contraintes macroscopiques). Dans le repère du joint de grain (GB), le théorème de la moyenne indique que les contraintes macroscopiques Σ sont obtenues par la moyenne volumique des contraintes dans chaque grain :

$$\Sigma = f\sigma^I + (1 - f)\sigma^{II} \quad (8)$$

où f est la fraction volumique du grain 1.

En ne considérant pas de déformations plastiques dans les grains, les expressions du modèle reporté dans Tiba et al. [2] se simplifient comme suit :

$$\begin{aligned} \sigma_1^I &= \Sigma_1 - (1 - f)(G_{11}[\varepsilon_1^*] + G_{13}[\varepsilon_3^*] + G_{15}[\varepsilon_5^*]) \\ \sigma_2^I &= \Sigma_2 \\ \sigma_3^I &= \Sigma_3 - (1 - f)(G_{13}[\varepsilon_1^*] + G_{33}[\varepsilon_3^*] + G_{35}[\varepsilon_5^*]) \\ \sigma_4^I &= \Sigma_4 \\ \sigma_5^I &= \Sigma_5 - (1 - f)(G_{15}[\varepsilon_1^*] + G_{35}[\varepsilon_3^*] + G_{55}[\varepsilon_5^*]) \\ \sigma_6^I &= \Sigma_6 \end{aligned} \quad (9)$$

$$\begin{aligned} \sigma_1^{II} &= \Sigma_1 + f(G_{11}[\varepsilon_1^*] + G_{13}[\varepsilon_3^*] + G_{15}[\varepsilon_5^*]) \\ \sigma_2^{II} &= \Sigma_2 \\ \sigma_3^{II} &= \Sigma_3 + f(G_{13}[\varepsilon_1^*] + G_{33}[\varepsilon_3^*] + G_{35}[\varepsilon_5^*]) \\ \sigma_4^{II} &= \Sigma_4 \\ \sigma_5^{II} &= \Sigma_5 + f(G_{15}[\varepsilon_1^*] + G_{35}[\varepsilon_3^*] + G_{55}[\varepsilon_5^*]) \\ \sigma_6^{II} &= \Sigma_6 \end{aligned} \quad (10)$$

Où : $[\varepsilon_i^*] = [s_{ij}]\Sigma_j$ avec $[s_{ij}] = s_{ij}^{II} - s_{ij}^I$. De plus:

$$\begin{aligned} G_{11} &= (\tilde{s}_{33}\tilde{s}_{55} - \tilde{s}_{35}^2)/D, G_{13} = (\tilde{s}_{15}\tilde{s}_{35} - \tilde{s}_{13}\tilde{s}_{55})/D \\ G_{33} &= (\tilde{s}_{11}\tilde{s}_{55} - \tilde{s}_{15}^2)/D, G_{15} = (\tilde{s}_{13}\tilde{s}_{35} - \tilde{s}_{15}\tilde{s}_{33})/D \\ G_{55} &= (\tilde{s}_{11}\tilde{s}_{33} - \tilde{s}_{13}^2)/D, G_{35} = (\tilde{s}_{13}\tilde{s}_{15} - \tilde{s}_{35}\tilde{s}_{11})/D \end{aligned} \quad (11)$$

avec $\tilde{s}_{ij} = (1 - f)s_{ij}^I + fs_{ij}^{II}$ et

$$D = \tilde{s}_{11}\tilde{s}_{35}^2 + \tilde{s}_{33}\tilde{s}_{15}^2 + \tilde{s}_{55}\tilde{s}_{13}^2 - \tilde{s}_{11}\tilde{s}_{33}\tilde{s}_{55} - 2\tilde{s}_{13}\tilde{s}_{15}\tilde{s}_{35} \quad (12)$$

2.2. Calcul des contraintes d'incompatibilités pour une interface β/β observée sur une carte EBSD: $\langle 100 \rangle // AS$ et $\langle 111 \rangle$ proche $// AS$

2.2.1. Cas d'un chargement constant à 600MPa

Pour cette première application, nous proposons le calcul des contraintes d'incompatibilités en utilisant les constantes élastiques proposées par G. Martin [131] ($A=2,4$; $C_{11}=100$ GPa, $C_{22}=70$ GPa et $C_{44}=36$ GPa) dans les cristaux β^I et β^{II} d'orientations appartenant aux fibres dispersées autour de $\langle 100 \rangle // AS$ et $\langle 111 \rangle // AS$ respectivement avec $AS // Z_M$ (cf. Figure 2-9) et $f=0,5$. La trace du joint de grains ψ ($\psi=122^\circ$) et les angles d'Euler de chaque cristal ont été obtenus à partir d'une carte EBSD réelle, au voisinage du site d'amorçage de la fissure identifiée sur le faciès de rupture d'une éprouvette déformée en traction (le cristal $\langle 111 \rangle // AS$ s'écarte de $9,74^\circ$ de la texture idéale: $\varphi_1=300^\circ$ $\phi=45^\circ$ $\varphi_2=45^\circ$; le cristal $\langle 100 \rangle // AS$: $\varphi_1=240^\circ$ $\phi=0^\circ$ $\varphi_2=45^\circ$ appartient à la composante idéale) [123]. Cette configuration conduit d'ailleurs aux contraintes d'incompatibilités proches des maximales qui peuvent apparaître car les deux directions $\langle 100 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ représentent deux extrêmes en terme de comportement élastique. Pour avoir une vision plus complète des contraintes d'incompatibilités, d'autres couples ont été considérés dans un rapport interne pour Safran non reportés ici (bicristal $\langle 100 \rangle / \langle 110 \rangle$ et bicristal $\langle 111 \rangle / \langle 110 \rangle$). Dans notre simulation, le bicristal β/β subit une contrainte uniaxiale de traction simple $\Sigma_3=600$ MPa dans la direction Z_M (donc au-dessous de la limite d'élasticité de la phase β pour le type d'alliage considéré ici - voir partie 1 -Figure 2-3).

Les Figure 2-10a et b montrent respectivement la variation de la composante σ_3 dans chaque cristal, exprimée dans le repère macroscopique, et la variation de la contrainte équivalente de Von Mises, donnée par l'équation (13), selon l'inclinaison du joint de grains représentée par l'angle ϵ_{GB} (Figure 2-9).

$$\sigma_{\text{eq}} = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_1 - \sigma_3)^2} \quad (13)$$

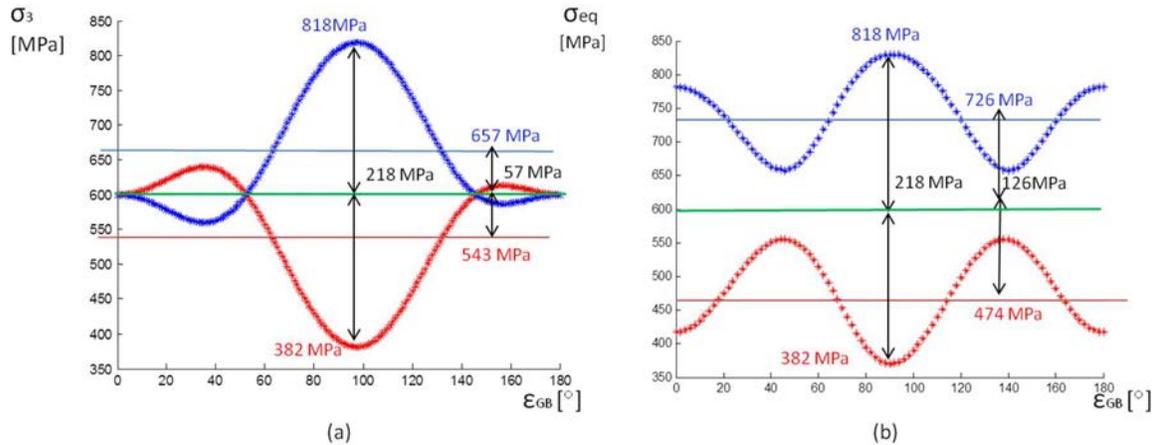


Figure 2-10 : Évaluation des contraintes locales pour une contrainte appliquée de $\Sigma_3=600$ MPa (ligne verte) sur un bicristal d'orientations proches des composantes de fibres $\langle 100 \rangle // AS / \langle 111 \rangle // AS$: Composante axiale σ_3 (a) et Contrainte équivalente de Von Mises σ_{eq} (b) vs inclinaison du joint de grains ϵ_{GB} .

Si on prend en compte la composante axiale σ_3 , la contrainte d'incompatibilité maximale correspond à 218 MPa ($0.36 \Sigma_3$). Dans cette configuration, le cristal $\langle 111 \rangle // AS$ qui présente une orientation "dure" subit une contrainte de 818 MPa et le cristal $\langle 100 \rangle // AS$ d'orientation "molle" ne subit que 382 MPa. Si on prend en compte la contrainte équivalente de Von Mises, la contrainte d'incompatibilité maximale correspond aussi à 218 MPa. Dans les deux cas, elle est atteinte quand le joint de grains est proche de la verticale ($\epsilon_{GB}=98^\circ$).

Il peut être intéressant d'évaluer la moyenne des contraintes d'incompatibilités pour toutes les inclinaisons du plan du joint. Dans l'exemple de la Figure 2-10, elle se trouve à 57 MPa en considérant σ_3 et elle s'élève jusqu'à 126 MPa en considérant σ_{eq} . Ces valeurs sont donc loin d'être négligeables.

Il est intéressant d'observer l'influence de l'orientation du plan du joint sur les contraintes d'incompatibilités. Cette influence change en fonction de la composante considérée du tenseur des contraintes. Si on ne considère que la composante σ_3 , lorsque l'inclinaison du plan tend vers 0° (ou 180° : plan de joint perpendiculaire à la contrainte appliquée), les incompatibilités disparaissent: chaque cristal subit selon l'axe 3 (Z_M) la contrainte appliquée de 600MPa. Dans les positions intermédiaires d'inclinaison du joint, on note même une inversion des grains dur et mou. Par contre, la contrainte équivalente subit des oscillations avec l'inclinaison du plan de joint mais reste toujours non nulle (Figure 2-10b). Elle reste importante, en particulier pour un joint perpendiculaire à la contrainte macroscopique. Cela montre que le modèle prend en compte l'effet Poisson. Il est possible de voir l'effet tridimensionnel des contraintes d'incompatibilités, et pas uniquement les effets uniaxiaux, contrairement à d'autres modèles comme celui de Hook et Hirth (introduit dans la section 4 de cette partie).

2.2.2. Cas d'un chargement incrémental et première activation d'un système de glissement.

La Figure 2-11 montre la courbe 'contrainte-déformation' pour le système constitué des deux cristaux d'orientations appartenant aux fibres dispersées autour de $\langle 111 \rangle // AS$ et $\langle 100 \rangle // AS$ (cas: inclinaison du joint de $\epsilon_{GB}=98^\circ$ qui donne les incompatibilités maximales et $\psi=122^\circ$). Cette figure montre que les contraintes d'incompatibilités augmentent proportionnellement avec la charge appliquée (suivant la relation : $0.36 \Sigma_3$), ce qui est normal puisque l'élasticité est linéaire.

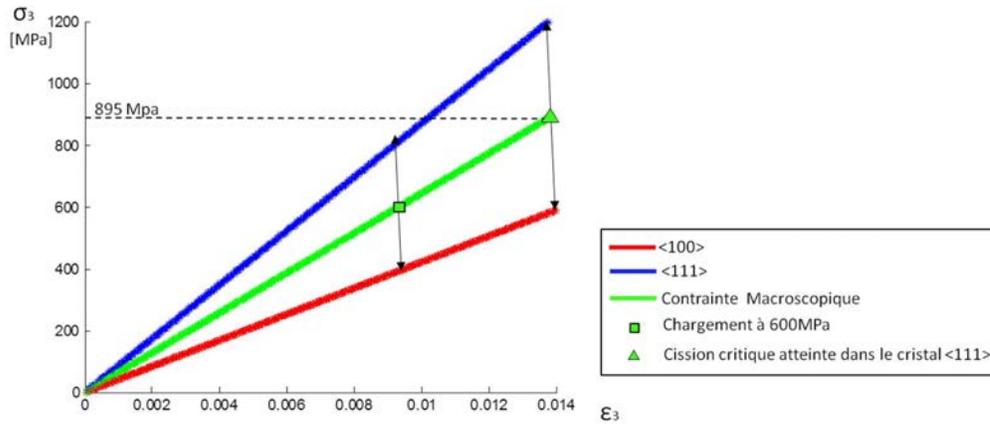


Figure 2-11 : Simulation de la courbe (σ_3, ϵ_3) pour le bicristal (courbe macroscopique - vert) et pour chacun de ces cristaux jusqu'au domaine plastique macroscopique (cas : inclinaison du joint de $\epsilon_{GB}=98^\circ$ et $\psi=122^\circ$).

Ces fortes incompatibilités au niveau du joint de grains influencent forcément l'entrée en plasticité de chacun des cristaux. En considérant les 24 systèmes de glissement des familles $\{110\}\langle 1-11 \rangle$ et $\{112\}\langle 11-1 \rangle$ et une cission résolue critique arbitraire (par ex. 443 MPa dans la Figure 2-11), notre modèle établit que le grain $\langle 111 \rangle // AS$ plastifie en premier à une contrainte macroscopique de 895 MPa en activant du glissement dans un plan $\{112\}$. Pourtant, son facteur de Schmid (0,37 sur les systèmes $(11-2)\langle -111 \rangle$ et $(-211)\langle 111 \rangle$) est plus faible que celui du grain $\langle 100 \rangle // AS$ (0,47 sur les systèmes $(112)\langle -111 \rangle$; $(1-12)\langle 111 \rangle$; $(2-11)\langle -1-1 \rangle$ et $(1-21)\langle 1-11 \rangle$). Cela montre comment l'effet de la redistribution des contraintes entre les deux cristaux, dû à l'anisotropie élastique, conduit à un comportement plastique qu'on ne pourrait pas prédire avec une loi de Schmid traditionnelle à partir de la contrainte macroscopique seule. Du fait des incompatibilités élastiques, le grain $\langle 111 \rangle // AS$ atteint 1198 MPa lorsque le grain d'orientation $\langle 100 \rangle // AS$ n'atteint que 590 MPa pour la contrainte macroscopique de 895 MPa.

Par ailleurs, il est important de noter que le rapport σ_3/ϵ_3 dans chaque cristal peut être considéré comme un module d'Young « apparent » (obtenu sur un bi-cristal) différent du module d'Young directionnel obtenu pour le monocristal seul. En effet, les valeurs de σ_3/ϵ_3 varient avec la position du joint de grains définie par ϵ_{GB} et ψ .

2.3. Effet de différents paramètres microstructuraux sur la contrainte d'incompatibilité

2.3.1. Effet de l'inclinaison du joint de grains

Dans la section 2.1, il est montré que l'angle ε_{GB} a une grande influence sur le comportement du bicristal, en impactant la redistribution de contraintes et donc la valeur des contraintes d'incompatibilités (Figure 2-10).

Les contraintes d'incompatibilités vont aussi varier, dans une moindre mesure, selon l'angle de la trace du joint de grains ψ . Les Figure 2-12a et b montrent cette variation, dans chaque cristal pour le couple $\langle 100 \rangle / \langle 111 \rangle$, exprimée dans le repère global pour $\varepsilon_{GB} = 98^\circ$ en fonction de ψ en considérant σ_3 et σ_{eq} respectivement. Les contraintes d'incompatibilités vont varier de 40 MPa ($0,067 \Sigma_3$) selon l'angle ψ considéré dans les deux cas, avec un maximum à $\psi = 122^\circ$ dans le cas de la composante σ_3 . Cette amplitude de 40 MPa est due à l'effet Poisson et est raisonnablement faible par rapport aux variations selon l'inclinaison du joint de grains ε_{GB} . Par contre, dans le cas du bicristal $\langle 100 \rangle // AS$ et $\langle 110 \rangle // AS$ [rapport interne-bicristal], cette variation est de l'ordre de 90 MPa ($0,15 \Sigma_3$).

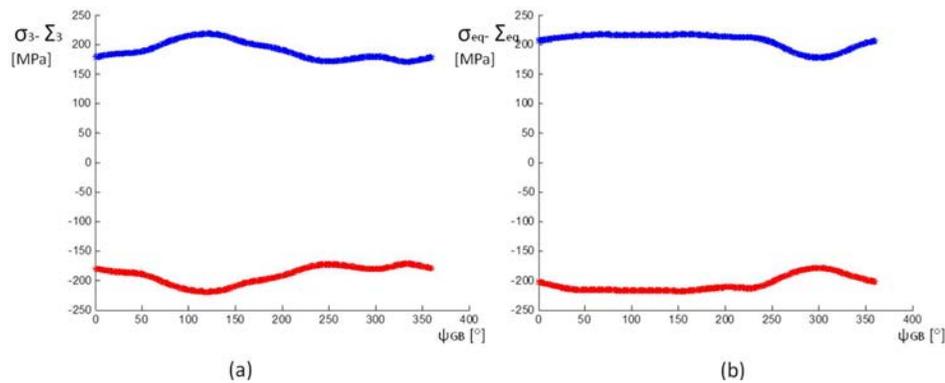


Figure 2-12 Contraintes d'incompatibilités selon l'angle de la trace ψ , pour ε_{GB} égal à 98° . Cristal $\langle 100 \rangle // AS$, Cristal $\langle 111 \rangle // AS$ pour une contrainte appliquée de $\Sigma_3 = 600$ MPa. (a) Différence entre la composante axiale σ_3 et la contrainte macroscopique (b) Différence entre les contraintes équivalentes de Von Mises et la contrainte macroscopique.

2.3.2. Effet des valeurs des coefficients d'élasticité cubiques: étude paramétrique

Pour illustrer l'impact des constantes élastiques sur les contraintes d'incompatibilités, nous avons utilisé les trois jeux de constantes, déjà utilisés avec le modèle EVPSC-AFF (cf section 2 de la première partie).

Comme pour le modèle EVPSC-AFF, la valeur des contraintes d'incompatibilités aux interfaces varie fortement selon les modules élastiques choisis et surtout leurs coefficients d'anisotropie. La Figure 2-13 montre la variation de la composante σ_3 (a) et de la contrainte équivalente de Von Mises (b) dans chaque cristal pour les orientations utilisées dans la section 2.1, calculées à partir des trois jeux de constantes élastiques, pour une charge appliquée de $\Sigma_3 = 600$ MPa. On observe que les deux contraintes augmentent sensiblement avec le coefficient d'anisotropie A. Ainsi entre le cas 1 ($A = 2,4$) et le cas 3 ($A = 8,33$), les contraintes maximales pour le grain d'orientation $\langle 111 \rangle // AS$ augmentent de 260 MPa.

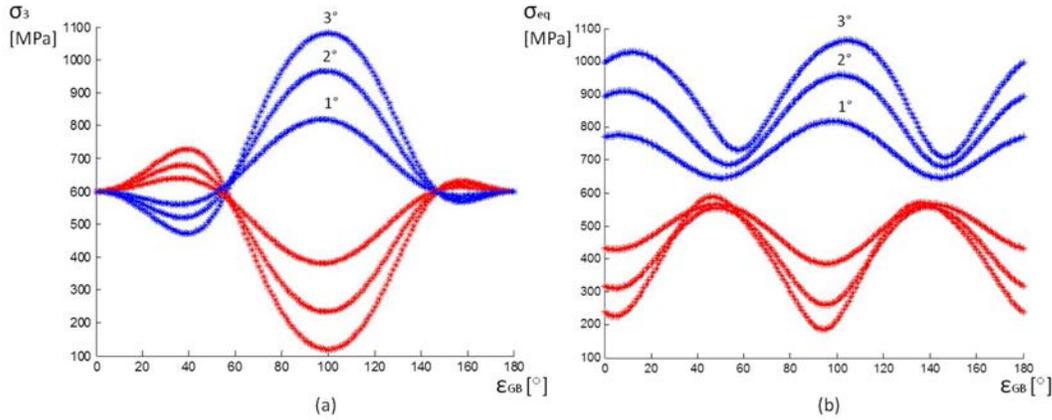


Figure 2-13 - (a) Composante axiale σ_3 et (b) contrainte équivalente de Von Mises dans les cristaux $\langle 111 \rangle // AS$ en bleu et $\langle 100 \rangle // AS$ en rouge selon ϵ_{GB} . Le calcul est réalisé avec les coefficients énoncés par Martin (1°; A=2,4), Petry et al. (2°; A=3) et Raghunathan et al. (3°; A=8,3) pour une contrainte appliquée de $\Sigma_3=600\text{MPa}$.

2.4. Comparaison au modèle de Hook et Hirth

Dans cette partie, on compare le présent modèle au modèle simplifié uniaxial et sans effet Poisson de Hook-Hirth [144]. Ces derniers considèrent le cristal I et le cristal II avec leur joint de grains parallèle à AS ($\epsilon_{GB}=90^\circ$) et calculent la contrainte uniaxiale dans les deux grains comme suit :

$$\sigma_3^I = \frac{\Sigma_3}{f^I + f^{II} \frac{E^{II}}{E^I}} \quad (14)$$

$$\sigma_3^{II} = \frac{\Sigma_3}{f^{II} + f^I \frac{E^I}{E^{II}}} \quad (15)$$

où la contrainte macroscopique appliquée à l'ensemble est Σ_3 , σ_3^I et σ_3^{II} correspondent aux contraintes locales dans le cristal I et cristal II respectivement; f^I et f^{II} correspondent à la fraction volumique et E^I et E^{II} au module de Young directionnel de chaque cristal.

Ce modèle purement uniaxial suppose une déformation homogène dans les deux cristaux ($\epsilon_3^I = \epsilon_3^{II}$).

Dans notre approche bicristalline, on considère toutes les composantes du tenseur des contraintes qui impactent la déformation:

$$\epsilon_{33}^{I,II} = S_{33kl}^{I,II} \sigma_{kl}^{I,II} \quad (15)$$

(somme sur les indices k et l variant de 1 à 3). Dans le modèle de Hook-Hirth, l'équation (15) se simplifie pour donner finalement l'équation (16):

$$\epsilon_{33}^{I,II} = S_{3333}^{I,II} \sigma_{33}^{I,II} = \frac{1}{E^{I,II}} \sigma_{33}^{I,II} \quad (16)$$

L'inversion de l'éq. (15) (modèle complet tridimensionnel) fait intervenir les autres composantes des contraintes que celles uniaxiales selon l'axe 3. Au contraire, le modèle de Hook-Hirth ne tient compte que d'une seule composante du tenseur. Les contraintes dans chaque grain dépendent de la contrainte macroscopique, du rapport entre les modules d'Young (E^I/E^{II}) et leur fraction volumique.

L'équation de Hook-Hirth et notre modèle bicristal (cas: $\epsilon_{GB}=90^\circ$ et $\psi=90^\circ$) donnent des résultats similaires. Avec les paramètres ($\Sigma_3=600\text{MPa}$; $E^{<111>}/E^{<100>}=2.22$; $f=0.5$), le modèle de Hook et Hirth donne $\sigma_3^{<100>}=373\text{MPa}$ et $\sigma_3^{<111>}=827\text{MPa}$, c'est à dire des contraintes d'incompatibilités de 227 MPa. Notre modèle plus général donne pour ces mêmes paramètres et en imposant $\epsilon_{GB}=90^\circ$ et $\psi=90^\circ$, une contrainte d'incompatibilité de 215 MPa, proche de l'approximation de Hook et Hirth. Il est important de remarquer que les plus fortes incompatibilités pour les orientations idéales se trouvent à $\epsilon_{GB}=90^\circ$.

2.5. Application à une microstructure polycristalline, à partir de cartes EBSD de synthèse.

Le but de cette dernière partie est d'appliquer notre approche micromécanique bicristalline à chaque joint de grains d'une carte EBSD d'un polycristal pour évaluer les contraintes locales au voisinage du joint de grains et déterminer la distribution des contraintes d'incompatibilités dans un polycristal en fonction de sa texture. On considère le cas d'une texture isotrope (section 5.1) et le cas d'une texture de compression (section 5.2). Il faut cependant garder à l'esprit que cette extension au polycristal implique un certain nombre d'hypothèses, en particulier le fait que la contrainte macroscopique pour chaque configuration bi-cristalline (et donc chaque joint de grains) correspond à la contrainte macroscopique du polycristal. Malgré ces hypothèses fortes, cette approche doit permettre de hiérarchiser les contraintes d'incompatibilités élastiques aux différents joints loin des points triples qui donnent des singularités de contrainte.

Pour cela, des cartes EBSD synthétiques ont été créées, en imposant une texture spécifique. Chaque joint de grains est considéré de façon indépendante avec une fraction volumique f de 0,5. Une représentation schématique est montrée dans la Figure 2-14. La distribution des contraintes d'incompatibilités est faite pour une inclinaison de joints de grains ϵ_{GB} égal à 90° et une contrainte macroscopique appliquée de $\Sigma_3=600\text{MPa}$ parallèle à l'axe Z_M à partir des constantes élastiques énoncées par G. Martin. L'angle ψ de la trace des joints de grains a été déduit automatiquement de la carte EBSD.

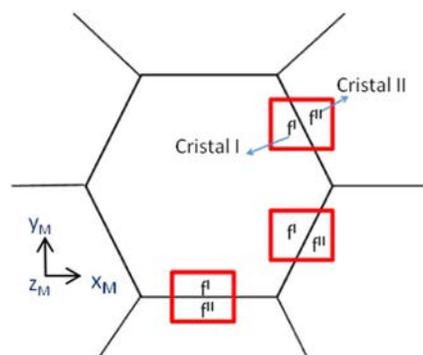


Figure 2-14 - Représentation schématique de l'application du modèle bicristalin aux joints de grains d'un certain grain et de ses voisins dans un polycristal.

2.5.1. Évaluation de la distribution des contraintes d'incompatibilités dans un polycristal β de texture isotrope

La carte EBSD synthétique correspondant au polycristal β de texture isotrope est présentée sur la Figure 2-15 (avec le code couleur donnée par la figure de pôle inverse) et comporte 1000 grains. Après l'identification des grains et joints de grains pour l'obtention des orientations et des traces des joints de grains, le modèle bicristal est appliqué à chaque joint de grains.

La cartographie des contraintes d'incompatibilités élastiques complète est montrée sur la Figure 2-16, les joints présentant les plus faibles contraintes incompatibilités correspondent aux joints bleus alors que ceux qui présentent les incompatibilités plus élevées ($0,4 \Sigma$) sont affichés en rouge. On voit bien que dans le cas d'une texture isotrope, la couleur prédominante est le vert suivi par le bleu.

La distribution statistique de contraintes d'incompatibilités est montrée dans la Figure 2-17. La distribution des contraintes se rapproche d'une distribution triangulaire centrée autour de 0 MPa. L'étendue de la distribution atteint +210MPa, mais la fréquence d'apparition de ces valeurs extrêmes est très faible.

2.5.2. Évaluation de la distribution des contraintes d'incompatibilités dans un polycristal β présentant une texture de forgeage

Pour se rapprocher d'une texture β de compression, une 2ème carte EBSD de synthèse a été analysée. Cette carte présentée dans la Figure 2-18, comporte aussi 1000 grains mais elle comporte 30% d'orientations de la fibre $\langle 100 \rangle // AS$ et 30% de la fibre $\langle 111 \rangle // AS$ (selon une distribution gaussienne avec une largeur à mi-hauteur de 10° - les autres orientations étant aléatoires).

La prépondérance de joints avec des fortes incompatibilités est mise en avant dans la cartographie de contraintes d'incompatibilités complète montrée dans la Figure 2-19, où il existe une grande quantité de joints de grains colorés en rouge indiquant les incompatibilités plus élevées ($0,4 \Sigma$).

La distribution de contraintes d'incompatibilités (Figure 2-20) est toujours symétrique autour de 0MPa. Les contraintes d'incompatibilités peuvent présenter des valeurs jusqu'à 220 MPa; c'est à dire 10 MPa de plus que dans le cas isotrope. La distribution des contraintes d'incompatibilités ne suit plus une distribution triangulaire avec une augmentation de la fréquence aux valeurs extrêmes (distribution plutôt multimodale). En effet, la texture de fibre, même avec une répartition spatiale aléatoire des grains, augmentent le nombre de joints associant une orientation de chacune des fibres. Par conséquent, la fréquence d'apparition de joints présentant de fortes incompatibilités augmente significativement par rapport au cas isotrope.

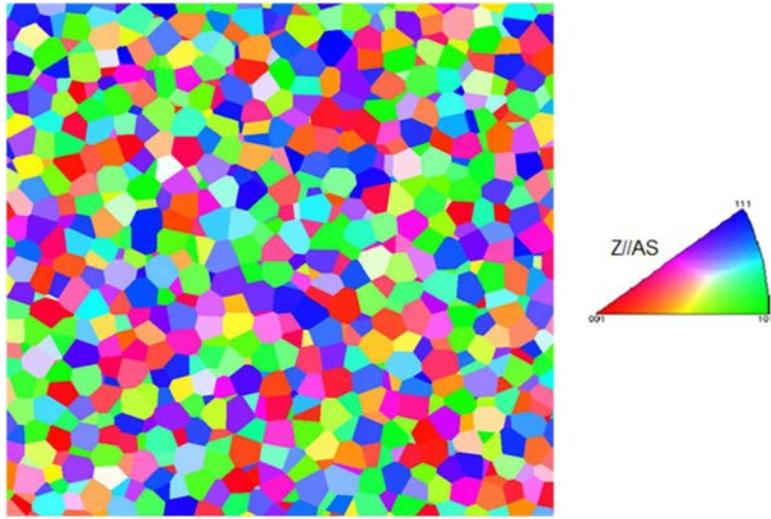


Figure 2-15 : Carte EBSD synthétique (cas d'une texture isotrope).

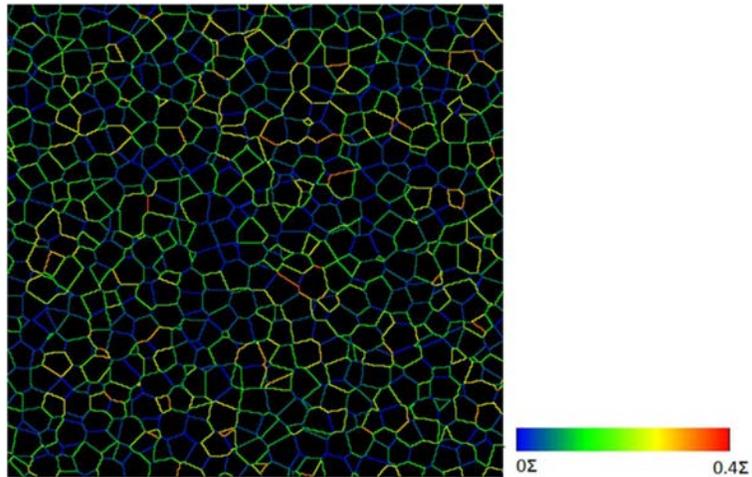


Figure 2-16 : Carte de contraintes d'incompatibilités pour le polycristal de la carte EBSD synthétique (cas d'une texture isotrope).

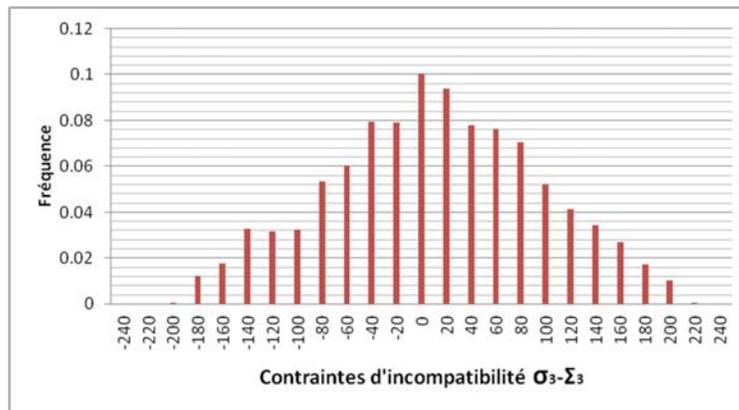


Figure 2-17 : Distribution statistique des contraintes d'incompatibilités calculées sur l'ensemble du polycristal.

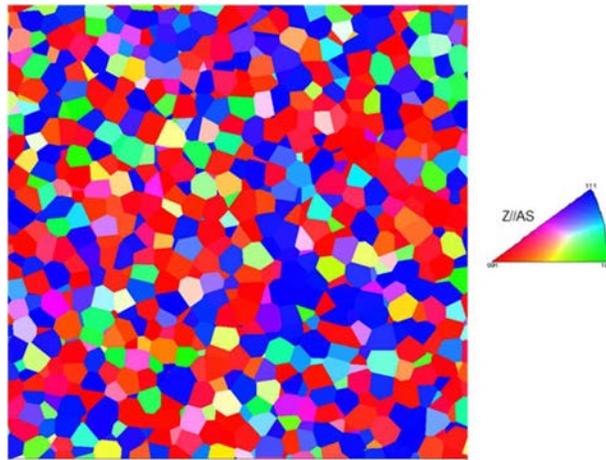


Figure 2-18 : Carte EBSD de synthèse, texture de fibre 30% $\langle 100 \rangle // AS$ et 30% $\langle 111 \rangle // AS$, distribution gaussienne avec un écart type de 10° .

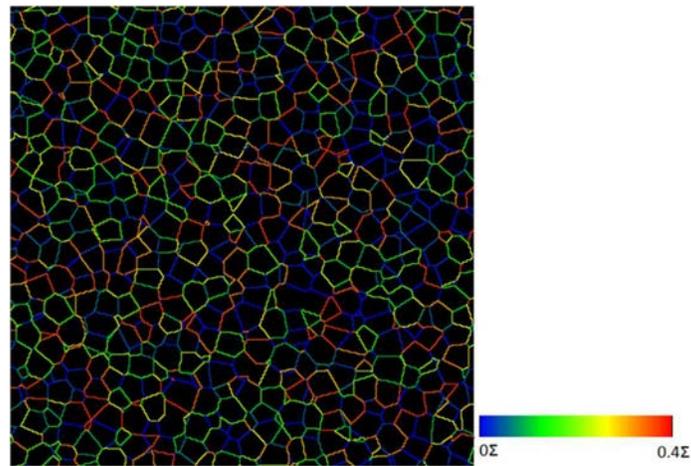


Figure 2-19 : Carte de contraintes d'incompatibilités pour le polycrystal de la carte EBSD synthétique avec texture de fibre 30% $\langle 100 \rangle // AS$ et 30% $\langle 111 \rangle // AS$.

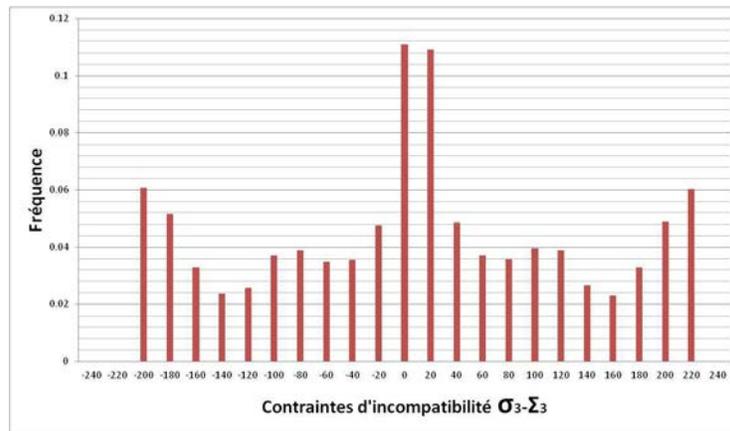


Figure 2-20 : Distribution des contraintes d'incompatibilités.

3. Conclusions

Ce chapitre a permis d'évaluer les contraintes d'incompatibilités élastiques avec deux approches micromécaniques différentes développées au LEM3: un modèle auto-cohérent élasto-viscoplastique affine à champs translétés (EVPSC-AFF) et un modèle analytique bicristallin. Les résultats des simulations permettent de pointer les aspects suivants:

(1) la phase β qui est connue pour présenter une forte anisotropie élastique subit, lors d'un chargement dans le domaine élastique, une **redistribution importante de contraintes**. En particulier, les grains appartenant à la composante $\langle 111 \rangle // AS$ (composante de plus fort module d'Young directionnel) présentent à la fin du chargement élastique les contraintes locales les plus élevées. L'inverse est observé pour les grains de la composante $\langle 100 \rangle // AS$ (composante de plus faible module d'Young directionnel). Cela est clairement établi en considérant le comportement des grains dans le polycristal (modèle EVPSC-AFF) ou en considérant le comportement des grains dans un bicristal au niveau de l'interface entre deux grains (modèle bi-cristallin).

(2) La **valeur des constantes élastiques** (et plus précisément la valeur du coefficient d'anisotropie) influence énormément la valeur des contraintes d'incompatibilités et également l'entrée en plasticité du matériau. Malheureusement dans la littérature, il n'existe pas de consensus sur les constantes d'élasticité pour la phase β , les coefficients d'anisotropie peuvent présenter des valeurs très différentes selon les auteurs de 2,4 à 8,3 (donnant des contraintes d'incompatibilités d'amplitudes différentes). À l'avenir, il serait intéressant de se donner les moyens d'évaluer ces contraintes expérimentalement. Il serait intéressant de conduire des expériences in-situ en diffraction, pour mesurer les déformations locales en régime élastique et lors de la transition élasto-plastique [95], [145]. Par ailleurs, le potentiel de techniques basées sur la microdiffraction Laue, développées très récemment, pourrait aussi être exploré pour obtenir des données à l'échelle des grains [146], [147].

(3) Les résultats de simulation à l'aide du modèle EVPSC-AFF mettent en évidence la **nécessité de prendre en compte l'anisotropie élastique** pour prédire le comportement mécanique macroscopique de la phase β du titane. Cependant lorsque la texture β est isotrope, les différents jeux de constantes élastiques prédisent à peu près le même comportement macroscopique lors de la transition élasto-viscoplastique. Par contre comme déjà signalé, le comportement local, en terme de redistribution des contraintes due aux incompatibilités est très différent.

(4) Cette redistribution des contraintes a un **impact sur l'entrée en plasticité**. L'anisotropie élastique, conduit à un comportement plastique qu'on ne pourrait pas prédire avec une loi de Schmid traditionnelle à partir de la contrainte macroscopique. Les variations importantes des contraintes locales influencent l'entrée en plasticité des grains. En particulier, les deux approches mises en œuvre montrent que les grains avec l'axe $\langle 111 \rangle // AS$ plastifient avant les grains $\langle 100 \rangle // AS$ (alors que l'analyse du facteur de Schmid à partir de la contrainte macroscopique donnerait l'inverse). L'écart de contrainte principale entre les deux orientations lors de l'entrée en plasticité est d'autant plus important que le coefficient d'anisotropie est plus élevé.

(5) Au niveau d'une interface β/β : les **contraintes d'incompatibilités** vont varier en fonction des **orientations** mises en jeu. Ainsi, le bicristal composé des orientations $\langle 100 \rangle // AS$ et $\langle 111 \rangle // AS$ présente les contraintes d'incompatibilités maximales de $(0,36 \Sigma_3)$. Il est suivi de très près par le

bicristal avec les orientations $\langle 100 \rangle // AS$ et $\langle 110 \rangle // AS$ ($0,34 \Sigma_3$). Ces configurations sont très fréquentes dans des polycristaux avec des textures de fibres (obtenues par compression à chaud).

(6) Une **texture de compression β** (ici elle a été simulée en considérant 60% de $\langle 111 \rangle // AS$ et 30% de $\langle 100 \rangle // AS$) a pour effet d'augmenter le module d'Young de 1%, et la limite élastique de 10,5% pour $A=2,4$ et 12% pour $A=3$. Par rapport au cas isotrope, la transition élasto-viscoplastique est plus rapide.

(7) L'angle **d'inclinaison de l'interface** a une grande influence sur les contraintes d'incompatibilités et la réponse élastique des cristaux dans le modèle bicristallin β/β . Le maximum des contraintes d'incompatibilités se trouve quand l'interface est verticale ou proche de la verticale.

(8) La **morphologie de grains β** (avec des rapports d'aspect allant de $1/3$ à 3) n'a pas d'impact sur le comportement macroscopique mais a une importante influence sur les contraintes locales. L'amplitude des contraintes d'incompatibilités est maximale avec la forme ellipsoïdale des grains où l'axe principal est orienté parallèlement à la direction de chargement.

Chapitre 3:

Matériaux et techniques expérimentales

1. Introduction

Au long de ce chapitre, nous présentons les moyens techniques pour caractériser le comportement mécanique et les microstructures/textures complexes du matériau d'étude. Après une description du matériau et des produits forgés (billette et tranche) avec leur histoire thermomécanique, nous présentons la campagne d'essais de traction et fatigue réalisée sur ces différents produits.

La caractérisation de microstructure/texture est ensuite divisée en trois parties. D'abord, nous décrivons la détermination des textures macroscopiques par diffraction de neutrons, suivi par la caractérisation des microstructures. Différents moyens de microscopie (optique, électronique) couplés à la technique d'EBSD seront utilisés pour caractériser à différentes échelles les microstructures métallurgiques. Le logiciel de reconstruction de texture parente 'Merengue 2' est également décrit. Appliqué aux cartes EBSD, nous montrons qu'il permet d'identifier la microtexture β/α_p et de distinguer de façon automatique les orientations α_p/α_s . Cela offre la possibilité de suivre l'évolution de la microtexture au cours du procédé.

Ensuite, nous présentons notre démarche pour une analyse approfondie des faciès de rupture. En complément d'une analyse fractographique classique, notre objectif est de caractériser la microstructure/microtexture au niveau des sites d'amorçage de fissures qui amènent à la rupture finale. En plus d'étapes de polissage manuel du faciès couplées à des acquisitions EBSD, nous explorons le potentiel de deux techniques locales et complémentaires : l'image 3D par MEB- FIB (Focus Ion Beam) et la technique TKD (Transmission Kikuchi Diffraction)-on axis sur lame mince prélevée par FIB. Dans les deux cas, les techniques sont mises en œuvre au niveau d'un site d'amorçage.

2. Matériau, microstructure d'emploi et procédé

2.1. Matériau

Notre matériau d'étude est l'alliage de titane Ti 10V-2Fe-3Al de composition chimique indiquée dans le tableau 1. Cet alliage appartient à la classe des alliages β -métastables, avec une température de transus $\beta \leftrightarrow \alpha$ (T_β) à 800°C.

Tableau 3-1 : Composition chimique de l'alliage de titane Ti 10V-2Fe-3Al (% en masse).
On distingue les éléments β -gènes et α -gènes, notés respectivement en rouge et en bleu

V	Fe	Al	C	O ₂	N ₂	H ₂
9-11	1.8-2.2	2.6-3.4	<0.05	<0.13	<0.005	<0.015

Cet alliage est utilisé pour la fabrication de pièces massives pour l'aéronautique, par exemple la fabrication de pièces des trains d'atterrissage.

Sa microstructure d'emploi est illustrée dans la Figure 3-1. Elle comprend environ 13% de nodules α primaires (α_p) de diamètre compris entre 2 et 5 μm . Ces nodules α_p se localisent aux ex-joints de grains β de diamètre variant entre 5 et 10 μm , partiellement transformés en lamelles α secondaire (α_s). On distingue dans la microstructure finale 40% de phase β résiduelle (β_r). Les lamelles α_s (47%) ont une épaisseur de 100 à 200 nm et sont organisées en panier tressé (ou basket weave). On distingue également certaines lamelles qui décorent les ex-grains β . Elles forment un liseré d'une épaisseur de 200 à 300nm notées α_{sgb} (pour secondary α grain boundary). La phase β et les lamelles α_s sont en relation d'orientation de Burgers (c'est à dire, les plans $\{110\}_\beta$ et $\{0002\}_\alpha$ et les directions $\langle -11-1 \rangle_\beta$ et $\langle 2-1-10 \rangle_\alpha$ sont parallèles). On qualifie cette microstructure de 'bimodale', du fait des deux structures morphologiques de la phase α .

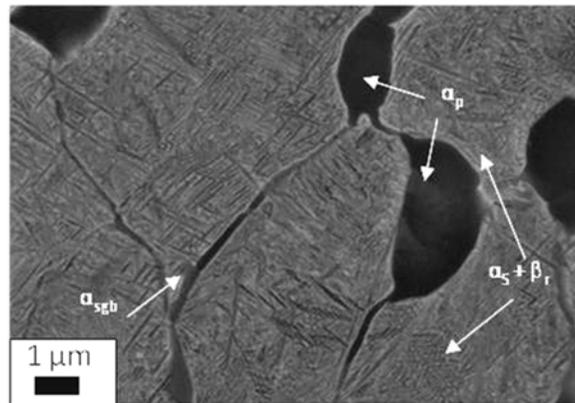


Figure 3-1 : Micrographie acquise au MEB en électrons rétrodiffusés de la microstructure d'emploi du Ti-10V-2Fe-3Al. Elle révèle des nodules α_p , des lamelles α_s incluses dans la phase β résiduelle et des liserés α_{sgb} aux joints des ex grains β .

2.2. Procédé de fabrication

Les pièces massives en Ti-10V-2Fe-3Al sont obtenues par différentes étapes de forgeage à partir d'un lingot. Le procédé de fabrication est illustré schématiquement sur la Figure 3-2. Un lingot de

plusieurs tonnes produit par fonderie par arc sous vide subit une série de compressions dans les domaines β et $\alpha+\beta$ avec pour objectif de réduire la section et d'affiner la taille de grain par corroyage. Cette étape, appelée conversion, conduit à l'obtention de plusieurs billettes. Les billettes sont ensuite matricées dans les domaines β et α/β pour donner le brut de forge. Finalement, un traitement thermique de vieillissement confère à la pièce sa microstructure et donc ses propriétés mécaniques finales.

Il faut rappeler que le procédé de forgeage introduit de fortes hétérogénéités de déformation locale. Cela conduit souvent à des dispersions locales de propriétés mécaniques au sein des pièces forgées. Cet aspect est encore plus marqué lorsqu'il s'agit de pièces très massives comme celles qui font l'objet de ce travail. La direction macroscopique d'écoulement de la matière est révélée directement par le fibrage visible sur les pièces.

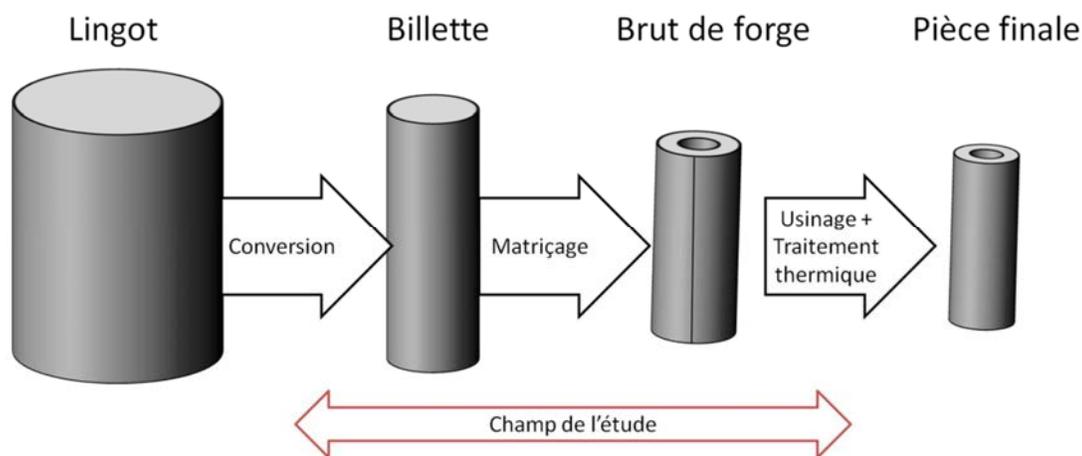


Figure 3-2 : Séquence de fabrication des pièces forgées.

2.3. Description de la matière étudiée

Notre étude porte sur différentes sources "matière" : tranches de billettes et tranches de pièces forgées. Chaque pièce a subi le même traitement thermique de vieillissement pour obtenir une microstructure bimodale (Figure 3-1). Cela permettra de comparer les propriétés mécaniques de pièces obtenues à différentes étapes du procédé.

Ces tranches étant cylindriques, trois directions principales sont définies comme illustré Figure 3 : la direction longitudinale (L), radiale (R) et tangentielle (T) (à noter que R est une direction radiale choisie arbitrairement et T une direction perpendiculaire dans la section transverse des tranches). Dans la tranche forgée, on distingue aussi deux zones qui ont subi des histoires thermomécaniques différentes : la zone située au niveau du plan de joint des matrices (aussi appelé Couture, désignée par C dans la suite) et une zone dans une section orthogonale, désignée "Hors Couture" (HC).

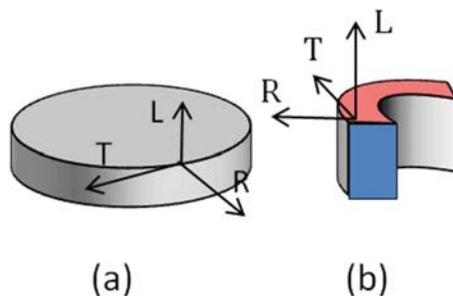


Figure 3-3 : Repère macroscopique associé aux (a) tranches des billettes et (b) tranches forgées (matricées) : L= Direction Longitudinale, R= Direction Radiale, T= Direction Tangentielle (on distingue dans la tranche forgée en bleu : le plan longitudinal et en rouge : le plan transversal).

Parmi les tranches mises à disposition pour notre étude, on distingue :

(1) Deux tranches forgées (TF) de microstructure bimodale (MB), notées TF-MB :

Ces tranches sont issues de différentes coulées mais ont subi le même traitement thermomécanique. Elles possèdent un diamètre de 34 cm, comme illustrée dans la Figure 3-4. La première tranche a été utilisée pour évaluer les dispersions des propriétés en fatigue et ainsi distinguer des différences de comportement mécanique entre la couture (C) et à 90° (Hors Couture-HC). Les conditions de la campagne d'essais et les plans de prélèvement des éprouvettes sont précisées en section 3 de ce même chapitre. Par ailleurs, des analyses de microstructure et de textures ont été réalisées sur une section de la deuxième tranche forgée, montrée dans la Figure 3-4, où une attaque macrographique a permis de repérer la couture.

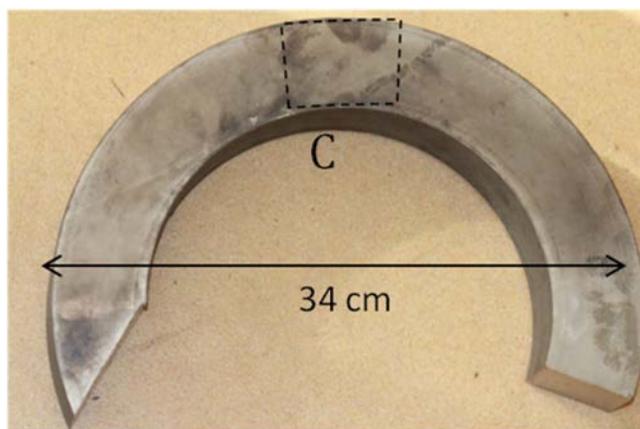


Figure 3-4 : Section prélevée dans une tranche forgée.

(2) Deux billettes (B1/B2) de microstructure bimodale (MB), notées B1/2-MB

Ces deux billettes de 43 cm de diamètre proviennent de deux lingots distincts. Après conversion, elles ont subi le même traitement thermique de vieillissement que les tranches forgées pour obtenir une microstructure bimodale. Elles ont permis d'évaluer les dispersions de propriétés en traction.

Ainsi, une campagne d'essais de traction a été réalisée avec des prélèvements d'éprouvettes selon différentes directions (T,R,L) et localisations (cœur, mi-rayon, peau) (détaillée en section 3).

(3) Demi-section de billette (B3) de microstructure bimodale, notée B3-MB

1/4 de section de cette billette B3 a été réservée pour des prélèvements d'éprouvettes d'essai mécanique à l'avenir. Le quart de section restant a été mis à disposition pour l'analyse de la microstructure (il est photographié dans la Figure 3-5a).

(3bis) Demi-section de billette (B3) de microstructure nodulaire (MN), notée B3-MN

Enfin, la demi-section restante de la billette B3-MB a subi un recuit de sorte à remettre en solution la précipitation α_s et obtenir une microstructure nodulaire. Il s'agissait de 'ré-générer' la microstructure β/α_p initiale de la billette. Avec cette billette de microstructure nodulaire (Figure 3-5b), notre objectif était double. D'une part, il s'agissait de caractériser la texture et la microtexture β/α_p de la billette en s'affranchissant de la présence de la phase α_s (qui complique l'analyse sur la phase β). D'autre part, il s'agissait de tester les dispersions de propriétés mécaniques déjà observées à cette étape du procédé avec la microstructure nodulaire (la campagne d'essais réalisée sur cette billette est détaillée dans un rapport interne).

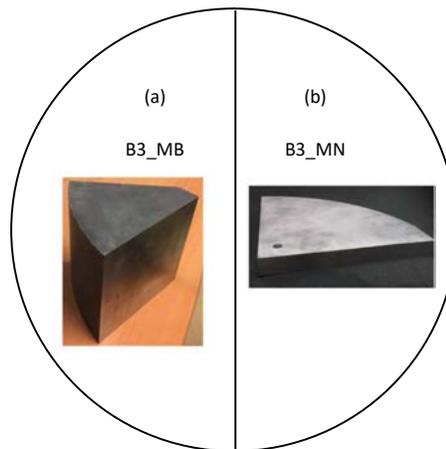


Figure 3-5 : Schéma de la billette B3 avec des photos des parties mises à disposition pour l'analyse de microstructure/texture (a) 1/2 section de MB (microstructure bimodale) et (b) 1/2 section de MN (microstructure nodulaire).

La microstructure nodulaire (MN) obtenue est composée par 13% de nodules α_p dans une matrice de phase β (87%) comme montré dans la Figure 3-6. Cependant le résultat montre que le traitement thermique n'a été efficace pour remettre en solution la phase α_s que sur une distance de 3,5 cm du bord de la 1/2 billette traitée. Par conséquent l'exploitation des résultats intégrera la présence croissante de phase α_s depuis une distance de 3.5cm du bord vers le cœur.

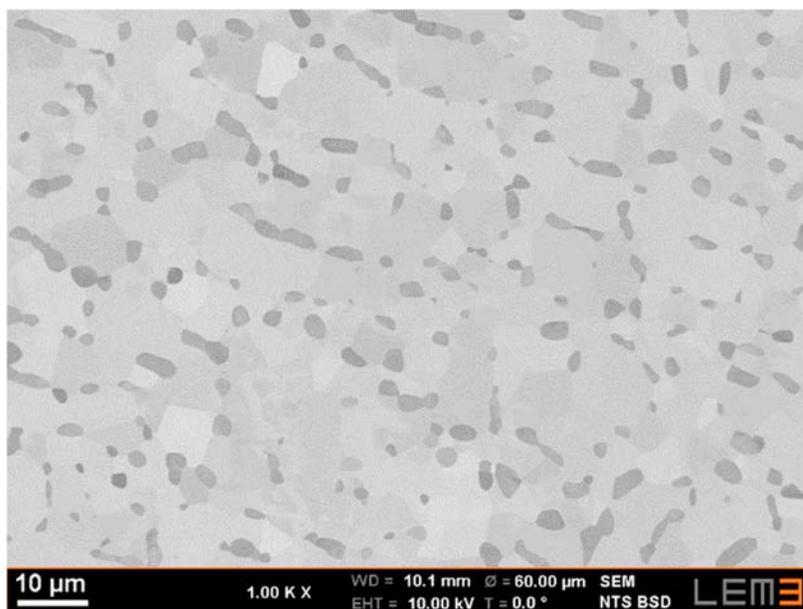


Figure 3-6 : Microstructure nodulaire de la billette après un recuit de remise en solution : présence de nodules α_p et de grains β .

3. Campagne d'essais mécaniques

Différentes éprouvettes ont été prélevées au sein des tranches mises à disposition pour réaliser des campagnes d'essais de traction et de fatigue. Notre objectif était d'analyser la dispersion des propriétés mécaniques en lien avec la microstructure et la texture locale. Le prélèvement d'éprouvettes et les essais mécaniques ont été effectués par SLS.

3.1. Essais de traction sur les billettes

Les campagnes d'essais de traction ont été effectuées sur deux billettes (B1/2-MB). Les essais réalisés respectent les exigences de la norme ASTM E8. Deux vitesses de déformation ont été utilisées pour chaque essai: une première vitesse de $8,33 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ jusqu'à 0,2% de déformation pour bien établir le régime élastique, suivie d'une vitesse plus rapide de $1,67 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ jusqu'à la rupture pour optimiser la durée de l'essai.

Au total, 136 éprouvettes ont été prélevées dans les billettes B1/2-MB, selon trois directions (T, R et L) et en différentes localisations (cœur, mi-rayon, peau). Il s'agissait d'éprouvettes cylindriques de diamètre utile 10 mm et de longueur utile 40 mm.

Les courbes conventionnelles de traction (charge/déplacement) ont permis de mesurer les propriétés suivantes: module de Young (E), limite d'élasticité conventionnelle à 0,2% de déformation plastique résiduelle (Re), résistance mécanique en traction (Rm), le coefficient de striction à rupture (Z%) et l'allongement à rupture (A%).

3.2. Essais de fatigue sur les tranches forgées

Des éprouvettes de fatigue tangentielle de 8 mm de diamètre utile ont été prélevées dans la Couture (C) et à 90° ("Hors couture"-HC) dans une même tranche forgée. Le plan de prélèvement est montré dans la Figure 3-7.

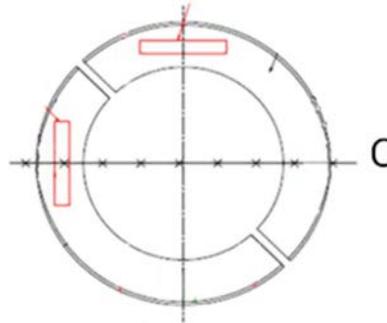


Figure 3-7 : Plan de prélèvement d'éprouvettes de fatigue dans la C et HC dans une même tranche forgée.

Tous les essais de fatigue ont été réalisés conformément à la norme ASTM E466-07. Les éprouvettes subissent un cycle sinusoïdal à contrainte imposée sous les conditions suivantes (Figure 3-8):

- $R = 0.1$
- $\sigma_{\text{alternée}} = 409.5 \text{ MPa}$ (91MPa-910MPa)
- Signal sinusoïdal, fréquence $\leq 10 \text{ Hz}$
- Température d'essai: 20°C .

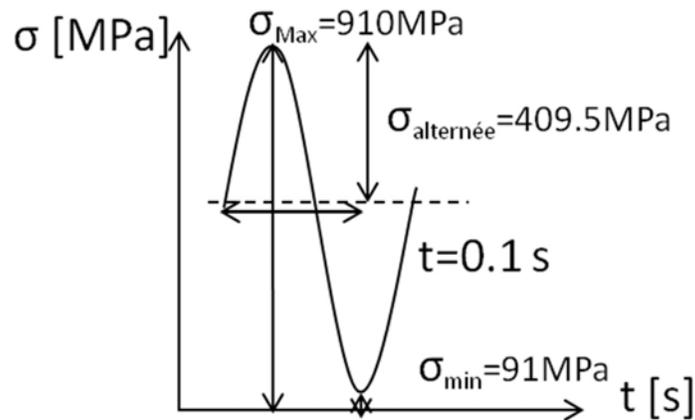


Figure 3-8 : Condition d'essai de fatigue.

La campagne principale a été faite sur 41 éprouvettes (28 C et 13 HC) prélevées au sein d'une même tranche. Par la suite, 7 autres éprouvettes prélevées dans la Couture mais sur des tranches issues de différentes coulées ont été rajoutées à l'étude pour l'analyse des sites d'amorçage (Chapitre 5 section 4.5).

4. Caractérisation de la texture macroscopique

4.1. Notion d'orientation cristallographique et de texture

Le terme orientation cristallographique fait référence à la façon dont le réseau cristallin dans un volume monocristallin est positionné par rapport à un repère macroscopique. Pour décrire une orientation, il est donc nécessaire de définir deux repères, le repère de l'échantillon ou macroscopique (K_A) et le repère cristallin (K_{Bi}). L'orientation d'un cristal est définie par la rotation "g" qui permet d'amener en coïncidence le repère macroscopique associé à l'échantillon avec le repère lié au cristal, sans aucun mouvement de translation, comme illustré dans la Figure 3-9a. Cette rotation est décrite par trois angles appelés angles d'Euler qui sont aussi schématisés dans la Figure 3-9b. Dans cette étude, les orientations sont données par rapport au repère macroscopique de la billette ou de la tranche forgée, défini par (T, R et L) - R étant une direction radiale choisie arbitrairement et T la direction tangentielle correspondante).

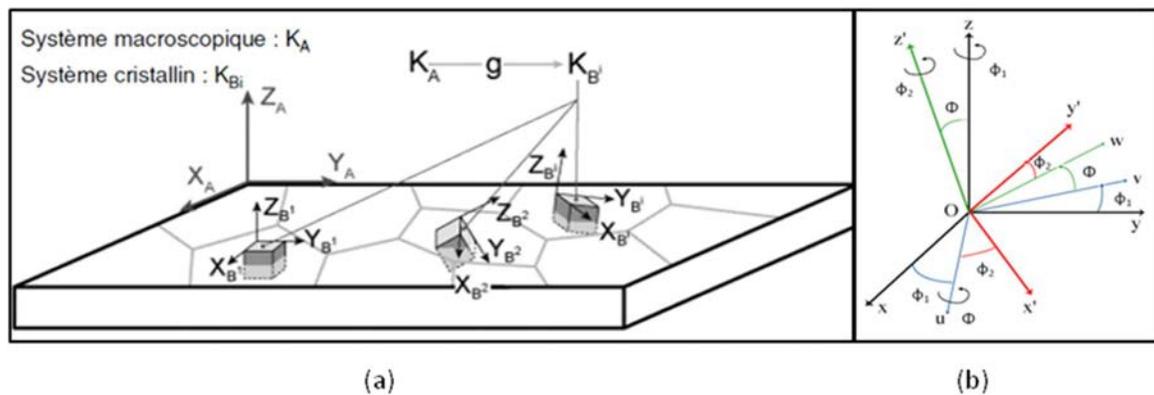


Figure 3-9 : (a) Notion d'orientation cristallographique définie par la rotation g entre les repères K_A et K_{Bi} . (b) Angles d'Euler ϕ_1 , Φ et ϕ_2 associés à la rotation g .

Le terme texture en cristallographie désigne l'existence d'une orientation préférentielle des grains dans un matériau polycristallin, c'est à dire qu'elle apporte une information statistique sur la distribution macroscopique des orientations cristallographiques des grains. La texture d'un échantillon peut être mesurée :

- par des **méthodes globales** à partir de l'acquisition des figures de pôles (FPs) expérimentales à l'aide de la diffraction de rayons X ou de neutrons,
- ou par **méthode locale** à partir d'orientations individuelles mesurées par EBSD.

Déterminer la texture d'un matériau consiste à calculer à partir de ces données expérimentales, la fonction de distribution des orientations (FDO). Cette fonction indique la fraction volumique de cristallites dans une orientation donnée pour l'ensemble de l'espace d'Euler. Ensuite, le résultat est

souvent présenté sous forme de figures de pôles recalculées qui indiquent les densités des pôles dans les différentes directions macroscopiques. Dans ce travail, nous tracerons en particulier :

-pour la phase β : les FPs $\{110\}$, $\{111\}$, et $\{100\}$ dans cet ordre

-pour la phase α : les FPs $\{0002\}$, $\{11-20\}$ et $\{10-10\}$.

Les FPs sont représentées dans cet ordre particulier pour faciliter la visualisation de la correspondance entre plans et directions des deux phases en raison de la relation de Burgers ($\{110\}_\beta // \{0002\}_\alpha$ et $\langle 111 \rangle_\beta / \langle 11-20 \rangle_\alpha$).

4.2. Mesure de texture par diffraction de neutrons

La texture macroscopique des pièces a été mesurée par diffraction de neutrons au Laboratoire Leon Brillouin (LLB) au CEA de Saclay. Cette technique d'analyse est basée sur la diffraction des neutrons dans la matière. Les neutrons sont produits dans un réacteur de façon continue par fission nucléaire de U_{235} . Les neutrons ainsi obtenus sont ralentis dans de l'eau lourde afin d'atteindre une longueur d'onde de l'ordre de 10^{-10} m, ce qui est du même ordre de grandeur que les distances interatomiques dans les matériaux solides.

Nous avons utilisé le diffractomètre 6T1, dédié à l'acquisition de figures de pôles pour l'analyse de textures cristallographiques, avec le soutien technique de Sébastien Gautrot - CEA. La Figure 3-10 montre un échantillon (et son repère macroscopique) en place sur le diffractomètre 6T1. La technique de diffraction des neutrons permet de mesurer des figures de pôles complètes en mode transmission et d'analyser de gros volumes jusqu'à 2.25 cm^3 . Cette technique est utile pour les matériaux à gros grains comme celui que nous avons mesuré. Aucune préparation de surface n'est requise pour l'échantillon. La longueur d'onde des neutrons est de $1,159 \text{ \AA}$, sélectionnée par un monochromateur Cu (111). La taille maximale du faisceau est de $2 \times 2 \text{ cm}^2$ mais un dispositif de fenêtre peut le réduire. Le diffractomètre est équipé d'un berceau eulérien déporté (Frank Heydrich $\varnothing 400 \text{ mm}$) et offre une précision angulaire de $0,01^\circ$. La distance échantillon-compteur peut varier entre 80 et 150 cm. Selon le but de l'expérience, diverses collimations du faisceau incident et diffracté peuvent être utilisées.

Avant l'acquisition des figures de pôles, des diffractogrammes ont été acquis sur les échantillons présentant différentes microstructures (bimodale et nodulaire) pour pouvoir identifier l'angle 2θ correspondant aux pics de diffraction des différents plans cristallographiques de chaque phase. La position des pics pour la phase α et β et leurs plans correspondants sont présentés dans le Tableau 3-2. Pendant ces mesures, le bruit de fond a aussi été mesuré à différentes positions de part et d'autre des pics. Pour déterminer la texture des phases α et β , il est nécessaire de mesurer 3 FPs de la phase β et 5 FPs de la phase α (le nombre de FPs dépend entre autre de la symétrie de la phase analysée). L'acquisition de chaque FP expérimentale a duré quinze heures.



Thermal Neutron Four-Circle Diffractometer for texture **6 T1**

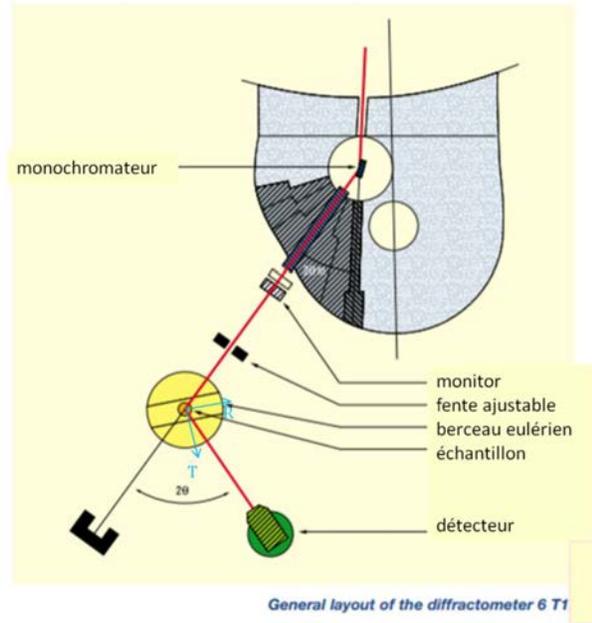


Figure 3-10 : Diffractomètre 6T1.

Tableau 3-2 : Positions des pics α et β pour une longueur d'onde des neutrons de 1,159 Å.

2θ	Phase	Plan
26.1°	α	{10-10}
28.3°	α	{0002}
29°	β	{110}
29.75°	α	{10-11}
38.95°	α	{10-12}
41.4°	β	{200}
46°	α	{11-20}
51.19°	β	{211}
68.1°	β	{310}

4.3. Sélection des échantillons

La Figure 3-11 synthétise la localisation de l'ensemble des échantillons. Notre but était d'abord d'identifier des hétérogénéités de texture de la phase β entre la peau et le cœur d'une billette. Ainsi 3 échantillons (correspondant à des cubes de 15mm d'arête) ont été prélevés (par découpe au jet d'eau) suivant le même rayon, à différentes distances radiales (à 3cm du centre, à 3/4 de rayon et en surface) de la billette B3-MN. Trois autres échantillons ont été prélevés à 3/4 de rayon selon des rayons décalés de 30° comme montré dans la Figure 3-11a. Ceux-ci nous ont permis d'évaluer la variation de texture suivant différents rayons.

En complément, nous avons aussi tenté de mesurer la texture α à 3/4 de rayon de la billette. Cette mesure a été réalisée d'une part sur la billette B3-MN (ne contenant que 13% de phase α_p) (Figure 3-11a) et d'autre part, sur la billette B3-MB (composé de 13% de phase α_p et 47% de phase α_s) (Figure 3-11b).

Une deuxième série d'essais a été réalisée avec le but de déterminer la texture β au niveau de la Couture et Hors Couture au sein de la section de tranche forgée mise à disposition. Ces échantillons (correspondant à des cubes de 15mm d'arête - Figure 3-11c) ont été traités thermiquement de façon similaire à la billette nodulaire de manière à obtenir 87% de phase β (et faciliter la mesure de la texture). En complément, nous avons aussi mesuré la texture α dans la C et HC par diffraction de rayon X au laboratoire LEM3. Les échantillons (de microstructure bimodale) ont été prélevés aussi dans la même section de tranche forgée (TF-MB).

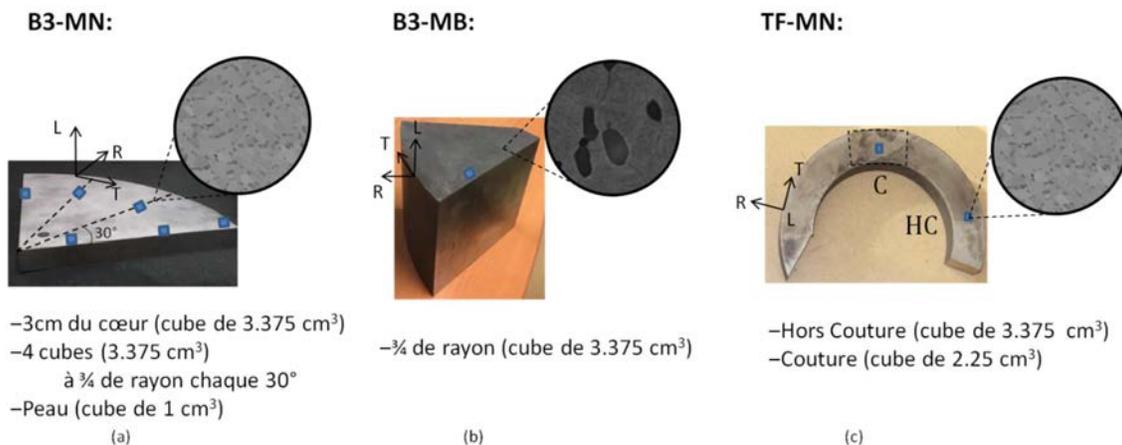


Figure 3-11 : Zones de prélèvement des échantillons pour l'analyse de texture aux neutrons sur chaque type de pièce. (a) Billette de microstructure nodulaire- B3_MN, (b) billette de microstructure bimodale - B3_MB et (c) tranche forgée de microstructure nodulaire - TF_MN.

4.4. Complément : variation du paramètre de maille de la phase β selon la microstructure

La comparaison des diffractogrammes acquis respectivement sur une microstructure bimodale et nodulaire a mis en évidence un déplacement de la position des pics de la phase β . Ce déplacement est observé sur l'ensemble des pics. Nous le discutons ici uniquement à partir du pic $\{110\}_\beta$ à l'aide des deux diffractogrammes donnés Figure 3-12.

Pour la microstructure nodulaire, le pic correspondant au plan $\{110\}_\beta$ est mesuré à l'angle $2\theta=29^\circ$ (voir le diffractogramme de couleur bleu marine Figure 3-12- on note aussi la présence de pics de faibles intensités correspondant à la phase α).

Pour la microstructure bimodale, ce pic est de faible intensité car le matériau est majoritairement en phase α (voir le diffractogramme de couleur bleu clair Figure 3-12). Cependant il est visible par l'épaulement qu'il induit sur le pic $\{10-11\}_\alpha$. Son angle de diffraction a été évalué à $29,5^\circ$.

Ce déplacement des pics indique une diminution du paramètre de maille de la phase β de 0,327 nm à 0,322 nm entre la microstructure nodulaire et bimodale. Cette diminution est trop importante pour être attribuée uniquement des contraintes internes (elle donnerait des contraintes trop élevées). Par contre, on peut considérer qu'elle est causée par un changement de la composition chimique. Lors de la précipitation de la phase α_s , la phase β s'enrichit en éléments β -gènes. Elle s'enrichit donc en vanadium, qui possède un rayon atomique métallique inférieur à celui du titane, ce qui causerait un rétrécissement de la maille.

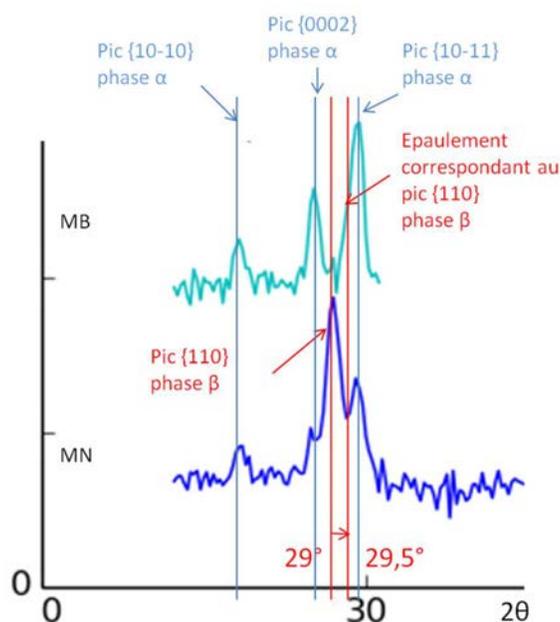


Figure 3-12 : Déplacement du pic (110) de la phase β entre la microstructure bimodale (MB) et la microstructure nodulaire (MN).

Ce phénomène a été observé par Yao [148], qui a montré une diminution du paramètre de maille du titane avec une fraction croissante de molybdène (élément β -gène aussi avec un rayon métallique inférieur au titane). Il a montré également une évolution croissante du module de Young avec la diminution du paramètre de maille et une diminution du facteur d'anisotropie ($A=2C_{44}/(C_{11}-C_{12})$). Cette diminution du paramètre de maille, due à une augmentation de la concentration des éléments β -gènes, implique donc aussi des changements de propriétés élastiques de la phase β .

