

THÈSE

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par :

Institut National Polytechnique de Toulouse (INP Toulouse)

Discipline ou spécialité :

Science et Génie des Matériaux

Présentée et soutenue par :

M. MARTIN SURAND

le jeudi 28 novembre 2013

Titre :

ETUDE DU COMPORTEMENT VISCOPLASTIQUE EN TRACTION ET EN FLUAGE DE L' ALLIAGE TA6V DE 20 A 600 DEGRES CELSIUS

Ecole doctorale :

Sciences de la Matière (SM)

Unité de recherche :

Centre Interuniversitaire de Recherche et d'Ingénierie des Matériaux (C.I.R.I.M.A.T.)

Directeur(s) de Thèse :

M. BERNARD VIGUIER

Rapporteurs :

M. JEAN LOUP STRUDEL, HYDERABAD UNIVERSITY

M. PATRICK VILLECHAISE, ENSMA POITIERS

Membre(s) du jury :

Mme ELISABETH GAUTIER, INP DE NANCY, Président

M. ALAIN COURET, CEMES TOULOUSE, Membre

M. BERNARD VIGUIER, INP TOULOUSE, Membre

Mme EMILIE HERNY, SOCIETE MICROTURBO, Membre

RESUME

Les durées de vie classiques des pièces en aéronautique sont de plusieurs dizaines d'années. Cependant, certaines applications en marge impliquent des durées de vie bien plus courtes, sans réparation ou récupération des pièces. Les modèles de conception classiques doivent être adaptés et la démarche du choix matériau se faire « au juste besoin », autorisant l'utilisation des matériaux aux conditions limites de leur intégrité. Afin d'estimer ces limites, la caractérisation à plus hautes températures d'alliages existants est entreprise. C'est dans cette optique que se placent les travaux de thèse présentés dans ce manuscrit. L'alliage étudié est le Ti-6Al-4V (TA6V) forgé qui possède à l'issu du traitement thermomécanique une microstructure duplex. Il est actuellement l'alliage de titane le plus couramment utilisé en aéronautique et son utilisation est généralement limitée aux environs de 350°C pour des durées de vie classiques. Dans le but d'utiliser cet alliage pendant une dizaine d'heure, l'étude menée consiste à caractériser le TA6V de 20°C à 600°C. La caractérisation se centre, dans un premier temps, sur l'état métallurgique de la matière initiale issue du galet forgé et sur sa stabilité en température. Ensuite, le comportement mécanique du TA6V est étudié de 20°C à 600°C en traction, mettant en évidence une sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation dépendant de la température. Ce comportement est mis en lien avec le phénomène de vieillissement dynamique. La caractérisation du comportement mécanique est poursuivie par une campagne étendue de fluage de 20°C à 600°C pour différents niveaux de contraintes (de 0,3 à 1 fois la limite d'élasticité en traction). Ces essais montrent différents comportements en fonction de la température. La matière déformée en traction et en fluage est analysée en microscopie électronique en transmission afin d'apporter des informations sur les mécanismes de déformation gouvernant les différents comportements de l'alliage. Les campagnes de caractérisation en traction et en fluage ont permis d'établir un modèle de comportement viscoplastique du TA6V de 20°C à 600°C validé par l'ajustement des résultats obtenus à l'issue d'essais thermomécaniques complexes avec la simulation de ces essais par éléments finis. La corrélation des résultats en traction et en fluage et la détermination des mécanismes de déformation conduit à une discussion sur le comportement viscoplastique du TA6V, pour finalement aboutir à une proposition de modélisation du fluage du TA6V de 20°C à 600°C. Le modèle permet de reproduire qualitativement des courbes de fluage à partir de la sensibilité à la vitesse de déformation mesurée au cours d'essais de traction.

MOTS CLÉ : titane, TA6V, viscoplasticité, sensibilité à la vitesse de déformation, fluage, traction, haute température, mécanismes de déformation, éléments finis, texture, vieillissements, courtes durées de vie

ABSTRACT:

Classical life time of aeronautic parts lasts several decades. However, for some special applications with short life time and without repairs or recovery of parts, material design is tailored "close to real needs". This justifies characterization at higher temperatures of well-known alloys and not developing new alloys. The study presented in this manuscript is included within this frame of short life applications. Forged Ti-6Al-4V (Ti-64) alloy with a bimodal microstructure is the most common titanium alloy in aeronautic and is usually limited below 350°C applications during classical life time. In order to use this alloy during a ten hour application, this thesis consists in characterizing Ti-64 from 20°C to 600°C. In a first time, characterization is focused on initial metallurgical state coming from a forged billet and on its thermal stability. Then, mechanical behavior of Ti-64 is studied by tensile testing from 20°C to 600°C, highlighting strain rate sensitivity (SRS) of flow stress. SRS is

depending on temperature. This dependency is usually due to dynamic strain ageing phenomenon. Mechanical behavior characterization continues with creep testing from 20°C to 600°C for several stress levels (from 0.3 to 1 time yield stress values). Different behaviors versus temperature are revealed. Deformed samples by tensile testing and creep testing are analyzed by transmission electronic microscopy to bring information about deformation mechanisms controlling the different behaviors of the alloy. Thanks to tensile and creep testing, a viscoplastic modeling of Ti-64 from 20°C to 600°C has been performed and validated by fitting results from complex thermo mechanical tests with finite elements simulations. Comparison of mechanical behavior with deformation mechanisms leads to a discussion about viscoplasticity of Ti-64, and finally results in a proposal modeling creep behavior of Ti-64 from 20°C to 600°C. The model is able to estimate qualitatively creep curves using strain rate sensitivity measured during tensile tests.

KEY WORDS: titanium, Ti-64, viscoplasticity, strain rate sensitivity, creep, tensile test, high temperature, deformation mechanism, finite elements, texture, ageing, short life applications

REMERCIEMENTS

Ces deux pages sont l'occasion pour moi de remercier les personnes sans qui ces trois années de doctorat n'auraient pu aboutir à ce manuscrit de thèse.

Tout d'abord, je souhaite remercier Elisabeth Gautier, directrice de recherche à l'Institut Jen Lamour de Nancy, pour avoir accepté de présider le jury de soutenance de ces travaux, ainsi que Jean-Loup Strudel, Professeur à l'université de Hyderabad, et Patrick Villechaise, directeur de recherche à l'ENSMA de Poitiers, pour avoir pertinemment et constructivement réalisé les rapports de ces travaux. J'associe aussi à ces remerciements les participations d'Alain Couret, directeur de recherche au CEMES de Toulouse, et Jean-Yves Guedou, Docteur pour Snecma au sein du groupe Safran, à l'examen des travaux de recherche détaillés dans ce manuscrit.

Les plus grands de mes remerciements vont à Bernard VIGUIER, professeur à L'ENSIACET de Toulouse, et à Emilie Herny, Docteur pour Microturbo au sein du groupe Safran. Je ne saurai quantifier leur aide au cours de ces trois années ni estimer l'ensemble des connaissances que j'ai pu assimiler grâce à eux. C'est toujours avec un grand plaisir que j'appréhenderai une nouvelle collaboration et le maintien du contact professionnel et personnel.

Je remercie Christian VILLARD, chef du service Assurance Qualité Matériaux et Procédés Spéciaux (AQMPS) de Microturbo, qui a su défendre ses convictions pour que cette thèse voit le jour et rester de bon conseil tout au long de ces trois années. Je voudrais aussi le remercier de m'avoir fait confiance et permis d'être présent la majeure partie de mon temps au sein de son équipe.

Je n'aurais pas la prétention de pouvoir discuter avec les acteurs du dimensionnement moteur en aéronautique si Alain Delbez, expert mécanique chez Microturbo au sein du groupe Safran, n'avait pas su se rendre disponible pour m'enseigner l'art de la résistance des matériaux (RDM). Je tiens aussi à y associer l'aide de Sébastien Oustric, responsable de l'équipe RDM, pour son intérêt et sa pédagogie, ainsi que Bruno Verazzi sans qui les éléments finis me donneraient encore maille à la tête !

La variété des données mécaniques accumulées au cours de ces travaux de thèse est le fruit d'une collaboration imprévue mais grandement valorisée avec Jacques Ruau de la DGATA à Toulouse où la majeure partie des essais de fluage a pu être menée. Pour les essais réalisés au CRIMAT je remercie Jean-Claude Salabura pour la conception des machines d'essais dédiées à ces travaux de thèse.

Je tiens aussi à remercier particulièrement Nadine Sanchez, responsable matière au laboratoire matériaux et procédés de Microturbo, pour m'avoir appris les ficelles de l'approvisionnement matière et de son suivi qualité, mais surtout pour m'avoir laissé coller mon bureau au sein pendant ces quelques années que je n'oublierai pas.

Je remercie aussi les stagiaires et étudiants de projets qui ont œuvré pour moi à différents moments de la thèse. Leur contribution n'est pas négligeable et a permis d'étailler et d'approfondir les résonnements. Merci donc à Corentin Belard (INSA Lyon) pour ses travaux sur la modélisation viscoplastique du TA6V par éléments finis, Lavinia Badea (Université de Pitesti, Roumanie) pour son aide à la préparation des lames MET et l'organisation des éprouvettes de fluage, Lucie Jouve et Marion Doliger (ENSIACET) pour leurs analyses sur l'endommagement des éprouvettes de fluage et enfin Jean-Baptiste Libot et Thomas Teyssèdre (ENSIACET) pour leurs analyses d'image sur les microstructures vieillies.

Pour leur support quotidien au sein du laboratoire et leurs motivations pour rendre les choses possibles : Ronan Mainguy compagnon de montage, calibrage et utilisation des machines d'essais, Marie-Christine Lafont pour le temps passé dans le noir à plisser les yeux sur les faisceaux d'électrons et Alexandre Freulon pour son application à maintenir l'organisation des activités métallographiques.

J'associe aussi à ces remerciements tous les avis éclairés que j'ai pu recevoir de l'équipe encadrante du CIRIMAT : Eric Andrieu, Dominique Poquillon, Julitte Huez, Jeanne-Marie Alcaraz, Aurélie Rouaix, Daniel Monceau, Claudie Josse, Benoît Malard, Jacques Lacaze, Christine Blanc.

Je tiens aussi à remercier les anciens du 2-R1-6 Serge Selezneff, Christophe Buirette (conseiller technique titane officiel) et Thomas Ghenot avec qui le temps passait bien trop vite lorsque le tableau blanc se noircissait de science et d'autre. Je remercie aussi tous les amis du laboratoire avec qui il est toujours intéressant de parler science et toujours aussi facile de l'oublier : Vincent Proton, Pauline Audigié, Jonathan Hugues, Adrien Laurino, Damien Texier, Koenraad Theuwissen, Bertrand Max, Martin Rautenberg, Guilhaume Boisselier, Aneesha Varghese, Mathilde Guerin, Florian Galiano

Je n'oublie pas n'ont plus toutes les équipes de Microturbo dans lesquelles j'ai vagabondé durant ces trois années ; en commençant par le laboratoire matériaux et procédés, regroupant une bande de joyeux vivants qu'il est impossible d'oublier : Thibaut Espinosa, Marc Battoue, Fabien Payant, Pierre Regis, Francis Pellefigue, Pascal Rouaix, Patricia Baradat, Stéphane Meyer et Pénélope Pelizzari. J'associe aussi à ces bonnes rencontres au sein de Microturbo Clément Lalanne et Thomas Rossi. Je tiens aussi à remercier l'équipe du bureau d'études mécaniques qui m'a accueilli pendant mes 6 mois de stage qui ont précédé cette thèse. Pour finir, un grand merci à l'équipe R&T de Jean-François Rideau de Microturbo pour m'avoir accueilli au plus dur de la thèse, les six derniers mois, j'aurai aimé pouvoir disposer de plus de temps pour partager.

Enfin, au-delà de ces trois années de thèse je remercie en particulier mon père et ma mère pour leur présence depuis le tout début, ainsi que le reste de la famille. Merci aussi aux amis de longue et moyenne date, Alexandre Garroux, Rémi Masselot, Yann Simon, Thomas Ducrot, Aristide Zongo, Gregory Guillotin, Alex Jandot, Rodolphe Manaquin et Christophe Petit, rencontrés et précieusement gardés au fil des années et qui sont toujours là pour donner à la vie ses rires et ses couleurs.

Sommaire

Introduction 1

Chapitre I - Bibliographie 5

I.1 Notations cristallographiques 7

I.2 Métallurgie du titane pur et de ses alliages 8

I.2.1 Cristallographie du titane pur 8

I.2.2 Les éléments d'alliage 9

I.3 Les alliages de titane 15

I.3.1 Les différentes classes d'alliages de titane 15

I.3.2 Les microstructures des alliages de titane 16

I.3.3 Les phases présentes dans le TA6V 20

I.4 Elaboration des microstructures 20

I.4.1 Traitements thermomécaniques 20

I.4.2 Stabilité de la microstructure 23

I.4.3 Anisotropie du titane 24

I.5 Mécanismes de déformation 25

I.5.1 Système de déformation au sein de la microstructure 25

I.5.2 Le fluage du titane 30

I.5.3 Anomalie de viscoplasticité de 20ºC à 600ºC 34

I.5.4 Ordre à courte distance 38

Chapitre II - Techniques et méthodes expérimentales..... 41

II.1 Méthodes et appareils de caractérisation de la métallurgie..... 43

II.1.1 Préparation des échantillons 43

II.1.2 Les appareils de caractérisation 43

II.2 Méthodes et appareils de caractérisation de la cristallographie 46

II.3 Méthodes et appareils de caractérisation mécanique 48

II.3.1 Eprouvettes 48

II.3.2 Moyen d'essais utilisé à Microturbo 48

II.3.3 Moyens d'essais utilisés à DGA TA 49

II.3.4 Moyens d'essais utilisés au CIRIMAT 49

II.3.5 Dépouillement des essais 51

Chapitre III - Résultats de Caractérisations de 20ºC à 600ºC 59

III.1 Etude de l'état métallurgique 61

III.1.1 Caractérisation de la microstructure 61

III.1.2 Hétérogénéité de la matière dans le galet 63

III.1.3 Stabilité de la microstructure 75

III.1.4 Synthèse des caractérisations de l'état métallurgique 82

III.2 Etude du comportement mécanique 83

III.2.1 Etude du comportement en traction 83

III.2.2 Etude du comportement en fluage 111

III.3 Etude de la microstructure après déformation 128

III.3.1 Domaine des basses températures 128

III.3.2 Domaine des températures intermédiaires 131

III.3.3 Domaine des hautes températures 136

III.3.4 Synthèse de la caractérisation de la microstructure déformée 146

III.4 Synthèse des résultats de caractérisation 147

Chapitre IV - Exploitation des résultats 151

IV.1 Discussion sur le comportement viscoplastique 153

IV.1.1 Volume d'activation apparent 153

IV.1.2 Sensibilité à la vitesse de déformation 158

IV.1.3 Des essais de traction à différentes vitesses de déformation aux courbes de fluage 162

IV.1.4 Synthèse sur le comportement viscoplastique 168

IV.2 Comportement du matériau au cours d'un essai thermomécanique : expérience et simulation 170

Conclusions et perspectives 177

Annexes 183

Références bibliographiques 207

Introduction

Les alliages de titane sont largement employés dans les domaines de l'aéronautique, de l'énergie, de la chimie, des transports et du médical. Leurs propriétés spécifiques sont supérieures aux alliages d'aluminium et aux aciers, ce qui fait leur forte valeur ajoutée. Ainsi, ils présentent un bon compromis entre une tenue mécanique en température et une densité relativement faible par rapport à d'autres alliages. Dans le secteur de la motorisation aéronautique, ils sont généralement préférés lors d'applications jusqu'à 400ºC de pièces chargées mécaniquement comme les pièces tournantes des premiers étages compressifs des moteurs.

Safran est un des principaux acteurs mondiaux de la motorisation aéronautique. Une partie de son activité se consacre au développement de systèmes propulsifs pour les avions avec Snecma, les hélicoptères avec Turboméca ou les missiles avec Microturbo. Les travaux présentés dans ce manuscrit sont le fruit d'une collaboration entre Safran – Microturbo et le laboratoire universitaire CIRIMAT (Centre Interuniversitaire de Recherche et d'Ingénierie des MATériaux), tous deux localisés à Toulouse.

Microturbo conçoit, développe et fabrique des turbines à gaz de faible puissance pour deux principaux types de produits : les générateurs de puissance et les turboréacteurs. Ces turbines à gaz fonctionnent selon 4 étapes schématisées sur la Figure 0.1 :

- La **compression** : l'air extérieur est aspiré à l'intérieur de la machine par les étages compressifs. Après cette étape l'air est envoyé sous pression dans la chambre de combustion.
- La **combustion** : l'air sous pression est mélangé à du kérosène. Une fois la combustion du mélange initiée, celle-ci peut être maintenue continûment lors du fonctionnement. Sous l'effet de la combustion l'air est détendu sous forme de gaz de combustion en sortie de chambre.
- La **détente** : les gaz détendus sont éjectés à haute vitesse et forte pression. La détente se produit sur une turbine qui est mise en rotation en récupérant une partie de l'énergie de détente du gaz. Cette turbine est reliée aux étages compressifs et permet d'auto-entretenir la rotation de l'ensemble.
- L'**échappement** : l'air est éjecté soit à grande vitesse pour générer de la poussée permettant au moteur de jouer son rôle propulsif, soit détendu au maximum sur la turbine pour convertir le plus d'énergie cinétique en énergie mécanique.

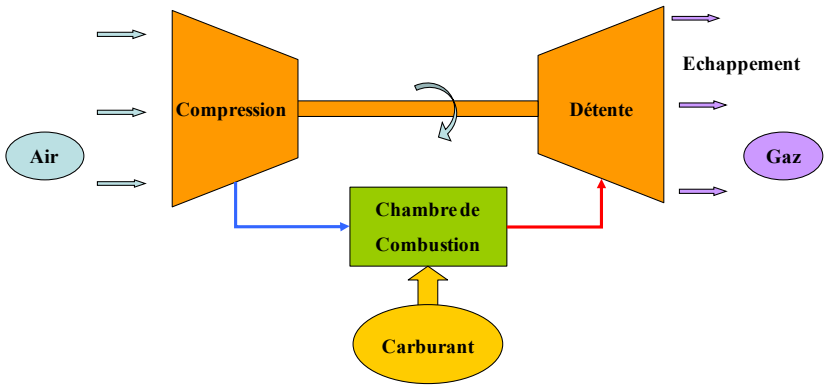


Figure 0.1 - Schéma du principe de fonctionnement d'une turbine à gaz, adapté de [Turbomeca, 2004]

La turbine à gaz peut être optimisée pour fournir deux types d'énergie : une énergie mécanique par la rotation de la turbine sur un arbre ou propulsive en augmentant la vitesse d'éjection des gaz.

Dans le cas de notre étude, l'application est celle d'un système propulsif et la turbine à gaz est nommée turboréacteur.

L'augmentation des performances d'une telle machine passe généralement par l'augmentation des températures de fonctionnement, sollicitant les matériaux de façon critique. Pour faire face aux augmentations de température, le choix des matériaux utilisés est devenu primordial. Bien souvent, l'utilisation d'un matériau qui possède une meilleure tenue en température implique le choix d'un matériau dit plus noble, c'est-à-dire généralement plus cher et nécessitant des techniques industrielles sophistiquées en matière d'élaboration, de mise en forme, d'usinage, d'assemblage... Ces contraintes techniques sont parfois inévitables pour répondre à des durées de vie de plusieurs dizaines d'années, classiques pour des pièces aéronautiques.

Cependant, la spécificité des produits de Microturbo, et plus particulièrement des turboréacteurs, est leur faible durée de fonctionnement (quelques heures). Ainsi, dans le cas d'applications de courtes durées de vie, Microturbo adopte une approche différente des motoristes classiques de l'aéronautique. La problématique s'axe sur un choix matériau «au juste besoin», c'est-à-dire privilégiant des alliages qui couvrent strictement les caractéristiques nécessaires à l'application. Cette démarche est d'autant plus justifiée et pertinente lorsque l'étude se consacre à des produits à usage unique où la réparation et la récupération de pièces ne s'appliquent pas. C'est au sein de ce contexte que s'insère la problématique de ces travaux de thèse. Il s'agit plus spécifiquement d'évaluer les potentialités d'un alliage de titane communément utilisé, le Ti-6Al-4V (TA6V) au-delà de ses limites conventionnelles. Les travaux de thèse permettent d'étudier la possibilité d'utiliser l'alliage TA6V pour fabriquer une pièce dont les conditions de fonctionnement (contrainte et température) auraient guidées un choix matériau classique vers un alliage de titane « haute température » tel que le Ti-6242. Les objectifs de l'étude sont donc multiples. Il s'agit dans un premier temps de caractériser la microstructure des galets forgés de TA6V et de s'assurer de la stabilité de cette microstructure dans les conditions d'utilisation. L'enjeu suivant est d'acquérir des données sur le comportement en traction et en fluage sur toute l'étendue du domaine d'utilisation de 20ºC à 600ºC, peu documenté dans la littérature surtout entre 400ºC et 600ºC. Ces données permettront d'une part de mieux comprendre les mécanismes de déformation en vue de leur modélisation et d'autre part, d'alimenter un modèle de comportement afin de simuler par éléments finis le comportement mécanique du matériau au cours de cycles thermomécaniques complexes.

Ainsi, le manuscrit s'articule en quatre chapitres. Le chapitre I de ce manuscrit permet d'exposer une étude bibliographique sur le titane et ses alliages. Dans un premier temps, la métallurgie, les microstructures et leurs stabilités sont traitées en se focalisant plus particulièrement sur celles du TA6V. La mise en place de la plasticité et des mécanismes de déformation dans les différentes phases du titane et de ses alliages sont ensuite abordées, pour finir sur le comportement en fluage des alliages de titane de 20ºC à 600ºC.

Le chapitre II est consacré à l'explicitation des protocoles de préparation des échantillons analysés et des techniques expérimentales développées et utilisées lors de la thèse.

Le chapitre III expose l'ensemble des résultats expérimentaux de la thèse et leurs interprétations. Le travail réalisé est divisé en trois parties. L'ensemble des résultats de caractérisations de l'état métallurgique de la matière brute et vieillie thermiquement issue du galet forgé est d'abord présenté. Les résultats des essais de traction et de fluage de 20ºC à 600ºC sont ensuite décrits et analysés. Le chapitre se termine enfin sur l'analyse en microscopie électronique de la microstructure déformée, afin de caractériser les mécanismes de déformation activés.

Le chapitre IV fait l'objet d'une interprétation plus globale du comportement viscoplastique de l'alliage TA6V de 20ºC à 600ºC, mis en relation avec les phénomènes de vieillissement dynamique. Finalement, ce manuscrit se termine par la présentation des résultats expérimentaux et de simulation obtenus au cours d'essais anisothermes spécifiquement développés et simulés grâce à une modélisation du comportement viscoplastique du TA6V par éléments finis.

Chapitre I - Bibliographie

I.1 Notations cristallographiques 7

I.2 Métallurgie du titane pur et de ses alliages 8

I.2.1 Cristallographie du titane pur 8

I.2.2 Les éléments d'alliage 9

I.2.2.1 Les éléments α-gènes 10

I.2.2.2 Les éléments β-gènes 12

I.2.2.3 Les éléments neutres 14

I.3 Les alliages de titane 15

I.3.1 Les différentes classes d'alliages de titane 15

I.3.2 Les microstructures des alliages de titane 16

I.3.2.1 Les phases β 16

I.3.2.2 Les phases α 16

I.3.2.3 Les phases fragilisantes 20

I.3.3 Les phases présentes dans le TA6V 20

I.4 Elaboration des microstructures 20

I.4.1 Traitements thermomécaniques 20

I.4.2 Stabilité de la microstructure 23

I.4.3 Anisotropie du titane 24

I.5 Mécanismes de déformation 25

I.5.1 Système de déformation au sein de la microstructure 25

I.5.1.1 Les systèmes de glissement dans la phase α 25

I.5.1.2 Déformation de la phase β 28

I.5.1.3 Déformation de l'interface α/β 29

I.5.2 Le fluage du titane 30

I.5.2.1 Le fluage à basse température (T < 200ºC) 30

I.5.2.2 Le fluage à haute température (T > 450ºC) 31

I.5.2.3 Le fluage aux températures intermédiaires (250ºC < T < 400ºC) 33

I.5.3 Anomalie de viscoplasticité de 20ºC à 600ºC 34

I.5.4 Ordre à courte distance 38

Le titane représente environ 0,6% de la masse de la croûte terrestre, ce qui en fait le quatrième métal le plus abondant sur Terre après l'aluminium, le fer et le magnésium. Il se trouve dans la plupart des cas sous forme de deux minerais : l'ilménite ($FeTiO_3$) ou le rutile (TiO_2). Le chimiste allemand Martin Heinrich Klaproth le découvre sous sa forme rutile et le désigne officiellement comme un nouvel élément chimique en 1795 [Vanderhasten, 2007] [Lütjering, 2010]. Jusqu'à la fin de la première moitié du 20e siècle, le titane n'est utilisé industriellement que sous sa forme rutile principalement pour sa pigmentation blanche. En effet, ce n'est qu'en 1932 que Guillaume Kroll met au point un procédé de purification exploitable industriellement pour produire du titane métallique. Cependant, l'utilisation du titane sous sa forme rutile représente toujours 95% de la production. Cette faible utilisation du titane sous sa forme métallique peut s'expliquer par son coût élevé. En effet, la réduction du minerai en éponge est 16 fois plus énergivore que pour l'acier et 1,7 fois plus que l'aluminium. Cela restreint les applications du titane à des secteurs de haute valeur ajoutée et implique une faible consommation mondiale relativement aux aciers et aux alliages d'aluminium [Boyer, 1994].

I.1 Notations cristallographiques

Pour que l'indexation cristallographique permette de retrouver par permutations circulaires des familles de plans équivalentes dans la maille hexagonale, il a été introduit la notation à 4 indices. Cette notation est souvent qualifiée de redondante car consiste à ajouter un quatrième axe dans le repère spatial, correspondant à l'opposé de la somme des deux premiers axes. La Figure I.1 illustre le repère de la maille hexagonale avec son quatrième axe. La Figure I.2 rappelle les formules de passage de la notation à 3 indices à la notation à 4 indices. La Figure I.3 donne les noms des principaux plans et principales directions de la maille hexagonale en notation 3 et 4 indices.

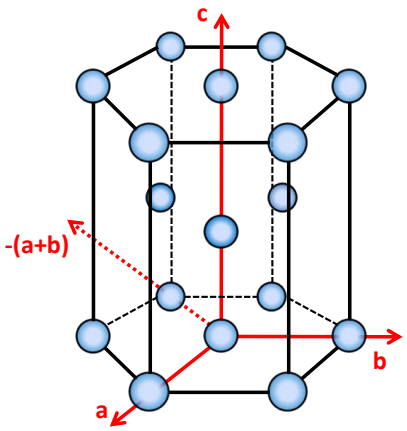


Figure I.1 - Repère cristallographique de la maille hexagonale pour la notation à 3 ou 4 indices

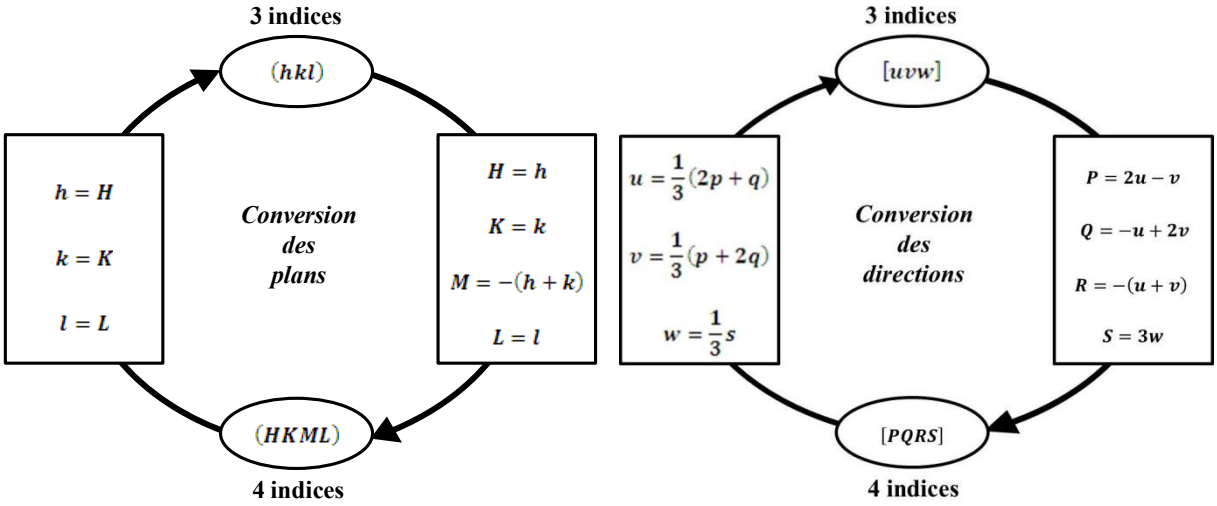


Figure I.2 - Schéma des formules de passage des notations à 3 indices aux notations à 4 indices

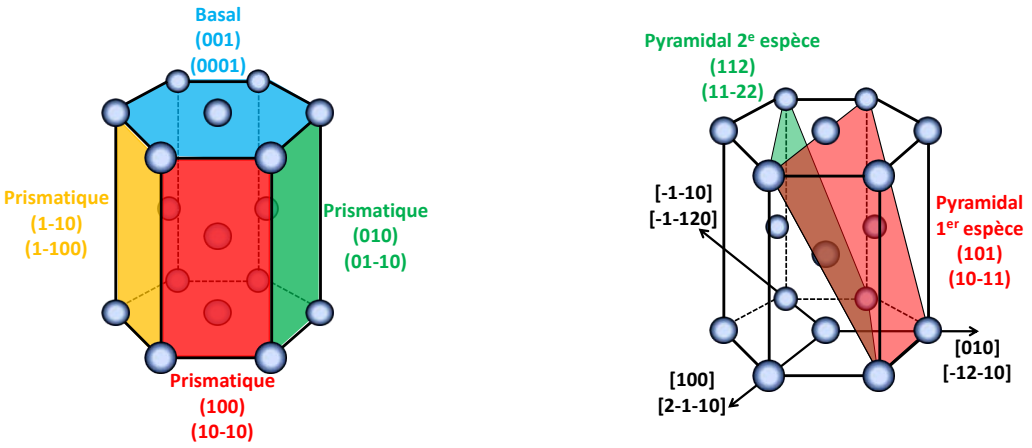


Figure I.3 - Correspondances en notation à 3 ou 4 indices des principaux plans et directions cristallographiques de la maille hexagonale

I.2 Métallurgie du titane pur et de ses alliages

I.2.1 Cristallographie du titane pur

Le titane pur présente une transformation allotropique à 882ºC. Cette température, nommée température de transus β (T_β), se caractérise par le passage d'une maille cristallographique cubique centrée à haute température, nommée β, à une maille hexagonale compacte, nommée α. Ces deux mailles caractérisent les deux phases du titane pur. La phase α stable pour les températures inférieures au transus et la phase β stable jusqu'à la température de fusion du titane à 1670ºC. La maille cubique centrée possède un paramètre a = 3,32Å et la maille hexagonale un paramètre a = 2,95Å associé à un paramètre c = 4,68Å. Ces paramètres confèrent à la maille α un rapport c/a de 1,587. La transformation allotropique du titane présente les spécificités d'une transformation martensitique, selon le mécanisme proposé par Burger pour le zirconium [Burgers, 1934]. Le passage de la forme cubique centrée à la forme hexagonale peut se faire par un faible déplacement de quelques atomes et

par un réarrangement de ceux-ci, sans aucune diffusion. Cette transformation se produit toujours par un mécanisme de cisaillement avec germination athermique. Les relations de Burgers reliant ces deux phases sont les suivantes :

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

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

Une rotation de 5,26° des axes $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ est nécessaire pour faire coïncider les directions $[111]_\beta$ et $[11\bar{2}0]_\alpha$. Ainsi, une distorsion du réseau cristallin est crée (distorsion de Bain) générant des contraintes internes. La Figure I.4 donne une représentation schématique des correspondances cristallographiques entre la phase α et la phase β en accord avec les relations de Burgers. L'axe [0001] est unique dans la maille hexagonale par contre il existe six directions [110] dans la maille cubique de β. Ainsi ces relations de Burgers génèrent six variants de microstructure pour une même orientation cristallographique de β.

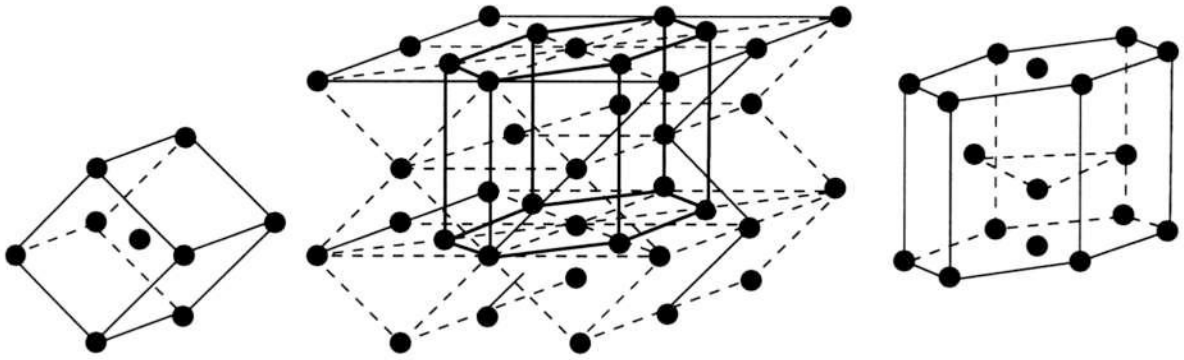


Figure I.4 - Corrélation cristallographique suivant les relations de Burgers [Combres, 2013]

I.2.2 Les éléments d'alliage

Des éléments d'alliage peuvent être ajoutés en substitution pour les atomes les plus volumineux mais aussi en insertion pour les atomes de plus faible rayon. Dans la maille hexagonale il existe deux sites interstitiels : le premier tétraédrique et le second octaédrique. La Figure I.5 donne une représentation des deux sites pour la maille hexagonale. Le rayon de ces sites est calculé dans le Tableau I.1 pour des mailles dont le rapport de compacité c/a est différent du rapport de compacité maximal (c/a = 1,633). La comparaison des valeurs des rayons atomiques de certains éléments chimiques avec la taille des sites tétraédriques montre que ces éléments d'alliage ne peuvent pas s'y insérer (cf. Tableau I.2). En revanche, des atomes de faible rayon atomique comme l'hydrogène ou l'oxygène peuvent s'insérer dans les sites octaédriques. Il est à noter que les principaux éléments d'alliage métalliques du titane, comme l'aluminium et le vanadium, possèdent des rayons atomiques bien supérieurs aux rayons des sites interstitiels et se placent donc exclusivement en substitution d'atomes de titane.

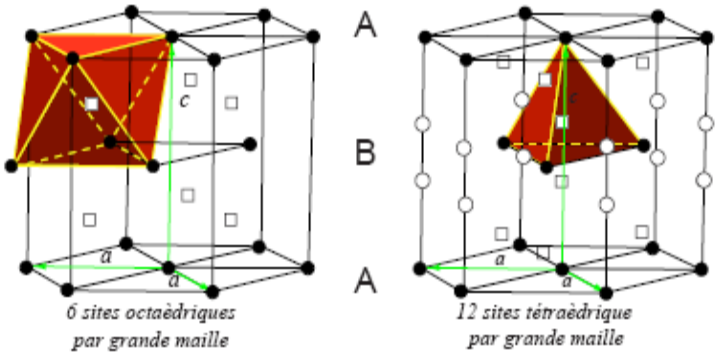


Figure I.5 - Localisation des sites interstitiels de la maille hexagonale

Tableau I.1 - Rayons des sites interstitiels pour la maille hexagonale

Type de site interstitiel	Rayon du site interstitiel en fonction de c/a pour c/a < 1,633	Valeur pour la phase α du titane pur
Tétraédrique	$\frac{a}{2\sqrt{3}} \times \left(\sqrt{4 + \frac{3}{4}\left(\frac{c}{a}\right)^2} - \sqrt{1 + \frac{3}{4}\left(\frac{c}{a}\right)^2} \right)$	0,34 Å
Octaédrique	$\frac{a}{2\sqrt{3}} \times \left(\sqrt{2 + \frac{4}{3}\left(\frac{a}{c}\right)^2 + \frac{3}{4}\left(\frac{c}{a}\right)^2} - \sqrt{1 + \frac{3}{4}\left(\frac{c}{a}\right)^2} \right)$	0,62 Å

Tableau I.2 - Rayons atomiques de certains éléments chimiques

Eléments chimiques	H	O	N	C	Al	V
Rayon (Å)	0,46	0,60	0,71	0,77	1,21	1,53

Il existe trois types d'éléments d'alliage selon leur pouvoir stabilisant pour l'une ou l'autre des deux phases. Ils sont nommés éléments α-gènes, β-gènes ou neutres. La proportion en chaque élément d'addition modifie la T_β et complexifie le diagramme de phases.

I.2.2.1 Les éléments α-gènes

L'augmentation de la concentration en éléments α-gènes dans l'alliage augmente la T_β et le domaine de stabilité de la phase α. Il y a formation d'un domaine de températures où l'alliage est biphasé α+β, comme schématisé sur la Figure I.6. Les éléments α-gènes peuvent être présents dans la maille en substitution ou en insertion.

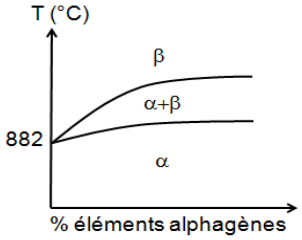


Figure I.6 - Effet des éléments α-gènes sur le diagramme de phases du titane

L'**aluminium** (Al) est l'élément α-gène de substitution le plus couramment utilisé dans les alliages de titane. Il existe d'autres éléments α-gènes (Bore (B), Gallium (Ga), Germanium (Ge) et terres rares), mais étant largement moins solubles dans les deux phases α et β, l'aluminium leur est préféré. En solution solide de substitution dans la phase α, l'aluminium augmente le rapport c/a de la maille hexagonale. Cette augmentation du rapport c/a limite la déformation de la phase α. En effet, une augmentation de la cission critique des systèmes de glissement prismatiques a pu être liée à l'augmentation de la teneur en aluminium [Sakai, 1974a]. Ainsi la résistance mécanique est augmentée et la ductilité diminuée. Les propriétés en fluage sont elles aussi améliorées. Toutefois, sa teneur est souvent limitée à 6% en masse pour ne pas précipiter l'intermétallique Ti_3Al [Gray, 1990], phase nommée α_2, très fragilisante. Le diagramme de phase du binaire Ti-Al est donné en Figure I.7.

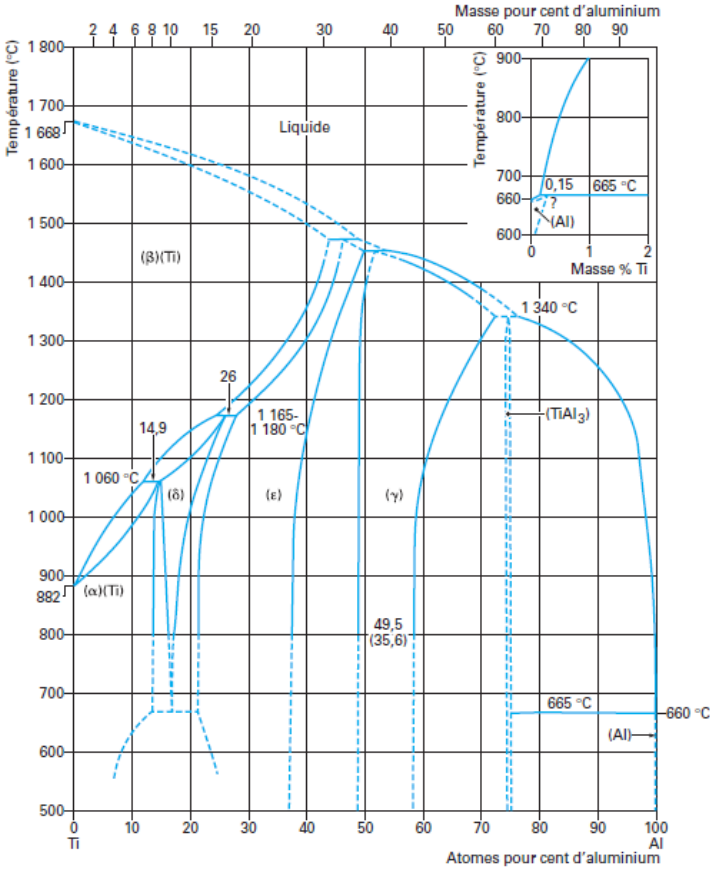


Figure I.7 - Diagramme de phases du binaire Ti-Al [Poupeau, 1999]

L'**oxygène** (O), le **carbone** (C) et l'**azote** (N) sont aussi des éléments fortement α-gènes qui se placent en insertion dans les sites octaédriques de la maille hexagonale en raison de leurs rayons atomiques (cf. Tableau I.1 et Tableau I.2). Ils s'insèreront en déformant la maille cristalline. L'**oxygène** peut être considéré comme un élément d'alliage car il durcit la phase α pour les différents grades de titane commercialement pur. Il diminue la ductilité et augmente la résistance mécanique. Sa solubilité est de l'ordre de 10% en masse dans la phase α [Weissman, 1970] [Wahlbeck, 1965]. Le module d'Young (E) et la T_β augmentent linéairement avec la concentration en oxygène dans le matériau comme le montre la Figure I.8. L'oxygène est aussi un élément dit α-phile à haute température, car il vient enrichir la phase α, la rendant ainsi plus stable, et appauvrir la phase β. Ceci à pour effet de retarder la transformation α -> β. La présence d'oxygène facilite la formation de Ti_3Al, lors de vieillissement en température au-dessus de 550ºC.

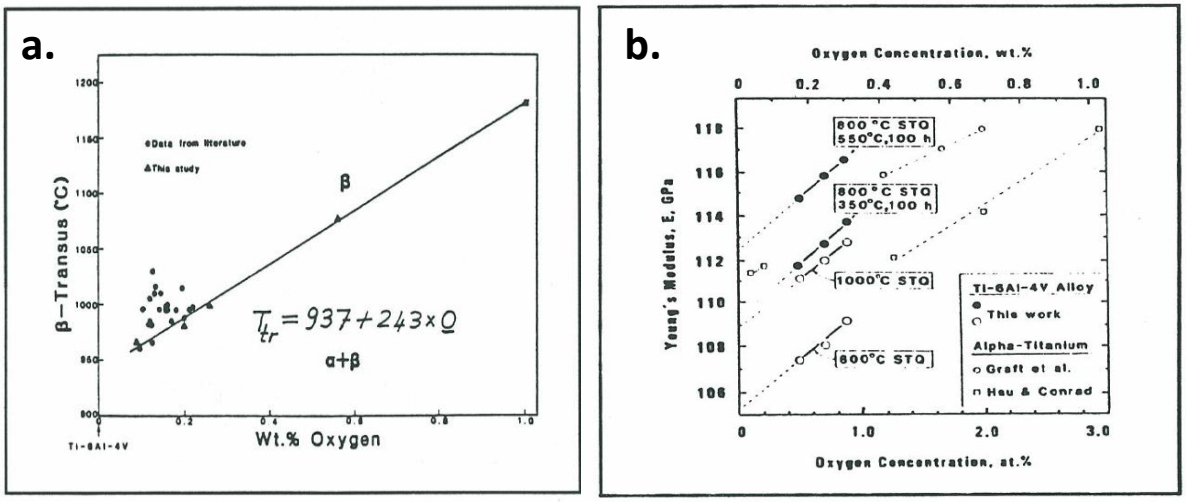


Figure I.8 - a. Évolution de la T_β en fonction de la concentration en oxygène [Kahveci, 1986]; b. Dépendance du module d'Young du TA6V en fonction de la concentration en oxygène [Lee, 1990]

Le **carbone** et l'**azote** restent, dans la majeure partie des cas, considérés comme des impuretés. Une forte concentration peut précipiter des carbures ou des nitrures fragilisants. L'ajout de carbone abaisse la ductilité dès qu'une concentration de 1 000 ppm en masse est atteinte. Malgré tout, il reste un candidat digne d'intérêt, dès lors que des compromis entre la corrosion et la tenue à haute température sont recherchés [Feaugas, 1994].

Un équivalent en aluminium, reposant sur la comparaison des pouvoirs durcissant en solution des différents éléments α-gènes, est défini comme suit :

$$[Al_{eq}](\%\, massique) = [Al] + 0{,}17 \times [\,Zr] + 0{,}33 \times [Sn] + 10 \times [O]$$ [Rosenberg, 1970]

I.2.2.2 Les éléments β-gènes

Les éléments β-gènes peuvent être classés en deux catégories les éléments isomorphes et les éléments eutectoïdes.

Les éléments β-gènes isomorphes abaissent la T_β et augmentent ainsi le domaine de stabilité de la phase β vers des températures plus basses, comme il est schématisé sur la Figure I.9. Les plus couramment utilisés sont le **vanadium** (V), le **molybdène** (Mo) et le **niobium** (Nb). Une

concentration suffisante de ces éléments permet de stabiliser la phase β jusqu'à température ambiante. D'autres éléments β-gènes isomorphes existent comme le tantale (Ta) ou le rhénium (Re) mais leurs densités élevées limitent leur intérêt.

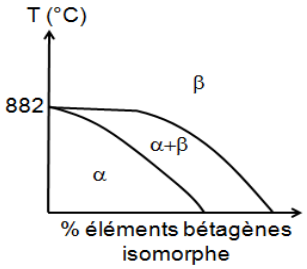


Figure I.9 - Effet des éléments β-gènes isomorphes sur le diagramme de phases du titane

Le **vanadium** en solution dans la phase α réduit le rapport c/a. Il est par conséquent utilisé pour réduire la tendance à la fragilisation des alliages riches en aluminium. Par contre, le vanadium abaisse la tenue à l'oxydation et est limité à 20% en masse pour ne pas stabiliser complètement la phase β. Une teneur de 15% en masse de vanadium est nécessaire pour stabiliser localement la phase β métastable par trempe, laquelle est alors susceptible de durcir par un traitement de revenu. Le diagramme de phase du binaire Ti-V est donné en Figure I.10.

Le **molybdène** améliore la résistance, la ductilité et le fluage à moyenne température, tout en augmentant la tenue à l'oxydation.

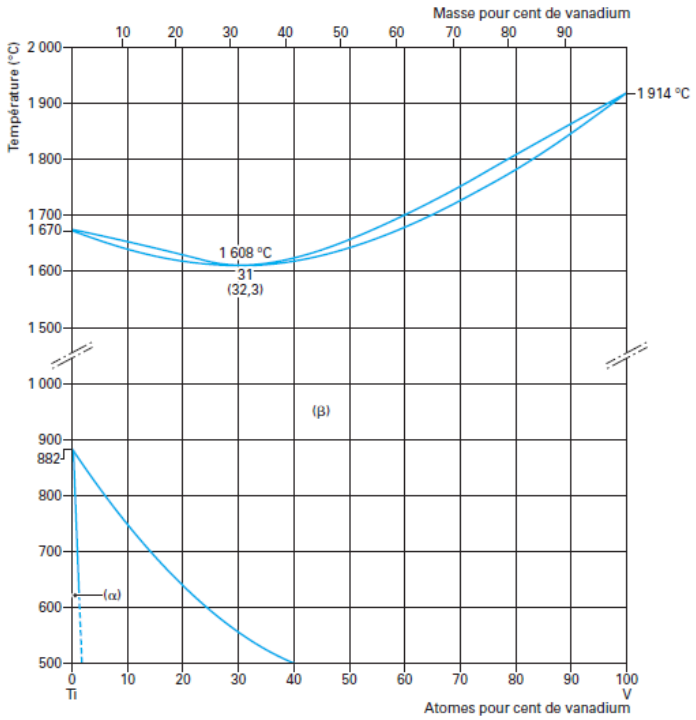


Figure I.10 - Diagramme de phases du binaire Ti-V [Poupeau, 1999]

Le **chrome** (Cr), le **fer** (Fe) et le **silicium** (Si) sont des éléments β-gènes eutectoïdes couramment utilisés dans les alliages de titane contrairement au nickel (Ni), au manganèse (Mn), au cuivre (Cu), au tungstène (W), au palladium (Pd) et au bismuth (Bi) qui ne se retrouvent que dans des applications marginales. Le cobalt (Co), l'argent (Ag), l'or (Au), le platine (Pt), le béryllium (Be), le

plomb (Pb) et l'uranium (U) sont eux aussi des éléments β-gènes eutectoïdes mais ne sont pas, à l'heure actuelle, utilisés industriellement dans les alliages de titane.

Le **fer** (Fe) permet d'améliorer le compromis entre la résistance mécanique, la ductilité et le fluage à moyenne température. Il diminue considérablement la T_β et permet de travailler à des températures plus basses.

Le **silicium** (Si) améliore la tenue au fluage par précipitation de siliciure ; sa teneur est généralement limitée à 1% pour éviter de trop importantes chutes de ductilité. Son emploi maîtrisé est de plus en plus fréquent, comme par exemple dans le Ti-15Mo-3Nb-3Al-0,2Si (TIMETAL® 21S) ou le Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-1Si (Ti-6242).

L'**hydrogène** (H) est lui aussi qualifié d'élément β-gène eutectoïde [Feaugas, 1994]. Il s'insère dans les sites tétraédriques [Conrad, 1981]. L'influence très forte de l'hydrogène sur les propriétés mécaniques est essentiellement liée à la formation d'hydrures qui augmentent la limite d'élasticité et abaissent la ductilité [Huez, 1998]. Pour les alliages α+β quelques pourcents de phase β piègent l'hydrogène et empêchent toute précipitation d'hydrure (par exemple la solubilité de l'hydrogène est de 19ppm massique dans le T40 [Berger, 1958] [Williams, 1958] [Paton, 1971] et peut atteindre 1000ppm massique dans le TA6V [Combres, 2010]).

Un équivalent en molybdène, fondé sur les teneurs minimales nécessaires dans les alliages binaires pour conserver la phase β à l'état métastable après trempe, est défini comme suit :

$$[Mo_{eq}](\%\, massique) = [Mo] + \frac{[V]}{1,5} + \frac{[Cr]}{0,6} + \frac{[Fe]}{0,35} + \frac{[Cu]}{1,3} + \frac{[Nb]}{3,6}$$ [Molchanova, 1965]

I.2.2.3 Les éléments neutres

Le **zirconium** (Zr) et le **hafnium** (Hf) font partie des éléments d'alliage qualifiés de neutres et isomorphes car leur concentration a très peu d'effet sur la T_β et ils ne forment pas de composé intermétallique avec le titane. Ils possèdent des solubilités complètes aussi bien dans la phase α que dans la phase β et durcissent ainsi à la fois la phase α et la phase β. Leur ajout améliore le compromis entre la résistance mécanique et la ductilité des alliages α+β.

L'**étain** (Sn) est un élément neutre eutectoïde qui permet un durcissement de la solution solide. Il ne modifie pas la T_β et est très soluble dans la phase α. Il améliore les propriétés en fluage et permet un compromis entre la résistance mécanique et la ductilité aux températures cryogéniques.

L'étain (Sn) et le zirconium (Zr) sont souvent traités comme des éléments α-gènes puisque le zirconium a des propriétés chimiques similaires à celles du titane α et l'étain peut remplacer l'aluminium dans la phase hexagonale ordonnée Ti_3Al (α_2). De plus, en présence d'aluminium, l'étain agit comme un élément α-gène.

I.3 Les alliages de titane

I.3.1 Les différentes classes d'alliages de titane

En fonction des quantités de phase α et de phase β stabilisées à température ambiante, les alliages de titane sont classés en 5 catégories. Ces catégories rendent compte des proportions en éléments α-gènes et β-gènes dans l'alliage par l'intermédiaire du rapport des concentrations équivalentes en molybdène $[Mo_{eq}]$ et en aluminium $[Al_{eq}]$.

- **Les alliages α**, composés à 100% de phase α. $X = \frac{[Mo_{eq}]}{[Al_{eq}]} = 0$
- **Les alliages quasi α**, présentant très peu de phase β et se rapprochant fortement des alliages α. $0 < X \leq 0{,}3$
- **Les alliages α+β**, constitués de phase α et de phase β. $0{,}3 < X \leq 1{,}5$
- **Les alliages quasi β**, présentant majoritairement de la phase β avec des traces de phase α. $1{,}5 < X \leq 3$
- **Les alliages β**, étant entièrement composés de phase β. $3 < X$

Selon sa classe d'alliage le matériau aura des propriétés mécaniques spécifiques. De manière qualitative, la Figure I.11 donne les tendances de comportement des principaux alliages de titane appartenant aux différentes classes.