Raghunathan et al. [95] ont trouvé la même tendance dans l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al. Ils ont retrouvé une diminution semblable du paramètre de maille de 0,05 Å. Ils ont également établi des valeurs des constants élastiques différentes pour la phase β dans un alliage Ti-10V-2Fe-3Al de microstructure nodulaire et bimodale (état vieilli), notamment avec un facteur d'anisotropie qui décroît de 8,3 à 1,9

respectivement. La phase β dans le matériau vieilli a également un module d'Young directionnel $\langle 100 \rangle$ ($E_{\langle 100 \rangle}$) plus élevé. Donc, le vanadium aurait un effet similaire au molybdène sur l'élasticité.

4.5. Post-traitement de données de figures de pôles expérimentales

Les FP's expérimentales donnent en chaque position de l'échantillon (en azimuth et en déclinaison) les intensités diffractées (c'est à dire un nombre de coups par unité de temps). Cette intensité est proportionnelle à la densité de pôles.

Pour déterminer la texture, il est nécessaire de soustraire aux intensités mesurées, les valeurs du bruit de fond et ensuite de corrélérer les différentes figures pour calculer la fonction de distribution des orientations. Pour cela, le logiciel JTEX développé au LEM3 a été utilisé [149]. Jtex est un logiciel pour l'analyse de texture qui permet l'exploitation des FP's expérimentales obtenues par diffraction ou des orientations individuelles obtenus par EBSD. Ce logiciel permet de calculer la fonction de distribution d'orientations (FDO) par méthode harmonique, et ainsi de recalculer les FP's corrigées. Le nombre de FP's expérimentales nécessaires pour le calcul de la FDO dépend de la structure cristalline et de ses symétries. Des FP's supplémentaires peuvent être prises en compte dans le calcul de la FDO pour augmenter la qualité du calcul. La "sévérité" de la texture est donnée par l'indice de texture (IT) (sa valeur est égale à 1 pour des matériaux isotropes).

5. Caractérisation de la microstructure par microscopie

5.1. Préparation des échantillons

Les analyses microstructurales ont été réalisées au microscope optique et au microscope électronique à balayage (MEB) couplé à la technique EBSD.

Concernant la préparation de la surface des échantillons, l'analyse EBSD est de loin la technique la plus exigeante. Pour obtenir un diagramme de diffraction de qualité, la surface analysée doit être parfaitement plane, polie miroir et sans écrouissage de surface. Il est aussi nécessaire d'assurer le parallélisme entre la surface d'appui de l'échantillon sur le porte échantillon et la surface analysée. Cela évite la défocalisation du faisceau lors de l'acquisition de grandes cartes EBSD en mode multi-mapping. Pour garantir le parallélisme entre les deux surfaces et faciliter les polissages successifs pour l'analyse des faciès de rupture, un porte-échantillon spécifique a été usiné.

Pour limiter l'écrouissage de surface, la préparation a été effectuée en 3 étapes :

- 1) un prépolissage mécanique avec papier de granulométrie décroissante de 600 jusqu'à 2 400 (3-5 min chaque étape)
- 2) un polissage avec des solutions diamantées (9 μ m, 3 μ m et 1 μ m) (10 minutes chaque étape)
- 3) un polissage de finition avec de l'OPS (solution de silice colloïdale) pendant 15 à 25 minutes

Plusieurs techniques ont été testées pour compléter le polissage de finition dont:

- 1) le polissage sur plateau vibrant avec de l'OPS Buehler pendant 2 à 12 heures, selon la surface
- 2) le polissage électrolytique (80% méthanol, 20% acide perchlorique; 5s; 45V)
- 3) le polissage ionique (Gatan PECS II, ions d'argon, 6 kVe, 2h)

La procédure qui donne les meilleurs résultats dépend de la nature de l'échantillon et de la microstructure. Pour l'analyse des échantillons de grande surface plane de microstructure nodulaire, le polissage électrolytique a été choisi car il donne des très bons résultats avec un temps de préparation court. Le polissage ionique était la meilleure option dans le cas de échantillons de surface plane de microstructure bimodale. Cependant cette stratégie n'est pas adaptée aux faciès de rupture (de microstructure bimodale aussi). L'attaque n'est pas homogène sur un faciès présentant une forte topologie et par ailleurs les faciès se voient endommagés au delà de la zone ciblée. Par conséquence, dans ce cas, le polissage sur plateau vibrant a donné les meilleurs résultats.

Après l'étape de polissage, certains échantillons ont été attaqués chimiquement au réactif de Kroll (3% acide nitrique, 7% acide fluorhydrique et 90% eau) pour des observations microstructurales au microscope optique et électronique. La même attaque permet également de faire une attaque macrographique pour révéler les grains β primaires.

5.2. Microscopie optique

Pour cette étude, un microscope Olympus BX61 a été utilisé pour l'imagerie en microscopie optique. Sa platine motorisée à 3 axes a permis de couvrir des larges surfaces et d'observer le fibrage révélé par attaque macrographique.

5.3. Microscopie électronique à balayage

Les observations microstructurales et l'acquisition des cartes d'orientations ont été réalisées à l'aide de trois microscopes électroniques à balayage (MEB) équipés d'un système EBSD:

- le microscope JEOL JSM-6500F équipé d'un système EBSD avec une caméra 'sensible' (Nordlys-S couplée au logiciel AZtec– Oxford instruments) qui permet l'acquisition de cartographies avec une résolution spatiale élevée (de l'ordre de quelque dizaines de nm).
- le microscope JEOL JSM-6490 équipé d'un système EBSD avec une caméra 'rapide' (Nordlys-F couplée au logiciel AZtec – Oxford instruments) qui permet l'acquisition rapide des données.
- le microscope ZEISS SUPRA 40 équipé d'un système EBSD avec une camera 'sensible' (Bruker e-Flash haute résolution) couplée au logiciel Esprit qui offre un bon compromis rapidité/sensibilité.

Les microstructures ont été imagées avec deux types de détecteurs:

- Le détecteur BSE (Back-Scattered Electron): Ce détecteur permet d'obtenir des images à fort grandissement permettant efficacement de distinguer les nodules α_p , les lamelles α_s héritées de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ et la phase β_r . On rappelle que les électrons rétrodiffusés résultent de l'interaction quasi-élastique du faisceau d'électrons primaires avec les noyaux des atomes constitutifs de l'échantillon. Leur rendement est d'autant plus important que le numéro atomique Z des atomes constituant la cible est élevé, permettant ainsi de générer des images de contraste de composition chimique. Les images en électrons rétrodiffusés révèlent également un contraste d'orientation. En effet, l'intensité d'émission des électrons rétrodiffusés dépend fortement de l'orientation cristallographique du grain par rapport au faisceau incident.

- Le détecteur SE (Secondary Electron) : Les électrons secondaires ont des énergies très faibles (quelques dizaine d'eV) et proviennent par conséquent des couches superficielles (quelques nanomètres) de l'échantillon observé. Leur rendement dépend fortement du relief de la surface de l'échantillon et c'est la raison pour laquelle ils sont utilisés pour produire des images topographiques de l'échantillon. Les images en électrons secondaires ont été acquises soit avec un détecteur conventionnel de type Everhart-Thornley, soit avec un détecteur « In Lens » dans la colonne électronique. Ce type de détecteur permet d'acquérir des images avec une résolution spatiale améliorée. Il est par conséquent adapté pour imager la microstructure fine constituée de lamelles α_s .

5.4. Traitement d'images

Une analyse statistique des nodules α_p a été réalisée au niveau de la tranche forgée de microstructure bimodale (section 2.1.2 du chapitre 5). Les paramètres analysés sont principalement leur fraction surfacique, taille et morphologie. Pour cela une série d'images a été prise au hasard au sein d'une zone d'intérêt, avec le détecteur BSE. Toutes les images ont été acquises avec un grossissement x500. Il faut remarquer qu'à ce grossissement les lamelles α_s ne sont presque pas visibles sur les images. Ensuite, le logiciel ImageJ a été utilisé pour le traitement et l'analyse de ces images. Les principales étapes du traitement d'images sont les suivantes:

1. Seuillage dont le seuil dépend de chaque image pour garder seulement les nodules α_p
2. Opération d'érosion (élément : disque, rayon : 5) pour supprimer des groupes de pixels trop petits dus au bruit, aux artefacts de préparation de surface, et à la présence de α_{sgb} et α_s
3. Reconstruction géodésique
4. Opération de fermeture
5. Remplissage des trous.

Des images typiques avant/ après traitement sont montrées dans la Figure 3-13.

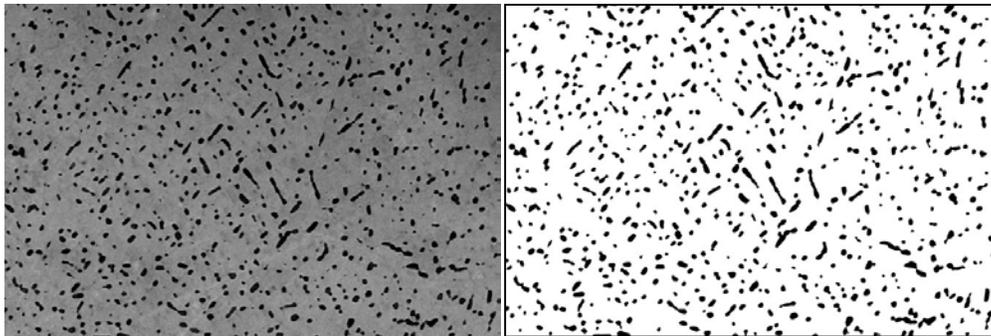


Figure 3-13 : Image BSE et image après traitement d'images.

6. Microscopie d'orientations-Caractérisation de la microtexture

6.1. Principe de la technique EBSD

La technique EBSD (Electron BackScatter Diffraction - diffraction d'électrons rétrodiffusés) est une technique qui permet de mesurer l'orientation cristallographique des constituants de nombreux matériaux métalliques et ainsi d'en déterminer la microtexture et texture [150]. Cela se fait à partir de l'acquisition et l'indexation des diagrammes de diffraction d'électrons rétrodiffusés (en anglais: electron backscatter diffraction pattern, EBSD).

Pour effectuer une mesure EBSD, l'échantillon doit être poli miroir et placé dans la chambre du MEB, avec un angle d'inclinaison de 70° par rapport à l'horizontale. Ensuite, le faisceau d'électrons est focalisé sur l'endroit de l'échantillon dont on veut connaître l'orientation cristallographique. Les électrons rétrodiffusés au sein de l'échantillon, en incidence de Bragg avec les plans réflecteurs environnants, sont diffractés. Le signal de diffraction est enregistré par une caméra CCD (Charge Coupled Device) munie d'un écran phosphorescent qui prend, en temps réel, une image de ces diagrammes. L'ensemble du dispositif expérimental est schématisé dans la Figure 3-14.

Pour une famille donnée de plans réflecteurs (hkl), les électrons diffractent selon deux cônes de diffraction symétriques par rapport au plan (hkl), comme illustré dans la Figure 3-15. L'intersection de ces deux cônes avec l'écran phosphorescent de la caméra EBSD produit des hyperboles assimilables à deux droites parallèles formant une bande de Kikuchi. L'ensemble des plans diffractant génère ainsi le diagramme de diffraction (ou diagramme de Kikuchi) constitué de plusieurs bandes. L'inclinaison de l'échantillon de 70° permet l'émission maximale d'électrons rétrodiffusés d'énergie proche des électrons incidents et donc améliore la qualité du signal de diffraction.

Si la géométrie du système est bien décrite, il est possible de relier les bandes présentes dans le diagramme EBSD à la phase et à l'orientation cristalline du volume diffractant.

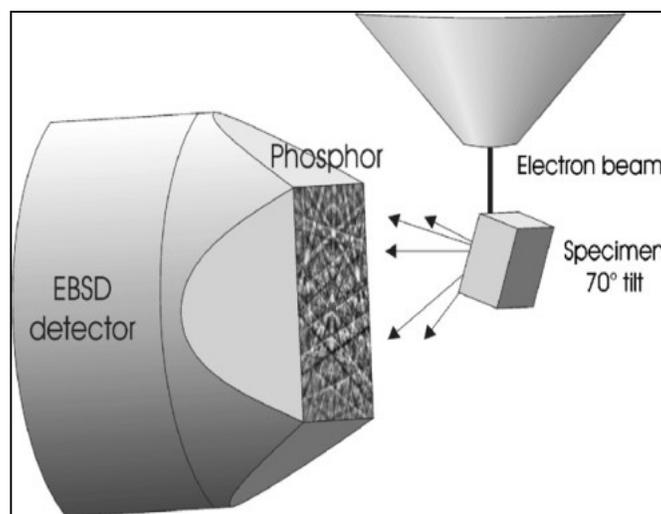


Figure 3-14 : Configuration caméra-échantillon-faisceau incident pour l'acquisition des données EBSD [151].

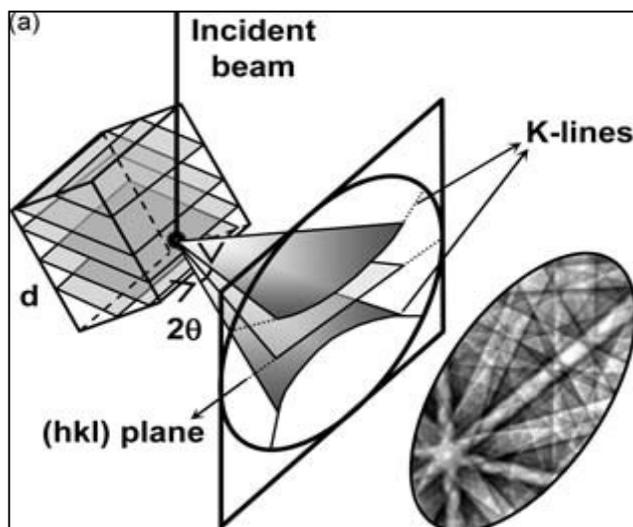


Figure 3-15 : Schéma de principe de la technique EBSD [152].

6.2. Acquisition des cartes EBSD

Lorsque la technique EBSD est utilisée en mode 'cartographie', le faisceau d'électrons balaye la zone de l'échantillon à analyser en suivant une grille prédéfinie. Avant l'acquisition d'une carte EBSD, le pas de déplacement du faisceau (ou taille de pixel) est choisi selon le type de microstructure à analyser. Ensuite, à chaque position de la grille, le système effectue l'acquisition, la détection des bandes de diffraction, et l'indexation du diagramme de Kikuchi. Dans le fichier résultat, on stocke les données suivantes :

- Les coordonnées (x, y) du point
- La nature de la phase détectée
- L'orientation calculée dans le repère lié à l'échantillon
- Des indices de qualité d'indexation (comme le nombre de bandes détectées compatibles avec l'indexation retenue, ou le MAD -Mean Average Deviation- qui quantifie les écarts angulaires entre les bandes détectées et les bandes de la solution retenue)
- Des indices de la qualité de la diffraction, comme le contraste de bandes calculé à l'aide de l'intensité des bandes de diffraction détectées par rapport à l'intensité du bruit de fond du diagramme de diffraction.

6.3. Stratégie d'acquisition des cartes EBSD

Pour l'acquisition des données EBSD, on doit faire la distinction entre deux cas :

- 1) La caractérisation de la texture locale de grandes zones (millimétriques): Pour couvrir des surfaces supérieures à 1 mm^2 , on combine les modes d'acquisition « déplacement du faisceau d'électrons » et « déplacement de la platine » en un mode appelé multi-mapping. Le pas de déplacement du faisceau est optimisé en tenant compte du temps de mesure et de la résolution recherchée. L'acquisition des cartes EBSD d'une grande résolution présentent l'inconvénient d'un temps de mesure élevé et un jeu de données très grand et difficile à traiter par la suite. Compte tenu

de nos microstructures, un pas compris entre 0.8 et 1.2 μm a été choisi pour pouvoir indexer la phase β mais aussi les nodules α_p .

2) La caractérisation de régions de taille limitée: Pour révéler la microstructure, idéalement le pas de déplacement du faisceau d'électrons doit être inférieur à la taille du constituant le plus petit que l'on cherche à caractériser. L'alliage étudié présente une microstructure avec différentes échelles. La microstructure la plus fine est constituée des lamelles α_s qui ont une épaisseur de l'ordre de 200nm. Un pas entre 0.05 et 0.5 μm a souvent été choisi pour l'acquisition de ces cartes EBSD. Toutefois même avec ce pas, l'indexation des clichés issus de zones contenant de fines lamelles α_s et de la phase β résiduelle reste faible. En effet, à ce niveau, nous nous rapprochons de la limite de résolution spatiale de l'EBSD (quelques dizaines de nm) et par conséquent la superposition de clichés de la phase α et β limite la possibilité de trouver une indexation fiable.

6.4. Représentation des données EBSD

L'analyse et la présentation des données EBSD ont été effectuées en utilisant le logiciel Channel 5. Les données brutes sont corrigées des erreurs d'indexation, y compris des erreurs d'indexation systématiques (correspondant par exemple à des rotations de 30° et 60° autour de la direction $\langle 111 \rangle$ pour la phase β). Dans un deuxième temps, pour les pixels non indexés, on affecte l'orientation majoritaire de son environnement, en considérant uniquement les pixels qui ont au moins 4 voisins de même orientation.

Dans cette étude, les données EBSD sont souvent représentées sous forme de cartographies d'orientations, et les orientations discrètes sont représentées à l'aide de figures de pôles (en projection stéréographique). Pour évaluer les densités d'orientations locales, on associe à chaque orientation discrète une gaussienne d'ouverture à mi-hauteur de 10° (le choix de cette valeur n'a pas été optimisé car notre objectif n'était pas de quantifier les intensités de texture).

De façon similaire à l'analyse de texture, on tracera systématiquement les FPs $\{110\}$, $\{111\}$, et $\{100\}$ pour la phase β et les FPs $\{0002\}$, $\{11-20\}$ et $\{10-10\}$ pour la phase α dans cet ordre, pour faciliter la réalisation du lien avec la relation d'orientation de Burgers (RO). La direction située au centre de la FP correspond soit à la direction L soit à la direction de sollicitation dans le cas des éprouvettes.

Pour les cartes EBSD, nous traçons systématiquement la carte de contraste de bande pour révéler la microstructure ainsi que des cartes d'orientations et des désorientations. La carte d'orientations que nous traçons indique pour chaque pixel, la direction cristalline en coïncidence avec une direction macroscopique D, selon le code de couleur du triangle standard. Ce type de carte est couramment appelée 'carte IPF//D' (IPF signifiant 'Inverse Pole Figure'). Dans notre cas, D est souvent la direction axiale de la billette (L) ou la direction de sollicitation dans le cas des essais mécaniques.

La Figure 3-16 montre la FP inverse avec son code de couleur (triangle standard) pour la phase β et la phase α . Par exemple, les composants α avec leur axe $\langle c \rangle$ ($\langle 0002 \rangle$) parallèle à D sont colorés en rouge sur la carte. Les grains β avec leur direction $\langle 111 \rangle$ parallèle à D sont colorés en bleu, ceux avec leur direction $\langle 110 \rangle$ parallèle à D sont colorés en vert et ceux avec leur direction $\langle 100 \rangle$ //D en rouge.

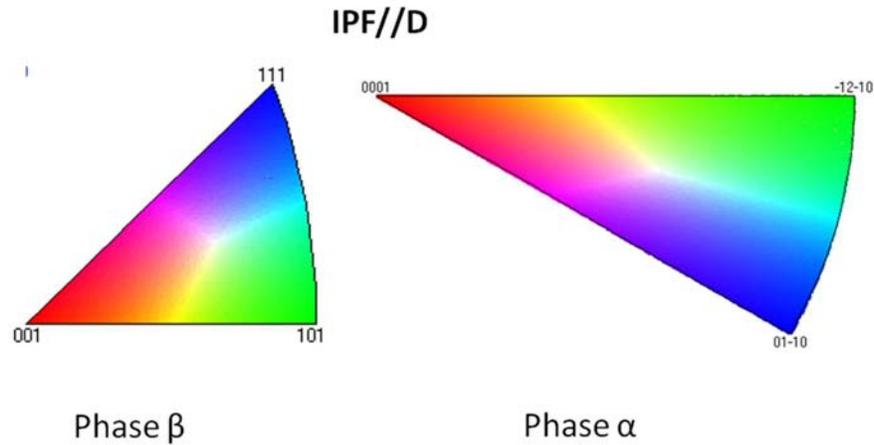


Figure 3-16 : Figure de pôles inverse (triangle standard) pour la phase β et la phase α - le code de couleur indique la direction cristallographique de la structure cristalline considérée qui est parallèle à la direction de référence macroscopique D .

6.5. Post-traitement avancé des données EBSD

Le taux d'indexation des cartographies EBSD dépend fortement des constituants et surtout de leur taille de grains. Dans le Tableau 3-3, on indique la fraction volumique et le taux d'indexation de chaque constituant. On note en particulier le taux d'indexation très faible pour la phase β_r et les lamelles α_s . En effet, la microstructure fine ($\alpha_s + \beta$) est particulièrement difficile à caractériser car les domaines α_s et β_r sont de tailles nanométriques et la phase β produit des diagrammes de diffraction de faible intensité. Il s'avère donc difficile d'obtenir la microtexture ($\alpha_s + \beta$) avec un taux d'indexation par constituant traduisant leur fraction relative

Tableau 3-3 : Fraction volumique, taille et taux d'indexation en EBSD de chaque composant de la microstructure.

Constituant	Fraction volumique	Taille	Taux d'indexation dans une carte EBSD
α_p	13%	3 μm	13%
α_s	47%	150-250 nm	5-51%
β_r	40%	150-250 nm	5-15%

Par ailleurs, il serait intéressant de distinguer systématiquement, sur une carte EBSD, les orientations des lamelles α_s et des nodules α_p . En effet, ces deux constituants ont été générés à des étapes distinctes du procédé et ont donc une histoire thermomécanique différente. Cependant, comme ils correspondent à la même phase α , les données d'orientations seules ne permettent pas de les distinguer.

Avec l'objectif d'évaluer plus précisément la microtexture β/α_p avant le traitement de vieillissement et la sélection de variantes lors de la formation de la phase α_s , nous avons utilisé le logiciel Merengue 2, développé au LEM3 [153]. Ce logiciel permet de reconstruire la microtexture de la phase parente haute température (ici la phase β) à partir des orientations héritées par transformation de phase (avec respect d'une relation d'orientation - ici les orientations α_s) et mesurées à température ambiante. La méthode de reconstruction repose sur deux hypothèses principales:

- La transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha_s + \beta_r$ respecte la relation d'orientation de Burgers.
- La phase α_s se forme dans le grain β avec lequel elle est en relation d'orientation.

Dans cette section, nous décrivons d'abord le principe de la méthode de reconstruction des microtextures parentes et sa mise en œuvre dans le logiciel Merengue 2 puis son application à notre problématique.

6.5.1. Principe du logiciel de reconstruction MERENGUE 2

Le principe des méthodes de reconstruction s'appuie sur l'exploitation de la relation d'orientation (RO) qui lie les réseaux de la phase parente et héritée, pour identifier sur la cartographie d'orientations de la phase héritée, des ensembles de domaines cristallins voisins (correspondant à des variantes cristallographiques) pouvant être issus avec une forte probabilité d'un unique grain parent (dont on peut alors calculer l'orientation) [154], [155].

Théoriquement, chaque grain parent peut se transformer en un nombre limité de variantes cristallographiques de la phase fille, dont on peut déterminer les orientations en considérant la RO et les éléments de symétries rotationnelles des deux phases. Inversement, chacun de ces variantes peut théoriquement être issu d'un ensemble d'orientations parentes potentielles. En considérant plusieurs variantes issues du même grain parent, il est donc possible de déduire l'orientation de ce dernier; il s'agit de **l'unique élément commun** aux différents ensembles d'orientations parentes associés aux variantes considérées. Du fait de la précision des données d'orientations mesurées par EBSD et de la dispersion de la RO observée expérimentalement, il est nécessaire d'introduire une tolérance angulaire dans la recherche de l'unique orientation parente commune aux variantes considérées.

Lorsque ce principe est appliqué pour reconstruire une carte parente à partir d'une carte héritée par transformation de phase, des difficultés supplémentaires sont à prendre en compte dans l'algorithme de recherche de l'unicité de l'orientation parente. En particulier, les variantes issues d'un même parent ne sont pas directement identifiables sur une carte EBSD. Ainsi plutôt que de chercher le parent unique, on cherche le parent le plus probable, c'est à dire celui le plus compatible avec la variante considérée et ses variantes environnantes [156]. Par conséquent, les méthodes de reconstruction sont d'autant plus efficaces pour reconstruire la carte parente que :

- la RO est unique et suivie le plus strictement possible lors de la transformation.
- le voisinage d'un domaine hérité sur une carte EBSD est constitué de plusieurs variantes (leur nombre devant être suffisant pour permettre l'identification de l'unique parent commun).

La méthodologie de reconstruction mise en œuvre dans Merengue2 a été développée pour optimiser la reconstruction des microtextures parentes, en particulier dans des configurations particulièrement complexes (rencontrées par exemple dans les aciers). La reconstruction se fait par itération en distinguant 5 étapes principales:

Étapes préliminaires :

1. Reconnaissance des domaines cristallins de la phase héritée
2. Choix d'une RO de départ - Burgers dans notre cas

Étapes itératives de 3 à 5 jusqu'à saturation du taux de reconstruction

3. Identification de fragments de parent fiables (tolérance ω_{frag} de 3°)
4. Elargissement des fragments (tolérance ω_{enl} jusqu'à 5°)
5. Gestion des ambiguïtés

Le contenu des différentes étapes est détaillé dans [157] et rappelé succinctement dans la suite.

Étapes 1 et 2: Les étapes préliminaires de la reconstruction

Il s'agit d'abord de décomposer la carte EBSD en un ensemble de domaines cristallins D_i qui regroupent des pixels voisins d'orientations proches. Cette étape est réalisée avec une procédure optimisée, appelée ALGrID (Anti-Leak Grain Identification) [158]. Puis les informations de la carte sont transformées en graphe pour optimiser les calculs. Chaque domaine D_i est associé à un nœud du graphe qui stocke la phase du domaine, son orientation moyenne ainsi que sa surface. À chaque arrête du graphe, sont associées la longueur du joint de grains entre deux domaines voisins et la désorientation moyenne entre les deux domaines (cette désorientation est la moyenne des désorientations mesurées le long du joint). Enfin pour démarrer la première reconstruction, l'utilisateur indique la RO la plus probable pour le matériau considéré (Burgers dans notre cas).

Étape 3: Identification de fragments de parent fiables (avec une tolérance ω_{frag})

L'étape itérative démarre par la recherche sur la carte EBSD de fragments de parents fiables. On considère chaque D_i et on exploite les variantes de son voisinage pour rechercher son orientation parente la plus probable. Le domaine D_i devient le fragment d'un grain parent quand une orientation parente a été trouvée. On peut noter que les mesures directes sur la phase β résiduelle sont conservées et également exploitées pour reconstruire l'ensemble de la carte. La phase β mesurée a un poids de 1 dans le calcul.

Étape 4: Elargissement des fragments (tolérance ω_{enl})

L'étape d'élargissement des fragments fiables ainsi identifiés, permet de compléter la reconstruction. On considère les domaines voisins de proche en proche encore non affectés à un fragment parent. Ces domaines sont intégrés dans le grain parent s'ils sont en RO avec l'orientation du fragment parent, en augmentant progressivement la tolérance jusqu'à ω_{enl} . C'est à nouveau un processus itératif : il s'arrête lorsque plus aucun domaine D_i hérité ne peut être attribué à un fragment de parent.

Lors de ces itérations, un domaine D_i peut être en RO avec plusieurs grains parents voisins d'orientations différentes. Il s'agit alors d'un domaine ambigu que le logiciel garde en mémoire et peut gérer dans une étape ultérieure (non détaillée ici).

6.5.2. Application de MERENGUE 2 à notre problématique

L'application de Merengue 2 à nos cartes EBSD nous permet d'obtenir la microtexture β/α_p de haute température comme schématisé dans la Figure 3-17. Par conséquent, on aboutit à une meilleure caractérisation de la microtexture β et à la possibilité de quantifier les traces d'une relation d'orientation entre les nodules α_p et la phase β (les phases α_p et β ayant été en RO avant l'étape de déformation dans le domaine biphasé).

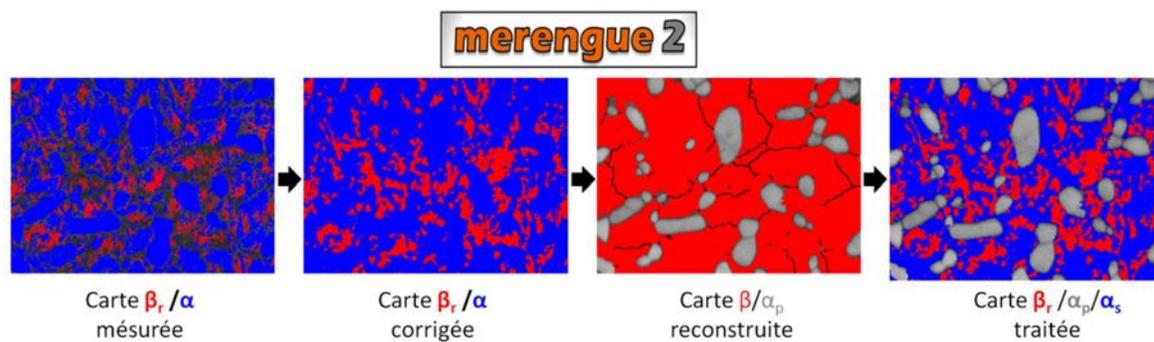


Figure 3-17 : Schéma de travail du Logiciel Merengue 2.

La reconstruction de la microtexture β/α_p de haute température nous permet aussi de distinguer systématiquement les orientations des lamelles α_s et des nodules α_p ; comme schématisé dans la dernière carte de la Figure 3-17. Les nodules α_p ne sont pas pris en compte dans la reconstruction car ils ne sont plus en RO stricte avec la phase β_r , cela nous permet de les isoler de manière automatique. Les nodules α_p peuvent aussi être identifiés de manière manuelle sur un critère morphologique des domaines identifiés ou le niveau moyen du contraste de bandes, mais uniquement si le pas de la carte est faible vis à vis de la taille des nodules (donc dans des cartes de taille réduite).

7. Méthodologie d'analyse des faciès de rupture

Avec l'objectif de mieux comprendre les mécanismes de rupture en fatigue et les configurations microstructurales qui entraînent une diminution de la durée de vie, plusieurs faciès de rupture ont été analysés. D'abord une étude fractographique classique a été réalisée avec repérage du site d'amorçage par microscopie optique. Par ailleurs, le microscope confocale a été utilisé pour la numérisation des faciès. Ensuite certains faciès de rupture ont été polis par étape successive de polissage pour atteindre le site d'amorçage et caractériser la microstructure et microtexture au

niveau de ce site. Finalement, deux techniques de caractérisation plus fines, l'imagerie 3D dans un microscope électronique équipé d'une colonne FIB (Focused Ion Beam) et la TKD (Transmission Kikuchi Diffraction) sur lame mince prélevée par FIB, ont été appliquées sur une seule éprouvette. Il s'agissait d'une étude exploratoire avec l'objectif de faire une analyse de la microstructure au niveau du site d'amorçage avec une meilleure résolution spatiale.

7.1. Microscopie confocale

La topologie des faciès de rupture des éprouvettes de fatigue a été numérisée via un microscope confocal Alicona InfiniteFocus IF4. Il s'agit d'un microscope optique qui utilise un sténopé pour augmenter la résolution spatiale et le contraste d'une micrographie. En effet ce dispositif laisse passer seulement les photons provenant du plan focal pour la formation de l'image et ainsi réalise des images de très faible profondeur de champ appelées « sections optiques ». La capture d'une série d'images bidimensionnelles à différentes distances focales au niveau d'un faciès de rupture permet de reconstruire sa topologie.

7.2. Méthodologie d'analyse EBSD au niveau du faciès :

Tout d'abord, nous avons fait des mesures EBSD directement sur le faciès de rupture. Cette approche fournit des informations directes des orientations présentes au niveau du site d'amorçage. Cependant, l'échantillon n'étant pas poli, beaucoup de zones présentent un état de surface non compatible avec l'acquisition de clichés de diffraction. Notre expérience montre que certaines zones des sites d'amorçage permettent souvent d'obtenir des clichés. Par contre, ces clichés peuvent être partiellement masqués par l'ombrage induit par la topologie du faciès (encore amplifié par l'inclinaison de 70° de l'échantillon). Dans ce cas, les mesures sont plus efficaces en mode 'manuel' pour optimiser les conditions d'acquisition du diagramme. En mode manuel, il est alors possible de restreindre la zone d'intérêt du cliché à la zone contenant le signal de diffraction pour améliorer le contraste et en extraire des bandes de diffraction. Plus généralement, les analyses EBSD au niveau des sites d'amorçage (sans polissage préalable ou même avec) peuvent s'avérer difficile car ces sites sont souvent le siège d'une déformation locale importante qui dégrade la qualité du signal de diffraction.

Ensuite, l'étude des microstructures et microtextures au voisinage des sites d'amorçage a été réalisée dans la plupart des cas étudiés, par polissages successifs de la section transversale de l'éprouvette (section perpendiculaire à l'axe de sollicitation). À chaque étape de polissage, nous avons réalisé la caractérisation microstructurale au MEB couplée à la caractérisation des microtextures à l'aide de l'EBSD. Les étapes d'analyse de faciès de rupture selon la section transversale sont schématisées dans la Figure 3-18.

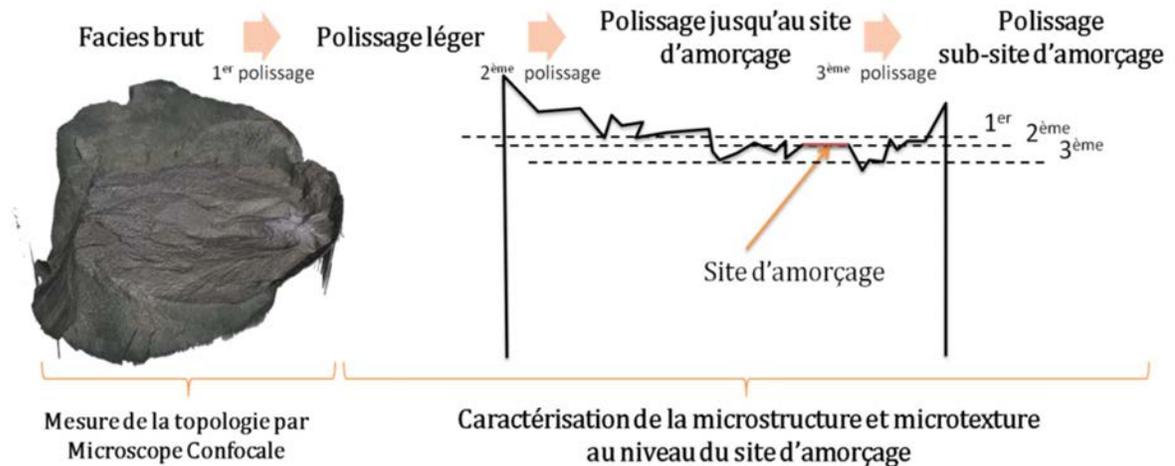


Figure 3-18 : Méthodologie d'analyse approfondie des faciès de rupture.

7.3. Imagerie 3D de la microstructure par FIB

Avec le but d'obtenir une information locale plus complète du site d'amorçage, nous avons exploré la faisabilité et l'apport d'une stratégie complémentaire. Elle consiste à faire une analyse 3D de la microstructure au niveau du site d'amorçage dans un microscope électronique équipé d'une colonne FIB (Focused Ion Beam).

Ce type de microscope permet en effet une caractérisation tridimensionnelle de la microstructure et de la microtexture à partir de coupes sériées (donc de façon destructive). Le MEB-FIB est automatisé pour (1) découper des sections d'une épaisseur donnée avec le faisceau d'ions Gallium et (2) collecter des images électroniques de ces mêmes sections et/ou des cartes d'orientations cristallographiques avec un système EBSD.

7.3.1. Dispositif expérimental pour l'imagerie 3D du site d'amorçage

Les analyses ici présentées ont été réalisées dans le MEB-FIB Zeiss Auriga 40. Dans la configuration de travail pour la reconstruction 3D de la microstructure (illustrée Figure 3-19), l'échantillon (dans notre cas, le faciès de rupture) est incliné d'un angle de 54° par rapport au faisceau d'électrons incidents du MEB. Dans cette position, le faciès fait face à la colonne FIB (Figure 3-19b). Par conséquent, la coupe FIB se fait suivant une section perpendiculaire au faciès de rupture. Cette section est donc découpée avec un faisceau d'ions Ga^+ rasant, limitant l'implantation de Ga^+ . Dans la pratique, le faciès de rupture a déjà été pré-poli mécaniquement suivant une section perpendiculaire au faciès, pour dégager une surface se rapprochant le plus possible du site d'amorçage. Cette étape de pré-découpe se poursuit ensuite avec le FIB (avec des coupes grossières à fort courant) pour atteindre précisément le site d'amorçage. C'est alors que démarre l'acquisition 3D, suivant le schéma illustré Figure 3-19c.

La reconstruction 3D de la microstructure au niveau du site d'amorçage est réalisée à partir d'une série d'images électroniques obtenues avec le détecteur Inlens. Au moment des mesures, la caméra EBSD montée sur le microscope AURIGA était hors service, donc nous n'avons réalisé des cartographies d'orientation qu'à la fin de chaque reconstruction 3D de la microstructure sur les autres microscopes déjà mentionnés.

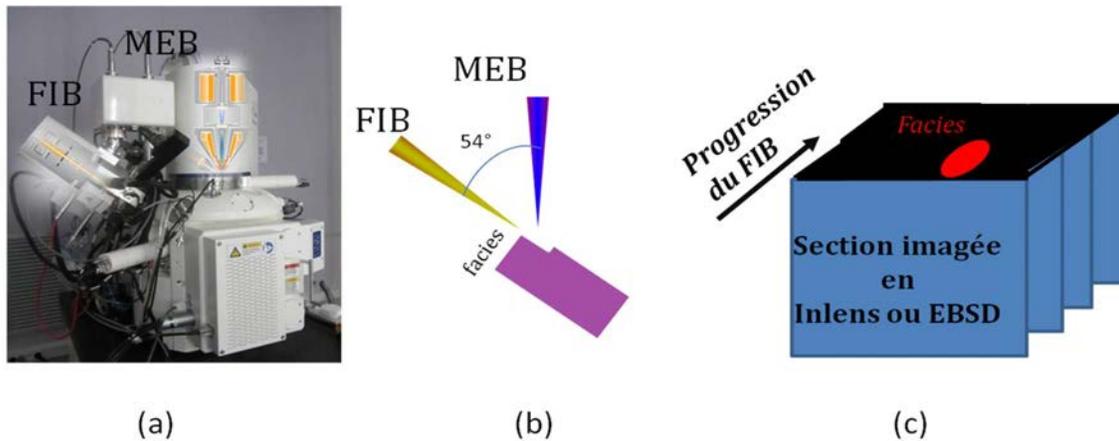


Figure 3-19 : Le MEB-FIB appliqué à la reconstruction tridimensionnelle de la microstructure : (a) Microscope AURIGA 40 avec les colonnes FIB et MEB (b) Schéma montrant la position du faciès de rupture de l'échantillon en cours d'analyse vis à vis des deux colonnes (c) Schéma montrant la reconstruction 3D.

7.3.2. Etude de faisabilité sur la microstructure bimodale

Avant d'appliquer cette méthode à un site d'amorçage, il était nécessaire de vérifier différents points: évaluer l'aptitude du matériau à être découpé au faisceau d'ions Ga⁺ (et les temps de coupe), vérifier que la surface dégagée n'est pas trop 'modifiée' par une éventuelle implantation d'ions Ga⁺ (et reste analysable en EBSD) et enfin évaluer si la qualité des images électroniques acquises sur la surface dégagée permet de distinguer par contraste chimique et d'orientation les différents constituants de la microstructure. Cette étude de faisabilité a été réalisée sur un faciès de rupture à distance du site d'amorçage pour ne pas l'endommager. Le résultat est présenté dans la Figure 3-20.

On montre que les imageries électroniques acquises sur une surface fraîchement découpée au FIB sont de qualité supérieure à celles obtenues après un polissage classique. Les meilleures images ont été réalisées avec le détecteur In lens (à basse tension-2KV-diaphragme 60 μ m). Sur ces images, il est facile de distinguer les nodules α_p , et les lamelles α_s arrangées en colonies ou en panier tressé, grâce aux variations de contraste cristallin et de contraste chimique. En effet, la phase β (riche en éléments β -gènes) apparaît essentiellement en clair. La reconstruction 3D d'un volume de 30x20x7 μ m³ permet de suivre efficacement l'évolution de la microstructure en volume. Ce retour d'expérience montre aussi que la section coupée au FIB reste indexable en EBSD avec un taux d'indexation légèrement meilleur que celui obtenu avec la préparation classique.

Enfin, cette étude préliminaire a permis d'optimiser les conditions de coupe et d'évaluer les temps de coupe. Nous avons utilisé un courant ionique de 4nA pour réaliser des coupes FIB de 15nm d'épaisseur. Les images électroniques ont été acquises selon les conditions suivantes au MEB (2KV-diaphragme 60 μ m - taille de pixel : 15nm - 30s d'acquisition par image). Dans ces conditions, une analyse sur une profondeur de 7 μ m correspond à 3 heures de mesure.

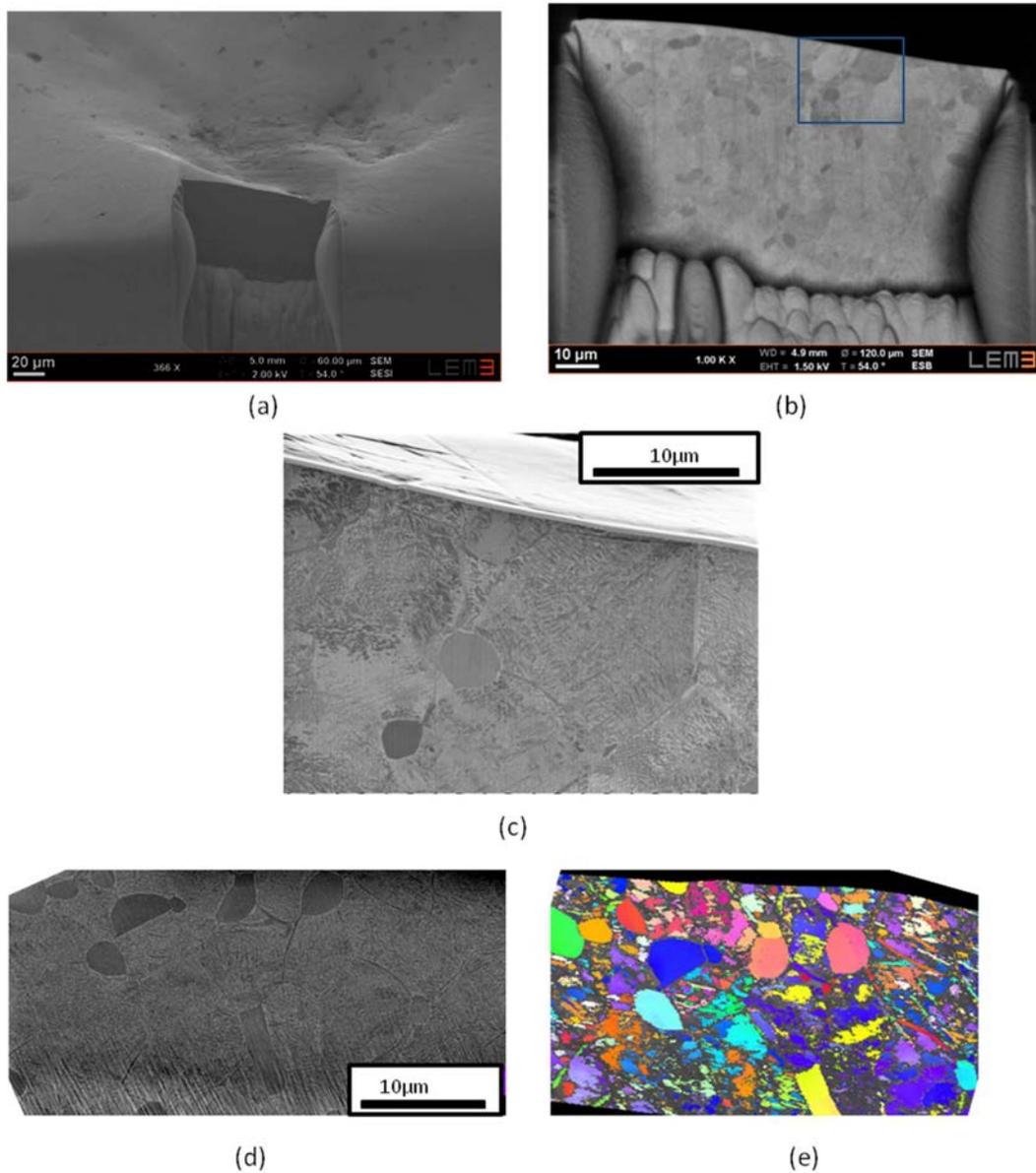


Figure 3-20 : Test d'imagerie 3D par découpe FIB - Visualisation de la microstructure bimodale. (a) Découpe au FIB pour atteindre la zone d'intérêt, (b) vue de la zone polie au FIB - l'encadré bleu indique la zone analysée en 3D de taille 30*20 μm² (c) Vue de départ de l'acquisition 3D permettant de révéler tous les constituants de la microstructure bimodale, (d) Vue de la dernière surface avant analyse EBSD et (e) analyse EBSD sur la dernière section coupée.

7.4. Transmission Kikuchi Diffraction (TKD)

La technique EBSD est limitée en résolution spatiale (jusqu'au $\approx 50\text{nm}$) pour la caractérisation des orientations cristallographiques des composantes de tailles nanométriques. Par contre, il existe d'autres techniques alternatives de microscopies d'orientations qui offrent des résolutions spatiales améliorées. Il s'agit en particulier d'analyses de clichés de Kikuchi [159] ou de diagrammes de points [12] dans un Microscope Electronique en Transmission (MET) ou plus récemment d'analyse de

clichés de Kikuchi par la technique TKD (Transmission Kikuchi Diffraction en anglais) pratiquée dans un MEB [160]–[162].

Pour notre étude, nous avons exploré l'apport de la TKD dans la version 'on-axis' développée au laboratoire [162], [163]. Le principe de la TKD repose sur l'analyse de diagrammes de diffraction obtenus en transmission dans un MEB sur une lame mince (d'une épaisseur d'environ 120 nm). Le signal de diffraction provient de l'extrême surface inférieure de la lame, ce qui contribue à l'amélioration de la résolution spatiale d'un facteur 10 par rapport à l'EBSD. La configuration de travail en mode-on axis est représentée dans la Figure 3-21. On note que la lame mince se trouve à l'horizontal tout comme l'écran phosphore de détection du signal de diffraction. Cela permet d'atteindre une résolution spatiale inférieure à 4nm avec une grande vitesse d'acquisition [163].

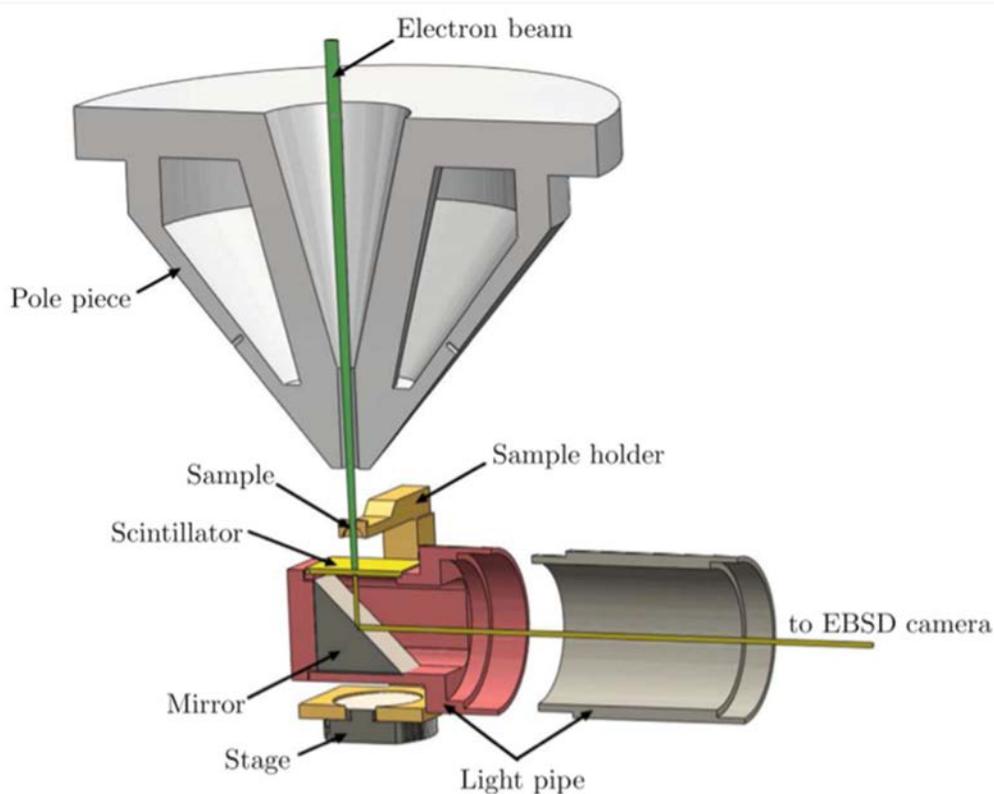


Figure 3-21 : Configuration pour l'acquisition de clichés TKD-on axis dans un MEB.

Pour notre étude, la lame mince a été réalisée par FIB pour localiser avec une grande précision la zone de prélèvement au niveau du site d'amorçage. Les différentes étapes du prélèvement de notre lame mince sont montrées dans la Figure 3-22. On note que la surface d'analyse de la lame correspond à une section découpée perpendiculairement à la surface d'observation de l'échantillon (et donc au faciès de rupture dans notre cas).

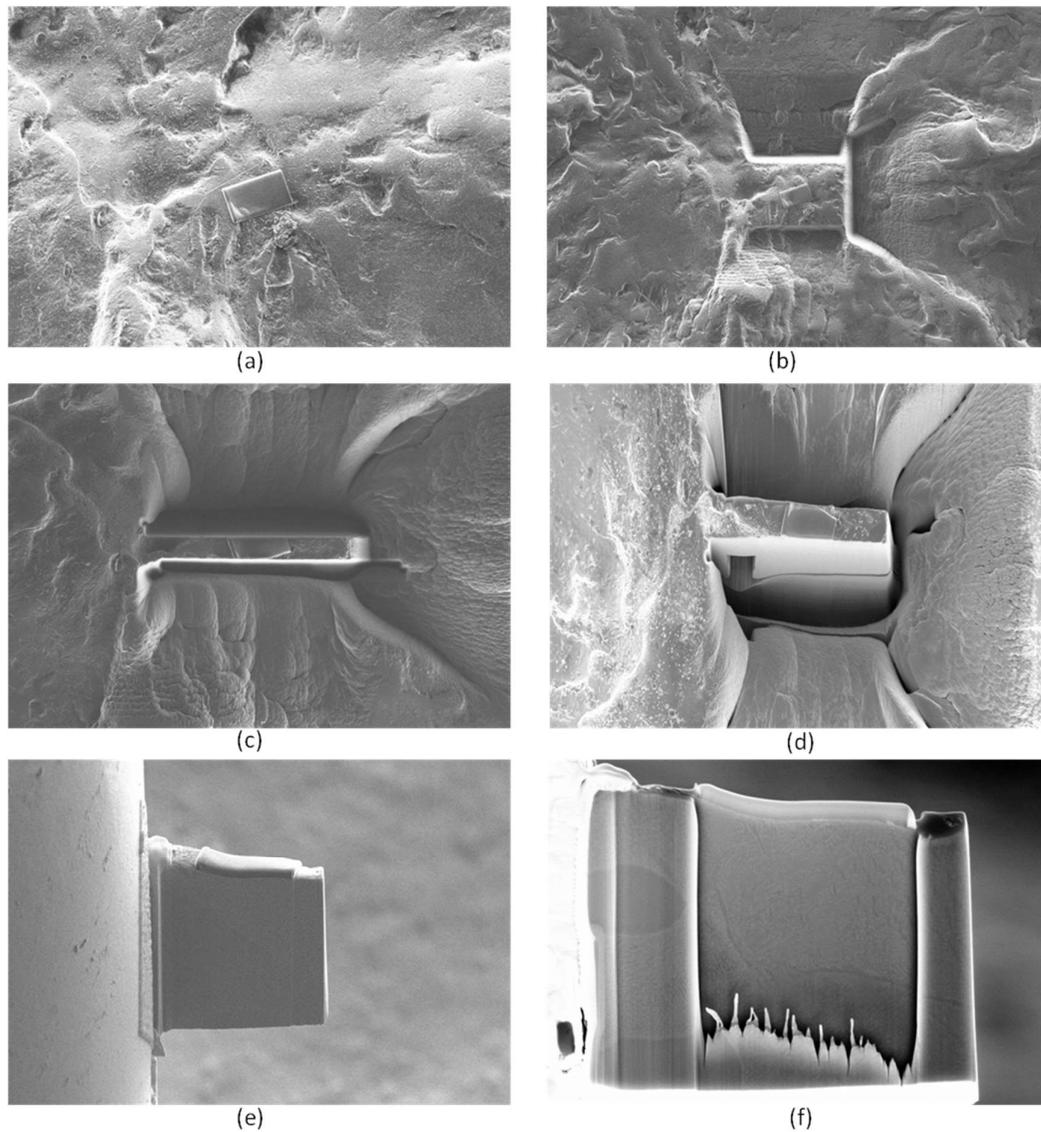


Figure 3-22 : Différentes étapes du prélèvement d'une lame TEM dans un MEB-FIB (a) dépôt de protection pour limiter l'implantation de Ga+, (b) dégagement de la zone, (c) premier amincissement de la lame, (d): prédécoupe de la lame, (e): fixation de la lame sur une grille pour l'amincissement final au FIB avec finition à basse tension, (f) vue latérale de la lame mince.

Chapitre 4:

Caractérisation des hétérogénéités de microstructures et de microtextures dans une billette et leur influence sur la dispersion de propriétés mécaniques

1. Introduction

Le but de ce chapitre est d'identifier dans la microstructure et la microtexture de la billette ce qui est responsable de la dispersion des propriétés mécaniques en traction. Dans un premier temps, une campagne d'essais de traction a permis d'évaluer l'étendue de la dispersion en termes d'anisotropie et d'hétérogénéités. En parallèle, une caractérisation fine de la billette a été effectuée: la texture a été mesurée en différentes localisations par diffraction de neutrons et sa microtexture caractérisée par EBSD. Ces analyses ont mis en évidence son caractère hétérogène et fortement multi-échelle. Ensuite, une analyse des faciès de rupture de deux éprouvettes présentant un comportement mécanique singulier est présentée. Finalement, la discussion met en parallèle l'ensemble de ces résultats afin de relier la genèse des hétérogénéités au procédé et d'évaluer les constituants ayant la plus grande influence sur les propriétés.

2. Dispersion des propriétés mécaniques dans une billette de microstructure bimodale

L'homogénéité des propriétés mécaniques de deux billettes de microstructure bimodale (B1/2-MB) a été évaluée à travers une campagne d'essais de traction. Les 136 essais réalisés ont permis de mettre en évidence une dispersion importante des propriétés mécaniques et l'existence d'échantillons à faibles propriétés mécaniques. La démarche expérimentale est présentée dans la section 3.1 du chapitre 3. Les propriétés suivantes ont été systématiquement mesurées: module de Young (E), limite d'élasticité (Re), résistance à rupture (Rm), striction (Z%) et allongement (A%).

Pour limiter les analyses aux résultats les plus pertinents, la première étape a consisté à rechercher les corrélations existantes entre ces cinq propriétés. Les deux meilleures corrélations sont présentées sur les graphiques de la Figure 4-1. Sans surprise, Rm est fortement corrélée avec Re ($R^2=0,93333$), et A% avec Z% ($R^2=0,89$). Cependant aucune corrélation marquée n'a été trouvée entre le module de Young et les autres propriétés. Les valeurs de module de Young sont distribuées selon une loi normale de moyenne 109,2GPa et d'écart type 2,81GPa.

Cette pré-étude permet donc de limiter les analyses ultérieures à trois propriétés: la résistance mécanique (Rm), l'allongement à rupture (A%) (comme mesure de la ductilité) et le module d'Young. Par ailleurs, elle révèle également l'étendue de la dispersion : la résistance mécanique allant de 938 à 1366MPa et la ductilité de 1 à 17%.

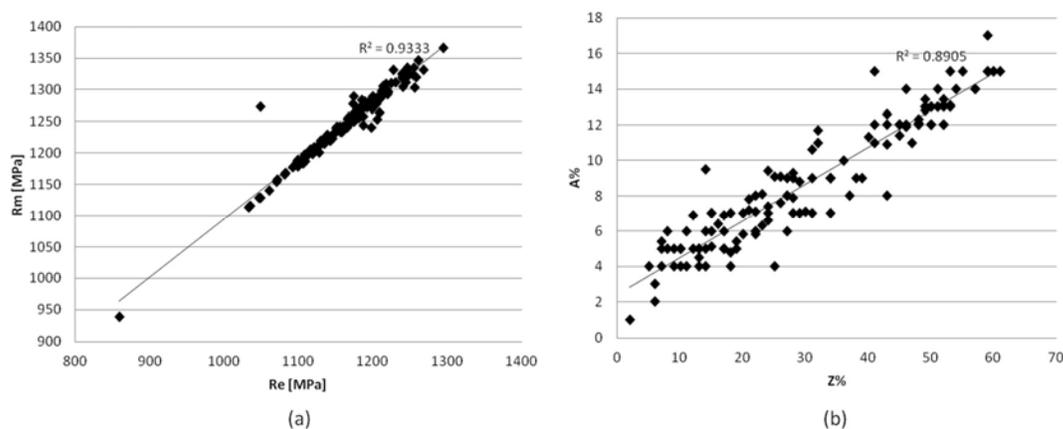


Figure 4-1 : Corrélation entre (a) Rm et Re et (b) A% et Z%

2.1. Influence de la direction de prélèvement

L'origine de cette grande dispersion des propriétés a été analysée en termes de directions de prélèvement des éprouvettes. L'augmentation de résistance mécanique s'accompagnant souvent d'une baisse de ductilité, ces deux propriétés sont représentées sur un même graphique pour rendre compte de ce compromis. Sur la Figure 4-2, les 136 essais sont représentés dans une couleur différente selon la direction de prélèvement transverse (T) en rouge, radiale (R) en vert et longitudinale (L) en bleu. Globalement, les propriétés Rm et A% montrent une certaine corrélation ($R^2=0,53$ en ignorant les deux points les plus éloignés) où les points sont distribués autour de la droite d'équation: $Rm = -10 \times A\% + 1350$. On peut toutefois noter la présence de points qui sortent de ce "nuage". Deux de ces points (entourés en rouge) font l'objet d'une analyse fractographique détaillée dans la section 5.

Dans cette figure, il est aussi possible d'identifier deux groupes d'éprouvettes avec des propriétés mécaniques distinctes :

- Les éprouvettes T et R ont globalement des propriétés similaires et présentent une haute résistance mais une ductilité faible.
- Les éprouvettes L présentent des résistances inférieures mais une meilleure ductilité.

La direction de prélèvement permet donc d'expliquer une partie de la dispersion observée.

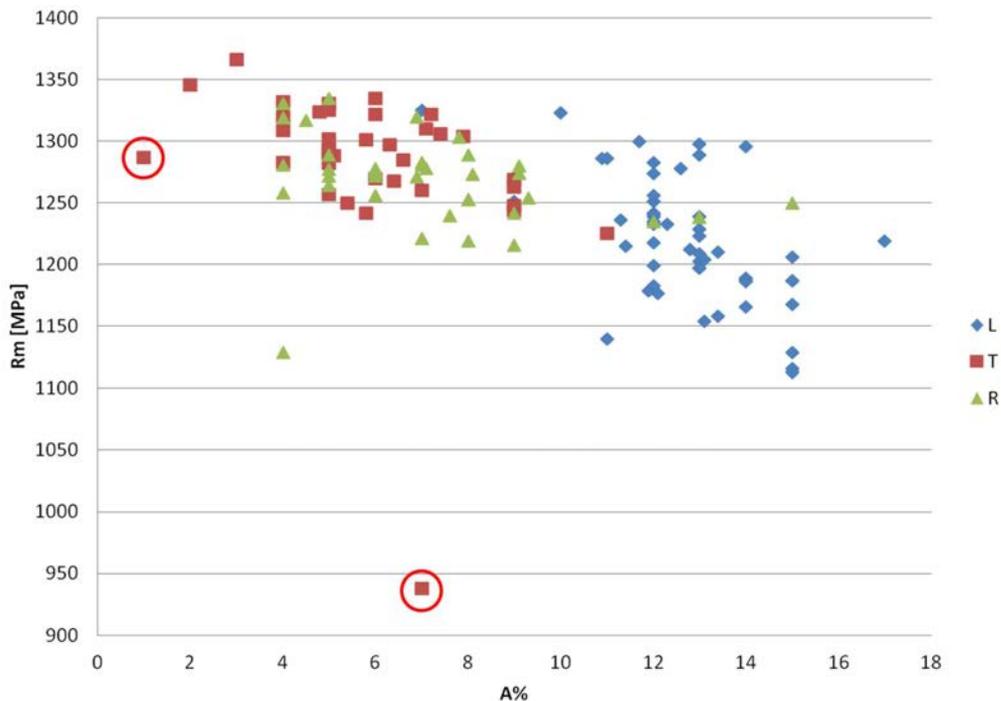


Figure 4-2 : Résistance mécanique et allongement à la rupture ($A\%$) selon le sens de prélèvement pour toutes les éprouvettes tirées. Les cercles rouges indiquent les éprouvettes dont les faciès ont été analysés dans la dernière section

Le module de Young bien que peu corrélé aux autres propriétés, présente également une dépendance à la direction de prélèvement. Le graphique de la Figure 4-5 montre les distributions de module de Young selon les trois directions de prélèvement. En moyenne, le module de Young est plus bas pour les éprouvettes L et le plus élevé pour les éprouvettes T, R étant une situation intermédiaire. L'étendue des distributions va dans le même sens. Les éprouvettes L ont la distribution la plus étroite et T la plus large. Ces différences entre L, T et R semblent moins marquées que celles rapportées pour R_m et $A\%$, mais rappelons que le module de Young est une propriété intrinsèque (donc normalement peu dépendante de la microstructure) et que les données fabricant[7] indiquent une plage de variation beaucoup plus réduite (110-116GPa et 102-110GPa respectivement).

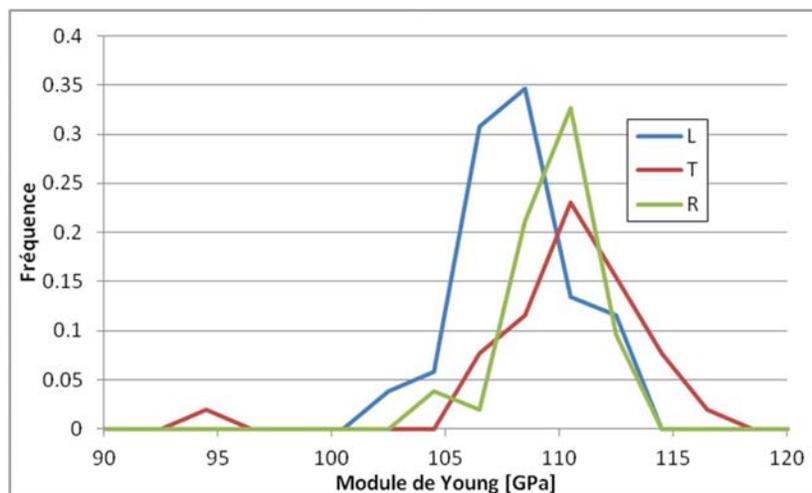


Figure 4-3: Module d'Young selon le sens de prélèvement L, T et R.

La direction de prélèvement a donc une influence marquée sur les propriétés mettant en évidence une certaine anisotropie. Nous avons vu dans le chapitre 2 qu'une anisotropie pouvait être liée à une texture cristallographique marquée et/ou à des grains non sphériques. Ces deux aspects sont caractérisés respectivement dans les sections 3 et 4 de ce chapitre.

2.2. Influence de la localisation

La localisation des éprouvettes est aussi un facteur important. Le graphique de la Figure 4-4 montre la distribution des propriétés mécaniques d'éprouvettes T et L selon leur localisation dans la billette (cœur, mi-rayon, 3/4 de rayon et peau). Le compromis $R_m/A\%$ dépend clairement de la localisation. Les éprouvettes en peau étant les plus résistantes mais les moins ductiles.

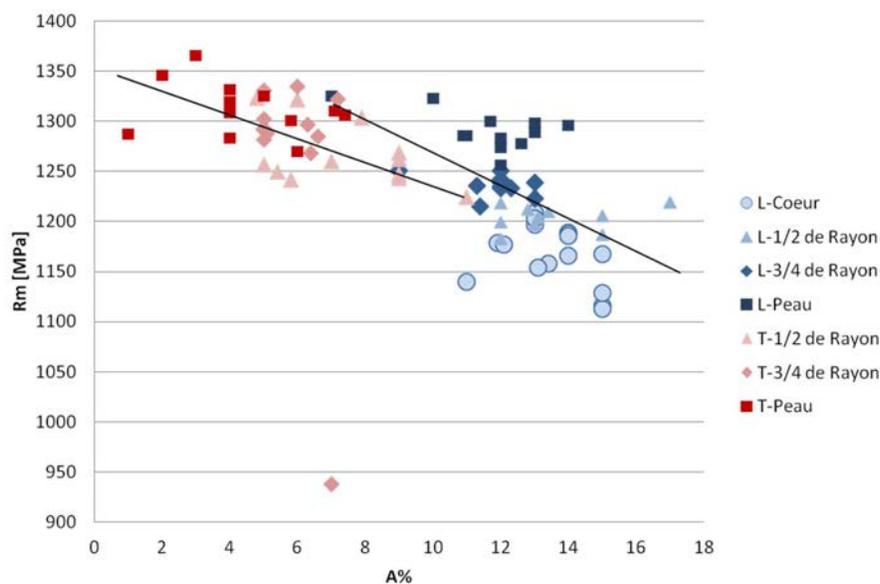


Figure 4-4 : R_m et $A\%$ des éprouvettes selon L et T à différentes distance de la peau

Les variations de module de Young sont présentées sur la Figure 4-5 en fonction de leur localisation dans la billette (cœur, mi-rayon, 3/4 de rayon et peau). Le module de Young en peau est le même pour les deux directions de prélèvement. Son évolution, en se rapprochant du cœur, dépend légèrement du sens de prélèvement. Le module des éprouvettes L a tendance à diminuer alors que c'est l'inverse pour les éprouvettes T.

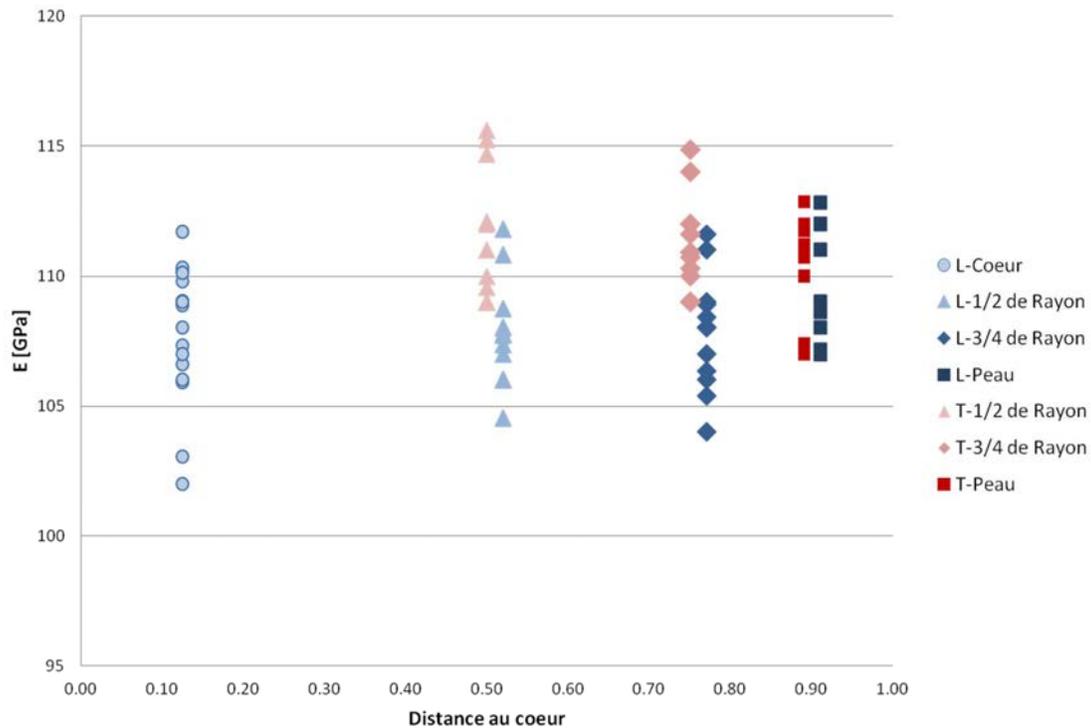


Figure 4-5 : Variations du module d'Young des éprouvettes L et T selon la localisation

La localisation des éprouvettes influence donc aussi les propriétés mécaniques mais au second degré par rapport à la direction de prélèvement. Ces variations indiquent l'existence d'un gradient de texture, microstructure et/ou microtexture entre le cœur et la peau de la billette. Ces aspects sont étudiés dans les sections suivantes.

Il faut toutefois noter que ni la direction de prélèvement ni la localisation ne permettent d'expliquer parfaitement les variations observées. Par ailleurs, cette campagne d'essais a aussi révélé plusieurs éprouvettes aux propriétés singulières. Ceci indique que la microstructure est hétérogène. Ainsi, deux de ces éprouvettes ont fait l'objet d'une analyse de microstructure plus poussée dans la dernière section de ce chapitre.

3. Texture cristallographique des billettes

3.1. Texture de la phase β

3.1.1. Variation de la texture le long d'un rayon

La texture de la phase β a été mesurée par diffraction de neutrons tel que décrit dans la section 4.2 du chapitre 3. Trois échantillons ont été prélevés et analysés : un en peau, un à 3/4 de rayon et un au cœur de la billette de microstructure nodulaire (B3-MN).

Les figures de pôles $\{110\}$, $\{111\}$ et $\{100\}$ recalculées des différents échantillons sont rassemblées dans la Figure 4-6. Il est important de noter qu'au cœur de la billette, seul l'axe L de la billette peut être rigoureusement distingué.

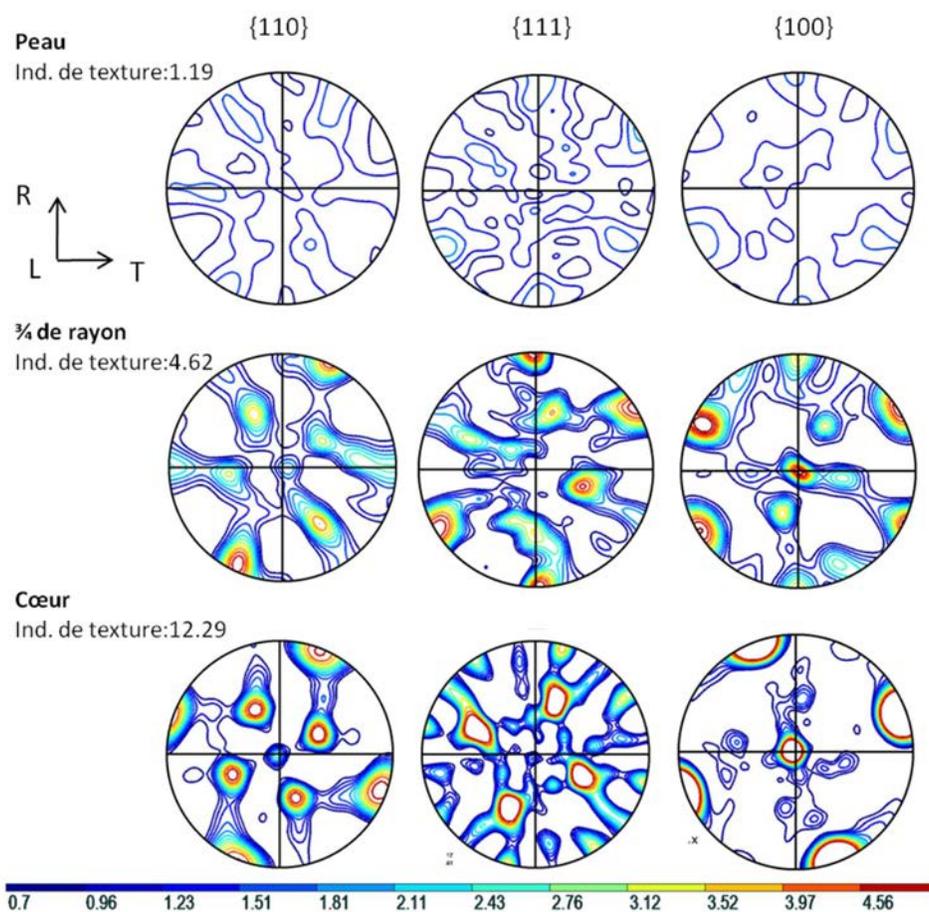


Figure 4-6 : FPs $\{110\}$, $\{111\}$ et $\{100\}$ de la phase β recalculées à partir des mesures réalisées par diffraction des neutrons en peau, à 3/4 de rayon et au cœur d'une billette de microstructure nodulaire (B3-MN)

Le long d'un rayon, la texture varie peu en termes de composantes (Les pôles principaux ne changent pas de position), mais beaucoup en termes d'intensité. L'intensité de la texture augmente en se rapprochant du cœur. En peau, la texture est presque isotrope avec un indice de texture de 1,19. À 3/4 de rayon, elle est bien plus forte avec un indice de texture de 4,08 et à cœur quasiment une

seule orientation β est présente. Cette différence d'intensité de texture peut être due au taux corroyage. Le cœur ayant été plus corroyé que la peau [77], il présente une texture plus marquée.

Les textures mesurées en peau et à 3/4 de rayon sont similaires à celles mesurées par Delfosse dans une billette en Ti 17 [52] et à celles reconstruites par Germain dans une billette en Ti 834 [63]. Qualitativement, ces textures sont similaires aux textures de cisaillement des métaux cubique centrés dont un exemple typique est donné Figure 4-7 [164]. Une telle texture pourrait être le résultat d'une localisation de la déformation. En effet, nous avons vu en revue de bibliographie que les alliages de titane sont très susceptibles de localiser la déformation dans des bandes de cisaillement au cours d'une compression [75]. Une autre interprétation avait été proposée par Germain [63]. Une compression radiale, comme ce qui est réalisé en opération d'étirage, peut développer une texture β comprenant un mélange entre les fibres $\{100\}$ et $\{111\}$. Or, il existe un tel axe à 30° de T sur les textures à $\frac{3}{4}$ de rayon et en peau et ça serait l'alternance des compressions radiales orthogonales (étirage et compression en forge) qui produirait une telle texture.