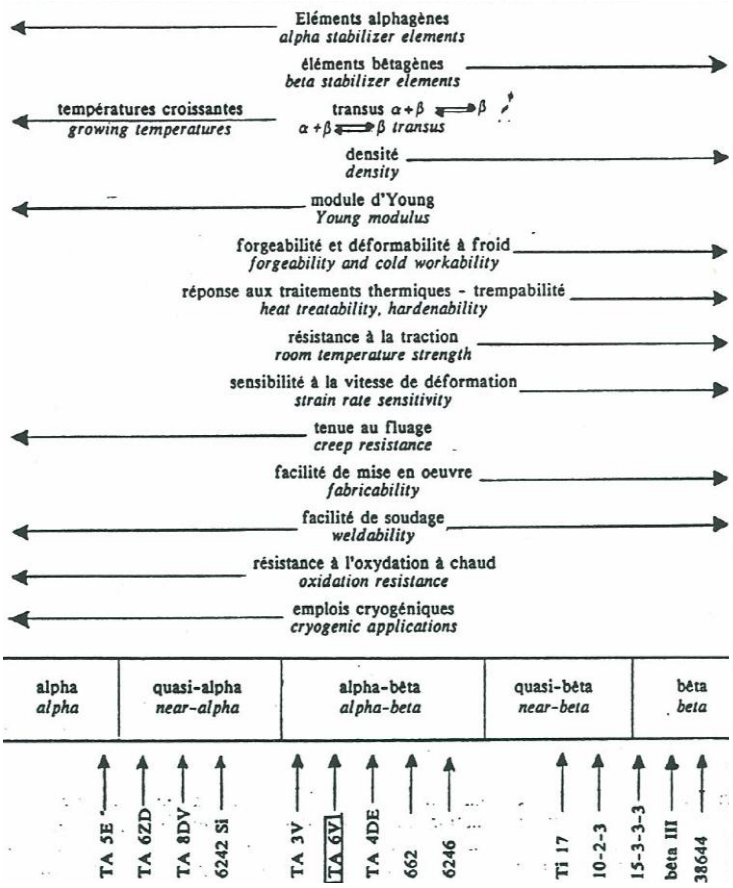


Figure I.11 - Schéma illustrant le comportement des différentes classes d'alliage de titane [Tricot, 1988]

I.3.2 Les microstructures des alliages de titane

Bien que le titane ne présente que deux phases (hors intermétalliques), il présente une grande variété de microstructures héritées des différentes morphologies que peut prendre la phase α principalement et de l'histoire thermomécanique de la matière que ce soit pour α ou β. Les différentes phases et formes de β et α sont détaillées par la suite.

I.3.2.1 Les phases β

La phase β primaire (β_p) est la phase cubique centrée stable à haute température ($T > T_\beta$). La microstructure est équiaxe et la taille des grains β_p dépend de la température. Pour une température inférieure à la T_β, β_p n'est plus stable, mais la structure équiaxe de ces grains conditionne la formation des autres phases, suivant les relations de Burgers. L'architecture de ces grains est nommée ex grain β.

La phase β métastable (β_m) correspond à la phase β_P hors équilibre, susceptible de se transformer et qui peut être retenue à l'ambiante par une composition chimique locale restée proche de celle des hautes températures. Elle est présente lors de refroidissements moyennement lents ou lents ; et contrairement à la phase β_s, celle-ci peut être modifiée par traitement thermique à une température inférieure à la T_β.

La phase β stable à l'ambiante (β_s) est la phase β_P retenue à l'ambiante et stable en raison d'une concentration locale en éléments β-gènes suffisante pour la stabiliser, c'est-à-dire 15% de vanadium [Hocheid, 1970]. Cette phase est observée après un refroidissement lent et n'est pas modifiée par traitement thermique à une température inférieure à la T_β.

La phase β transformée (β_t) n'est pas une phase à proprement parler, mais correspond à un grain β_p devenu β_m par refroidissement dans le domaine α+β, où la phase α a commencé à se former. β_t est donc un grain biphasé, contenant des lattes de phase α dans une matrice β_m et β_s en fonction de la stabilité locale de la phase β.

I.3.2.2 Les phases α

La phase α se forme dès que la température devient inférieure à la T_β. Trois types de phase α sont distingués : α primaire (α_p), α secondaire (α_s) et α martensitique. α_p se forme lors des traitements de remise en solution dans le domaine α+β alors que α_s se forme lors des refroidissements modérés ou lents dans le domaine α+β. α martensitique est issue de trempes ou d'une transformation incomplète de β_m en α_p ou α_s. La taille des phases primaires est plus grande que celle des phases secondaires car elle se forme en premier et lors d'étapes longues où une forte croissance est possible. La phase α_p peut être sous la forme équiaxe ou aciculaire, contrairement à la phase α_s qui est uniquement aciculaire. La phase α_p lamellaire se distingue par ses sites de germination.

La phase α primaire aux joints de grain (α_{GB}) germe aux joints de grain des ex grains β lorsque la température est inférieure à la T_β pour un refroidissement lent ou modéré. Sa croissance se fait le long du joint de grain, jusqu'à obtenir un liseré continu autour de l'ex grain β (Figure I.12).

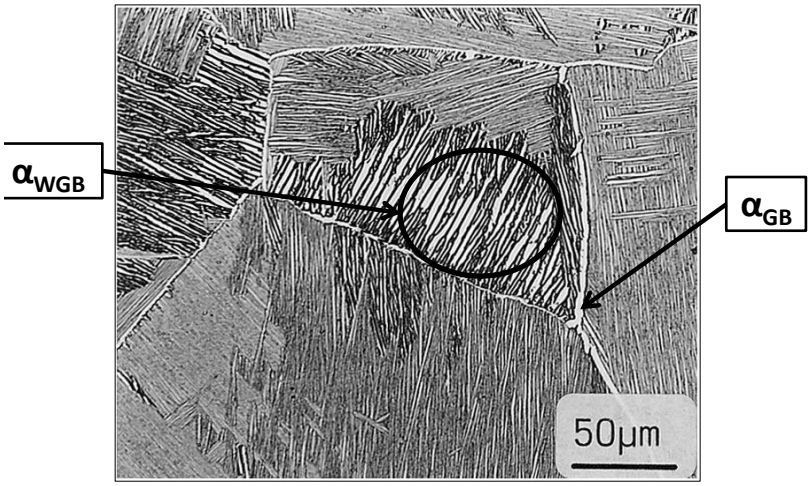


Figure I.12 - Micrographie d'un alliage α+β lamellaire [Lütjering, 2010]

La phase α primaire lamellaire dite de Widmanstätten aux joints de grain (α_{WGB}) germe aux joints de grain suivant une orientation particulière avec la phase β (relations de Burgers). Elle croit vers l'intérieur du grain sous forme de lattes. La germination et la croissance de cette phase s'accompagne de la diffusion des éléments d'alliage, les éléments α-gènes vers les lattes α_{WGB} et les éléments β-gènes à l'extérieur de ces lattes. La Figure I.13 reprend schématiquement ce mécanisme de formation. La surconcentration en éléments β-gènes autour des lattes α_{WGB} stabilise la matrice intra granulaire β (β_m ou β_s) autour des lattes, en noir sur la Figure I.12.

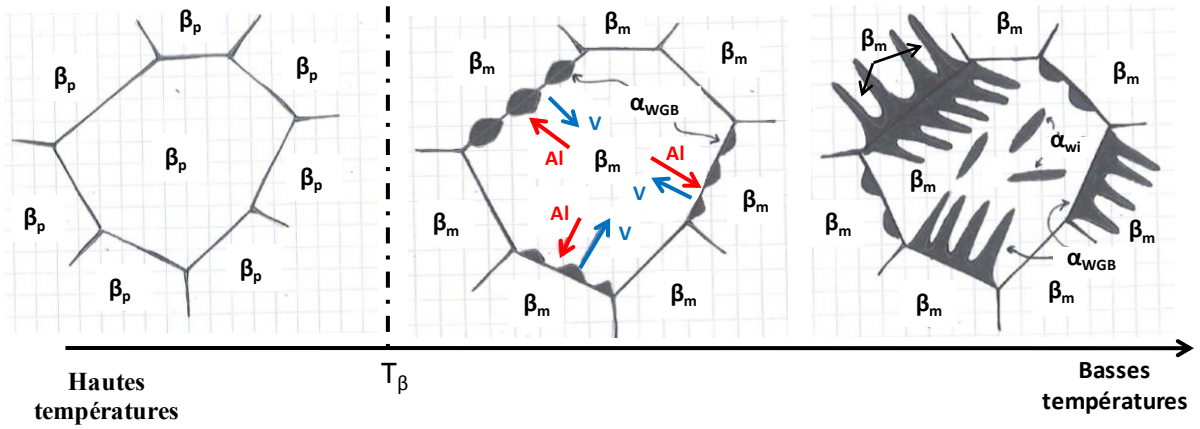


Figure I.13 - Schéma du mécanisme de formation des phases α_{WGB} et α_{WI} dans du TA6V

La phase α primaire lamellaire dit de Widmanstätten intra granulaire (α_{WI}) germe à l'intérieur de l'ex grain β sur des sites tels que des dislocations ou autres défauts. Elle se présente sous la forme de lattes, soit parallèles formant des colonies de même orientation, soit enchevêtrées avec deux ou trois orientations privilégiées dite « en panier tressé » dans la totalité du grain. Ces directions sont bien souvent désorientées de 60°, correspondant à l'angle entre les 6 variants de transformation de β en α. Ces deux types de microstructure sont illustrés par la Figure I.14. Toutes les lattes restent noyées dans une matrice β_m ou β_s en fonction de la stabilité de la matrice. La largeur des lattes est

conditionnée par les durées des traitements thermiques et les vitesses de refroidissement. Plus le refroidissement est lent et plus les lattes seront larges.

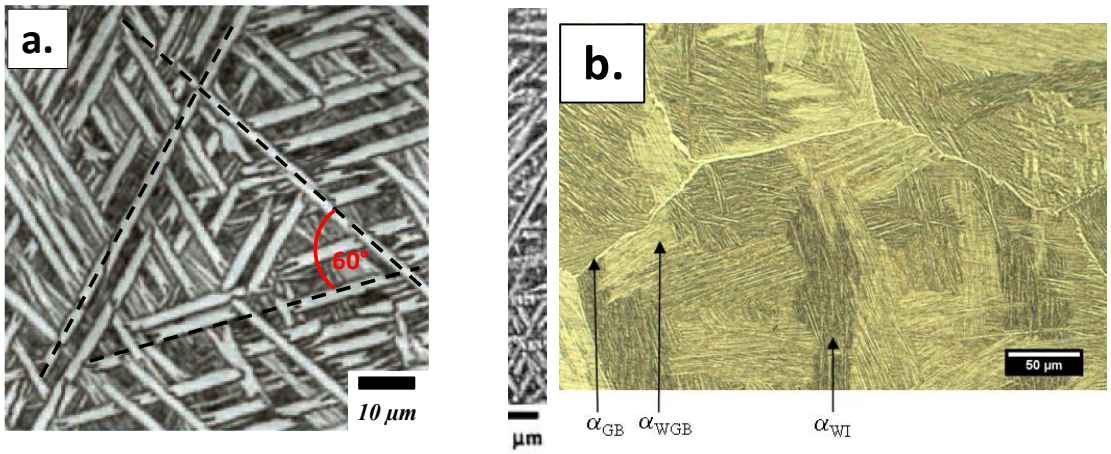


Figure I.14 - Micrographie optique de la phase α_{WI} : a. enchevêtrée avec 3 directions privilégiées [Combres, 2013], b. en colonie intra granulaire de phase α [Buirette, 2011]

La phase α primaire nodulaire (α_{pn}) n'est formée que suite à un traitement mécanique dans le domaine biphasé α+β. Ce traitement sert à briser une partie des lattes de α_p déjà formées. Lors des traitements thermiques les débris de α_p peuvent coalescer et recristalliser en petits nodules qui croissent pour obtenir des grains α_{pn}. La taille de ces grains dépend de la température et de la durée du traitement thermique. Ces nodules ne peuvent être totalement remis en solution que si le matériau est chauffé au-dessus de la T_β. Les phases β_m et β_s se retrouvent piégées à l'extérieur des nodules pour former une matrice β. Cette microstructure est illustrée par la Figure I.15.

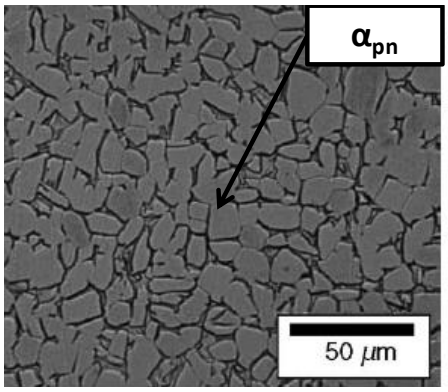


Figure I.15 - Micrographie optique de l'alliage TA6V équiaxe [Kim, 2005]

La phase α secondaire (α_s) se forme lors des refroidissements lents ou modérés par la décomposition de la phase β_m de la matrice intra granulaire des ex grains β : β_m -> α_s + β_s. Elle prend la forme de petites plaquettes, plus ou moins larges en fonction de la vitesse de refroidissement, dans une matrice β entre les lattes α_p (Figure I.16).

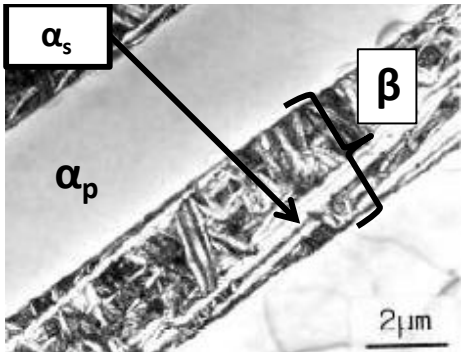


Figure I.16 - Micrographie en MET de la phase α_s présente dans la matrice β inter lattes α_p [Lee, 2004]

Deux types de phases martensitiques sont recensés : α' et α'', qui correspondent à des phases intermédiaires entre les phases α et β [Williams, 1972]. **La phase α'** prend la forme d'un enchevêtrement de très fines aiguilles. Elle se forme lors de refroidissements rapides (> 160ºC/s) [Le Maitre, 1970] où il y a distorsion et cisaillement de la maille sans que les éléments d'alliage n'aient le temps de diffuser. Ainsi la maille est hexagonale compacte comme pour les phases α_p et α_s mais elle conserve la composition chimique de la phase β dont elle est issue, c'est-à-dire les mêmes teneurs en éléments α-gènes et β-gènes. Cette phase hors équilibre peut être durcie lors d'un revenu. Toutefois, si la concentration en éléments β-gènes est trop élevée ($C_{\beta gènes} > C_{\beta gènes\ critique}$) la température de début de transformation martensitique (M_s) peut devenir inférieure à la température ambiante, ainsi il n'y aura pas de formation de α' lors de la trempe jusqu'à température ambiante [Duwez, 1953] [McQuillan, 1963]. Ses paramètres de maille sont très proches de la phase α [Campagnac, 1988]. Dans le cas de l'alliage TA6V la température de début de transformation martensitique (M_s) est très proche de la T_β (995ºC) et la température de fin de transformation martensitique (M_f) se situe entre 650ºC et 750ºC [Combres, 2013].

La phase α'' peut être formée sous contrainte dans les alliages β ou lors d'un revenu entre 600ºC et 700ºC. La transformation rapide se déroule sans diffusion des éléments d'alliage, la composition chimique de la phase β est conservée. Toutefois, la déformation de la maille est incomplète, celle-ci est orthorhombique : étape intermédiaire entre la maille cubique centrée de la phase β et la maille hexagonale compacte de la phase α [McQuillan, 1963]. Cette phase n'est observée que pour des alliages fortement alliés (pour des teneurs en Mo > 4%) [Singh, 1993].

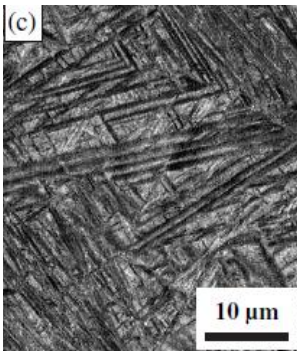


Figure I.17 - Micrographie optique de la phase martensitique α' [Lee, 2004]

I.3.2.3 Les phases fragilisantes

La **phase ω** se forme soit de manière athermique (ω_{ath}) lors de trempes rapides depuis des températures supérieures à la T_β ; soit de manière isotherme (ω_{iso}) lors de la décomposition de la phase β_m contenant plus de 15% de vanadium entre 200ºC et 300ºC ou lors d'un vieillissement de β_m entre 400ºC et 500ºC [McQuillan, 1963]. La structure de la maille est hexagonale et la phase prend des formes de fins précipités nanométriques (10nm).

L'intermétallique **Ti_3Al** est la première phase ordonnée du binaire Ti-Al. Elle est nommée α_2. Elle apparait lors de revenus entre 500ºC et 600ºC si la concentration en oxygène est importante dans l'alliage. Sa formation limite la solubilité de l'aluminium dans la phase α. Cette phase est fragilisante pour l'alliage et impose bien souvent de limiter la teneur en masse à 7% en aluminium. Pour de fortes concentrations en aluminium, la phase ordonnée γ **TiAl** peut être formée.

I.3.3 Les phases présentes dans le TA6V

La composition chimique du TA6V (aluminium α-gène et vanadium β-gène) stabilise à température ambiante les phases α et β. En fonction de l'histoire thermomécanique de l'alliage (vitesses de refroidissements, températures des maintiens, durées des maintiens, effort de mise en forme…). Les phases composant généralement la microstructure du TA6V sont : α_p, α_{pn}, α_s, β_s et β_t. La phase β reste toujours très minoritaire au sein de la microstructure (≈ 10%).

I.4 Elaboration des microstructures

I.4.1 Traitements thermomécaniques

Le panel de microstructures existant dans les alliages de titane est très varié et dépend des conditions de mise en œuvre et des traitements thermiques. Les microstructures sont réparties en trois types :

- **Lamellaire**, microstructure composée de phases α lamellaires dans une matrice β d'ex grains β. Les proportions entre ces phases et leurs tailles dépendent des vitesses de refroidissement et des durées de maintien en température.
- **Équiaxe**, microstructure composée de grains α_{pn} équiaxes avec des traces possibles de phases β résiduelles pour les alliages α et quasi-α ; ou de grains de phase β_s avec des traces possibles de phases α pour les alliages β et quasi-β.
- **Duplex**, combinaison des microstructures lamellaires et équiaxes.

Pour obtenir ces microstructures les étapes classiques de traitement thermique sont reprises dans les paragraphes suivants. Avant de réaliser une étape de mise en forme, le matériau subit une étape d'homogénéisation au dessus de la T_β où la plupart des éléments d'alliage sont remis en solution. La température de cette étape fixe la taille des grains β, donc des ex grains β, qui servent de squelette à la microstructure à température ambiante. Cette étape ainsi que les microstructures obtenues sont schématisées sur la Figure I.18. Une trempe depuis le domaine β favorise la transformation martensitique alors que des refroidissements plus lents permettent la formation des phases α_p et α_s dont les lattes sont d'autant plus larges que la vitesse de refroidissement est lente.

Le matériau est ensuite mis en forme (Figure I.19), et subit une déformation plastique importante. Cette étape peut être réalisée dans le domaine β ou dans le domaine α+β. Dans le domaine β, le corroyage se fait sur une microstructure équiaxe de grains β. Dans l'hypothèse où le corroyage est réalisé en condition de recristallisation dynamique, la déformation plastique permet d'affiner les tailles de grain. Ensuite le refroidissement jusqu'à température ambiante permet la formation des phases α_p et α_s de la même manière qu'à la suite de l'étape d'homogénéisation. Dans le domaine α+β, la microstructure déformée est composée de grains équiaxes β et de grains biphasés β_t (composés de lattes de phases α dans une matrice de phase β). La température à laquelle a lieu la déformation détermine la proportion en phase α et β et la taille des grains β. Lors de la déformation, les lattes de phase α sont brisées et ainsi des fragments de phase α sont disséminés dans les grains β. Si le refroidissement est suffisamment lent, ces fragments coalescent pour recristalliser et ainsi former de petits nodules de phase α_{pn}. Pendant le refroidissement, les lattes non brisées croissent et les grains β, où la phase α n'avait pas encore germée, se transforment en grains β_t lamellaires composés de lattes α dans une matrice β. La microstructure duplex est ainsi obtenue (Figure I.19).

Enfin, un traitement thermique de revenu dans le haut du domaine α+β est réalisé (Figure I.20). Ce traitement permet de stabiliser la microstructure : dissolution des fines aiguilles de α ; murissement de α_{pn}. Les éléments d'alliage α-gènes de cette phase diffusent pendant le traitement thermique et permettent la croissance des nodules de phase α_{pn}. Lors du refroidissement la phase β_m se transforme en grains β_t et les lattes déjà présentes croissent.

Pour finir, un dernier revenu dans le bas du domaine α+β peut être réalisé pour transformer complètement les phases martensitiques inhérentes aux refroidissements et pour relâcher les contraintes internes. La mise en forme du matériau nécessite de grandes déformations dans le domaine α+β avant recristallisation, ce qui implique une intense texture cristallographique. Dans le cas d'une microstructure duplex, le Tableau I.3 reprend les paramètres importants de la mise en forme et leur influence sur la microstructure.

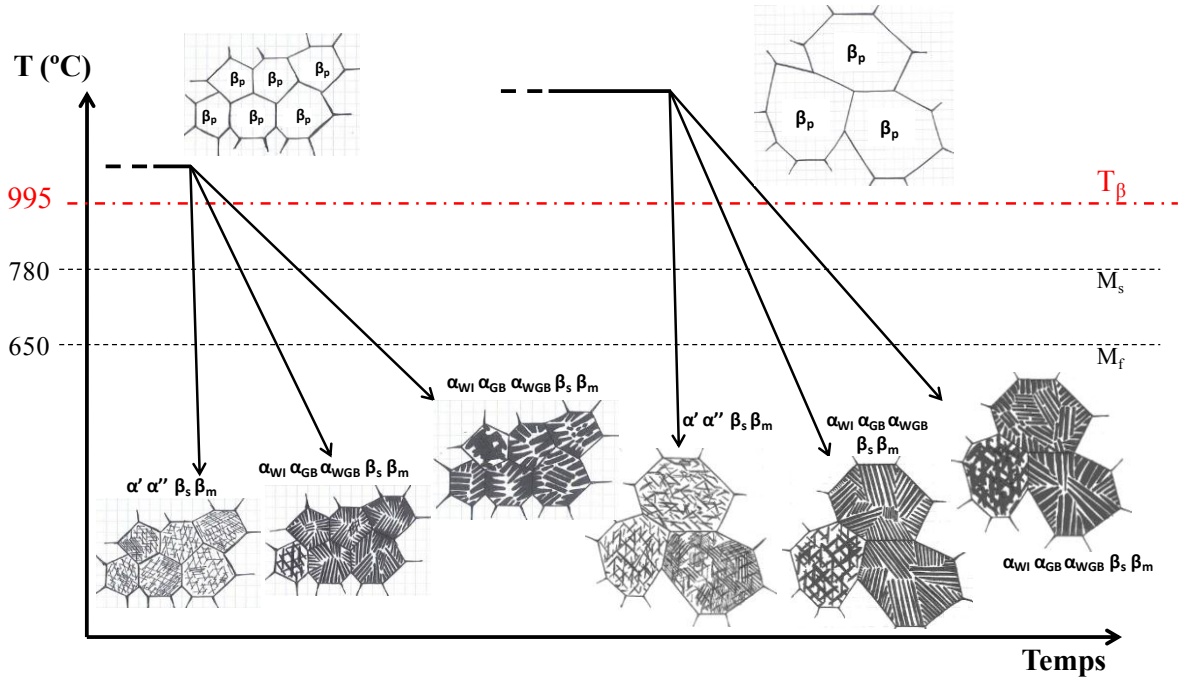


Figure I.18 - Schémas des microstructures après la remise en solution à deux températures différentes du domaine β

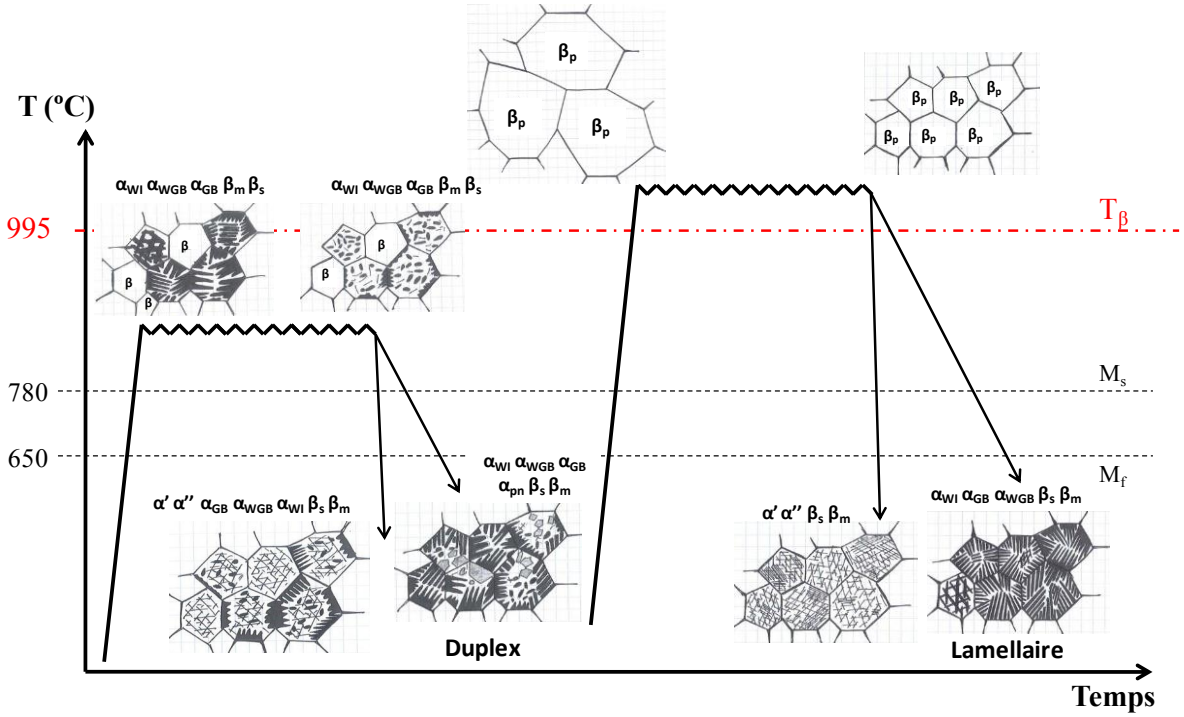


Figure I.19 - Schémas des microstructures lors de la mise en forme dans le domaine α+β (gauche) ou dans le domaine β (droite)