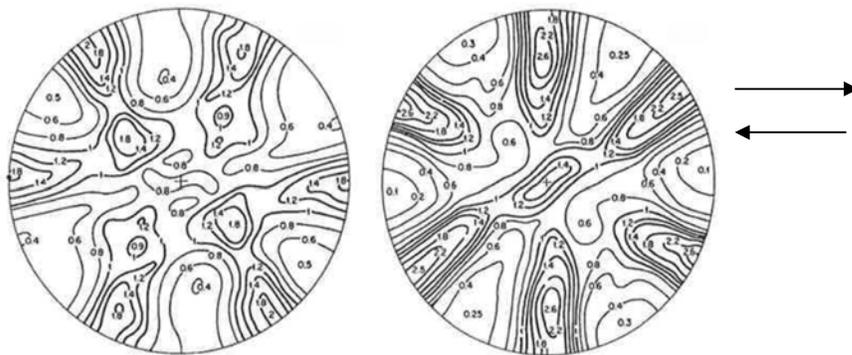


Figure 4-7 : FPs expérimentales 200 et 110 de fer Armco cisailé à $\gamma=2.1$ La direction de cisaillement est montré avec des flèches [164], [165]

A cœur, la situation est légèrement différente. La texture ne comporte qu'une orientation β majoritaire avec un pôle $\{100\}$ dans la direction L et un autre proche de la direction supposée de compression. Deux pôles secondaires $\{110\}$ et $\{111\}$ pointent aussi dans la direction L.

3.1.2. Variations de texture en azimut

Il existe également une différence de texture en fonction de la position azimutale dans la billette. Des mesures de texture ont été faites selon 4 rayons séparés de 30° et à $\frac{3}{4}$ de rayon du centre de la billette B3-MN (Figure 4-8). Les figures de pôles $\{110\}$, $\{111\}$ et $\{100\}$ recalculées sont rassemblées dans la même figure. Elles ont été tournées de sorte à être placées dans un même repère macroscopique de la billette L, R1, R2.

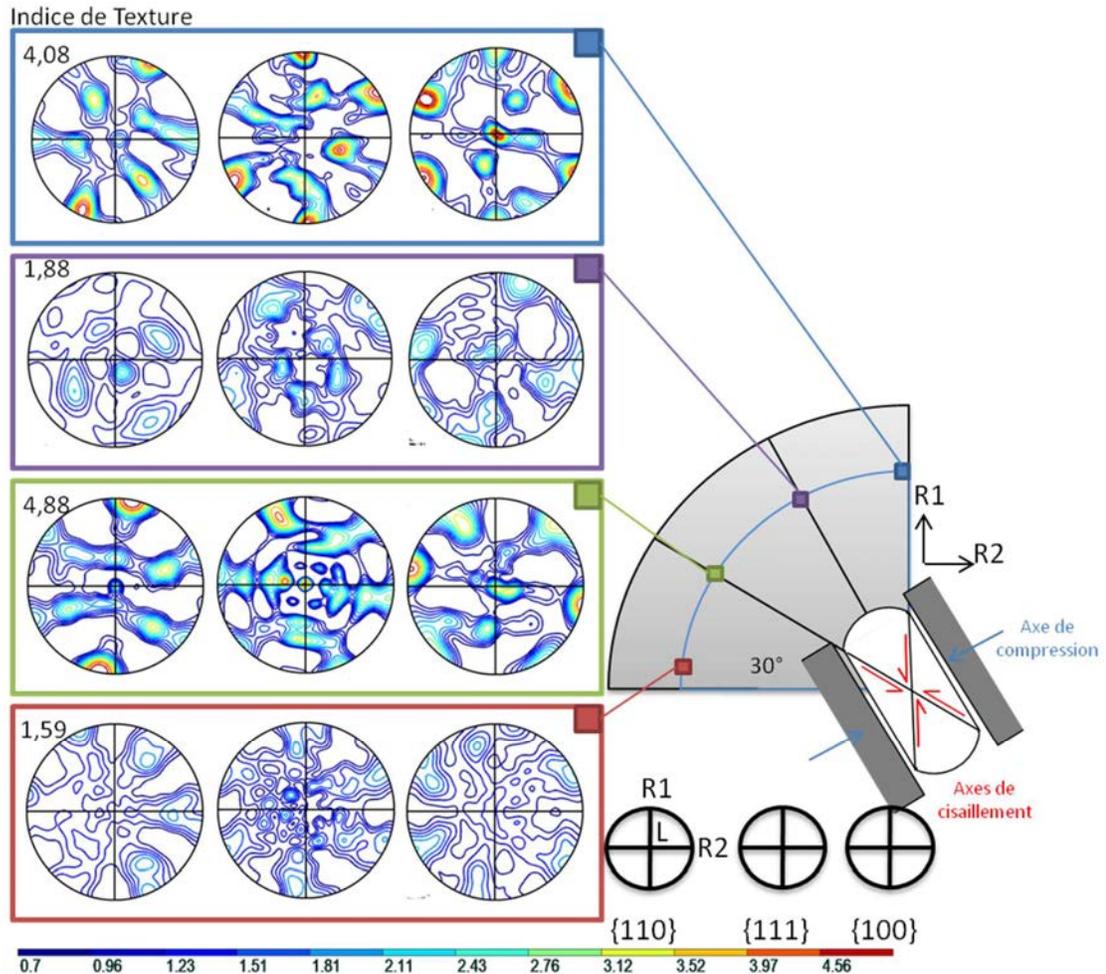


Figure 4-8 : FPs $\{110\}$, $\{111\}$ et $\{100\}$ de la phase β recalculées à partir des mesures réalisées par diffraction des neutrons à $3/4$ de rayon chaque 30° dans une billette de microstructure nodulaire (BMN3)

La texture ne varie presque pas en termes de composantes, mais beaucoup en intensité. Les indices de texture vont de 1,6 à 4,88 avec des valeurs équivalentes chaque 60° . Il est possible d'interpréter cette distribution en relation avec le procédé. Les textures sont plus marquées là où le taux de déformation a été le plus important. Or, il a été montré que le taux de déformation est le plus important le long des diagonales [84] ce qui correspond aussi aux zones où la déformation peut être localisée sous forme de bandes de cisaillement [75]. Or il est possible d'aligner les diagonales d'un rectangle avec les positions où la texture est maximale (comme schématisé sur le plan de prélèvement de la Figure 4-8). Par ailleurs, cela aligne également les pôles $\{111\}$ et $\{100\}$ avec les axes de compression et cisaillement supposés (illustrés dans la Figure 4-8). Bien sûr le procédé industriel est en réalité très complexe et cette interprétation doit être sujet à caution. Par contre, cela montre qu'il est possible de relier l'apparente symétrie à 60° à des compressions radiales orthogonales.

3.2. Texture de la phase α

3.2.1. Texture des nodules α_p

La texture des nodules α_p a été mesurée sur le même échantillon que celui de la Figure 4-6 situé à 3/4 de rayon (B3-MN). Les FP de la phase β et nodules α_p sont montrées sur la Figure 4-9. La position des pôles est identique sur les figures $\{0002\}_\alpha$ et $\{110\}_\beta$, héritage des relations de Burgers. Par contre, les nodules α_p présentent une texture moins marquée que celle de la phase β . En effet, lors d'une transformation $\beta \rightarrow \alpha$ sans sélection de variantes et respectant strictement la RO de Burgers, les niveaux des figures de pôles $\{0002\}_\alpha$ et $\{110\}_\beta$ devraient être identiques (attention cela ne fonctionne pas avec les indices de texture). Or ils sont plutôt divisés par ~ 2 . Cela indique que la texture α est plus dispersée et que les relations de Burgers ont été cassées en partie. On peut noter également, une légère sélection de variantes telle que la fibre $\langle 11-20 \rangle // R$ soit renforcée.

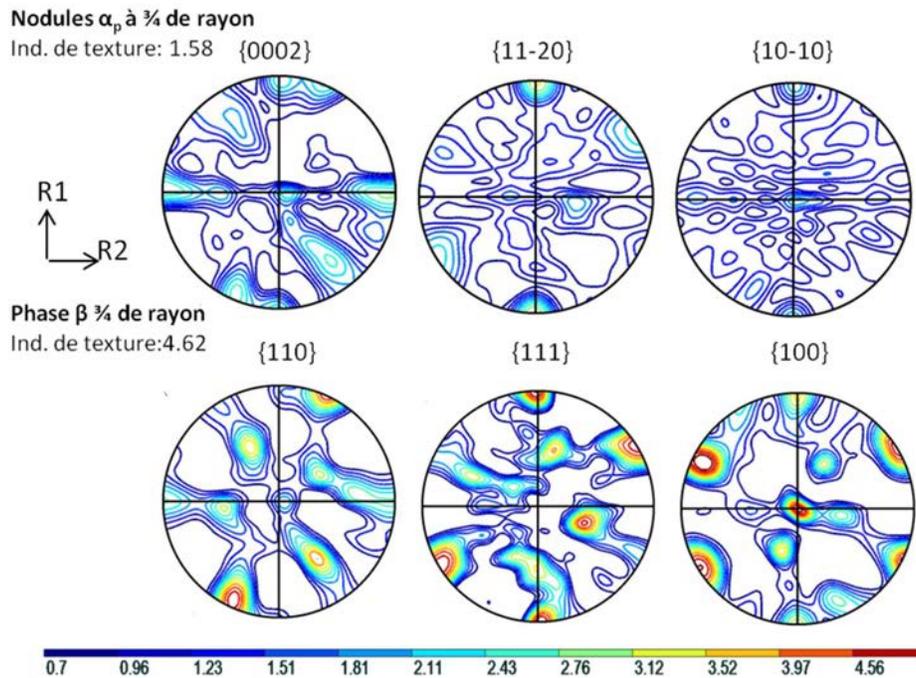


Figure 4-9 : FPs $\{110\}$, $\{111\}$ et $\{100\}$ de la phase β et $\{0002\}$, $\{11-20\}$ et $\{10-10\}$ des nodules α_p recalculées à partir des mesures réalisées par diffraction des neutrons sur un échantillon prélevé à 3/4 de rayon de la B3-MN.

3.2.2. Texture des phases α_s et α_p

La texture de la phase α ($\alpha_p + \alpha_s$) a été mesurée sur deux échantillons prélevés dans la billette B3-MB diamétralement opposés à ceux présentées sur la Figure 4-6. La Figure 4-10a montre la texture α de l'échantillon prélevé à 3/4 de rayon et la Figure 4-10b celle de celui prélevé à cœur.

La texture de la phase α à 3/4 de rayon est plus forte que celle des nodules α_p mais reste légèrement inférieure à celle de la phase β (indice de texture 4,14). On peut en déduire que la texture α_s est beaucoup plus marquée que la texture α_p . Même si l'indice de texture α est plus faible, certains pôles $\{0002\}$ sont beaucoup plus intense que ceux de la texture β . Cela met en évidence un mécanisme de sélection de variantes qui a eu lieu lors de la transformation $\beta \rightarrow \alpha_s$ et qui a favorisé les variantes

ayant une direction $\langle 0002 \rangle$ à 45° et à 90° de L. L'analyse des textures à cœur met également en évidence une sélection de variantes où le pôle $\{0002\}/L$ est absent et où certains autres pôles en particulier $\{0002\} \perp L$ ont été renforcés. Par contre, en absence de la mesure de la texture α_p correspondante, il est difficile d'attribuer cette sélection de variantes à la phase α_p , α_s ou aux deux.

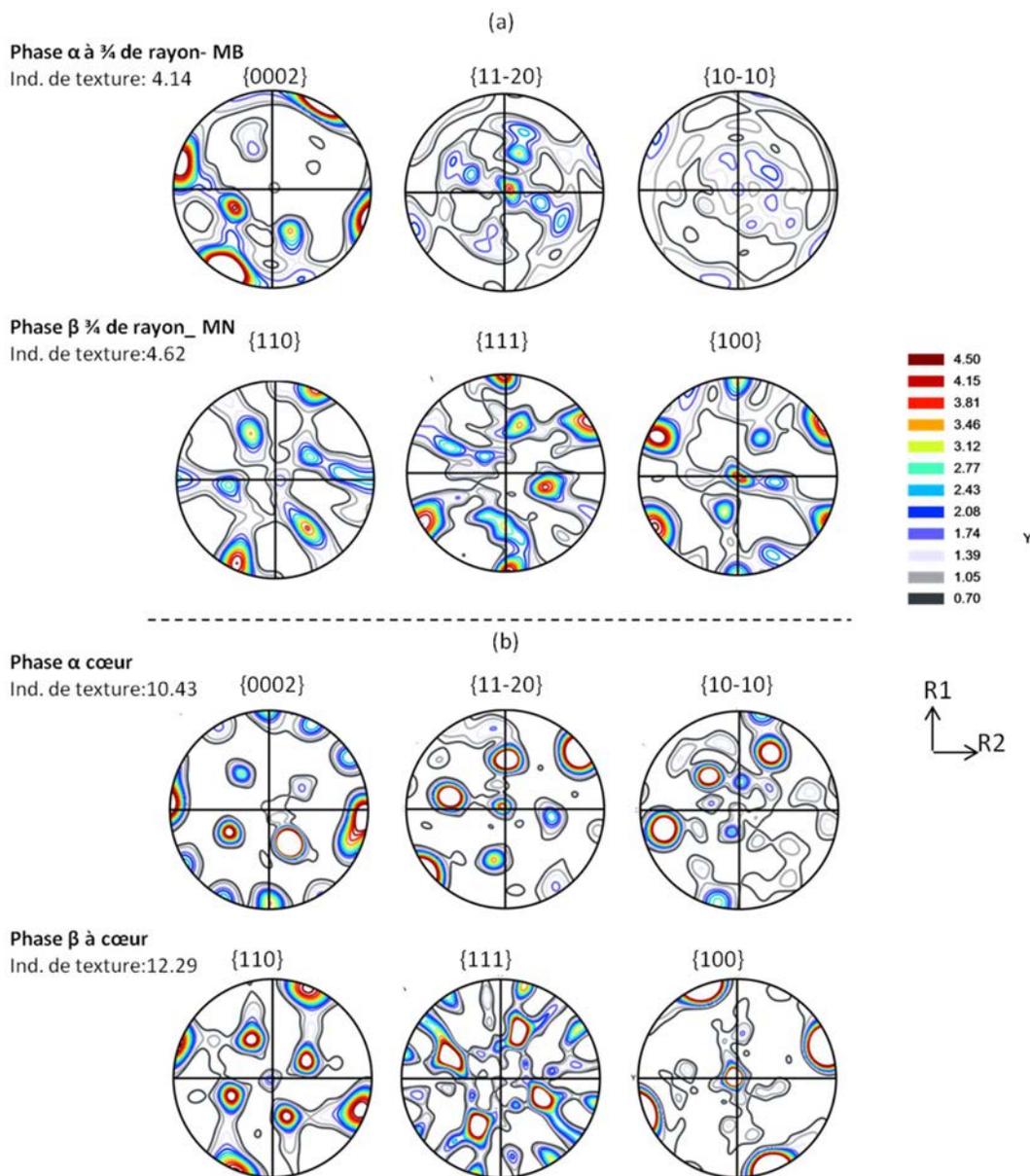


Figure 4-10 : FPs $\{0002\}$, $\{11-20\}$ et $\{10-10\}$ de la phase α (échantillon dans B3-MB) et $\{110\}$, $\{111\}$ et $\{100\}$ de la phase β (échantillon dans B3-MN) recalculées à partir des mesures réalisées par diffraction des neutrons à $3/4$ de rayon et à cœur.

3.3. Relations entre texture et propriétés mécaniques

Dans la section 1 de ce chapitre, les essais de traction ont mis en évidence une anisotropie des propriétés mécaniques (dépendance au sens de prélèvement) et une hétérogénéité du matériau (dépendance à la localisation). En parallèle, les mesures de texture par diffraction de neutrons ont

révélé la présence d'une texture cristallographique des phases β et α marquée et qui varie selon la localisation. La texture cristallographique peut être facilement reliée aux variations de module de Young, puisque celui-ci peut s'estimer directement à partir des constantes élastiques des phases et de la fonction de texture. La limite élastique et la résistance à rupture peuvent aussi dépendre de la texture, mais les relations sont plus complexes car la microstructure, qui n'est pas prise en compte ici, joue aussi un rôle important. Nous nous proposons donc de revisiter les évolutions de modules de Young à la lumière des mesures de texture. Pour cela, les textures α et β ont été tracées sous forme de figures de pôles inverse dans la direction de prélèvement L pour les différentes localisations. En ce qui concerne les directions T et R, cela est plus complexe. En effet, nous avons montré que la texture macroscopique est liée à un repère L, R1, R2 attaché à la billette différent du repère L, R, T des éprouvettes. Ainsi pour déterminer les directions cristallographiques pouvant pointer dans les directions T et R, il est plus pertinent de regarder les pôles qui peuvent pointer dans une direction radiale des figures de pôles (voir Figure 6, 8-10) plutôt que de se focaliser sur une direction T ou R qui serait arbitraire par rapport à la texture.

Tout d'abord, nous avons montré que le module de Young était indépendant de la direction de sollicitation en peau. Or c'est dans cette région que la texture est la moins marquée et que donc le module est le plus isotrope.

Ensuite, pour les éprouvettes prélevées dans la direction L, le module de Young diminue avec le rayon de prélèvement. Cela est cohérent avec les textures mesurées. En effet, la composante "peu rigide" $\langle 001 \rangle_\beta$ s'intensifie dans la direction L lorsque l'on se rapproche du cœur alors que la composante rigide $\langle 0002 \rangle_\alpha$ est absente à toutes les positions (Figure 4-11).

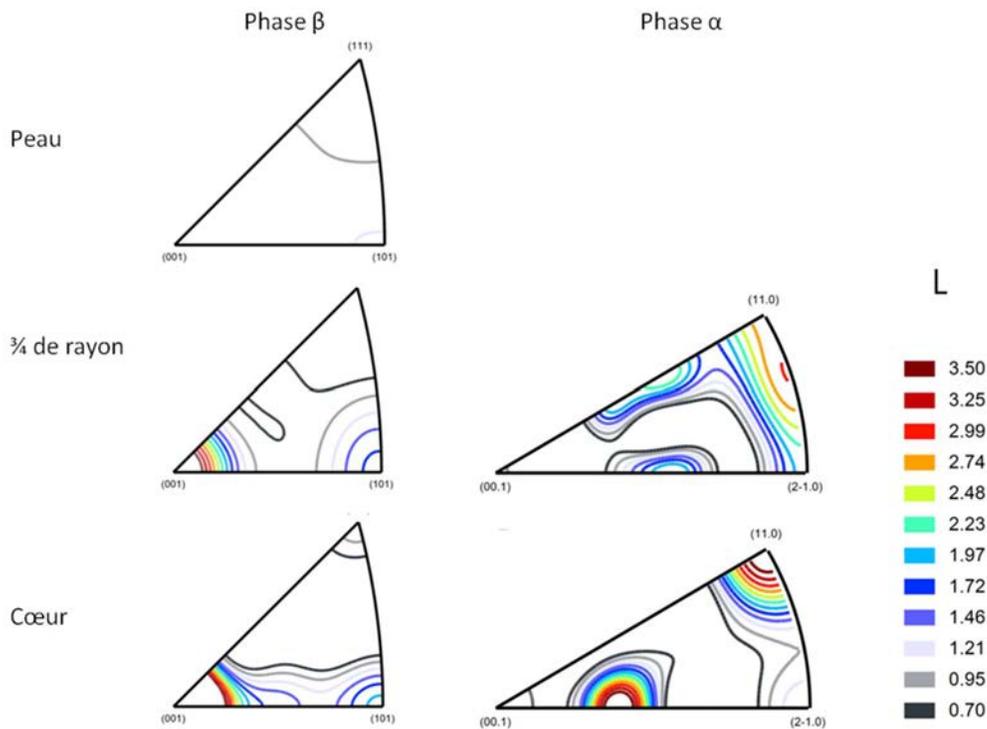


Figure 4-11 : FPs inverses par rapport à la direction L de la phase β à peau et des phases β et α à 3/4 de rayon et cœur.

Le fait que le module des éprouvettes T augmente lorsque le rayon de prélèvement diminue est plus difficile à discuter. En effet, en regardant les figures de pôles, on s'aperçoit que pour toutes les directions radiales, des directions "peu rigides" et "rigides" des phases α et β peuvent pointer radialement. Cela est probablement à l'origine de la forte dispersion de module observée pour les directions T et R et vient s'ajouter aux variations de texture azimutale prononcées. Pour permettre une interprétation plus fine des résultats, il faudrait disposer de la localisation des éprouvettes en relation avec la composante radiale des déformations liée aux différentes séquences de forgeage.

4. Caractérisation des hétérogénéités de microstructure et microtexture

Les échantillons prélevés dans les billettes étudiées présentent une microstructure bimodale telle que décrite en section 1 du chapitre 3. On rappelle qu'elle se compose de :

- 40% de phase β résiduelle de 150-200 nm d'épaisseur localisée entre les lamelles α_s , mais dont l'orientation est identique au sein d'ex-grains β dont le diamètre est compris entre 5 et 10 μm ,
- 13% de nodules α_p de 2 à 5 μm de diamètre,
- 47% de lamelles α_s issus de la précipitation lors du traitement de vieillissement de 100 à 200 nm d'épaisseur.

La microstructure est donc multi-échelle avec des constituants dont la taille s'étend sur 3 décades de 0,1 à 10 μm . Dans cette section, les orientations cristallographiques sous-jacentes sont caractérisées par EBSD, puis une analyse quantitative met en évidence les disparités relevées au sein des billettes.

4.1. Caractérisation de la microtexture des billettes

4.1.1. Microtexture de la phase β

La matrice β représente 40% de la microstructure. Elle a hérité son orientation des ex-grains β . Ces grains ont une taille de 5 à 10 μm et sont visibles du fait de la présence des liserés d' α_{SGB} . Les orientations β étant difficiles à indexer, la majorité des analyses qui suivent ont été effectuées soit en s'aidant de reconstructions (section 6.5 chapitre 3) soit en effectuant les mesures sur la billette de microstructure nodulaire, B3-MN.

Une carte EBSD reconstruite est présentée sur la Figure 4-12. Elle a été acquise à 3/4 de rayon dans la billette B1-MB et couvre environ 200 ex-grains β . L'orientation des ex-grains β est donnée sur la figure de pôle {100}. Cette dernière montre que, à quelques exceptions près, tous les grains appartiennent à la même orientation cristallographique avec une tolérance de 20°. Pour illustrer cette distribution des orientations, les ex-grains β ont été colorés en fonction de leur désorientation à une orientation de référence colorée en bleu foncé et les désorientations ont été représentées en blanc pour les faibles désorientations (5°-15°) et en noir pour les autres. Sur cette carte, seuls quelques ex-grains sont entourés de joints de forte désorientation et les joints de faible désorientation ne forment pas toujours des contours fermés. Cette organisation où les faibles désorientations dominant est typique de la restauration et les ex-grains β tels qu'identifiés sur la

microstructure correspondent donc à des ex-« sous-grains β ». Pour en apprendre plus, il faut passer à une échelle supérieure.

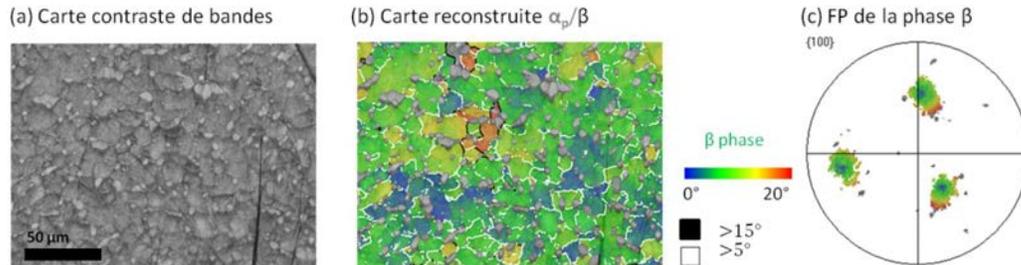


Figure 4-12 : Analyse des ex-grains β à une échelle mésoscopique par EBSD (a) Carte en contraste de bande (b) Carte après reconstruction et (c) Figure de pôle correspondante

Une analyse EBSD a été réalisée à une échelle macroscopique couvrant une zone de $5 \times 2,5 \text{ mm}^2$ (Figure 4-13). Cette analyse montre que les ex-sous-grains sont regroupés au sein d'entités millimétriques issues de la forge en β . Dans la suite, ces entités sont qualifiées de « grains β primaires » dans le sens où elles sont héritées de la conversion dans le domaine β .

La dispersion d'orientation au sein d'un grain primaire est généralement de 20 à 30° autour de son orientation moyenne; comme illustré par la figure de pôle $\{100\}$ associée aux orientations du grain β primaire entouré dans la Figure 4-13. Cependant, il existe une variation du degré de fragmentation d'un grain β primaire à l'autre.

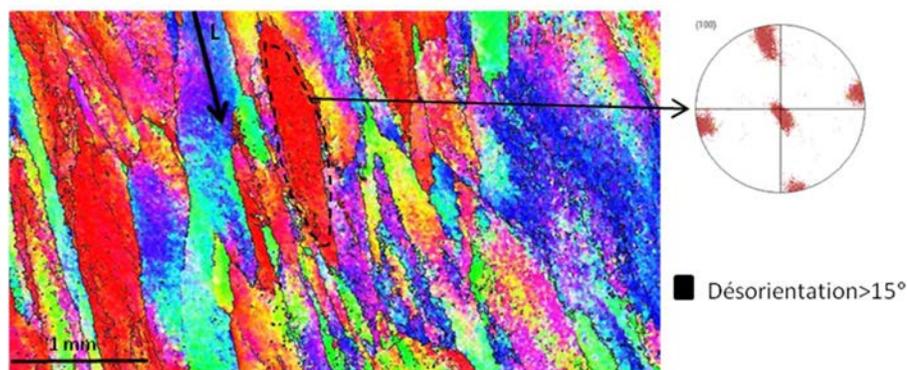


Figure 4-13 : Carte EBSD IPF L de la phase β reconstruite (pas: $5 \mu\text{m}$) et Figure de pôle du grain β primaire entouré

Qualitativement, le degré de fragmentation peut être mis en évidence sur une carte EBSD en représentant la désorientation des pixels par rapport à l'orientation moyenne de chaque grain. Ce mode de représentation, appelé GROD (Grain Reference Orientation Deviation) [166], ne requiert

qu'un seul paramètre: la tolérance angulaire utilisée pour détecter les grains (ici nous avons utilisé 15°). Une carte EBSD a été acquise sur la billette de microstructure nodulaire (B3-MN) afin de s'affranchir des lamelles α_s , d'avoir un meilleur taux d'indexation de la phase β et d'utiliser des pas d'analyse plus grands. Pour limiter l'analyse aux orientations β , l'orientation des pixels α ont été remplacées par celle de leur plus proche voisin β comme dans une partition de Voronoi [167]. La carte EBSD de la Figure 4-14 utilise une représentation GROD et les joints de grains supérieurs à 15° ont été tracés en noir. Cette carte met en évidence la présence de gradients d'orientation dans les grains β primaires pouvant aller jusqu'à 30° . Elle révèle également que le degré de fragmentation varie d'un grain primaire à un autre. En particulier, le gradient est le plus marqué à proximité des joints des grains primaires. Cela est visible à la fois par l'augmentation du GROD mais aussi par la présence de joints noirs de forte désorientation.

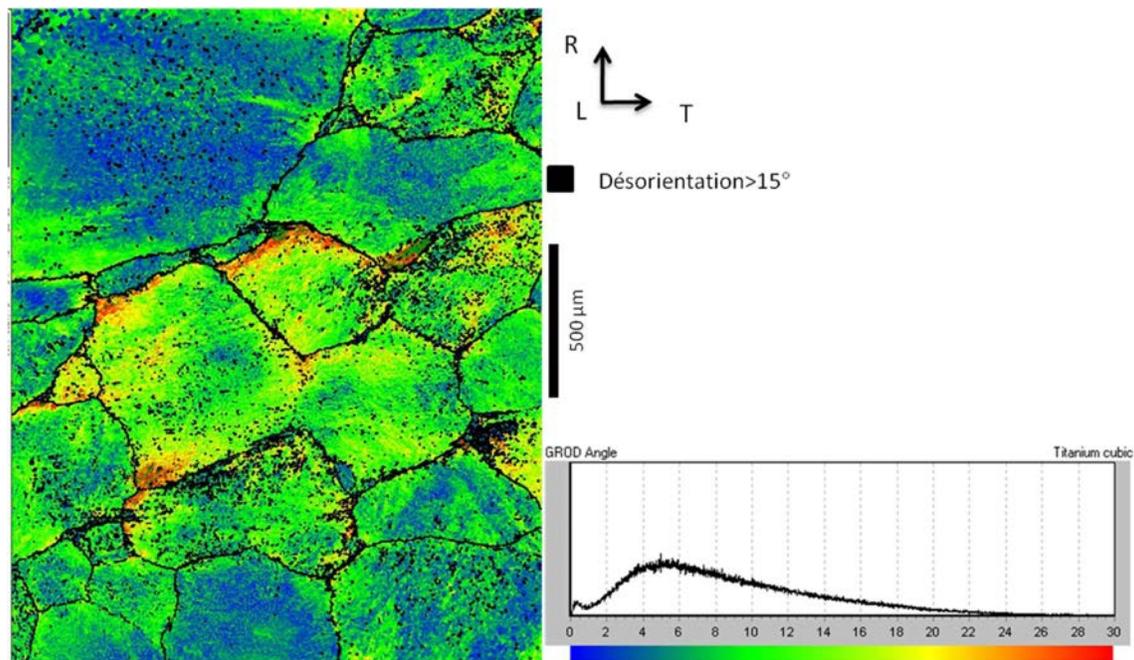


Figure 4-14 : Carte EBSD de la microstructure α_p/β , montrant la déviation de l'orientation par rapport à l'orientation moyenne du grain (GROD- Grain Reference Orientation Deviation) et les joints de forte désorientation en noir.

4.1.2. Microtexture et morphologie des nodules α_p

A une échelle mésoscopique, les nodules α_p n'ont pas une distribution spatiale aléatoire. Ceci est illustré sur l'exemple de la Figure 4-15 (B3-MN en peau). La carte en GROD et la FP de la phase β montrent la dispersion des orientations β dans le grain primaire qui y a été isolé. La FP $\{0002\}$ des nodules α_p comprend seulement deux composantes majoritaires qui correspondent potentiellement à 4 variantes cristallographiques parmi les 12 possibles héritées de la relation de Burgers. Ce nombre réduit est probablement le résultat d'une forte sélection de variantes qui a eu lieu en fin de forgeage dans le domaine β . La distribution spatiale des deux composantes n'est pas aléatoire. Les nodules

sont regroupés en macrozones de 100 à 300 μm clairement visibles sur la Figure 4-15d. Il faut toutefois noter que si les pôles $\{110\}_\beta$ et $\{0002\}_\alpha$ coïncident globalement, les relations de Burgers locales sont loin d'être respectées strictement. La distribution des écarts locaux aux relations de Burgers pour les deux macrozones est tracée en bas de la Figure 4-15. Localement, les écarts sont presque toujours supérieurs à 5° et peuvent occasionnellement dépasser 30° .

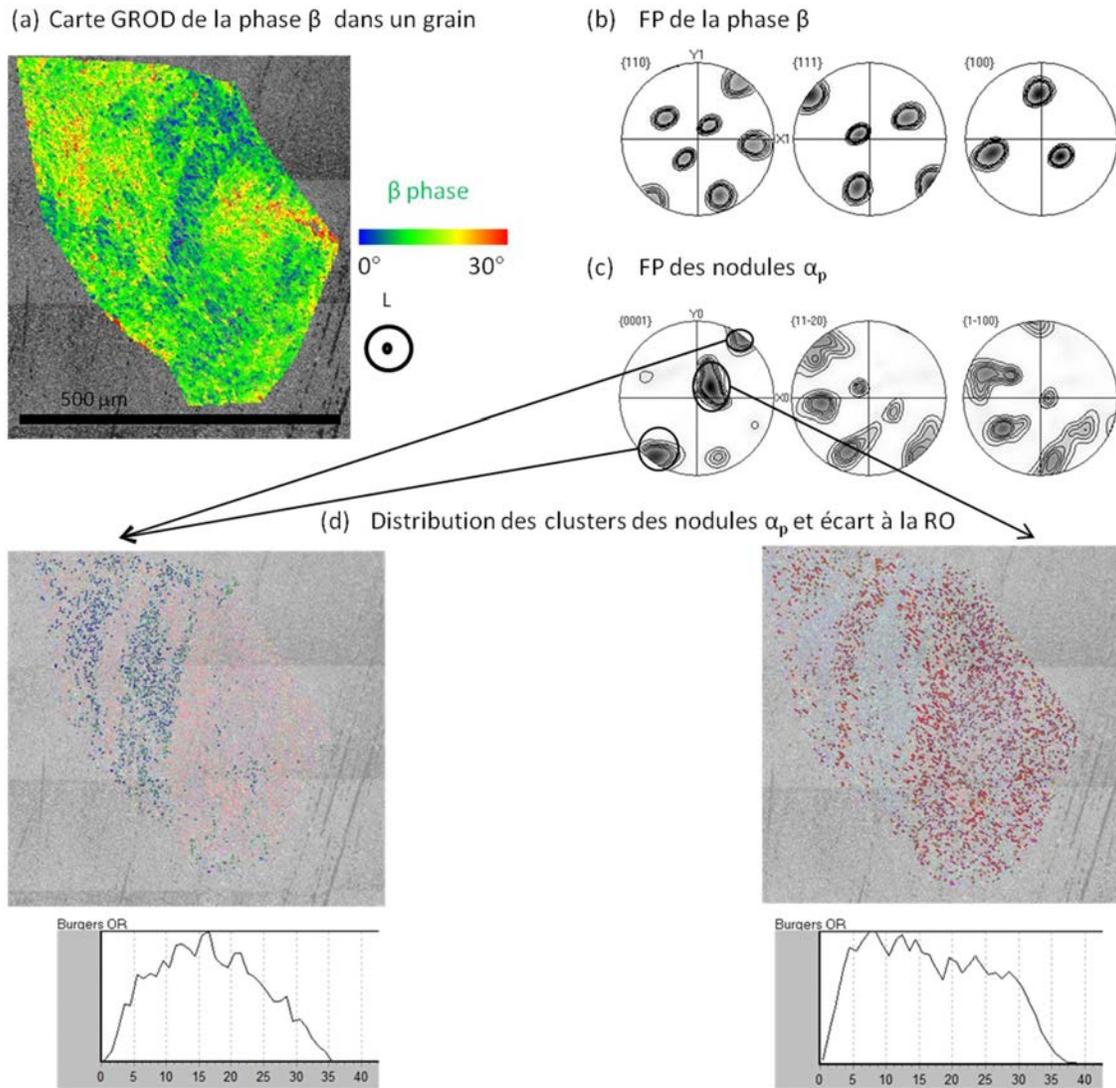


Figure 4-15 : (a) Carte EBSD de la désorientation de la phase β par rapport à l'orientation moyenne du grain β . (b) FP de la phase β (c) FP de la phase α . (d) Distribution des clusters des nodules α_p de même orientation (macrozones) et l'écart à la RO de Burgers pour chacun.

Il existe également des hétérogénéités au niveau de la morphologie des nodules α_p . Ceux-ci peuvent être très allongés avec un rapport de forme qui peut aller jusqu'à 15 comme illustré dans la Figure 4-16.

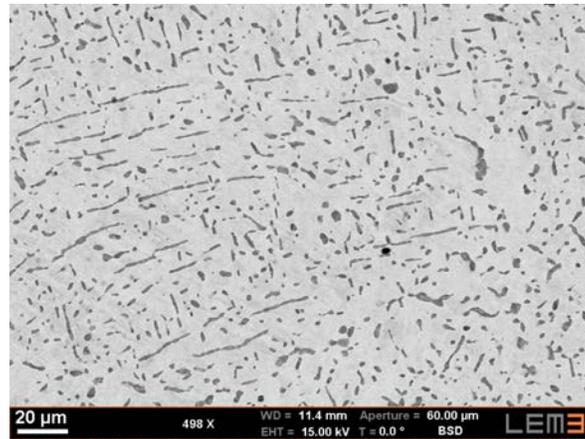


Figure 4-16 : Hétérogénéités de forme des nodules α_p : L'Image BSE prise dans la B3-MN montre une zone où la fraction de nodules α allongée est très importante.

Souvent plusieurs nodules α_p allongés et alignés dans la même direction sont proches localement. La Figure 4-17a montre un exemple d'un regroupement des nodules α_p allongés et alignés morphologiquement dans la direction R. Ces nodules α_p appartiennent à la même composante de texture (entourée en rouge sur la FP) et respectent la relation de Burgers à 10° près. Ils appartenaient très certainement à une même ancienne colonie de lamelles pour laquelle la déformation dans le domaine en $\alpha + \beta$ n'a pas permis une globularisation efficace. D'autres analyses EBSD ont montré que ces regroupements de nodules α_p allongés et alignés appartenaient toujours à la même composante de texture. Par contre, les relations de Burgers ne sont pas toujours aussi bien respectées que dans cet exemple.

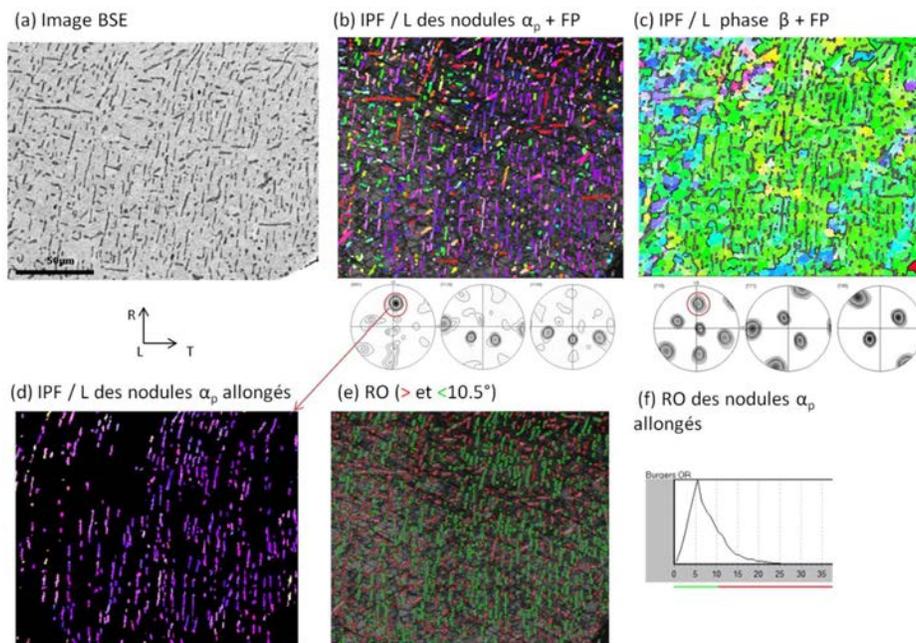


Figure 4-17 : Analyse des nodules α_p allongés et alignés perpendiculairement à L. (a) Image BSE de la microstructure (B3-MN) Cartes IPF L (b) des nodules α_p (c) de la phase β et (d) des nodules α_p appartenant à une même variante. (e) Carte de RO (> et < 10.5°) (f) Histogramme de distribution des désorientations par rapport à la RO des nodules allongés

4.1.3. Microtexture des lamelles α_s

A l'échelle microscopique, les lamelles α_s ne sont pas toujours organisées en panier tressé ou lorsqu'elles le sont, leurs orientations ne sont pas aléatoires. La Figure 4-18 montre un exemple d'analyse des lamelles α_s au cœur d'un grain β primaire. L'image BSE (Figure 4-18a) de la zone cartographiée met en évidence des nodules α_p , orientés morphologiquement dans deux directions orthogonales et de fines lamelles α_s plutôt enchevêtrées. Les Figure 4-18b et c montrent les orientations brutes d'acquisition des phases α et β . Les trois figures c, d et e présentent les données corrigées et reconstruites des constituants α_p , α_s et les grains β avec les FPs correspondantes. Elles ont été obtenues en utilisant la méthode présentée à la section 6.5 du chapitre 3. Tout d'abord, on remarque que les 12 variantes cristallographiques sont présentes localement (voir FP sous la figure e). Cependant, certaines variantes sont clairement majoritaires et forment des domaines cristallins α_s d'orientation proche et de taille équivalente à celle des ex-sous-grains β (fig. e). Dans ces grands domaines, les lamelles sont organisées en colonies de Widmanstätten. Le taux d'indexation permet de distinguer facilement lorsque les lamelles α_s sont en colonie ou en panier tressé. Dans les zones en colonies, le taux d'indexation de la phase α est plus élevé et celui de la phase β , quasi-nul. Dans les zones en panier tressé, de la phase β , a pu être indexée (même si cela reste faible) et le taux d'indexation de la phase α s'est dégradé.

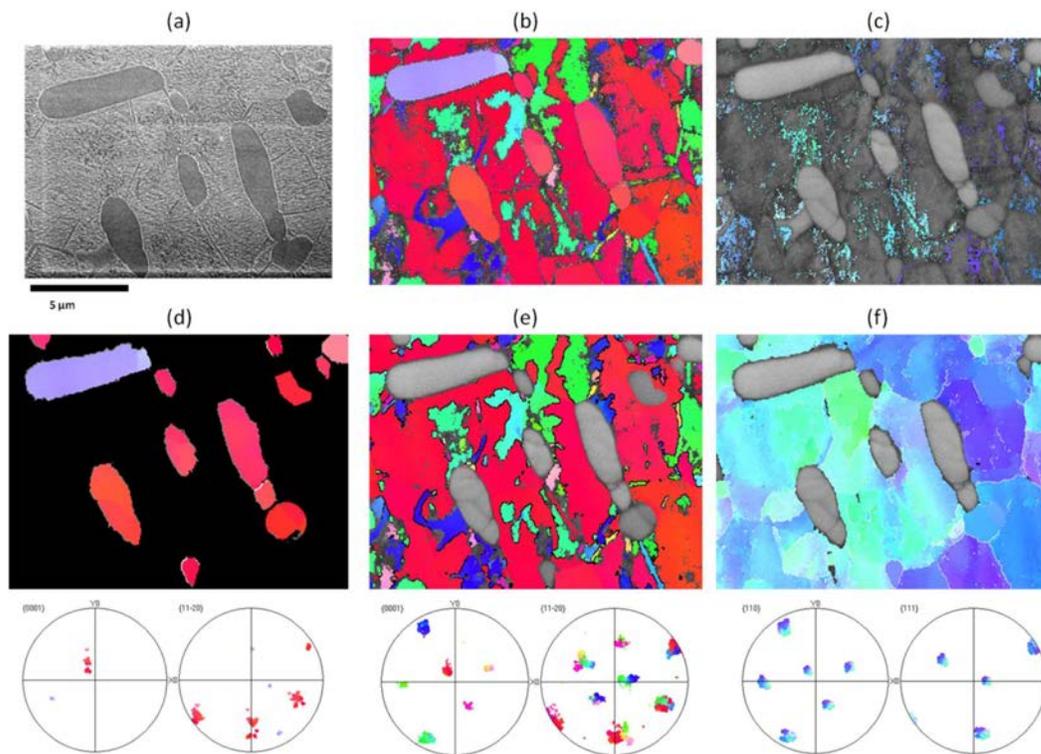


Figure 4-18 : (a) Image en BSE, (b) Carte IPFL de la phase α mesurée (c), Carte IPFL de la phase β mesurée (d) Carte IPFL + FP des nodules α_p corrigé (e) Carte IPFL/L + FP des lamelles α_s (f) Carte IPFL + FP de la phase β reconstruite (joints en blanc $>5^\circ$, joints en noir $>15^\circ$)

Dans une colonie de même orientation cristallographique, les lamelles peuvent avoir deux orientations morphologiques inclinées d'environ 90° . Cet angle est caractéristique des variantes

cristallographiques désorientées de $10,5^\circ$ autour de $\langle 0001 \rangle$ [22]. Ainsi ce qui est indexé comme une colonie correspond potentiellement à l'intrication de deux variantes cristallographiques proches partageant le même axe $\langle c \rangle$ mais qu'il n'est pas possible de résoudre par EBSD classique.

Par ailleurs, cet exemple présente une particularité qui n'est pas observée systématiquement. L'orientation des colonies α_s est proche de celle des nodules α_p adjacents, ce qui laisse penser qu'elles auraient héritées leur orientation par sélection de variantes [122], [168]. Ce phénomène se produit lorsque la relation de Burgers est maintenue entre les nodules α_p et les ex-grains β .

Cette analyse locale a révélé que les colonies α_s forment des domaines cristallins de 5 à $10\mu\text{m}$ qui sont donc plus grands que les nodules α_p et de taille équivalente aux sous-grains β .

A une échelle mésoscopique, la distribution spatiale des colonies n'est pas non plus aléatoire. La cartographie EBSD de la Figure 4-19 couvrant $50 \times 40\mu\text{m}^2$ avec un pas de $0,1\mu\text{m}$ le met en évidence. Elle a été acquise à la frontière entre deux grains β primaires: l'un ayant une direction $\langle 111 \rangle // L$ coloré en bleu et l'autre une direction $\langle 100 \rangle // L$ en rouge. La frontière est marquée par la présence de nombreux nodules α_p . De part et d'autre, il existe un gradient d'orientation (Figure 4-19c). Il est de $0,7^\circ \cdot \mu\text{m}^{-1}$ du côté du grain primaire rouge et de $1,2^\circ \cdot \mu\text{m}^{-1}$ du celui du grain primaire bleu avec pour conséquence que les ex-sous-grains adjacents à la frontière ont une direction $\langle 110 \rangle // L$ et apparaissent en vert (Figure 4-19c).

La distribution spatiale des orientations α_s est très hétérogène. Dans le grain β primaire bleu, chaque ex-sous-grain n'est constitué (quasiment) que d'un seul domaine cristallin où le taux d'indexation est élevé et dont la taille est très supérieure à celle des nodules α_p . Dans certaines de ces zone, la microstructure présente plusieurs orientations morphologiques. Dans ce cas, elles correspondent en réalité à deux variantes partageant le même axe $\langle c \rangle$. Par conséquence, le caractère "mono-axe $\langle c \rangle$ " de ces domaines α_s n'est pas visible dans la microstructure et ne peut être révélé que par des mesures EBSD. Dans le grain primaire rouge, le taux d'indexation de la phase α_s est inférieur. Seuls les domaines α_s avec une taille supérieure à 400 nm ont été indexés. Cela est caractéristique d'une microstructure présentant des lamelles organisées en panier tressé. A la frontière, la situation est intermédiaire, deux variantes cristallographiques ont été privilégiées et semblent réparties équiprobablement dans les ex-sous-grains.

L'analyse des figures de pôle (Figure 4-20) et de la distribution des désorientations (Figure 4-21) renseigne sur les mécanismes de sélection de variantes qui ont conduit à cette situation. Tout d'abord, on remarque un pôle $\{110\}$ commun aux deux grains primaires et aux ex-sous-grains de la frontière. Lors de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$, les variantes ayant un plan $\{0001\}$ parallèle à ce pôle ont pu être préférentiellement sélectionnées comme décrit à la section 3.1 de la bibliographie. Ensuite, la distribution des désorientations montre une large proportion de désorientation de type 2 qui correspond aux variantes auto-accommodantes. Toutes les autres désorientations apparaissent à une fréquence inférieure ou équivalente à celle théorique. L'absence de désorientation de type 6 est en réalité sous-évaluée car il n'était pas possible de résoudre les clichés EBSD lorsque ces deux variantes sont intriquées.

L'organisation spatiale des colonies de lamelles α_s est semblable à celle des nodules α_p : à l'échelle mésoscopique, les colonies α_s de même orientation sont localement proches et forment des

domaines de taille équivalente aux macrozones de nodules α_p (Figure 4-19e). Ces configurations sont fréquentes aux frontières entre grains β primaires et sont principalement du côté du grain le plus fragmenté, comme pour le grain bleu-vert de l'exemple.

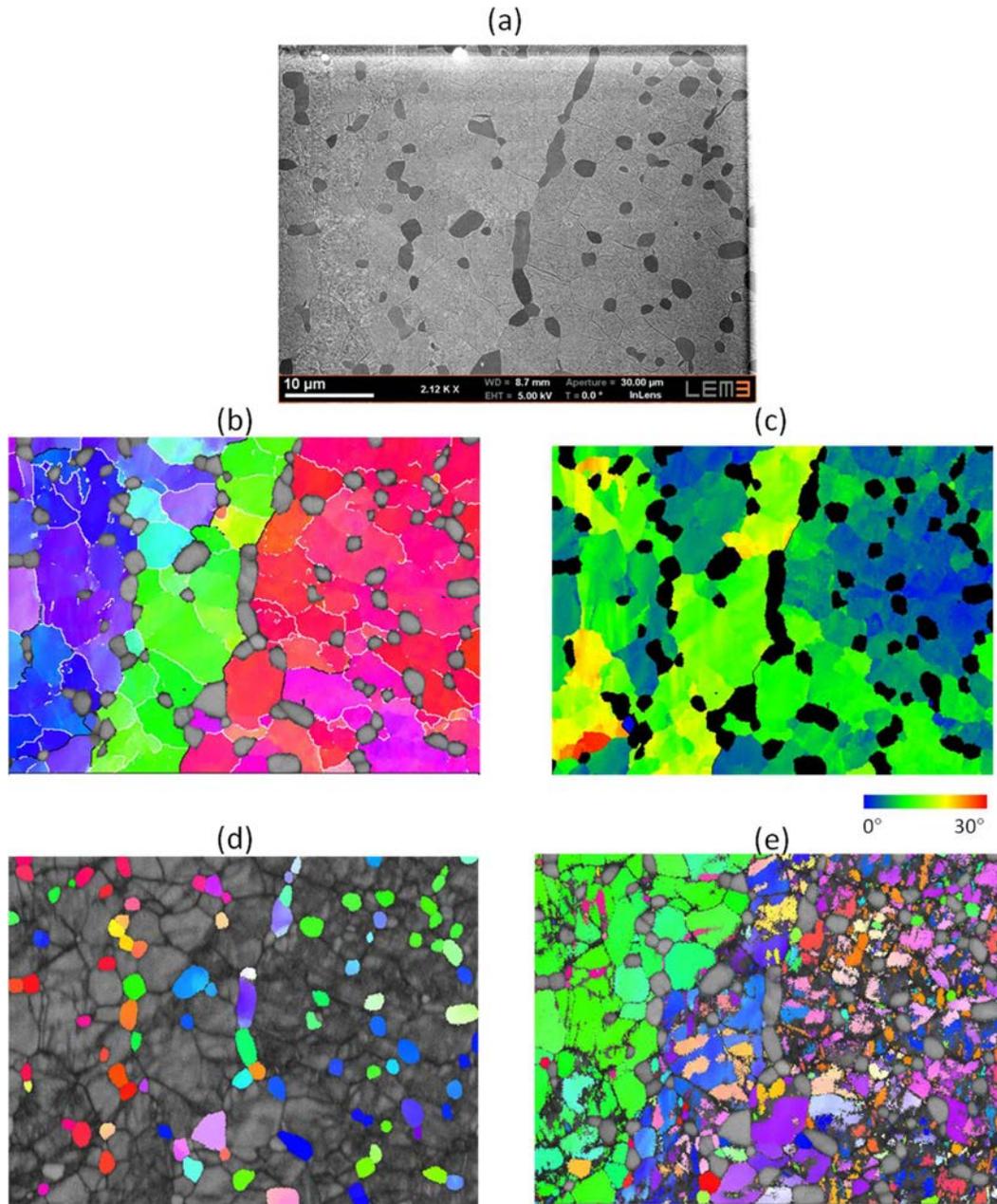


Figure 4-19 : Analyse EBSD dans le plan transversal ($\perp L$) à la frontière de deux grains β primaires- toutes les cartes sont superposées au contraste de bandes (a) image en BSE de la même zone, (b) carte IPF/L de la phase β reconstruite, (c) Carte GROD de la phase β reconstruite, (d) carte IPF/L des nodules α_p , (e) carte IPFL des α_s (joints $>5^\circ$, joints $>15^\circ$)

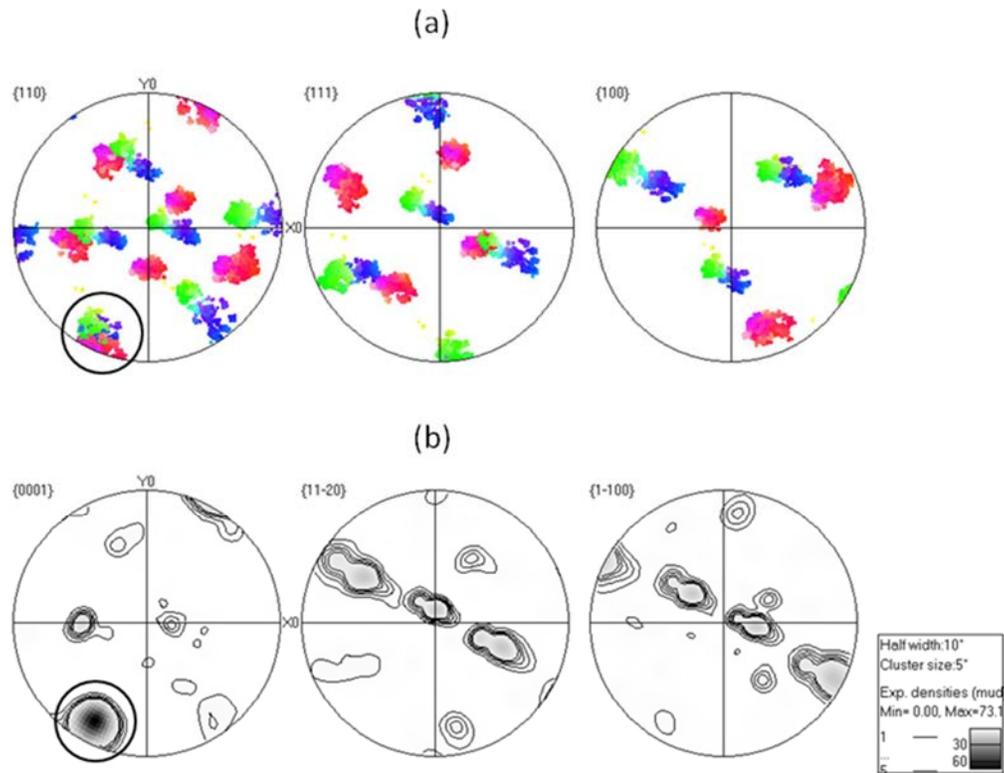


Figure 4-20 : (a) FP de la phase β reconstruite (b) FP des α_s du grain β bleu-vert. Le cercle en noir indique le pôle {110} en commun entre les deux ex grains qui correspond avec la variante sélectionnée des α_s

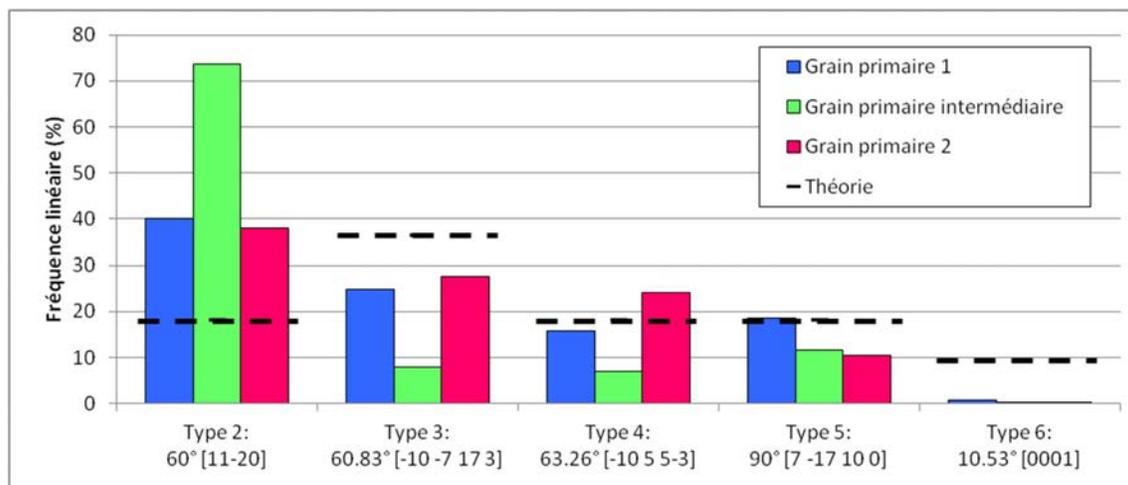


Figure 4-21 : Fréquence d'observation des désorientations héritées de la relation de Burgers et comparaison avec leur fréquence en absence de sélection de variantes

4.1.4. Discussion : Origine de la microtexture multi échelle

Cette étude souligne l'importance de l'EBSD dans la caractérisation de la microstructure industrielle des billettes en Ti 10V-2Fe-3Al. Alors que l'imagerie MEB la présente comme relativement homogène, les analyses cristallographiques ont révélé le caractère hétérogène et multi-échelle de la microtexture.

Pour une description complète, il est nécessaire de prendre en compte 3 échelles d'observation: millimétrique, micrométrique et sub-micrométrique. La Figure 4-22 propose une synthèse schématique de la microstructure de la billette. Dans une telle microstructure, chaque constituant (nodules α_p , lamelles α_s , phase β_r) forme des domaines cristallographiques plus grands que ceux caractérisés par microscopie optique ou électronique. Ces domaines cristallographiques sont assez hétérogènes (en localisation et taille) et peuvent contribuer à la variabilité des propriétés mécaniques.

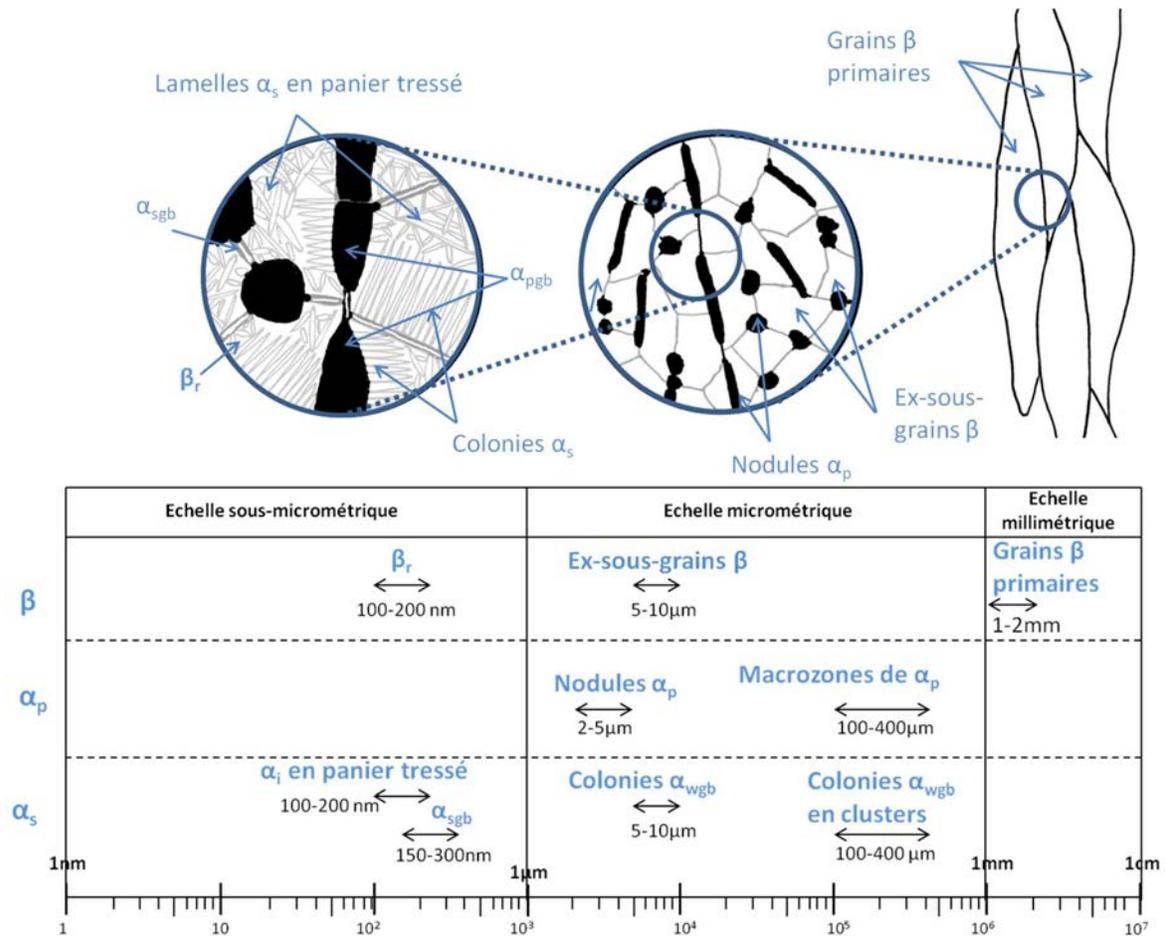


Figure 4-22 : Schéma de la microstructure multi-échelle du Ti 10V-2Fe-3Al et les tailles des constituants

Échelle millimétrique :

La microstructure est composée par des grains β primaires de plusieurs millimètres de long et de forme ellipsoïdale. Ces grains primaires hérités du forgeage dans le domaine β sont visibles dans la microtexture malgré les étapes de conversion dans le domaine $\alpha + \beta$. Ces dernières les ont partiellement fragmentés créant une structure de sous-grains β . Certains sous-grains β peuvent présenter des joints de forte désorientation ($>15^\circ$), mais globalement leur orientation reste proche de celle des sous-grains environnants, ce qui conserve la trace des grains primaires d'origine. Le même constat a été fait par Delafosse sur le Ti-17 [52] et Chaussy sur le Ti β cez [169]. Un gradient d'orientation plus marqué est souvent présent aux frontières entre grains primaires. Cette microstructure est typique de la restauration dynamique, comme reporté par Roberson et Shane [53]. Même si une compétition est possible entre restauration et recristallisation, elle dépend des paramètres de forgeage (température, déformation, vitesse de déformation) et aux faibles vitesses de déformation, la restauration dynamique est le mécanisme dominant [51], [56].

Échelle micrométrique :

Les nodules α_p sont relativement homogènes en taille mais peuvent former des domaines cristallographiques couvrant 300 μm où tous les nodules ont un axe $\langle c \rangle$ proche. Ce type d'hétérogénéité, appelé macrozone, a souvent été rapporté dans les alliages de titane α et α/β [64], [80], [81]. Dans nos microstructures, la taille des macrozones est limitée à celle des grains primaires. Par ailleurs, ces derniers ont toujours un axe $\langle 110 \rangle$ proche de l'axe $\langle c \rangle$ des nodules de la macrozone. Il est vraisemblable que les mécanismes de formation des macrozones dans les alliages β métastables soient identiques à ceux rapportés pour les alliages α et α/β en revue de littérature (section 4.3.2 du chapitre 1). Chaque macrozone correspondrait à une colonie de Widmanstätten d'un grain primaire où la globularisation n'a permis de disperser l'orientation. En effet, une globularisation inefficace produit des nodules avec un facteur de forme plus important et contribue au maintien de la RO. Selon Bieler et al [84], l'efficacité de la globularisation des lamelles est minimale dans les colonies ayant leur axe $\langle c \rangle$ aligné avec l'axe de compression. Ceci explique la présence de macrozones contenant des nodules α_p allongés (facteur de forme > 3), alignés, appartenant à la même variante cristallographique et en RO ($<10^\circ$) avec la phase β environnante.

La microstructure d'étude comporte un autre type d'hétérogénéité qui n'avait pas encore été rapporté dans la littérature. Il s'agit d'amas de colonies α_s d'orientation proche formant des domaines allant jusqu'à 200 μm . Ces amas de colonies α_s n'ont pas toujours la même orientation cristallographique que les nodules α_p de la même zone mais lorsqu'ils l'ont, ils renforcent l'intensité des macrozones. Ces amas sont souvent localisés à proximité des frontières entre grains primaires du côté du grain le plus fragmenté. Le fait que toutes les colonies dans un environnement héritent de la même orientation est une forme de sélection de variante qui peut s'expliquer par différents mécanismes. Tout d'abord, les colonies ont besoin de joints décorés du liseré α_{GB} ou de nodules α_p pour se former. Or il a été montré que les liserés α_{GB} précipitent en priorité sur des joints de forte énergie [24]. Cela explique leur présence principalement dans les zones fragmentées et dans les zones où les nodules sont encore en RO de Burgers. La sélection de variante sur des distances équivalentes au macrozones peut avoir deux origines. La présence d'un fort gradient d'orientation indique qu'une forte densité de dislocations se serait accumulée aux joints de grain lors du travail

dans le domaine β . Localement il est probable que ces dislocations partagent le même vecteur de Burgers et conduise à une forte sélection de variantes [18]. Un autre mécanisme pourrait faire intervenir la mise en commun du pôle $\{110\}$ [23] et les effets de mémoire de texture souvent rapportés pour les alliages de titane [17]. En effet, dans plusieurs exemples mais sans que cela soit systématique, lorsque des grains primaires voisins partageaient un pôle $\{110\}$ commun, l'orientation des colonies était telle que le leur plan $\{0002\}$ était parallèle à ce pôle commun $\{110\}$.

Échelle sub-micrométrique :

Même à cette échelle, l'EBSD a permis d'enrichir la vision de la microstructure. Les lamelles α_s présentent deux topologies différentes:

- en panier tressé avec des orientations cristallographiques différentes (α_i)
- en colonies de lamelles α_w de taille équivalente aux sous-grains β de 5 à 10 μm .

Une analyse microstructurale seule ne permet pas toujours de distinguer les colonies. En effet, nous avons montré que ce qui était indexé comme une colonie pouvait aussi correspondre à deux variantes cristallographiques faiblement désorientées mais présentant un angle important entre leurs inclinaison morphologiques [22].

4.2. Hétérogénéités à l'échelle de la billette : différences entre le cœur et la peau

La microtexture étant très sensible aux procédés de mise en forme (voir chapitre 1 section 3.4), il est clair qu'à l'échelle d'une billette, les microtextures locales présentent des variations. Dans ce contexte, nous avons cherché à décrire qualitativement ces variations et à les quantifier lorsque la statistique était suffisante. En particulier, nous avons caractérisé les différences entre le cœur et la peau de la billette concernant : la morphologie des grains β primaires et leur fragmentation, le maintien des relations d'orientations et l'intensité des macrozones α_p . Pour obtenir des données statistiques, les mesures ont été faites sur la billette de microstructure nodulaire (B3-MN) avec un pas large de 1 μm . Cela a permis d'avoir un taux d'indexation correct mais a exclu les orientations des lamelles α_s des analyses. Pour compléter cette analyse, des cartes EBSD ont été acquises sur la billette vieillie (B3-MB) avec un pas de 0,5 μm afin de mesurer les lamelles α_s .

4.2.1. Morphologie et taille des grains β primaires

La technique la plus simple pour révéler les grains primaires est l'attaque macrographique (chapitre 3 section 5.1). Cette dernière met en évidence un fibrage visible à l'œil nu qui suit l'allongement des grains β primaires. La Figure 4-23 montre les attaques macrographiques des échantillons dans les plans longitudinal et transversal de la billette B3-MB, à cœur, 3/4 de rayon et à peau. Les grains β primaires sont allongés et mesurent entre 1 et 3 mm dans la direction longitudinale de la billette. Dans le plan transversal, ils sont plutôt équiaxes avec un diamètre compris entre 0,5 et 1 mm. En 3D, les grains ont donc une forme ellipsoïdale (prolate, $a = b < c$) dont le grand axe est aligné avec L et ayant un rapport d'aspect d'environ 3 (rapport entre la longueur du grand axe et celle du petit axe).

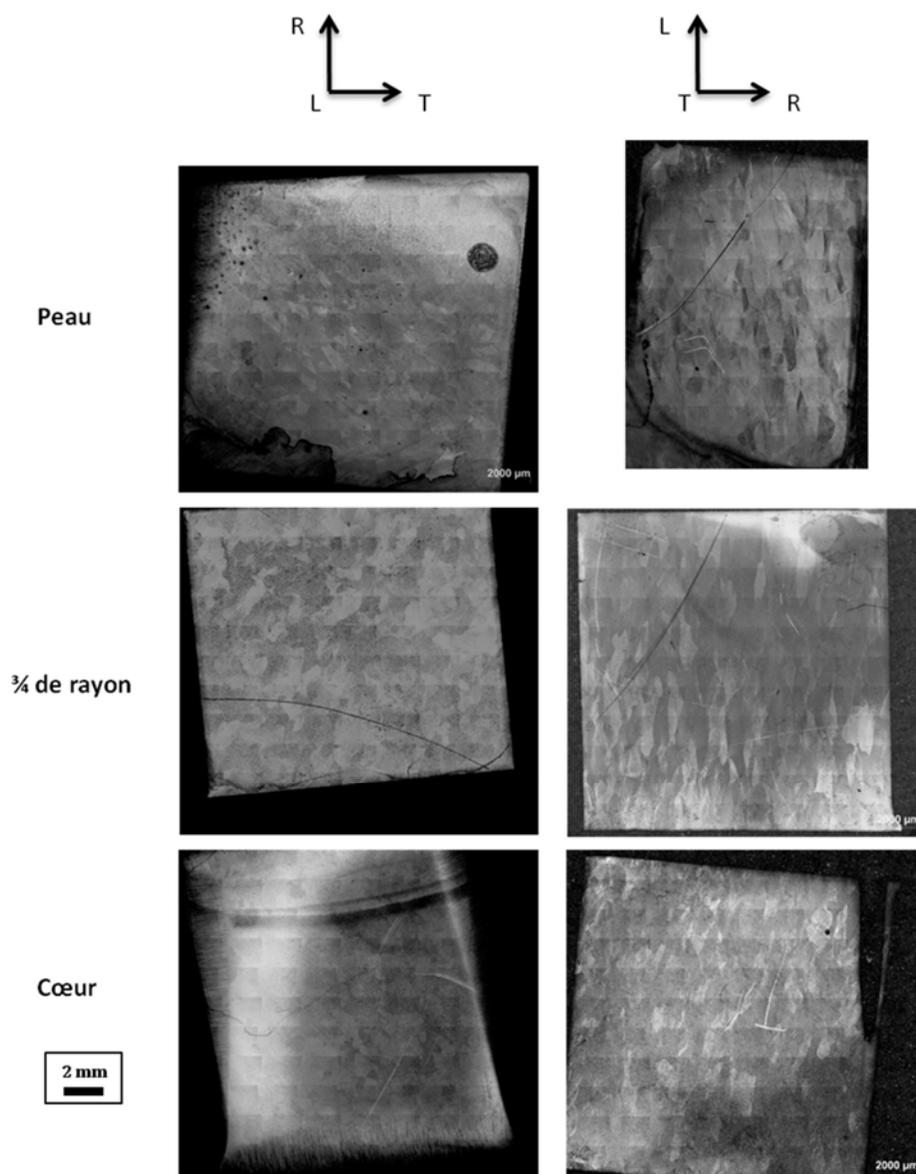


Figure 4-23 : Macrographie de la billette selon différents plans et localisation. L'attaque révèle la macrostructure β

Pour compléter cette analyse qualitative, des cartes EBSD millimétriques ont été acquises dans la B3-MN dans le plan transversal de sorte à maximiser le nombre de grains primaires entièrement observables (Figure 4-24). Malgré cela, la statistique est restée insuffisante pour obtenir un histogramme des distributions de taille de grains primaires exploitable. Cette étude a tout de même révélé une différence de taille et morphologie des grains β entre le cœur et la peau. En peau (dans le plan transversal), ils sont plutôt équiaxes et petits alors qu'à cœur, leur taille semble suivre une distribution bimodale où les grains primaires les plus petits sont équiaxes et convexes et les plus grands sont concaves.

Qualitativement, la texture est en accord avec la texture macroscopique présentée dans la Figure 4-6. La microstructure à cœur comprend essentiellement des grains rouges et vert qui sont associés

aux orientations $\langle 100 \rangle // L$ et $\langle 110 \rangle // L$ alors que à 3/4 de rayon elle présente en plus des grains bleus ($\langle 111 \rangle // L$).

Le procédé de fabrication est à l'origine de ces différences. La microstructure à cœur résulte probablement d'un mécanisme de croissance de grain (post-recristallisation) qui aurait été actif avant la conversion dans le domaine $\alpha + \beta$. En effet, beaucoup de joints de grains sont convexes et la distribution de taille des grains paraît bimodale (présence de très gros et de très petits grains). En peau, la distribution des grains étant plus homogène, la croissance de grain n'a probablement pas opéré. Cela peut s'expliquer par le gradient de température dans la billette en cours de forgeage. La peau, qui est en contact avec l'outillage et avec l'air, refroidit beaucoup plus vite que le cœur ce qui limite la croissance des grains. Par ailleurs, les différences de texture cristallographique cœur/peau peuvent être aussi expliquée par la croissance de grain. En effet, la composante principale de la texture à cœur est aussi présente à 3/4 de rayon mais en minorité. Or, il a été montré qu'un mécanisme de croissance de grain favorise les orientations minoritaires au détriment des composantes principales (voir section 3.3.1 du chapitre 1).

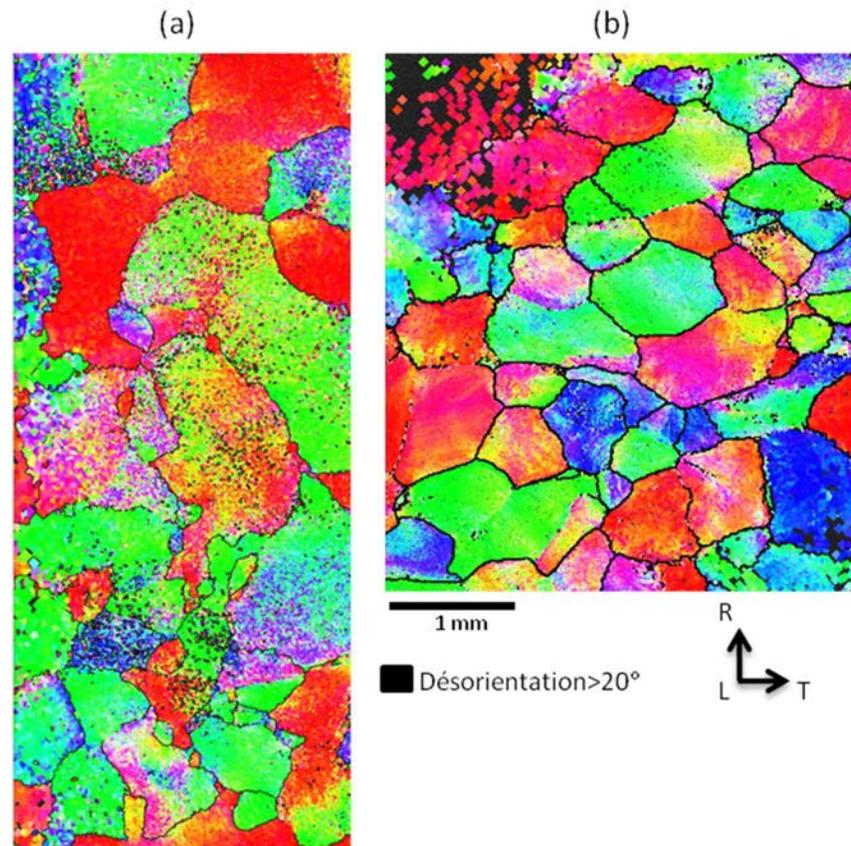


Figure 4-24 : Cartes IPFL de la phase β réalisées (a) à cœur et (b) à peau de la B3-MN, montrant différences de taille, morphologie et fragmentations de grains β .

4.2.2. Fragmentation des grains β primaires et intensité des macrozones

Nous avons quantifié les différences de niveau de fragmentation et d'intensité des macrozones au sein de 35 grains β primaires dont 21 grains primaires se trouvent en peau et 14 à cœur de la billette

B3-MN. Le but est de caractériser les hétérogénéités en relation avec leur position afin d'expliquer les différences de propriétés mécaniques entre la peau et le cœur.

Le degré de fragmentation des grains primaires a été évalué à partir des cartes EBSD en utilisant la méthode suivante : Tout d'abord un grain primaire est isolé manuellement. Ensuite, l'orientation des pixels de phase α est remplacée par celle du plus proche pixel β indexé. Finalement, la fragmentation est mesurée comme la fraction des joints de grains β présentant des désorientations supérieures à $7,5^\circ$ parmi l'ensemble des désorientations supérieures à 1° . La valeur de $7,5^\circ$ correspond à la moitié de l'angle définissant les joints de forte désorientation. Cette valeur a été choisie pour donner un maximum de sensibilité à la mesure. Ainsi la fragmentation d'un grain primaire est mesurée par une valeur comprise entre 0 et 1.

Une démarche similaire a été mise en place pour quantifier l'intensité des macrozones. D'abord, les pixels β sont remplacés par leur plus proche pixel α et l'intensité des macrozones dans un grain β est mesurée comme la fraction des joints de grains α/α présentant des désorientations inférieures à 21° parmi toutes les désorientations $> 1^\circ$. Cette valeur a été choisie car c'est la largeur de pôles α qu'on retrouve dans les FPs $\{0002\}$. Si la désorientation entre deux nodules α_p est inférieure à 21° , il est probable qu'ils appartiennent au même pôle α . Par conséquent, l'intensité et la taille des macrozones d'un grain va pouvoir être exprimé par une valeur entre 0 (tous les nodules α_p voisins sont très désorientés) et 1 (une seule variante α est présente et la taille de la macrozone est égale à celle du grain β).

Les mesures du degré de fragmentation des grains β primaires et de l'intensité de macrozones sont montrées dans la Figure 4-25.

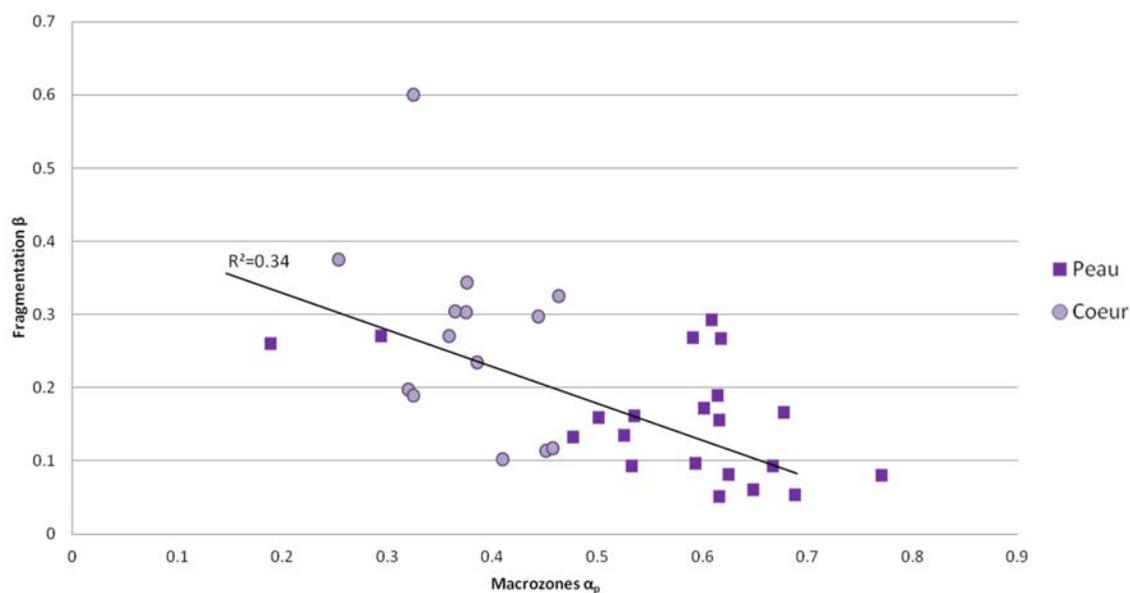


Figure 4-25 : Degré de fragmentation et intensité des macrozones au sein de 35 grains β primaires de la billette B3-MN.

Elle met en évidence que les macrozones sont plus marquées en peau. L'intensité des macrozones α_p y est comprise entre 0.45 et 0.75 alors qu'elle se trouve entre 0,25 et 0,45 à cœur. Un constat similaire a été effectué par Pilchak et al. . Ils ont observé une variation de la taille des macrozones dans des billettes de différents diamètres et mesuré une taille maximale à mi-rayon.

Dans le même graphique, il est possible de voir que la fragmentation des grains β primaires est en moyenne plus importante à cœur. Ceci est dû à deux phénomènes : D'abord le corroyage lors de la conversion dans le domaine $\alpha + \beta$ a été plus important à cœur comme l'a montré Venkatesh et al. . Ensuite, les grains primaires étaient plus grand à cœur avant corroyage. Or, à taux de déformation identique, plus les grains sont grands, plus la dispersion d'orientation en leur sein est grande .

Il existe une certaine corrélation ($R^2=0,34$) entre la présence de macrozones et le degré de fragmentation des grains β primaires. Les macrozones sont moins marquées lorsque les grains primaires sont plus fragmentés. En fait, l'objectif de la conversion étant d'affiner à la fois les microstructures α et β , cela montre que la conversion a tendance à être moins efficace en peau que à cœur. Là encore, cela semble lié au taux de corroyage: un taux de corroyage important permettrait à la fois de fragmenter les grains β et de mieux casser les macrozones. Ceci est aussi cohérent avec les résultats de la section 3.1.1. qui montrent que la texture cristallographique à cœur est très marquée à cause du taux de corroyage élevé. Cela est vrai sur de l'étirage à la presse, d'autres équipements de fin de gamme auront tendance surtout à corroyer la surface et pas le coeur.

4.2.3. Conservation de la RO de Burgers

Pour évaluer si la RO de Burgers a été plus ou moins cassée dans les différents grains, le degré de conservation de la RO a été évalué de manière similaire aux deux autres paramètres. Dans une carte EBSD α_p/β , elle a été mesurée comme la fraction de joints de grains α_p/β qui présentent des écarts à la RO de Burgers inférieurs à $10,5^\circ$. Ce seuil correspond à la désorientation théorique minimale entre les deux variantes héritées du même grain parent.

Globalement, la RO de Burgers a été bien cassée en peau ou à cœur, comme montré dans la Figure 4-26. En moyenne dans les grains primaires, seules 35% des interfaces respectent la RO de Burgers à $10,5^\circ$ près. Par ailleurs, aucune corrélation n'a été trouvée entre la conservation de la RO et le taux de fragmentation des grains β primaires.

En peau, la dispersion est grande. Des grains primaires où 60% d'interfaces α_p/β respectent la RO de Burgers coexistent avec des grains où quasiment toutes les relations de Burgers ont été cassées (moins de 10% des interfaces à $10,5^\circ$ de Burgers). Par ailleurs, le degré de conservation de la RO semble augmenter avec l'intensité des macrozones mais la corrélation n'est pas très marquée ($R^2=0.15$).

Au cœur de la billette, la conservation RO est plus homogène (entre 25 et 50% des interfaces respectent la RO selon les grains). Par contre, la corrélation entre conservation de la RO et intensité des macrozones est inexistante ($R^2=0.001$).

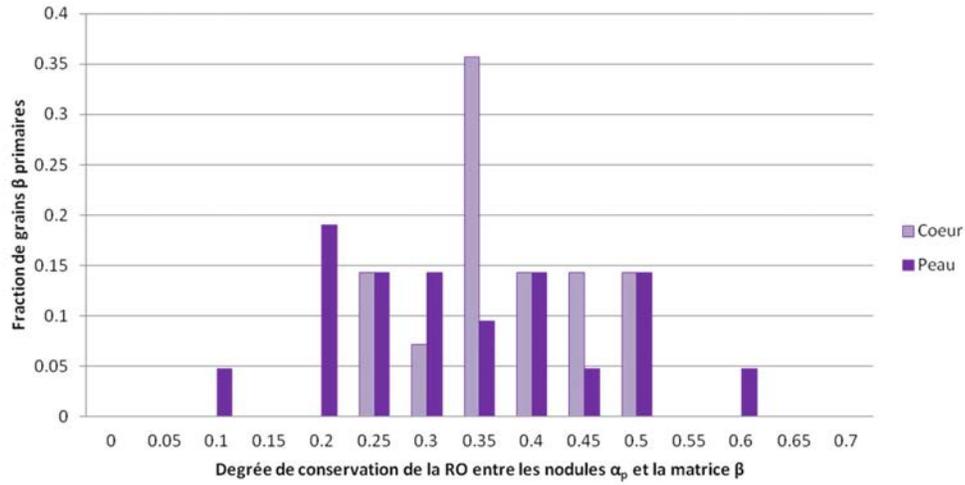


Figure 4-26 : Histogramme de fréquences du degré de conservation de la RO entre les nodules α_p et la matrice β pour les 35 grains primaires analysés

4.2.4. Distribution des colonies

Les différences cœur/peau de la distribution des colonies ont été évaluées sur la billette B3-MB à partir de deux cartes EBSD à une échelle mésoscopique (pas de $0,5\mu\text{m}$). Les résultats sont présentés sur la Figure 4-27. En peau, on retrouve une texture faible, peu de sélection de variantes et un taux d'indexation typique des α_s en paniers tressés. On peut noter la présence de quelques colonies aux interfaces entre grains β primaires. A cœur, le taux d'indexation est plus élevé indiquant la présence de colonies et on note une sélection de variantes très marquée.

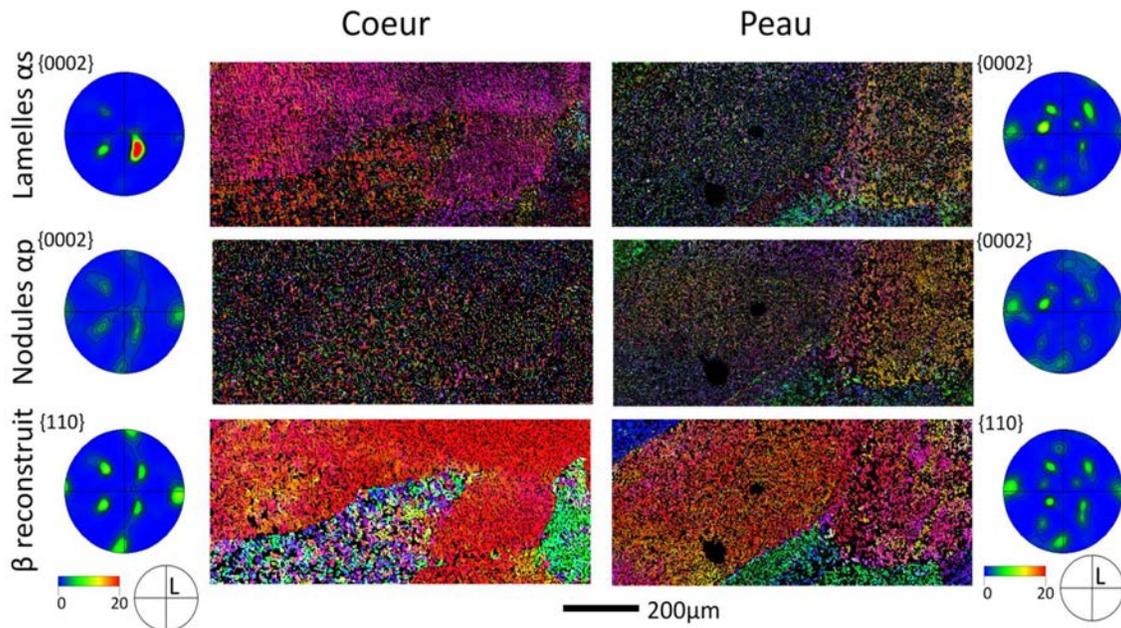


Figure 4-27 : Cartes EBSD à coeur et en peau mesurées avec un pas de $0,5\mu\text{m}$ (IPF/L)

La distribution de taille des domaines cristallins α_s est donnée sur la Figure 4-28. Cette dernière montre une très grande différence entre le cœur et la peau. Le diamètre moyen de domaine en peau dans les données non corrigées est inférieur à $1\mu\text{m}$, alors qu'il est de $11\mu\text{m}$ à cœur.

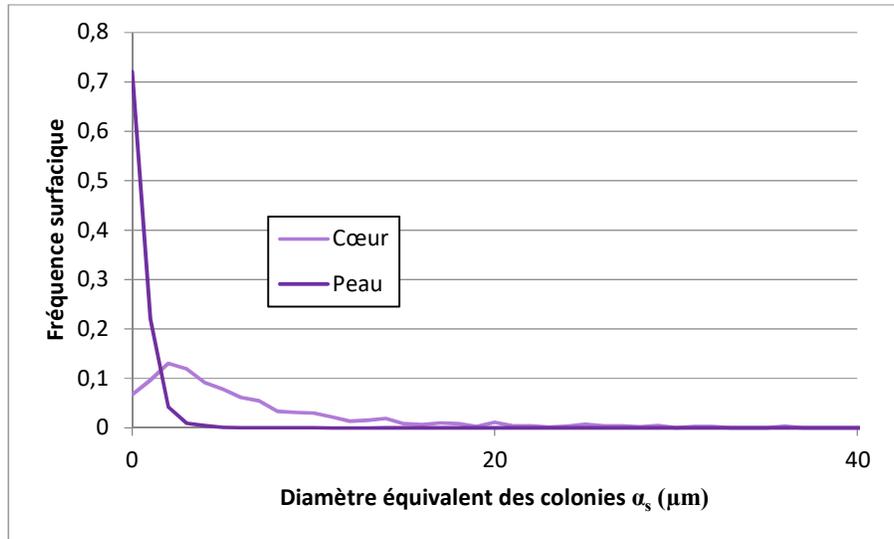


Figure 4-28 : Distribution de taille de domaines cristallins des lamelles α_s

L'origine de cette microstructure en colonie très marquée peut s'expliquer de différentes manières. D'abord, nous avons évoqué que la formation de colonies nécessite des joints β/β de forte désorientations qui sont en plus grande fraction à cœur que en peau. Nous avons aussi évoqué (à la section 4.1.4) la présence de dislocations résiduelles de même vecteur de Burgers qui induirait une sélection de variantes telle que le nombre de variantes précipitant α_s soit limité. Mais le mécanisme opérant ici peut être différent vu l'étendue des zones en colonies. L'analyse de la microstructure de la billette nodulaire (B3-MB) suite à la mise en solution apporte un élément de réponse. En effet, nous avons mentionné à la section 2.3 du chapitre 3, que la trempe consécutive au traitement de mise en solution avait eu un effet limité à cœur compte tenu de la massivité (Figure 4-29). La drastivité de la trempe n'a pas été suffisante dans cette zone pour empêcher la précipitation de la phase α_s . Dans ces conditions la force motrice étant faible, des précipités plus grossiers mais en nombre limités se sont formés. Ensuite, le traitement de vieillissement se fait en présence de ces précurseurs α_s soit en les faisant grossir ou soit en induisant une sélection de variantes marquée.

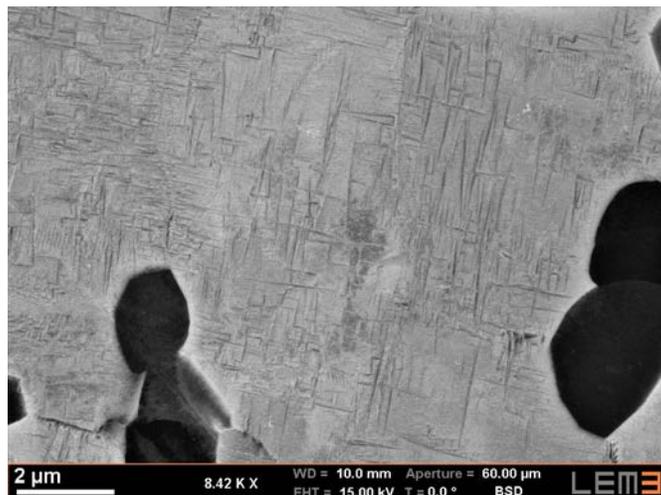


Figure 4-29 : Microstructure de la billette B3-MN à cœur.

4.2.5. Discussion sur les différences de microtextures cœur/peau

Les résultats de cette section montrent que les différentes hétérogénéités identifiées dans la section 4.1 ne sont pas distribuées aléatoirement dans une billette. Leur distribution spatiale est liée au premier ordre au taux de corroyage local lors de la conversion dans le domaine $\alpha + \beta$. Les variations du degré de fragmentation des grains β primaires et de l'intensité des macrozones entre le cœur et la peau sont cohérentes avec le fait que le corroyage a été plus important à cœur comme l'a montré Venkatesh et al. . Cela est aussi cohérent avec les textures qui sont plus marquées à cœur (section 3.1.1).

Les caractéristiques "microtexturales" sont plus homogènes à cœur : la relation de Burgers est cassée de manière homogène et les macrozones sont moins marquées et leur distribution plus étroite. Inversement en peau, des grains avec des macrozones très marquées côtoient d'autres qui n'en contiennent quasiment pas. De même, la RO de Burgers peut être soit complètement cassée soit bien conservée selon les grains. La distribution des lamelles α_s est aussi très homogène à cœur, elle est principalement sous forme de colonies alors que en peau, les colonies se localisent essentiellement au niveau des frontières entre grains primaires, le reste étant plutôt en panier tressé. Cette différence de distribution des colonies peut venir de l'effet cumulé du taux de corroyage et de la vitesse de trempe après la mise en solution, étant ces deux paramètres difficile à contrôler dans une pièce massive.

La seule caractéristique qui est dispersée à cœur est la taille des grains β primaires mais qui est une caractéristique héritée de la conversion dans le domaine β où un mécanisme de croissance de grains a produit une distribution bimodale de taille de grains.

5. Etude de faciès de rupture

5.1. Epreuve de ductilité minimale

5.1.1. Analyse fractographique et microstructurale du faciès de rupture

L'éprouvette qui a présenté la ductilité minimale lors des essais de traction a été prélevée dans la direction transversal (T) en peau de la billette B2-MB. Elle présente des valeurs normales de limite d'élasticité, de résistance mécanique mais présente un comportement anormalement rigide (module de Young élevé) et un allongement à la rupture particulièrement bas.

Le faciès de rupture de l'éprouvette est présenté sur la Figure 4-30a. Il présente une facette centrale très claire et des côtés avec un relief marqué. L'amorçage s'est initié au niveau de la facette centrale. De prime abord, cette facette a une morphologie qui rappelle celle des grains β primaires. Elle est allongée, mesure 5mm de long, est perpendiculaire à l'axe de l'éprouvette et relativement plate. Ayant réceptionné le faciès déjà poli, la Figure 4-30a est malheureusement la seule photo que nous ayons du faciès brut.

La microstructure des grains primaires sous-jacents a été observée au microscope optique après léger polissage (perpendiculaire à l'axe de l'éprouvette) et attaque chimique (quelques secondes) au réactif Kroll (Figure 4-30b). Cette figure montre que les grains primaires ont une taille inférieure celle de la facette et que leur alignement ne correspond pas dans ce cas à l'axe long de la facette. Il semble donc difficile de relier cette facette aux grains primaires.

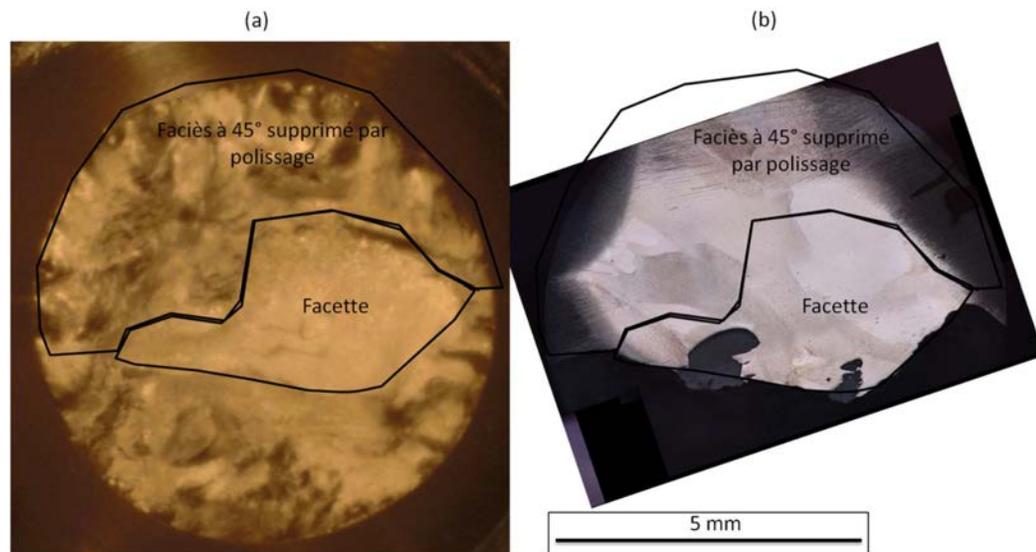


Figure 4-30 : (a) Faciès de rupture de l'éprouvette T de ductile minimale (b) Surface polie et attaquée au réactif de Kroll en microscopie optique.

La microstructure correspondante a été observée sur l'échantillon poli miroir au MEB avec le détecteur d'électrons rétrodiffusés (Figure 4-31). On constate la présence de nodules α_p qui séparent quasi-continument deux grains β primaires au niveau de la facette centrale, sous le site présumé d'amorçage. Ils correspondent au liseré α_{GB} des grains primaires qui a été fragmenté lors des étapes de conversion. Les nodules qui le composent présentent des déformations importantes (contraste

cristallin à l'intérieur des grains). Il existe aussi de part et d'autre, des nodules α_p allongés et alignés, indiquant la présence potentielle de macrozones (dans les zones entourées en bleu).

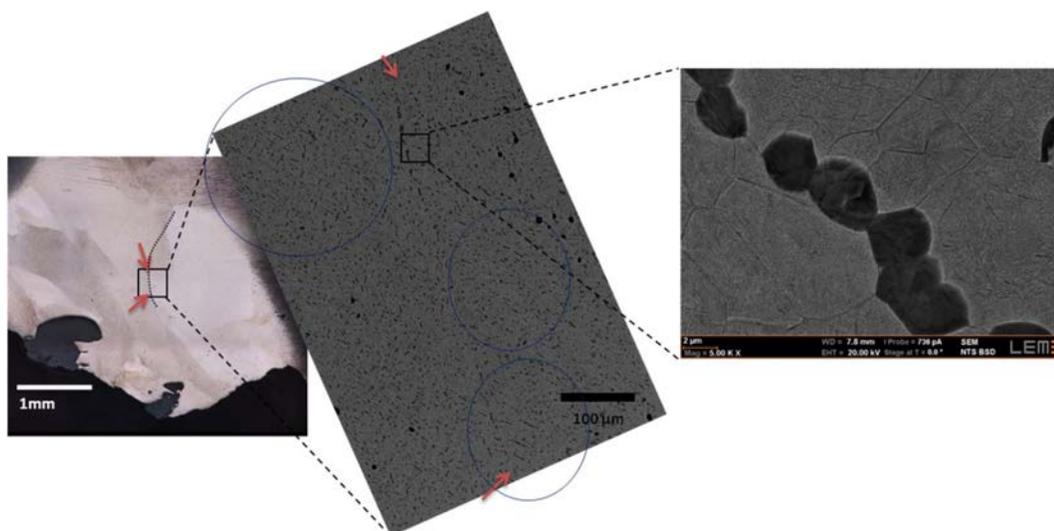


Figure 4-31 : Microstructure sous le site d'amorçage présumé sur le faciès de rupture de l'éprouvette. Les flèches rouges indiquent un liseré quasi continu de nodules α_p à la frontière entre deux grains β primaires au centre de la facette. Ces nodules ont des signes de déformation plastique. Des nodules α_p allongés et alignés sont entourés en bleu.

5.1.2. Analyse cristallographique du faciès de rupture

Echelle macroscopique

Deux analyses EBSD à l'échelle macroscopique (pas de déplacement de 3,5 μm et 6 μm) (Figure 4-32) révèlent que le site d'amorçage présumé se situe à la frontière entre deux grains β primaires. La Figure 4-32a présente la phase β reconstruite en IPF T (Axe de Sollicitation) avec les grains primaires numérotés. Le centre de la facette contient une frontière qui sépare le grain β_2 (un grain β primaire de 2,5 mm de large, coloré en rouge) et le grain β_1 (1 mm de large, coloré en bleu). Le grain primaire β_2 a une direction $\langle 100 \rangle$ dans l'axe de sollicitation et possède donc un module de Young faible. Le grain adjacent (β_1) possède sa direction $\langle 111 \rangle$ dans l'axe de sollicitation et donc un module de Young élevé.

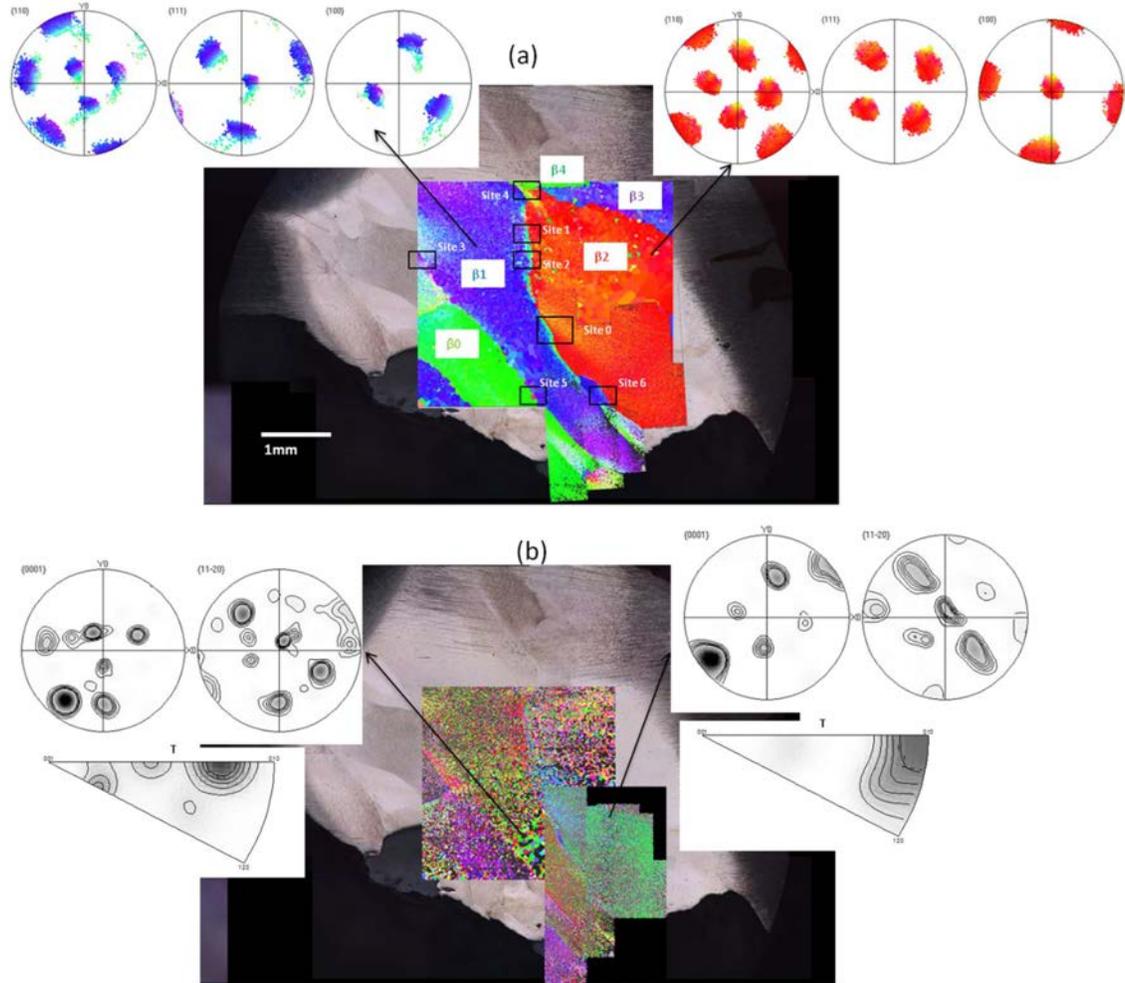


Figure 4-32 : (a) FPs et Carte de la phase β reconstruite en IPF/T (Axe de Sollicitation) avec les grains primaires numérotés en superposition de l'image du faciès poli. La localisation des analyses EBSD à l'échelle mésoscopique est aussi montrée (b) Carte de la phase α en IPF/T et FPs des grains au centre de la facette.

La carte IPF/T de la phase α est représentée sur la Figure 4-32b et superposée au faciès poli. Les FPs de la phase α des grains $\beta 1$ et $\beta 2$ ont été ajoutées. Le pas de déplacement étant grossier seules les nodules α_p et les colonies α_s ont été indexés. Dans le grain primaire $\beta 2$, la composante α dominante a un axe $\langle c \rangle$ perpendiculaire à l'axe de sollicitation T. Cette orientation présente un faible module de Young et un facteur de Schmid propice pour le glissement prismatique. Dans le grains $\beta 1$, la phase α présente plusieurs orientations. L'orientation dominante a un module de Young faible, et les autres composantes ont un module de Young plus élevé et un facteur de Schmid plus propice au glissement basal ou pyramidal.

Notamment les deux composantes α majoritaires dans les deux grains primaires sont proches entre elles et coïncident avec un pôle $\{110\}$ commun aux grains $\beta 1$ et $\beta 2$. Ceci suggère qu'un mécanisme de sélection de variantes a pu avoir lieu. Cependant, ceci doit être vérifié localement.

Echelle mésoscopique

Six analyses locales ont été effectuées sur le faciès polis (repérées sur la **Figure 4-32a**). Seule l'analyse du site 0 situé entre les grains β_1 et β_2 est détaillée, car elle est assez représentative

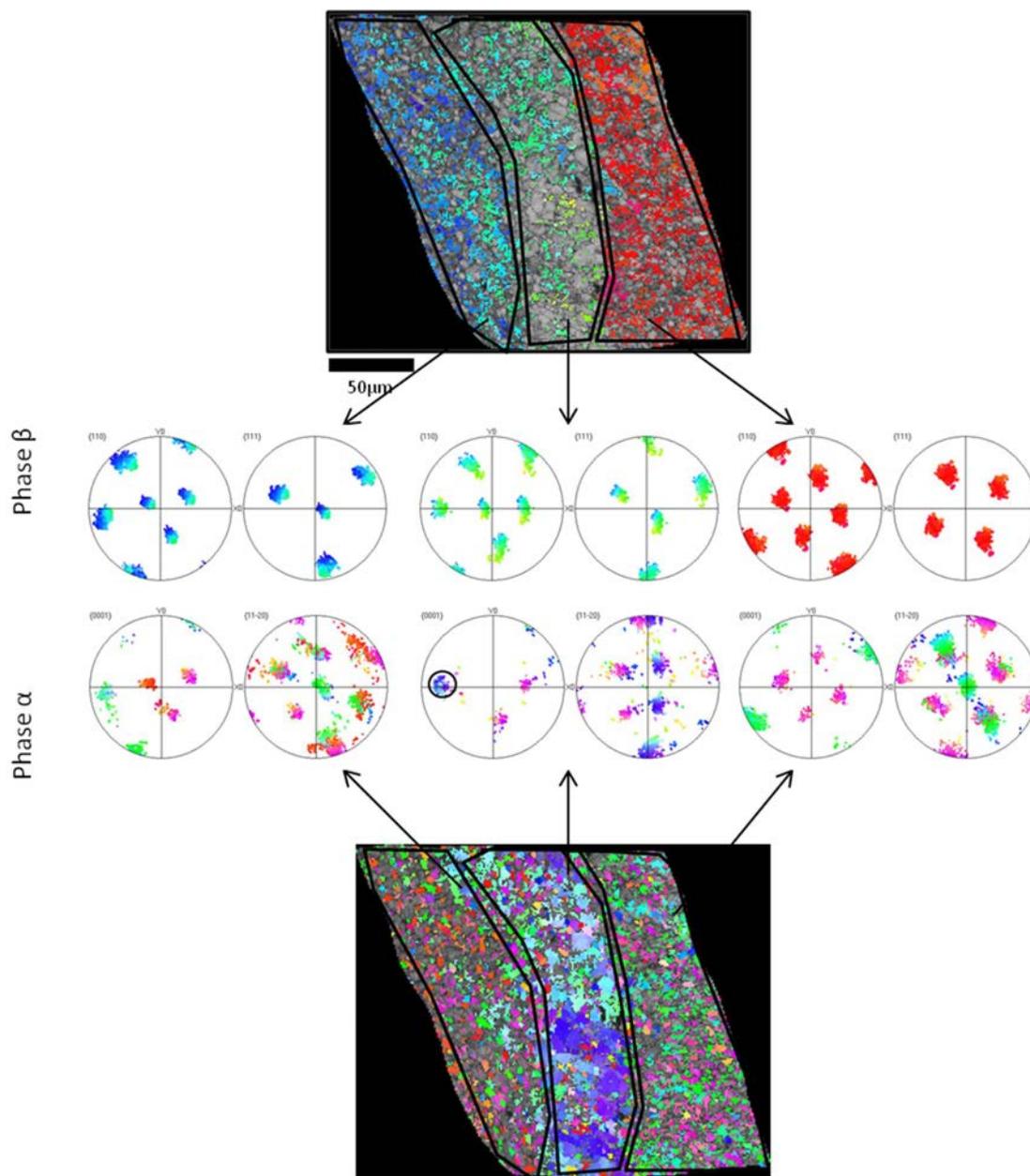


Figure 4-33 : Cartes EBSD et figures de pôles de la phase β et α au niveau du joint de grain primaire sur le site 0

Les cartes IPF/T et FPs pour chaque phase sont présentés dans la Figure 4-33. On retrouve sur cette zone les orientations « rouges » et « bleues » des grains β_2 et β_1 . Entre ces deux grains figure une zone de transition « bleu-vert » qui correspond à l'orientation bleue légèrement tournée. Les données EBSD ($\text{pas}=1\mu\text{m}$) mettent en évidence une sélection de variantes prononcée en particulier

dans la zone de transition. En effet un variant domine largement (entouré sur la Figure 4-33). Toutefois le mécanisme de sélection de variantes ne correspond pas au mécanisme de pôle $\{110\}_\beta$ commun. A la transition, le taux d'indexation de phase α est très élevé (67,21%). Ceci peut être probablement causé par une fraction importante de colonies α_s mais doit être confirmé par une analyse à une échelle plus fine.

Echelle microscopique

La Figure 4-34 montre l'image BSE et l'analyse EBSD (taille $30 \times 40 \mu\text{m}$, pas $0.08 \mu\text{m}$) à une échelle microscopique de la frontière entre grains β primaires. Toutes les cartes sont superposées au contraste de bandes. A partir de l'image BSE (Figure 4-34a), les orientations des phases α_s et α_p ont été séparées manuellement. On retrouve sur la carte (Figure 4-34c et d), un très bon taux d'indexation de la phases α_s du côté de la zone de transition (bleu-vert) qui est donc organisée en colonies.

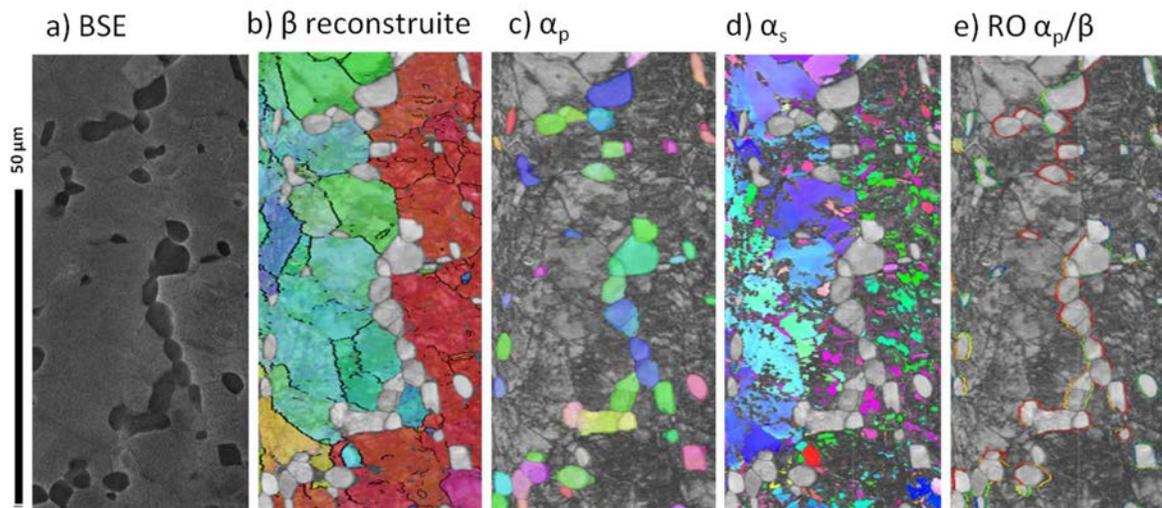


Figure 4-34: Analyse EBSD (taille $30 \times 40 \mu\text{m}$, pas $0.08 \mu\text{m}$) à la frontière de deux domaines β . (a) Image en BSE (b) Carte IPF T (AS) de la phase β reconstruite (c) Carte IPF T (AS) des nodules α_p (d) carte IPF T (AS) des α_s (e) RO entre nodules α_p et phase β reconstruite

Les FP correspondantes sont données sur la Figure 4-35b. On y voit que les lamelles α_s sont bien en RO de Burgers avec la phase β . Par contre, les pôles $\{0002\}_{\alpha_p}$ ne correspondent à aucun pôle $\{110\}_\beta$. L'analyse de la RO des nodules α_p confirme d'ailleurs que la RO n'est pas respectée localement (Figure 4-35d). Ceci peut être dû au fait que les nodules de la zone sont hérités d'un liséré α_{GB} .

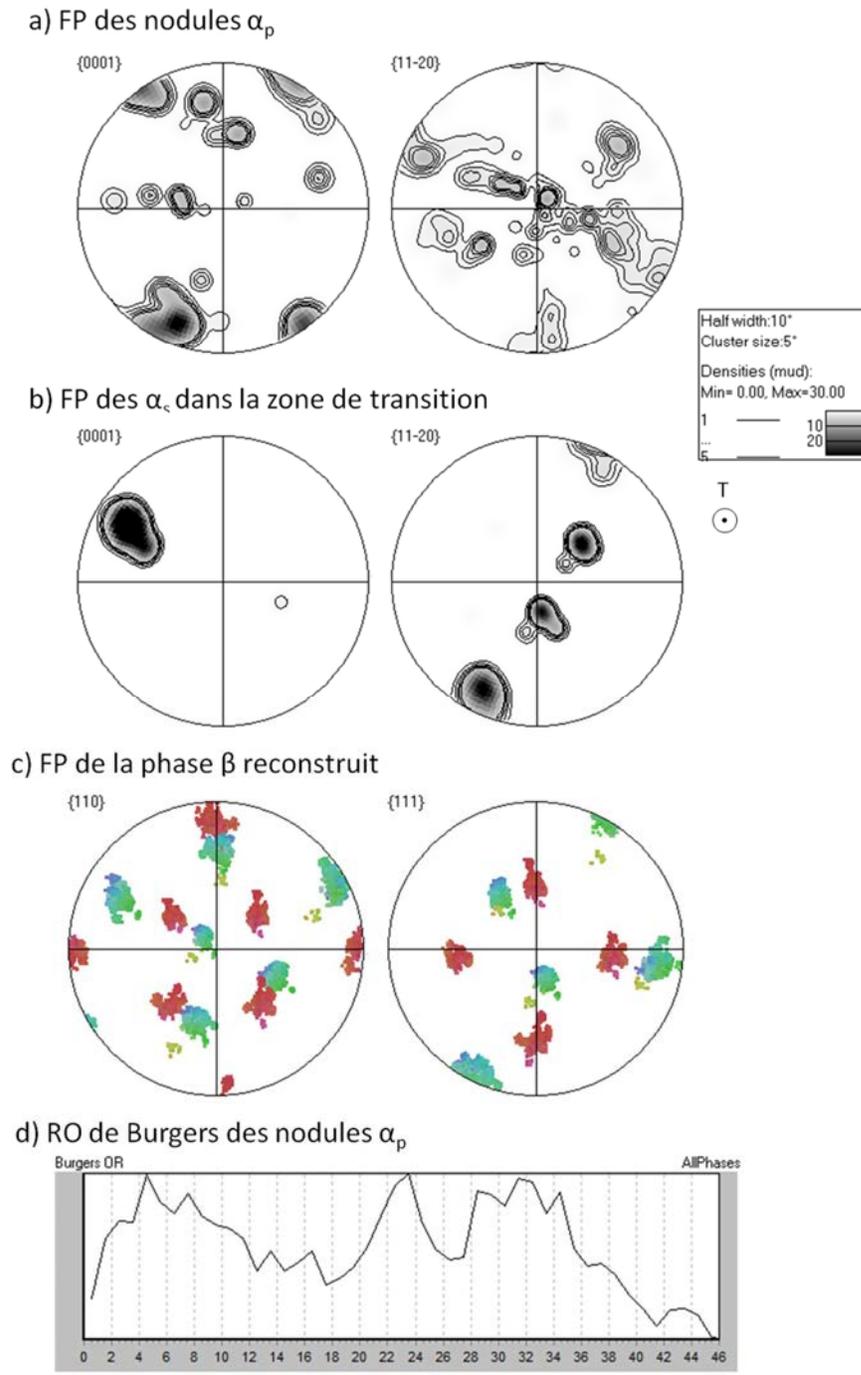


Figure 4-35 - (a) FPs des orientations des α_p (b) orientations des α_s (c) orientation du β reconstruit (d) distribution des écarts angulaires aux relations de Burgers

Des images à fort grandissement ont été prises dans cette zone pour caractériser la microstructure sous-jacente. Les images BSE de la Figure 4-36 confirment l'hétérogénéité d'organisation des lamelles α_s qui est similaire à celle présentée dans la section 4.4.1. Là où le taux d'indexation est élevé, on trouve des lamelles orientées dans une ou deux directions morphologiques mais qui sont

indexées comme une seule variante cristallographique. Dans les zones où le taux d'indexation est bas, les lamelles sont plus enchevêtrées.

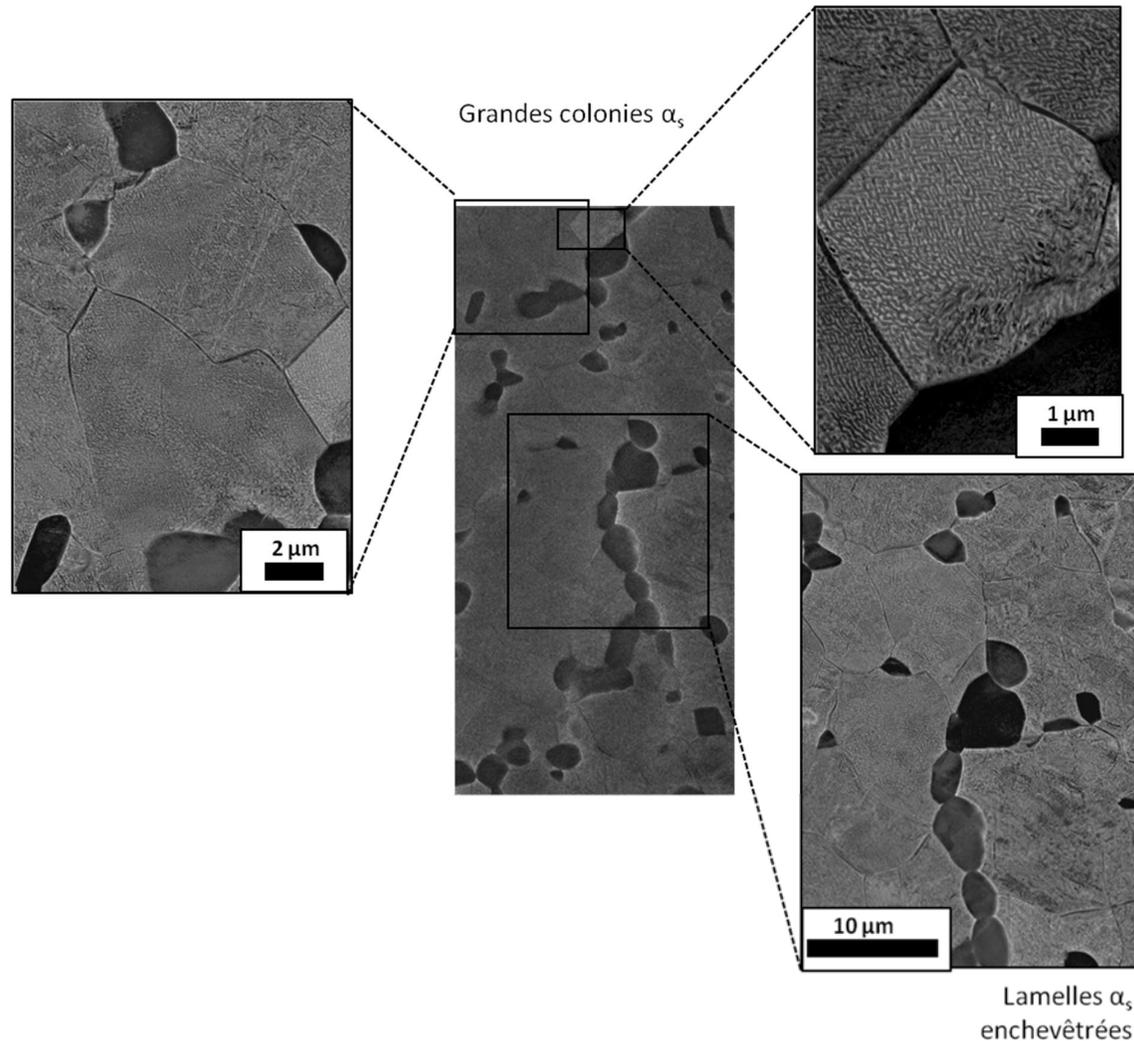


Figure 4-36 : Images à plus fort grossissement des zones de α_s en colonies au long du joint de grain primaire entre β_1 et β_2 .

Les analyses réalisées sur les autres sites aussi ont révélé des zones où le taux d'indexation de la phase α est élevé et donc où les α_s sont en colonies, certains correspondent au mécanisme de sélection de variant du pôle $\{110\}\beta$ en commun. On a observé aussi plusieurs zones où les pôles $\{0002\}\alpha$ majoritaires sont proches de T (Axe de sollicitation).

5.1.3. Discussion

Le module de Young de cette éprouvette est élevé. Il est mesuré dans le domaine élastique à un stade où la déformation est homogène dans toute l'éprouvette. Il donc est défini par la texture présente dans l'ensemble de l'éprouvette et pas seulement celle au niveau du faciès de rupture. Dans ce cas, la valeur élevée est probablement le résultat d'une texture de type $\langle 0002 \rangle \alpha / T$. Cette

texture serait cohérente avec les textures mesurées à 3/4 de rayon à certains endroits de la billette. En effet, ces dernières comprennent plusieurs pôles {0002} très intenses dans des directions radiales.

Une rupture fragile a eu lieu dans cette éprouvette. Cela peut être expliqué par l'apparition de plusieurs fissures à différents endroits qui sont amorcées au même moment et ont coalescé pour former la facette du faciès de rupture. Ces fissures ont atteint la taille critique rapidement et donné lieu à une rupture précoce. Malheureusement, la réception du faciès déjà poli n'a pas permis de faire des observations approfondies du faciès brute ce qui rend l'interprétation plus difficile.

D'après le module de Young, l'éprouvette avait une grande proportion de grain ayant leur axe $\langle c \rangle$ dans la direction de traction. Ces grains sont très peu ductiles et ne peuvent plastifier que via les systèmes pyramidaux. Si le faciès de rupture ne présente que quelques grains α dans cette configuration, c'est que la rupture a eu lieu dans une zone relativement ductile de l'éprouvette.

Le site d'amorçage présumé est situé à l'interface entre deux grains primaires ayant respectivement leur direction $\langle 111 \rangle$ et $\langle 100 \rangle$ parallèle à l'axe de sollicitation. Nous avons vu à la section 5.1.1 de la revue de bibliographie, que ces deux orientations ont des modules d'élasticité très différents et nous avons montré dans le chapitre 2 que cette différence pouvait induire un niveau élevé de contraintes d'incompatibilité dû à l'anisotropie élastique. Les calculs présentés à la section 3.2 du chapitre 2 ont d'ailleurs été réalisés à partir des orientations β mesurées ici. Cette incompatibilité de déformation entre ces deux configurations est probablement à l'origine d'une concentration de contraintes dans cette zone. Par contre, la phase β ne représentant que 40% du matériau, il faut aussi considérer la phase α dans l'analyse.

Dans les deux grains primaires, les lamelles α_s présentent des morphologies plutôt enchevêtrés. Ce type de configurations exhibent une grande résistance et plastifient difficilement. Dans une telle microstructure la plasticité se localise principalement dans les nodules α_p . Or, une fraction non négligeable des nodules avaient leur axe $\langle c \rangle$ proche à l'axe de sollicitation.

Sous le site d'amorçage présumé, les lamelles α_s sont sous forme de colonies de même orientation et forment un cluster le long d'un joint β/β primaire. Il existe des signes d'endommagement au sein des nodules α_p qui indiquent que cette zone a pu être le siège d'une plasticité précoce. La plasticité au sein des clusters de colonies et les nodules α_p était à priori facile dans cette région car leur facteur de Schmid γ est favorable au glissement prismatique. De plus, la grande taille des colonies α_s implique une grande longueur de glissement. En résumé, la baisse de ductilité est liée à la présence de deux régions très résistantes et adjacentes à une région de transition très ductile. Finalement, cette configuration ressemble à celle attribuée à la baisse de ductilité causée par la présence des lisérés α_{GB} (voir section 5.3.2.1 du chapitre 1).

5.2. Eprouvette de résistance mécanique minimale

Une éprouvette prélevée dans la direction transversale (T) à 3/4 de rayon sur la billette B1-MB, présente une résistance mécanique et une limite d'élasticité anormalement basses et une ductilité modérément élevée dans le groupe des éprouvettes T. Dans le graphique de la Figure 4-2, on peut voir comment son comportement mécanique singulier sort de la tendance du reste d'éprouvettes testées (cercle rouge).

5.2.1. Analyse fractographique du faciès de rupture

Le faciès de rupture de cette éprouvette T avant polissage est présenté sur la Figure 4-37. Il présente une facette centrale très claire et des côtés avec un relief marqué à 45°. Les fissures se sont probablement initiées au niveau de la facette centrale. Sur le faciès de rupture, deux zones d'intérêt ont été identifiées. Celles-ci présentent des topologies différentes et donc des mécanismes de rupture différents a priori. La Figure 4-37 indique également leur localisation sur le faciès brut.

Dans la zone 1, des traces parallèles et des surfaces assez lisses sont visibles sur le faciès brut (voir agrandissements de la Figure 4-38). Dans la zone 2, on a observé des cupules séparées par des surfaces de clivage. Cette alternance est qualifiée dans la suite de « structure en terrasses » (Figure 4-39).

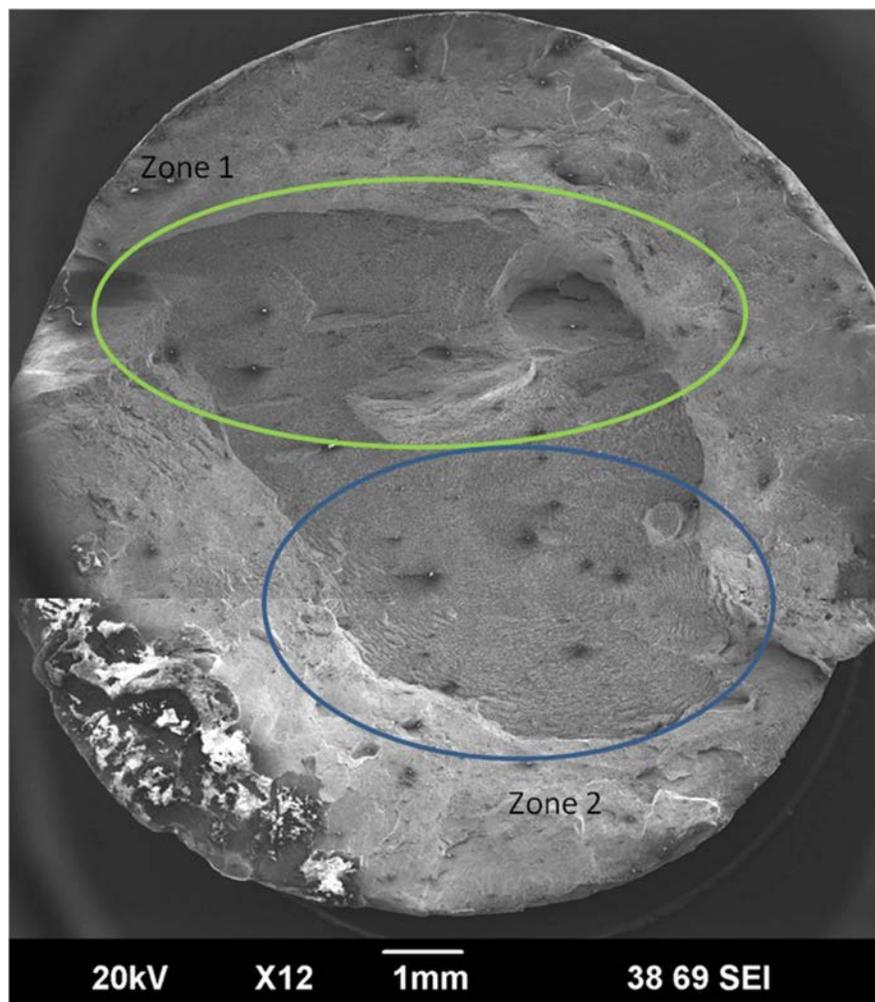


Figure 4-37 : Faciès de rupture de l'éprouvette avec la résistance mécanique minimale. Deux zones avec des topologies différentes sont identifiées.

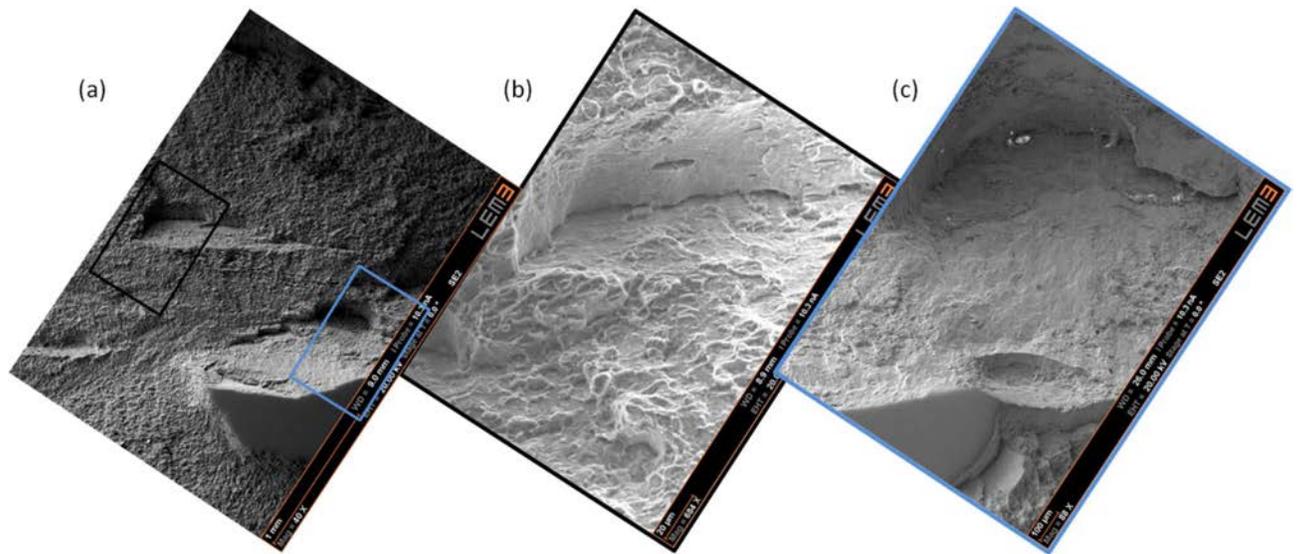


Figure 4-38 : (a) et (b) Images du faciès de rupture brut dans la zone 1 (b) à l'étape de polissage montré dans la Figure 4-40

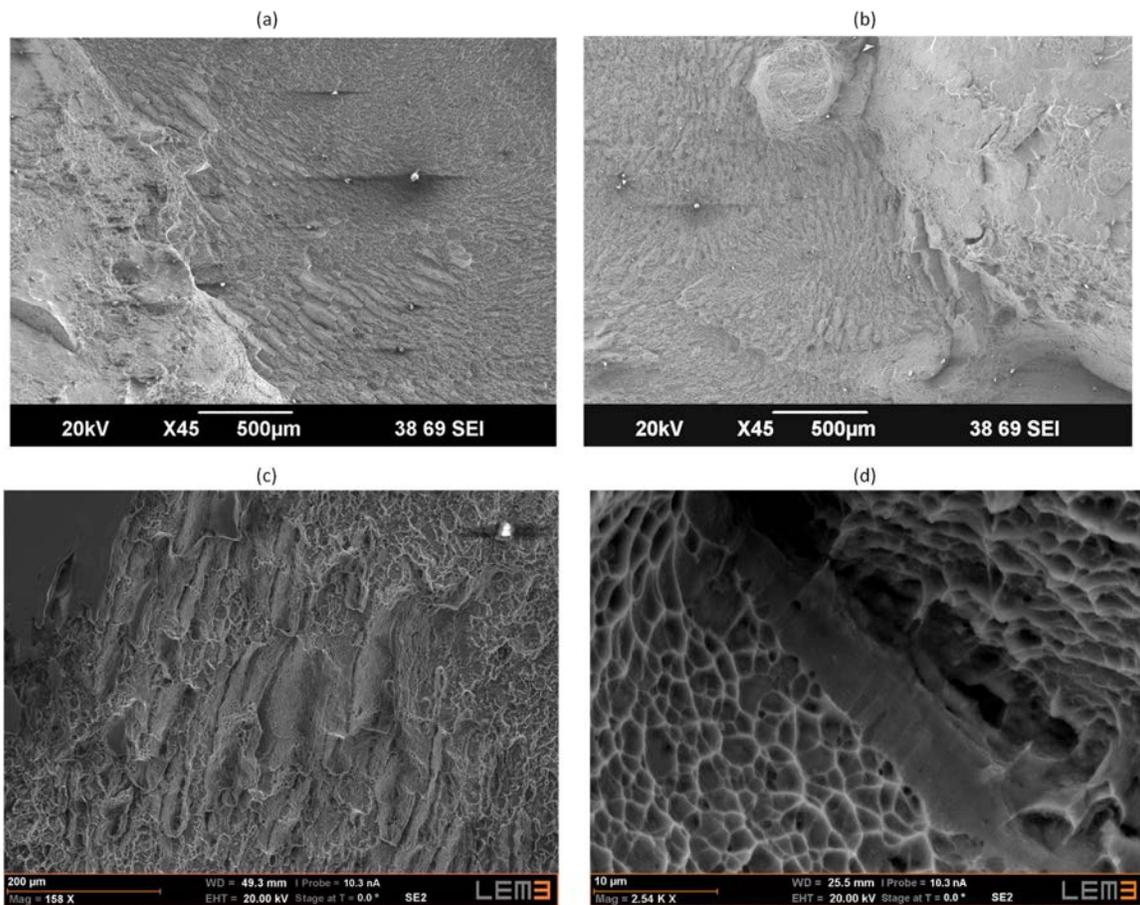


Figure 4-39 : Structures en terrasses (a) (b) sur le faciès brut (c) après polissage léger (d) à fort grandissement.

5.2.2. Analyses dans le plan transversal de l'éprouvette

Dans un premier temps, le faciès de rupture a été poli de façon parallèle au plan transversal de l'éprouvette. La Figure 4-40 montre le faciès où les zones 1 et 2 ont été partiellement polies.

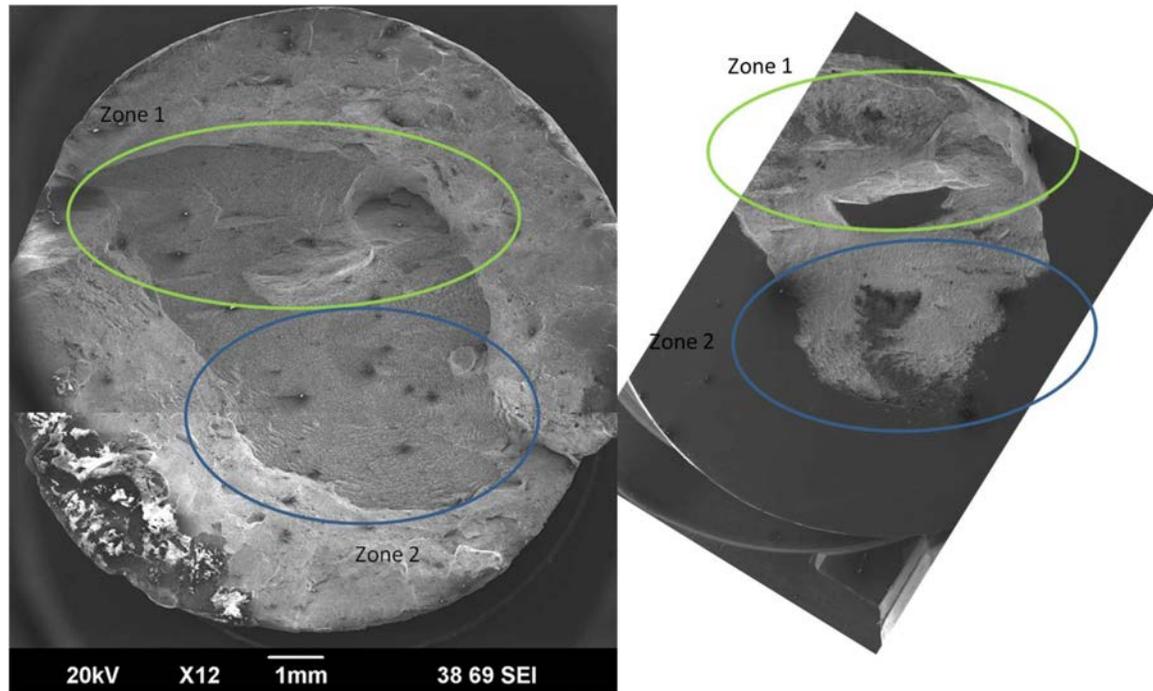


Figure 4-40 : Faciès de rupture avant et après polissage selon le plan transversal. Les ellipses verte et bleue indiquent deux zones avec des topologies différentes du faciès.

Zone 1

Elle présente plusieurs sites d'amorçage et fissures alignés dans une même direction. Une attaque au réactif de Kroll et des cartes EBSD ont révélé que les traces parallèles sur les faciès suivent l'alignement des grains β primaires comme montré dans la Figure 4-41. On peut voir sur les images BSE de la microstructure qu'il existe plusieurs nodules α_p très allongés (atteignant jusqu'à $80\mu\text{m}$ de longueur) et alignés aussi selon le sens d'allongement des grains β primaires. Or nous avons montré à la section 4.1.2 que des nodules α_p allongés et alignés partagent souvent la même composante de texture. Ceci a été vérifié par EBSD dans une des zones située au centre du grand ilot poli visible sur la Figure 4-40. Dans ce cas, les nodules α_p appartenaient à une macrozone dont l'axe $\langle c \rangle$ se trouvait à 30° de T.

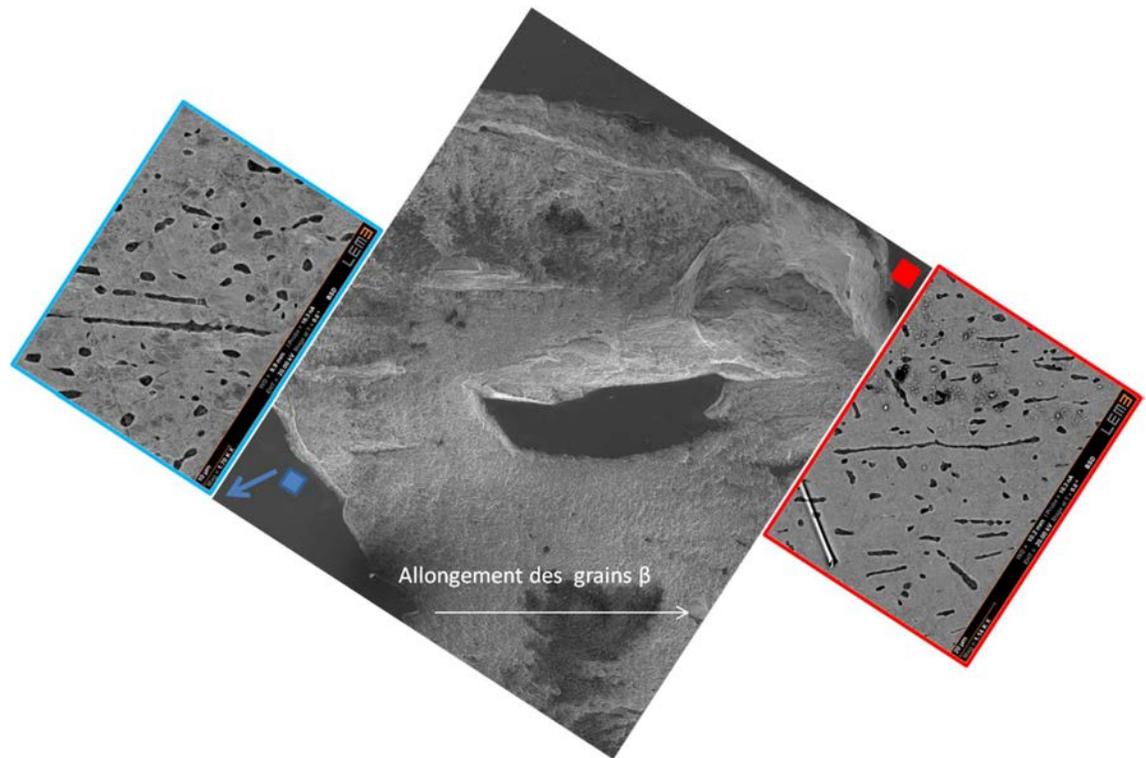


Figure 4-41 : Imagerie de la zone 3. Zones d'amorçage allongées dans la même direction que les α_p

Une observation à plus fort grandissement (Figure 4-42) montre que des colonies s'appuient souvent sur les nodules α_p ; mais leur taille reste ici inférieure à $2\mu\text{m}$. On voit aussi des signes de forte déformation dans les nodules α_p .

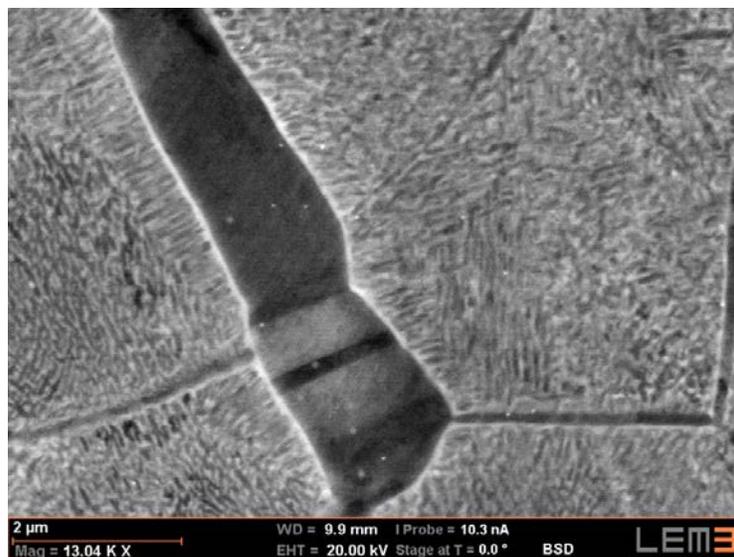


Figure 4-42 : Colonies autour d'un nodule α_p présentant des signes de plasticité

Zone 2

Des structures en "terrasses" sont visibles. Elles sont constituées d'une alternance de cupules et de surfaces de clivage lisses, allongées et souvent bordées de fissures. Ces fissures mesurent environ 100 μ m de long comme dans l'exemple de la Figure 4-43. Dans la microstructure sous-jacente, on retrouve aussi des groupements de nodules α_p allongés et alignés selon l'allongement des grains β primaires qui ont donc probablement la même orientation cristallographique. Par contre dans la zone 2, les fissures ou les facettes de clivage ne sont pas toujours parallèles à la direction d'allongement des grains primaires ou des nodules α_p . Au contraire, elle sont organisées de manière concentriques un peu à la manière des stries de propagation observées dans les ruptures par fatigue.

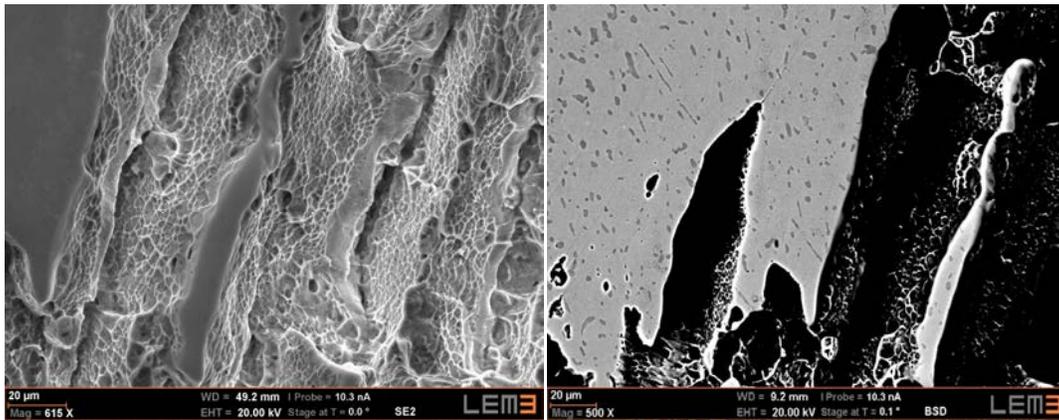


Figure 4-43 : Structures en "terrasses" avant et après un léger polissage

Une fissure millimétrique a été observée au voisinage des structures en terrasses. Dans cette zone, plusieurs nodules α_p sont allongés (25-50 μ m) et alignés dans la direction des grains β primaires (L). La fissure et la microstructure sous-jacente sont montrées dans la Figure 4-44. Le chemin de propagation de la fissure semble influencé par les nodules allongés. En particulier, lorsqu'une déflexion de la fissure est visible, l'alignement entre fissure et allongement des nodules est respecté. Par ailleurs, la fissure se propage souvent au niveau des interfaces entre nodules et matrice vieillie (Figure 4-45).

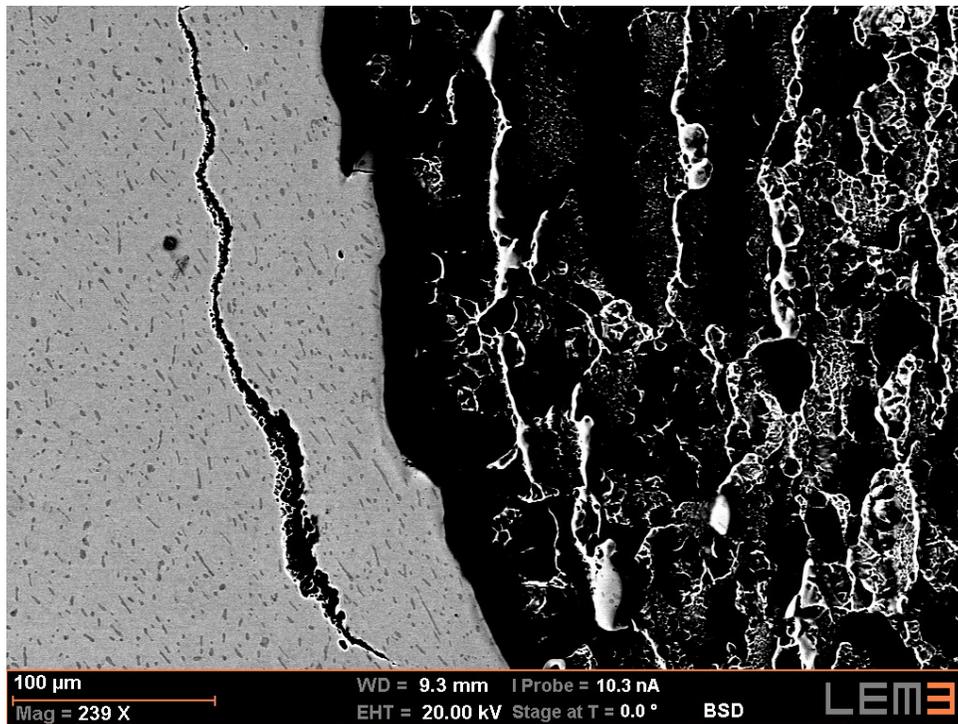


Figure 4-44 : Image BSE d'une fissure millimétrique. Plusieurs nodules α_p allongés et alignés dans la direction d'allongement des grains β sont visibles.

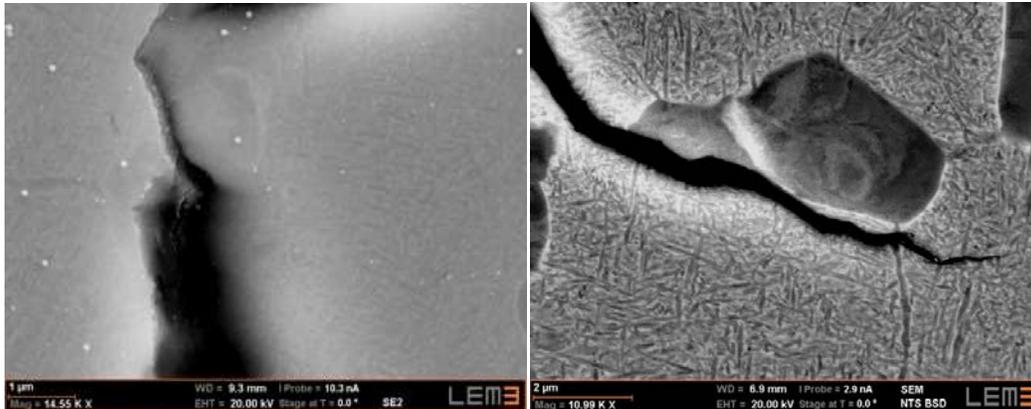


Figure 4-45 : Nodules α_p avec des microfissures à l'interface avec la matrice vieillie.