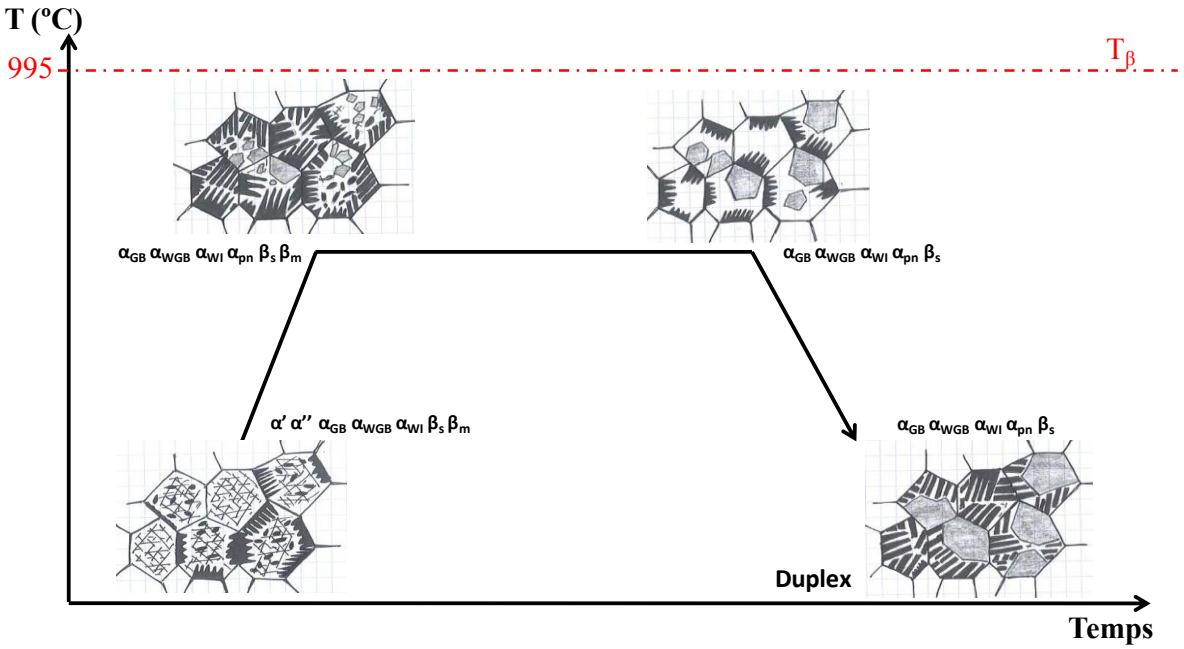


Figure I.20 - Schémas des microstructures lors du revenu d'un alliage de titane α+β après une mise en forme dans le domaine biphasé α+β

Tableau I.3 - Paramètres prépondérants de la mise en forme d'une structure duplex [Lütjering, 2010]

Etapes de mise en forme	Paramètres prépondérants	Influence sur la microstructure
Homogénéisation	Vitesse de refroidissement	Largeur des lattes α
Déformation	Température de déformation	Type de texture
	Le taux de corroyage	Intensité de la texture
		Densité de dislocations
	Le mode de déformation	Symétrie de texture
Recristallisation	Température de revenu	Fraction volumique de phase α_{pn}
	Vitesse de refroidissement	Répartition des éléments d'alliage
		Largeur des lattes α
Vieillissement	Température de revenu	Présence de Ti_3Al dans α
		Présence de α_s dans β

Les différents types de microstructure générés par le traitement thermomécanique confèrent à l'alliage ses propriétés mécaniques. Notamment, l'augmentation de la taille des grains équiaxes de phase α diminue la résistance à la traction, la ductilité, la ténacité et la tenue à la fatigue des alliages mais augmente leur résistance au fluage. Les mêmes conclusions sont observées pour l'augmentation de la largeur de la phase lamellaire. Cependant, pour cette morphologie l'enchevêtrement des lamelles est un paramètre important. En effet, un enchevêtrement accru augmente la ténacité de l'alliage, le chemin de propagation des fissures est plus tortueux donc la fissuration est moins aisée. Néanmoins cela ne s'accompagne pas d'une amélioration de la tenue à la fatigue oligocyclique ou vibratoire, en raison des sites de nucléation plus aisé dans la microstructure lamellaire.

I.4.2 Stabilité de la microstructure

Quelques études portent sur le vieillissement d'alliage de titane dans la gamme de température qui concerne ce travail (≤ 600°C). Gray et al. montrent que la formation de Ti_3Al (α_2) est favorisée par la présence d'oxygène qui diminue la solubilité de l'aluminium dans la phase α [Gray, 1990]. L'observation de α_2 est donc favorisée lors de maintiens prolongés entre 500ºC et 700ºC. Dans le Ti-6246, Bourgeois observe des précipités de Ti_3(Sn, Al) après 8h à 595ºC [Bourgeois, 1997]. Rosen et Rottem se sont intéressés à l'effet de la pénétration en oxygène sur les propriétés mécaniques du TA6V. Ils obtiennent une couche enrichie en oxygène de 40 µm, fragile nommée α-case pour des vieillissements à 900ºC pendant 10 minutes. Cependant, ils concluent que cette couche n'affecte ni les propriétés mécaniques ni les mécanismes de déformation de l'alliage.

I.4.3 Anisotropie du titane

La maille cristalline du titane est hexagonale, ce qui lui donne une anisotropie selon qu'elle soit considérée suivant la direction de l'axe ⟨c⟩ ou suivant une direction de son plan de base. Une orientation préférentielle de la maille sur plusieurs grains de la microstructure génère une texture marquée. Cette texture peut rendre le matériau anisotrope à une échelle macroscopique faisant varier ces propriétés mécaniques selon la direction de sollicitation. Pour exemple, la Figure I.21 représente l'évolution de la valeur du module d'Young en fonction de la direction de sollicitation par rapport à l'axe ⟨c⟩ de la maille hexagonale. Ainsi, il est possible d'anticiper des variations de propriétés mécaniques en fonction des sens de prélèvement des éprouvettes ; voire de relier ces propriétés à des mécanismes de déformation différents en fonction des systèmes de glissement sollicités.

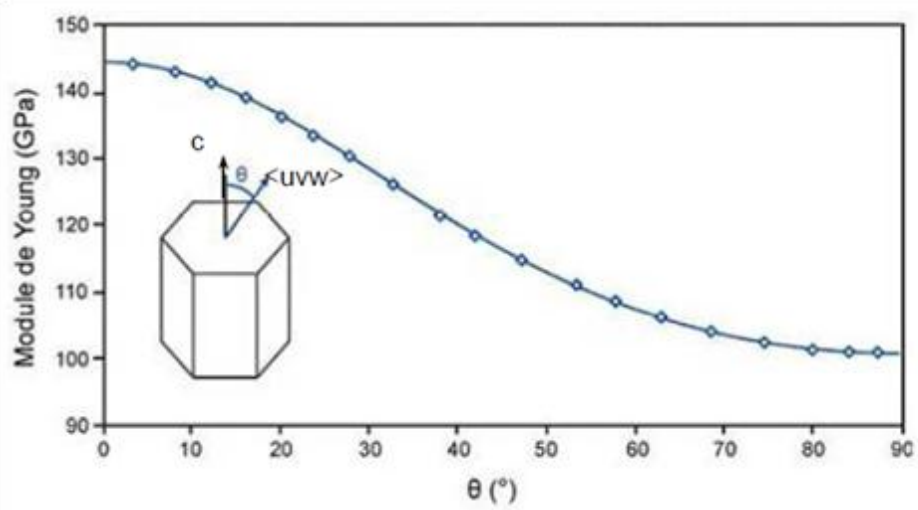


Figure I.21 - Valeur du module d'Young à température ambiante en fonction de l'orientation du réseau hexagonal vis-à-vis de la direction de sollicitation [Fisher, 1964]

I.5 Mécanismes de déformation

I.5.1 Système de déformation au sein de la microstructure

L'alliage TA6V étudié fait partie des alliages de titane α+β. Cette partie examine les systèmes de déformation au sein des phases α et β. Afin d'expliquer comment opère la plasticité au sein de la microstructure, ces deux types de grains sont analysés séparément ainsi que les interfaces de la microstructure.

I.5.1.1 Les systèmes de glissement dans la phase α

La phase α est une phase hexagonale avec comme direction la plus dense $\langle 2\bar{1}\bar{1}0\rangle // \langle a\rangle$. Son vecteur se trouve être l'intersection du plan de base (0001), plan le plus dense de la maille, avec un des trois plans prismatiques $(10\bar{1}0)$, $(1\bar{1}00)$ ou $(01\bar{1}0)$. Les trois vecteurs qui en découlent sont : $\frac{1}{3}[2\bar{1}\bar{1}0]$, $\frac{1}{3}[\bar{1}2\bar{1}0]$ et $\frac{1}{3}[\bar{1}\bar{1}20]$. Cette direction dense correspond au vecteur de Burgers le plus favorable pour activer les dislocations. Cette direction est associée à trois plans de glissement possibles formant trois systèmes de glissement : le glissement basal, prismatique et pyramidal de 1ère espèce. Toutefois, ces trois systèmes ne permettent qu'une déformation perpendiculaire à l'axe $\langle c\rangle$. Afin d'accommoder une déformation selon l'axe $\langle c\rangle$, deux autres systèmes de glissement peuvent être activés. Ces deux systèmes ont lieu suivant la direction $\langle 11\bar{2}3\rangle$ de vecteur $\langle c+a\rangle$ et glissent dans les plans pyramidaux de première et deuxième espèce. Les cinq systèmes de glissement ainsi obtenus sont repris dans le Tableau I.4 et représentés sur la Figure I.24. Ils permettent au cristal de se déformer dans tout l'espace.

Tableau I.4 - Systèmes de glissement dans la maille hexagonale

	Basal	**Prismatique**	**Pyramidal de 1ère espèce**	**Pyramidal de 1ère espèce**	**Pyramidal de 2nde espèce**
Plan de glissement	$\{0001\}$	$\{10\bar{1}0\}$	$\{10\bar{1}1\}$	$\{10\bar{1}1\}$	$\{11\bar{2}2\}$
Direction de glissement	$\langle a\rangle$ $=\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0\rangle$	$\langle a\rangle$ $=\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0\rangle$	$\langle a\rangle$ $=\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0\rangle$	$\langle c+a\rangle$ $=\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}3\rangle$	$\langle c+a\rangle$ $=\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}3\rangle$
Nombre de systèmes de glissement	3	3	6	12	6

Néanmoins, ce ne sont pas les seuls modes de déformation dans le titane. En effet, il existe aussi quatre systèmes de maclage [Lütjering, 2010]. Le maclage correspond à un cisaillement du réseau parallèlement au plan de macle et selon la direction de maclage. Afin de décrire une macle, plusieurs éléments caractéristiques sont nécessaires et sont représentés dans la Figure I.22 : $\overrightarrow{\eta_1}$, $\overrightarrow{\eta_2}$ et $\vec{S}$ définissent un élément de volume du cristal, après maclage celui-ci se transforme en $\overrightarrow{\eta_1}$, $\overrightarrow{\eta_2}'$ et $\vec{S}$. La direction de maclage est parallèle au plan K_1 et orthogonale au plan de cisaillement S qui restent tous deux invariants. Le plan K_2 se transforme après maclage en plan $K_2{}'$. g représente le cisaillement dû au maclage en fonction du rapport $\gamma = \frac{c}{a}$ de la maille.

Tableau I.5 - Systèmes de maclage dans la maille hexagonale [Yoo, 1981]

Plan de maclage, 1er plan non déformé (K_1)	2e plan de maclage non déformé (K_2)	Direction de cisaillement du maclage (η_1)	Direction d'intersection du plan de cisaillement avec K_2 (η_2)	Plan de cisaillement perpendiculaire à K_1 et K_2 (S)	Amplitude du cisaillement de maclage (g)
$\{10\bar{1}2\}$	$\{10\bar{1}\bar{2}\}$	$\pm\langle 10\bar{1}\bar{1}\rangle$	$\pm\langle 10\bar{1}1\rangle$	$\pm\frac{1}{3}\langle 1\bar{2}10\rangle$	$\frac{\lvert\gamma^2-3\rvert}{\gamma\sqrt{3}}$
$\{10\bar{1}1\}$	$\{10\bar{1}\bar{3}\}$	$\langle 10\bar{1}\bar{2}\rangle$	$\langle 30\bar{3}2\rangle$	$\frac{1}{3}\langle 1\bar{2}10\rangle$	$\frac{\lvert 4\gamma^2-9\rvert}{4\gamma\sqrt{3}}$
$\{11\bar{2}2\}$	$\{10\bar{2}\bar{4}\}$	$\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}\bar{3}\rangle$	$\frac{1}{3}\langle 22\bar{4}3\rangle$	$\langle 1\bar{1}00\rangle$	$\frac{2\lvert\gamma^2-2\rvert}{3\gamma}$
$\{11\bar{2}1\}$	(0002)	$\frac{1}{3}\langle\bar{1}\bar{1}26\rangle$	$\frac{1}{3}\langle 1120\rangle$	$\langle\bar{1}100\rangle$	$\frac{1}{\gamma}$

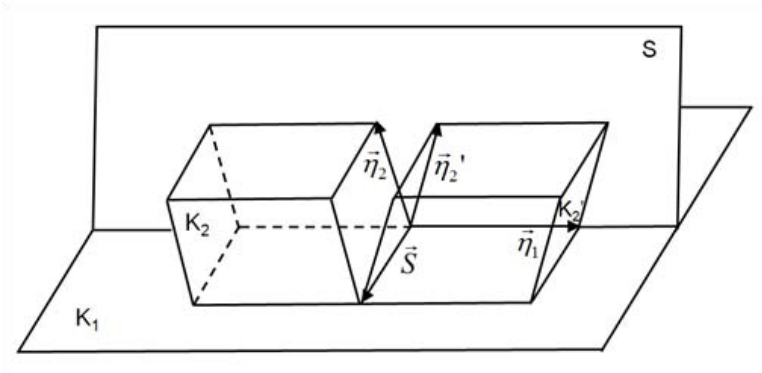


Figure I.22 - Illustration schématique du maclage et de ses éléments caractéristiques [Yoo, 1981]

Tous ces systèmes de déformation n'ont pas la même facilité à être activés. Le plan de glissement principal dépend des métaux étudiés : le plan de base pour le Cd, Zn, Mg, Co et Be contre le plan prismatique pour le Ti, Zr, Hf et Ru. Plusieurs théories ont été avancées pour justifier l'un ou l'autre des plans de glissement principal mais chacune des théories présente toujours une exception. Ces différentes théories sont reprises par Naka [Naka, 1978] et résumées par Bourgeois [Bourgeois, 1997]. Dans le cas du titane toutes les théories convergent vers un glissement principal de vecteur ⟨a⟩ dans des plans prismatiques. C'est ce qui est généralement observé expérimentalement [Pelissie, 1996] [Naka, 1988] [Naka, 1991]. Le prochain système de glissement activé est le glissement basal qui possède une contrainte de cisaillement critique résolue (CRSS - Critical Resolved Shear Stress) légèrement supérieure au plan prismatique. Comme le montre la Figure I.23, les deux plans tendent vers la même valeur de la CRSS au-delà de 300ºC. Les systèmes de glissement suivant ⟨c+a⟩ sont plus difficilement activables. Cependant, lorsque la déformation nécessite une composante hors du plan de base, le glissement pyramidal de 1ère espèce peut être activé mais avec plus de difficulté (CRSS(⟨c+a⟩) ≈ 2×CRSS(prismatique)). Pour une déformation hors du plan de base les glissements suivant ⟨c+a⟩ sont mis en concurrence avec les systèmes de maclage selon ⟨c⟩. La déformation par maclage est principalement rencontrée pour des déformations plastiques et de la ductilité à basse température lorsque l'axe de sollicitation est parallèle à l'axe ⟨c⟩ et les dislocations possédant un vecteur de Burgers basal sont bloquées [Pelissie, 1996]. Dans ce cas, les plans de maclages $\{10\bar{1}2\}$ et $\{11\bar{2}1\}$ sont activés lors de la déformation en traction conduisant à une expansion dans le sens de l'axe ⟨c⟩. Le

mode de maclage le plus fréquemment observé est le $\{10\bar{1}2\}$ alors qu'il correspond au plus petit cisaillement de maclage [Yoo, 1981]. L'expansion engendrée par le mode de maclage $\{11\bar{2}1\}$ conduirait à un allongement beaucoup plus important. Le maclage reste une des principales sources de déformation pour Paton en dessous de 400ºC. Il observe dans un monocristal de titane contenant de 200ppm à 250ppm d'oxygène des macles $\{11\bar{2}2\}$ de 25°C à 300ºC. De 400ºC à 800ºC une combinaison de macle $\{10\bar{1}1\}$ et du glissement ⟨c+a⟩ est observée. Le glissement ⟨c+a⟩ agit pour 60% de la déformation à 400ºC et 90% à 800ºC [Paton, 1970]. Le glissement ⟨c+a⟩ jouerait donc un rôle primordial à hautes températures. Ces observations restent pertinentes dans le cas d'un monocristal mais sont difficilement transposables aux microstructures classiques du titane qui sont généralement poly cristallines. Ainsi, quelle que soit la direction de sollicitation, il y aura toujours des grains orientés favorablement pour le glissement prismatique et ils limiteront, voire occulteront, l'activation des autres systèmes plus coûteux en énergie.

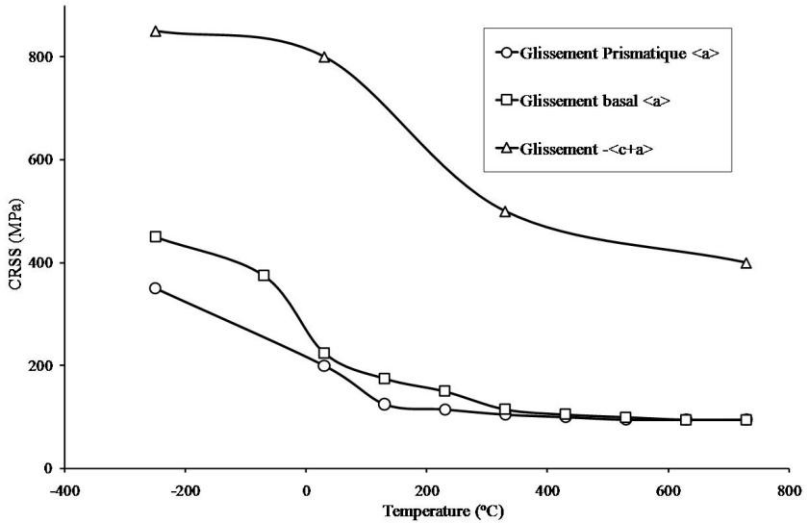


Figure I.23 – Evolution de la valeur de la CRSS en fonction de la température pour les systèmes de glissement prismatique et basal suivant ⟨a⟩ et pour le système de glissement pyramidal de première espèce suivant ⟨c+a⟩ d'un monocristal de Ti-6,6Al, adapté de [Lütjering, 2010]

Enfin, pour obtenir le comportement d'un alliage, comme le TA6V, il faut considérer le rôle des éléments d'addition, qu'ils soient en insertion ou en substitution. En effet, l'ajout d'éléments d'addition comme l'aluminium augmente la CRSS du glissement prismatique le mettant ainsi en compétition avec le glissement basal [Sakai, 1974b]. Les valeurs de la CRSS calculées par Bridier et al. et Jones et al. sont reprises dans le Tableau I.6. Cela permet d'expliquer certains résultats de Bridier. En effet, Bridier en déformant en traction monotone un alliage de TA6V bimodal a pu mettre en évidence les glissements prismatique, basal et pyramidal de première espèce, avec une prédominance des glissements prismatique et basal [Bridier, 2006]. Le glissement pyramidal de première espèce est observé seulement si son facteur de Schmid est supérieur à 0,47 et aussi parfois sous forme de glissement dévié. Il a aussi noté que l'activation de ces systèmes de glissement se fait dès 800MPa pour une limite d'élasticité à 940MPa. De plus, la plastification des grains a lieu préférentiellement dans les grains judicieusement orientés selon la loi de Schmid. Ainsi, dans le TA6V l'activation du glissement selon ⟨c+a⟩ au sein des nodules α est très rarement observée [Zaefferer, 2003] [Bridier, 2006], voire jamais observé [Castany, 2007]. Sa CRSS est généralement deux fois supérieure à celle selon ⟨a⟩ [Lütjering, 2010].

Tableau I.6 - Valeurs de la CRSS des glissements prismatique et basal pour le TA6V selon Bridier et Jones.

Type de glissement	CRSS en traction (MPa) [Bridier, 2006]	CRSS en compression (MPa) [Jones, 1981]
Prismatique	388	392
Basal	373	444

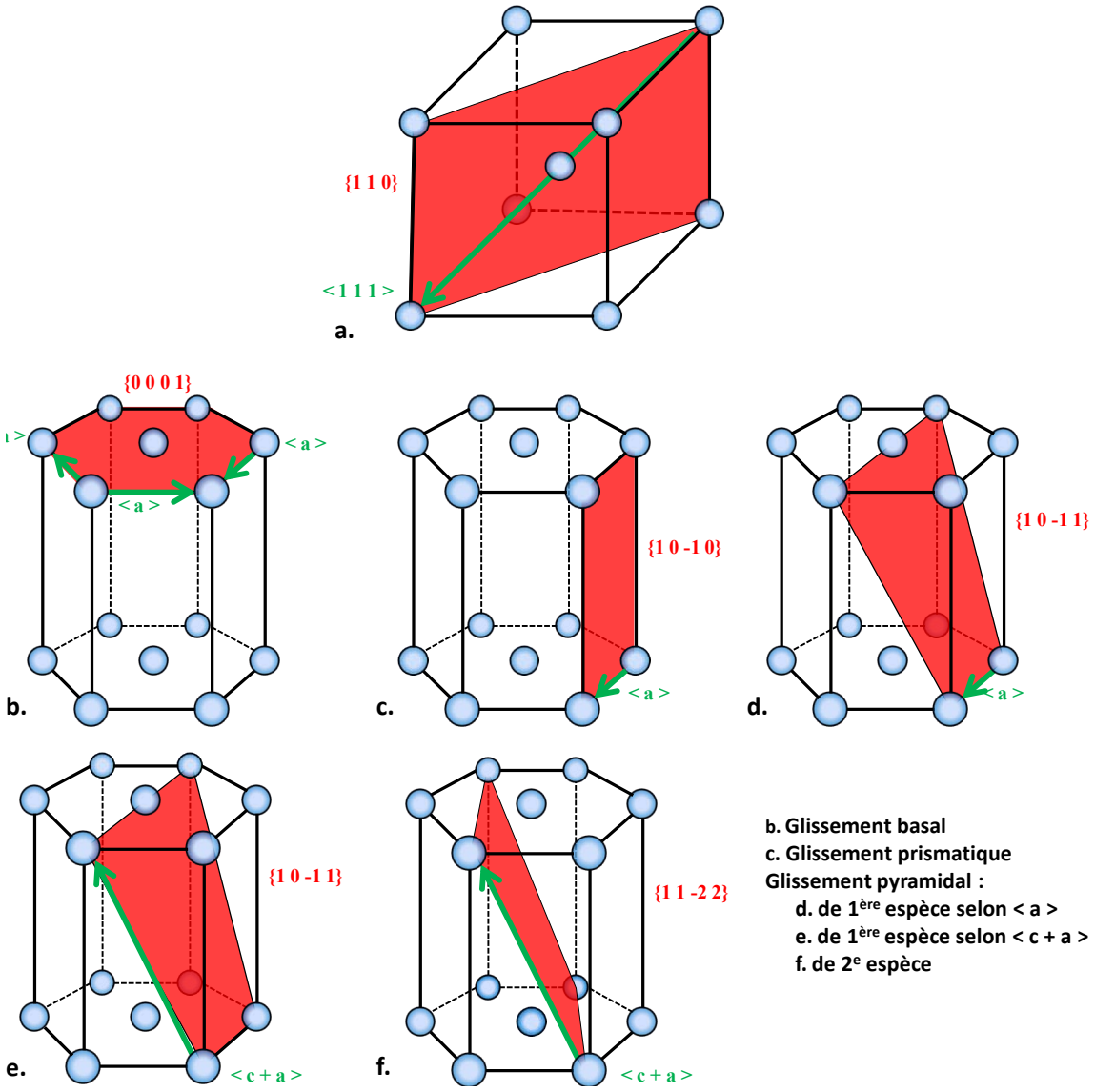


Figure I.24 - Représentation des systèmes de glissement dans la maille β et dans la maille α

I.5.1.2 Déformation de la phase β

Les grains β_t sont composés de phase α lamellaire dans une matrice de phase β. La finesse de la microstructure rend difficile l'étude des mécanismes de déformation qui s'y activent. De plus, la plasticité s'initiant d'abord au sein des grains équiaxes, l'étude de la plasticité dans les grains β_t est moins courante. En ce qui concerne la phase β, la maille est cubique centrée. Le système de glissement principal de la maille cubique centrée se fait dans le plan dense {110} selon les directions ⟨111⟩. Ce

système de glissement est repris dans la Figure I.24. Il est généralement admis que la phase β est beaucoup plus difficilement déformable que la phase α. En effet, sa limite d'élasticité (900MPa) est supérieure à celle de la phase α (450MPa) à l'ambiante [Ankem, 1986] et de l'ordre de 550MPa à 500ºC contre 250MPa pour α [Bourgeois, 1997]. Bourgeois observe une plasticité de 0,45% dans β à 500ºC sous 550MPa. Elle met en évidence la plastification de β lors d'essais réalisés sur un alliage de titane β métastable plus riche en phase β que le TA6V. Mais cette plastification de β ne semble ni gouverner le comportement plastique ni le fluage de l'alliage Ti-6246. De plus, la majorité des alliages de titane étudiés sont des alliages de titane α, quasi-α ou α+β présentant une très faible proportion de β. Donc même si quelques auteurs observent la déformation de la phase β [Bourgeois, 1997] [Ambard, 2001] [Savage, 2004], il est souvent convenu de résumer l'étude de la déformation à celle de la phase α. Toutefois, son étude est inévitable dans le cas des alliages de titane β. Une étude des mécanismes de déformation d'alliages de titane β métastable peut être lue dans la thèse de Nicolas Escalé [Escalé, 2012]. Si la phase β n'est pas prise en compte lors de l'étude de la déformation, c'est aussi parce qu'elle ne présente pas un frein majeur à la transmission de la déformation entre les lattes α_s [Castany, 2007]. En effet, la matrice reste généralement peu désorientée par rapport à la phase α_s (selon les relations de Burgers). Ainsi le glissement peut être transmis. La déformation de la phase α_s est donc l'élément majeur de la plasticité des colonies. Dans le cas du TA6V à température ambiante Castany y observe un glissement exclusivement selon ⟨a⟩ [Castany, 2007].