Une analyse EBSD a été menée entre les zones 1 et 2, là où les structures en terrasses commencent. Cette analyse est montrée dans la Figure 4-46. La carte comporte deux régions avec un haut taux d'indexation de la phase α (entourées en jaune). Ces régions sont situées à l'interface entre grains β primaires. Le bon taux d'indexation indique la présence de colonies à cet endroit. Une grande proportion de la phase α est orientée avec son axe $\langle 0002 \rangle$ dans l'axe de sollicitation.

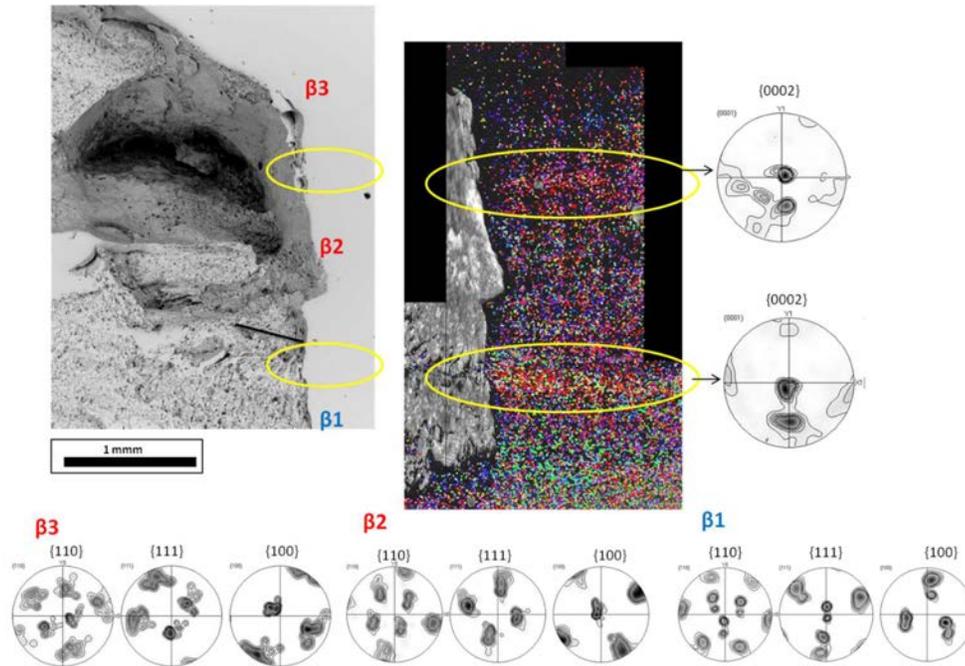


Figure 4-46 : Zone de transition entre les zones 1 et 2 marquée avec une ligne noire. Les zones entourées en jaune ont un haut taux d'indexation de la phase α et correspondent à des frontières entre grains β primaires.

5.2.3. Analyse dans le plan longitudinal

Dans un deuxième temps, le faciès de rupture de cette éprouvette a été poli dans le sens longitudinal perpendiculairement au sens d'allongement des grains β primaires (L) comme illustré dans la Figure 4-47.

La Figure 4-48a montre la vue de l'ensemble du faciès dans le plan longitudinal. Plusieurs microfissures ont été observées à proximité de la surface du faciès brut, quelques exemples et leurs localisations sont donnés dans la même figure. La plupart de ces microfissures se trouvent à l'interface entre les nodules α_p et la matrice vieillie, comme illustré dans la Figure 4-48b. Certaines fissures ont été aussi observées le long des liserés α_{GB} qui décorent les sous-joints β (Figure 4-48b et c). Les nodules α_p proches du faciès montrent aussi des signes d'activité plastique (voir Figure 4-42).

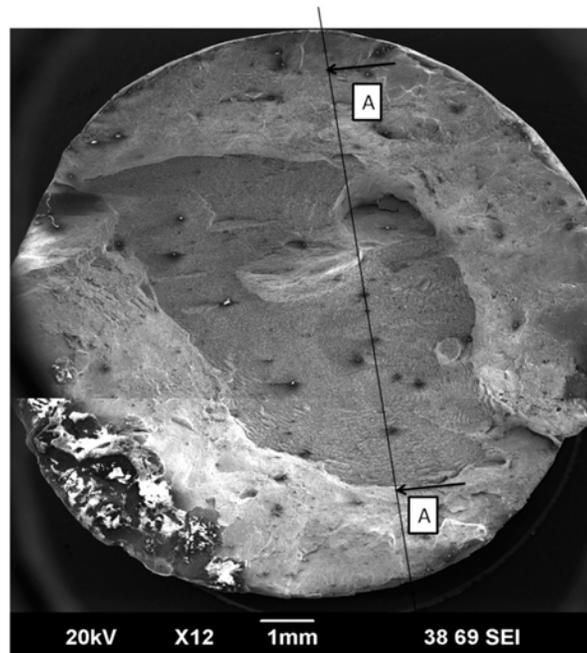


Figure 4-47 : Vue des faciès de rupture brut et plan de découpe pour analyses dans le plan longitudinal

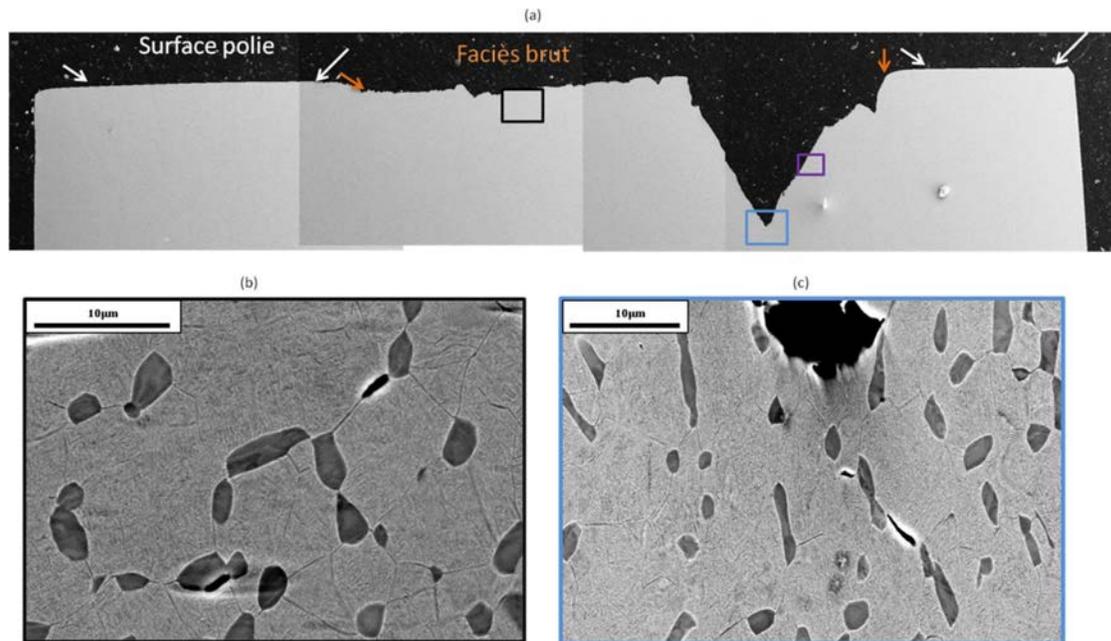


Figure 4-48 : (a) Vue de l'ensemble du faciès dans le plan longitudinal. Les rectangles en couleur indiquent la localisation des images BSE dans cette figure et la carte EBSD montrés ultérieurement (b) et (c) Images BSE de la microstructure proche du faciès de rupture où plusieurs microfissures à l'interface nodules α_p /matrice vieillie et au sous-joints de grains β s ont visibles

Une carte EBSD a été réalisée autour d'une microfissure entre un nodule α_p et la matrice vieillie Figure 4-49a. La zone est repérée par un rectangle violet sur la Figure 4-48a. La carte IPF T de la phase α et les FPs correspondantes montrent que l'activité plastique visible en contraste BSE correspond à du maillage. Les grains entourés par des ellipses rouges présentent des macles de

traction de type 1 . Ces nodules maclés présentent une orientation cristallographique avec leur axe $\langle c \rangle$ très proche de l'axe de sollicitation ($<20^\circ$) avec un facteur de Schmid très bas pour le glissement basal, prismatique et pyramidal. Cette éprouvette est la seule où de la déformation plastique par maclage a été observée mais les travaux de Li et al. ont montré que du maclage pouvait apparaître même dans les alliages lorsque l'axe $\langle c \rangle$ est suffisamment proche de l'axe de sollicitation [170].

Les autres nodules α_p présentent des signes de glissement plastique. Ceux-ci ont soit leur axe $\langle c \rangle$ entre 25° et 45° de T soit leur axe $\langle c \rangle$ presque perpendiculaire à T. Le taux d'indexation de lamelles α_s est très faible. Malgré cela, toutes les variantes cristallographiques ont été observées signe que ces derniers sont plutôt en panier tressé. La phase β mesurée indique une orientation de type $\langle 110 \rangle$ parallèle à l'axe de sollicitation.

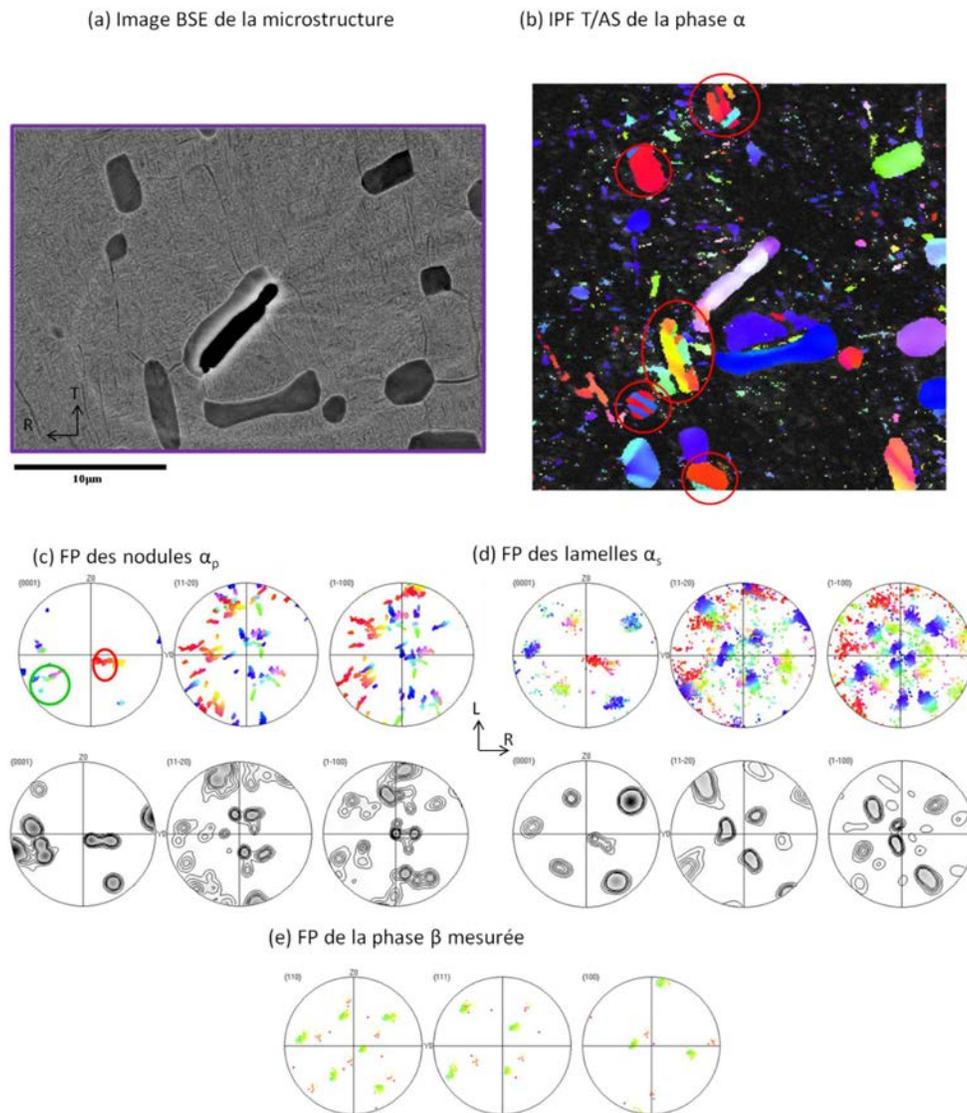


Figure 4-49 : Analyse EBSD (taille $30 \times 30 \mu\text{m}$, pas $0.1 \mu\text{m}$) centrée sur un nodule qui présente de la décohésion avec la matrice vieillie, proche du faciès de rupture (a) Image en BSE (b) carte IPF/T/AS de la phase α (c) FPs des nodules α_p (d) FPs des lamelles α_s (e) FPs de la phase β mesurée

5.2.4. Analyse du matériau non déformé.

Une analyse de la tête de l'éprouvette (donc vierge de déformation) a été menée pour vérifier si les hétérogénéités trouvées au niveau du faciès de rupture s'y retrouvent aussi. La Figure 4-50 montre encore une fois des nodules α_p allongés ($\sim 30\mu\text{m}$) et alignés dans une direction préférentielle par endroits. Les agrandissements de la Figure 4-51 montrent quelques exemples extrêmes de microstructures rencontrés dans cette éprouvette. Des colonies de lamelles α_s ont été aussi observées mais toujours de taille inférieure à $2\mu\text{m}$.

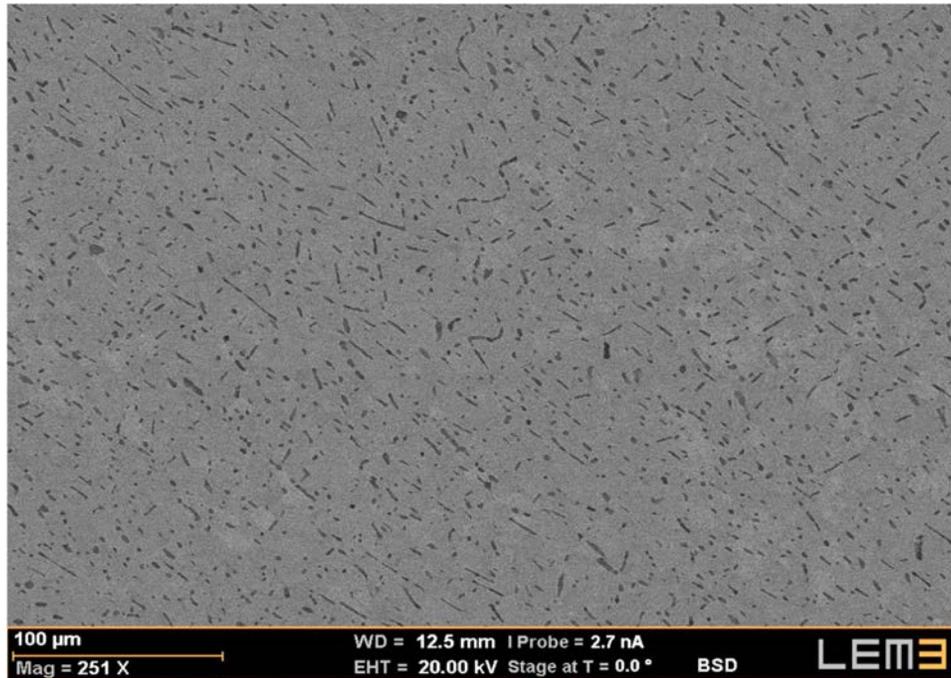


Figure 4-50 : Microstructure au niveau de la tête de l'éprouvette

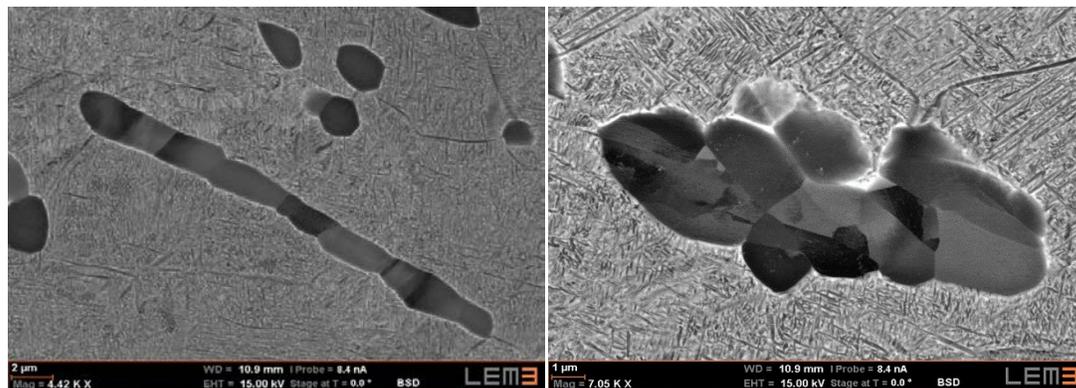


Figure 4-51 : (a) Nodule α_p très allongé (b) Agglomération de nodules α_p

5.2.5. Discussion

La rupture s'est probablement initiée dans la zone 1, car les structures en terrasse présentent une morphologie plus caractéristique d'une propagation. Dans la zone 1, plusieurs facettes avec un allongement caractéristique des grains β primaires ont été observées. Cela rappelle une rupture

intergranulaire mais à l'échelle des grains primaires. En effet, des zones avec un fort taux d'indexation ont été trouvées aux interfaces entre ces facettes et nous avons vu que ces régions sont caractéristiques des frontières entre grains primaires. L'analyse de la microtexture sous-jacente a montré que les grains primaires étaient peu ductiles dans la zone 1. Dans la matrice vieillie, les lamelles α_s sont très enchevêtrées et sont donc peu ductiles. Normalement dans les microstructures vieilles, ce sont les nodules α_p qui apportent de la ductilité [11]. Mais ici ils sont très allongés, alignés dans une même direction, ont leurs axes $\langle c \rangle$ proches de la direction de traction et présentent des macles signe qu'il ne leur a pas été possible de se déformer par glissement plastique. Dans cet exemple, la déformation puis l'amorçage des fissures s'est donc probablement localisée au niveau des frontières entre grains primaires.

La zone 2 comporte de nombreuses facettes de clivage. Celles-ci rappellent les facettes vues sur les faciès de rupture en fatigue fluage dans des régions contenant des macrozones [118], [119]. Leur caractéristique était d'avoir un axe $\langle c \rangle$ à 20-30° de l'axe de sollicitation. Elles correspondaient souvent à un nodule α_p mais pas exclusivement. Dans la zone 2, ces facettes ne suivent pas toujours l'alignement des grains primaires, mais des observations sur le faciès brute en imagerie BSE nous amène à penser qu'elles contiennent toujours au moins un nodule α_p (on peut en deviner 1 sur la Figure 4-39d). Ce nodule serait le point de départ de l'amorçage du clivage selon un mécanisme qui pourrait s'apparenter à celui de Stroh [118]. Ainsi au moment où la zone 1 a cédé, une partie de la zone 2 présentait déjà des facettes de clivage. Or il a été montré par Duval que lorsque des grains clivaient sur un plan basal, la fissure avait tendance à se propager facilement dans la matrice adjacente. Ainsi, la rupture prématurée de la zone 1 aurait induit une propagation de fissure en mode d'ouverture dans une zone contenant déjà des facettes de clivage. Un tel mécanisme expliquerait la morphologie des surfaces en terrasse. La zone 2 présente aussi des cupules, signe que de l'endommagement ductile a aussi eu lieu au moment de la rupture finale. En fait, même si une fraction non négligeable de nodules α_p avait un facteur de forme élevé, la microstructure comportait également des nodules équiaxes, probablement d'orientation différentes et donc potentiellement plus ductiles.

6. Discussion sur l'influence des hétérogénéités de microstructure et de microtexture sur les propriétés mécaniques en traction

Il s'agit d'interpréter les résultats de ce chapitre en mettant en parallèle, les essais mécaniques, les mesures de texture, les caractérisations microstructurales et les analyses fractographiques.

Les essais de traction ont révélé que l'anisotropie a une influence de premier ordre sur la dispersion des propriétés mécaniques. Selon la direction L, la résistance mécanique et le module de Young sont plus faibles mais la ductilité est meilleure que dans les directions perpendiculaires (R ou T). Cette anisotropie mécanique peut avoir une origine morphologique et/ou cristallographique. En ce qui concerne l'anisotropie morphologique, les seuls constituants concernés sont les grains β primaires qui sont fortement allongés dans la direction L. En effet, tous les autres constituants sont soit équiaxes soit ils héritent leur morphologie des grains primaires (par exemple les macrozones sont aussi allongées dans la direction L).

Voyons d'abord la similarité de comportement entre les directions R et T. Les grains primaires étant allongés dans la direction L, aucune différence morphologique n'est attendue entre R et T. En ce qui

concerne la texture, nous avons montré que la billette présente une texture macroscopique attachée aux anciens axes de forgeage alors que les éprouvettes T et R ont été prélevées dans un repère local arbitraire. Par ailleurs, la texture macroscopique présente une quasi-symétrie d'ordre 6 par rapport à L où des composantes très rigides et résistantes (par exemple $\langle 0002 \rangle // R1$) alternent avec des composantes peu rigides ($\langle 11-20 \rangle // R1$). Cela explique la variation plus large de propriétés selon les directions T et R que selon L.

La forte anisotropie entre L et les autres directions s'explique à la fois par la morphologie et par la texture. Du point de vue de la morphologie, nous avons montré que les interfaces entre grains primaires ont un comportement très différent de la matrice vieillie (en particulier lors de l'étude des faciès de rupture). En effet, elles comportent des nodules α_p avec un facteur de forme important, les sous-grains β y sont plus fragmentés et les colonies α_s plus importantes. Le fait de solliciter le matériau dans la direction d'allongement des grains primaires aligne toutes les interfaces "faibles" avec la direction de traction ce qui y limite le glissement plastique. Inversement, selon la direction T et R, ces interfaces y sont très exposées. Cela est similaire aux observations de Bieler et al. [171] qui ont étudié l'effet des orientations des colonies dans des microstructures entièrement lamellaires en traction. Ils ont vu que les cavités se forment surtout le long des ex joints de β perpendiculaires à l'axe de chargement où une colonie a un axe $\langle c \rangle$ dans les 10 à 15° de l'axe de chargement. En effet, l'étude de faciès de rupture a révélé que les grains β primaires sont facilement reconnaissables sur les faciès, ce qui indique que l'orientation de ces interfaces joue un rôle sur le comportement mécanique. Ensuite, en termes de texture, les composantes peu rigides et peu résistantes des phases β et α sont alignées selon L et en conséquence, des composantes plus rigides et résistantes sont potentiellement alignées avec R ou T.

Au deuxième ordre, interviennent des différences entre le cœur et la peau qui dépendent par ailleurs de la direction de prélèvement. La résistance augmente avec la distance au cœur mais pour les éprouvettes R et T cela s'accompagne d'une baisse de ductilité alors que pour les éprouvettes L la ductilité ne varie pas.

La diminution de la résistance à cœur dans la direction L s'explique en partie par le renforcement de la texture avec un pôle $\langle 100 \rangle$ dans cette direction et la présence de colonies. A cet endroit, on retrouve presque une seule orientation β . Dans le chapitre 2, nous avons montré à l'aide d'un modèle autocohérent qu'une sollicitation monotone d'une texture $\langle 100 \rangle$ abaisse la limite élastique et donc de la résistance mécanique. De même par sélection de variantes, les colonies α_s à cœur sont orientées de sorte à être plutôt ductiles et offrent de grande longueur de glissement.

On pourrait penser que la présence de macrozones en peau peut entraîner une baisse de propriétés. Cela peut être le cas, si la macrozone est mal orientée et dans un environnement défavorable comme pour l'éprouvette analysée en détail. Mais dans le cas général, il a été montré que des macrozones "bien orientées" morphologiquement et cristallographiquement pouvait même conduire à l'amélioration de la limite élastique et donc de la résistance mécanique [172].

7. Conclusions partielles

La microstructure des billettes en Ti-10V-2Fe-3Al est complexe, multi-échelle et hétérogène. Des analyses EBSD ont mis en évidence que les différents constituants de la microstructure sont

localement regroupés en domaines cristallins largement plus grands que ceux attendus et résultent du procédé de fabrication. Lors de la conversion dans le domaine β , la différence de chemin thermique et de corroyage entre le cœur et la peau entraîne une croissance de grain à cœur qui produit une distribution bimodale de la taille de grain primaire et une texture β très marquée. Lors de la conversion dans le domaine $\alpha + \beta$, le corroyage qui visait à affiner la microstructure n'y arrive pas complètement. La phase β restaure principalement et forme des sous grains. En peau, le corroyage peut être si faible localement qu'il ne permet ni de casser la microstructure β grossière ni de globulariser efficacement la phase α . A cœur, le corroyage plus important permet une meilleure homogénéisation de la microstructure α_p/β . Ensuite le dernier refroidissement depuis le domaine $\alpha+\beta$ qui a pour objectif de figer la phase β sous forme métastable n'est probablement pas suffisamment sévère à cœur et de la phase α_s se forme localement. Le vieillissement en présence de ces précurseurs α_s favorise l'apparition de colonies.

La dispersion de propriétés mécaniques dépend au premier degré de la direction de sollicitation à travers la morphologie et la texture cristallographique de la phase β héritée du procédé de conversion dans le domaine β . Les grains β primaires sont allongés dans la direction L et les interfaces entre grains primaires contiennent souvent des colonies et des nodules α_p allongés. Cela détériore localement les propriétés.

Les propriétés mécaniques varient en deuxième degré selon la localisation dans la billette (cœur/peau mais aussi en azimut). Cette variation est liée au taux de corroyage et à la présence de colonies. En effet, un taux de corroyage élevé produit une texture cristallographique plus marquée. Ce taux est très marqué à cœur mais aussi dans certaines directions azimutales hérité des compressions orthogonales successives (croix du forgeron). De plus la présence des colonies de Widmanstätten qui sont plus ductiles et moins résistantes que les microstructures enchevêtrées diminue également la résistance à cœur. Celles-ci sont issues d'une forte sélection de variantes comme conséquence de la vitesse de trempe après la mise en solution, dont la sévérité n'est pas suffisante pour éviter la précipitation de germes α_s qui sont déjà présents avant traitement de vieillissement.

Chapitre 5:

Caractérisation des hétérogénéités de microstructures et de microtextures dans une tranche matricée et leur influence sur les durées de vie en fatigue

1. Introduction

Les tranches forgées étudiées dans ce chapitre ont été obtenues par matriçage de la billette dans le domaine $\alpha+\beta$. On y distingue deux régions : la zone située au niveau du plan de joint des matrices appelée couture, désignée par C dans la suite, et une zone dans une section orthogonale, désignée "Hors Couture" (HC). Ces deux régions sont intéressantes car elles ont une histoire thermomécanique distincte et peuvent avoir des comportements mécaniques différents.

Le but de ce chapitre est de caractériser les hétérogénéités de microstructure, microtexture et texture introduites par le matriçage et leur influence sur la dispersion des propriétés mécaniques en fatigue.

La première section se concentre sur la différence de microstructure et de texture des phases β et α dans les zones C et HC.

La deuxième section présente l'étude des faciès de rupture des éprouvettes prélevées dans les zones C et HC testées en fatigue. Plusieurs faciès sont analysés et deux types de site d'amorçage avec des mécanismes de rupture, à priori différents sont identifiés. Une analyse avancée des microstructures et microtextures au sein des éprouvettes avec une durée de vie courte et longue a été entreprise pour déterminer les configurations à l'origine de la baisse de tenue en fatigue. De plus, cette section offre aussi l'opportunité de discuter de l'apport de nouvelles techniques comme l'imagerie 3D par découpe FIB et l'analyse des orientations par TKD pour une caractérisation plus locale et précise des sites d'amorçage.

2. Microstructure, microtexture et texture de la tranche forgée dans la couture et en dehors

2.1. Analyse morphologique

2.1.1. Grains β primaires

L'attaque macrographique sur deux plans de coupe (longitudinal et transversal) de la tranche forgée montre que les grains β primaires présentent des morphologies différentes selon la zone considérée (HC et C). La Figure 5-1 met en évidence ces différences morphologiques qui sont aussi visibles par les analyses EBSD. Les dimensions approximatives des grains primaires sont données dans la représentation 3D dans la Figure 5-2.

En dehors de la couture, les grains β primaires ont la même forme que dans la billette. Ce sont des ellipsoïdes (prolate, $a = b < c$) allongées selon L (axe longitudinal de la billette et de la tranche forgée). Dans le plan longitudinal (R, L), le fibrage révèle l'étirement des grains β primaires selon la direction L (Figure 5-1b). Ceux-ci mesurent 1,5 à 3 mm de long (Figure 5-1e) et ont un rapport d'aspect (axe long/axe court) compris entre 3 et 5. Dans le plan transversal (R, T), ils présentent une taille relativement homogène avec une forme équiaxe ou très légèrement allongée dont les diamètres sont compris entre 0,3 et 1 mm (Figure 5-1a). Localement lorsqu'ils sont allongés, ils partagent la même direction d'allongement.

Dans la couture, les grains β primaires ont une forme d'ellipsoïde écrasée (oblate, $a < b < c$), schématisée dans la Figure 5-2b. Dans le plan transversal, ils sont allongés dans la direction d'écoulement de la matière ou de fibrage visible sur l'attaque macrographique (marquée en pointillés dans la macrographie de la Figure 5-1c). Ainsi, la forme des grains primaires dans la couture doit être décrite dans un repère lié à l'écoulement de la matière. Dans ce repère, L reste la direction longitudinale, E est la direction d'écoulement de la matière et NE une direction normale à E telle que le repère soit orthonormé. Dans le plan (E, NE), les grains β ont une largeur entre 0,1 et 0,3 mm et une longueur entre 0,7 et 1 mm et le rapport d'aspect est autour de 5. Dans le plan longitudinal (E, L), ils sont étirés selon L (Figure 5-1d), avec des longueurs similaires à celles observées en dehors de la couture (1,5 à 3 mm) mais des largeurs plus faibles (de 0,7 à 1mm) qui correspondent à l'axe long des grains observés dans le plan transversal (R, T).

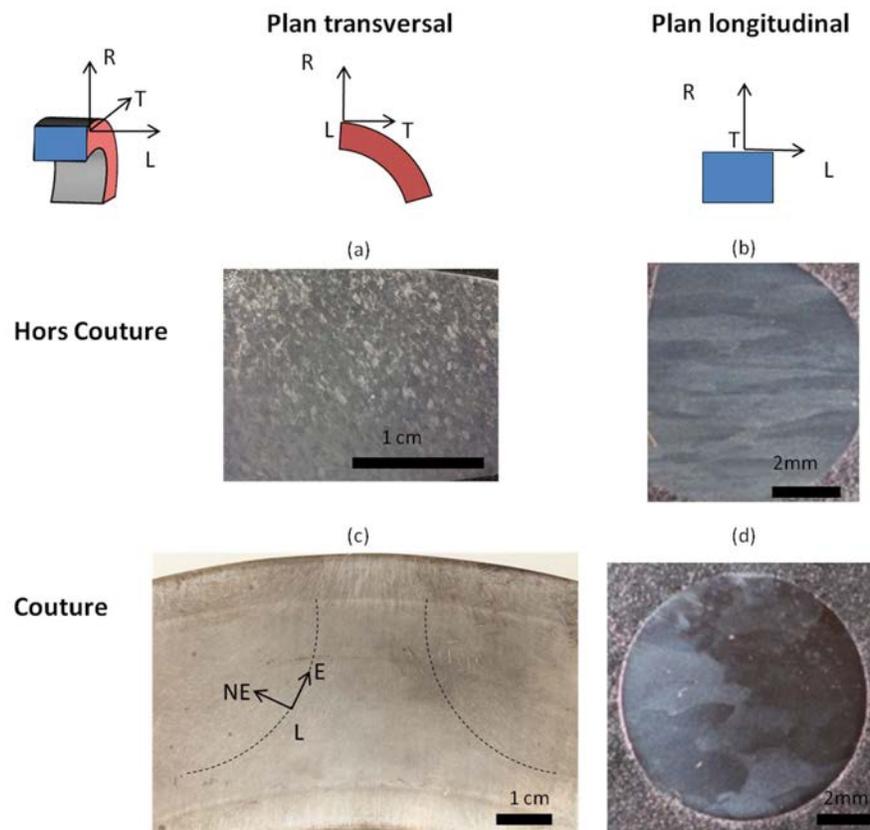


Figure 5-1 : Macrographies révélant les grains β primaires HC (a) plan transversal (R, T) (b) plan longitudinal (R, L) et macrographies dans la C (c) plan transversal (R, T) (d) plan longitudinal (R, L).

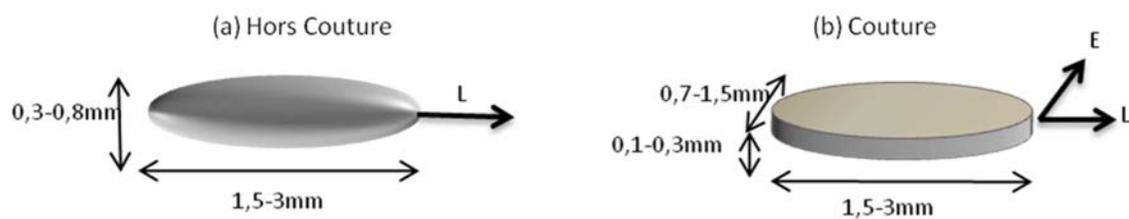


Figure 5-2 : Schéma 3D de la forme des grains β primaires (a) Hors Couture et (b) dans la Couture, E étant la direction d'écoulement de la matière.

2.1.2. Nodules α_p

La fraction surfacique, la taille et la morphologie des nodules α_p en différentes localisations de la tranche ont été quantifiées statistiquement. Dans cet objectif, des images de 250 x 170 μm ont été acquises de façon aléatoire en imagerie BSE au MEB. Dans le plan transversal (R, T), deux sections (C

et HC) de 7 x 5,5 cm ont été divisées en 12 échantillons où au minimum trois images ont été prises aléatoirement (en tout 60 images C et 40 images HC). Dans le plan longitudinal (R, L), au minimum cinq images ont été prises au hasard sur 4 échantillons issus d'un bloc de 1 x 3 cm (en tout 40 images C et 30 images HC).

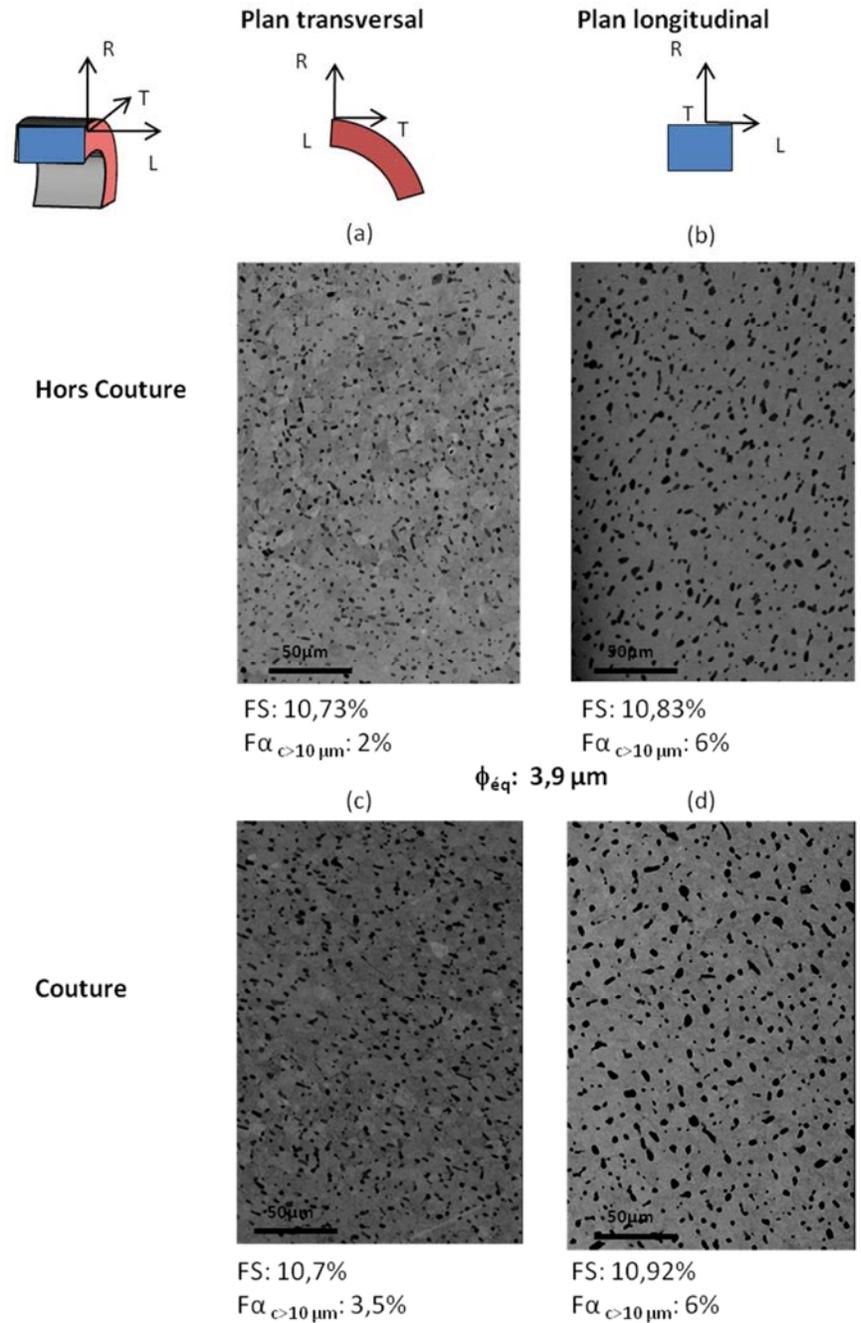


Figure 5-3 : Analyse des nodules α_p dans deux plans de coupe de la C et HC. Pour chaque configuration, une image BSE représentative (pour 170 analyses), la fraction surfacique des nodules α_p et la fraction moyenne de nodules α_p avec un grand axe supérieur à $10\mu\text{m}$ ($F\alpha_{>10\mu\text{m}}$) sont présentées.

Ces images ont ensuite été binarisées et analysées avec Image J comme détaillé en section 6.4 du chapitre 3. Après binarisation, des ellipses ont été ajustées aux nodules α_p par une méthode des moindres carrés pour évaluer la taille des axes longs et courts et leur inclinaison. La Figure 5-3 montre pour chaque zone (HC et C) et chaque plan de coupe (transversal et longitudinal), une image typique de la microstructure et les données statistiques (valeurs moyennes) issues de l'analyse d'image. Trois paramètres ont été quantifiés :

- la fraction surfacique (FS) des nodules α_p ,
- le diamètre équivalent (\varnothing_{eq}),
- les caractéristiques de l'ellipse des moindres carrés (axes long et court, inclinaison).

L'analyse d'images montre qu'en moyenne, il existe peu de différences statistiques entre les zones C et HC dans les deux plans d'analyse. Les nodules α_p ont un diamètre équivalent moyen de 3,9 μm et un rapport d'aspect c/a de 2,1. La fraction surfacique de nodules α_p est de 10,8 %. Celle-ci est inférieure à celle de la billette (13%). Ceci peut être expliqué par un matricage à une température plus proche du transus β par rapport à la dernière étape de conversion dans le domaine $\alpha+\beta$. La différence principale entre les deux plans d'observation concerne la morphologie des nodules α_p . Dans le plan longitudinal (perpendiculaire à T), deux fois plus de nodules α_p ont un axe long supérieur à 10 μm ($F\alpha_{>10 \mu\text{m}}$).

De légères différences sont visibles en comparant C et HC dans le plan transversal (Figure 5-4). Dans la couture, les nodules sont de plus grandes tailles et plus longs et ont une distribution plus étalée de ces deux paramètres. Ceci montre qu'il existe plus de nodules allongés ou grands dans la couture.

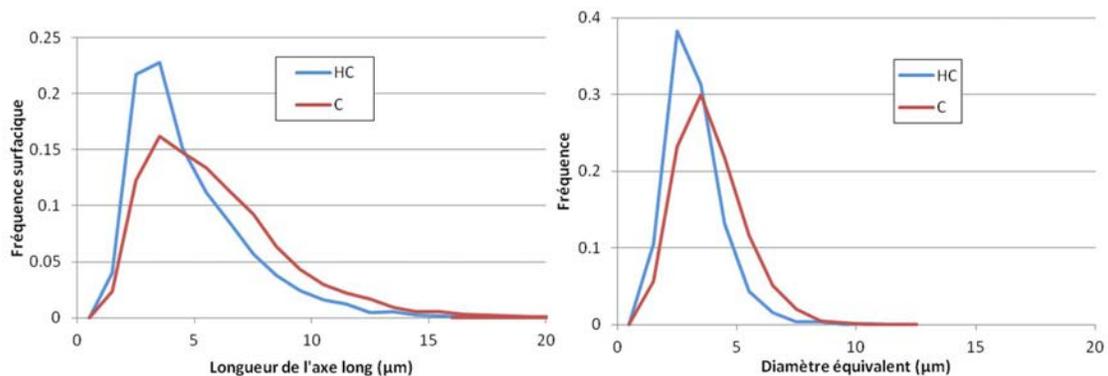


Figure 5-4 : Distribution des axes longs et des diamètres équivalents des nodules dans la tranche.

La distribution de l'inclinaison des nodules renseigne sur le fibrage. Celle-ci est représentée sur la Figure 5-5 avec un schéma interprétatif à côté. Dans la couture, l'inclinaison des nodules suit celle des grains primaires et s'intensifie en allant de l'intérieur vers l'extérieur de la tranche. Hors couture, des alignements préférentiels existent également, mais ils y sont moins marqués (l'amplitude des oscillations est moins importante). L'inclinaison des nodules est plus marquée au milieu et semble

symétrique par rapport à la ligne médiane. Ce dernier point mériterait confirmation par des analyses sur d'autres rayons.

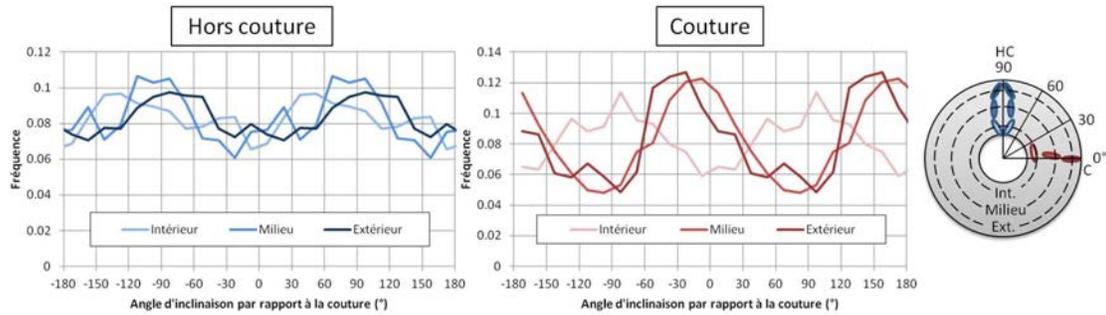


Figure 5-5 : Distribution des angles d'inclinaison du grand axe des nodules dans la tranche.

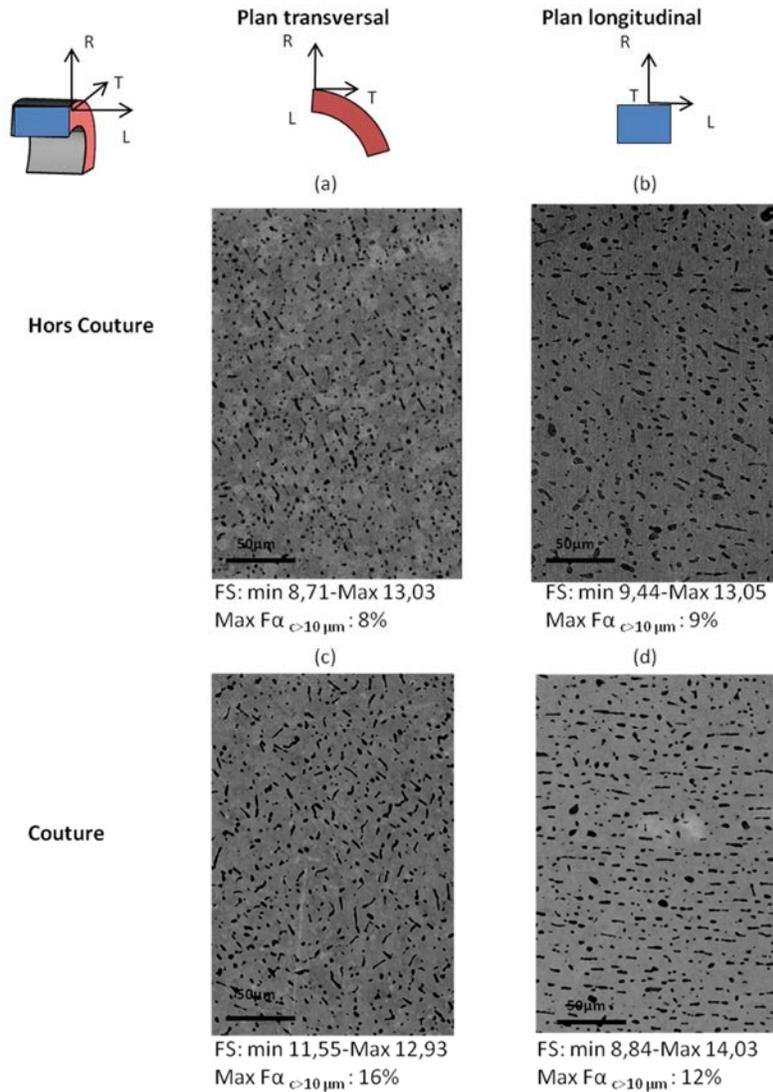


Figure 5-6 : Images des hétérogénéités des nodules α_p rencontrées dans deux plans de coupe de la C et HC. Pour chaque configuration, on donne une image BSE, les minima et maxima de FS et le maximum de $F\alpha_{>10\mu m}$.

L'ensemble de ces analyses indiquent que les nodules α_p ont subi la même déformation que les grains β primaires. En dehors de la couture et dans le plan transversal, les nodules sont plus équiaxes et dans la couture, ils sont allongés et alignés avec l'écoulement de la matière.

D'une image à une autre, il existe aussi une forte dispersion des paramètres caractérisant les nodules α_p , indépendamment de la localisation de ces images. En particulier, localement on distingue des zones avec des concentrations de nodules α_p allongés ($c > 10\mu\text{m}$) et qui peuvent être alignés. Ceci est mis en évidence dans la Figure 5-6 qui montre des images illustrant la présence locale de forte concentration de nodules α_p allongés. La même figure indique les valeurs minimales et maximales des FS et ainsi que la fraction maximale de nodules α_p avec un grand axe supérieur à $10\mu\text{m}$ ($F\alpha_{c>10\mu\text{m}}$) observées à partir de l'ensemble des images de chaque zone. On rappelle que dans la section 4.1.2. du chapitre 3, nous avons pointé que des nodules α_p allongés et alignés dans une même direction appartiennent souvent à la même composante de texture.

2.2. Texture et microtexture

2.2.1. Texture et microtexture de la phase β

La texture β a été mesurée par diffraction de neutrons sur deux échantillons prélevés au centre de la couture et en dehors. Ces échantillons ont été traités thermiquement (mise en solution + trempe) de manière à avoir une microstructure nodulaire avec 87% de phase β pour faciliter la mesure. La technique de caractérisation de texture par diffraction de neutrons est décrite dans le chapitre 3 (section 4.2).

Les FP recalculées ont révélé une différence de texture β entre C et HC (Figure 5-7). Hors couture, la texture est plutôt faible (indice de texture 1,55) avec des pôles $\{110\}$ proches de la direction L et dans des directions radiales. Dans la FP $\{100\}$, un pôle plus intense est proche de la direction T. Ce type de texture est similaire à la texture mesurée en peau dans la billette B3-MN (voir Figure 4-8 dans le chapitre 4), ce qui indiquerait que le procédé de matricage n'a pas modifié énormément la texture à cette localisation et que le taux de corroyage n'était pas très important.

Dans la couture, la texture est forte avec un indice de 4,91. Elle est similaire aux textures les plus fortes mesurées à 3/4 de rayon dans la billette B3-MN (voir Figure 4-8 dans le chapitre 4), mais certains pôles ont été renforcés. Un pôle $\{110\}$ assez intense pointe dans une direction proche de E ($//R$) et des pôles $\{100\}$ et $\{111\}$ dans des directions proches de NE ($//T$). Ces dernières composantes rappellent les composantes qui se forment lors de la compression dans le domaine β où la direction tangentielle qui est orthogonale à l'écoulement de la matière ferait office de direction de compression. Par ailleurs, le pôle $\{110\}$ dans une direction orthogonale est en fait typique de la fibre $\alpha <110> // DL$ qui apparaît lors du laminage des métaux cubiques centrées [173] dans un repère où $E//R$ serait assimilé à la direction de la laminage. Ces composantes dominantes sont donc le résultat de la déformation au niveau de la couture.

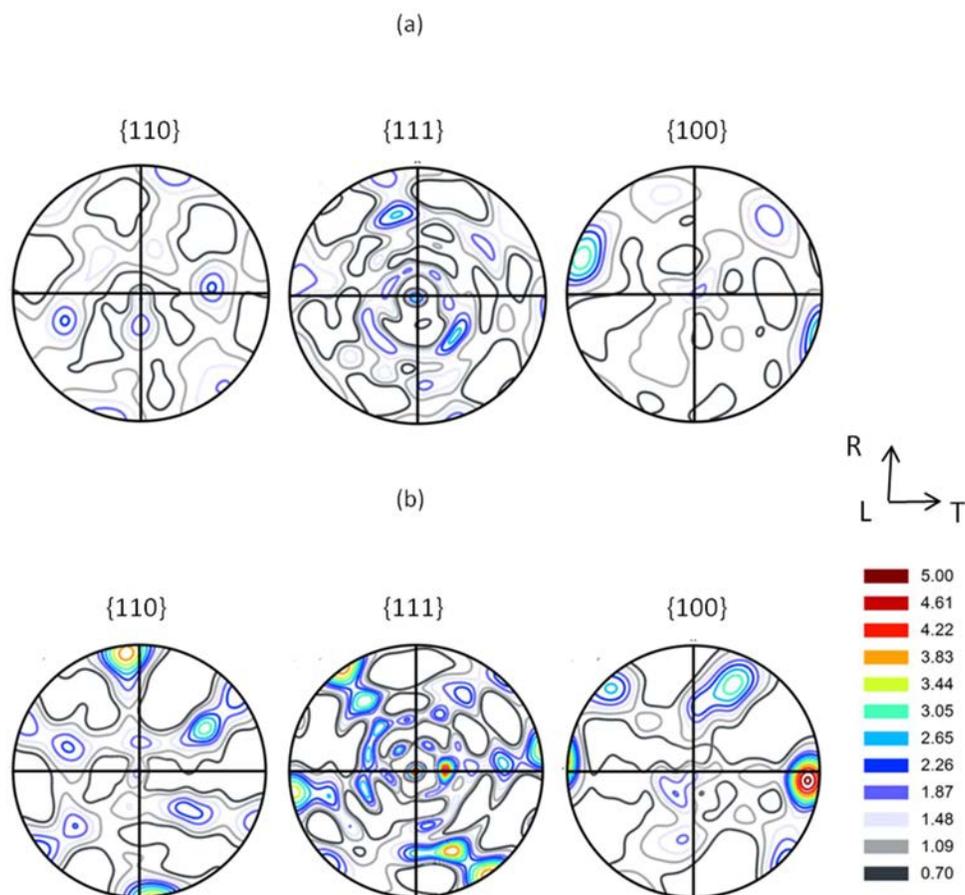


Figure 5-7 : FPs $\{110\}$, $\{111\}$ et $\{100\}$ de la phase β dans une tranche forgée recalculées après mesure par diffraction de neutrons (a) hors couture et (b) dans la couture.

En complément, la microtexture β autour de la couture a été mesurée par EBSD et les FPs de la phase β ont été obtenues à partir des cartes reconstruites. Ces cartes EBSD sont localisées de part et d'autre de la couture où la direction d'écoulement E a été bien identifiée (Figure 5-8 et Figure 5-9). Elles couvrent entre 15 et 30 grains β primaires avec un pas de $1\mu\text{m}$.

Ces analyses mettent en évidence que la texture locale est bien introduite par le procédé de matriçage et dépend de la direction d'écoulement de la matière. La Figure 5-9 compare la texture mesurée par diffraction de neutrons à celles mesurées par EBSD. Les textures sont très similaires si on les replace dans le repère local associé à l'écoulement de la matière (E, NE, L). Toutes présentent un pôle $\{110\}$ dans la direction E (marquée en noir) et un pôle $\{100\}$ dans la direction perpendiculaire NE (en rouge). Un pôle $\{111\}$ dans cette direction a été observé sur 2 cartes. Il faut noter ici que les textures déterminées par EBSD sont moins représentatives que celles mesurées par diffraction des neutrons (volume de $3,375\text{ cm}^3$) dû au nombre réduit de grains analysés.

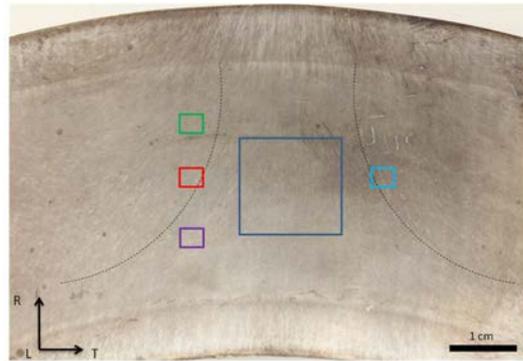


Figure 5-8 : Localisation au sein de la C des zones de mesures de la texture par diffraction des neutrons (a) et par EBSD (b-e) (selon les références et le code de couleur ci-dessous - Figure 5-9)

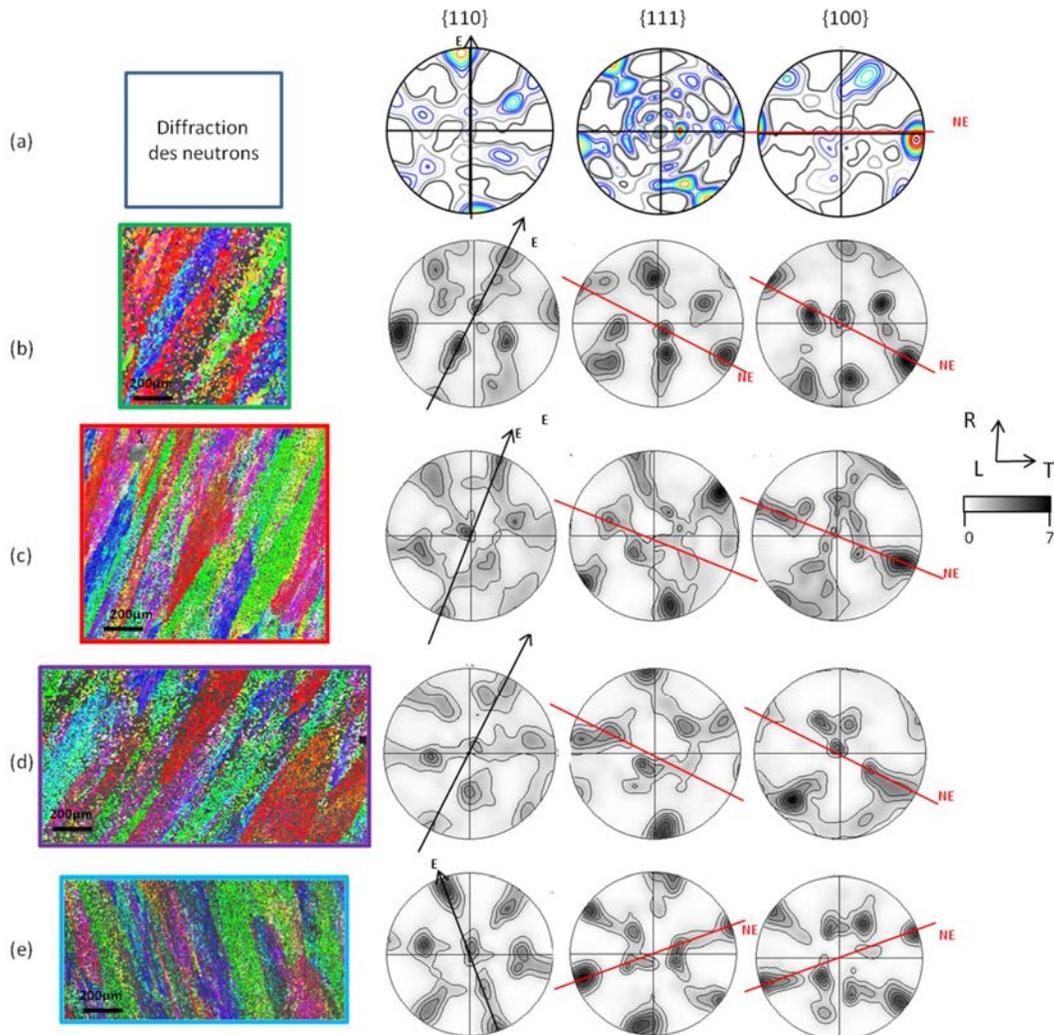


Figure 5-9 : Evolution de la texture β aux alentours de la Couture. (a) Texture mesurée par diffraction des neutrons. (b), (c), (d) et (e) Cartes EBSD de la phase β reconstruite IPF//L et FPs $\{110\}$, $\{111\}$ et $\{100\}$ (les directions E et NE sont indiquées sur les FPs).

2.2.2. Texture et microtexture de la phase α

La texture α a été mesurée par diffraction de rayons X au LEM3 sur deux échantillons prélevés au centre de la C et HC mais différents de ceux où les textures β ont été évaluées par diffraction de neutrons. Ces échantillons ont une microstructure bimodale, comme celle décrite dans le chapitre 3, avec 60% de phase α . La Figure 5-10 présente les FPs $\{0002\}$, $\{11-20\}$ et $\{10-10\}$ recalculées. Celles-ci mettent en évidence des textures statistiquement moins représentatives que celles mesurées sur la phase β en diffraction de neutrons, mais qui suffisent à révéler une différence C/HC.

Dans l'échantillon HC, on retrouve un pôle $\{0002\}$ dans la direction L et d'autres proches mais moins intenses. Il existe aussi un pôle $\{11-20\}$ très intense dans une direction proche de T. Toutefois, en comparant la FP $\{0002\}_\alpha$ et $\{110\}_\beta$ en HC, qui était d'ailleurs très faible, on ne retrouve pas de traces de la RO. Ceci est un défaut de statistique car la surface analysée par diffraction des rayons X contient beaucoup moins de grains que dans le volume analysé par diffraction de neutrons.

Dans la couture, la FPs $\{0002\}$ est similaire à celle $\{110\}$ de la phase β mesurée dans la C. Il y a un renforcement du pôle $\{0002\}$ dans la direction R (parallèle à E ici) et $\{11-20\}$ dans la direction T (parallèle à NE ici).

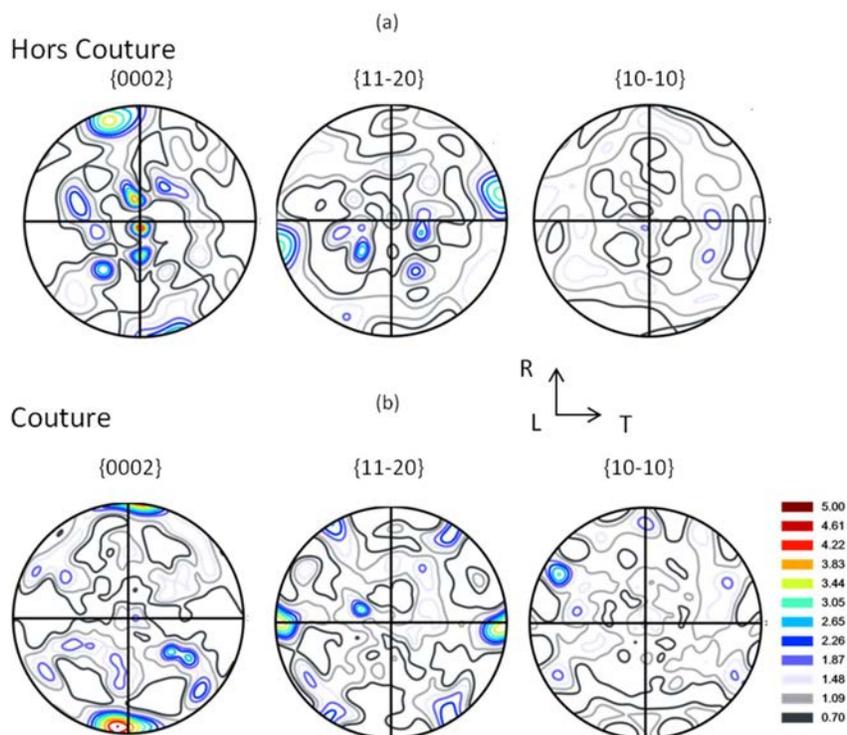


Figure 5-10 : FPs $\{0002\}$, $\{11-20\}$ et $\{10-10\}$ de la phase α HC (a) et dans la C (b) des échantillons de microstructure bimodale (60% phase α)

La microtexture α dans la couture a été analysée à partir des cartes EBSD déjà présentées dans la Figure 5-9. La Figure 5-11 présente ici les FPs de la phase α et les cartes EBSD mesurées avec un pas de $1 \mu\text{m}$ qui permet essentiellement d'indexer nodules α_p et les colonies α_s .

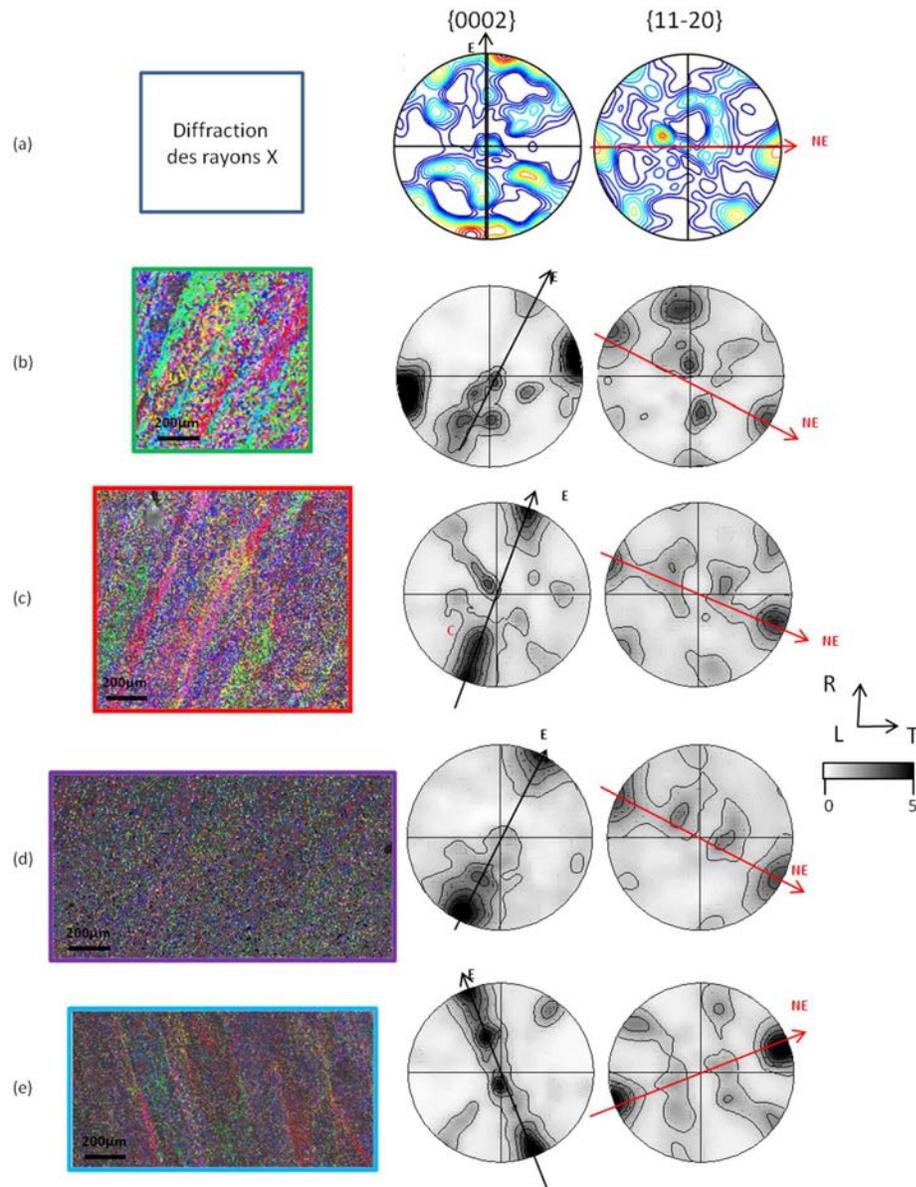


Figure 5-11 : FP $\{0002\}$ et $\{11-20\}$ (dans cet ordre) de la phase α ($\alpha_p + \alpha_s$) à différents endroits de la C. Les FPs (a) ont été mesurées par diffraction des rayons X. Les FPs (b) (c) (d) et (e) ont été obtenues à partir des cartes EBSD mesurées dans le plan transversal (T,R) où la direction d'écoulement de la matière (E) (direction du fibrage et allongement des grains β) a été identifiée. La direction NE est la direction perpendiculaire à E.

La microtexture des nodules α_p et colonies α_s est très marquée. Toutes les FPs présentent des pôles $\{0002\}$ alignés dans la direction d'écoulement E et des pôles $\{11-20\}$ dans la direction NE. La seule exception est la carte (b) où seul un pôle minoritaire est aligné avec E. La comparaison de ces textures avec celles de la Figure 5-9 met en évidence une sélection de variantes. En effet, certains pôles $\{110\}_\beta$ n'ont pas d'équivalents dans la FP $\{0002\}$ alors que d'autres sont très marqués. Le mécanisme sous-jacent pourrait être celui modélisé par Stanford et Bate [174]. Ce mécanisme a tendance à privilégier les variantes ayant leur axe $\langle c \rangle$ aligné avec les pôles $\{110\}$ les plus intenses.

2.2.3. Microtexture α_s

La distribution des colonies α_s a été évaluée qualitativement à partir de 2 cartes EBSD acquises avec un pas de $1\mu\text{m}$ dans la couture et un pas de $0,8\mu\text{m}$ en dehors. Ce pas de mesure permet d'indexer les nodules α_p et les lamelles α_s qui forment des domaines cristallins supérieurs à $1\mu\text{m}$ notamment les colonies α_s . Ensuite, les phases α_p et α_s ont été identifiées à partir de la reconstruction de la phase β réalisée avec Merengue comme décrit dans la section 6.5.2 du chapitre 3. Les résultats sont présentés dans la Figure 5-12.

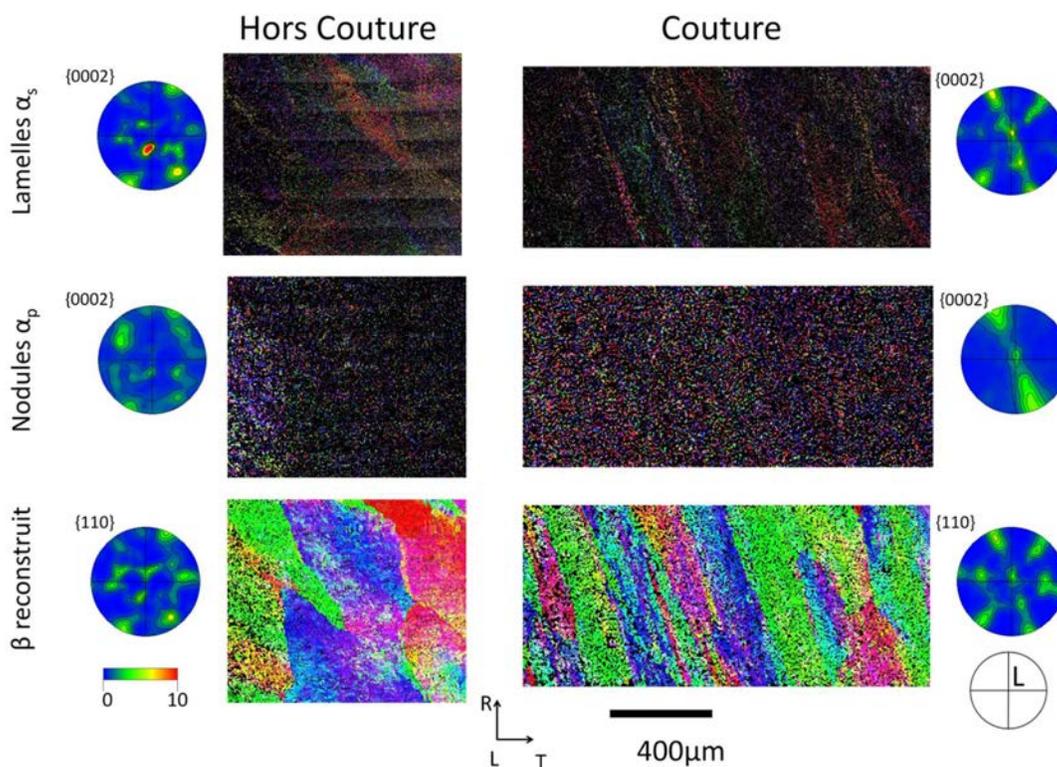


Figure 5-12 : Cartes EBSD et FPs des lamelles α_s , nodules α_p et phase β reconstruite HC et dans la C mesurées avec un pas de $0,8\mu\text{m}$ et $1\mu\text{m}$ respectivement (IPF/L).

Dans les deux cartes, le taux d'indexation était d'environ 45%. Toutefois, à l'intérieur et en dehors de la couture, on retrouve la présence de clusters de colonies de même orientation. Hors couture, ceux-ci se concentrent dans les zones plus fragmentées aux interfaces entre grains primaires (comme observé dans la billette dans la section 4.1.3 du chapitre 4). Cependant, la morphologie des grains β primaires dans la couture (allongés dans le plan d'observation (T,R)) conduit à un alignement des clusters de colonies selon des plans perpendiculaires à T (ou plus précisément à NE). La Figure 5-12 montre bien comment ces clusters dessinent les contours des grains β primaires. Par contre, la taille des colonies semble la même dans la C et HC. Par ailleurs, l'orientation des colonies correspond aussi à celle des nodules α_p et renforce le pôle {0002} dans la direction E comme dans le mécanisme de sélection de variante proposé par Germain et al. [168].

3. Comportement en fatigue et analyse fractographique classique des tranches forgées

3.1. Durées de vie en fatigue

Des essais de fatigue à contrainte imposée ont été réalisés sur 41 éprouvettes de 8 mm de diamètre prélevées dans une même tranche forgée soit dans la couture soit en dehors telles que l'axe de sollicitation (AS) soit parallèle à la direction T. Le plan de prélèvement et les conditions expérimentales sont détaillés dans la section 3.2 du chapitre 3. Parmi les 41 éprouvettes testées, 32 ont eu une rupture finale dans la longueur utile de l'éprouvette et ont donc été validées (19 C et 13 HC). Les autres, rompues au niveau d'un filet ou du congé de raccordement, ont été exclues de l'analyse. Notamment, toutes les éprouvettes exclues avaient été prélevées dans la couture.

Les graphiques de la Figure 5-13 montrent la distribution de durées de vie des essais valides et les résultats d'une analyse de Weibull (loi à deux paramètres). Les paramètres de Weibull ont été déterminés par méthode de moindres carrés directement à partir des probabilités de rupture.

L'analyse révèle une différence de comportement entre les éprouvettes prélevées dans et en dehors de la couture. Tout d'abord, la durée de vie est plus importante en moyenne dans la couture. On peut le voir à partir du paramètre λ de la loi de Weibull qui donne la durée de vie à 63.2% de probabilité de rupture. Par ailleurs, la dispersion y est plus grande. Cela se voit à la valeur du module de Weibull (k) qui est plus faible dans la couture. Dans la suite, les éprouvettes ont été classées arbitrairement en 2 groupes : les **points hauts** et les **points bas** caractérisés respectivement par une durée de vie supérieure et inférieure à 10^6 cycles (marquée avec un trait rouge dans la figure). Ce critère correspond à environ 20% de probabilité de rupture pour les deux populations.

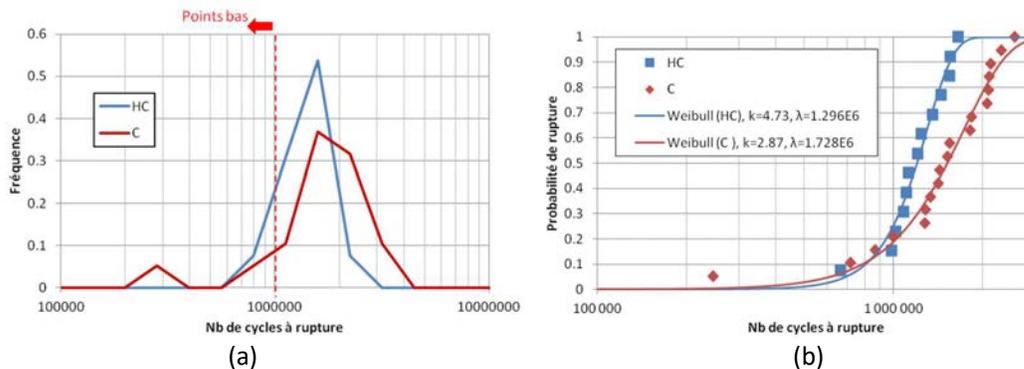
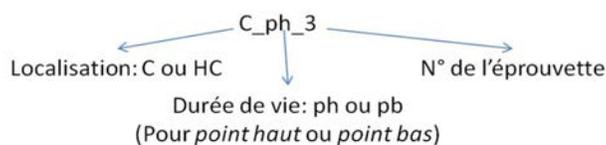


Figure 5-13 : (a) Distribution des durées de vie en fatigue des éprouvettes T prélevées dans la C et HC au sein d'une même tranche forgée. (b) Probabilité de rupture et loi de Weibull des moindres carrés correspondante.

3.2. Sélection des éprouvettes pour l'analyse

Dix-sept éprouvettes ont été mises à disposition pour la réalisation d'une analyse fractographique, dont 10 éprouvettes sont issues de la campagne présentée à la section précédente. Les autres 7 éprouvettes proviennent d'autres campagnes (mêmes conditions expérimentales) et ont été exclusivement prélevées dans la couture. Elles ont été rajoutées à l'étude car leur site d'amorçage avait des caractéristiques particulières. Les éprouvettes sont désignées suivant cette convention :



Le Tableau 5-1 montre les caractéristiques des 17 éprouvettes : L'amorçage (surface ou sous-surface) et la localisation de la rupture dans la longueur utile (Milieu ou Extrémité). Milieu signifie que la rupture a eu lieu dans le tiers central de la longueur utile et Extrémité dans un des deux tiers restant. En ce qui concerne l'amorçage en fatigue, il a lieu classiquement en surface. Les amorçages sous-surface sont atypiques dans la plupart des métaux mais relativement répandus dans le cas des alliages de titane [175].