I.5.1.3 Déformation de l'interface α/β

La complexité de la microstructure de l'alliage étudié engendre plusieurs types d'interfaces :

- α_p/β : Interface entre un grain équiaxe α_p et la phase β
- α_p/α_p : Interface entre deux grains équiaxes α_p
- α_s/β : Interface entre une latte de phase α_s et la matrice β
- Colonie/colonie : Interface entre deux colonies de phase lamellaire α_s et de matrice β

Le rôle de ces différentes interfaces a été étudié vis-à-vis de la plasticité par Castany [Castany, 2007]. Il a pu conclure que l'interface α_p/β était un site privilégié pour l'émission de dislocations. L'interface α_p/α_p est un frein à la transmission du glissement. Cependant, le glissement peut être transmis si les deux grains sont faiblement désorientés. Cette transmission engendre toutefois des dislocations résiduelles qui restent bloquées à l'interface dans le grain initialement déformé. Les lattes α_s au sein d'un même grain β_t sont organisées en colonies dans lesquelles les lattes sont parallèles, très faiblement désorientées les unes par rapport aux autres et suivent les relations de Burgers avec la matrice β [Bhattacharyya, 2003] [Stanford, 2004]. Ainsi au sein d'une même colonie les interfaces α_s/β ne sont pas des freins majeurs à la transmission du glissement. Suri a montré que ces interfaces n'étaient pas liées à la limite d'élasticité [Suri, 1999], toutefois Castany maintient que même si elles ne jouent pas un rôle dans le durcissement de l'alliage, elles jouent un rôle pour la déformation. Par contre entre deux colonies adjacentes la désorientation peut être forte. Dans ce cas c'est l'interface entre deux colonies qui s'avère être l'obstacle le plus difficile à traverser pour la transmission du glissement. Si ces observations sont communément admises actuellement au sein du titane et de ses alliages, elles peuvent être nuancées par certaines études qui prêtent à l'interface α_s/β un rôle prépondérant à la limitation de la transmission du glissement. Savage a rappelé, sur du Ti-6242, que même en respectant les relations de Burgers il existe un écart de 0,7 à 11,1 degrés entre les directions de glissement ⟨a⟩ des lattes α et les directions de glissement dans β. Ainsi le franchissement de la matrice β génère à l'interface α_s/β des dislocations résiduelles traduisant l'écart entre les deux

systèmes de glissement [Savage, 2004]. Ainsi la transmission de la déformation apparait possible et relative à l'écart de désorientation. Ces observations ont exclusivement été faites à 20ºC et la transmission du glissement à l'interface α_s/β pourrait être plus rare à hautes températures. En effet, à 565ºC dans le Ti-6242 Viswanathan n'observe aucune transmission de la déformation [Viswanathan, 2002], tout comme Semiatin dans le Ti-6Al-4V entre 800ºC et 900ºC où la prise en compte de l'interphase α_s/β dans la loi de Hall et Petch permet alors d'expliquer la déformation mesurée [Semiatin, 2001]. La transmission du glissement à travers l'interface n'est pas un simple mécanisme de transfert de dislocations. Il dépend du glissement activé initialement dans la phase α [Suri, 1997].

Bourgeois explique le comportement viscoplastique de l'alliage Ti-6246 sans impact de la matrice β ou de l'interface α/β, elle en conclue que l'étude du comportement seul de la phase α est suffisante pour caractériser celui de l'alliage [Bourgeois, 1997]. Bridier conclue de manière générale que dans un alliage de TA6V bimodal, ce sont les grains α équiaxes qui plastifient les premiers ; lorsque la déformation est suffisante celle-ci est transmisse aux lattes de phase α [Bridier, 2006]. Au cours de notre étude l'analyse des systèmes de glissement a uniquement été réalisée pour de faibles déformations. L'étude se portera donc majoritairement sur le comportement de la phase α des grains équiaxes.

I.5.2 Le fluage du titane

I.5.2.1 Le fluage à basse température (T < 200ºC)

Le titane est réputé pour fluer dès la température ambiante, comme le zirconium. Ce fluage a été largement étudié [Adenstedt, 1952] [Thompson, 1973] [Odegard, 1974] [Fujishiro, 1977] [Thorpe, 1978] [Evans, 1979] [Imam, 1979] [Hack, 1982] [Miller, 1987] [Pujol, 1994] [Neeraj, 2000] [Jousset, 2008]. Toutefois, si le fluage est activé dès la température ambiante, celui-ci nécessite néanmoins un certain niveau de contrainte. Le niveau de contrainte appliqué est généralement rapporté en fonction de la limite d'élasticité à la température considérée et mesurée par un essai de traction à vitesse de déformation imposée constante ($\approx 10^{-4}s^{-1}$). Ainsi, il est reporté une activation de la déformation en fluage généralement à partir d'une contrainte valant 80% de la limite d'élasticité ($\sigma = 0{,}8x\sigma_{0,2\%}$). Une autre contrainte est mise en évidence autour de 90% de la limite d'élasticité. Pour une contrainte située entre 80% et 90% les courbes de fluage ne présentent qu'un unique stade primaire. La vitesse de déformation diminue continûment jusqu'à une vitesse de déformation nulle. La déformation générée reste faible malgré plusieurs milliers d'heures d'essai. Ces niveaux de contrainte ne conduisent pas à la rupture du matériau. Ce type de fluage est appelée fluage épuisement et est aussi appelé fluage logarithmique à cause de la forme de ses courbes. Il est généralement modélisé par la loi suivante :

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + \alpha \times [\ln(\gamma \times t + 1)]^s \qquad \textbf{éq. I.1}$$

Dans cette équation ε est la déformation, ε_0 la déformation instantanée, t le temps et α, γ et s des constantes dépendant des propriétés physique du matériau. Pour un rapport de charge supérieur à 90% de la limite d'élasticité, les courbes de fluage se composent d'un stade primaire et d'un stade tertiaire. La déformation générée par le stade primaire est significative (plusieurs pourcents). La déformation augmente lorsque la contrainte augmente, le fluage est plus rapide lorsque la contrainte est augmentée. La vitesse de déformation diminue tout au long du stade primaire jusqu'à atteindre un minimum de vitesse de déformation. Une fois ce minimum atteint la vitesse de déformation augmente au cours d'un stade tertiaire conduisant à la rupture du matériau. Les travaux d'Odegard et al.

[Odegard, 1974] et ceux de Neeraj et al. [Neeraj, 2000] plus récemment explicitent à température ambiante la corrélation possible entre le comportement en traction, c'est-à-dire sous une vitesse de déformation imposée constante et le comportement en fluage. Ils concluent que le fluage à basses température est une manifestation de la sensibilité à la vitesse de déformation de l'alliage.

La déformation engendrée par le fluage basse température se caractérise généralement par d'intenses bandes de glissement. Le glissement est planaire et prend la forme d'empilement de dislocations. Odegard et al. associe ce fluage basse température du TA6V à la traversée des obstacles interstitiels grâce à l'activation thermique [Odegard, 1974]. Ce domaine du fluage à basses températures est limité entre 20ºC et 200ºC pour les alliages de titane car à plus hautes températures d'autres comportements sont observés, détaillés dans les paragraphes suivants.

I.5.2.2 Le fluage à haute température (T > 450ºC)

A haute température, un fluage plus classique est observé. La courbe de fluage présente trois stades : primaire, secondaire et tertiaire. Ces trois stades sont représentés sur la Figure I.25 et détaillés dans les paragraphes suivants selon leur ordre d'apparition.

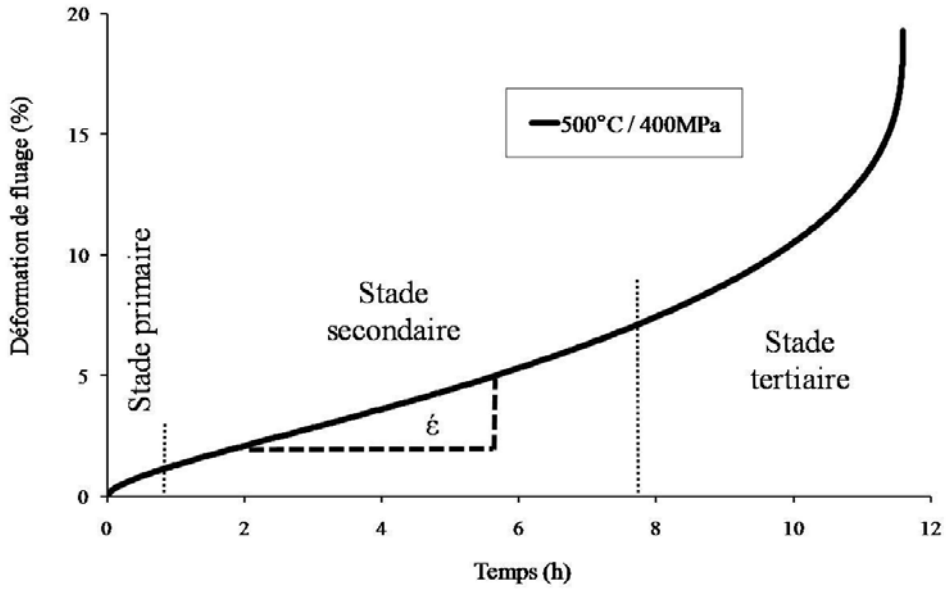


Figure I.25 - Courbe type du fluage à hautes températures pour le TA6V

Le premier stade est le stade primaire où la vitesse de déformation diminue rapidement jusqu'à atteindre une valeur minimale. Pendant ce stade il y a création et propagation de dislocation. Elles ne forment pas de structure particulière. La formation de bandes ou lignes de glissement par déplacement des dislocations peut être constatée. Ces bandes font l'objet d'une intense plasticité qui peut se propager au travers de plusieurs grains. Au cours du temps, la densité de dislocation diminue. Ce stade est généralement modélisé par la loi d'Andrade reprise par l'équation éq. I.2.

$$\varepsilon = A \times t^{a} \qquad \textbf{éq. I.2}$$

Dans cette équation ε correspond à la déformation, t au temps et A et a sont des constantes qui dépendent des propriétés du matériau. Andrade reporte pour valeur de a 0,33 [Andrade, 1910]. La loi

est parfois utilisée pour modéliser le fluage épuisement aux basses températures et plus précisément à température ambiante. Différents auteurs donnent des valeurs plus faibles pour le TA6V. Chu mesure une valeur de 0,2 pour a afin de décrire le comportement du TA6V pour de faibles contraintes [Chu, 1970]. Cette faible valeur indique que l'épuisement est particulièrement lent, la déformation est généralement reliée à un mécanisme de montée des dislocations et un glissement dévié autour des obstacles.

Le deuxième stade est le stade secondaire où la vitesse de fluage reste constante et égale à la vitesse de fluage minimale, ce stade correspond généralement à la majeure partie du fluage. Lors de ce stade les dislocations s'assemblent pour former une structure cellulaire. La densité de dislocation reste stable, due à une compétition entre la restauration dynamique et l'écrouissage stabilisant la configuration des dislocations. Ceci explique la vitesse de déformation constante. Cette vitesse de fluage secondaire constante dépend de la contrainte et de la température. Ce fluage est généralement associé à un modèle de diffusion des atomes au sein de la matière. La vitesse de fluage secondaire est expérimentalement trouvée proportionnelle au coefficient d'autodiffusion [Kanter, 1938]. Une loi acceptable pour décrire ce phénomène est :

$$\dot{\varepsilon} = A\left(\frac{D}{b^2}\right)\left(\frac{\sigma}{\mu}\right)^n \qquad \textbf{éq. I.3}$$

Où σ est la contrainte appliquée, μ le module de cisaillement, b la dimension atomique, D le coefficient d'autodiffusion et A et n des constantes qui dépendent des propriétés du matériau. Cette équation est généralement simplifiée en une simple loi puissance de la contrainte avec un coefficient B qui dépend de la température :

$$\dot{\varepsilon} = B\sigma^n \qquad \textbf{éq. I.4}$$

Le fluage étant un phénomène activé thermiquement la dépendance à la température peut être extraite du coefficient B par une loi d'Arrhenius et la loi de Norton est obtenue :

$$\dot{\varepsilon} = C\sigma^n exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \qquad \textbf{éq. I.5}$$

Dans cette équation, C est une constante qui dépend des propriétés du matériau et indépendante de la température et de la contrainte, R est la constante des gaz parfaits, T la température et Q l'énergie d'activation du mécanisme de fluage. Ainsi l'identification des paramètres n et Q permet de caractériser le mécanisme contrôlant le fluage. Le fluage à haute température est souvent contrôlé par la diffusion, ces modèles prédisent donc une énergie d'activation proche de l'énergie d'autodiffusion du métal étudié ou proche de l'énergie d'activation de la diffusion des atomes en solution dans le cas des alliages. Expérimentalement cette énergie est bien souvent indépendante de la température et de la contrainte [Nabarro, 1995]. Cependant une large gamme de valeurs est recensée pour l'autodiffusion du titane : 123 [Libanati, 1963], 150 [Dyment, 1968], 241 [Malakondaiah, 1982] et 303kJ/mol [Koppers, 1997]. Ces valeurs ont été mesurées par radio traceur. L'énergie d'activation de la diffusion de l'aluminium dans le titane est de 329kJ/mol [Koppers, 1997]. Dans le cas de l'oxygène des valeurs de 68, 109, 140kJ/mol [Miller, 1987] sont reportées dans la littérature. Expérimentalement, les valeurs mesurées pour l'énergie d'activation du fluage sont très variées. Sous 400ºC, Rosen donne une valeur de 50kJ/mol pour le TA6V et une valeur de 188kJ/mol au-dessus de 400ºC [Rosen, 1976]. Li donne une valeur de 185kJ/mol pour des températures supérieures à 400ºC sur du TA6V [Li, 2011]. Malakondaiah rapporte une valeur de 104kJ/mol sous 700ºC et une valeur de 273kJ/mol au-dessus pour du titane α [Malakondaiah, 1981]. Une énergie d'activation de 236kJ/mol

est donnée par Jaffee pour du titane au-dessus de 700ºC [Jaffee, 1973]. Rosen interprète le changement d'énergie d'activation à 400ºC comme la transition entre le contrôle du fluage par la diffusion de l'oxygène sous 400ºC et le contrôle par l'autodiffusion du titane au-delà de 400ºC. Malakondaiah quant à lui explique le changement d'énergie d'activation qu'il mesure à 700ºC par une transition entre un mécanisme de diffusion aux joints de grains (fluage Coble [Coble, 1963]) et une diffusion en volume (fluage Herring [Herring, 1950]). Toutes ces études ne sont pas incompatibles et donnent un mécanisme contrôlé par la diffusion de l'oxygène sous 400ºC, par l'autodiffusion du titane aux joints de grains de 400ºC à 700ºC et finalement un contrôle par autodiffusion du titane en volume au-delà de 700ºC.

En ce qui concerne l'exposant de puissance de la contrainte, les modèles de diffusion donnent une vitesse de déformation proportionnelle au cube de la contrainte (n=3), que la diffusion se fasse en volume (fluage de Herring [Herring, 1950]) ou suivant les joints de grains (mécanisme de Coble [Coble, 1963]). Toutefois les valeurs mesurées reportées dans la littérature sont bien souvent supérieures : entre 4 et 5 jusqu'à 700ºC [Es-Souni, 2000] [Es-Souni, 2001] [Zhu, 1999] [Reis, 2005] [Viswanathan, 2002] pour des contraintes comprises entre 25% et 80% de la limite d'élasticité. Pour des niveaux de contrainte plus faibles une valeur de 1 est obtenue [Viswanathan, 2002] [Quast, 2007] et des valeurs qui varient et augmentent (> 10) rapidement pour des contraintes supérieures à 80% de la limite d'élasticité. Ces hautes valeurs n'ont plus de sens physique réel et ne caractérisent aucun mécanisme de déformation. Ce domaine est souvent qualifié de rupture de la loi puissance (power law breakdown) [Nabarro, 1995].

Le dernier stade est le stade tertiaire, celui-ci se caractérise par une striction et un endommagement du matériau. La diminution de la section portante augmente localement la contrainte, engendrant une augmentation très rapide de la vitesse de déformation jusqu'à la rupture du matériau.

I.5.2.3 Le fluage aux températures intermédiaires (250ºC < T < 400ºC)

Quelques études ont été menées sur l'étude du fluage du zirconium [Thorpe, 1978] [Prioul, 1995] [Warda, 1973] [Snowden, 1970] [Pujol, 1994] dans le domaine des températures intermédiaires mais rarement sur les alliages de titane [Neeraj, 2000] [Suri, 1997] [Jousset, 2008]. Les deux alliages présentent des comportements en fluage similaires avec un domaine de températures intermédiaires où le fluage est particulièrement limité. Jousset observe pour le Ti-6242-Si et Pujol pour le zirconium α le blocage de la viscosité dans ce domaine de température. La déformation s'épuise rapidement (quelques heures) pour ne plus évoluer. La vitesse de déformation diminue plus rapidement que lors du stade primaire du fluage aux basses températures et les niveaux de déformation atteints sont bien plus faibles. La vitesse de fluage devient nulle en quelques dizaines d'heures. En raison du faible impact sur la déformation de l'alliage ce domaine de fluage est rarement étudié. Toutefois, ce domaine fait l'objet d'un plus grand nombre d'études en traction et est reconnu comme étant un domaine d'anomalie de comportement généralement expliqué par des phénomènes de vieillissements dynamiques [Thorpe, 1978] [Prioul, 1995] [Jousset, 2008]. Dans ce domaine les alliages présentent une sensibilité à la vitesse de déformation nulle faisant le lien avec la manifestation du fluage à basses températures dû à la sensibilité à la vitesse de déformation.

L'interprétation de la viscosité des alliages de titane est donc généralement scindée en deux : le fluage aux basses températures et le fluage aux hautes températures. Il est délicat de relier ces deux domaines puisque si l'interprétation du fluage haute température se fait sur la vitesse constante du

stade secondaire, celui-ci n'existe pas aux basses températures puisque la vitesse ne cesse de diminuer. De plus, les mécanismes activés lors du primaire et lors du secondaire sont différents. Ainsi la comparaison de l'un des domaines par rapport à l'autre est difficile et apporter une explication globale au comportement visqueux est compliqué.

I.5.3 Anomalie de viscoplasticité de 20ºC à 600ºC

Jousset propose dans ses travaux de thèse une explication très complète des mécanismes de déformation et de l'anomalie de viscoplasticité de 20ºC à 600ºC pour un alliage de titane Ti-6242 [Jousset, 2008]. Ce domaine de température est le lieu de la compétition entre deux modes de contrôle de la déformation en fonction de la température et de vitesse de déformation : le mode traînage (drag solutes) et le mode friction (friction regime). Un nuage de soluté est formé par la migration des atomes de soluté grâce à l'activation thermique de la diffusion vers le voisinage et le cœur des dislocations. Lors du mode traînage, les dislocations mobiles trainent ce nuage de solutés. La vitesse d'avancée des dislocations est liée à la vitesse de diffusion des solutés. Ainsi, le mode traînage est favorisé aux hautes températures et faibles vitesses de déformation. A haute température, l'activation thermique de la diffusion des solutés facilite leur mobilité et leur capacité à suivre les dislocations. De la même manière une faible vitesse de déformation imposée limite la vitesse de déplacement des dislocations et ainsi permet aux solutés de suivre leurs déplacements. Lors du mode friction les solutés sont immobiles pour les dislocations : soit à cause d'une température trop faible pour la diffusion, soit à cause d'une vitesse de déformation trop importante pour qu'ils suivent les dislocations. Dans ce mode les solutés jouent le rôle d'obstacle à la plasticité intégrés au freinage du réseau cristallin. Ce n'est que par une augmentation de la contrainte que les dislocations peuvent compenser la force de friction du réseau et se déplacer. Une origine à cette force de friction a été proposée au travers de différents modèles sur le glissement du plan prismatique. Farenc propose dans ses travaux de thèse, tout comme Lecomte, un résumé des différents modèles aux basses températures [Farenc, 1992] [Lecomte, 2000]. Il est intéressant de retenir le développement du mécanisme de Peierls [Peierls, 1940] [Nabarro, 1947] proposé par Levine [Levine, 1966] et Sastry et al. [Sastry, 1972] où la dislocation se stabilise dans une vallée de Peierls parallèle aux rangées atomiques denses en l'absence de contrainte. Le mouvement nécessitera le passage des vallées par la formation et propagation de doubles décrochements correspondant à la somme d'une énergie d'activation thermique et à l'énergie de force de friction. Cependant, ce modèle ne permet pas d'expliquer la présence de dislocations vis rectilignes et l'écart à la loi de Schmid observés par Naka [Naka, 1991].

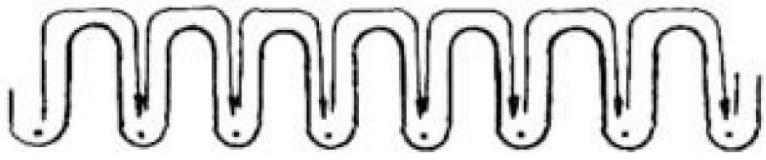


Figure I.26 - Schématisation du mécanisme de Peierls [Caillard, 1996]

Un mécanisme de Peierls étendu a donc été proposé par Couret et Caillard et développé sur le béryllium [Couret, 1991] [Couret, 1989a] [Couret, 1989b]. Dans ce modèle la dislocation avance par un mécanisme de blocage déblocage d'une position sessile à une position glissile, comme schématisé sur la Figure I.27. La force de friction résulte de la dissociation du cœur de la dislocation hors de son plan de glissement lorsqu'elle se trouve en position sessile. La dislocation se dissocie selon le schéma

établi par Naka [Naka, 1988]. Le déblocage correspond à la recombinaison de la dislocation. Farenc observe que les dislocations ne semblent pas être affectées par les solutés lors de la position glissile, mais ils peuvent épingler les dislocations lorsque le cœur s'étale de nouveau en position sessile [Farenc, 1992]. Ainsi, la dislocation devant se libérer progressivement de tous ses ancrages, la vitesse de déformation sera réduite par les solutés. Ce modèle permet de tenir compte des dislocations vis rectilignes et de l'écart à la loi de Schmid.

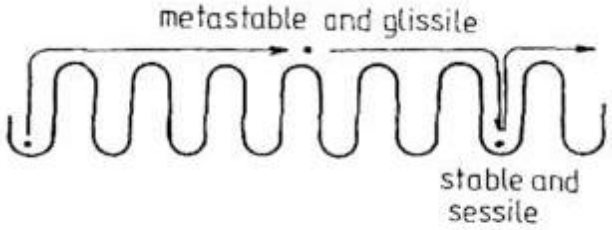


Figure I.27 – Mécanisme de Peierls étendu, blocage déblocage [Caillard, 1996]

Il existe un domaine intermédiaire de température où les deux modes sont en compétition. Ce domaine correspond au vieillissement dynamique de l'alliage. Les conditions de température et de vitesse de déformation sont telles que les solutés migrent dans le cœur ou au voisinage des dislocations mais ne sont pas assez mobiles pour suivre la déformation. Ainsi, le nombre d'ancrage à briser par la dislocation augmente. Une contrainte plus importante sera donc nécessaire pour activer la plasticité. Une augmentation ou une stabilisation de la contrainte d'écoulement de l'alliage en fonction de la température est observée dans ce domaine [Strudel, 1979]. La Figure I.28 reprend les résultats de Naka de la mesure de la CRSS du glissement prismatique sur du titane qui est liée à la contrainte d'écoulement en fonction de la température où il met en évidence le domaine DSA [Naka, 1982]. Ce plateau a aussi été observé par plusieurs auteurs sur du titane [Doner, 1973] [Conrad, 1981] [Akhtar, 1975] et du zirconium [Derep, 1980] [Trojanova, 1995].

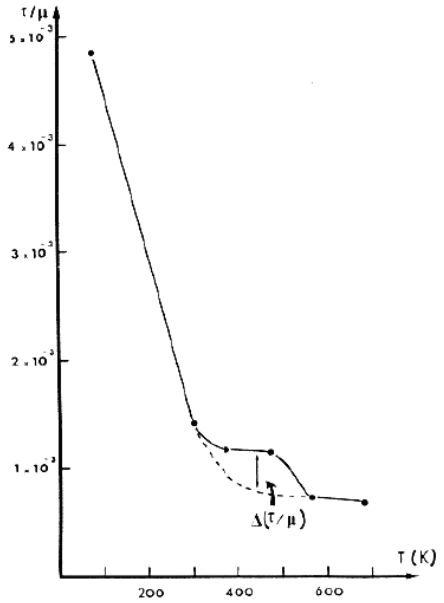


Figure I.28 - Evolution de la CRSS du glissement prismatique en fonction de la température dans le Ti-630ppm O [Naka, 1982]

Ce domaine peut aussi se manifester sur les courbes de traction par des serrations, phénomène de Portevin-Le Chatelier (PLC). Ces serrations sont des instabilités plastiques qui traduisent une libération de plasticité dans le matériau dont la morphologie, la fréquence et l'amplitude sont variables en fonction des conditions de température et de vitesse de déformation. A l'échelle microscopique, les libérations de plasticité sont la manifestation du désancrage soudain des dislocations de leur atmosphère de solutés grâce à l'énergie mécanique accumulée entre deux libérations. Strudel a synthétisé schématiquement ces domaines de comportement par un diagramme contrainte/vitesse de déformation repris par la Figure I.29. La partie A du diagramme correspond à une contrainte τ_0 traduisant l'effet durcissant de l'introduction de soluté dans le réseau cristallin par rapport au matériau pur. La partie D, pour les faibles vitesses de déformation ou les hautes températures, correspond au mode traînage où les dislocations se déplacent avec leur atmosphère de solutés. La partie B représente le domaine d'ancrage et désancrage des dislocations. La force de traînage exercée par les solutés sur les dislocations et freinant leur déplacement augmente avec la mobilité des solutés et diminue avec l'augmentation de température dans ce domaine. La partie F, pour les fortes vitesses de déformation ou les basses températures, correspond au mode friction où les solutés sont immobiles pour les dislocations et participe au freinage des dislocations par le réseau qu'elles traversent.

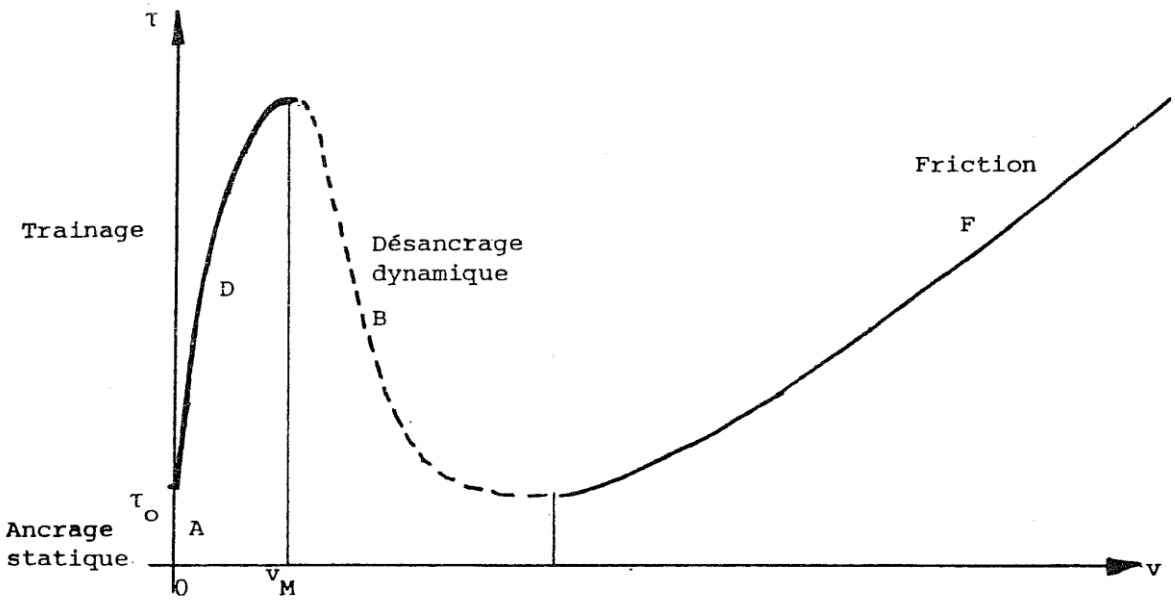


Figure I.29 – Diagramme contrainte/vitesse ressenti par une dislocation dans un réseau contenant des atomes de soluté [Strudel, 1979]

Une partie du domaine B, domaine PLC, (généralement pour les faibles vitesses de déformation du domaine) est caractérisée par une sensibilité à la vitesse de déformation (SRS – Strain rate sensitivity) négative alors qu'elle est positive lors d'une déformation très majoritairement contrôlée par le mode traînage ou par le mode friction [Molénat, 1997]. La SRS est définie par l'équation éq. I.6, où σ est la contrainte et $\dot{\varepsilon}$ la vitesse de déformation. La SRS correspond à l'inverse de l'exposant n de la dépendance à la contrainte de la déformation par fluage.

$$SRS = \left(\frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\varepsilon}}\right)_T \qquad \textbf{éq. I.6}$$

Jousset délimite ces trois domaines dans le cas du Ti-6242-Si pour une déformation de $10^{-4}s^{-1}$ de la manière suivante :

- De 600ºC à 200ºC, mode traînage
- De 400ºC à 200ºC, vieillissement dynamique (DSA)
- De 400ºC à 20ºC, mode friction et vieillissement statique (Static Strain Ageing SSA)

Ces domaines se retrouvent sur l'évolution de l'énergie et du volume d'activation apparent du glissement avec la température pour le titane pur, comme le montre respectivement la Figure I.30 et la Figure I.31, où Conrad a reporté l'énergie d'activation et le volume d'activation apparent du glissement basal de 0K à 1000K. Le volume d'activation apparent est défini selon l'équation éq. I.7, cette grandeur n'a pas de réelle existence physique mais peut être apparentée à une aire balayée par une dislocation de vecteur de Burgers b. Comme la sensibilité à la vitesse de déformation, le volume d'activation apparent est un outil d'analyse et de caractérisation possible des mécanismes de déformation. En effet, le changement de mode de déformation peut être révélé par une divergence de la valeur du volume d'activation apparent mesurée.

$$V_a = RT\left(\frac{\partial \ln \dot{\varepsilon}}{\partial \sigma}\right)_T \qquad \textbf{éq. I.7}$$

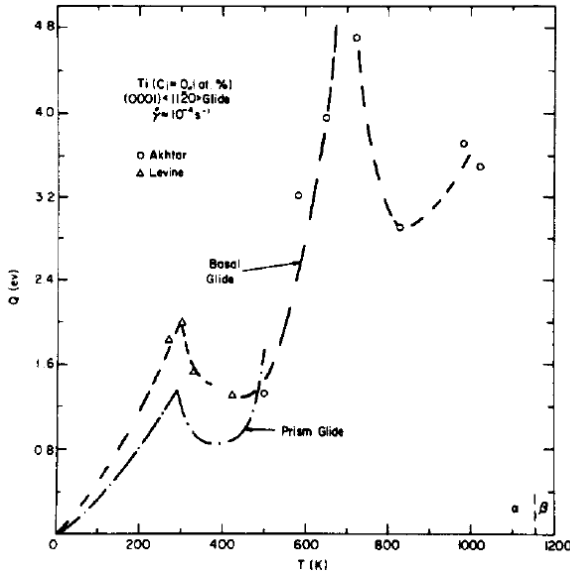


Figure I.30 - Evolution de l'énergie d'activation du glissement basal en fonction de la température pour du titane pur [Conrad, 1981]

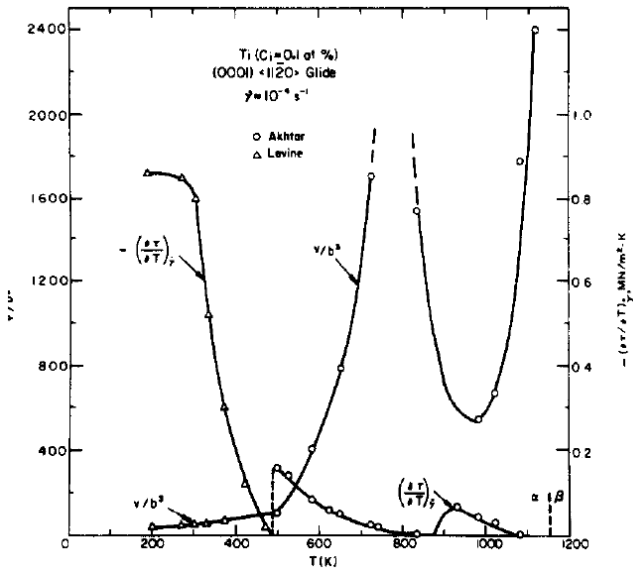


Figure I.31 - Evolution du volume d'activation apparent du glissement basal en fonction de la température pour du titane pur [Conrad, 1981]

Le changement de comportement en fonction de la température peut aussi être observé en fluage. Pujol observe le même phénomène d'anomalie de comportement dans un domaine de température pour le zirconium [Pujol, 1994]. Pour des températures inférieures à 150ºC, le fluage est activé pour les contraintes proches ou supérieures à la limite d'élasticité. De 200ºC à 300ºC, le blocage du fluage est toujours observé, avec un stade primaire plus faible. La présence d'une SRS négative, d'un crochet de traction, de bandes de Lüders et d'instabilité à la mise en charge traduisent les phénomènes de vieillissement dynamique toujours actifs. Pujol relève, à partir de 150ºC, un nouveau

mode de restauration en mode friction se mettant en place et différent du mode traînage à 600ºC. Il y a toujours un blocage du fluage sous une contrainte seuil proche de la limite d'élasticité mais le stade primaire est beaucoup plus court (< 50h) et atteint jusqu'à 6% de déformation avant blocage. Pour une contrainte appliquée supérieure à la limite d'élasticité la plasticité s'entretient et conduit à la rupture. A température ambiante les mêmes mécanismes qu'à 150ºC sont observés mais avec une cinétique plus lente. La contrainte seuil de blocage diminue (elle devient plus faible que la limite d'élasticité). Les énergies d'activation sont plus basses au voisinage de la température ambiante alors que les volumes d'activation augmentent. Cependant, de nombreux systèmes de glissement sont activés avec des vecteurs de Burgers et des plans de glissement différents conduisant à l'augmentation de la densité de dislocations et mis en concurrence avec des phénomènes de restauration. Ainsi, il est impossible de donner un sens physique de l'activation d'un mécanisme à ces valeurs d'énergie et de volume d'activation apparent.

Pour des études à l'ambiante Jousset recommande de prendre en compte le rôle de l'hydrogène qui est aussi actif que l'oxygène à 600ºC. L'hydrogène accompagne et facilite la plasticité. Les travaux de thèse de Mignot ont montré que la résistance au fluage et en particulier au fluage primaire décroit avec les teneurs croissantes en hydrogène [Mignot, 2003]. L'hydrogène est plus soluble dans la phase β (β 75% / α 25%), donc l'effet sera plus marqué dans les alliages β. Dans le cas du TA6V, la solubilité de l'hydrogène est limitée à 40ppm dans la phase α et la proportion en phase β est faible, l'effet de l'hydrogène est supposé négligeable. Toutefois, des études sur la fissuration ont montré que pour seulement 10ppm d'hydrogène des fissurations sous-critiques pouvaient apparaitre dans l'alliage Ti-6246 (plus riche en β que le TA6V). L'énergie d'activation de la diffusion de l'hydrogène dans le titane α est proche de 40kJ.mol^{-1} dans la plage 500ºC – 900ºC [Lütjering, 2010], Feaugas et Conforto reportent des valeurs de 36,8kJ.mol^{-1} dans le titane α pur et de 34,5kJ.mol^{-1} dans le titane α contenant 15% atomiques en équivalent oxygène [Feaugas, 2007].

I.5.4 Ordre à courte distance

Comme vu précédemment pour des raisons de gêne stérique l'oxygène occupe les sites octaédriques mais pas tous. Par exemple, Yamaguchi et al. ont montré qu'un plan basal (0001) sur deux du réseau constitué par les sites octaédriques, se rempli d'oxygène et donne lieu à une structure Ti_2O [Yamaguchi, 1969]. Les deux autres structures Ti_3O et Ti_6O en dérivent. Les sites vacants dans le sous réseau de l'oxygène sont ordonnés : dans Ti_3O un tiers des sites du plan de base sont vacants, pour Ti_6O les deux tiers le sont. Le remplissage préférentiel génère des directions préférentielles du type <1123> riches en oxygène. Weissman et al. mesure une mise en ordre de l'oxygène qui se produit pour une teneur de 3% en masse [Weissman, 1970]. Plus récemment Liu et al. montrent que la mise en ordre commence dès 0,65% en masse d'interstitiels [Liu, 1988]. La mise en ordre de l'oxygène peut être révélée par la présence de deux dislocations appariées en tête d'empilement, contrairement au reste de l'empilement. L'ordre à courte distance est brisé par les premières dislocations et ne peut pas être restauré. Le caractère très planaire du glissement a été attribué à l'ordre à courte distance par Neeraj et al. [Neeraj, 2000] [Neeraj, 2001].

Chapitre II - Techniques et méthodes expérimentales

II.1 Méthodes et appareils de caractérisation de la métallurgie..... 43

II.1.1 Préparation des échantillons..... 43

II.1.2 Les appareils de caractérisation..... 43

II.2 Méthodes et appareils de caractérisation de la cristallographie 46

II.3 Méthodes et appareils de caractérisation mécanique..... 48

II.3.1 Eprouvettes..... 48

II.3.2 Moyen d'essais utilisé à Microturbo 48

II.3.3 Moyens d'essais utilisés à DGA TA 49

II.3.4 Moyens d'essais utilisés au CIRIMAT 49

II.3.5 Dépouillement des essais 51

II.1 Méthodes et appareils de caractérisation de la métallurgie

La thèse a été l'occasion de réaliser la caractérisation de l'alliage aussi bien d'un point de vue métallurgique que mécanique. Dans ce but une diversité de techniques expérimentales a pu être utilisée, associées à leur propre méthode de préparation. L'ensemble des appareils utilisés, des techniques appliquées et des préparations des échantillons est décrit dans ce chapitre.

II.1.1 Préparation des échantillons

Les observations métallographiques en microscopie optique et microscopie électronique à balayage ont été menées après un polissage miroir et une attaque chimique. Le polissage est effectué sur papier SiC jusqu'à un grade de 2400, puis est terminé sur un feutre lubrifié avec une solution diluée d'OPS et d'eau oxygéné, H_2O_2 (70mL + 30mL). La microstructure est révélée par une attaque chimique au réactif de Kroll (100mL d'eau, 2mL d'acide fluoridrique à 75% et 4mL d'acide nitrique à 65%). Pour éviter un écrouissage trop important de la surface des échantillons analysés par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD), une dernière étape de polissage électrolytique a été ajoutée. L'électrolyte est composé de 90% de méthanol et de 10% d'acide perchlorique et le polissage est réalisé sous une tension de 25V pendant vingt secondes à une température de 10ºC.

Deux types d'observation en microscopie électronique en transmission (MET) ont été réalisés occasionnant deux types de préparation des échantillons. La première observation consiste à caractériser la microstructure (épaisseur des lattes, morphologie des grains équiaxes et grains lamellaires) à l'échelle du MET. La deuxième observation se focalise sur la caractérisation des dislocations au sein de la microstructure. Afin de préparer les échantillons observés pour la caractérisation de la microstructure une lame a été tronçonnée au sein de la matière et amenée à une épaisseur comprise entre 60µm et 100µm par un polissage au papier SiC. Ensuite, depuis ces lames, sont prélevés des disques de 3mm de diamètre grâce à un emporte-pièce. Dans le cas des observations pour la caractérisation des dislocations, des lames de 1mm d'épaisseur ont été prélevées dans le galet pour analyser les dislocations au sein de la matière non déformée et dans la partie utile d'éprouvettes cylindriques de traction ou de fluage pour observer la configuration des dislocations après une déformation imposée de la matière. Dans le cas du prélèvement dans les éprouvettes déformées, les observations ont toujours été réalisées dans un plan perpendiculaire à l'axe de sollicitation. Les lames ont ensuite été polies jusqu'à une épaisseur comprise entre 60µm et 100µm. Afin de ne pas altérer la structure des dislocations en déformant les lames avec l'emporte-pièce, celles-ci ont été découpées à la scie à fil diamanté afin d'obtenir des carrés de 3mm de diagonale. Pour les deux types d'observation les échantillons ont été rendus transparents aux électrons grâce à un amincissement par une solution électrolytique au moyen d'un TenuPol 5 de marque Struers. L'électrolyte est un mélange de 600cc de méthanol, 350cc de 2-butoxyéthanol et 60cc d'acide perchlorique. L'amincissement s'effectue sous une tension de 25V à une température comprise entre -20ºC et -10ºC. Deux jets d'électrolyte attaquent la lame de part et d'autre, jusqu'à la détection d'un trou. Les bords de ce trou sont assez fins (quelques Å) pour être transparents aux électrons et ainsi être observés dans un microscope électronique en transmission.

II.1.2 Les appareils de caractérisation

Les observations en microscopie otique ont été réalisées sur un microscope inversé Olympus PGM3 de précision, équipé d'une caméra Marlin F146C ou d'un appareil photographique Nikon

500D. Ce microscope est situé au CIRIMAT dans les bâtiments de l'ENSIACET à Toulouse. Les observations ont exclusivement été réalisées en champ clair.

Les observations en microscopie électronique à balayage ont été réalisées sur deux microscopes différents. Le premier est un LEO 435-VP localisé au CIRIMAT à Toulouse, utilisé sous une haute tension de 15kV. Il a été utilisé pour effectuer les analyses fractographiques sur éprouvettes après essai. Le second est un microscope de marque JEOL, modèle 6700-F, localisé au service TEMSCAN de l'Université Paul Sabatier (UPS) à Toulouse. Ce microscope a pour particularité, par rapport au premier, de posséder un canon à effet de champ (MEB-FEG). Il a été utilisé sous une haute tension de 10kV, pour la caractérisation de la microstructure à plus haute résolution, en particulier pour la caractérisation des lattes de phase α dans les grains β transformée.

La microscopie électronique a permis d'obtenir l'orientation cristallographique des grains par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD – Electron BackScaterred Diffraction). Les observations ont été réalisées par le Laboratoire d'Etude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux (LEM3) à Metz. Les mesures EBSD ont été réalisées sur un MEB JEOL 6490-W avec une caméra EBSD HKL Nordlys F400 (caméra rapide). Les conditions d'acquisitions sont décrites dans le Tableau II.1.

Tableau II.1 - Conditions d'acquisition des analyses EBSD

Taille du spot	≈ 5nA
Distance de travail	17mm
Haute tension	20kV
Grossissement MEB	x200
Pas de déplacement	1,5µm
Temps d'intégration caméra EBSD	12ms

Les observations en microscopie électronique en transmission ont été effectuées sur deux MET du service TEMSCAN de l'UPS. Le premier MET est un microscope JEOL JEM 2010 équipé d'un filament en borure de lanthane (LaB_6) et d'un EDX NORMAN permettant d'obtenir une mesure semi-quantitative de la composition chimique de la zone analysée. Le second MET est un JEOL JEM 2100-F équipé d'un canon à effet de champ permettant de réaliser des images en haute résolution. Il est aussi équipé d'un capteur EDX Bruker AVS Microanalysis « Quantax ». Les deux MET ont été utilisés sous une haute tension de 200kV.

Afin de caractériser la composition chimique de l'alliage (en particulier la diffusion de l'oxygène) suite à des vieillissements thermiques (600ºC), des échantillons ont été analysés par spectroscopie de masse des ions secondaire (SIMS). La technique consiste à extraire les atomes de la matière en les ionisant par un faisceau d'ions dits faisceaux primaire. Les ions ainsi extraits forme le faisceau secondaire qui est analysé en spectroscopie de masse afin d'identifier les espèces présentes. Cette technique possède une grande sensibilité pouvant atteindre les 0,1ppb. Les analyses ont été réalisées au service analyses ioniques du département de physique du laboratoire de l'INSA Toulouse.

L'appareil utilisé est un CAMECA IMS4F6. Le faisceau primaire utilisé est composé d'ions Cs^+ accélérés sous une tension de 10keV. Suite à ce bombardement les ions émis par l'échantillon, constituant le faisceau secondaire sont extraits sous une tension de -4,5keV avec une densité de courant de 50nA. Afin de déterminer la répartition de certains éléments chimiques dans l'alliage, des cartographies en oxygène et hydrogène ont été effectuées ; ainsi que des profils de teneur en oxygène pour déterminer la profondeur de diffusion de l'oxygène. Les échantillons analysés ont été prélevés dans la zone utile d'éprouvettes de fluage cylindriques. Les échantillons sont donc de forme cylindrique et possèdent un diamètre de 4,5mm et une hauteur comprise entre 2mm et 3mm. Un schéma des échantillons est donné en Figure II.1. Ensuite, une des faces planes de chaque échantillon a été polie jusqu'à l'OPS. L'analyse d'une zone au bord de ces surfaces a permis d'obtenir la répartition en hydrogène et en oxygène pour une profondeur d'au moins 80µm, un schéma de localisation de la zone analysée est repris en Figure II.2. De ces cartographies, un profil de concentration est extrait selon un rayon. L'analyse d'un profil de concentration sur une cartographie est illustrée en Figure II.3. L'analyse est qualitative et peut être quantitative grâce à l'utilisation d'échantillons de référence de concentration connue. La concentration en oxygène dans la matière étudiée est donnée par l'élaborateur à 1868ppm en milieu de billette.

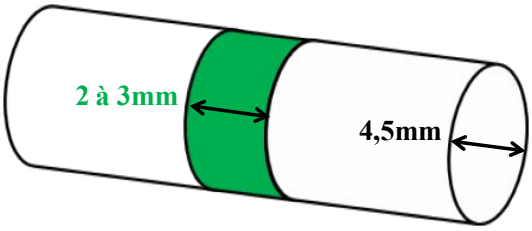


Figure II.1 - Schéma de prélèvement d'un échantillon au sein de la zone utile d'une éprouvette de fluage cylindrique

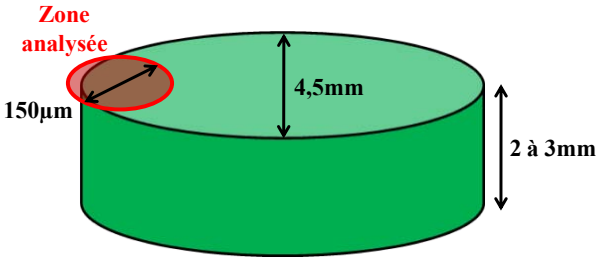


Figure II.2 - Schéma de la localisation de la zone analysée de l'échantillon

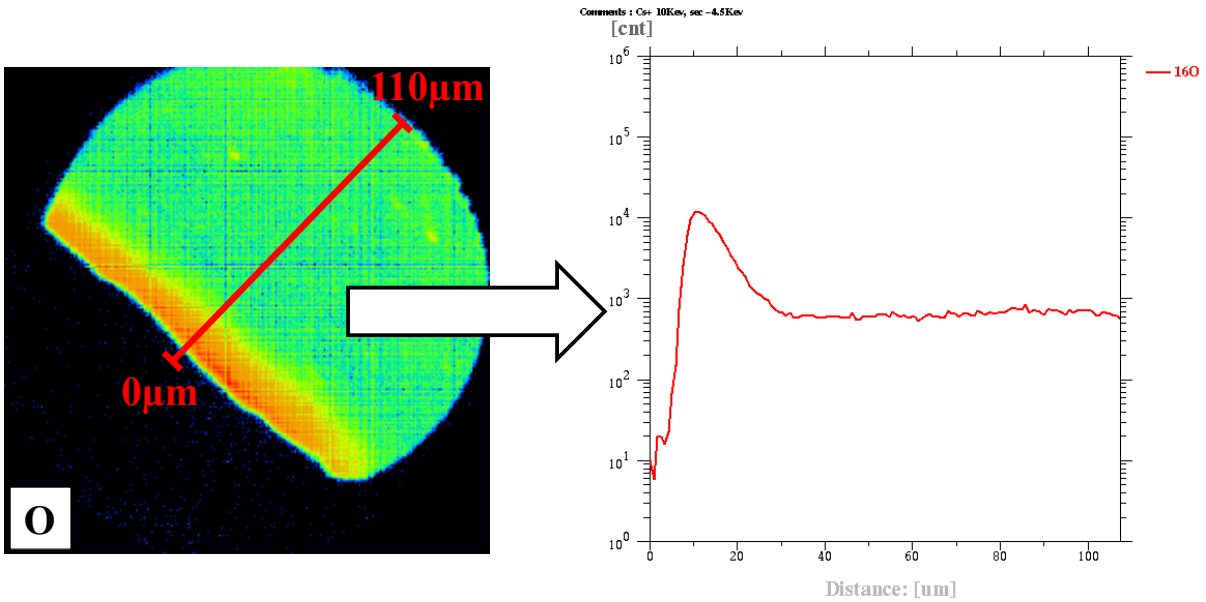


Figure II.3 - Profil de concentration en oxygène obtenu selon un rayon depuis une cartographie de concentration

II.2 Méthodes et appareils de caractérisation de la cristallographie

La texture du galet forgé a été analysée en plusieurs zones. Les mesures ont premièrement été réalisées par diffraction des rayons X (DRX) puis dans un deuxième temps par EBSD. La mesure par DRX donne une information globale sur la zone analysée alors que l'analyse EBSD donne une information plus locale. Les résultats en DRX sont donnés sous forme de figure de pôles. La figure de pôles est une projection stéréographique de la normale à la famille de plans diffractant dans le repère défini de l'échantillon. En exemple, la projection stéréographique du pôle des plans de base de la maille hexagonale orientés selon une direction privilégiée est schématisée en Figure II.4. La figure de pôles permet d'identifier la présence d'une texture, c'est-à-dire d'une orientation privilégiée de la famille de plans diffractant dans la zone analysée. Par exemple la figure b de la Figure II.5 donne les orientations du plan (0001). Un dégradé de couleur est obtenu en fonction du nombre de fois où l'orientation a été mesurée. Ainsi dans ce cas l'échantillon est texturé avec une forte orientation privilégiée de l'axe c de la maille hexagonale dans le plan d'analyse. Les résultats en analyse de texture par EBSD sont aussi donnés sous forme de figure de pôles Figure II.6 ; ils permettent aussi de réaliser une cartographie de l'orientation de chaque grain superposable à la microstructure (Figure II.7 et Figure II.8). Une couleur est associée à chaque pixel analysé en fonction de l'orientation de la maille par rapport à la direction de projection.