Tableau 5-1 : Noms des 1717 éprouvettes dont l'analyse fractographique classique a été réalisée, type d'amorçage et les éprouvettes sélectionnées pour l'étude fractographique approfondie. En gris les éprouvettes rajoutées issues des différentes campagnes.

Eprouvette	Amorçage Sous-surface?	Localisation de la rupture dans l_0	Analyse détaillée Microstructure/Microtexture
C_ph_1	Non	E	
C_ph_2	Oui	M	
C_ph_3	Oui	M	X
C_ph_4	Oui	M	X
C_ph_5	Oui	M	
C_pb_1	Oui	E	X
C_pb_2	Non	E	
C_pb_3	?	E	
C_pb_4	Oui	E	
C_pb_5	Oui	E	X
C_pb_6	Oui	E	
C_pb_7	Oui	E	X
C_pb_8	Oui	E	X
HC_ph_1	Oui	E	X
HC_ph_2	Non	E	
HC_pb_1	Oui	E	X
HC_pb_2	Oui	M	

Dans la section 3.3, les résultats des analyses fractographiques des 13 éprouvettes présentant des sites d'amorçage sous-surfaciens sont présentés. Nous avons étudié particulièrement ce type d'amorçage car il est une conséquence des caractéristiques de la microstructure et microtexture. Dans le cas des sites surfaciens, il peut exister d'autres causes, en particulier liées à l'état de contraintes en surface. On peut noter que les éprouvettes qui amorcent en surface peuvent être des points hauts ou des points bas.

Ensuite, huit éprouvettes parmi les 13 ont été sélectionnées pour caractériser la microstructure et microtexture au niveau et autour du site d'amorçage (indiquées dans le Tableau 5-1) dans les sections 4 et 5. Elles ont été choisies soit parce que leur site d'amorçage était particulier ou soit parce que leur comportement mécanique en fatigue correspondait à des valeurs extrêmes. La méthodologie d'analyse des faciès est détaillée dans la section 7 du chapitre 3. L'ensemble des résultats des 8 éprouvettes (incluant l'ensemble des vues et analyses de microstructure et microtexture du faciès de rupture) fait partie d'un rapport interne. Dans ce chapitre, les résultats des analyses sont illustrés à partir des éprouvettes représentatives. Dans les sections 3.4 et 3.5, les éprouvettes HC_pb_1 et C_pb_1 sont utilisées respectivement comme exemple. Dans la section 3.6, l'étude locale de la complexité de la microstructure par découpe FIB est illustrée sur l'éprouvette C_pb_5.

3.3. Analyse fractographique

3.3.1. Analyse macroscopique des faciès de rupture

L'analyse fractographique des faciès de rupture en fatigue est très riche en information. Dans le cas des éprouvettes avec des sites d'amorçage sous-surfaciens, on distingue à l'échelle macroscopique sur le faciès, trois zones correspondant aux étapes successives de progression des fissures: l'amorçage, la propagation à courte distance (zone "brillante") et la rupture finale.

La Figure 5-14 montre les images du faciès de rupture de l'éprouvette C_pb_1, prises en microscopie confocale et en microscopie optique, où on peut voir ces trois zones.

La zone "brillante" circulaire de 1,5mm de diamètre en moyenne est distinguable en microscopie optique sur l'essentiel des éprouvettes. Elle présente souvent des stries de fatigue indiquant l'avancement des fissures comme illustré dans la Figure 5-15a. Ces stries sont bien perpendiculaires aux rivières qui se propagent à partir du site d'amorçage [176]. Au centre de cette zone brillante, on retrouve toujours le site d'amorçage que nous avons analysé en détail dans la partie suivante.

La zone de la rupture finale présente majoritairement des cupules, comme montré dans la Figure 5-15b. Cette zone est particulièrement intéressante car elle révèle souvent les contours des grains β primaires millimétriques qui ont leur grand axe selon L et, pour ceux de la couture, leur axe médian selon E.

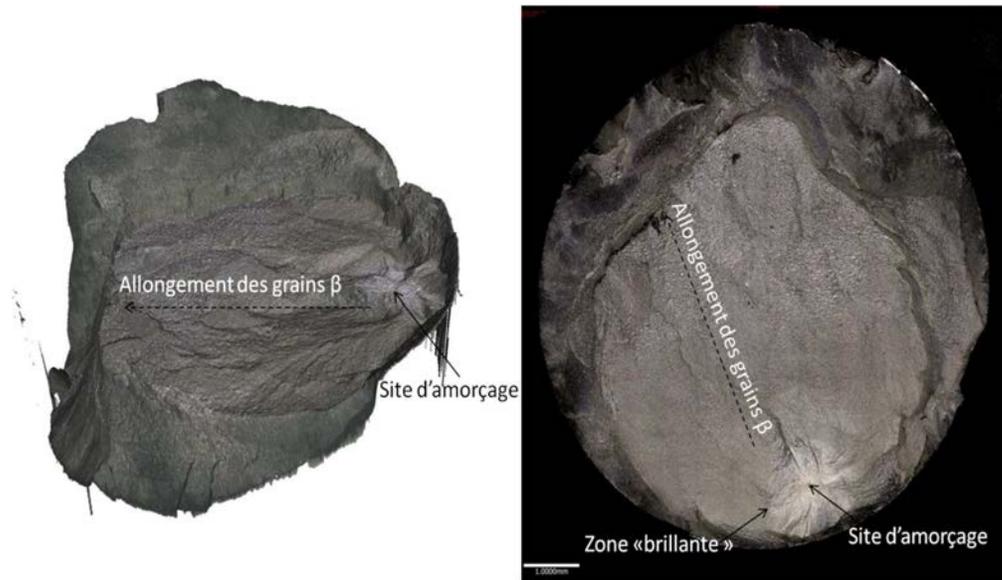


Figure 5-14 : Images du faciès de rupture (*C_pb_1*) en microscopie confocale (à gauche) et en microscopie optique (à droite) localisant le site d'amorçage, la zone brillante et l'allongement des grains β primaires.

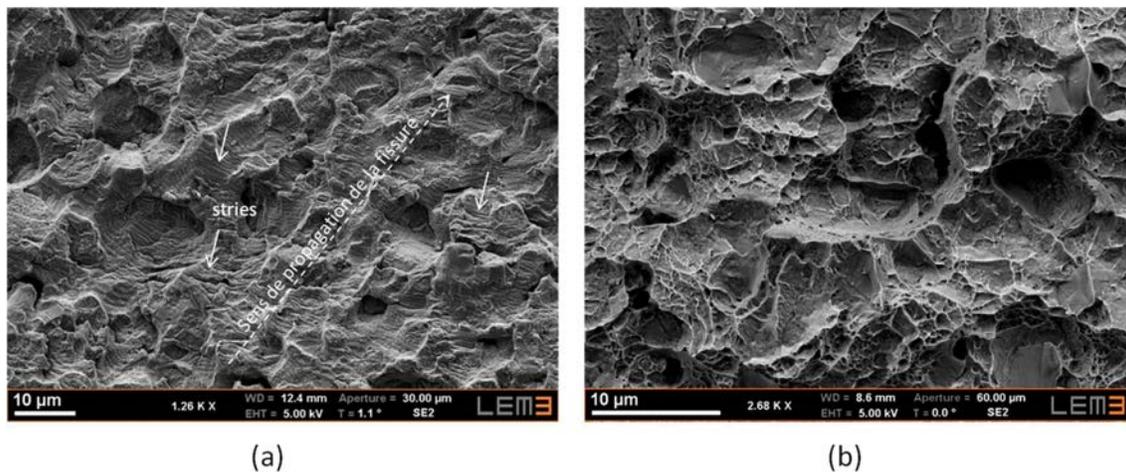


Figure 5-15 : Topologie du faciès de rupture de l'éprouvette *C_pb_1* (a) de la zone "brillante" (présence de stries de fatigue) et (b) de la zone de rupture finale (cupules)

La localisation de la rupture de l'éprouvette apporte aussi de l'information. Si le processus est stochastique, alors celle-ci est sensée apparaître équiprobablement dans la longueur utile, ce qui donne une probabilité de $2/3$ pour les extrémités et de $1/3$ pour le centre. Mais dans le cas des points bas de la couture, la rupture est toujours dans les deux tiers externes de la longueur utile (voir Tableau 5-1 et Figure 5-16). La rupture est donc dans une zone où les grains β primaires (ellipsoïdes écrasés) sont inclinés par rapport à la section de l'éprouvette ($<25^\circ$) (alors qu'au centre, ils sont contenus dans le plan (R,L)) (Figure 5-1b). Les 9 essais non valides de la première campagne

correspondent aussi à des éprouvettes de la couture dont la rupture a eu lieu dehors la longueur utile, donc aussi à un endroit où la grande surface des grains β primaires est inclinée par rapport à l'AS.

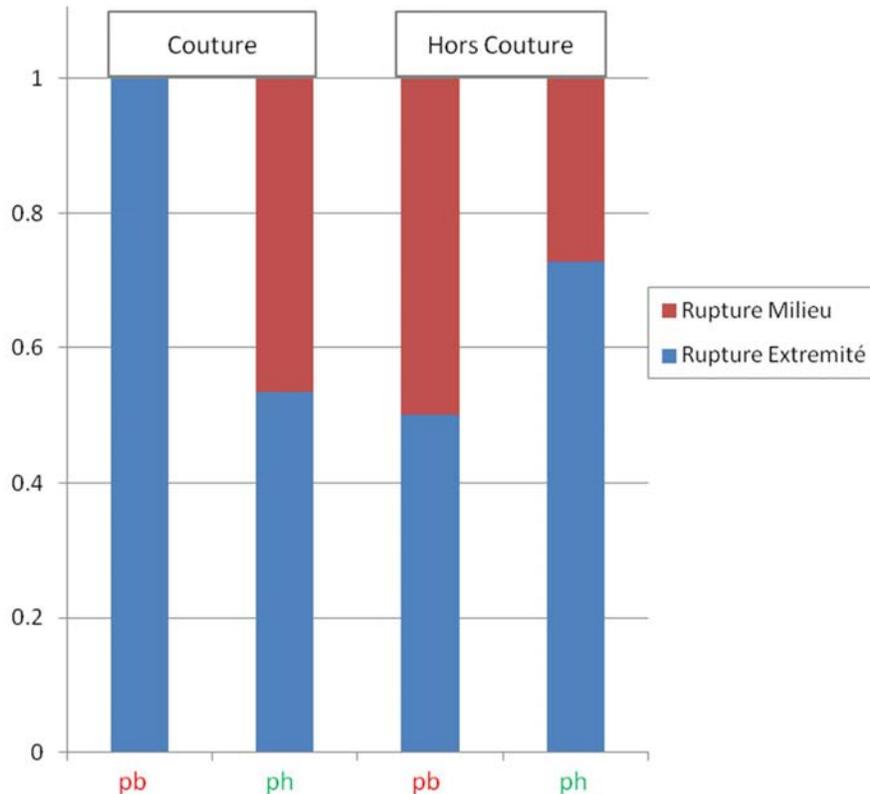


Figure 5-16 : Localisation de la rupture dans la longueur utile de toutes les éprouvettes (32 de la 1ère campagne et 7 éprouvettes rajoutées).

3.3.2. Classification des sites d'amorçage

L'ensemble des sites d'amorçage est montré dans les Figure 5-17 à Figure 5-24. Comme indiqué sur les figures, ils peuvent être classés en deux groupes principaux, en distinguant leurs caractéristiques morphologiques comme suit (les sections suivantes analysent plus en détail chaque type d'amorçage) :

- **Sites d'amorçage de type 1**: ces sites se développent selon des surfaces planes de forme elliptique sans limite définie et inclinées par rapport à la section des éprouvettes. Du fait de cet aspect planaire et plutôt lisse, ils présentent des similitudes avec des facettes de clivage ou quasi clivage (ex: HC_ph_1 sur Figure 5-17).
- **Sites d'amorçage de type 2 ou "déchaussement"** : ces sites se caractérisent par des contours bien définis et se développent selon une surface parallèle à la section des éprouvettes T. La taille de ces sites d'amorçage varie d'une éprouvette à une autre. Leur formes sont souvent irrégulières avec un allongement dans une direction. Leur topologie

de surface est irrégulière et présente des caractéristiques variées d'un site à un autre (ex: **C_pb_1**).

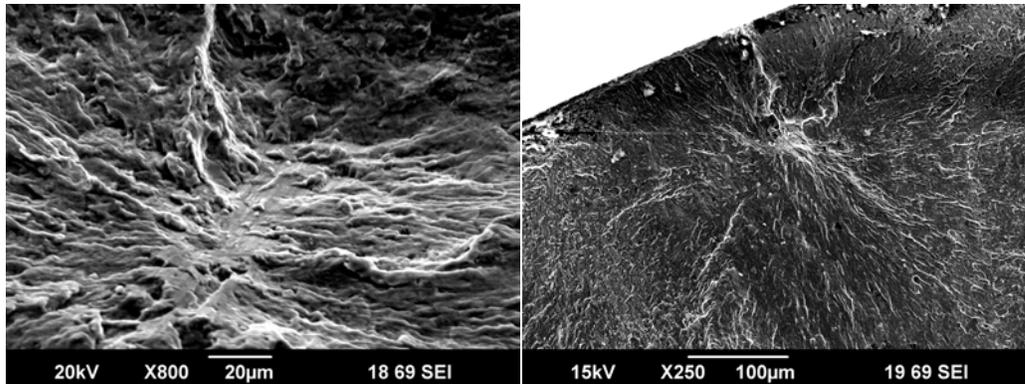


Figure 5-17 : Sites d'amorçage des éprouvettes **HC_ph_1** (Type 1) et **HC_pb_1** (Type 1)

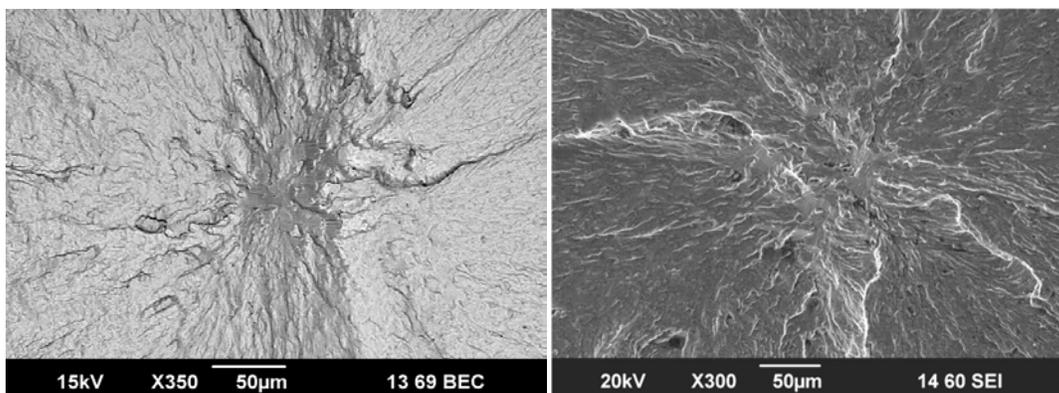


Figure 5-18 : Sites d'amorçage des éprouvettes **HC_pb_2** (Type 1) et **C_ph_2** (Type 1)

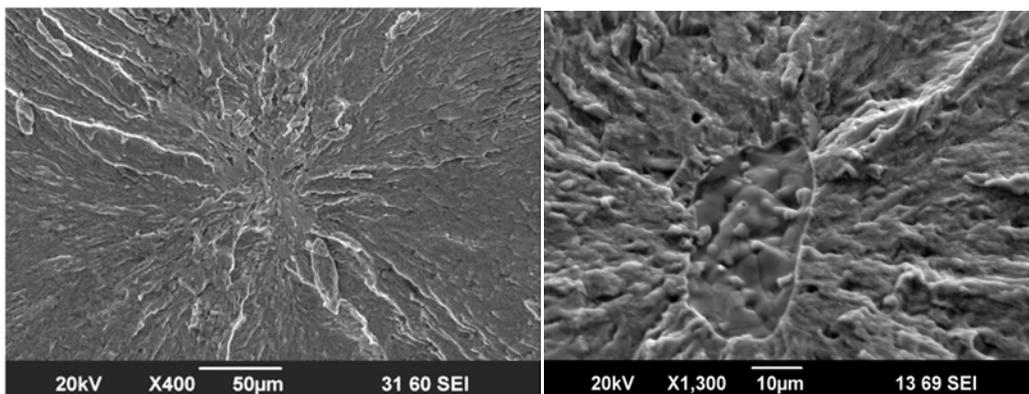


Figure 5-19 : Sites d'amorçage des éprouvettes **C_ph_3**(Type 1) et **C_pb_1**(Type 2)

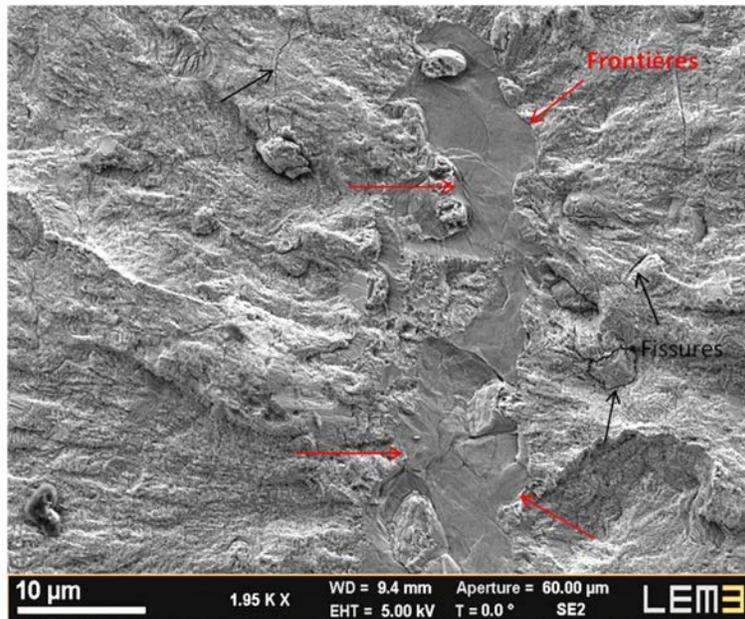


Figure 5-20 : Site de l'amorçage de l'éprouvette *C_pb_4* (Type 2). Les flèches en rouge indiquent les frontières du site et les flèches en noir des fissures.

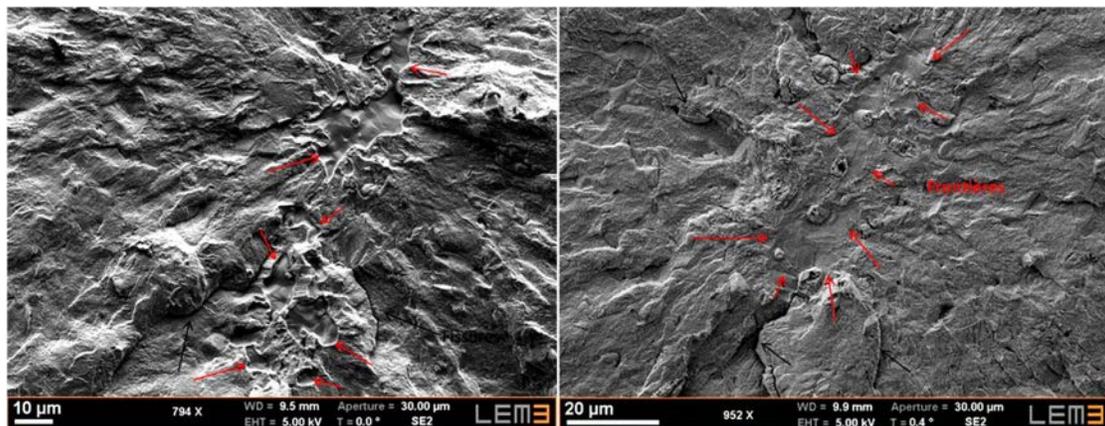


Figure 5-21 : Sites d'amorçage des éprouvettes *C_pb_5* (Type 2) et *C_pb_6* (Type 2)

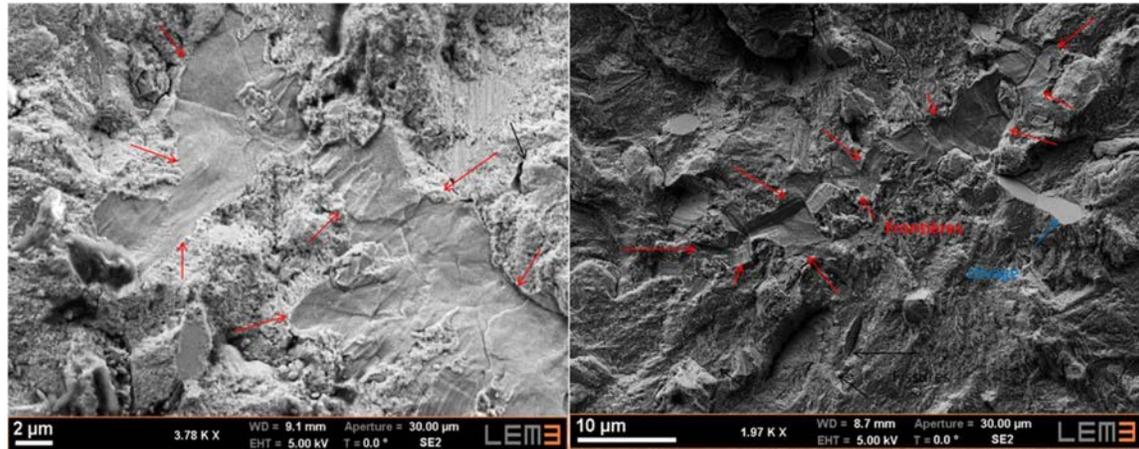


Figure 5-22 : Sites d'amorçage des éprouvettes *C_pb_8* (Type 2) et *C_ph_4* (Type 2). Sur cette dernière une surface de clivage est signalée en bleu.

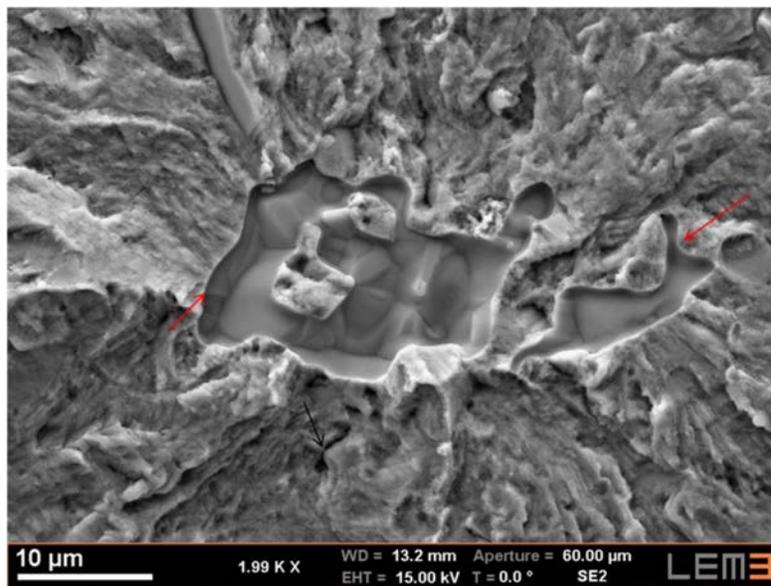


Figure 5-23 : Sites d'amorçage des éprouvettes *C_ph_5* (Type 2)

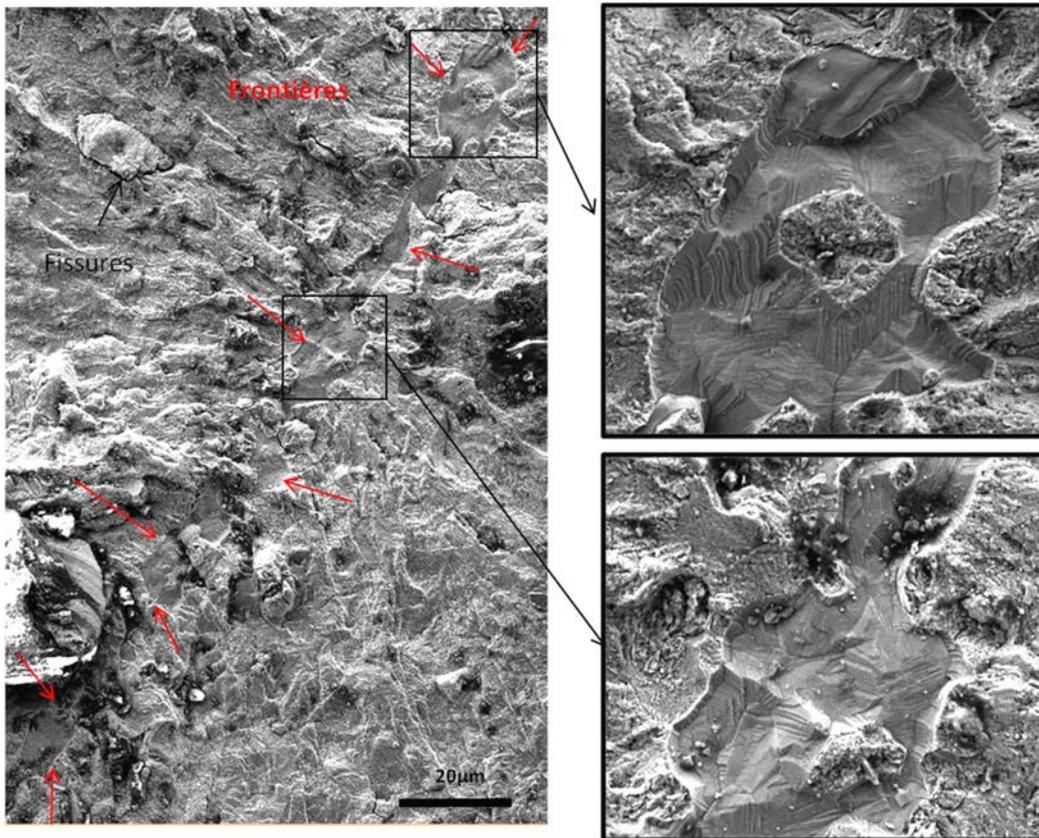


Figure 5-24 : Site d'amorçage de l'éprouvettes *C_pb_7* (Type 2)

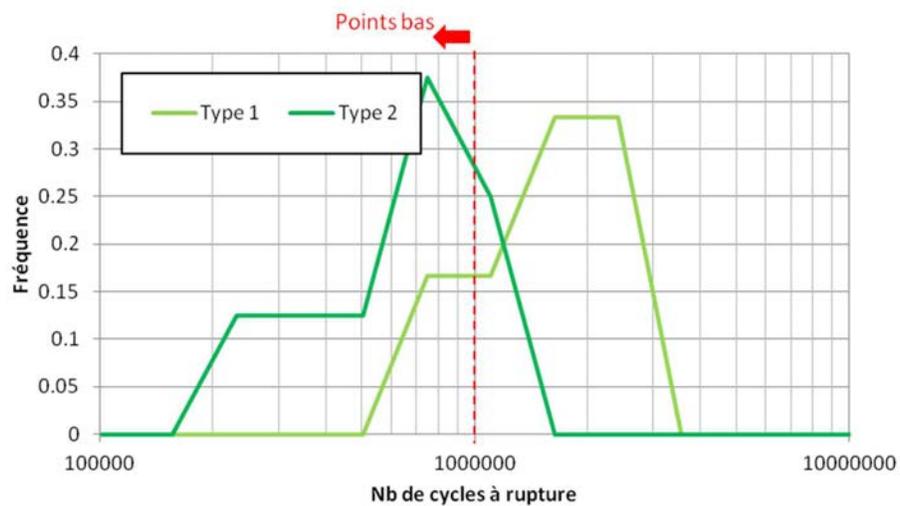


Figure 5-25 : Distribution des durées de vie en fatigue selon le type d'amorçage des 13 éprouvettes dont l'analyse fractographique a été effectuée.

La Figure 5-25 présente la distribution des durées de vie par type de site d'amorçage. Même s'il n'y a pas de correspondance catégorique entre la durée de vie et la morphologie du site d'amorçage, il existe certaines tendances. Ainsi les éprouvettes avec les durées de vie les plus élevées présentent plutôt un amorçage de type 1 et inversement pour le type 2.

3.3.3. Sites d'amorçage type 1 : ellipse inclinée

Cinq éprouvettes (HC_ph_1, HC_pb_1, HC_pb_2, C_ph_2 et C_ph_3) présentent des sites d'amorçage de type 1 avec une morphologie correspondant à une surface inclinée. Ce type de surface présente des similitudes avec des facettes de quasi-clivage. La Figure 5-26 illustre ce type d'amorçage sur l'éprouvette HC_pb_1. La zone "brillante" autour de ce type de sites est moins marquée et plus petite ($\approx 1\text{mm}$) que pour les sites de type 2.

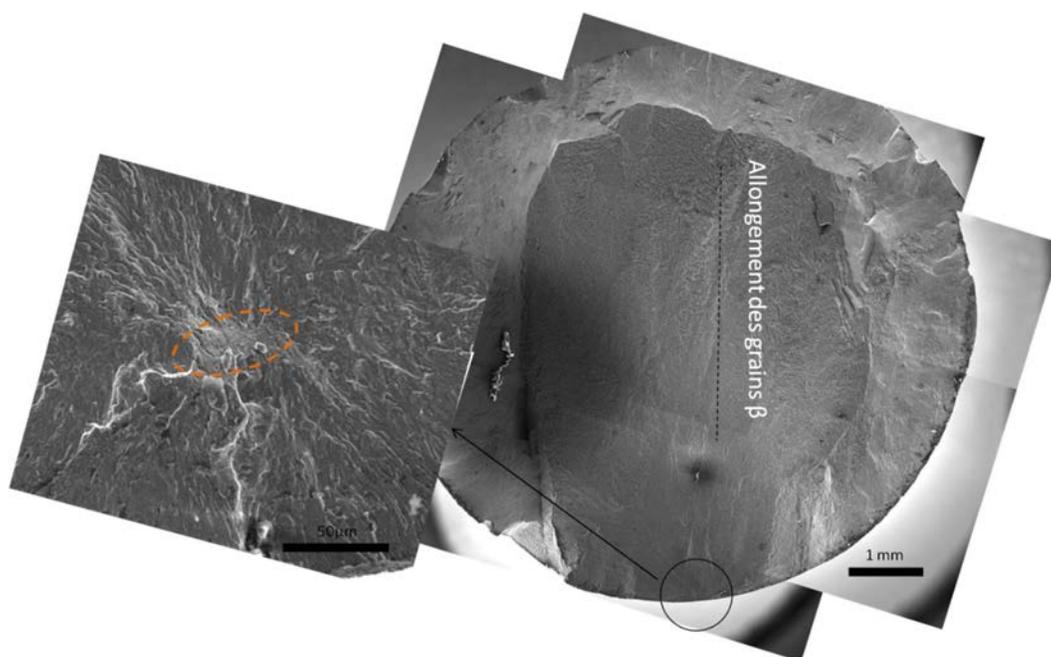


Figure 5-26 : Site d'amorçage et faciès de rupture de l'éprouvette HC_pb_1

La taille moyenne de ces sites d'amorçage est de l'ordre de $45 \times 20 \mu\text{m}$ (le site le plus grand : $75 \times 30 \mu\text{m}$). Cela correspondrait à l'échelle mésoscopique de la microstructure pouvant couvrir des clusters de colonies α_s , des macrozones de nodules α_p et plusieurs sous-grains β . Ces sites sont inclinés avec un angle de 20° à 25° par rapport au plan transversal de l'éprouvette. La direction de l'axe long de l'ellipse d'amorçage ne semble pas corrélée à l'allongement des grains β primaires, visible sur le faciès brut. Par contre, nos observations montrent que l'amorçage sous-surface de type 1 se localise souvent à proximité d'une surface de l'éprouvette interceptant le sens long des grains β primaires (c'est le cas pour 4 éprouvettes sur les 5 analysées).

3.3.4. Sites d'amorçage type 2 ou "déchaussement"

Huit éprouvettes (C_ph_4, C_ph_5, C_pb_1, C_pb_4, C_pb_5, C_pb_6, C_pb_7, C_pb_8) avec un site d'amorçage "de déchaussement" ont été étudiées. Elles sont **toutes issues de la couture**. Cependant, il faut rappeler que sept de ces huit éprouvettes ont été spécifiquement sélectionnées dans des

campagnes d'essais supplémentaires parce que leur amorçage était de type 2 or ces campagnes comprenaient plus d'éprouvettes testées dans la C que HC.

Les sites d'amorçage de type 2 se caractérisent par des contours très bien définis avec une démarcation nette de la zone 'brillante' de propagation de la fissure à courte distance. Leur forme est plutôt elliptique (de contours parfois irréguliers) avec une taille moyenne de $45 \times 20 \mu\text{m}$ également (mais avec une forte dispersion : le site plus grand: $120 \times 15 \mu\text{m}$).

Ils se développent sur un plan moyen parallèle à la section de l'éprouvette. En théorie, le site d'amorçage est donc parallèle à la grande section des grains β primaires en forme d'ellipsoïdes écrasées pour les éprouvettes qui ont rompu au milieu de la longueur utile. Cependant, il faut noter que les points bas sont toujours excentrés (voir Tableau 5-1), c'est à dire que la rupture a eu lieu dans une zone où les grains β primaires sont inclinés par rapport à la section de l'éprouvette ($< 25^\circ$). L'axe long des sites est aligné selon l'allongement des grains β primaires (L), dont la trace est visible sur le faciès.

En gros plan, la surface des sites de type 2 présente une topologie très complexe et variable d'une éprouvette à une autre qui semble correspondre à de la décohésion entre des constituants de la microstructure et des cavités qui ont conduit à une rupture intergranulaire. La Figure 5-27 montre un gros plan du site d'amorçage de l'éprouvette **C_pb_1** comme exemple. On distingue en particulier une topologie irrégulière constituée de surfaces planes, concaves ou convexes délimitées par un réseau de sillons et parfois marquées par des lignes/marches parallèles, droites ou courbes. La microstructure sous-jacente est parfois visible même sur le faciès brut. Certains faciès se distinguent par l'absence totale de "bosses".

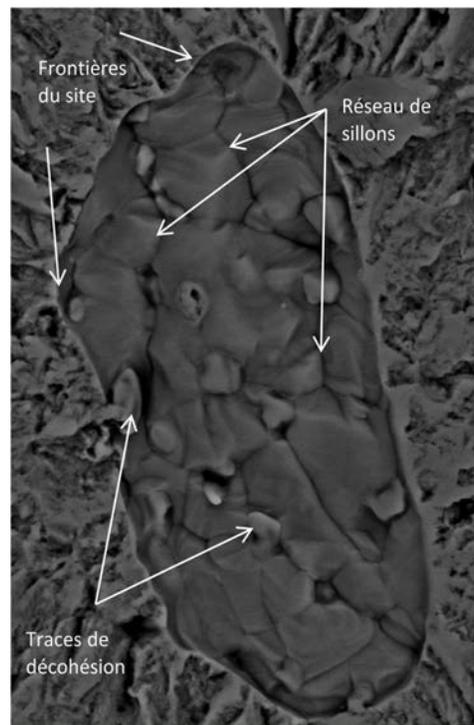


Figure 5-27 : Gros plan du site d'amorçage **C_pb_1**

Trois éprouvettes ([C_pb_5](#)-Figure 5-21, [C_ph_4](#)-Figure 5-22 et [C_ph_5](#)-Figure 5-23) ont la particularité de présenter plusieurs sites, séparés de 2 à 10 μm . L'éprouvette [C_pb_5](#) correspond d'ailleurs à l'échantillon choisi pour approfondir l'étude de la microstructure au voisinage d'un site de type 2 par découpe FIB (imagerie 3D et TKD) dont les résultats sont présentés dans la section 5.5 de ce chapitre.

Aux alentours des sites d'amorçage de type 2, souvent des réseaux de fissures sont visibles. La majorité se propage parallèlement aux sites comme celles signalées dans la Figure 5-28. On note aussi que ces fissures visibles en fractographie dans le voisinage du site, se propagent suivant le sens long des grains β primaires. D'autres fissures forment des circuits fermés, traduisant des zones de décohésions entre éléments de la microstructure (un exemple est montré sur la Figure 5-20). Le chemin de propagation d'une fissure visible sur l'éprouvette [C_pb_5](#) a pu être caractérisé grâce à l'imagerie 3D par découpe FIB (les résultats sont présentés dans la section 5.5.3 de ce chapitre). On retrouve aussi quelques facettes de clivage comme celle indiquée sur la Figure 5-22.

La zone "brillante" autour des sites de type 2 est toujours très grande (entre 1 et 2mm de diamètre) et marquée. Elle est visible même à l'œil nu et présente des stries de fatigue. Un exemple est donné sur l'éprouvette [C_pb_1](#) dans la Figure 5-15.

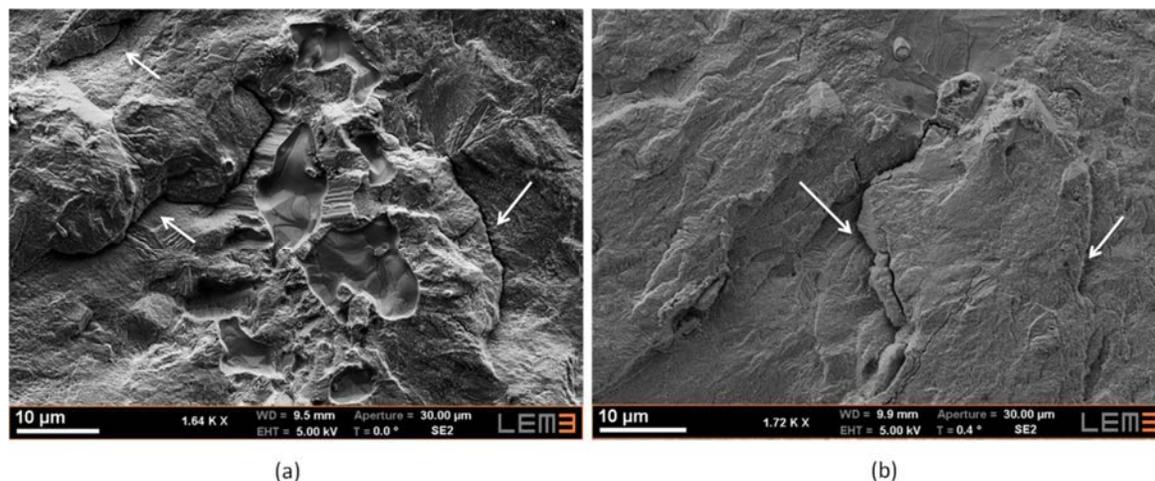


Figure 5-28 : Gros plan sur un réseau de fissures (flèches blanches) qui se développe à proximité du site d'amorçage des éprouvettes [C_pb_5](#) et [C_pb_6](#)

4. Microtexture au voisinage des sites de type 1

Une analyse de la microstructure et microtexture au niveau des sites d'amorçage de type 1 a été réalisée sur 3 éprouvettes: **HC_pb_1**, **HC_ph_1**, et **C_ph_3**. Les fractographies des sites bruts sont montrées dans la Figure 5-17 (a et b) et la Figure 5-19a. Par la suite, on synthétise les résultats obtenus sur les 3 éprouvettes mais en les illustrant essentiellement avec les analyses réalisées sur le faciès de l'éprouvette **HC_pb_1**.

On rappelle que la méthodologie utilisée pour l'analyse fractographique approfondie (section 7 chapitre 3) consiste en des analyses de la microstructure au MEB couplées à l'analyse de la microtexture par EBSD, après différentes étapes de polissage parallèlement au faciès de rupture. Cependant, l'inclinaison de ces sites complique l'acquisition de cartes EBSD de bonne qualité. Les premières mesures ont toujours été réalisées en mode manuel sur le faciès brut ou après un léger polissage. Pour limiter les effets d'ombrage du cliché EBSD sur la caméra, des configurations non standards ont été utilisées mais avec un taux d'indexation faible (distance de travail > 15 mm, inclinaison de l'échantillon <70°). Dans un second temps, les analyses EBSD ont été réalisées après polissage progressif du site. En condition de mesure, la partie du faciès 'non polie' (mais tout de même érodée mécaniquement par le polissage) est inclinée de plus de 70°. Malgré tout, cette zone est quand même indexable, mais la cartographie EBSD (qui est corrigée pour un tilt de 70°) est mal redressée au niveau du site et donc l'information y est écrasée dans la direction de tilt.

4.1. Microtexture de la phase β

Les trois sites d'amorçage se localisent au sein des grains β primaires. L'orientation de ces grains β varie d'un échantillon à l'autre : $\langle 111 \rangle // AS$ pour les 2 points hauts (**HC_ph_1** et **C_ph_3**) et $\langle 110 \rangle // AS$ pour le point bas (**HC_pb_1**). On retrouve une dispersion d'orientations au sein de ces grains β (20°-25° entre sous-grains non voisins après reconstruction). Par ailleurs, même si les sites d'amorçage se trouvent à l'intérieur d'un grain β primaire, ils sont toujours proches d'un joint avec un grain β primaire d'orientation $\langle 100 \rangle // AS$. La distance à la frontière peut varier de 30 à 100 μm .

La Figure 5-29 illustre ce résultat à partir de l'analyse EBSD effectuée sur l'éprouvette **HC_pb_1**. Cette analyse a été réalisée après un polissage parallèle à la section transversale de l'éprouvette qui a conservé 10% du faciès (le faciès brut a été présenté en Figure 5-26). Sur la carte IPF/AS//T (pas 0,78 μm), on localise le site d'amorçage par une demi-ellipse orange (la normale au plan du site d'amorçage est localisée approximativement dans la FP par une étoile orange). Ce site est localisé dans un grain β primaire d'orientation $\langle 110 \rangle // AS$, très proche d'un sous-joint (ligne en pointillé) et avec un grain β primaire voisin d'orientation $\langle 100 \rangle // AS$. On note aussi que ce site d'amorçage semble se propager selon un plan cristallographique proche de $\{111\}_\beta$. Ceci a aussi été observé pour l'éprouvette **C_ph_3**. Dans le cas de l'éprouvette **HC_ph_1**, le site d'amorçage se propage selon un plan $\{110\}_\beta$.

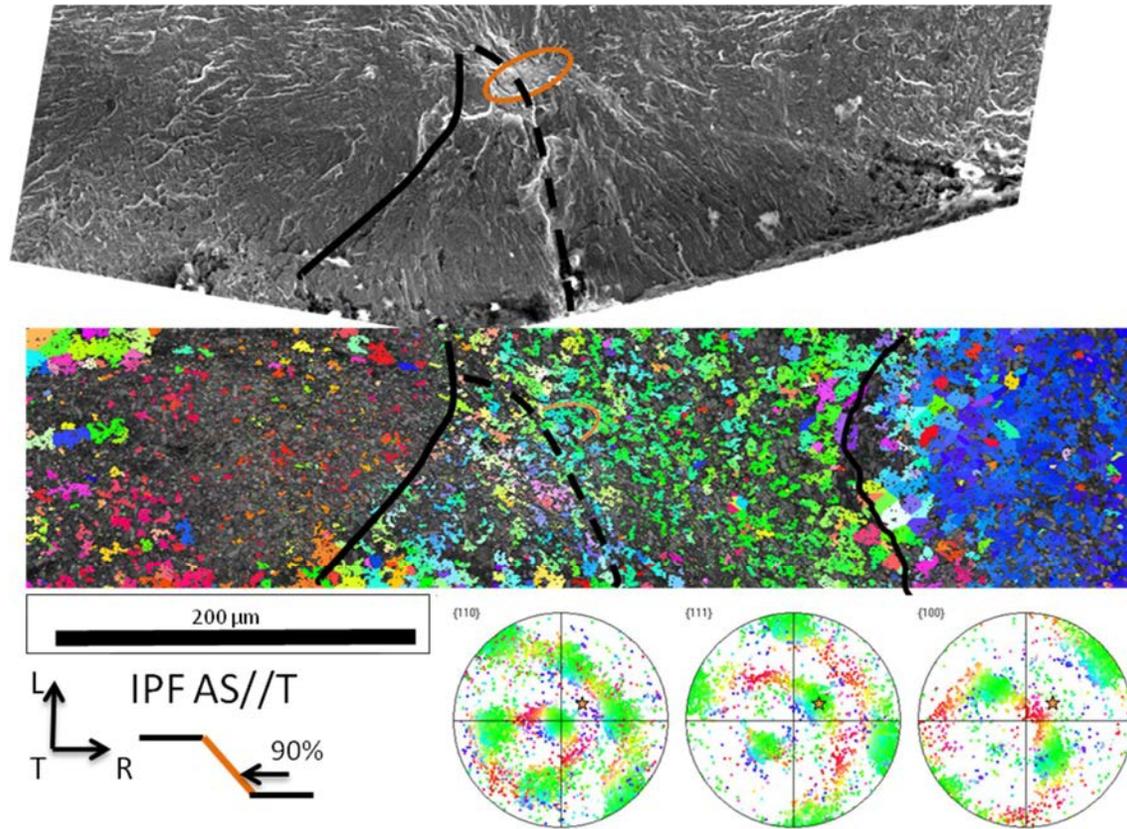


Figure 5-29 : Image SE du faciès brut de l'éprouvette *HC_pb_1* et carte EBSD de la phase β après un polissage parallèle à la section transversale de l'éprouvette (polissage jusqu'à 90% du site). Ce qui n'a pas été poli complètement est signalé par une demi-ellipse orange et se situe dans un grain β primaire d'orientation $\langle 110 \rangle // AS$. L'étoile orange dans la FP indique de manière approximative la normale du site d'amorçage.

Les orientations $\langle 111 \rangle // AS$ et $\langle 110 \rangle // AS$ correspondant à des modules directionnels plus grands que l'orientation $\langle 100 \rangle // AS$ (chapitre 2 tableau 2-2), la proximité de grains β primaires d'orientations $\langle 111 \rangle / \langle 100 \rangle$ et $\langle 110 \rangle / \langle 100 \rangle$ engendre des contraintes d'incompatibilités élastiques. À partir d'une microstructure modèle 100% β , nous avons montré qu'il y avait une redistribution des contraintes vers les orientations 'dures' qui finalement plastifient en premier. Pour notre éprouvette, la microstructure est plus complexe mais les tendances persistent probablement par la présence à 40% de la matrice β .

4.2. Microstructure et microtexture des nodules α_p

Au sein des sites d'amorçage brut des éprouvettes HC_pb_1, HC_pb_2, HC_ph_1 et C_ph_3, nous avons identifié un nodule α_p rompu apparemment par clivage. Sa morphologie est très allongée (taille du grand axe égale ou supérieur à 10 μm et rapport d'aspect entre 5 et 10). Une image en gros plan du site brut de l'éprouvette H_pb_1 est donné comme exemple sur la Figure 5-30.

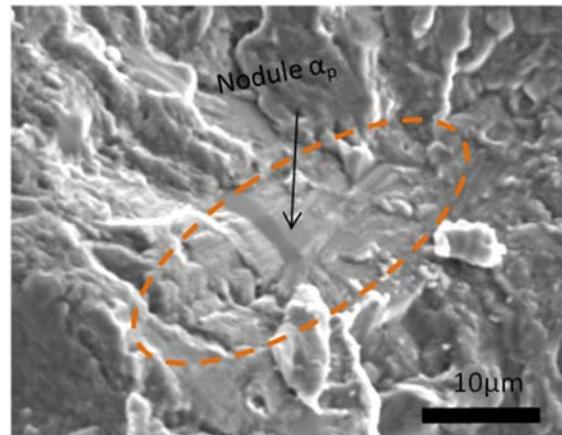


Figure 5-30 : Site d'amorçage brut de l'éprouvette HC_pb_1 qui contient un nodule α_p allongé.

Un polissage montre que les sites d'amorçage de type 1 et leur environnement immédiat regroupent des nodules α_p ayant des tailles et des morphologies standards. Les nodules ont une taille moyenne de 3 μm et ils ne sont pas spécialement allongés. La Figure 5-31 montre la microstructure après polissage de l'éprouvette HC_pb_1 jusqu'à 90% du site d'amorçage. Certains nodules α_p présentent des fissures intragranulaires et d'autres fissures sont aussi visibles à l'interface entre les nodules et la matrice vieillie ou entre deux nodules d'orientations différentes.

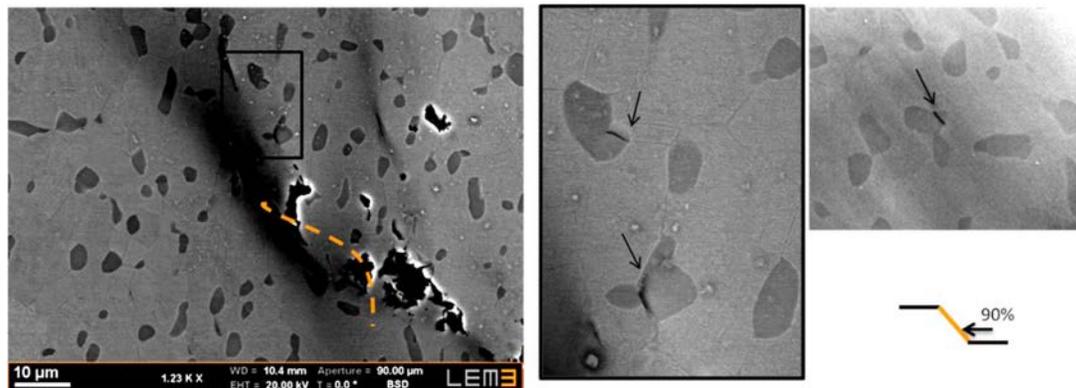


Figure 5-31 : Microstructure du site d'amorçage de l'éprouvette HC_pb_1 après polissage à 90%. Les 10% restant sont signalés en pointillé orange. Les nodules α_p sont de taille et de morphologie standard. Des fissures sont visibles dans certains nodules, entre les nodules et la matrice vieillie ou entre deux nodules d'orientations différentes. L'image à droite montre une fissure à l'interface entre un nodule α_p et la matrice vieillie.

L'orientation des nodules α_p au voisinage des sites d'amorçage a été déterminée par EBSD avec un pas de $0,27\mu\text{m}$ pour révéler aussi une partie des lamelles α_s . Les orientations des nodules α_p ont été distinguées des lamelles α_s manuellement. La Figure 5-32 montre la carte d'orientations de la phase α ($\alpha_s+\alpha_p$) pour l'éprouvette HC_pb_1 (IPF AS//T) à la même étape de polissage que les images de la Figure 5-31 (polissage jusqu'à 90% du site d'amorçage). Les orientations mesurées (β et α) sont projetées sous forme de FPs, données Figure 5-33. Les composantes de texture des nodules α_p mesurées dans cette carte sont les mêmes que celles mesurées lors des premières étapes de polissage. Pour l'éprouvette HC_pb_1, les quelques nodules identifiés qui présentent des cavités à leur interface, appartiennent plutôt à la composante basale alors que ceux qui présentent des fissures intragranulaires s'en écartent fortement.

Dans l'environnement des sites analysés, les nodules α_p n'ont pas une orientation unique et ne forment donc pas des macrozones. Ils ont plusieurs orientations majoritaires fortement dispersées dont certaines sont encore en moyenne en RO avec le grain β primaire. Ceci est illustré par les FPs de la Figure 5-33, qui montrent les orientations des constituants présents à proximité du site d'amorçage de l'éprouvette HC_pb_1. Ici, 3 pôles $\{0002\}_{\alpha_p}$ sont proches des variantes héritées du grain β primaire $\langle 110 \rangle_{\beta} // AS$.

Plusieurs nodules α_p sont orientés avec leur axe $\langle c \rangle$ proche de l'axe de sollicitation (T) (colorés en rouge, cette orientation est directement héritée de la RO de Burgers à partir du grain $\langle 110 \rangle_{\beta} // AS$ dans ce cas). Toutes les éprouvettes qui ont présenté ce type de site d'amorçage ont une fraction de nodules avec une orientation très proche de l'AS ($<10^\circ$) et donc à fort module de Young et très défavorable à la plasticité.

Dans les éprouvettes HC_pb_1 et HC_ph_1, les autres nodules α_p ont majoritairement leur axe $\langle c \rangle$ entre 35° et 68° de AS (ils représentent une fraction de 50% et 60% respectivement). Cependant, dans le cas de l'éprouvette C_ph_3 (qui a présenté une des durées de vie les plus longues) les nodules α_p sont orientés majoritairement (60%) avec leur axe $\langle c \rangle$ entre 68° et 90° . Ces dernières orientations ont un module de Young faible et sont propices au glissement prismatique. Les zones microtexturées ayant cette orientation sont reliées dans la littérature à des bonnes tenues en fatigue dans les alliages α/β de microstructure bimodale [122].

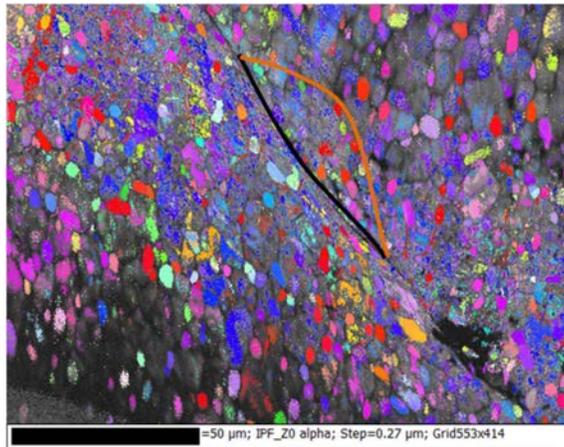


Figure 5-32 : Carte IPF//AS//T de la phase α au voisinage du site d'amorçage de l'éprouvette HC_pb_1 (le site d'amorçage est majoritairement caché du fait de son inclinaison -ligne noire- seule une partie du site est encore visible -entourée par la ligne orange)

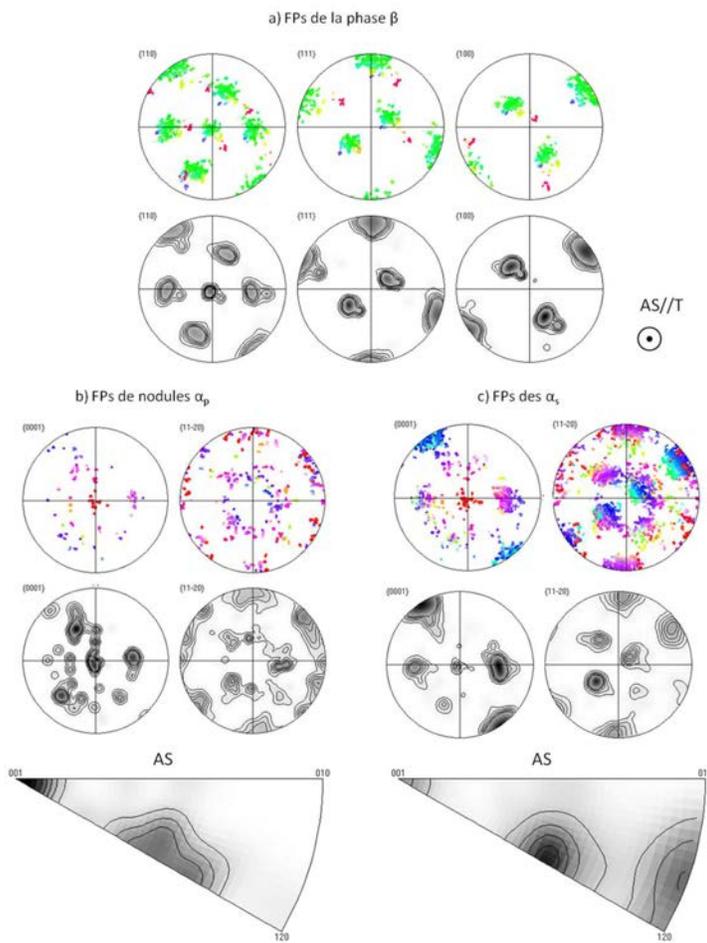


Figure 5-33 : Figures de Pôles des orientations discrètes et des densités d'orientation de la phase β (a), des nodules α_p (b) et des lamelles α_s (c) au niveau du site d'amorçage de l'éprouvette HC_pb_1 (données d'orientations de la carte EBSD de la Figure 5-32). Dans le cas des nodules α_p et lamelles α_s , la FP inverse est aussi donnée.

4.3. Microstructure et microtexture des lamelles α_s

Les analyses EBSD réalisées au sein de ce type de sites d'amorçage ont mis en évidence des zones avec un très bon taux d'indexation de la phase α_s , ce qui indiquerait la présence de colonies de lamelles α_s . Cependant, ces domaines cristallins sont toujours de taille équivalente ou inférieure à

celle des nodules. Les Figure 5-32 et 5_33c montre que la majorité des domaines cristallins α_s sont de tailles inférieures aux nodules avec 3 exceptions notables représentant des de domaines non adjacents de taille $\sim 6 \mu\text{m}$.

Dans les deux points hauts, les lamelles α_s présentent majoritairement un axe $\langle c \rangle$ situé entre 68 et 90° de AS, orientation avec un module de Young faible et propice au glissement prismatique. Le point bas présente en plus, une importante fraction de lamelles avec un axe $\langle c \rangle$ à 35° de AS et une fraction non négligeable de colonies avec un pôle $\{0002\} // AS$ (Figure 5-33c). Ces pôles sont hérités de la relation de Burgers à partir d'une orientation $\beta \langle 110 \rangle // AS = T$.

4.4. Bilan

Les sites d'amorçage de type 1 sont les sites les plus fréquemment observés lors de nos essais de fatigue. On les retrouve aussi bien dans la C et HC. Ils correspondent aux éprouvettes ayant en moyenne des durées de vie élevées (1 630k cycles en moyenne, voir Figure 5-25) mais avec une forte dispersion. L'étendue est de 1 650k cycles et intègre des **points hauts** et des **points bas**. Les éprouvettes avec les durées de vie les plus longues amorçant avec ce type de site correspondent à des éprouvettes prélevées dans la couture où la texture β est très marquée.

Dans la littérature, les mêmes sites d'amorçage ont été reportés pour des sollicitations en fatigue sur des alliages de titane Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr de microstructures semblables [111], [177]. Bettaieb [111] a réalisé une grande campagne d'essais de fatigue avec des conditions proches des nôtres et avec des microstructures équivalentes sur des pions forgés. L'étendue des durées de vie rapportée est de 700k cycles, ce qui est beaucoup plus faible que la dispersion pointée dans notre campagne. Cependant, dans leur étude, les éprouvettes ont été prélevées dans une tranche de taille très inférieure à la notre, et probablement plus homogène. En plus, nos éprouvettes correspondent à deux zones du matériau avec une histoire thermomécanique très différente.

Cependant peu de travaux (à notre connaissance) ont complété l'analyse fractographique avec l'analyse de la microtexture des différents constituants de la microstructure au voisinage du site dans des alliages β métastable. Dans ce travail, nous avons analysé en détail **2 points hauts** (C et HC) et **1 point bas** (HC). L'inclinaison de ces sites complique l'analyse par EBSD du faciès brut et n'a pas permis de capturer la microtexture complète à l'extrême surface du site d'amorçage. Les approches par découpe FIB initiées en fin de thèse seraient plus prometteuses et mériteraient d'être étendues à ce type de site.

Le bilan de nos analyses pointe au niveau des sites d'amorçage de type 1, une configuration microstructurale très complexe:

(1) le site d'amorçage contient souvent un nodule α_p clivé de longueur de 10 μm ou supérieure (voir Figure 5-31). Cependant, les nodules dans l'environnement sont plutôt équiaxes et de taille moyenne de 3 μm . On rappelle que 6% des nodules ont un axe long de taille supérieure à 10 μm dans ce plan d'observation (perpendiculaire à T) dans la C et HC (Figure 5-3). La topologie plutôt planaire de ces sites, au-delà du nodule clivé, suggère une rupture transgranulaire de la microstructure adjacente suivi d'une propagation à courte distance à travers les constituants de la microstructure. La présence de nodules α_p au sein de ce type de sites d'amorçage a aussi été observée dans [111], [177].

(2) dans l'environnement proche du site, on ne retrouve pas de macrozones de nodules α_p et les lamelles α_s ne sont pas organisées en colonies étendues. Elles présentent des grandes variétés d'orientations avec une composante basale rarement majoritaire. Cette configuration microstructurale au voisinage du site d'amorçage est plutôt favorable à des durées de vie élevées en fatigue. La microstructure est fine (limite élastique et résistance mécanique élevées par un effet Hall et Petch, ce qui limite l'endommagement par apparition de microfissures pour une sollicitation donnée). Cela est donc assez cohérent avec l'observation de durées de vie en moyenne plus élevées.

(3) Le site d'amorçage se situe dans un grain primaire rigide ($\langle 110 \rangle // AS$ ou $\langle 111 \rangle // AS$) à proximité d'une frontière avec un grain β primaire moins rigide ($\langle 100 \rangle // AS$). Dans le chapitre 2, nous avons pointé l'effet de l'anisotropie élastique de la phase β sur la redistribution des contraintes sur une microstructure simplifiée 100% β . Cela conduit à des contraintes augmentées dans les grains β à fort module de Young directionnel et l'inverse dans les grains $\langle 100 \rangle // AS$ à faible module directionnel. Dans nos microstructures, cette redistribution est certes plus complexe avec la présence de la phase α , mais les tendances persistent probablement dû à la présence à 40% de la matrice β .

(4) Des microfissures ont été observées dans l'environnement proche de tous les sites, mais celles-ci sont plus nombreuses au sein du **point bas** où l'initiation a eu lieu dans un grain β primaire $\langle 110 \rangle // AS$. Ces microfissures se situent majoritairement aux interfaces entre nodules α_p et matrice vieillie, mais certaines se trouvent à l'intérieur des nodules. En fait, la composante β $\langle 110 \rangle // AS$ produit une composante basale $\langle 0002 \rangle // AS$ par la relation de Burgers qui est conservée en moyenne au niveau des nodules α_p (voir Figure 5-33). Inversement, la composante basale est moins présente dans les points hauts (**HC_ph_1** et **C_ph_3**) qui amorcent au sein des grains β primaires $\langle 111 \rangle // AS$. Ainsi l'orientation du grain parent dans lequel se trouve le site peut impacter la dispersion des durées de vie. Récemment T. Duval [11] avait déjà observé lors des essais de fatigue interrompus sur l'alliage Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr, l'apparition d'un nombre important de fissures dans les nodules et à leurs interfaces avec la matrice vieillie au sein des grains β orientés $\langle 110 \rangle // AS$.

(5) La phase β ne présente pas une texture cristallographique très marquée en HC. Par contre dans la C, elle présente une texture très forte avec une composante de texture $\langle 110 \rangle // R$ et deux fibres: $\langle 100 \rangle // T$ majoritaire et $\langle 111 \rangle // T$ minoritaire (voir Figure 5-7). Cette texture a l'avantage de limiter la présence de phase α orientée favorablement pour cliver ce qui contribue à l'occurrence des durées de vie très élevées pour ce type d'amorçage parmi les éprouvettes prélevées dans la couture.

5. Microtexture au voisinage des sites de type 2 ou de "déchaussement"

La microstructure et microtexture au niveau des sites d'amorçage de type 2 ou "déchaussement" ont été caractérisées par des analyses directement sur le faciès brut et suite à une succession de polissages parallèles au faciès de rupture. Ces sites d'amorçage, majoritairement orthogonaux à l'axe de sollicitation, permettent l'acquisition de cartographies EBSD directement dans le plan du site.

Cinq éprouvettes parmi les huit présentant un site d'amorçage type 2 ont été analysées, dont 4 points bas de façon détaillée (C_pb_1, C_pb_5, C_pb_7 et C_pb_8) et un point haut (C_ph_4) principalement à partir du faciès brut. Leurs fractographies ont été présentées dans les Figure 5-19b à 5-24 de la section 3.3.2 et leurs caractéristiques principales sont données dans la section 3.3.4. Les résultats de cette section sont essentiellement illustrés avec les analyses de l'éprouvette C_pb_1. Les résultats des autres éprouvettes sont commentés dans le texte (et détaillés dans un rapport interne).

5.1. Microtexture de la phase β

Les sites d'amorçages analysés sont tous localisés au sein d'un grain primaire. La forme des grains primaires étant aplatie dans la couture, il est naturel que le site soit aussi à proximité d'une frontière avec un grain adjacent.

L'orientation des grains primaires est différente pour les points hauts et bas. Les quatre points bas se trouvent dans un grain β primaire avec une orientation proche de $\langle 100 \rangle // AS$ mais dont l'orientation était très dispersée (amplitude maximale de 45°). Localement, les désorientations peuvent atteindre 25° entre sous-grains voisins. Le seul point haut analysé a amorcé dans un grain β primaire proche de $\langle 110 \rangle // AS$. Cependant les mesures ont été réalisées uniquement en mode manuel sur le faciès brut et n'ont pas permis d'évaluer la dispersion d'orientations de la phase β .

La Figure 5-34 présente les orientations cristallographiques des différents sous-grains β pour l'éprouvette C_pb_1. Ces mesures ont été acquises manuellement sur le faciès brut puis vérifiées et complétées par des mesures après polissage (images BSE dans la Figure 5-35c). Les sous-grains β concentrent leurs orientations autour de l'orientation $\langle 100 \rangle // AS$ (T) comme illustré par la FP {100} de la Figure 5-34. Cette fibre $\langle 100 \rangle // AS$ fait partie des composantes de texture majoritaires de la couture (voir section 2.2.1). Par contre, la dispersion est telle que le sous-grain central (orientation bleue) est plus proche de la fibre $\langle 111 \rangle // AS$ que $\langle 100 \rangle // AS$ (or le comportement élastique de ces deux fibres correspond à deux extrêmes).

Enfin, il est intéressant de comparer les contours des sous-grains mis en évidence par EBSD et l'imagerie BSE avec le faciès brut (voir Figure 5-35). En effet, la topologie du site révèle les constituants de la microstructure. Les sous-grains β peuvent être identifiés à partir du réseau de sillons qui suit les sous-joints β décorés par des liserés α_{sgb} . Ces liserés ont une épaisseur entre 250 et 300 nm au sein du site.

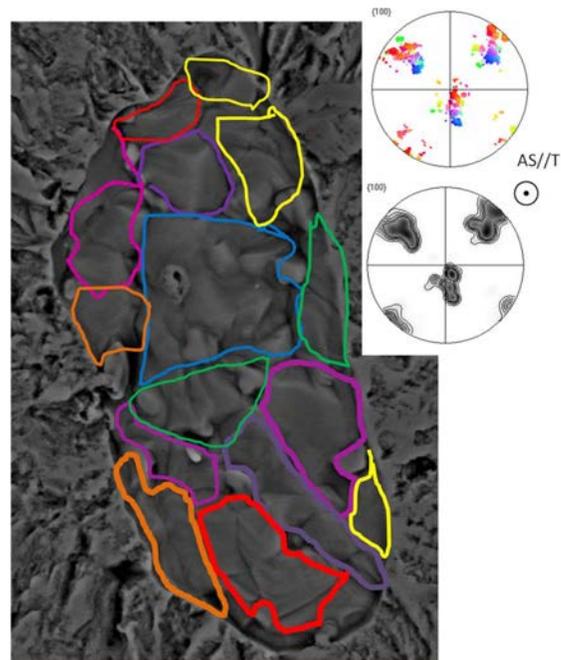


Figure 5-34 : Orientations des sous-grains β du site d'amorçage de type 2 de C_pb_1. Les contours des sous-grains ont été délimités approximativement à partir de mesures d'orientations réalisées par EBSD manuellement sur le faciès brut. La couleur du contour traduit la direction cristallographique β // à AS selon le code de couleur du triangle standard (IPF//AS). Les orientations β sont représentées à l'aide de la figure de pôles $\{100\}$ (données d'orientations discrètes et densité de pôles, la direction AS est normale au plan de projection).

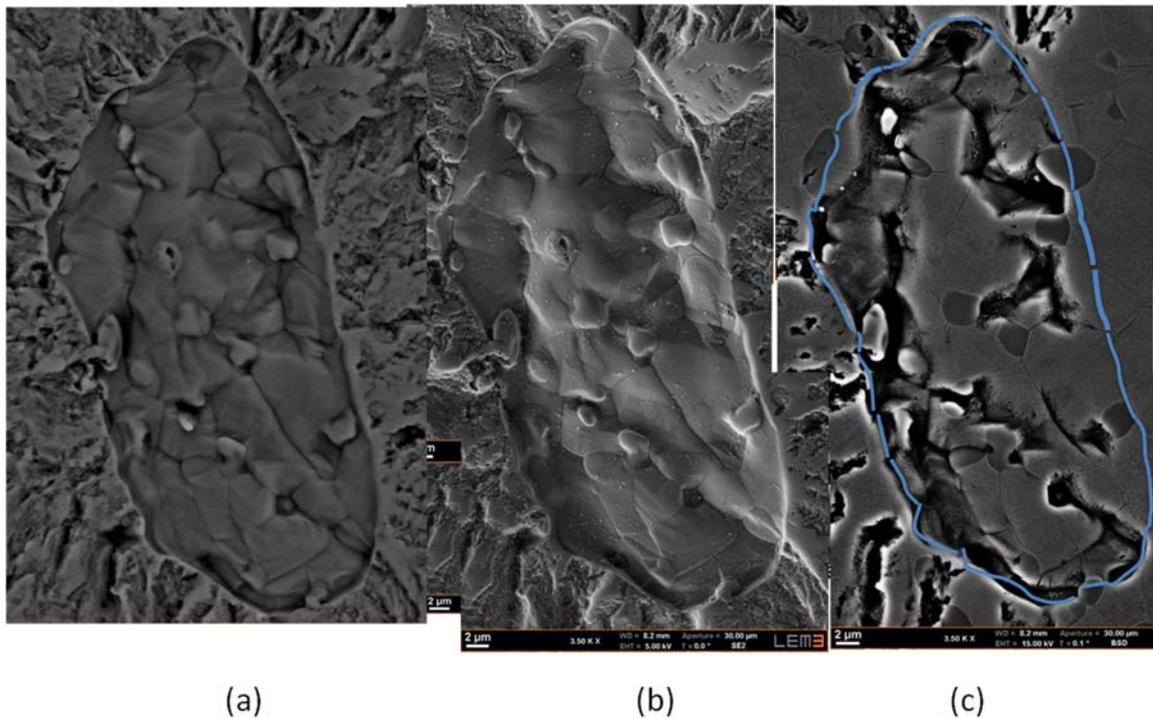
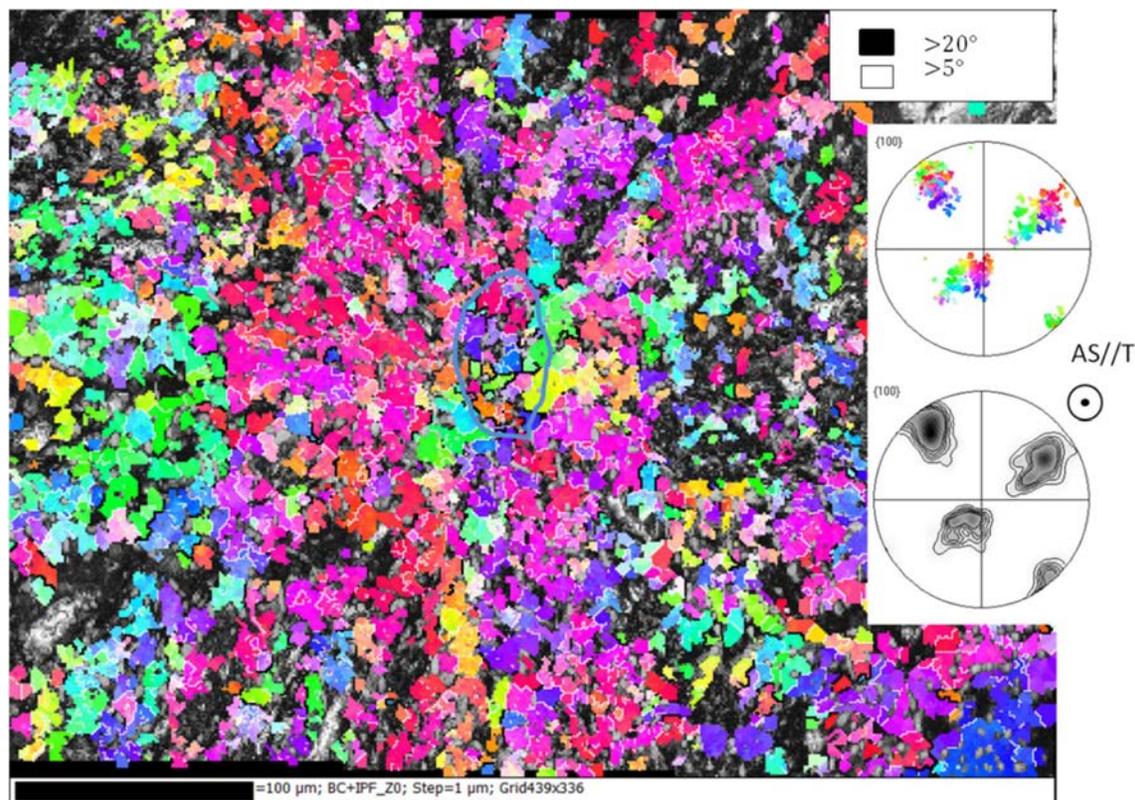


Figure 5-35 : Topologie du site d'amorçage de l'éprouvette C_pb_1 (a) en SE (15kV) (b) en SE (5kV) Image de l'extrême surface et (c) image du site après un premier polissage. La ligne bleue indique les frontières du site.

La microtexture β environnante a été mesurée avec un pas de 1 μm sur une zone centrée sur le site d'amorçage de l'éprouvette **C_pb_1** (Figure 5-36). Ces données ont été obtenues après un deuxième polissage et en utilisant 'Merengue 2'. Cette analyse à une échelle mésoscopique confirme que le site d'amorçage (repéré par le cercle bleu) se situe au sein d'un large grain β primaire (rouge/fuchsia) dans une zone β très fragmentée. Les sous-joints de grains β de désorientation angulaire supérieure à 5° (en blanc) et à 20° (en noir) mettent en évidence la forte fragmentation du grain β primaire. On rappelle qu'une telle fragmentation a également été observée dans la billette à proximité des joints β primaires (section 4.1.1 du chapitre 4). Dans la couture, les joints β/β primaires forment des interfaces très broyées et ces joints primaires sont aussi probablement de taille plus importante. En effet, le matriçage a augmenté à la fois le rapport d'aspect des grains primaires et leur taux de corroyage.



5.2. Microstructure et microtexture des nodules α_p

Les nodules α_p sont directement visibles sur le faciès brut, sous forme de "bosses". Ceci est mis en évidence dans la Figure 5-35 par comparaison des images avant et après un léger polissage. Ceci indique que les nodules α_p ont subi une forte décohésion avec la matrice environnante.

Les nodules α_p sont de taille et de morphologie standards au sein de l'environnement du site: ils ont une taille moyenne de 3 μm et ne sont pas allongés (comme illustré par l'image BSE de la microstructure de l'éprouvette **C_pb_1** dans la Figure 5-35c). Ils sont entourés par une fine zone de déplétion (sans précipitation α_s) comme déjà observé par Duval [11] et Escalé [178]. Escalé a attribué cette zone de déplétion à la différence de répartition des éléments α/β -gènes. Lors de la formation des nodules en régime diffusional, les nodules s'enrichissent en éléments α -gènes et rejettent les éléments β -gènes vers la matrice β environnante. T. Duval [11] et Dufour [179] ont aussi observé l'apparition de fissures aux interfaces nodules/matrice vieillie lors de sollicitations cycliques. Duval a expliqué ce phénomène à partir de l'accumulation de la déformation plastique dans la zone de déplétion autour des nodules qui se comportent comme des éléments indéformables plastiquement.

Les nodules α_p au sein de ces 4 sites d'amorçage ne présentent pas une orientation cristallographique unique. Ils ont majoritairement leur axe $\langle c \rangle$ quasi-perpendiculaire à l'AS (entre 68 et 90°). Ceci est illustré par les Figure 5-37 et 5-38 qui présentent les orientations cristallographiques de la phase α de l'éprouvette **C_pb_1** sur le faciès brut. La Figure 5-37 indique les nodules α_p par des triangles (a) et les colonies α_s par des ellipses (b). Leur couleur traduit la direction cristallographique parallèle à AS selon le code du triangle standard (IPF//AS//T). Les orientations des différents constituants (β , α_p et α_s) sont également projetées sous forme de FPs et FPs inverses dans la Figure 5-38.

Peu de nodules sont en RO avec les sous-grains β , comme on peut le voir en comparant les pôles $\{0002\}_\alpha$ et $\{110\}_\beta$ dans la Figure 5-38. Cela est plutôt typique des régions où les grains primaires sont fragmentés (section 4.2.2 du chapitre 4).

Les nodules qui présentent une décohésion avec la matrice ne présentent pas de traces d'activité plastique ni de fissures ni de gradients d'orientations importants. Ils ont agit comme des particules "dures" malgré leur orientation plutôt propice au glissement prismatique. Ceci pourrait être une conséquence de l'effet de taille (3 μm) par rapport à la présence de colonies α_s de taille supérieure et en RO avec la matrice β environnante (discuté dans la section suivante).

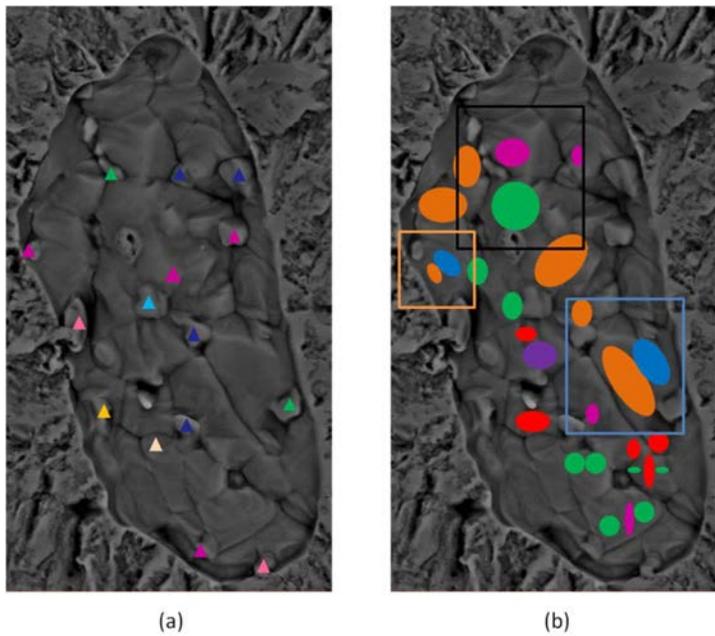


Figure 5-37 : Site d'amorçage de type 2 (**C_PB_1**): (a) Les nodules α_p sont signalés sur les faciès brut avec des triangles et (b) les colonies de lamelles α_s par des ellipses . La couleur traduit la direction cristallographique $\alpha //$ à AS selon le code du triangle standard associé. Les carrés localisent les micrographies montrées dans la Figure 5-40 et les analyses dans la Figure 5-42

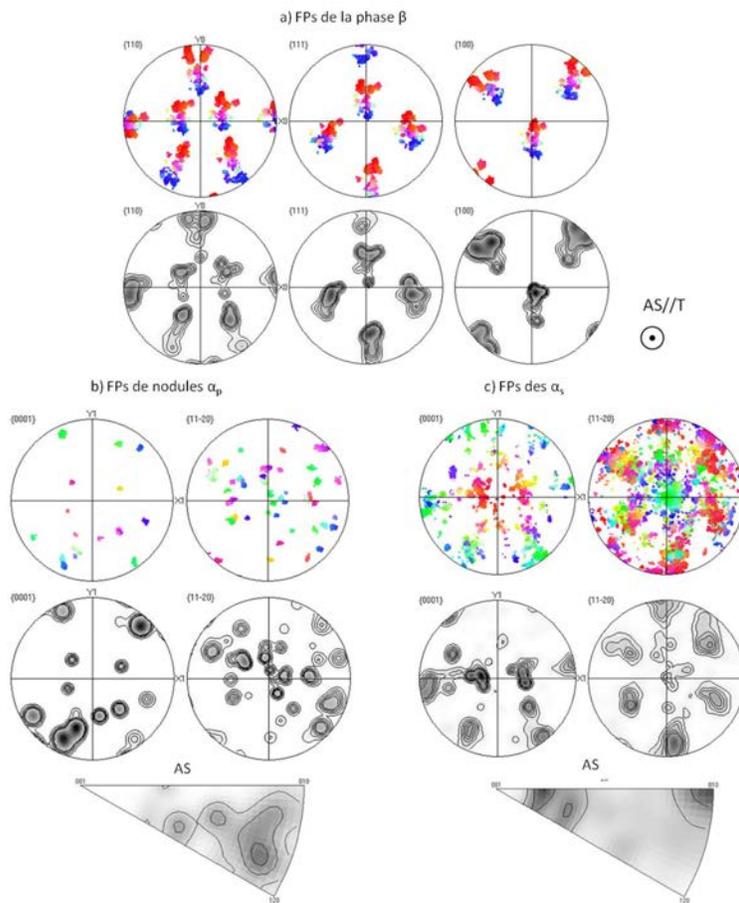


Figure 5-38 : Orientations mesurées au niveau de site d'amorçage de l'éprouvette **C_pb_1** projetées sous forme de Figures de Pôles discrètes, de densité et inverses (a) de la phase β ; (b) des nodules α_p , (c) et des lamelles α_s .

Deux éprouvettes (**C_pb_5** et **C_ph_4**) présentent également des facettes de clivage au niveau du faciès brut même si le clivage ne semble pas être le mécanisme de rupture dominant (Figure 5-39). Parfois ces facettes présentent en plus des cavités, comme illustré dans la Figure 5-39b.

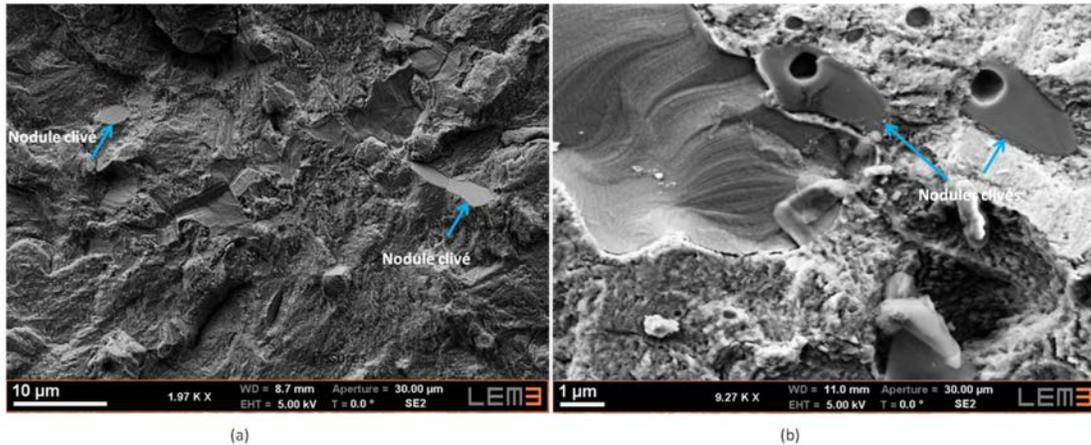


Figure 5-39 : Facettes de clivage au niveau des nodules α_p (a) dans l'éprouvette **C_ph_4** et (b) présence des cavités au sein des nodules clivés dans l'éprouvette **C_pb_5**.

5.3. Microstructure et microtexture des lamelles α_s

Les analyses EBSD révèlent la présence au sein des sites de type 2, de nombreux domaines cristallins de 1 à 8 μm de diamètre qui recouvrent des lamelles α_s . Elles n'ont pas forcément une orientation α unique mais partagent toujours un même axe $\langle c \rangle$. Ces domaines sont localisés par des ellipses au niveau du site de l'éprouvette **C_pb_1** dans la Figure 5-37b et leurs orientations sont données sous la forme de FPs et FP inverse dans la Figure 5-38c .

La microstructure des lamelles α_s est parfois partiellement visible sur le faciès brut (comme illustré dans la Figure 5-41 dans les éprouvettes **C_pb_5** et **C_ph_5**). Dans certains cas, les domaines cristallins couvrent des lamelles α_s parallèles (comme confirmé en imagerie BSE après polissage). Dans d'autres cas, deux orientations morphologiques ont été observées. Des gros plans de la microstructure sous-jacente au sein du site **C_pb_1** sont montrés dans la Figure 5-40 (la localisation des zones imagées sur le faciès brut est donnée dans la Figure 5-37b). On distingue quelques colonies de lamelles parallèles mais aussi des configurations plus complexes. Dans le chapitre 4, nous avons déjà montré que ce qui est indexé comme un même domaine cristallin peut potentiellement correspondre à l'intrication de lamelles avec un angle de 90° , correspondant à deux variantes cristallographiques désorientées de $10,5^\circ$ autour de $\langle 0002 \rangle$.

Ceci illustre la difficulté de reconnaître les domaines cristallins α_s en imagerie BSE et la nécessité de réaliser de l'EBSD pour les identifier.

Les différents domaines cristallins présents au sein des sites d'amorçage correspondent souvent à des variantes différentes. Ainsi pour l'éprouvette **C_pb_1**, au moins 10 variantes cristallographiques

sont représentées. Les variantes α_s avec leurs axes $\langle c \rangle$ à 45° de l'AS présentent la fraction la plus importante.

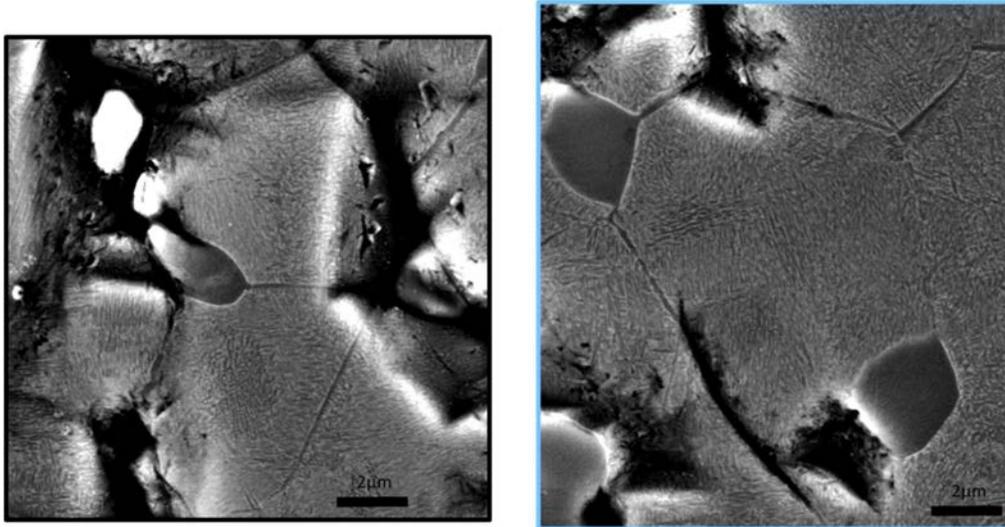


Figure 5-40 : Gros plans sur les domaines cristallins α_s mesurés au sein du site d'amorçage de l'éprouvette C_{pb_1} et repérés dans la Figure 5-37b.

Des observations au MEB à basse tension ont révélé des lignes/marches parallèles plus ou moins courbes et plus ou moins marquées sur la surface des sous-grains β transformés. Ces lignes traduisent probablement une activité plastique. Cela indique que potentiellement les colonies α_s ont joué un rôle déterminant dans le mécanisme de rupture. Deux exemples de faciès correspondant aux éprouvettes C_{pb_5} et C_{ph_5} sont donnés dans la Figure 5-41. Sous ces lignes, la microstructure est visible directement même sur le faciès brut.

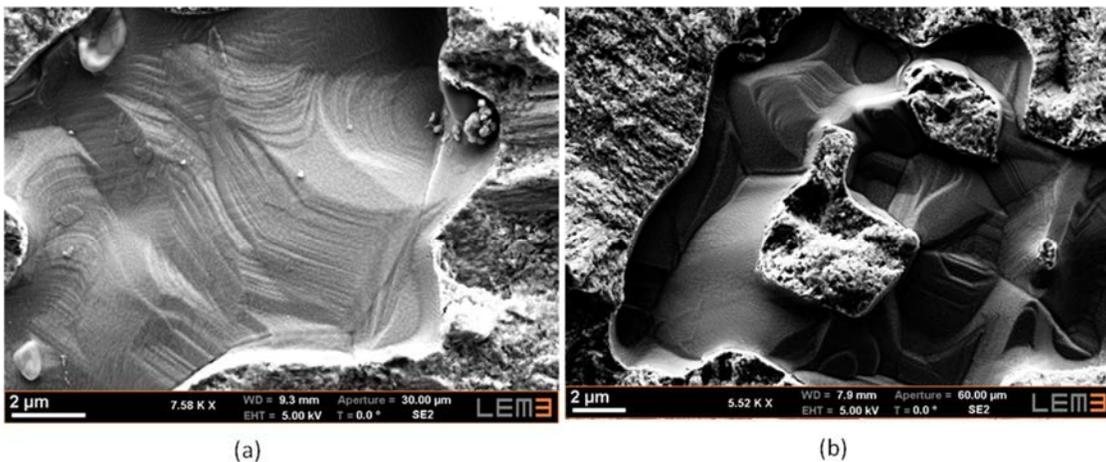


Figure 5-41 : Gros plan sur une zone du site en déchaussement du faciès brut où des lignes/marches parallèles et la microstructure sous-jacente sont visibles (lamelles α_s) (a) éprouvette C_{pb_5} (b) éprouvette C_{ph_5} .

Dans l'éprouvette C_{pb_1} , les analyses EBSD ont révélé que ces lignes droites sont compatibles avec la trace de plans de glissement au sein des colonies α_s . La Figure 5-42a montre la zone avec ces lignes (direction donnée par la ligne verte) sur le faciès brut de l'éprouvette C_{pb_1} (détecteur InLens

sensible à la topologie de l'extrême surface). Sous ces lignes, des colonies de lamelles α_s avec 2 directions morphologiques données par les lignes rouges sont visibles en imagerie BSE (Figure 5-42b). Deux orientations cristallographiques α_s ont été mesurées et sont localisées par des ellipses bleues et oranges. Leurs orientations sont projetées dans les FP et FP inverse associées (Figure 5-42c et d) et correspondent à deux variantes désorientées de $60^\circ/[11-20]$. Les lignes de glissement sont compatibles avec la trace d'un système prismatique pour l'orientation bleue dont la normale au plan est entourée en noir dans la FP et dont le facteur de Schmid est de 0,48. Par contre, cela n'explique pas la continuité des lignes dans la colonie orange. Pour justifier de cette continuité, il faudrait que des systèmes de glissement communs aux deux colonies puissent être activés. Or, des colonies présentant une désorientation de type 2 (voir section 3.1.3 du chapitre 1) ont 3 paires de systèmes de glissement à moins de 4° l'un de l'autre (1 pyramidal $\langle a \rangle$ et 2 pyramidal 1^{er} ordre $\langle c+a \rangle$). Dans notre exemple, la trace du système pyramidal $\langle a \rangle$ commun n'est pas très éloignée de celles des lignes d'autant que la résolution angulaire absolue de l'EBSDB est de l'ordre de 2° et que les lignes ont été mesurées sur une surface non parallèle au plan d'observation. Ainsi il pourrait être possible que les colonies désorientées de $60^\circ/[11-20]$ qui sont très fréquentes du fait de la sélection de variantes, puissent aussi se comporter comme une entité cristalline unique.

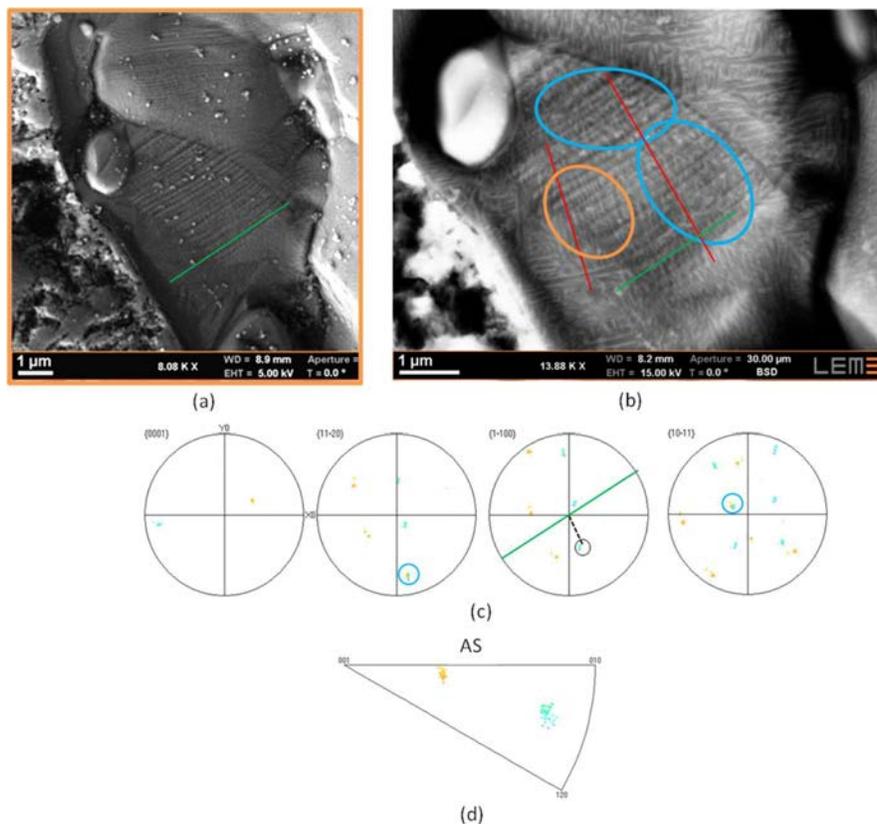


Figure 5-42 : Gros plan sur une zone du site en déchaussement du facies brut de l'éprouvette *C_pb_1*- (a) Visualisation des lignes de glissement (direction donnée par la ligne verte) et (b) de la microstructure sous-jacente mettant en évidence la présence de colonies de lamelles α_s (direction morphologique donnée par ligne rouge). Les ellipses bleues et orange indiquent les zones où les orientations ont été mesurées en EBSD (c) orientation des lamelles α_s et trace des lignes de glissement qui sont compatibles avec la trace d'un plan prismatique de l'orientation bleue (entourée en noir). Les cercles bleus indiquent la direction $\langle 11-20 \rangle$ et le plan pyramidal $\langle 10-11 \rangle$ en commun entre les deux orientations (d) FP inverse des orientations des lamelles α_s .

5.4. Analyse des frontières du site

Les sites d'amorçage sont délimités par différentes configurations microstructurales, comme illustré sur l'éprouvette **C_pb_1** dans la Figure 5-43. Cette figure montre une image BSE du site après légère polissage avec une carte EBSD (pas de 0,1 μm , IPF//AS=T) acquise de part et d'autre de la frontière droite du site. On distingue que les frontières du site traversent :

- des interfaces nodules α_p /matrice vieillis (en blanc),
- des sous-joints β (en rouge),
- des nodules α_p (en vert),
- des sous-grains β (en bleu).

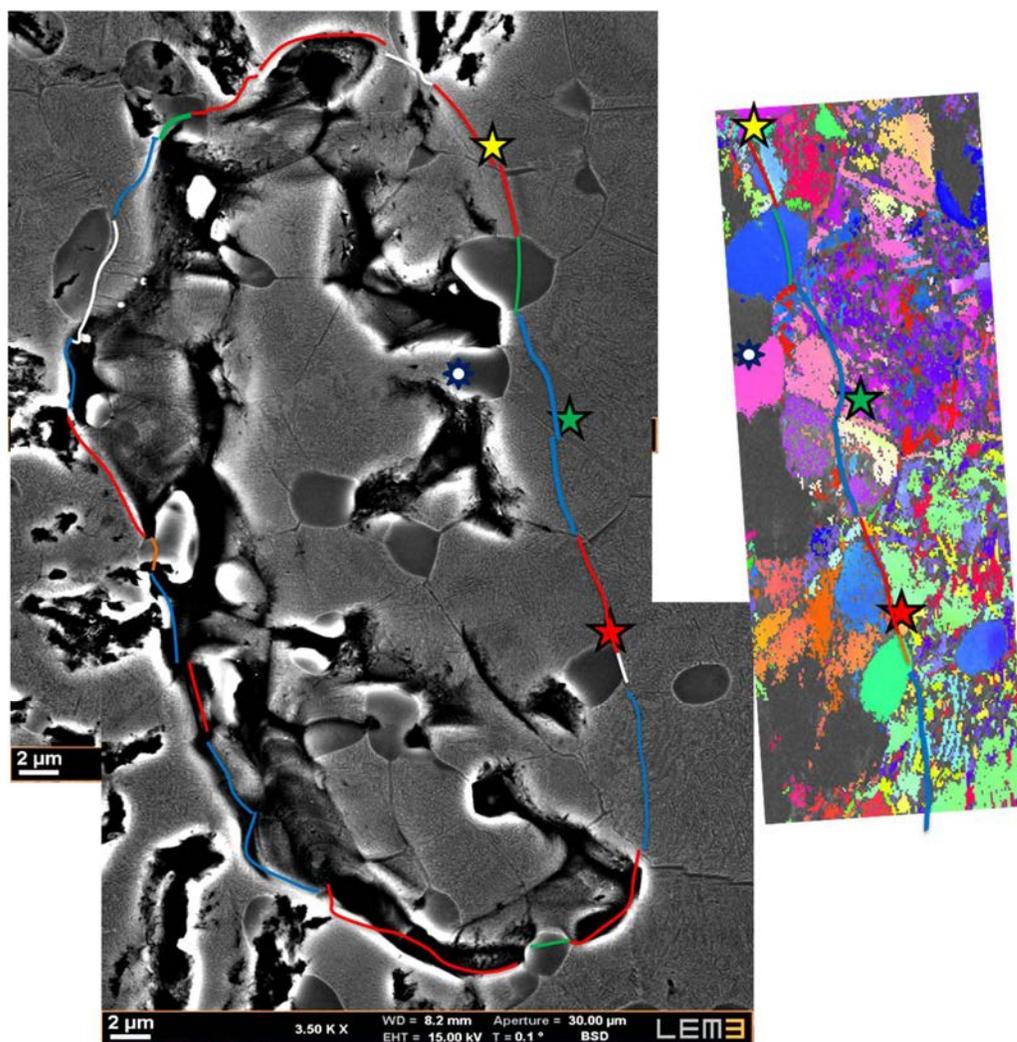


Figure 5-43 : Image BSE du site d'amorçage de l'éprouvette **C_pb_1** partiellement polie. et carte EBSD (IPF T//AS) de la phase α à la frontière du site d'amorçage. Les symboles en couleurs servent de références pour identifier un même détail sur la carte EBSD et l'image BSE (des gros plans de ces zones sont donnés dans les Figures 5-44 et 5-45)

La Figure 5-43 montre que les domaines cristallins α_s sont plus grands à l'intérieur du site d'amorçage que dans son environnement où la microstructure est plus enchevêtrée. Mis à part les cas où elle

coupe des nodules, la frontière sépare toujours des domaines cristallins α_s d'orientations différentes. Ceci est illustré par les gros plans signalés par une étoile dans la Figure 5-43 et montré dans les figures suivantes. Les étoiles jaune et rouge correspondent à la frontière qui suit des sous-joints β , ici avec des colonies de part et d'autre (Figure 5-44a et b). L'étoile verte présente un exemple où la frontière traverse un sous-grain β en séparant une colonie d'une zone enchevêtrée (Figure 5-45). Ici on voit deux grands domaines cristallins α_s (de même orientation cristallographique mais deux directions morphologiques) à l'intérieur du site d'amorçage (à gauche de la ligne bleue), et des lamelles α_s de l'autre côté de la frontière (à droite) de différentes orientations et organisées en panier tressé.

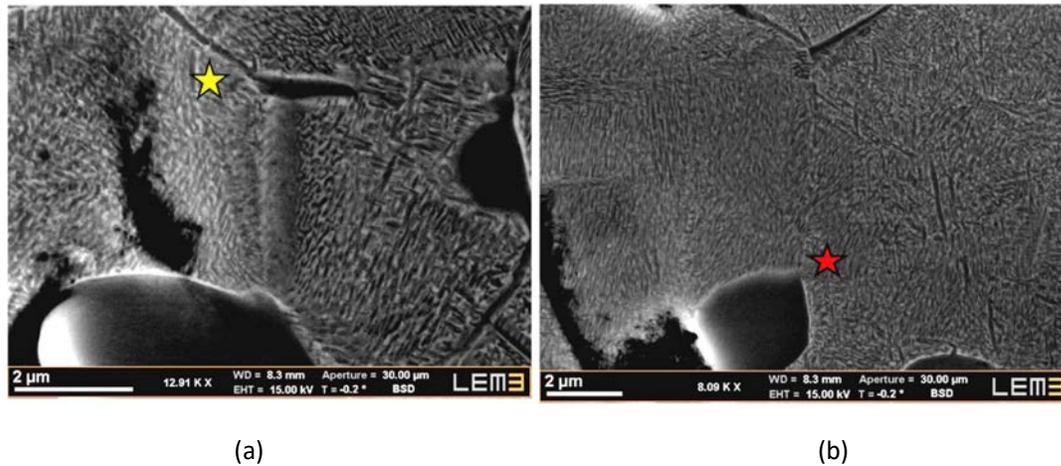


Figure 5-44 : Images BSE de la microstructure au niveau de la frontière du site d'amorçage. À ces endroits la frontière longe les sous-joints β avec des colonies de part et d'autre

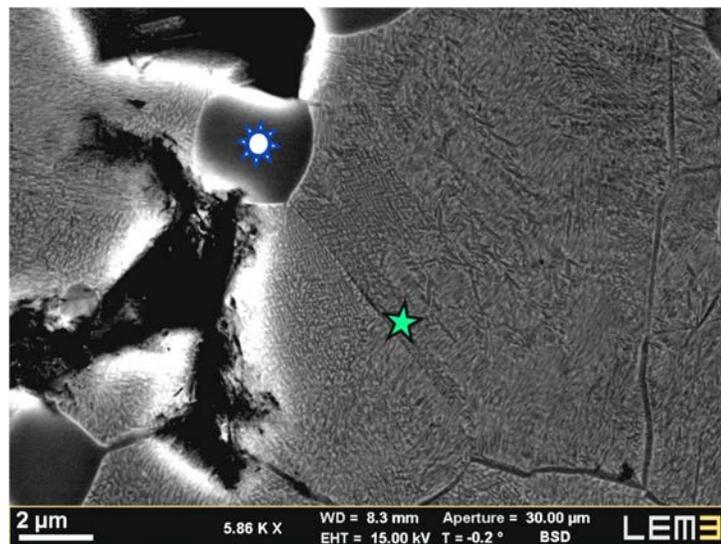


Figure 5-45 : Image BSE de la microstructure au niveau de la frontière du site d'amorçage. Celle-ci se propage entre une zone qui correspond à deux domaines cristallins d'une seule orientation α et une autre en panier tressé (plusieurs variantes présentes).

5.5. Apport de coupes FIB pour l'étude locale de la microstructure

Dans le but d'obtenir une information locale plus complète de la microstructure et microtexture au sein de sites d'amorçage de type 2, nous avons exploré l'apport de coupes FIB. Une étude de faisabilité, présentée section 7.3 du chapitre 3, avait été appliquée à l'éprouvette HC_pb_1 (site type 1) et avait révélé le potentiel d'une telle approche.

Dans cette section, cette approche a été appliquée à l'éprouvette C_pb_5. Cette éprouvette présente plusieurs sites d'amorçage de type 2 de tailles variables. On identifie en particulier une zone de taille adaptée (20 à 30 μ m) pour une découpe FIB et qui recouvre plusieurs sites. Ainsi l'analyse 3D sur cette zone permet de caractériser la microstructure/microtexture sous-jacente à plusieurs sites d'amorçage et leurs frontières.

5.5.1. Analyse fractographique avant découpe FIB

L'image du faciès de rupture brut de l'éprouvette C_pb_5 est montrée sur la Figure 5-46. Cette éprouvette a la particularité de présenter 8 sites d'amorçage (numérotés de 1 à 8 sur la Figure) qui apparaissent comme des îlots isolés dans le faciès brut.

L'expérience acquise pour analyser les sites de type 2 à partir des observations fractographiques, nous permet de déduire les informations suivantes :

- Les différents sites contiennent peu des nodules α_p .
- la topologie des sites est typique de la présence de sous-grains β , délimités par la précipitation α_{sgb} visible par le réseau de sillons, et transformés en lamelles α_s présentant toujours le même relief d'extrême surface (fait de lignes plus ou moins courbes et des marches plus ou moins marquées).
- Par ailleurs des fissures profondes, également caractéristiques des sites de type 2 (voir section 3.3.4) sont aussi visibles sur le faciès brut à gauche et à droite des sites d'amorçage, comme illustré dans la Figure 5-46.

Avant découpe FIB, un léger polissage suivi d'une analyse EBSD ont été effectués dans le plan transversal de l'éprouvette principalement au niveau du site n°1. Certains résultats sont présentés par la suite dans l'objectif de les comparer avec les données obtenues par TKD.

L'analyse basée sur la découpe FIB comprend deux volets:

- une analyse 3D de la microstructure sur une zone couvrant les sites n°4 (partiellement), 6, 7, 8 et la fissure profonde à droite du site n°6 sur la Figure 5-46,
- l'extraction d'une lame mince au niveau du site d'amorçage 1 et la réalisation de cartes d'orientations par TKD.

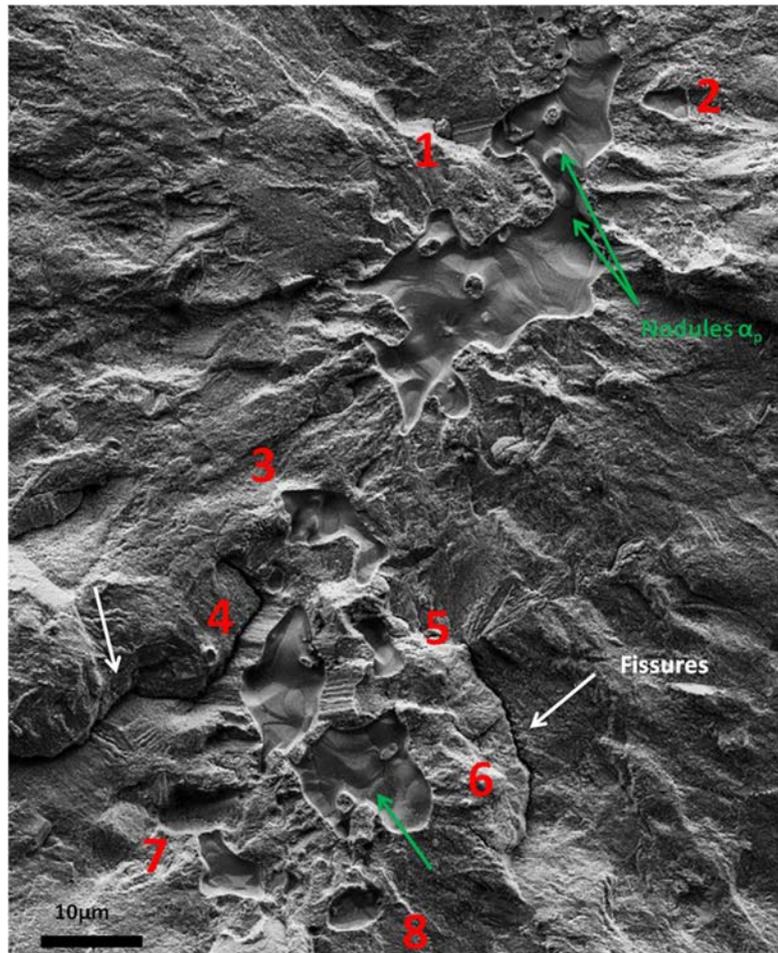


Figure 5-46 : Sites d'amorçage numérotés sur le faciès brut de l'éprouvette *C_pb_5*. Des nodules qui présentent de la décohésion sont signalés par des flèches vertes. De grandes fissures autour du site sont signalées par des flèches blanches.

5.5.2. Localisation et pré-découpe de la zone analysée par imagerie 3D

Le rectangle dessiné sur le faciès brut dans la Figure 5-47a localise la zone de ($30 \times 20 \mu\text{m}^2$) analysée en imagerie 3D. Elle comprend les 4 sites d'amorçage (n° 4, 6, 7 et 8) et la fissure qui se trouve à droite du site n°6. Cette zone est revêtue d'un dépôt de protection (pour éviter l'implantation d'ions gallium à l'extrême surface de la zone à analyser).

Les coupes FIB se font perpendiculairement au faciès après avoir dégagé la zone à analyser comme visualisé sur la Figure 5-47b. Le temps nécessaire pour dégager la zone d'analyse a été de 15 heures (cette opération se fait de manière automatisée pendant la nuit).

L'acquisition des images de la microstructure pour la reconstruction 3D a ensuite été faite après chaque coupe FIB selon le plan d'observation marqué par le rectangle bleu ($30 \mu\text{m} \times 25 \mu\text{m}$) dans la Figure 5-47b. Ces opérations sont répétées jusqu'à couper toute la zone marquée dans la Figure 5-47a. La première coupe démarre dans le plan A et progresse avec un pas de 15nm d'épaisseur jusqu'à atteindre le plan E (plans indiqués sur la Figure 5-47a). Cela correspond à 1330 images

obtenues en 11 heures. Cette technique permet donc de caractériser la microstructure à l'extrême surface sous les sites d'amorçage, sur un volume de $30 \times 20 \times 25 \mu\text{m}$.

Différents traitements en analyse d'images ont ensuite été appliqués aux micrographies pour améliorer leurs contrastes et réduire les effets 'rideaux' dus au faisceau FIB.

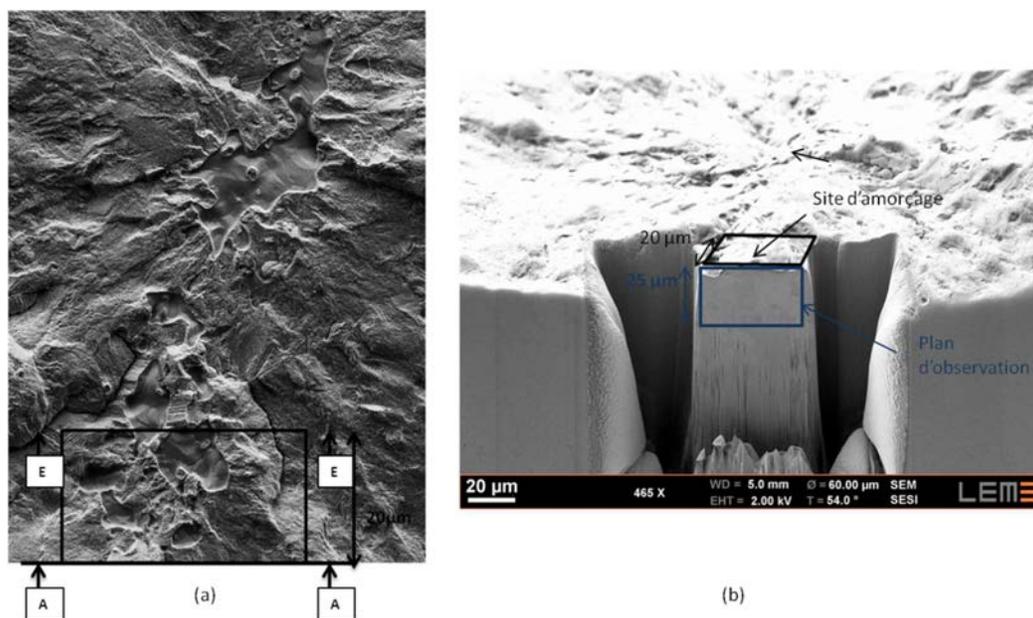


Figure 5-47 : (a) Image en SE du site d'amorçage brut. Le rectangle noir entoure la section découpée et imagée en 3D (b) dégagement de la matière avant imagerie 3D. Le rectangle bleu indique la section découpée au FIB en faisceau rasant qui sera directement imagée en SE.

5.5.3. Résultat de l'analyse 3D

Les 1330 images ont été assemblées pour réaliser une vidéo qui permet de visualiser en volume la microstructure sous-jacente de 3 sites d'amorçage isolés complets (sites n°6, 7 et 8 dans la Figure 5-46), et d'une partie du site n°4. Ici nous présentons des images correspondant aux 4 plans de coupe (B, C, D et E) qui progressent dans le volume comme montré dans la Figure 5-48. À chaque fois un ou deux sites d'amorçage sont interceptés. Enfin, la dernière section découpée au FIB (plan E) a été cartographiée en EBSD avec un pas de 70nm.

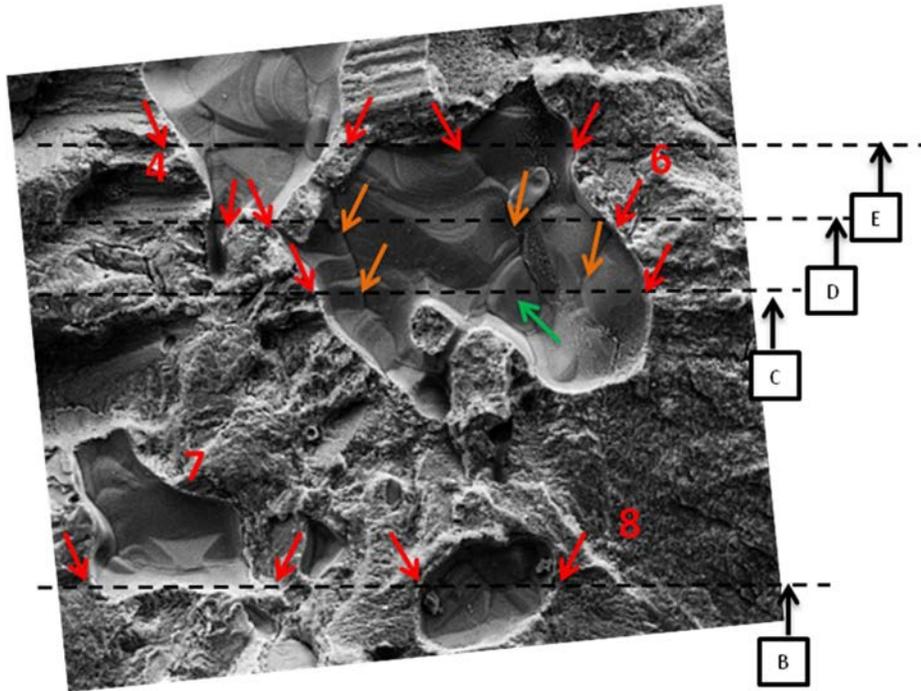


Figure 5-48 : Localisation de plans de coupe particuliers B, C, D et E, dont les micrographies sont montrées par la suite. Comme repère, les flèches rouges indiquent les frontières des sites, les flèches oranges des sous-joints β et la flèche verte un nodule α_p .

La Figure 5-49 montre les images InLens de la microstructure sous-jacente dans les plans B, C et D. Les frontières de chaque site d'amorçage sont repérées par des flèches rouges.

À partir de la vue du site au niveau du faciès et de la reconstruction 3D à partir des images prises, nous avons remarqué que la microstructure sous-jacente aux sites d'amorçage correspond à des colonies de lamelles α_s très fines par rapport aux lamelles plus grossières à leurs côtés (voir les trois plans de la Figure 5-49).

Les sillons observés au sein des sites sur le faciès brut (flèches oranges dans la Figure 5-48) correspondent bien à des sous-joint β décorés par des liserés α_{sgb} , comme montré dans les plans de coupe C et D dans la Figure 5-49.

Les frontières des sites correspondent dans la plupart de cas à des frontières soit entre deux colonies α_s , soit entre deux configurations morphologiques de lamelles α_s différentes (colonie/panier tressé) (voir les trois plans de découpe de la Figure 5-49), soit à des sous-joints β décorés d'un liseré α_{sgb} (voir plan C de la Figure 5-49) ou soit à des interfaces nodules α_p /matrice vieillie.

Notamment, le chemin de propagation de la fissure, repérée par des flèches blanches sur le faciès brut dans la Figure 5-46 a été visualisé grâce à la reconstruction de la microstructure en 3D. La fissure

se propage dans le volume en suivant soit des sous-joints β (plan C), soit entre deux configurations de lamelles α_s différentes (plans C et D), soit elle contourne les nodules α_p (plan D).

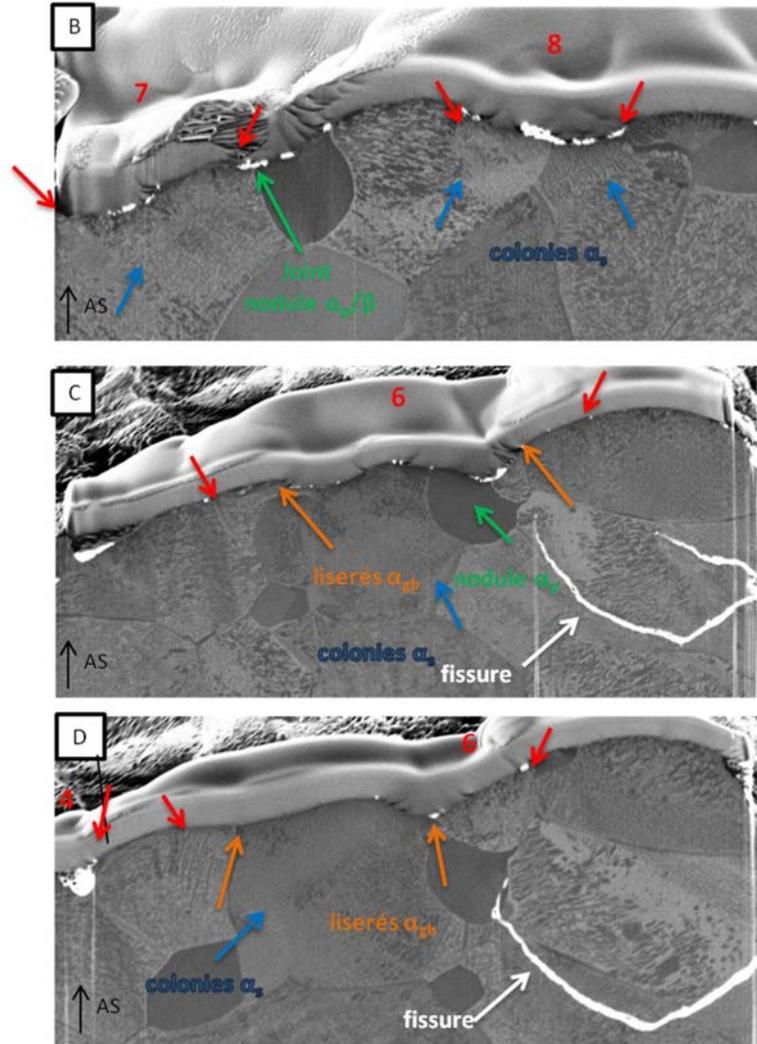


Figure 5-49 : Microstructure au niveau des plans de coupe B, C et D. Les flèches rouges indiquent les frontières des sites, les flèches oranges des sous-joints β , la flèche verte un nodule α_p et les flèches bleues des colonies.

La Figure 5-50 montre la micrographie du dernier plan de coupe (E) et les analyses EBSD correspondantes. Ce plan contient deux sites d'amorçage (n°4 et 6) et la grande fissure. Les cartes IPF//AS de la phase α et β sont montrées dans la Figure 5-50c et d. Les constituants α_p/α_s ont été séparés manuellement (Figure 5-50e) et la microtexture β de haute température a été reconstruite (Figure 5-50f). Les FP montrant les orientations de chaque constituant sont montrées dans la Figure 5-51.

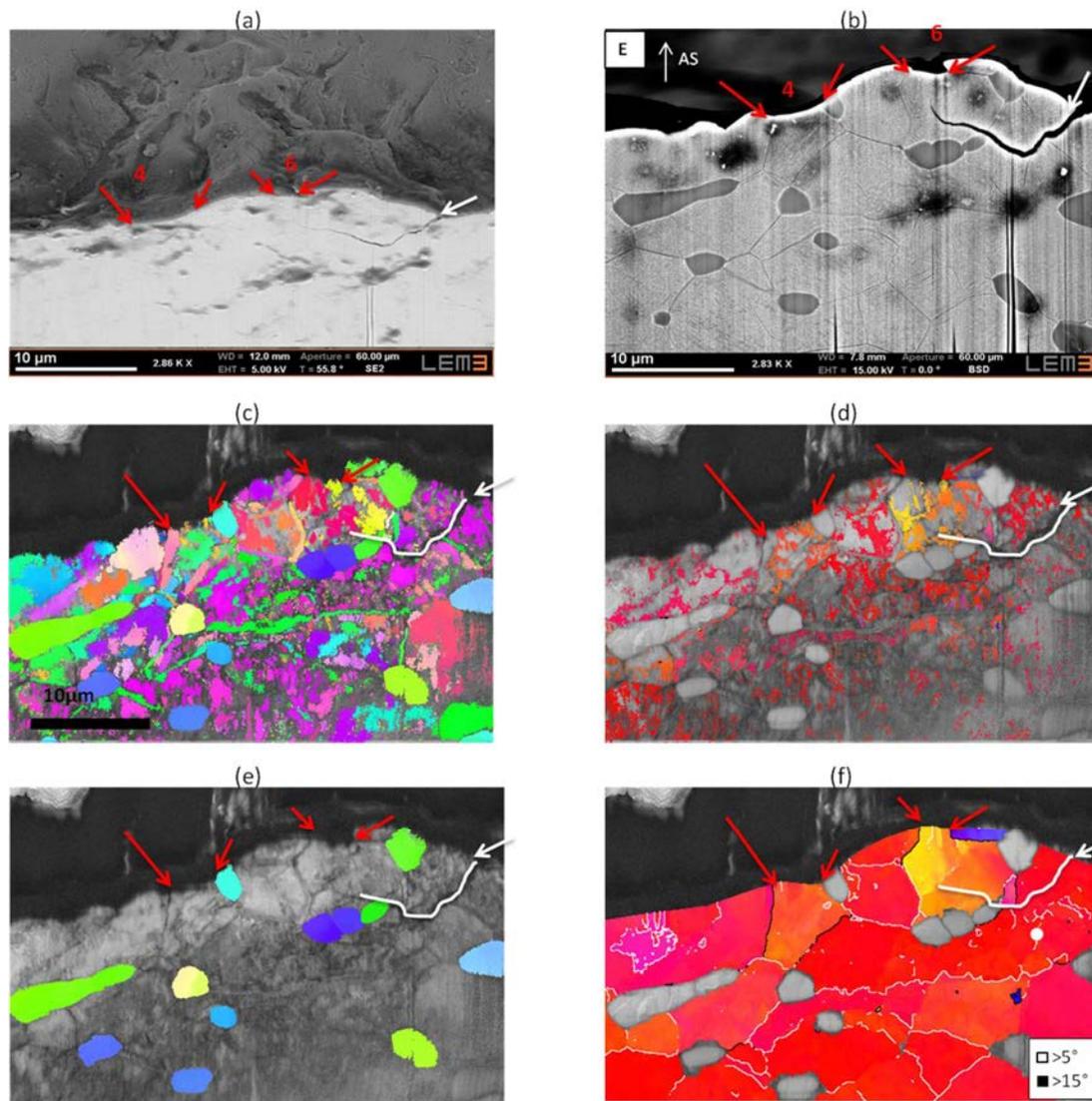


Figure 5-50 : Microstructure et microtexture sous-jacentes aux sites d'amorçage n° 4 et 6 (Figure 5-46) de l'éprouvette *C_pb_5* au niveau du dernier plan de coupe E (Figure 5-48). (a) Vue du plan du faciès de rupture avec les sites d'amorçage et du dernier plan de coupe au FIB (b) Image BSE sur le dernier plan de coupe indiqué par E. Cartes IPF AS//T (c) de la phase α (d) de la phase β mesurée (e) des nodules α_p et (f) de la phase β reconstruite.

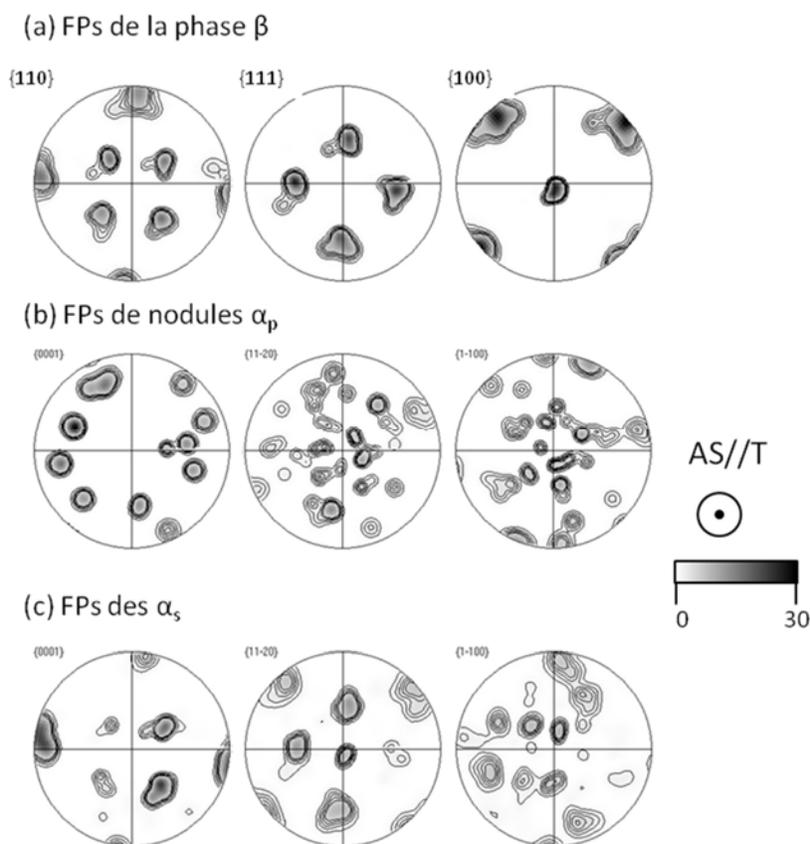


Figure 5-51 : Figures de pôles en densité de pôles des orientations mesurées dans le plan de coupe E (Figure 5-50) du site d'amorçage de l'éprouvette *C_pb_5* (a) de la phase β ; (b) des nodules α_p , (c) et des lamelles α_s .

Les nodules dans l'environnement du site ont différentes orientations et ne gardent aucune trace de la RO avec la phase β . Ils ne présentent pas non plus de traces de plasticité. Leur gradient d'orientation interne est souvent inférieur à 1° sur $3\mu\text{m}$ et peut atteindre au maximum $2,8^\circ$ sur la même distance.

La carte d'orientation de la phase β reconstruite met en évidence que l'orientation du grain β primaire correspond à une composante de texture où $\langle 100 \rangle // \text{AS(T)}$, comme dans tous les cas des points bas de type 2. On rappelle, que cette composante de texture β est majoritaire dans la Couture. À proximité du faciès, les sous-joints β ont de fortes désorientations ($>15^\circ$) par opposition aux sous-joints β plus éloignés. Ces fortes désorientations pourraient entraîner des incompatibilités de déformation et contribuer à la concentration de contraintes. On remarque aussi que les sillons visibles sur le faciès bruts suivent ces sous-joints fortement désorientés.

Des gros plans de la microstructure et microtexture α sous-jacentes aux sites n°4 et 6 sont montrés dans la Figure 5-52. Leurs orientations sont montrées par des cartes IPF //AS, des PFs et des PFs inverses dans la même figure. Ces analyses EBSD confirment la présence de domaines cristallins α_s avec une orientation α majoritaire, qui correspondent à des lamelles très fines avec deux orientations morphologiques. Cependant, d'autres colonies, parfois de plus grandes tailles, sont aussi

visibles dans le voisinage. Ces colonies se sont développées à partir de sous-joints β de fortes désorientations ($>15^\circ$).

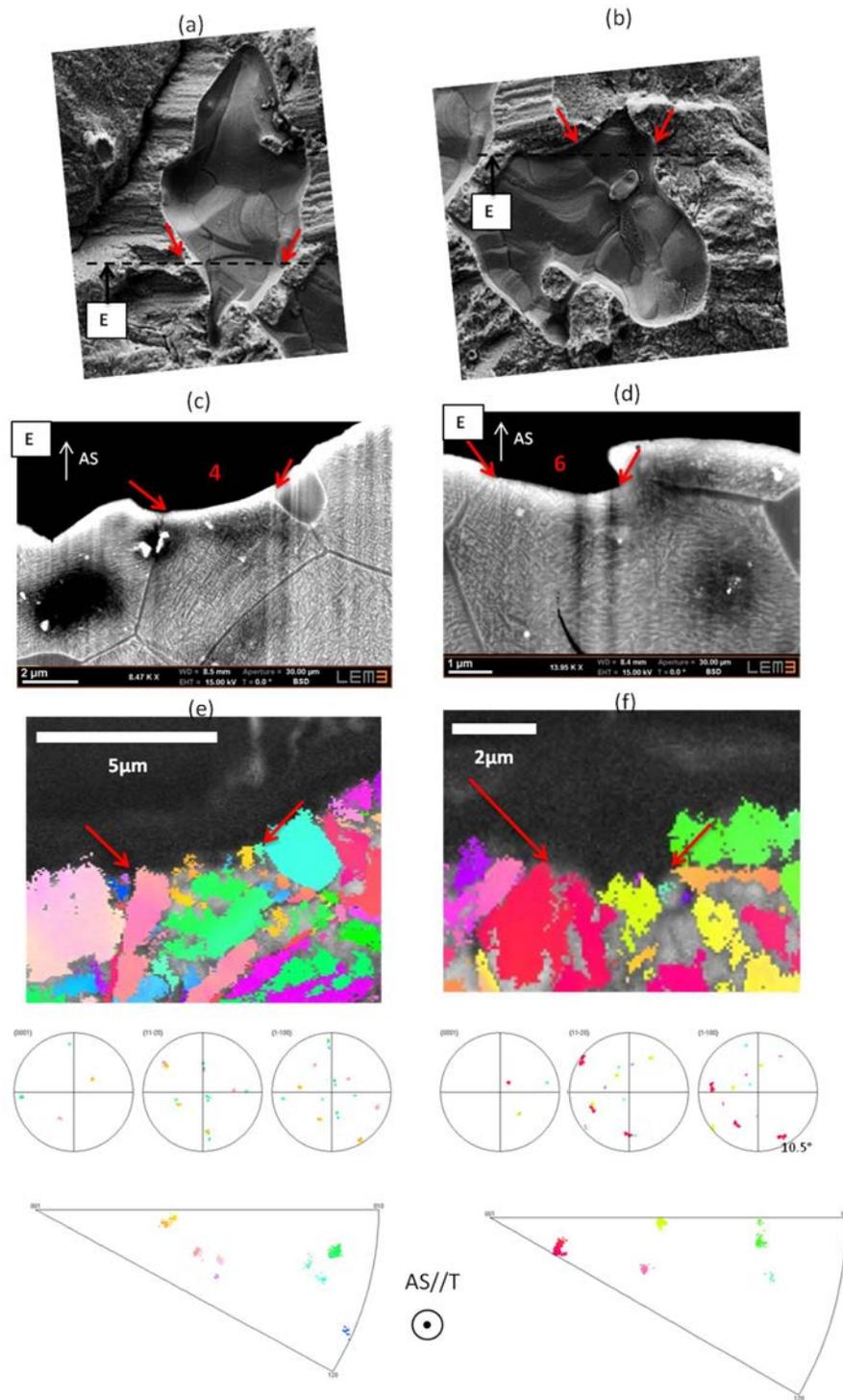


Figure 5-52 : Images des sites (a) n° 4 et (b) n° 6 sur le faciès bruts. Image BSE au niveau de la coupe E (c) du site n°4 et (d) du site n°6. Carte IPF//AS de la phase α et orientations des domaines α au sein du site (e) n°4 et (f) du site n°6.

Les FP de la Figure 5-52d montrent que la colonie rouge avec deux orientations morphologiques correspond à deux variantes α qui partagent le même axe $\langle c \rangle$ mais sont désorientées de $10,5^\circ$. Dans les autres cas (sites n° 4 et 6), nous avons mesuré une seule orientation α au sein des domaines cristallins.

D'autres variantes α sont aussi identifiées au sein des sites mais beaucoup moins importantes en taille avec une orientation de l'axe $\langle c \rangle$ proche de la perpendiculaire à l'AS.

5.5.4. Localisation et analyse de la lame mince

Nous avons prélevé au FIB d'une lame mince au niveau d'une zone d'un site de type 2 où le faciès présente des lignes courbes sur l'éprouvette **C_pb_5** (type 2). Notre objectif était double : imager la microstructure α_s à très haute résolution et analyser les orientations des lamelles α_s avec la résolution spatiale améliorée par TKD.

La localisation de prélèvement est montrée dans la Figure 5-53. Elle couvre sur le faciès une zone de $7\mu\text{m} \times 0,12\mu\text{m}$. Les différentes étapes du prélèvement de la lame ont été illustrées dans la section 7.4 du chapitre 3. Il faut noter que le plan d'observation de la lame se trouve dans le plan perpendiculaire au faciès sur $10\mu\text{m}$ de profondeur.

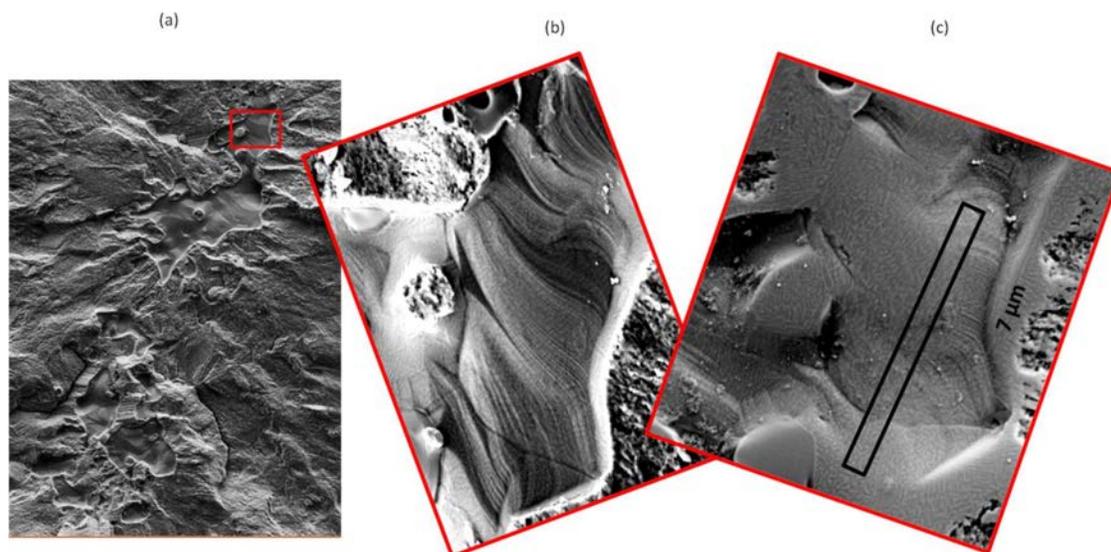


Figure 5-53 : Localisation de la zone de prélèvement de la lame mince sur le faciès brut de l'éprouvette **C_pb_5** : (a) vue d'ensemble du site d'amorçage étudié - le carré rouge repère la zone de prélèvement, (b) gros plan sur le site d'amorçage concerné, (c) localisation de la zone de découpe de la lame TEM après un léger polissage du faciès permettant de révéler la microstructure en imagerie BSE.

Avant prélèvement de la lame, le faciès a été légèrement poli pour imager la microstructure en BSE et capter quelques orientations par EBSD. Le bilan de cette analyse préliminaire est présenté dans la Figure 5-54. Des traits de couleur repèrent le même détail sur les images avant et après polissage. On pointe en jaune un sous-joint β décoré par un liseré α_{sgb} , qui est visible sur la lame TEM. Les ellipses colorées sur l'image BSE indiquent les domaines α_s pour lesquels les orientations ont pu être

mesurées ponctuellement (voir la FP {0002} associée, la couleur de l'ellipse respecte aussi le code de couleur de l'IPF//AS). On distingue différentes orientations α_s au sein de la zone analysée : quatre domaines présentent majoritairement l'axe $\langle c \rangle$ proche de l'AS, et un domaine plus petit dont l'orientation de l'axe $\langle c \rangle$ est perpendiculaire à AS. Les variantes des domaines fuchsia, rose et vert seront probablement visibles sur la lame mince, donc pour les repérer plus facilement par la suite nous les avons appelées V1, V2, V3 et V4 respectivement.

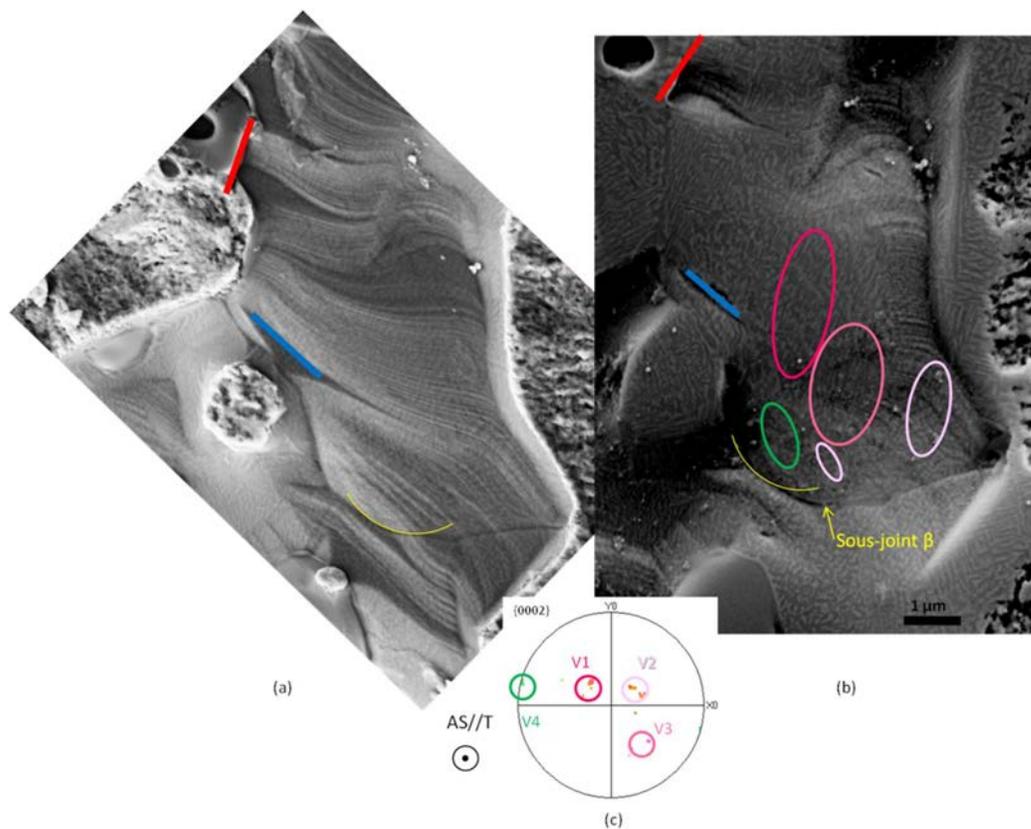


Figure 5-54 : (a) Faciès brut (b) Image BSE du faciès légèrement poli. Les cercles en couleur indiquent les zones pour lesquelles des indexations ont été obtenues par EBSD, des zones majoritairement en colonies α_s . (c) FP {0002} α indiquant les orientations des domaines α_s identifiés.

5.5.5. Analyse des colonies α , par TKD

L'image de la lame mince obtenue au microscope électronique en transmission (TEM) en champ clair est montrée sur la Figure 5-55. On identifie la progression en volume du sous-joint β (repéré en jaune sur le faciès de la Figure 5-47). À gauche de ce sous-joint, on peut voir une colonie de lamelles

parallèles. Cette organisation était moins visible sur le faciès du fait d'un effet de coupe. Cela illustre encore la difficulté de reconnaître les colonies sur un seul plan de coupe et la nécessité de faire de l'EBSD pour identifier un même domaine cristallin.

Dans la même figure, on indique l'emplacement des deux cartographies réalisées par TKD (avec un pas de 10nm) et présentées par la suite. Comme mentionné dans la section 7.4 du chapitre 3, cette technique permet une caractérisation plus fine des lamelles α_s grâce à sa résolution spatiale améliorée (4nm) par rapport à l'EBSD standard (50nm) et donc un meilleur taux d'indexation des zones avec des lamelles enchevêtrées.

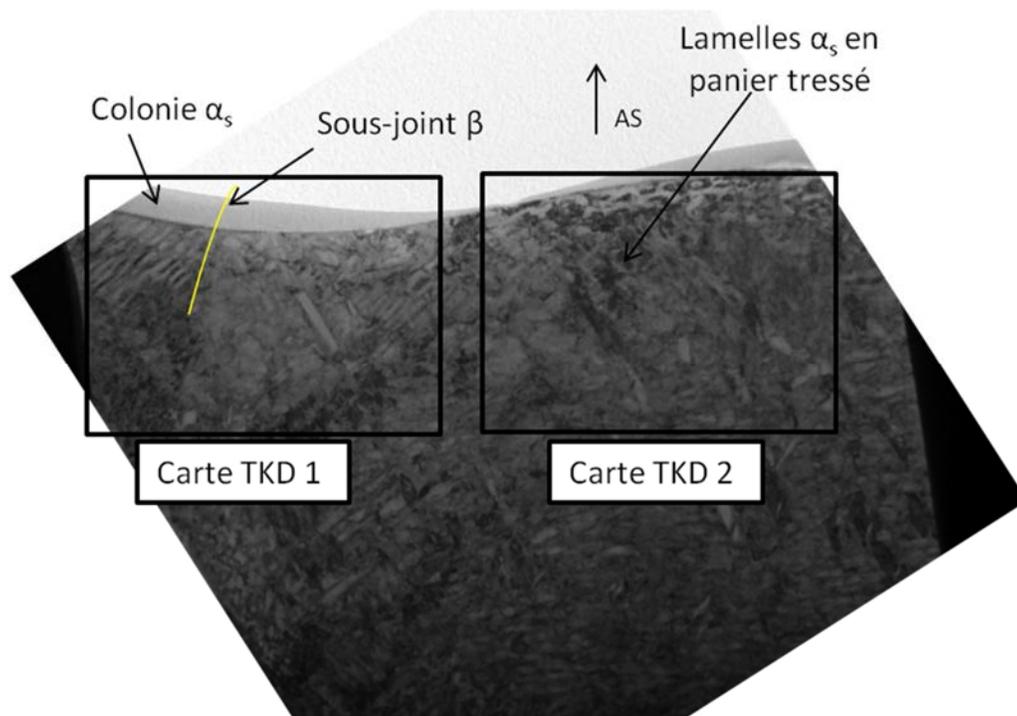


Figure 5-55 : Microstructure au sein de la lame TEM (zone de prélèvement indiquée dans la Figure 5-53) - éprouvette *C_pb_5*. On distingue des zones en colonies et en panier tressé. Les rectangles noirs indiquent l'emplacement des cartes TKD présentées par la suite.

L'analyse réalisée sur la carte TKD 1 ($3,5 \times 2,6 \mu\text{m}$) est synthétisée dans la Figure 5-56. L'image FSD montrée dans Figure 5-56a est une image obtenue en transmission acquise avec les diodes fixées sur l'écran phosphore (la configuration de la caméra est montrée dans la Figure 3-21 du chapitre 3). On peut voir sur cette image le sous-joint β marqué en jaune. La carte de la phase β montrée dans la Figure 5-56c révèle deux orientations β de part et d'autre du sous-joint. Celles ci appartiennent à la même fibre $\langle 100 \rangle // AS$ et sont désorientées de 15° .

La carte et les FP de la phase α (Figure 5-56b) montrent que la variante **V4** domine en surface (ce domaine s'étend sur 1,5 μm) et que les variantes V3 et V6 sont très minoritaires. On retrouve en sous-surface une 2ème variante (**V5**) désorientée de 90° par rapport à **V4** (morphologiquement et cristallographiquement). En EBSD standard, cette variante n'aurait pas pu être détectée car elle est à peine visible en surface.

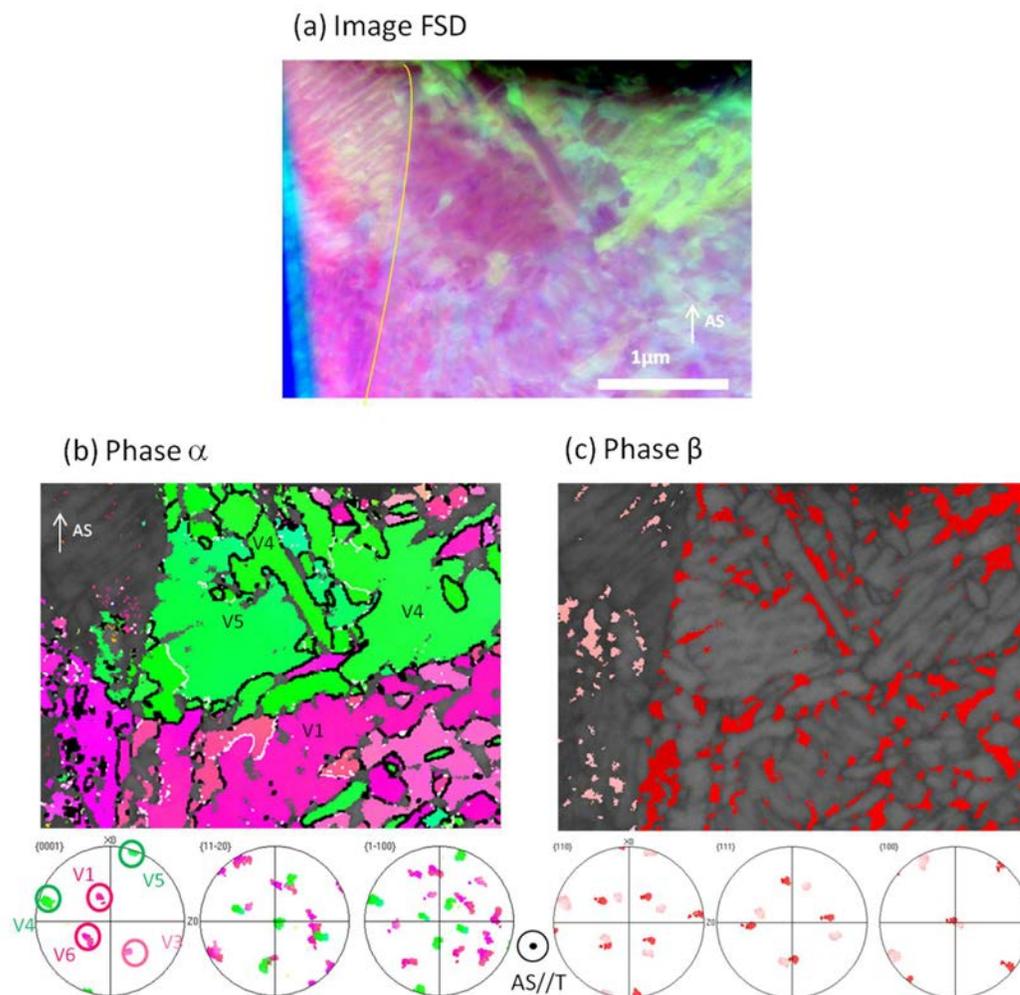


Figure 5-56 : Carte TKD 1:(a) Image FSD de la zone contenant le sous-joint β (b) Carte IPF//AS et FPs (projetées dans le plan du faciès) de la phase α , (c) carte IPF//AS et FPs (projetées dans le plan du faciès) de la phase β .

De façon surprenante, la colonie α_s à gauche du sous-joint β (visible dans l'image TEM et aussi en FSD) n'a pas été indexée. Dans cette zone, les diagrammes de Kikuchi de la phase α sont de très bonne qualité mais en axe de zone (comme illustré dans la Figure 5-57). Ceci pose actuellement des problèmes d'indexation automatique. Indexée manuellement, cette colonie correspond à la variante **V4**. Dans le volume, la variante (**V1**) déjà mesurée sur le faciès brut est aussi présente.

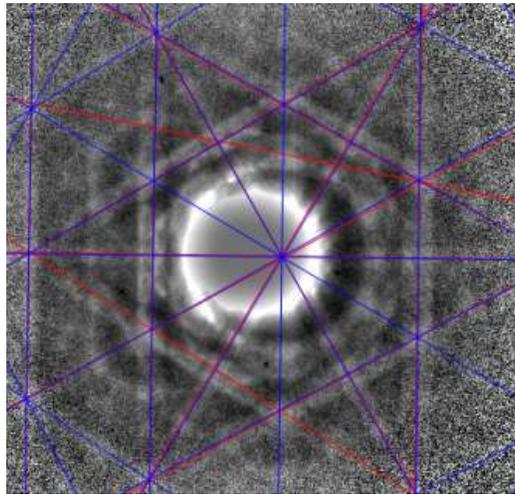


Figure 5-57 : Cliché obtenu en TKD et indexé manuellement.

L'analyse réalisée sur la carte TKD 2 (3,5 x 2,6 μ m) est synthétisée dans la Figure 5-58. La carte débouche au niveau du faciès sur une zone du site présentant des traces d'activité plastique (lignes courbes-voir Figure 5-53). Le sous-grain β est le même que précédemment (carte TKD 1). Il appartient à la fibre $\langle 100 \rangle // AS$ et il n'y a pas de sous-joints visibles dans cette zone au niveau du faciès. Par contre, la microstructure α_s est à nouveau plus complexe qu'une organisation en colonies avec plusieurs variantes héritées de l'orientation β . À l'extrême surface (zone en contact avec le faciès), on identifie la variante majoritaire **V3** (qui s'étend sur plus de 2 μ m). Par contre, elle ne se développe pas en volume où on observe davantage une organisation en panier tressé avec un enchevêtrement de 3 variantes.