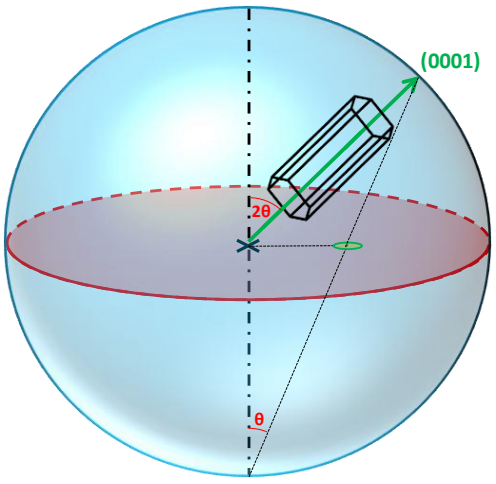


Figure II.4 - Schéma de la projection stéréographique du plan basal pour une orientation de la maille hexagonale compacte

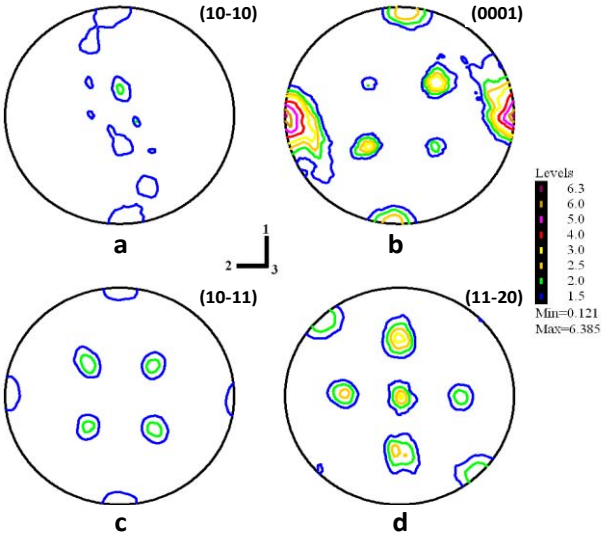


Figure II.5 - Figures de pôles obtenues par diffraction des rayons X [Chauveau, 2011]

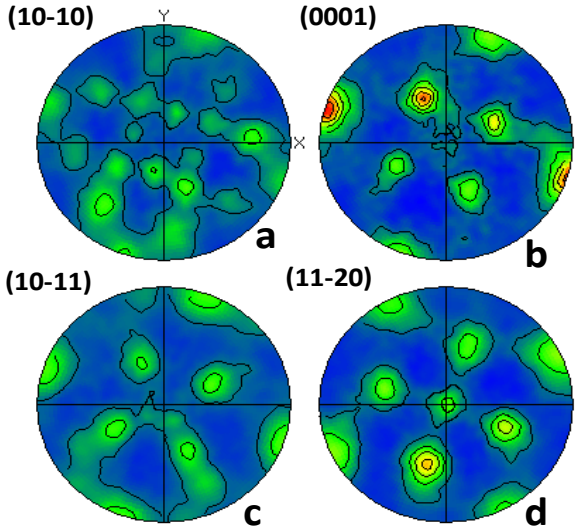


Figure II.6 - Figures de pôles obtenues par diffraction des électrons rétrodiffusés [Gey, 2012]

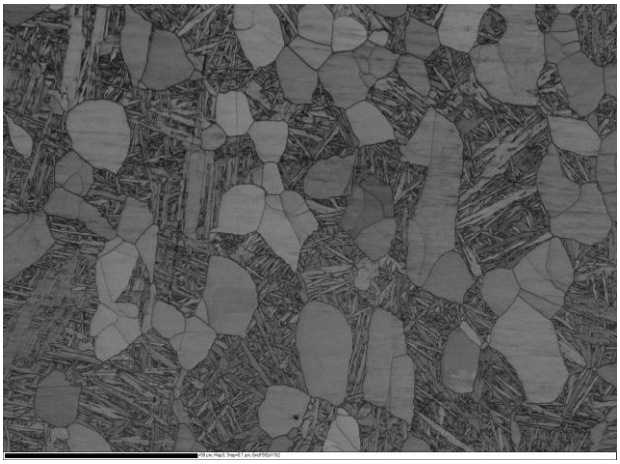


Figure II.7 - Image en contraste de bandes au MEB-FEG de la microstructure bimodale du TA6V, [Gey, 2012]

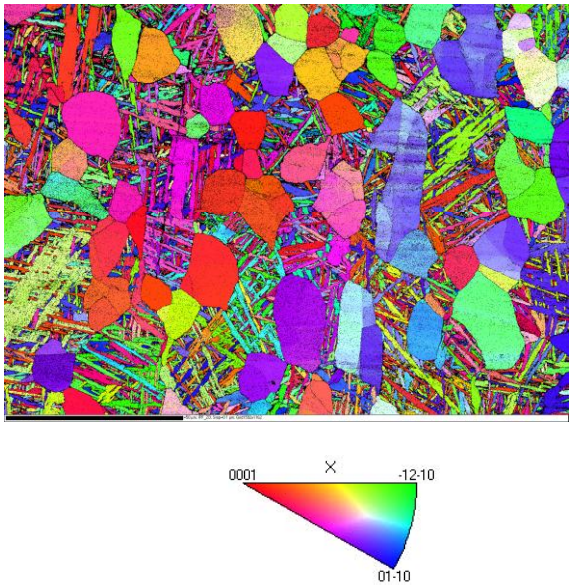


Figure II.8 - Cartographie d'orientation des grains, [Gey, 2012]

Des mesures de quantification de phase ont été menées par DRX au LEM3 à Metz sur un goniomètre de texture « MFDP ». Ce goniomètre est équipé d'un détecteur courbe (cf. Figure II.9) qui permet d'acquérir tout un spectre sans avoir besoin de faire varier l'angle θ (angle d'incidence des RX par rapport à la surface de l'échantillon). Afin de « dé-texturer » l'échantillon, il a été décliné suivant l'angle ψ (de 0º à 75º) et tourné suivant l'angle φ de 360º (pour chaque valeur de ψ). Ceci permet de mettre en condition de diffraction tous les plans et de faire abstraction de la texture de l'échantillon. Les données ont été traitées avec le logiciel FullProf par la méthode de Rietveld.

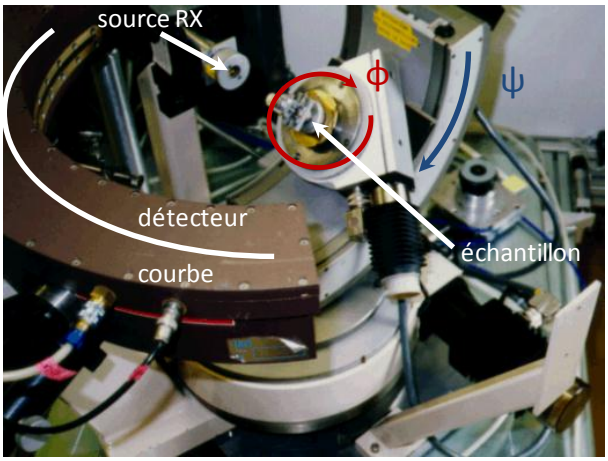


Figure II.9 - Photographie du goniomètre de texture "MFDP" [Perroud, 2012]

Des analyses en diffraction des rayons X supplémentaires ont été réalisées au CIRIMAT – ENSIACET, sur un diffractomètre SEIFERT 3000TT avec une fente de divergence de 0,2º. La zone analysée s'étend sur 20mm de long et 2mm de large. En raison de l'absorbance du titane, la profondeur de pénétration est estimée à 20µm.

II.3 Méthodes et appareils de caractérisation mécanique

II.3.1 Eprouvettes

Les éprouvettes utilisées pour réaliser les essais de traction et les essais de fluage sont des éprouvettes cylindriques correspondant aux géométries standards utilisées par Turboméca. Les plans d'usinage de ces deux éprouvettes sont donnés en Annexe 1. Les éprouvettes de traction possèdent une zone utile de 5mm de diamètre pour une longueur de 32mm. Les éprouvettes de fluage possèdent un diamètre de partie utile de 4,5mm pour une longueur utile de 22mm.

II.3.2 Moyen d'essais utilisé à Microturbo

Une machine de traction Zwick mécanique, Z150 de capacité 150kN est présente à Microturbo. Elle est équipée d'un extensomètre et elle a permis de réaliser deux essais de traction à 20ºC. Ces deux essais ont permis d'obtenir une comparaison entre les protocoles d'essai à Microturbo et au CIRIMAT. A Microturbo, la traction est pilotée en vitesse de chargement (6MPa/s) dans le domaine élastique, jusqu'à détection du domaine plastique. La vitesse de chargement imposée se traduit par une vitesse de déformation de $4x10^{-5}s^{-1}$ dans le domaine élastique suivie d'une transition jusqu'à une vitesse de déformation $1x10^{-4}s^{-1}$ dans les premiers instants de plasticité (avant la détection de la limite d'élasticité). Dans le domaine plastique, l'essai est piloté par la vitesse de déplacement traverse imposée de $3x10^{-3}s^{-1}$. L'extensomètre est retiré en cours d'essai car il n'est pas prévu pour mesurer la rupture de l'éprouvette.

II.3.3 Moyens d'essais utilisés à DGA TA

Un parc de machines de fluage inertielles équipées de fours radiatifs capables de chauffer jusqu'à 1000ºC est présent à DGA Techniques Aéronautiques Centre à Toulouse (DGA TA). La mise à disposition de 7 bancs de fluage pendant 2 ans a permis de réaliser soixante-dix essais de fluage jusqu'à rupture. La déformation est mesurée en tête d'éprouvette par un capteur Linear Variable Differential Transformer (LVDT). Pour certains essais critiques à haute température et forte contrainte, des machines de traction hydrauliques ont été utilisées. En effet, en raison des conditions de température et de contrainte, des essais critiques très courts pour du fluage (inferieur à une heure), ont été identifiés. La mise en charge est apparue comme cruciale et a pu ainsi être précisément pilotée grâce à ces machines de traction hydrauliques. En effet, les bancs de fluage classiques sont inertiels et la charge est appliquée manuellement en ajoutant plus ou moins progressivement des poids. Grâce aux machines de traction hydrauliques il est possible de piloter l'effet de la vitesse de mise en charge et ainsi de contrôler la déformation liée à la mise en charge.

II.3.4 Moyens d'essais utilisés au CIRIMAT

Les essais mécaniques réalisés au CIRIMAT se sont déroulés sur une MTS 810 servohydraulique de capacité 100kN équipée d'un four à lampes trois zones pouvant monter en température jusqu'à 1000ºC avec des vitesses de chauffe de 40ºC/sec jusqu'à 600ºC. La Figure II.10 est une photographie de la machine d'essai.



Figure II.10 - Photographie de la machine d'essai située au CIRIMAT : MTS 810 équipée d'un four à lampes

Grâce à ce moyen d'essai, une caractérisation de l'alliage de 20ºC à 600ºC a été entreprise aussi bien en traction qu'en fluage. Pour ces essais, le contrôle de la température est assuré par 3 thermocouples K soudés sur la partie utile de l'éprouvette. Pour une petite partie des essais, exclusivement réalisée à 20ºC, la déformation a pu être mesurée par un extensomètre. Pour l'ensemble des essais n'ayant pas été réalisés à 20ºC et aussi pour la majorité des essais réalisés à 20ºC, la déformation a été mesurée par des capteurs LVDT. Quatre LVDT, possédant des précisions de mesure

différentes sont disponibles. Pour mesurer complètement la déformation, deux LVDT sont nécessaires lors de l'essai. Le montage de ceux-ci sur l'éprouvette dans la machine de traction est repris par la Figure II.11. Ces capteurs LVDT sont situés juste après les congés de chaque éprouvette. La déformation est calculée comme la différence mesurée par les deux LVDT divisée par la longueur initiale (L_0) se déformant entre les deux points de mesure. La déformation vraie est ainsi calculée suivant l'équation éq. II.1. D'après une pratique Turboméca, lorsque la mesure du déplacement de l'éprouvette se fait sur les têtes de l'éprouvette, la longueur L_0 de l'éprouvette correspond à la longueur utile additionnée de deux fois le demi-rayon des congés, éq. II.2. De cette manière, la déformation opérant dans les congés et mesurée par le LVDT est prise en compte.

$$\varepsilon = \ln\left(1 + \frac{\Delta l}{L_0}\right) = \ln(1 + \frac{LVDT_{mobile} - LVDT_{fixe}}{L_0}) \qquad \textbf{éq. II.1}$$

- ε : Déformation vraie
- $LVDT_{fixe}$: Déplacement de l'extrémité de l'éprouvette liée à la partie fixe de la machine de traction
- $LVDT_{mobile}$: Déplacement de l'extrémité de l'éprouvette liée à la partie mobile de la machine de traction
- L_0 : Longueur initiale de l'éprouvette

$$L_0 = L_u + 2 \times \left(\frac{r_{cong}}{2}\right) \qquad \textbf{éq. II.2}$$

- L_u : Longueur utile
- r_{cong} : Rayon des congés

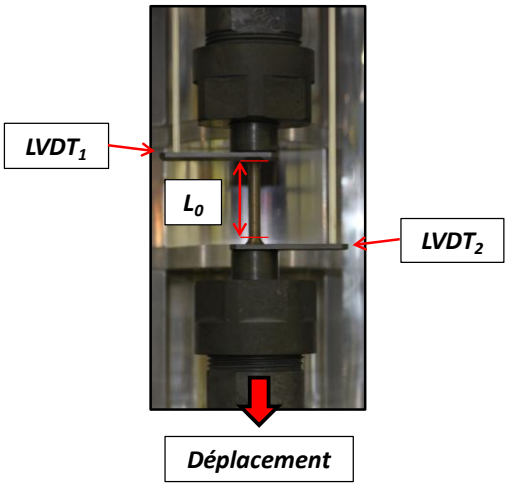


Figure II.11 - Photographie du montage de l'éprouvette et des LVDT sur la machine de traction

Le choix du couple de LVDT est un compromis entre la précision de la mesure et l'amplitude de déplacement mesurable. Ainsi, pour des déformations importantes, plus le capteur possède une large course de déplacement et plus sa précision en est diminuée. Cette précision est la principale source de bruit apparaissant sur les courbes expérimentales. Les caractéristiques des quatre LVDT sont reprises dans le Tableau II.2.

Tableau II.2 - Caractéristiques des LVDT utilisés

	LVDT 14	LVDT 15	LVDT 42	LVDT 20
Course (mm)	40	40	10	6
Précision (µm)	28	28	15	10

Dans le cas du LVDT lié à la partie fixe de la machine d'essai, le LVDT 20 est privilégié, car cette zone est sensée avoir le déplacement le plus faible. Ainsi la grande précision de ce LVDT permet de limiter le bruit sur les courbes expérimentales. Dans le cas du LVDT lié à la partie mobile de la machine d'essai, le choix se fait entre le LVDT 14 et le LVDT 42, en fonction de la déformation à rupture estimée de l'éprouvette. Typiquement, pour les essais à haute température, où le matériau est très ductile, la forte déformation de l'éprouvette (≈ 50% à 600ºC) impose le choix du LVDT14 pour suivre la déformation jusqu'à rupture. En revanche, pour les essais réalisés à 20ºC, où la déformation à rupture est d'environ 15%, le LVDT 42 suffit à suivre la déformation et apporte une plus grande précision de mesure. Néanmoins certains essais ont été réalisés avec les LVDT 15 et 14, les LVDT 42 et 20 n'étant pas disponibles au début de l'étude. Trois configurations de LVDT ont été utilisées correspondant aux indications du Tableau II.3.

Tableau II.3 - Les différentes configurations de LVDT utilisées pour la mesure de l'allongement

	Déplacement du mors mobile (bas)	Déplacement du mors fixe (haut)	Amplitude de bruit mesuré sur la déformation
LVDT 1	LVDT 14	LVDT 15	$6{,}3\times10^{-4}$mm/mm
LVDT 2	LVDT 14	LVDT 20	$2{,}3\times10^{-4}$mm/mm
LVDT 3	LVDT 42	LVDT 20	$1{,}6\times10^{-4}$mm/mm
Ext	Extensomètre		$< 10^{-5}$mm/mm

Les contraintes reportées sont des contraintes vraies (σ_{vraie}), c'est-à-dire que la force est rapportée à la section de l'éprouvette à l'instant de la mesure. En supposant une déformation homogène et à volume constant, l'expression de la contrainte vraie est donnée par l'éq. II.3. F est la force appliquée à l'éprouvette, S_0 la section initiale de la partie utile de l'éprouvette, Δl l'allongement de l'éprouvette et l_0 la longueur initiale de l'éprouvette.

$$\sigma_{vraie} = \frac{F}{S_0} \times \left(1 + \frac{\Delta l}{L_0}\right) = \frac{F}{S_0} \times \left(1 + \frac{LVDT_{mobile} - LVDT_{fixe}}{L_0}\right) \qquad \textbf{éq. II.3}$$

Lors d'un essai de traction monotone la déformation est pilotée par la vitesse de déplacement de la traverse 5×10^{-3}mm.s^{-1}, soit une vitesse de déformation de $1{,}6\times10^{-4}$s^{-1}. Les essais de traction monotone ont été réalisés de 20ºC à 700ºC tous les 50ºC.

II.3.5 Dépouillement des essais

La Figure II.12 reprend la méthode d'interprétation d'une courbe issue d'un essai de traction monotone. La résistance maximale à la traction (σ_M) correspond à la contrainte maximale. Le module d'Young (**E**) peut être assimilé à la pente du domaine élastique. Il est à noter que la mesure du module d'Young par un essai de traction est très imprécise, d'autant plus que la mesure de la déformation en

température n'est pas assurée par un extensomètre localisé sur la partie utile de l'éprouvette. La limite d'élasticité à 0,2% ($\sigma_{0,2\%}$) correspond à la contrainte d'écoulement pour 0,2% de déformation plastique. L'allongement à la rupture (A%) correspond à la déformation de l'éprouvette lors de sa rupture.

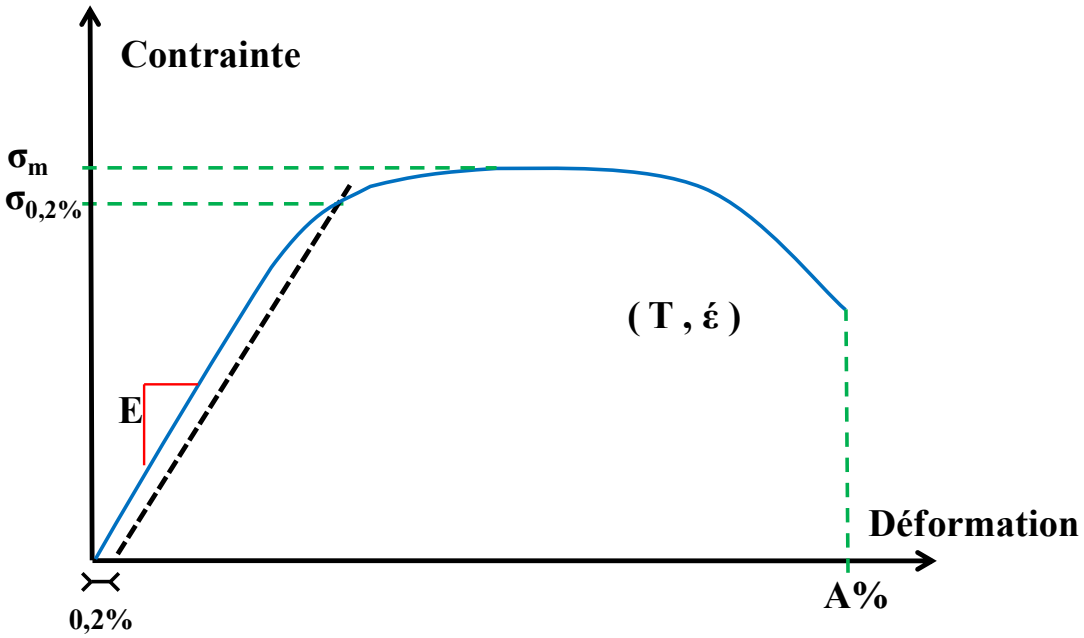


Figure II.12 - Schéma d'interprétation d'une courbe de traction

La Figure II.13 donne les courbes obtenues pour un même essai de traction à 20ºC en fonction de l'appareil de mesure de la déformation (LVDT ou Extensomètre). σ_M dépendant peu de la déformation mesurée, les deux courbes ont donc sensiblement la même valeur de σ_M. Il existe un faible décalage de la mesure de la limite d'élasticité (≤ 5MPa). La mesure du module d'Young par essai de traction est très approximative, surtout si la mesure est faite lors de la mise en tension de la ligne. Ainsi, celui-ci est calculé lors d'une décharge. Cette décharge est pilotée en vitesse de déchargement et est déclenchée par l'opérateur une fois la limite d'élasticité atteinte. Cette opération permet de solliciter l'alliage élastiquement avec une ligne de traction de la machine déjà mise sous tension. Ainsi, la réponse élastique du matériau est plus juste grâce à l'élimination des jeux de montage dans la ligne de traction. Cette opération est moins pertinente à 20ºC, lorsque la mesure se fait avec un extensomètre, car celui-ci est fixé sur la partie utile de l'éprouvette et n'est pas influencé par la mise en tension de la ligne de traction. Toutefois, lors des essais en température où la déformation est mesurée par des LVDT sur les têtes de l'éprouvette, cette opération permet d'augmenter la précision et de diminuer la dispersion des valeurs de module d'Young obtenues. Malgré cette précaution, les résultats de mesure sont très variables lors de l'utilisation des LVDT et particulièrement en température. De plus, même si la valeur obtenue par LVDT est stable à l'ambiante elle reste plus faible que celle obtenue avec extensomètre qui donne une valeur plus proche de celle mesurée par propagation acoustique (Annexe 1). Les valeurs de module d'Young ne seront donc pas exploitées mais peuvent être données à titre d'indication. Une différence apparait selon l'utilisation d'un extensomètre ou de capteurs LVDT sur la mesure de la déformation à rupture. Ceci s'explique simplement par le fait que la zone de mesure de l'extensomètre est incluse dans la partie utile de l'éprouvette ainsi la déformation est rapportée à une distance plus courte que pour les LVDT ; s'ajoute à cela la localisation de la déformation lors de la striction qui elle aussi est ramenée à une longueur

plus faible avec l'extensomètre. Il est aussi à noter la mise en tension de la ligne de traction généralement beaucoup plus propre avec l'extensomètre lors des premiers pourcents de déformation. Ainsi, nous privilégierons les courbes données par extensomètre quand elles existent et les comparaisons entre des essais ayant les mêmes méthodes de mesure. Une décharge est réalisée après la limite d'élasticité afin de calculer le module d'Young en s'affranchissant le plus possible des jeux de montage de l'éprouvette sur la machine d'essai.

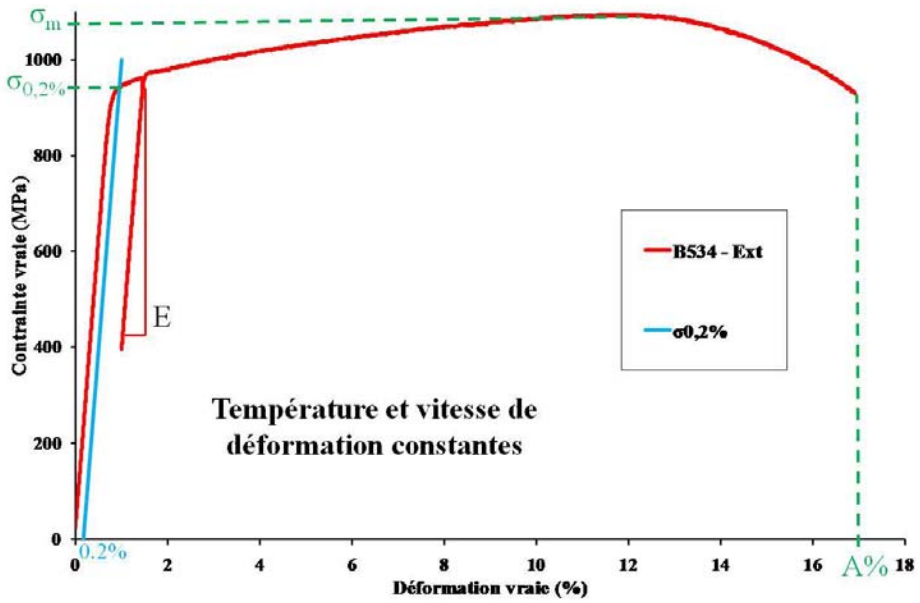


Figure II.13 - Comparaison des résultats obtenus par mesure extensomètre et par mesure LVDT pour un même essai à 20ºC

Les essais de traction avec sauts de vitesse de déformation sont des essais de traction au cours desquels la vitesse de déformation imposée est augmentée ou diminuée lors de la déformation plastique. Une courbe type de traction obtenue après essai est donnée sur la Figure II.14. La vitesse de déformation des essais de traction monotone ($\dot{\varepsilon}_0 = 1{,}6\text{x}10^{-4}s^{-1}$) est prise comme référence et débute l'essai (domaine élastique et premiers pourcentages de déformation plastique). La vitesse de déformation est successivement augmentée ou diminuée d'un facteur 10 lors de la déformation plastique. Des paliers où la vitesse de déformation imposée vaut $\dot{\varepsilon}_- = 1{,}6\text{x}10^{-5}s^{-1}$ ou $\dot{\varepsilon}_+ = 1{,}6\text{x}10^{-3}s^{-1}$ sont ainsi obtenus. Ces essais permettent de mesurer la sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation. Ils ont été réalisés de 20ºC à 600ºC tous les 50ºC. La déformation des éprouvettes a exclusivement été mesurée par les capteurs LVDT.

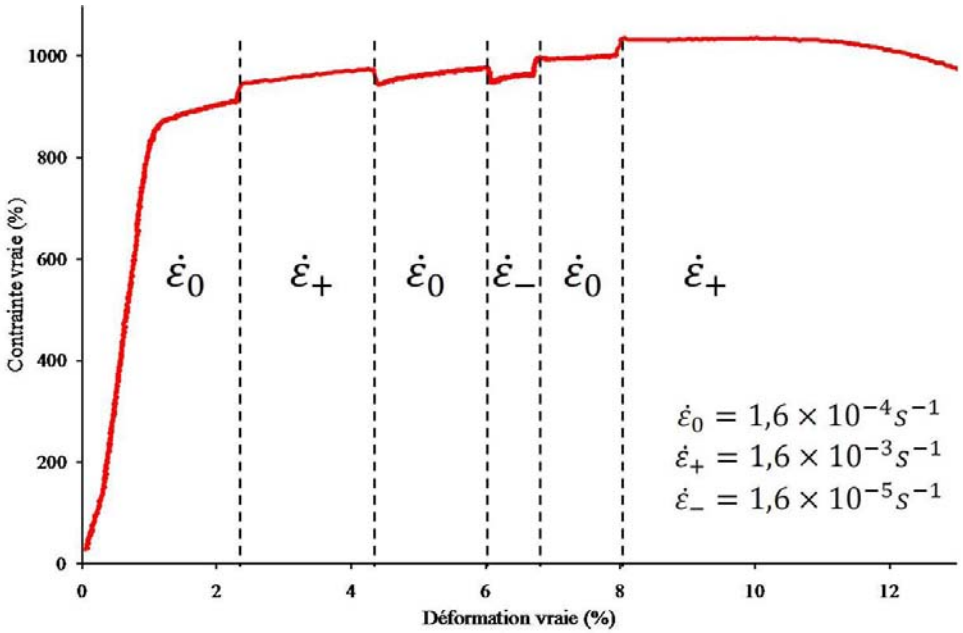


Figure II.14 - Schéma de la courbe de traction après un essai de traction avec sauts de la vitesse de déformation imposée

Les essais de fluage ont fait l'objet de deux campagnes d'essais. La première a été réalisée au CIRIMAT sur la MTS 810 décrite précédemment. Les appareils de mesure de la déformation (LVDT) et de pilotage de la température (four à lampes) sont les mêmes que pour les essais de traction. Les essais sont menés à force constante, la mise en charge se fait à vitesse imposée. La déformation reportée dans les résultats est la déformation vraie définie comme précédemment (éq. II.1). La seconde campagne d'essais de fluage a été sous-traitée à DGA TA, la majorité des essais ont été réalisés sur des bancs de fluage à masse inertielle. L'essai se fait à force constante imposée dans des fours résistifs. Dans le cas d'essais où la rupture arrive très rapidement (< 4h) le fluage activé lors de la mise en charge n'est pas négligeable. Ainsi, afin de maitriser cette mise en charge et de l'enregistrer précisément, ces essais ont été réalisés sur une machine hydraulique équipée d'un four à lampes. En ce qui concerne les bancs inertiels la déformation est mesurée par LVDT en bout d'éprouvette. Pour la machine hydraulique la déformation rapportée provient du déplacement de la traverse. Dans les deux cas la déformation est conventionnelle, comme la contrainte et sont définies comme suit :

$$\varepsilon_{conventionnelle} = \frac{\Delta l}{L_0} \qquad R_{conventionnelle} = \frac{F}{S_0}$$

Les grandeurs initiales L_0 et S_0 valent respectivement 23mm et 15,9mm^2. L'utilisation des grandeurs conventionnelle ou vraie pour les essais de fluage n'a pas d'impact significatif sur les résultats de fluage pour les stades primaire et secondaire. Un écart plus important est observé sur la déformation lors du stade tertiaire. Un exemple de courbes de fluage réalisées à 500ºC sous 300MPa sont données dans la Figure II.15 en déformation vraie et conventionnelle. La figure illustre la faible influence de la déformation choisie, seulement visible lors du stade tertiaire et très faible devant la dispersion présente entre deux essais aux mêmes conditions de température et de contrainte. Ainsi les essais de fluage CIRIMAT et les essais de fluage DGA TA seront comparés directement.