Ainsi la partie du site d'amorçage encadrée en rouge dans la Figure 5-53 et qui présente ces lignes courbes correspond à un même sous grain β d'orientation $\langle 100 \rangle // AS$ et à deux variantes majoritaires **V3** et **V4** (héritées par la RO de Burgers). Ces deux variantes ont une désorientation de type 2 et partagent donc 3 systèmes de glissement. Par contre, aucun des systèmes communs ne correspond aux lignes de glissement. Ceux qui correspondent le mieux sont deux systèmes prismatiques distincts qui ont aussi un facteur de Schmid élevé.

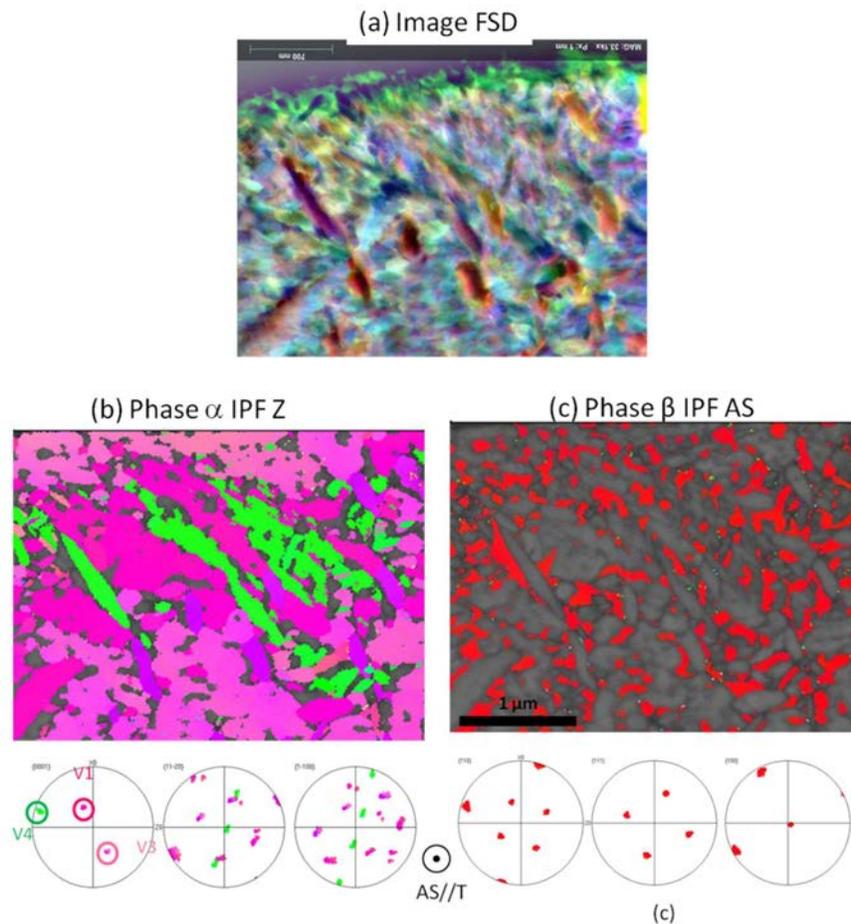


Figure 5-58 : Carte TKD 2. (a) Image FSD de la zone (b) Carte IPF//AS et FPs (projetées dans le plan du faciès) de la phase α . Les cercles en couleur indiquent les variantes présentes (c) carte IPF//AS et FPs de la phase β

5.6. Bilan

Les sites d'amorçage de type 2 se développent selon des surfaces de forme et topologie irrégulières, ce qui traduit des caractéristiques d'une rupture intergranulaire [176], [180] par décohésion des interfaces, donc, un mécanisme de rupture différent de celui des sites de type 1. À notre connaissance, ces sites d'amorçage n'ont pas été reportés dans la littérature dans les alliages de titane.

Ils sont moins fréquents que le type 1 et présentent une durée de vie en moyenne plus basse (900k cycles en moyenne pour 7 éprouvettes issues de tranches différentes) avec une dispersion légèrement moins forte (de 1 590k cycles d'étendue) (voir Figure 5-25). Ces sites ont été trouvés exclusivement **dans la couture** où la texture morphologique et cristallographique des grains β primaires est très différente de celle HC.

La rupture des éprouvettes points bas se situe toujours dans les deux tiers externes de la longueur utile (voir Tableau 5-1 et Figure 5-16). Cela suggère que l'orientation des joints β primaires par

rapport à l'AS a une grande influence sur le comportement mécanique. À cet endroit, les grains β primaires (ellipsoïdes écrasées) sont inclinés par rapport à la section de l'éprouvette. Cette inclinaison correspond à une situation intermédiaire entre les éprouvettes T/R et L discutées dans le chapitre 4, qui présentent aussi des comportements mécaniques différents. En effet, les hétérogénéités de microtexture (comme les sous-grains β les plus fragmentés et les colonies) sont fréquents le long des joints β/β primaires. Ainsi les grains inclinés exposent davantage ces zones "faibles" à des contraintes de cisaillement fortes. Cette configuration rend le comportement macroscopique très sensible aux hétérogénéités qui peuvent s'y trouver et conduire à un endommagement précoce. Il serait d'ailleurs intéressant de confirmer les différences de propriétés mécaniques entre C et HC par une campagne d'essais de traction.

Dans ce travail, nous avons analysé la microstructure et microtexture des sites d'amorçage de 4 points bas en détail. Ces sites étant parallèles à la section de l'éprouvette, cela facilite la mesure des orientations par EBSD à leur extrême surface. L'imagerie 3D (par découpe FIB) et la TKD sur une lame mince prélevée dans des zones de décohésion ont permis de compléter notre compréhension des microstructures au sein des sites d'amorçage. L'ensemble des analyses réalisées permet une meilleure interprétation des détails topologiques du faciès en lien avec la microstructure sous-jacente. Les principales observations sont résumées ci-dessous :

- Les nodules α_p apparaissent sous forme de "bosses". Ceci traduit de la décohésion au niveau de l'interface nodules/matrice vieillie. Les creux observés sur le faciès sont aussi attribuables à des nodules α_p mais restés sur l'autre morceau d'éprouvette. L'endommagement à l'interface entre les nodules α_p et la matrice vieillie a déjà été rapporté dans la littérature [11], [179] lors de sollicitations cycliques. À notre connaissance, des sites d'amorçage montrant des nodules avec une décohésion nette matrice/nodules n'a pas encore été rapportée. Au sein de ces sites et dans leur environnement, les nodules α_p ont des morphologies et tailles standards et n'appartiennent pas à des macrozones. Ceci est cohérent avec une zone β fragmentée. Ils ne présentent pas de fissures ni de traces de déformation plastique.
- Les sillons suivent les liserés α_{sgb} aux sous-joints β (souvent de forte désorientation $>15^\circ$). Ils révèlent donc des sous-grains β .
- Ces sites se trouvent toujours au sein d'un grain β primaire d'orientation $\langle 100 \rangle // AS$ (composante de texture renforcée dans la Couture par le matriçage). La désorientation entre sous-grains est très forte, elle est souvent supérieure à 15° entre sous-grains adjacents et peut atteindre jusqu'à 40° entre sous-grains non adjacents
- Les lamelles α_s sont partiellement visibles en BSE sur le faciès brut, mais leur organisation en colonie/panier tressé n'est pas toujours évidente. Une importante présence des domaines cristallins de taille entre 1 et $8 \mu\text{m}$ ont été mesurés en EBSD. Nous avons déjà pointé dans le chapitre 4, le lien entre la présence des colonies et les zones plus fragmentés en β . Ces domaines cristallins sont parfois de taille supérieure aux nodules α_p , et ont donc des longueurs de glissement plus importantes que ceux-ci. Par conséquent, leurs interfaces sont des sites privilégiés pour l'apparition de microfissures. Une importante fraction de domaines α_s présentent leur axe $\langle c \rangle$ à 45° de l'AS ce qui favorise le glissement basal. Or il est reporté

dans la littérature que les fissures qui se développent à partir des plans basaux apparaissent plus tôt et de se propagent plus vite [181]. Les lignes parallèles droites visibles dans l'extrême surface des sous-grains β transformés sont compatibles avec la trace de lignes de glissement selon le plan prismatique dans une colonie de lamelles α_s . Ces marches créées par le glissement planaire ont probablement émergé sur la surface libre ouverte par la fissure avant la rupture finale, pour permettre la relaxation de contraintes dans le volume.

- La démarcation franche du site traverse différents interfaces : nodules α_p /matrice vieillie, des sous-joints β décorés par un liseré α_{sgb} ou deux domaines cristallins α_s différents. Elle peut aussi traverser les nodules α_p . L'allongement du site est aligné dans le même sens que les grains β (L).
- Les multiples fissures visibles sur le faciès sont fortement déviées par les nombreuses interfaces. La fissure se propage dans le volume suivant soit des sous-joints β , soit entre deux zones avec des lamelles α_s de configurations différentes, soit elle contourne les nodules α_p . À une échelle macroscopique elles suivent l'allongement des grains β (L)

Au sein du site, la décohésion a probablement eu lieu au niveau des interfaces entre domaines cristallins α_s (d'orientations ou configurations morphologiques différentes), entre sous-grains β (sous-joints β), et entre nodules α_p et matrice vieillie. Dans les microstructures bimodales, Terlinde et al. [105] ont signalé ces 3 sites de germination de microcavités entre 5 possibles (il faut rajouter l'interface β /lamelles α_s , interface liseré α_{sgb} /nodule α_p). Ces cinq sites sont illustrés sur la Figure 1-25 du chapitre 1. Ce serait important d'identifier les constituants et leurs orientations cristallographiques sur l'autre demi éprouvette pour mieux expliquer les incompatibilités qui ont amené à l'amorçage de fissures.

6. Conclusions

L'objectif de ce chapitre est double :

- (1) Caractériser les hétérogénéités de microstructure, microtexture et texture introduites par le matriçage à partir des analyses à différentes localisations sur une tranche forgée.
- (2) Caractériser les configurations à l'origine de la dispersion des propriétés en fatigue à partir de l'étude approfondie des faciès de rupture.

- (1) Caractérisation des hétérogénéités de microstructure, microtexture et texture introduites par le matriçage.

Tout d'abord, on peut noter que la fraction de nodules α_p est en moyenne inférieure à celle de la billette. Cela indique que la température de matriçage était supérieure à celle de la mise en solution de la billette. Il peut également y avoir un échauffement adiabatique conséquent lors du matriçage. Ensuite, nos résultats montrent que le procédé de matriçage a modifié la microstructure et la texture à différentes localisations et notamment au niveau du plan de joint des matrices ou Couture.

À 90° en dehors de la couture (HC), la microstructure et la texture sont similaires à celles de la billette. Parmi les petites différences, on note un léger renforcement des pôles {100} dans la direction T.

Au niveau de la couture, le matériau a subi une histoire thermomécanique différente qui se traduit par une modification marquée de la forme et de la texture cristallographique de la phase β . Les grains β primaires ont été écrasés selon une direction proche de R mais qui varie dans le plan (R, T) selon l'écoulement local de la matière (E). La texture β est plus marquée avec un pôle {100}//T très marqué et des pôles {111}//T et {110}//R moins forts. Les nodules α_p y sont plus allongés et des colonies α_s sont nombreuses aux interfaces entre grains β primaires. La modification de la forme des grains β primaires a entraîné une nouvelle distribution spatiale de colonies de α_s .

(2) Caractériser les configurations à l'origine de la dispersion des propriétés en fatigue à partir de l'étude approfondie des faciès de rupture.

Dans un deuxième temps, nous avons réalisé l'étude des faciès de rupture des éprouvettes issues de la campagne d'essais de fatigue en distinguant celles avec une durée de vie courte et longue. Deux types de site d'amorçage ont été identifiés à partir de l'analyse fractographique classique. Une analyse avancée (en intégrant de l'imagerie au MEB couplé à l'analyse EBSD) des microstructures et microtextures au sein des sites a été réalisée pour déterminer les configurations à l'origine de la baisse de tenue en fatigue. De plus, de nouvelles techniques comme l'imagerie 3D par découpe FIB et l'analyse des orientations par TKD ont été appliquées aux sites de type 2 pour une caractérisation plus locale et précise.

Les éprouvettes prélevées HC ont en moyenne une vie de 1 226k cycles avec une dispersion de 986k cycles (différence entre la durée de vie maximale et minimale). Elles présentent essentiellement des sites d'amorçage surfaciques ou de type 1. Ce type de site se caractérise par des surfaces planes de taille moyenne de 45 x 20 μm sans limite définie et inclinées de 25° en moyenne par rapport à la section des éprouvettes. Au sein de ces sites, on retrouve souvent un nodule α_p clivé. Dans leur environnement, il y a des microfissures qui se trouvent à l'intérieur des nodules ou à leur interface avec la matrice vieillie. Dans la littérature, des sites d'amorçage semblables ont été reportés sur l'alliage Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr [111], [177]. La texture basale des nodules α_p au sein d'un grain β primaire d'orientation $\langle 110 \rangle$ //AS contribue à réduire les durées de vie.

Les éprouvettes prélevées dans la C présentent en moyenne une durée de vie de 1 553k cycles supérieure à celles prélevées HC mais avec une dispersion beaucoup plus marquée de 2 320k cycles. Les éprouvettes avec une grande durée de vie ont présenté soit des amorçages surfaciques soit des faciès de type 1. La durée de vie importante pourrait être liée à la texture β très forte avec absence de grains β orientés $\langle 110 \rangle$ selon T et donc absence de composantes basales au niveau de la phase α .

Cependant, la texture cristallographique et aussi morphologique des grains β primaires évolue dans la longueur de l'éprouvette et ceci est probablement à l'origine de la baisse des durées de vie de certaines éprouvettes et donc de la grande dispersion. En effet, tous les amorçages des

éprouvettes avec une faible durée de vie (9 essais non valides inclus) ont eu lieu en dehors du tiers central de l'éprouvette donc à un endroit où les grains β primaires sont inclinés par rapport à l'AS. Ceci indique que la morphologie des grains primaires et les hétérogénéités qui se forment à leur frontière ont une grande influence sur le comportement en fatigue. Dans ce groupe d'éprouvettes, un deuxième mécanisme de rupture a été identifié (sites d'amorçage de type 2 ou déchaussement) associé à une rupture intercrystalline par décohésion des différentes interfaces. L'étude de sites de type 2 a été approfondie en ajoutant d'autres éprouvettes de différentes campagnes qui présentent ce type de site d'amorçage.

Les sites d'amorçage de type 2 se développent selon des surfaces de forme et topologie irrégulières avec des frontières très nettes. Ils correspondent à une durée de vie moyenne de 900k cycles avec une étendue de 902k cycles. Le mécanisme de rupture semble être gouverné par les colonies/sous-grains β transformés à la place des nodules. Ils se caractérisent par la présence de nombreux domaines cristallins α_s de taille entre 1 et $8\mu\text{m}$. La courte durée de vie est associée à des sous-grains β très désorientés ($>15^\circ$) les uns par rapport aux autres qui appartiennent à un grain β primaire de composante de texture $\langle 100 \rangle // \text{AS}$ très dispersée. Cette orientation est liée à la présence d'une texture de transformation des colonies α_s avec des pôles $\{0002\}$ à 45° de l'AS. L'analyse de la propagation de fissures et des frontières des sites a montré que la décohésion a eu lieu au niveau des interfaces entre domaines cristallins α_s (d'orientation ou configuration différente), nodules α_p et matrice vieillie et sous-joints β .

Le procédé de matriçage a donc introduit différents types d'hétérogénéités au niveau de la Couture. La modification de la texture β (morphologique et cristallographique) a entraîné une nouvelle distribution spatiale de colonies α_s et aussi une texture de transformation $\beta \rightarrow \alpha$. Ceci a conduit à une grande dispersion des durées de vie en fatigue des éprouvettes prélevées dans la couture avec l'apparition dans certains cas d'un mécanisme de rupture intercrystallin lié aux domaines α_s et sous-grains β transformés.

Conclusion générale et Perspectives

Conclusions

L'objectif de ce travail a été de caractériser les hétérogénéités de microstructure/microtexture des phases en présence dans des pièces massives en alliage de titane β métastable Ti 10V-2Fe-3Al et d'analyser leur influence sur les variations locales de propriétés mécaniques (traction et fatigue). Pour mener à bien notre objectif, nous avons décomposé l'étude en deux parties principales :

(1) La caractérisation des hétérogénéités de microstructure/texture au sein d'une billette et l'impact sur les propriétés en traction.

(2) La caractérisation des hétérogénéités au sein d'une tranche matricée en distinguant les zones localisées au sein et hors du plan de joint de la matrice (appelé couture) et l'impact sur les propriétés en fatigue.

Les techniques de caractérisation mises en œuvre incluent la diffraction de neutrons, la diffraction de rayons X, l'imagerie électronique couplée à l'analyse d'image et à l'EBSD, et enfin la reconstruction des microtextures de haute température. Ces techniques ont en particulier été appliquées pour caractériser des échantillons prélevés au sein de pièces massives mais également pour caractériser les faciès de rupture des éprouvettes de traction et de fatigue. Cela nous a permis de réaliser une étude fractographique approfondie visant à déterminer les configurations microstructurales à l'origine de la rupture. En plus, deux nouvelles approches ont été introduites pour une caractérisation plus locale et précise : l'imagerie 3D par découpe FIB et l'analyse de la microtexture en résolution spatiale améliorée par TKD (Transmission Kikuchi Diffraction).

La microstructure d'emploi de l'alliage Ti 10V-2Fe-3Al est bimodale, constituée de 13% nodules α_p , de 47% lamelles α_s englobées dans 40% d'une matrice β à température ambiante. Elle est le résultat d'un procédé complexe qui inclue des étapes de déformation/recuit dans le domaine β et $\alpha+\beta$ pour optimiser la taille et la morphologie des nodules α_p . Enfin un traitement de vieillissement permet la précipitation des lamelles α_s et la stabilisation de la phase β résiduelle.

Nos résultats montrent qu'une caractérisation classique de la microstructure d'une billette ou d'une tranche matricée ne suffit pas pour révéler les hétérogénéités les plus marquées. Les premières analyses EBSD approfondies ont mis en évidence le caractère multi-échelle de la microtexture et ont révélé différents types hétérogénéités des trois constituants (visibles aussi bien dans la billette que dans la tranche matricée).

- Les orientations β sont regroupées en sous-grains faiblement désorientés. Cette organisation est issue de la conversion du lingot dans le domaine β puis $\alpha+\beta$. En particulier, les étapes de

déformation dans le domaine $\alpha+\beta$ n'ont pas permis de casser les grains β primaires millimétriques mais uniquement de les fragmenter par un mécanisme de restauration. La fragmentation est plus importante au niveau des joints β/β primaires, où on retrouve souvent des sous-joints β de fortes désorientations ($>15^\circ$).

- Au sein des grains β primaires, les nodules peuvent présenter une composante de texture majoritaire sur des domaines importants et former des macrozones dont la taille reste toutefois inférieure à celle des grains β primaires. Ces macrozones se trouvent plus souvent au sein des grains β primaires les moins fragmentés.
- Les lamelles α_s de taille nanométrique sont parfois regroupées au sein d'un même domaine cristallin. Au sein de ces domaines, on trouve des colonies de lamelles parallèles et de même orientation, mais il est aussi fréquent d'observer des configurations plus complexes. Notamment on observe des lamelles avec des orientations morphologiques à 90° et une désorientation cristallographique de $10,5^\circ$ autour de l'axe $\langle c \rangle$. Ces domaines cristallins α_s peuvent former des clusters de même orientation (ou à minima de même orientation de l'axe c) de taille équivalente aux macrozones α_p . Ils sont le plus souvent observés dans les zones β plus fragmentées, comme les frontières entre grains β primaires. Par ailleurs, on note aussi des clusters de lamelles α_s présentant majoritairement des désorientations de 60° $\langle 11-20 \rangle$, ce qui indique une forte sélection de variantes. Les lamelles ayant ce type de désorientation partagent jusqu'à 3 systèmes de glissement et pourraient donc se comporter comme une seule entité cristalline.

Ce premier résultat a ensuite servi de base pour décrire les hétérogénéités de microstructure et texture d'une part dans la billette et d'autre part dans la tranche matricée, constituant les deux parties principales de notre étude.

(1) Caractérisation des hétérogénéités de microstructure/texture au sein d'une billette et impact sur les propriétés en traction.

Nos analyses sur la billette pointent de fortes variations de texture et de microtexture des phases en présence en fonction de la distance au centre et de la position azimutale.

Les grains β primaires sont toujours allongés selon la direction axiale de la billette (L) mais ils sont plus fragmentés et de taille supérieure à cœur qu'en peau. À cœur la texture β est très marquée, lorsque en peau elle est presque isotrope. Au cœur de la billette, elle se caractérise principalement par une seule orientation β avec un pôle $\{100\}_\beta//L$. Par conséquent, à cet endroit il existe également une texture α par transformation de phase avec des pôles $\{11-20\}_\alpha$ et $\{0002\}_\alpha$ à 45° et 90° de L. La distribution de macrozones est très dispersée. En peau, les nodules α_p forment souvent des macrozones de taille équivalente aux grains β primaires, alors qu'à cœur les macrozones sont rares. En peau, les lamelles α_s se trouvent principalement sous forme de panier tressé. Étonnamment, les lamelles α_s à cœur sont principalement sous forme de colonies qui forment des clusters de la taille des grains β primaires. Cette microstructure est loin de la microstructure cible.

Ces fortes variations de texture et de microtexture des phases en présence résultent du taux de corroyage hétérogène lors du procédé de conversion et de la vitesse de trempe subséquente. En particulier la présence très marquée de colonies α_s à cœur de la billette est la conséquence de l'effet cumulé de plusieurs paramètres. D'un côté la formation de colonies est favorisée aux joints β/β de

fortes désorientations, plus nombreux à cœur qu'en peau. La présence de dislocations résiduelles dans les zones très fragmentées, pourraient favoriser les colonies par sélection de variantes. De plus, du fait de la massivité de la billette, la sévérité de la trempe qui précède le vieillissement n'est pas suffisante pour éviter la germination des liserés α_{sgb} et des premières colonies de Widmanstätten, et par conséquent leur développement lors du traitement de vieillissement.

Ces hétérogénéités modifient localement les propriétés en traction de la billette. Les propriétés en traction dépendent au premier degré de la direction de sollicitation. On constate une diminution de la résistance mécanique mais une augmentation de la ductilité dans L. Cette différence est due à la fois à la texture cristallographique et à la localisation des hétérogénéités de microtexture. D'une part, la texture cristallographique des phases β et α est telle que les composantes ayant un module directionnel faible et une limite élastique plus basse ($\{100\}_{\beta//L}$ et $\{11-20\}_{\alpha//L}$) sont majoritairement alignées avec le sens long des grains β primaires. Les composantes plus rigides sont plutôt alignées selon des directions radiales ($\{111\}_{\beta\perp L}$ et $\{0002\}_{\alpha\perp L}$). D'autre part, les hétérogénéités suivent les interfaces des grains β primaires (colonies α_s , macrozones, nodules α_p allongés et zones β très fragmentées). L'alignement de ces hétérogénéités de manière perpendiculaire à l'axe de sollicitation lorsque les grains β primaires sont sollicités selon leur axe court (AS parallèle à T ou R) peut conduire à l'amorçage précoce de fissures et faciliter leur rapide propagation. Cela se traduit par une diminution de la ductilité par les mêmes mécanismes que ceux reportés par Terlinde et al. [109].

Les propriétés mécaniques varient au deuxième degré selon la localisation dans la billette (cœur/peau). Là encore, cette variation est liée à la texture et à la microtexture, ainsi qu'à la microstructure. D'une part, la texture cristallographique β est très marquée à cœur avec une composante $\{100\}_{\beta//L}$ peu rigide et une limite d'élasticité plus basse selon L. À trois quart de rayon, la texture β varie selon la direction azimutale, héritage des compressions orthogonales successives (croix du forgeron). D'autre part, les colonies α_s de Widmanstätten sont omniprésentes à cœur alors qu'en peau elles sont plutôt localisées aux frontières entre grains primaires. Ces dernières sont plus ductiles et moins résistantes que les microstructures enchevêtrées.

(2) Caractérisation des hétérogénéités au sein d'une tranche matricée en distinguant la couture et hors couture et impact sur les propriétés en fatigue.

L'étape de matriçage introduit de nouvelles disparités cette fois entre les zones de la couture et hors couture. Hors couture, la microstructure et la texture des phases en présence sont très proches de celles de la billette à 3/4 de rayon. Par contre, au sein de la couture, l'écoulement de matière est très différent et produit de fortes modifications de la texture cristallographique et de la forme des grains β primaires et des nodules α_p . Les grains β primaires y sont plus écrasés et ont leur axe médian aligné avec l'écoulement de la matière. Leur texture comprend un pôle $\{110\}$ majoritaire dans la direction radiale (R) et deux fibres $\langle 100 \rangle$ (majoritaire) et $\langle 111 \rangle$ (minoritaire) qui pointent dans la direction tangentielle (T). La modification de la texture β entraîne une nouvelle distribution spatiale des domaines cristallins α_s (alignées le long des joints β primaires) et ainsi qu'une texture de transformation $\beta \rightarrow \alpha$.

Ces variations de microstructure/texture se traduisent par des différences de comportement mécanique qui ont été mises en évidence par des essais de fatigue, réalisés sur des éprouvettes T

prélevées soit dans la couture ou en dehors. Sur l'ensemble de la campagne, deux types de sites d'amorçage sous-surfaciques ont été mis en évidence et ont été associés à des mécanismes différents:

- Le premier type (type 1) est gouverné par le clivage ou quasi clivage au sein des nodules α_p allongés. Le site d'amorçage se développe selon des surfaces elliptiques planes sans limite définie et inclinées de 65° en moyenne par rapport à l'axe de sollicitation.
- Le deuxième type (type 2) est gouverné par la décohérence des interfaces. Cela peut être des interfaces entre nodule et matrice, entre sous grains β décorés par un liseré α_{sgb} ou entre des domaines α_s de morphologies ou d'orientations différentes. Le type 2 est moins fréquent que le type 1 et il a été retrouvé exclusivement dans la couture. La forme et topologie du site d'amorçage sont irrégulières avec des frontières très nettes. Nous avons montré qu'il était possible de reconnaître la microstructure sous-jacente directement sur le faciès brut (nodules α_p , liserés α_{sgb} , sous-grains β). Ils se caractérisent par une forte présence de domaines cristallins α_s .

Les éprouvettes prélevées en dehors de la couture ont en moyenne les durées de vie les plus courtes mais moins dispersées que dans la couture. Elles sont caractérisées par des sites d'amorçage surfaciques ou sous-surfaciques mais exclusivement de type 1. La dispersion de durée de vie de cette catégorie d'éprouvettes semble influencée par l'orientation cristallographique du grain β primaire dans lequel la fissure s'amorce. En particulier, la durée de vie la plus faible est obtenue pour un site d'amorçage localisé au sein d'un grain β primaire ayant une direction $\langle 110 \rangle // T$. Du fait de la relation de Burgers, cela implique des constituants α avec une composante basale $\{00.2\} // T$, propice au clivage.

Les éprouvettes prélevées dans la couture présentent en moyenne une durée de vie plus élevée mais avec une grande dispersion. En fait notre résultat montre qu'il faut distinguer les éprouvettes en fonction de leur mécanisme de rupture.

Les éprouvettes présentant un site de type 1 ont les durées de vie les plus élevées (même en moyenne plus élevées que hors couture). Cela est probablement liée à la texture β très forte avec absence de grains β ayant une direction $\langle 110 \rangle$ dans l'axe de sollicitation. La transformation $\beta \rightarrow \alpha$ implique une absence de composantes basales au niveau de la phase α .

Les éprouvettes présentant un site de type 2 ont par contre les durées de vie les plus basses. Leurs faciès sont associés à des microtextures β où la direction $\langle 100 \rangle_\beta$ est dans l'axe de sollicitation mais elle est très dispersée, et il y a une forte présence de domaines cristallins α_s . La rupture est toujours localisée dans une zone de l'éprouvette où les grains β primaires sont inclinés par rapport à l'axe de sollicitation. Cette orientation morphologique exposerait davantage toutes les interfaces "faibles" à des contraintes de cisaillement fortes (maximum à 45°), donc la présence d'hétérogénéités cristallographiques mal orientées entraînerait une rupture précoce.

Perspectives

L'ensemble des résultats obtenus permet d'envisager différentes pistes de recherche pour d'une part optimiser le procédé de fabrication des pièces en vue d'un meilleur contrôle de leurs propriétés mécaniques et d'autre part progresser dans la connaissance des mécanismes de déformation et d'endommagement de ces microstructures complexes, impliquant des phases fortement anisotropes élastiquement et plastiquement.

Optimisation du procédé de conversion et de matricage

Ce travail ouvre ainsi des perspectives pour optimiser les procédés de mise en forme des pièces en Ti β métastable et ainsi mieux maîtriser leurs propriétés d'emploi. Du point de vue des relations entre procédé de conversion de la billette et microstructure, nous avons mis en évidence de fortes hétérogénéités azimutales de microtexture reliées aux compressions orthogonales, mais sans que les axes de compression ne soient connus au préalable. Pour mieux caractériser ces hétérogénéités, il serait intéressant d'étudier une billette en cours de conversion de sorte à pouvoir localiser finement la distribution des hétérogénéités dans les sections intermédiaires. L'objectif pourrait être de localiser la couture en relation avec les anciens axes de forge lors du matricage afin d'optimiser les propriétés locales.

De plus, les méthodes développées dans ce travail permettent de suivre l'évolution de la microtexture β/α_p au cours de la conversion. Différents chemins de traitements thermomécaniques pourraient être testés en vue de modifier les microstructures et d'en évaluer l'impact sur les propriétés. On peut en particulier penser à une meilleure fragmentation du grain β primaire en profitant de la présence des nodules α_p . En complétant ce travail par des essais mécaniques, cela permettrait d'évaluer l'apport d'une microstructure à 'petits grains β ' sur les propriétés mécaniques.

Par ailleurs, nos caractérisations se sont limitées à l'étude d'une section de billette et d'une tranche matricée. Cela a été riche en information mais ne permet pas de quantifier les variations de microtexture dans l'axe longitudinal. En particulier, il serait intéressant de caractériser les différences entre la tête et le pied de la billette. En effet, d'une part, le lingot initial est hétérogène longitudinalement et d'autre part, la conversion de pièce longue implique forcément un gradient thermomécanique entre les extrémités.

Finalement, nous nous sommes limités dans ce travail à des caractérisations microstructurales, mais les contraintes internes peuvent également jouer un rôle dans les propriétés d'emploi et devraient également être caractérisées.

Études complémentaires pour comprendre le comportement mécanique local

Les campagnes d'essais réalisées dans le cadre de ce travail ont été limitées à des essais de traction pour la billette et à des essais de fatigue selon la direction tangentielle pour les tranches forgées. Compléter ces campagnes en réalisant des essais de fatigue sur la billette, et de traction monotone et des essais de fatigue selon la direction long des grains β sur les tranches permettrait d'obtenir une vision plus globale des propriétés mécaniques. Cela viendrait aussi conforter les relations trouvées entre microtexture et propriétés et permettrait de mieux calibrer les modèles proposés dans le chapitre 2. Étant donné l'importance de la morphologie des grains β primaires, il nous semble

important également d'inclure dans ces nouvelles campagnes des directions de prélèvement où les grains primaires ne seraient ni alignés ni orthogonaux à l'axe de sollicitation mais auraient une certaine inclinaison.

Pour approfondir la compréhension des mécanismes de rupture mis en jeu lors des sollicitations cycliques, il serait nécessaire de compléter l'étude des faciès de rupture par l'analyse de l'autre moitié des éprouvettes de fatigue. Ceci nous permettrait d'avoir une vue tridimensionnelle de la microstructure et microtexture aux alentours du site d'amorçage et donc de mieux comprendre les distributions des charges qui amènent à l'amorçage de fissures. Dans le cas des éprouvettes avec sites d'amorçage de type 2, ceci nous permettrait aussi de confirmer que les interfaces ont bien subi de la décohérence. Les techniques d'imagerie et d'EBSD 3D devraient être appliquées aux sites de type 1 pour capter les orientations à l'extrême surface de l'ensemble du site et ainsi pallier les problèmes d'inclinaison du site où le polissage mécanique n'est pas une solution adaptée.

Études fondamentales et modélisation

Pour mieux comprendre les mécanismes de déformation de ces microstructures complexes, il serait intéressant de conduire une étude plus fondamentale avec des éprouvettes de microstructures contrôlées et de complexité croissante (100% β , nodulaire, avec des colonies α_s , avec des lamelles α_s en panier tressé). Ces études s'appuieraient sur des approches couplées d'une part d'identification expérimentale des mécanismes de déformation et d'autre part des simulations numériques pour modéliser sur des bases physiques le comportement mécanique. La campagne expérimentale inclurait des expériences in-situ en diffraction, pour mesurer les déformations locales en régime élastique et lors de la transition élasto-plastique des microstructures modèles de complexité croissante. Ces données sont essentielles pour améliorer les codes de simulations micromécaniques et aussi évaluer par le calcul les vrais coefficients d'anisotropie élastiques des phases β et α en présence.

Suivre l'apport des développements en microscopie d'orientations

Dans ce travail, des techniques avancées ont permis une caractérisation fine des microtextures. Toutefois, étant donné la difficulté de mesurer les microtextures des alliages β -métastables, en particulier celles de la phase β résiduelle et des lamelles α_s enchevêtrées, il serait intéressant de tester de nouvelles approches en cours de développement. Dans ce contexte, nous avons déjà évalué deux nouvelles pistes pour améliorer la qualité des données EBSD :

- Des nouvelles caméras EBSD à détecteur CMOS viennent d'être mises sur le marché et l'une d'elles vient d'être installée au laboratoire. Elles offrent un bon compromis entre précision des données et vitesse d'indexation (allant jusqu'à 3000Hz). Les essais préliminaires réalisés sur notre alliage ont montré des taux d'indexation améliorés pour des vitesses d'acquisition bien plus élevées. Cela ouvre la voie vers l'obtention de données plus statistiques.
- L'indexation fiable des clichés EBSD par détection des bandes de Kikuchi atteint ses limites dans le cas des microstructures fines et enchevêtrées. En effet le signal de diffraction est souvent de mauvaise qualité avec la superposition de bandes. Pour pallier ce problème, Marc De Graef de l'université de Carnegie Mellon, USA, a développé une méthode d'indexation

directe des clichés par comparaison avec des clichés simulés (Dictionary Indexing). Les premiers résultats obtenus sur des lamelles α_s enchevêtrées sont très prometteurs.

Références

- [1] G. Welsch, R. Boyer, et E. W. Collings, *Materials Properties Handbook: Titanium Alloys*. ASM International, 1993.
- [2] W. G. Burgers, « On the process of transition of the cubic-body-centered modification into the hexagonal-close-packed modification of zirconium », *Physica*, vol. 1, p. 561-586, 1934.
- [3] Y. Combres, « Traitements thermiques des alliages de titane », *Trait. Métaux*, mars 2013.
- [4] I. Weiss et S. L. Semiatin, « Thermomechanical processing of alpha titanium alloys—an overview », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 263, n° 2, p. 243-256, mai 1999.
- [5] P. J. Bania, « Beta titanium alloys and their role in the titanium industry », *JOM*, vol. 46, n° 7, p. 16-19, juill. 1994.
- [6] G. Welsch, R. Boyer, et E. W. Collings, *Materials Properties Handbook: Titanium Alloys*. ASM International, 1993.
- [7] *CES Edupack 2017-database level 3 aerospace*, Copyright Granta Design Limited. 2017.
- [8] N. Gey et M. Humbert, « Specific analysis of EBSD data to study the texture inheritance due to the $\beta \rightarrow \alpha$ phase transformation », *J. Mater. Sci.*, vol. 38, n° 6, p. 1289-1294, mars 2003.
- [9] G. LÜtjering, J. C. Williams, et A. Gysler, *Microstructure and mechanical properties of Titanium alloys*. World Scientific, 2000.
- [10] Z. Du, S. Xiao, L. Xu, J. Tian, F. Kong, et Y. Chen, « Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of a new β high strength titanium alloy », *Mater. Des.*, vol. 55, p. 183-190, mars 2014.
- [11] T. Duval, « Analyse multi-échelles des relations microstructure/propriétés mécaniques sous sollicitation monotone et cyclique des alliages de titane β -métastable », PhD Thesis, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2013.
- [12] J. D. C. Teixeira, B. Appolaire, E. Aeby-Gautier, S. Denis, G. Cailletaud, et N. Späth, « Transformation kinetics and microstructures of Ti17 titanium alloy during continuous cooling », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 448, n° 1, p. 135-145, mars 2007.
- [13] M. Dehmas, J. Kovac, B. Appolaire, E. Aeby-Gautier, B. Denand, et J. Da Costa Teixeira, « $\beta \rightarrow \beta + \alpha$ Isothermal Phase Transformation in Ti17 Titanium Alloy: Chemical Composition and Crystallographic Aspect », *Solid State Phenom.*, vol. 172-174, p. 396-401, juin 2011.
- [14] J. Newkirk et A. Geisler, « Crystallographic Aspects of the Beta-to-Alpha Transformation in Titanium », *Acta Metall.*, vol. 1, n° 3, p. 372-374, 1953.
- [15] J. W. Glen et S. F. Pugh, « The effect of phase transformations on the orientation of zirconium crystals », *Acta Metall.*, vol. 2, n° 3, p. 520-529, mai 1954.
- [16] E. G. Brock, « Field Emission Microscopy of an Allotropic Transformation: alpha-beta Titanium », *Phys. Rev.*, vol. 100, n° 6, p. 1619-1626, déc. 1955.
- [17] C. Jourdan, J. Gastaldi, P. Marzo, et G. Grange, « In situ statistical study of the nucleation, the variant selection and the orientation memory effect during the $\alpha \rightleftharpoons \beta$ titanium martensitic transformation », *J. Mater. Sci.*, vol. 26, n° 16, p. 4355-4360, janv. 1991.
- [18] T. Furuhashi et T. Maki, « Variant selection in heterogeneous nucleation on defects in diffusional phase transformation and precipitation », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 312, n° 1, p. 145-154, août 2001.
- [19] H. Sharma, S. M. C. van Bohemen, R. H. Petrov, et J. Sietsma, « Three-dimensional analysis of microstructures in titanium », *Acta Mater.*, vol. 58, n° 7, p. 2399-2407, avr. 2010.
- [20] M. Salib, M. Teixeira, L. Germain, B. Denand, N. Gey, et E. Aeby-Gaurier, « Influence of α Precipitation at β/β Grain Boundaries on a Microtexture in A β - Metastable Titanium Alloy

- with and without Previous Deformation », in *Proceedings of the 13th World Conference on Titanium*, V. Venkatesh, A. L. Pilchak, J. E. Allison, S. Ankem, R. Boyer, J. Christodoulou, H. L. Fraser, M. A. Imam, Y. Kosaka, H. J. Rack, A. Chatterjee, et A. Woodfield, Éd. John Wiley & Sons, Inc., 2016, p. 405-414.
- [21] T. Furuhashi, S. Takagi, H. Watanabe, et T. Maki, « Crystallography of grain boundary α precipitates in a β titanium alloy », *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 27, n° 6, p. 1635-1646, juin 1996.
- [22] D. Bhattacharyya, G. B. Viswanathan, R. Denkenberger, D. Furrer, et H. L. Fraser, « The role of crystallographic and geometrical relationships between α and β phases in an α/β titanium alloy », *Acta Mater.*, vol. 51, n° 16, p. 4679-4691, sept. 2003.
- [23] R. Shi, V. Dixit, G. B. Viswanathan, H. L. Fraser, et Y. Wang, « Experimental assessment of variant selection rules for grain boundary α in titanium alloys », *Acta Mater.*, vol. 102, p. 197-211, janv. 2016.
- [24] T. Liu, L. Germain, J. Teixeira, E. Aeby-Gautier, et N. Gey, « Hierarchical criteria to promote fast and selective α GB precipitation at β grain boundaries in β -metastable Ti-alloys », *Acta Mater.*, vol. 141, p. 97-108, déc. 2017.
- [25] E. Lee, R. Banerjee, S. Kar, D. Bhattacharyya, et H. L. Fraser, « Selection of α variants during microstructural evolution in α/β titanium alloys », *Philos. Mag.*, vol. 87, n° 24, p. 3615-3627, août 2007.
- [26] J. K. Lee et H. I. Aaronson, « Influence of faceting upon the equilibrium shape of nuclei at grain boundaries—II. Three-dimensions », *Acta Metall.*, vol. 23, n° 7, p. 809-820, juill. 1975.
- [27] J. K. Lee et H. I. Aaronson, « Influence of faceting upon the equilibrium shape of nuclei at grain boundaries—I. Two-dimensions », *Acta Metall.*, vol. 23, n° 7, p. 799-808, juill. 1975.
- [28] I. F. von Thungen, « Effet dwell: relation microstructure-microtexture-propriétés mécaniques de l'alliage de titane Ti6242 », ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique, Poitiers, 2017.
- [29] D. Qiu, R. Shi, D. Zhang, W. Lu, et Y. Wang, « Variant selection by dislocations during α precipitation in α/β titanium alloys », *Acta Mater.*, vol. 88, p. 218-231, avr. 2015.
- [30] N. Gey, M. Humbert, M. J. Philippe, et Y. Combres, « Modeling the transformation texture of Ti-64 sheets after rolling in the β -field », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 230, n° 1, p. 68-74, juill. 1997.
- [31] B. Appolaire *et al.*, « Modeling of Phase Transformations in β -Metastable Ti Alloys », *Proc. 13th World Conf. Titan.*, p. 461-470, mai 2016.
- [32] S. C. Wang, M. Aindow, et M. J. Starink, « Effect of self-accommodation on α/α boundary populations in pure titanium », *Acta Mater.*, vol. 51, n° 9, p. 2485-2503, mai 2003.
- [33] S. M. C. van Bohemen, A. Kamp, R. H. Petrov, L. A. I. Kestens, et J. Sietsma, « Nucleation and variant selection of secondary α plates in a β Ti alloy », *Acta Mater.*, vol. 56, n° 20, p. 5907-5914, déc. 2008.
- [34] B. S. Hickman, « The formation of omega phase in titanium and zirconium alloys: A review », *J. Mater. Sci.*, vol. 4, n° 6, p. 554-563, juin 1969.
- [35] F. Prima, P. Vermaut, G. Texier, D. Ansel, et T. Gloriant, « Evidence of α -nanophase heterogeneous nucleation from ω particles in a β -metastable Ti-based alloy by high-resolution electron microscopy », *Scr. Mater.*, vol. 54, n° 4, p. 645-648, févr. 2006.
- [36] T. W. Duerig, G. T. Terlinde, et J. C. Williams, « The Omega-Phase Reaction in Titanium Alloys. », Carnegie-Mellon Univ Pittsburg PA Dept of Metallurgy and Materials Science, JWTR-6, févr. 1980.
- [37] A. Settefrati *et al.*, « Precipitation in a near Beta Titanium Alloy on Ageing: Influence of Heating Rate and Chemical Composition of the Beta-Metastable Phase », *Solid State Phenom.*, vol. 172-174, p. 760-765, 2011.
- [38] T. Li *et al.*, « New insights into the phase transformations to isothermal ω and ω -assisted α in near β -Ti alloys », *Acta Mater.*, vol. 106, p. 353-366, mars 2016.

- [39] F. Prima, P. Vermaut, I. Thibon, D. Ansel, J. Debuigne, et T. Gloriant, « Nanostructured Metastable β -Titanium Based Alloy », *Materials Science Forum*, 2002. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.scientific.net/MSF.386-388.307>. [Consulté le: 28-mai-2018].
- [40] E. Aeby-Gautier *et al.*, « Isothermal α'' formation in β metastable titanium alloys », *J. Alloys Compd.*, vol. 577, p. S439-S443, nov. 2013.
- [41] Y. Combres, « Mise en forme des alliages de titane », *Mise En Forme Métaux Fonderie*, déc. 2010.
- [42] E. Schmid et W. Boas, « Plasticity of crystals », 1950.
- [43] C. R. Weinberger, B. L. Boyce, et C. C. Battaile, « Slip planes in bcc transition metals », *Int. Mater. Rev.*, vol. 58, n° 5, p. 296-314, juin 2013.
- [44] R. Gröger et V. Vitek, « Breakdown of the Schmid Law in BCC Molybdenum Related to the Effect of Shear Stress Perpendicular to the Slip Direction », *Mater. Sci. Forum*, vol. 482, p. 123-126, 2005.
- [45] G. I. Taylor et C. F. Elam, « The Distortion of Iron Crystals », *Proc. R. Soc. Lond. Ser. Contain. Pap. Math. Phys. Character*, vol. 112, n° 761, p. 337-361, 1926.
- [46] W. F. Hosford, *Mechanical Behavior of Materials*. Cambridge University Press, 2010.
- [47] S. Balasubramanian et L. Anand, « Plasticity of initially textured hexagonal polycrystals at high homologous temperatures: application to titanium », *Acta Mater.*, vol. 50, n° 1, p. 133-148, janv. 2002.
- [48] N. E. Paton et W. A. Backofen, « Plastic deformation of titanium at elevated temperatures », *Metall. Trans.*, vol. 1, n° 10, p. 2839-2847, oct. 1970.
- [49] S. Suri, G. B. Viswanathan, T. Neeraj, D.-H. Hou, et M. J. Mills, « Room temperature deformation and mechanisms of slip transmission in oriented single-colony crystals of an α/β titanium alloy », *Acta Mater.*, vol. 47, n° 3, p. 1019-1034, févr. 1999.
- [50] M. Jackson, R. Dashwood, H. Flower, et L. Christodoulou, « The microstructural evolution of near beta alloy Ti-10V-2Fe-3Al during subtransus forging », *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 36, n° 5, p. 1317-1327, mai 2005.
- [51] C. Poletti, L. Germain, F. Warchomicka, M. Dikovits, et S. Mitsche, « Unified description of the softening behavior of beta-metastable and alpha+beta titanium alloys during hot deformation », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 651, p. 280-290, janv. 2016.
- [52] J. Delfosse, *Forgeage β du Ti17 : propriétés en fatigue*. Châtenay-Malabry, Ecole centrale de Paris, 2005.
- [53] D. G. Robertson et H. B. McShane, « Isothermal hot deformation behaviour of metastable β titanium alloy Ti-10V-2Fe-3Al », *Mater. Sci. Technol.*, vol. 13, n° 7, p. 575-583, juill. 1997.
- [54] I. Weiss et S. L. Semiatin, « Thermomechanical processing of beta titanium alloys—an overview », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 243, n° 1-2, p. 46-65, mars 1998.
- [55] T. Furuhashi, B. Poorganji, H. Abe, et T. Maki, « Dynamic recovery and recrystallization in titanium alloys by hot deformation », *JOM*, vol. 59, n° 1, p. 64-67, janv. 2007.
- [56] S. L. Raghunathan, R. J. Dashwood, M. Jackson, S. C. Vogel, et D. Dye, « The evolution of microtexture and macrotexture during subtransus forging of Ti-10V-2Fe-3Al », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 488, n° 1-2, p. 8-15, août 2008.
- [57] A. L. Pilchak, G. A. Sargent, et S. L. Semiatin, « Early Stages of Microstructure and Texture Evolution during Beta Annealing of Ti-6Al-4V », *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 49, n° 3, p. 908-919, mars 2018.
- [58] O. M. Ivasishin, S. L. Semiatin, P. E. Markovsky, S. V. Shevchenko, et S. V. Ulshin, « Grain growth and texture evolution in Ti-6Al-4V during beta annealing under continuous heating conditions », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 337, n° 1, p. 88-96, nov. 2002.
- [59] A. Ghaderi, P. D. Hodgson, et M. R. Barnett, « β -Ti Grain Refinement Via α -Precipitation », *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 47, n° 3, p. 1322-1330, mars 2016.

- [60] I. Weiss, F. H. Froes, D. Eylon, et G. E. Welsch, « Modification of alpha morphology in Ti-6Al-4V by thermomechanical processing », *Metall. Trans. A*, vol. 17, n° 11, p. 1935-1947, nov. 1986.
- [61] S. L. Semiatin, V. Seetharaman, et I. Weiss, « The thermomechanical processing of alpha/beta titanium alloys », *JOM*, vol. 49, n° 6, p. 33-39, juin 1997.
- [62] P. A. Kobryn et S. L. Semiatin, « Microstructure and texture evolution during solidification processing of Ti-6Al-4V », *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 135, n° 2, p. 330-339, avr. 2003.
- [63] L. Germain, *Contribution à l'étude des hétérogénéités de texture des billettes d'IMI 834*. Metz, 2005.
- [64] P. S. Davies, « An investigation of microstructure and texture evolution in the Near- α titanium alloy timetal 834. », phd, University of Sheffield, 2009.
- [65] L. Germain, N. Gey, M. Humbert, P. Vo, M. Jahazi, et P. Bocher, « Texture heterogeneities induced by subtransus processing of near α titanium alloys », *Acta Mater.*, vol. 56, n° 16, p. 4298-4308, sept. 2008.
- [66] I. Bantounas, T. C. Lindley, D. Rugg, et D. Dye, « Effect of microtexture on fatigue cracking in Ti-6Al-4V », *Acta Mater.*, vol. 55, n° 16, p. 5655-5665, sept. 2007.
- [67] G. Lütjering, « Influence of processing on microstructure and mechanical properties of (α + β) titanium alloys », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 243, n° 1-2, p. 32-45, mars 1998.
- [68] J. C. Williams et E. A. Starke Jr., « The role of thermomechanical processing in tailoring the properties of aluminum and titanium alloys », *Deform. Process. Struct.*, p. 1267-1276, 1984.
- [69] S. Le Corre, R. Forestier, F. Brisset, M.-H. Mathon, et D. Solas, « Influence of beta-forging on texture development in Ti 6246 alloy », in *Proceeding of The 13th World Conference on Titanium*, San Diego, USA, 2015.
- [70] F. Chaussy et J. H. Driver, « Microstructural evolution during hot compression and subsequent alpha precipitation of the beta titanium alloy beta-Cez », *Rev. Metall. Cah. Inf. Tech.*, p. 93(9), 1057-1966, 1996.
- [71] J. M. Rosenberg et H. R. Piehler, « Calculation of the Taylor factor and lattice rotations for bcc metals deforming by pencil glide », *Metall. Trans.*, vol. 2, n° 1, p. 257-259, déc. 1971.
- [72] M. G. Glavicic, P. A. Kobryn, F. Spadafora, et S. L. Semiatin, « Texture evolution in vacuum arc remelted ingots of Ti-6Al-4V », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 346, n° 1, p. 8-18, avr. 2003.
- [73] H. Hayakawa, M. Koizumi, et H. G. Suzuki, « A New Method to Produce Segregation-free Ingot. », San Diego, 1993, vol. 3, p. 1317-1324.
- [74] S. Tamirisakandala, R. B. Bhat, et B. V. Vedam, « Recent advances in the deformation processing of titanium alloys », *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 12, n° 6, p. 661-673, déc. 2003.
- [75] N. Vanderesse, « Morphologie et déformation à chaud de microstructures lamellaires dans les alliages de zirconium et de titane », phdthesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2008.
- [76] S. L. Semiatin, V. Seetharaman, et I. Weiss, « Flow behavior and globularization kinetics during hot working of Ti-6Al-4V with a colony alpha microstructure », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 263, n° 2, p. 257-271, mai 1999.
- [77] V. Venkatesh, A. Wilson, M. Kamal, M. Thomas, et D. Lambert, « Computational modeling in the primary processing of titanium: A review », *JOM*, vol. 61, n° 5, p. 45-50, mai 2009.
- [78] H. Song, S. Zhang, et M. Cheng, « Dynamic globularization prediction during cogging process of large size TC11 titanium alloy billet with lamellar structure », *Def. Technol.*, vol. 10, n° 1, p. 40-46, mars 2014.
- [79] A. L. Pilchak, C. J. Szczepanski, J. A. Shaffer, A. A. Salem, et S. L. Semiatin, « Characterization of Microstructure, Texture, and Microtexture in Near-Alpha Titanium Mill Products », *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 44, n° 11, p. 4881-4890, nov. 2013.
- [80] K. Le Biavant, S. Pommier, et C. Prioul, « Local texture and fatigue crack initiation in a Ti-6Al-4V titanium alloy », *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, vol. 25, n° 6, p. 527-545, juin 2002.

-
- [81] L. Germain, N. Gey, M. Humbert, P. Bocher, et M. Jahazi, « Analysis of sharp microtexture heterogeneities in a bimodal IMI 834 billet », *Acta Mater.*, vol. 53, n° 13, p. 3535-3543, août 2005.
- [82] F. Bridier, P. Villechaise, et J. Mendez, « Slip and fatigue crack formation processes in an α/β titanium alloy in relation to crystallographic texture on different scales », *Acta Mater.*, vol. 56, n° 15, p. 3951-3962, sept. 2008.
- [83] M. G. Glavicic, B. B. Bartha, S. K. Jha, et C. J. Szczepanski, « The origins of microtexture in duplex Ti alloys », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 513-514, p. 325-328, juill. 2009.
- [84] T. R. Bieler et S. L. Semiatin, « The origins of heterogeneous deformation during primary hot working of Ti-6Al-4V », *Int. J. Plast.*, vol. 18, n° 9, p. 1165-1189, sept. 2002.
- [85] J. Delfosse, C. Rey, et N. Spath, « Polycrystalline Modelling of Forging in beta Phase Field of Ti17 », *10th World Conference on Titanium; Ti-2003 science and technology*, p. 1315-1322., 2003.
- [86] E. S. Fisher et C. J. Renken, « Single-Crystal Elastic Moduli and the hcp \rightarrow bcc Transformation in Ti, Zr, and Hf », *Phys. Rev.*, vol. 135, n° 2A, p. A482-A494, juill. 1964.
- [87] D. Tromans, « Elastic anisotropy of HCP metal crystals and polycrystals », p. 22, 2011.
- [88] E. Brandes et G. Brook, « Smithells Materials Reference Book », vol. Elastic properties, damping capacity and shape memory alloys, Oxford University Press, 1992, p. 15-1-15-44.
- [89] G. Martin, « Simulation numérique multi-échelles du comportement mécanique des alliages de titane bêta-métastable Ti5553 et Ti17 », PhD Thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2012.
- [90] W. Petry *et al.*, « Phonon dispersion of the bcc phase of group-IV metals. I. bcc titanium », *Phys. Rev. B*, vol. 43, n° 13, p. 10933-10947, mai 1991.
- [91] M. Herbig, « 3D short fatigue crack investigation in beta titanium alloys using phase and diffraction contrast tomography », INSA Lyon, 2011.
- [92] H. Ledbetter, H. Ogi, S. Kai, S. Kim, et M. Hirao, « Elastic constants of body-centered-cubic titanium monocrystals », *J. Appl. Phys.*, vol. 95, p. 4642-4644, mai 2004.
- [93] S. Fréour, E. Lacoste, M. François, et R. Guillén, « Determining Ti-17 β -Phase Single-Crystal Elasticity Constants through X-Ray Diffraction and Inverse Scale Transition Model », *Mater. Sci. Forum*, vol. 681, p. 97-102, mars 2011.
- [94] M. Tane *et al.*, « Peculiar elastic behavior of Ti-Nb-Ta-Zr single crystals », *Acta Mater.*, vol. 56, n° 12, p. 2856-2863, juill. 2008.
- [95] S. L. Raghunathan, A. M. Stapleton, R. J. Dashwood, M. Jackson, et D. Dye, « Micromechanics of Ti-10V-2Fe-3Al: In situ synchrotron characterisation and modelling », *Acta Mater.*, vol. 55, n° 20, p. 6861-6872, déc. 2007.
- [96] G. Haicheng, G. Huifang, C. Shufen, et C. Laird, « Orientation dependence of cyclic deformation in high purity titanium single crystals », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 188, n° 1, p. 23-36, nov. 1994.
- [97] D. Luquiau, X. Feaugas, et M. Clavel, « Cyclic softening of the Ti-10V-2Fe-3Al titanium alloy », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 224, n° 1, p. 146-156, mars 1997.
- [98] F. Bridier, P. Villechaise, et J. Mendez, « Analysis of the different slip systems activated by tension in a α/β titanium alloy in relation with local crystallographic orientation », *Acta Mater.*, vol. 53, n° 3, p. 555-567, févr. 2005.
- [99] J. C. Williams, R. G. Baggerly, et N. E. Paton, « Deformation behavior of HCP Ti-Al alloy single crystals », *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 33, n° 3, p. 837-850, mars 2002.
- [100] N. Bozzolo, L. Chan, et A. D. Rollett, « Misorientations induced by deformation twinning in titanium », *J. Appl. Crystallogr.*, vol. 43, n° 3, p. 596-602, juin 2010.

- [101] M. F. Savage, J. Tatalovich, et M. J. Mills, « Anisotropy in the room-temperature deformation of α - β colonies in titanium alloys: role of the α - β interface », *Philos. Mag.*, vol. 84, n° 11, p. 1127-1154, avr. 2004.
- [102] A. A. Salem et S. L. Semiatin, « Anisotropy of the hot plastic deformation of Ti-6Al-4V single-colony samples », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 508, n° 1, p. 114-120, mai 2009.
- [103] F. Montheillet et L. Briottet, « Endommagement et ductilité en mise en forme », *Ref TIP552WEB - Mise En Forme Métaux Fonderie*, juin 2009.
- [104] G. Lütjering et J. C. Williams, *Titanium*, 2^e éd. Berlin Heidelberg: Springer-Verlag, 2007.
- [105] G. T. Terlinde, T. W. Duerig, et J. C. Williams, « Microstructure, tensile deformation, and fracture in aged ti 10V-2Fe-3Al », *Metall. Trans. A*, vol. 14, n° 10, p. 2101-2115, oct. 1983.
- [106] N. Clément, « Phase transformations and mechanical properties of the Ti-5553 beta-metastable titanium alloy », Institut de Mécanique, Matériaux et génie civil, vol. PhD: Ecole polytechnique de Louvain, 2010.
- [107] G. Lütjering, J. C. Williams, et A. Gysler, « MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF TITANIUM ALLOYS », in *Microstructure and Properties of Materials*, WORLD SCIENTIFIC, 2000, p. 1-77.
- [108] E. Aeby-Gautier, B. Denand, J. Teixeira, M. Dehmas, B. Appolaire, et A. Settefrati, « Influence of microstructure on tensile properties of β -metastable Ti 17 alloy », in *Ti 2011 - Proceedings of the 12th World Conference on Titanium*, 2011, vol. 2.
- [109] G. Terlinde, H.-J. Rathjen, et K.-H. Schwalbe, « Microstructure and fracture toughness of the aged β -Ti Alloy Ti-10V-2Fe-3Al », *Metall. Trans. A*, vol. 19, n° 4, p. 1037-1049, avr. 1988.
- [110] J. A. Hall, « Fatigue crack initiation in alpha-beta titanium alloys », in *International journal of fatigue*, 1997, vol. 19, p. S23-S37.
- [111] M. B. Bettaieb, A. Lenain, et A. M. Habraken, « Static and fatigue characterization of the Ti5553 titanium alloy », *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, vol. 36, n° 5, p. 401-415, 2012.
- [112] M. R. Bache et W. J. Evans, « Impact of texture on mechanical properties in an advanced titanium alloy », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 319-321, p. 409-414, déc. 2001.
- [113] A. W. Funkenbusch et L. F. Coffin, « Low-Cycle fatigue crack nucleation and early growth in Ti-17 », *Metall. Trans. A*, vol. 9, n° 8, p. 1159-1167, août 1978.
- [114] D. Eylon et J. A. Hall, « Fatigue behavior of beta processed titanium alloy IMI 685 », *Metall. Trans. A*, vol. 8, n° 6, p. 981-990, juin 1977.
- [115] D. Rugg, M. Dixon, et F. P. E. Dunne, « Effective structural unit size in titanium alloys », *J. Strain Anal. Eng. Des.*, vol. 42, n° 4, p. 269-279, mai 2007.
- [116] L. Germain et M. Bache, « Crystallographic Texture and the Definition of Effective Structural Unit Size in Titanium Products », *Proceedings of the 11th World Conference on Titanium*, Kyoto, Japan, p. 953-956, 2007.
- [117] R. Whittaker, K. Fox, et A. Walker, « Texture variations in titanium alloys for aeroengine applications », *Mater. Sci. Technol.*, vol. 26, n° 6, p. 676-684, juin 2010.
- [118] M. R. Bache, « A review of dwell sensitive fatigue in titanium alloys: the role of microstructure, texture and operating conditions », *Int. J. Fatigue*, vol. 25, n° 9-11, p. 1079-1087, sept. 2003.
- [119] M. R. Bache, M. Cope, H. M. Davies, W. J. Evans, et G. Harrison, « Dwell sensitive fatigue in a near alpha titanium alloy at ambient temperature », *Int. J. Fatigue*, vol. 19, n° 93, p. 83-88, juin 1997.
- [120] N. Gey, P. Bocher, E. Uta, L. Germain, et M. Humbert, « Texture and microtexture variations in a near- α titanium forged disk of bimodal microstructure », *Acta Mater.*, vol. 60, n° 6-7, p. 2647-2655, avr. 2012.
- [121] E. Uta, N. Gey, P. Bocher, M. Humbert, et J. Gilgert, « Texture heterogeneities in α p/ α s titanium forging analysed by EBSD-Relation to fatigue crack propagation », *J. Microsc.*, vol. 233, n° 3, p. 451-459, mars 2009.

- [122] I. Bantounas, D. Dye, et T. C. Lindley, « The role of microtexture on the faceted fracture morphology in Ti–6Al–4V subjected to high-cycle fatigue », *Acta Mater.*, vol. 58, n° 11, p. 3908-3918, juin 2010.
- [123] M. R. Chini, « Influence des microstructures hétérogènes sur les propriétés mécaniques dans l’alliage 10-2-3 », ENIM-Université de Lorraine, Rapport de Stage Master MMSP, 2014.
- [124] S. Lhadi, S. Berbenni, N. Gey, T. Richeton, et L. Germain, « Micromechanical modeling of the effect of elastic and plastic anisotropies on the mechanical behavior of beta-Ti alloys », *Int. J. Plast.*, 2018.
- [125] S. Lhadi, M. Chini, T. Richeton, N. Gey, L. Germain, et S. Berbenni, « Micromechanical modeling of the elastoviscoplastic behavior and incompatibility stresses of near beta-titanium alloys », *MDPI Mater.*, 2018.
- [126] S. Berbenni et L. Capolungo, « A Mori–Tanaka homogenization scheme for non-linear elastoviscoplastic heterogeneous materials based on translated fields: An affine extension », *Comptes Rendus Mécanique*, vol. 343, n° 2, p. 95-106, 2015.
- [127] C. Mareau et S. Berbenni, « An affine formulation for the self-consistent modeling of elastoviscoplastic heterogeneous materials based on the translated field method », *Int. J. Plast.*, vol. 64, p. 134-150, 2015.
- [128] K. E. K. Amouzou, T. Richeton, A. Roth, M. A. Lebyodkin, et T. A. Lebedkina, « Micromechanical modeling of hardening mechanisms in commercially pure α -titanium in tensile condition », *Int. J. Plast.*, vol. 80, p. 222-240, mai 2016.
- [129] L. Méric, P. Poubanne, et G. Cailletaud, « Single Crystal Modeling for Structural Calculations: Part 1—Model Presentation », *J. Eng. Mater. Technol.*, vol. 113, n° 1, p. 162-170, janv. 1991.
- [130] L. Méric, P. Poubanne, et G. Cailletaud, « Single Crystal Modeling for Structural Calculations: Part 1—Model Presentation », *J. Eng. Mater. Technol.*, vol. 113, n° 1, p. 162-170, janv. 1991.
- [131] G. Martin, « Simulation numérique multi-échelles du comportement mécanique des alliages de titane bêta-métastable Ti5553 et Ti17 », PhD Thesis, Ecole nationale supérieure des Mines de Paris, 2012.
- [132] R. Masson et A. Zaoui, « Self-consistent estimates for the rate-dependent elastoplastic behaviour of polycrystalline materials », *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 47, n° 7, p. 1543-1568, juin 1999.
- [133] R. Masson, R. Brenner, et O. Castelnau, « Incremental homogenization approach for ageing viscoelastic polycrystals », *Comptes Rendus Mécanique*, vol. 340, n° 4-5, p. 378-386, avr. 2012.
- [134] A. Settefrati, « Étude expérimentale et modélisation par champ de phase de la formation de α dans les alliages de titane bêta-métastable », PhD Thesis, Université de Lorraine, 2012.
- [135] M. Sauzay, « Effet de l’anisotropie élastique cristalline sur la distribution des facteurs de Schmid à la surface des polycristaux », *Comptes Rendus Mécanique*, vol. 334, n° 6, p. 353-361, juin 2006.
- [136] Chaussy, F. et Driver, J.H., « Evolutions microstructurales en compression uniaxiale à chaud de l’alliage β -Cez », *Rev Met Paris*, vol. 93, n° 9, p. 1057-1066, 1996.
- [137] J. D. Eshelby, « The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems », *Proc R Soc Lond A*, vol. 241, n° 1226, p. 376-396, août 1957.
- [138] I. Tiba, T. Richeton, C. Motz, H. Vehoff, et S. Berbenni, « Incompatibility stresses at grain boundaries in Ni bicrystalline micropillars analyzed by an anisotropic model and slip activity », *Acta Mater.*, vol. 83, p. 227-238, janv. 2015.
- [139] T. Richeton et S. Berbenni, « Effects of heterogeneous elasticity coupled to plasticity on stresses and lattice rotations in bicrystals: A Field Dislocation Mechanics viewpoint », *Eur. J. Mech. - ASolids*, vol. 37, p. 231-247, janv. 2013.

- [140] J. Gemperlová, V. Paidar, et F. Kroupa, « Compatibility stresses in deformed bicrystals », *Czechoslov. J. Phys. B*, vol. 39, n° 4, p. 427-446, avr. 1989.
- [141] J. P. Hirth, « The influence of grain boundaries on mechanical properties », *Metall. Trans.*, vol. 3, n° 12, p. 3047-3067, déc. 1972.
- [142] C. Rey et A. Zaoui, « Grain boundary effects in deformed bicrystals », *Acta Metall.*, vol. 30, n° 2, p. 523-535, févr. 1982.
- [143] A. Acharya, « A model of crystal plasticity based on the theory of continuously distributed dislocations », *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 49, n° 4, p. 761-784, avr. 2001.
- [144] R. E. Hook et J. P. Hirth, « The deformation behavior of isoaxial bicrystals of Fe-3%Si », *Acta Metall.*, vol. 15, n° 3, p. 535-551, mars 1967.
- [145] V. Hounkpati *et al.*, « In situ neutron measurements and modelling of the intergranular strains in the near- β titanium alloy Ti- β 21S », *Acta Mater.*, vol. 109, p. 341-352, mai 2016.
- [146] J. Petit *et al.*, « Combining Laue Microdiffraction and Digital Image Correlation for Improved Measurements of the Elastic Strain Field with Micrometer Spatial Resolution », *Procedia IUTAM*, vol. 4, p. 133-143, janv. 2012.
- [147] J. Petit *et al.*, « Laue-DIC: a new method for improved stress field measurements at the micrometer scale », *J. Synchrotron Radiat.*, vol. 22, n° 4, p. 980-994, juill. 2015.
- [148] Q. Yao, J. Sun, H. Xing, et W. Guo, « Influence of Nb and Mo contents on phase stability and elastic property of β -type Ti-X alloys », *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, vol. 17, n° 6, p. 1417-1421, déc. 2007.
- [149] J. J. Funderberger et B. Beausir, « JTEX », *JTEX - Software for Texture Analysis*, 2015. [En ligne]. Disponible sur: <http://jtex-software.eu/>.
- [150] A. J. Schwartz, M. Kumar, B. L. Adams, et D. P. Field, *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. (<http://www.ebsd.com/ebsd-explained/>): <http://www.ebsd.com/ebsd-explained/> Springer, Boston, MA, 2009.
- [151] « EBSD Oxford Instruments - Basics of Automated Indexing ». [En ligne]. Disponible sur: <http://www.ebsd.com/ebsd-explained/basics-of-automated-indexing>. [Consulté le: 28-févr-2018].
- [152] C. Maurice et R. Fortunier, « A 3D Hough transform for indexing EBSD and Kossel patterns », *J. Microsc.*, vol. 230, n° 3, p. 520-529, juin 2008.
- [153] L. Germain, *Merengue 2*. .
- [154] M. Humbert et N. Gey, « The calculation of a parent grain orientation from inherited variants for approximate (b.c.c.–h.c.p.) orientation relations », *J. Appl. Crystallogr.*, vol. 35, n° 4, p. 401-405, août 2002.
- [155] N. Gey et M. Humbert, « EBSD data analysis to built the crystal orientation map of the parent β phase from the α inherited one application to the study of the β - α variant selection. », *J. Mater. Sci.*, vol. 38(6), p. 1289-1294, 2003.
- [156] L. Germain, N. Gey, R. Mercier, P. Blaineau, et M. Humbert, « An advanced approach to reconstructing parent orientation maps in the case of approximate orientation relations: Application to steels », *Acta Mater.*, vol. 60, n° 11, p. 4551-4562, juin 2012.
- [157] L. Germain, « Mémoire d'Habilitation à Diriger des Recherches. Apports des reconstructions des microtextures parentes dans l'étude des aciers et des alliages de titane », 2014.
- [158] L. Germain, D. Kratsch, M. Salib, et N. Gey, « Identification of sub-grains and low angle boundaries beyond the angular resolution of EBSD maps », *Mater. Charact.*, vol. 98, p. 66-72, déc. 2014.
- [159] J.-J. Funderberger, A. Morawiec, E. Bouzy, et J. S. Lecomte, « Polycrystal orientation maps from TEM », *Ultramicroscopy*, vol. 96, n° 2, p. 127-137, août 2003.
- [160] P. W. Trimby, « Orientation mapping of nanostructured materials using transmission Kikuchi diffraction in the scanning electron microscope », *Ultramicroscopy*, vol. 120, p. 16-24, sept. 2012.

- [161] R. R. Keller et R. H. Geiss, « Transmission EBSD from 10 nm domains in a scanning electron microscope », *J. Microsc.*, vol. 245, n° 3, p. 245-251, mars 2012.
- [162] E. Brodu, E. Bouzy, J.-J. Fundenberger, J. Guyon, A. Guitton, et Y. Zhang, « On-axis TKD for orientation mapping of nanocrystalline materials in SEM », *Mater. Charact.*, vol. 130, p. 92-96, août 2017.
- [163] J. J. Fundenberger, E. Bouzy, D. Goran, J. Guyon, H. Yuan, et A. Morawiec, « Orientation mapping by transmission-SEM with an on-axis detector », *Ultramicroscopy*, vol. 161, n° Supplement C, p. 17-22, févr. 2016.
- [164] R. O. Williams, « SHEAR TEXTURES IN COPPER, BRASS, ALUMINUM, IRON, AND ZIRCONIUM », *Trans Met Soc AIME*, vol. Vol: 224, févr. 1962.
- [165] U. F. Kocks, C. N. Tomé, H.-R. Wenk, et A. J. Beaudoin, *Texture and Anisotropy: Preferred Orientations in Polycrystals and Their Effect on Materials Properties*. Cambridge University Press, 2000.
- [166] S. I. Wright, M. M. Nowell, et D. P. Field, « A Review of Strain Analysis Using Electron Backscatter Diffraction », *Microsc. Microanal.*, vol. 17, n° 3, p. 316-329, juin 2011.
- [167] F. Bachmann, R. Hielscher, et H. Schaeben, « Grain detection from 2d and 3d EBSD data—Specification of the MTEX algorithm », *Ultramicroscopy*, vol. 111, n° 12, p. 1720-1733, déc. 2011.
- [168] L. Germain, N. Gey, M. Humbert, P. Bocher, et M. Jahazi, « $\beta \rightarrow \alpha$ s Variant Selection in Sharp hcp Textured Regions of a Bimodal IMI834 Billet », in *Materials Science Forum*, Leuven, Belgique, 2005, p. 663-668.
- [169] F. Chaussy et J. H. Driver, « Evolutions microstructurales en compression uniaxiale à chaud de l'alliage β -Cez », *Rev. Métallurgie*, vol. 93, n° 9, p. 1057-1066, sept. 1996.
- [170] H. Li, C. J. Boehlert, T. R. Bieler, et M. A. Crimp, « Examination of the distribution of the tensile deformation systems in tension and tension-creep of Ti-6Al-4V (wt.%) at 296 K and 728 K », *Philos. Mag.*, vol. 95, n° 7, p. 691-729, mars 2015.
- [171] T. R. Bieler, P. D. Nicolaou, et S. L. Semiatin, « An experimental and theoretical investigation of the effect of local colony orientations and misorientation on cavitation during hot working of Ti-6Al-4V », *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 36, n° 1, p. 129-140, janv. 2005.
- [172] D. Lunt, J. Q. da Fonseca, D. Rugg, et M. Preuss, « Microscopic strain localisation in Ti-6Al-4V during uniaxial tensile loading », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 680, p. 444-453, janv. 2017.
- [173] I. L. Dillamore et W. T. Roberts, « Rolling textures in f.c.c. and b.c.c. metals », *Acta Metall.*, vol. 12, n° 3, p. 281-293, mars 1964.
- [174] N. Stanford et P. S. Bate, « Crystallographic variant selection in Ti-6Al-4V », *Acta Mater.*, vol. 52, n° 17, p. 5215-5224, oct. 2004.
- [175] W. B. Li et O. Umezawa, « A Review of Subsurface Crack Initiation Models in High-Cycle Fatigue for Titanium Alloys », *Key Engineering Materials*, 2017. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.scientific.net/KEM.741.76>. [Consulté le: 14-juin-2018].
- [176] A. Pokorny et J. Pokorny, « Fractographie - Morphologie des cassures », *Ref TIP551WEB - Étude Propr. Métaux*, déc. 2002.
- [177] S. J. Kim, M. Hagiwara, Y. Kawabe, et S. S. Kim, « Internal crack initiation in high cycle fatigued Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn alloys », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 334, n° 1-2, p. 73-78, sept. 2002.
- [178] N. Escale, *Étude par microscopie électronique en transmission des microstructures et des micromécanismes de déformation d'alliages de titane bêta-métastables*. Toulouse 3, 2012.
- [179] P. Dufour, « Phase transformations, strength and fracture toughness of the beta-metastable alloy Ti-5553 », UCL - Université Catholique de Louvain, 2012.
- [180] « ASM Handbook Volume 12: Fractography - ASM International ». [En ligne]. Disponible sur: <https://www.asminternational.org/>.

- [181] F. Bridier, P. Villechaise, et J. Mendez, « Slip and fatigue crack formation processes in an α/β titanium alloy in relation to crystallographic texture on different scales », *Acta Mater.*, vol. 56, n° 15, p. 3951-3962, sept. 2008.