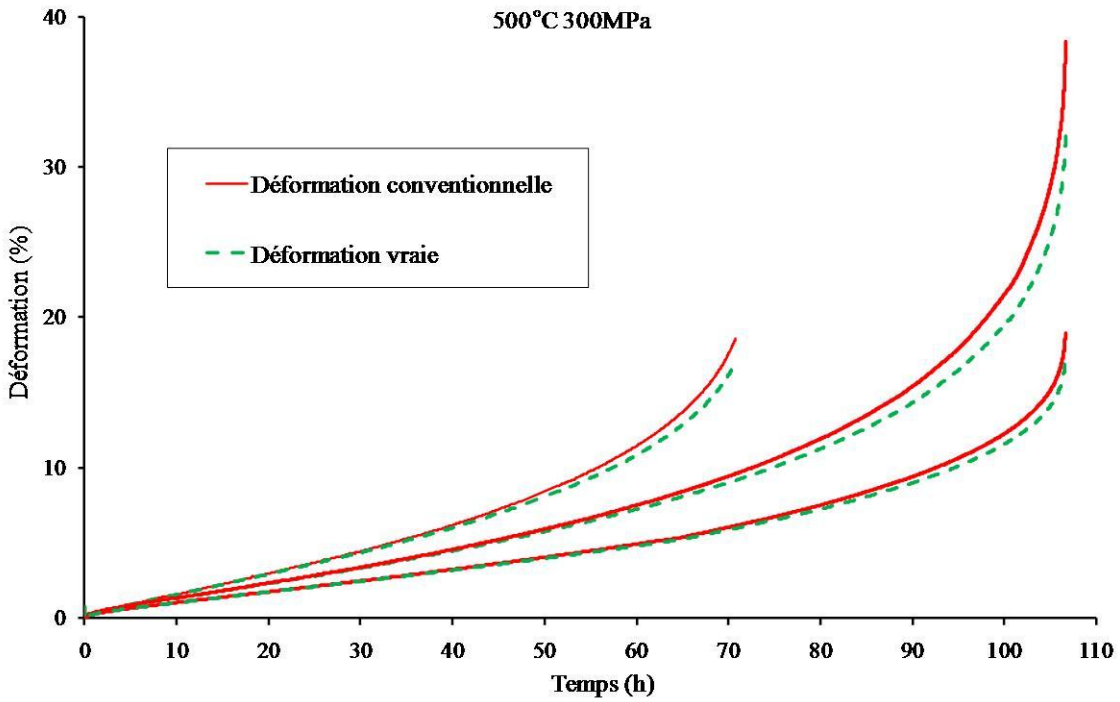


Figure II.15 - Comparaison des résultats de fluage en déformation vraie et en déformation conventionnelle à 500°C sous 300MPa

La Figure II.16 donne la méthode d'interprétation d'une courbe issue d'un essai de fluage isotherme de type haute température sous une contrainte constante, réalisé aussi bien au CIRIMAT qu'à DGA TA. Le temps à rupture (t_{rup}) et la déformation à rupture (ε_{rup}) sont respectivement les paramètres de temps et de déformation mesurés lors de la rupture de l'éprouvette. La vitesse de fluage secondaire ($\acute{\varepsilon}_s$) correspond à la vitesse de déformation minimale mesurée pendant l'essai. Elle est déterminée graphiquement comme étant la pente de la tangente à la courbe de plus faible pente. La déformation primaire est l'ordonnée à l'origine de cette même tangente à la courbe de fluage. Le temps primaire (t_{pr}) est le temps au bout duquel la déformation de fluage a atteint la déformation primaire. Un paramètre r est indiqué pour chaque essai ; c'est le rapport de charge de l'essai défini suivant l'équation éq. II.4.

$$r = \frac{\sigma_{appliquée}}{\sigma_{0,2\%}(T°C)} \qquad \textbf{éq. II.4}$$

$\sigma_{appliquée}$ la contrainte appliquée à l'éprouvette pendant l'essai de fluage est divisée par $\sigma_{0,2\%}$(T°C) la limite d'élasticité de l'alliage à la température T°C de l'essai mesurée lors des essais de traction monotone à $1{,}6\text{x}10^{-4}s^{-1}$.Par exemple un rapport de charge r = 0,98 correspond à une charge appliquée valant 98% de la limite d'élasticité de l'alliage à cette température et à la vitesse de déformation de $1{,}6\text{x}10^{-4}s^{-1}$. L'intérêt de ce paramètre est de comparer les caractéristiques de fluage sur une grande plage de températures. Il est impossible de comparer le comportement de l'alliage directement avec la $\sigma_{appliquée}$ puisque si le matériau flue largement sous 100MPa à 600°C une telle charge n'a pas d'effet à 20°C et une charge minimale provoquant le fluage à 20°C est supérieure à la résistance maximale à la traction de l'alliage à 600°C.

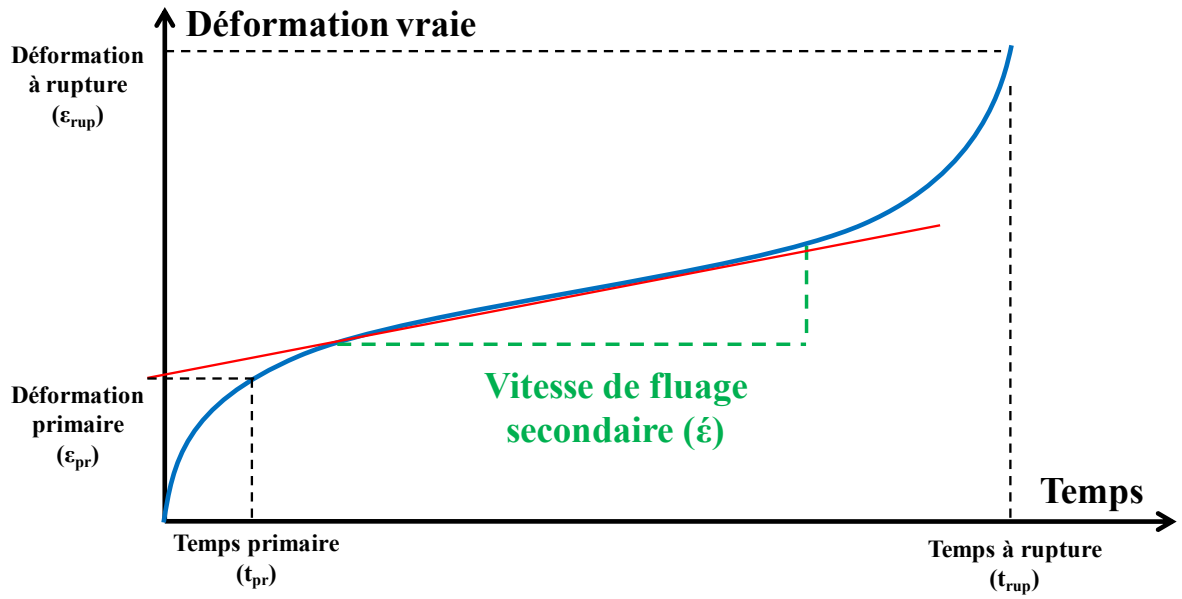


Figure II.16 - Schéma d'interprétation d'une courbe de fluage

Dans le cas d'un essai de fluage dans les conditions de fluage logarithmique, la rupture n'a jamais été observée, les paramètres de temps et de déformation à rupture ne peuvent pas être définis. Il n'y a pas de vitesse de fluage minimale puisque celle-ci diminue continument, ainsi la vitesse de fluage secondaire au sens stricte n'existe pas. Toutefois, afin de comparer les résultats de fluage à basses et à hautes températures une vitesse de fluage a été définie comme étant la pente de la droite passant par l'origine du repère et la déformation de fluage après 24 heures. Le calcul graphique de cette vitesse de fluage est schématisé sur la Figure II.17.

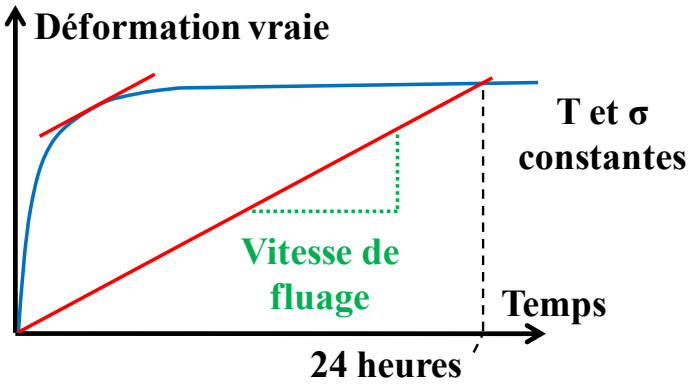


Figure II.17 - Schématisation de l'interprétation d'un essai de fluage logarithmique

La machine de traction équipée d'un four à lampes a aussi permis de réaliser des essais thermomécaniques complexes. La réalisation de ces cycles a nécessité une optimisation du moyen d'essai, au cours des travaux de thèse, pour réaliser un pilotage synchronisé de la charge mécanique appliquée et de la température imposée. Lors de ces essais le suivi du gradient de température a été mesuré par 5 thermocouples placés sur la zone utile de l'éprouvette. Les capacités du moyen d'essai à suivre les consignes mécaniques et thermiques sont discutées dans le paragraphe IV.2, ainsi que les résultats issus de ces essais.

Chapitre III - Résultats de Caractérisations de 20ºC à 600ºC

III.1 Etude de l'état métallurgique 61

III.1.1 Caractérisation de la microstructure 61

III.1.2 Hétérogénéité de la matière dans le galet 63

III.1.2.1 Gradient de microstructure 63

III.1.2.2 Fibrage et texture de la matière 67

III.1.3 Stabilité de la microstructure 75

III.1.4 Synthèse des caractérisations de l'état métallurgique 82

III.2 Etude du comportement mécanique 83

III.2.1 Etude du comportement en traction 83

III.2.1.1 Matrice d'essais et résultats 83

III.2.1.2 Hétérogénéité de la matière 86

III.2.1.3 Stabilité des propriétés mécaniques 93

III.2.1.4 Comportement en traction en fonction de la température 100

III.2.1.5 Sensibilité à la vitesse de déformation SRS 102

III.2.1.6 Synthèse sur le comportement en traction 109

III.2.2 Etude du comportement en fluage 111

III.2.2.1 Matrice d'essais et résultats 111

III.2.2.2 Le fluage hautes températures de 400ºC à 600ºC 122

III.2.2.3 Blocage du fluage de 200ºC à 350ºC 124

III.2.2.4 Comportement basses températures de 20ºC à 250ºC 126

III.2.2.5 Synthèse sur le comportement en fluage 126

III.3 Etude de la microstructure après déformation 128

III.3.1 Domaine des basses températures 128

III.3.1.1 Traction à 20ºC 128

III.3.1.2 Fluage à 20ºC 129

III.3.2 Domaine des températures intermédiaires 131

III.3.2.1 Traction à 250ºC 131

III.3.2.2 Traction à 400°C 132

III.3.2.3 Fluage à 400°C 134

III.3.3 Domaine des hautes températures 136

III.3.3.1 Traction à 600ºC 136

III.3.3.2 Fluage à 600ºC 140

III.3.4 Synthèse de la caractérisation de la microstructure déformée 146

III.4 Synthèse des résultats de caractérisation 147

III.1 Etude de l'état métallurgique

Au cours de cette étude cinq galets forgés en Ti-6Al-4V (TA6V) dit premium quality (pq) ont été mis à disposition. Les cinq galets proviennent du même lot matière, c'est-à-dire de la même coulée, et ont été conçus selon la même gamme d'élaboration, de forgeage et de traitement thermique. Seulement trois des galets ont été utilisés. Ainsi, l'influence du procédé d'élaboration, de forgeage ou du traitement thermique sur les propriétés de l'alliage n'ont pas fait le sujet de l'étude. Mais cela a permis d'éliminer des sources de dispersion dans les résultats pour se concentrer sur le comportement propre de la matière. De plus, pour des raisons de coût et de délai, le but de l'étude n'est pas de remettre en question cette gamme. En effet, l'objectif est de justifier la possibilité de l'adapter telle qu'elle existe actuellement à une application à plus haute température mais de courte durée de vie. L'état de réception après forgeage est donc notre état de référence. Cet état de référence est présenté dans la partie suivante.

Remarques : Seulement trois galets sur les cinq ont été usinés. Il est ainsi possible de réaliser des essais complémentaires sur la même coulée de matière.

III.1.1 Caractérisation de la microstructure

L'étude porte sur l'alliage de titane TA6V pq, c'est-à-dire avec un bas taux en impuretés. Cet alliage est l'alliage de titane le plus utilisé actuellement en aéronautique. La composition chimique de l'alliage étudié fournie par l'élaborateur (CEZUS), est donnée dans le Tableau III.1.

Tableau III.1 - Composition chimique de l'alliage étudié

Eléments chimiques	Al	V	O	Fe	C	N	Autres	Ti
% en masse	6,44	3,87	0,187	0,109	0,003	0,004	< 0,4	Base

Des pointés EDX en microscopie électronique en transmission sur la phase α et β des zones lamellaires ont permis d'obtenir les compositions respectives des deux phases, et ainsi la répartition de l'aluminium et du vanadium entre les deux phases. Les résultats sont reportés dans le Tableau III.2. L'aluminium α-gène est effectivement plus soluble dans la phase α et le vanadium β-gène est majoritairement soluble dans la phase β.

Tableau III.2 - Résultats d'analyses EDX sur les phases α et β

	Ti (% massique)	Al (% massique)	V (% massique)
Phase α	87	11,3	1,7
Phase β	75	5	20

Le traitement thermomécanique subi par l'alliage est un traitement classique d'alliage de titane forgé dans le domaine α+β pour une application pièce tournante en aéronautique. La Figure III.1 schématise le traitement et reprend la microstructure attendue à chaque étape, comme décrite dans la partie I.4.1. Après une étape de mise en solution dans le domaine β, la première étape est l'étape de forgeage. Elle est réalisée dans le domaine α+β au cours d'un maintien de l'alliage à 940ºC pendant deux heures. Cette étape permet la mise en forme du lopin en produit semi fini, c'est-à-dire de passer d'un lopin de 125mm de diamètre et de 289mm de hauteur à un galet de petit diamètre 121mm et d'une hauteur de 150mm. Les dimensions du galet obtenu sont précisées par la Figure III.3. L'effort mécanique déployé permet de générer les nodules de phase α_{pn} en brisant les lattes de phase α_p. Le forgeage est ensuite suivi d'un refroidissement sous air (RA). La deuxième étape souvent appelée mise en solution est réalisée à 955ºC pendant deux heures, cette température fixe le taux de phase α primaire nodulaire (α_{pn}). L'étape se termine par une trempe à l'eau (TE) qui fige la microstructure. Les contraintes internes sont ensuite relaxées par un traitement de recuit à 750ºC pendant deux heures. L'alliage est ramené à la température ambiante par un refroidissement sous air.

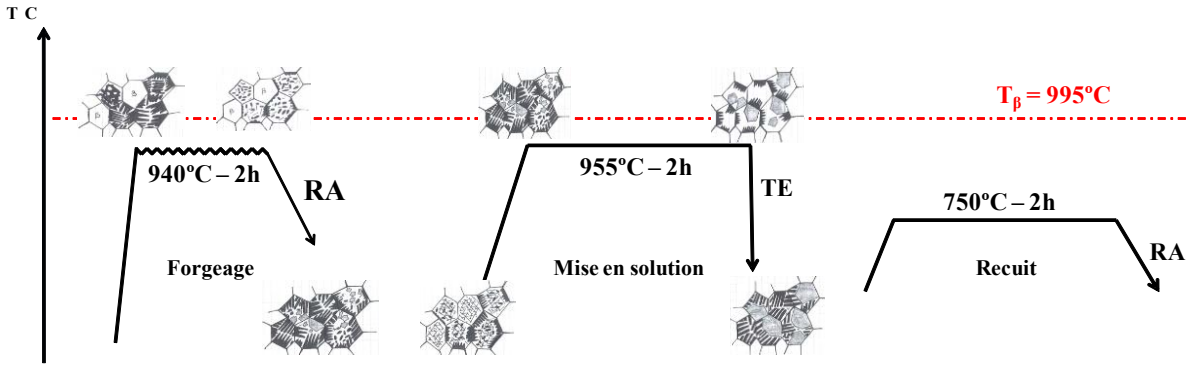


Figure III.1 - Schéma du traitement thermomécanique de l'alliage

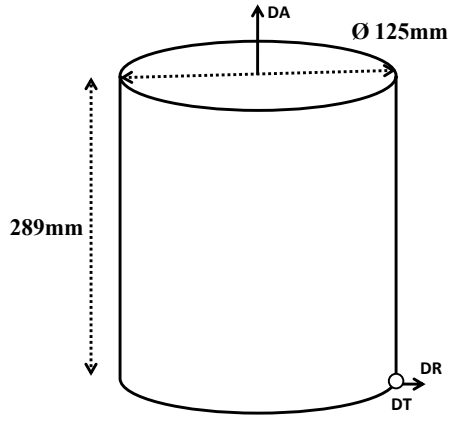


Figure III.2 - Schéma et dimensions du lopin avant forgeage

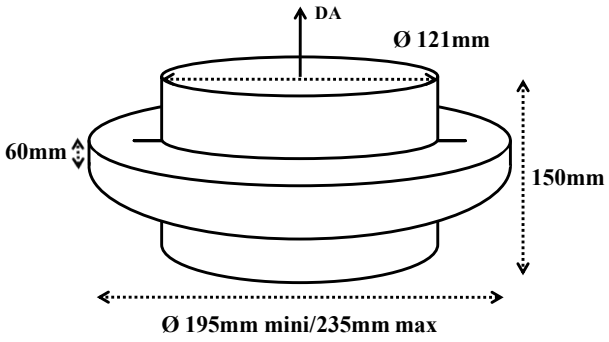


Figure III.3 - Schéma et dimensions du galet une fois forgé

La Figure III.4 est une photographie du galet obtenu après le traitement mécanique. La Figure III.5 donne une macrographie optique de la microstructure obtenue à l'issue du traitement. La microstructure apparait comme duplex, composée de grains équiaxes de phase α primaire nodulaire (phase claire), d'environ 20µm de diamètre et de grains lamellaires de phase β transformée, c'est-à-dire de lattes α secondaires, d'environ 1µm de large, dans une matrice de phase β (phase sombre). Des

analyses en diffraction des rayons X (DRX) ont montré que l'alliage était très majoritairement constitué de phase α, même s'il existe un gradient de composition entre la peau et le cœur du galet. Les données reprises dans le Tableau III.3, donnent 94% massique de phase α en peau et 91% massique à cœur du galet. Toutefois, ce gradient est à nuancer puisque l'incertitude de la mesure est de 3% à 5% massique avec cette technique.

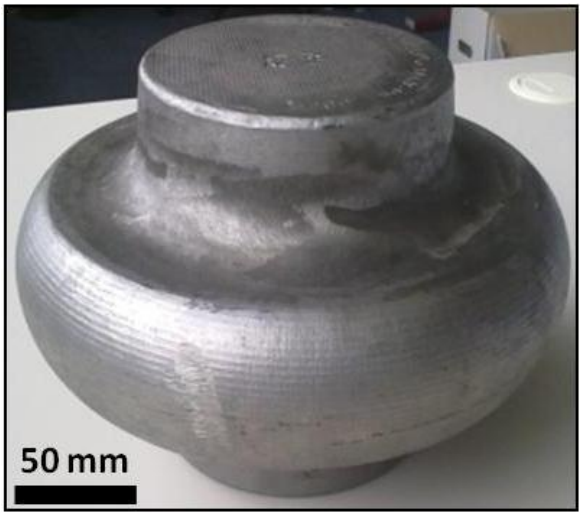


Figure III.4 - Photographie du galet à l'issue du traitement thermomécanique

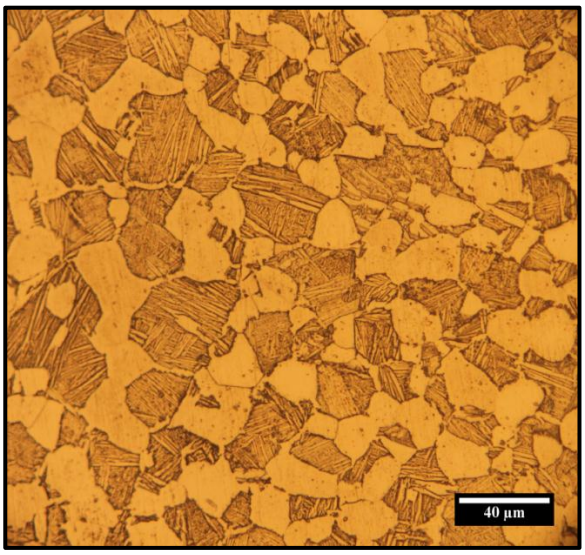
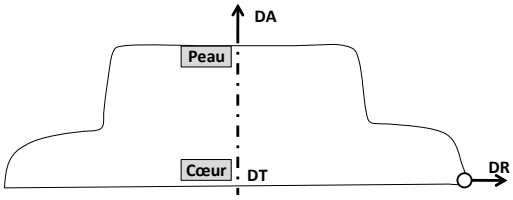


Figure III.5 - Micrographie otique de la microstructure obtenue après traitement thermomécanique

Tableau III.3 - Mesures en DRX de la composition en phase α et β

Zone du galet		% massique de phase α	% massique de phase β
	En peau	94%[1]	6%[1]
	A cœur	91%[1] / 93%[2]	9%[1] / 7%[2]

[1] Mesure réalisée au LEM3 à Metz, goniomètre de texture
[2] Mesure réalisée à l'INSA Toulouse, diffractomètre Siefert

III.1.2 Hétérogénéité de la matière dans le galet

III.1.2.1 Gradient de microstructure

Plus qu'un gradient de composition en phase α ou β, c'est surtout un gradient de microstructure qui a pu être observé. En effet, les vitesses de refroidissement étant différentes entre la peau et le cœur du galet, une microstructure beaucoup plus fine est observée en peau. Comme le montre la comparaison de la Figure III.6 avec la Figure III.7, les lattes de phase α sont plus fines en peau qu'à cœur. Le Tableau III.4 reprend les résultats d'une analyse quantitative sur la dimension des nodules α, l'épaisseur des lattes α et le pourcentage surfacique de phase α nodulaire. Ces mesures ont

été réalisées sur quatre prélèvements (A1, A2, A3 et A4) dans le galet, leurs localisations sont schématisées sur la Figure III.8. Les résultats donnés par une macro d'analyse d'image développée par Turboméca ont été comparés à ceux obtenus avec la méthode des interceptes concernant le calcul de la taille des grains α_{pn}. Les valeurs obtenues par les deux méthodes diffèrent mais l'évolution reste la même : la taille des nodules augmente avec la profondeur d'analyse. Pour l'épaisseur des lattes, la microstructure trop fine de l'échantillon A1 n'a pas permis de réaliser la mesure sur un cliché de microscopie optique. L'épaisseur de latte augmente très faiblement pour les trois autres échantillons avec la profondeur. Toutefois, l'évolution est très faible considérant la précision de la méthode. Par conséquent, la profondeur sur laquelle s'étend le gradient de microstructure est difficile à définir. En considérant la Figure III.6 et la Figure III.7, une différence beaucoup plus marquée de la mesure de l'épaisseur de latte pour l'échantillon A1 est attendue, il semblerait donc que la microstructure soit homogène au moins à partir de l'échantillon A2. Le taux de phase α_{pn} a été calculé sous Photoshop et par la macro. Un écart entre les valeurs issues des deux méthodes est observé, mais l'évolution globale obtenue est la même. Le pourcentage surfacique de phase α_{pn} est plus faible pour l'échantillon A1, ce taux semble donc être aussi un paramètre du gradient de microstructure qui s'estompe à partir de l'échantillon A2. Cet écart est toujours explicable par un refroidissement plus lent à cœur permettant une croissance des grains nodulaires.

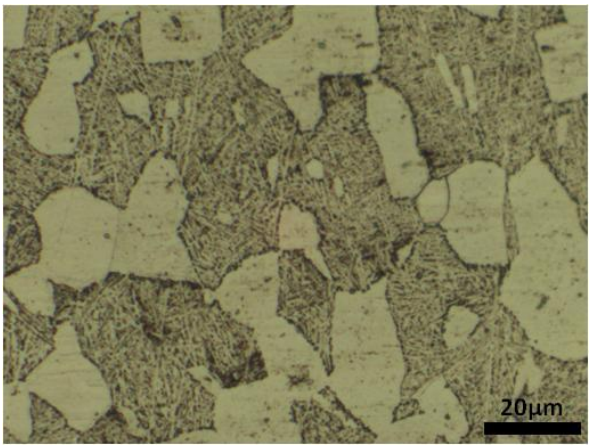


Figure III.6 - Micrographie en peau du galet

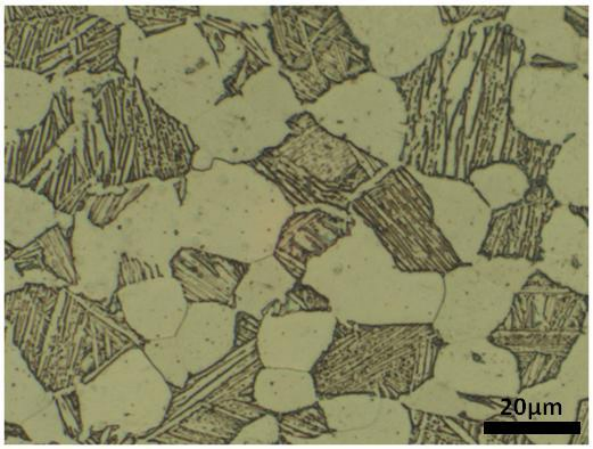


Figure III.7 - Micrographie au cœur du galet

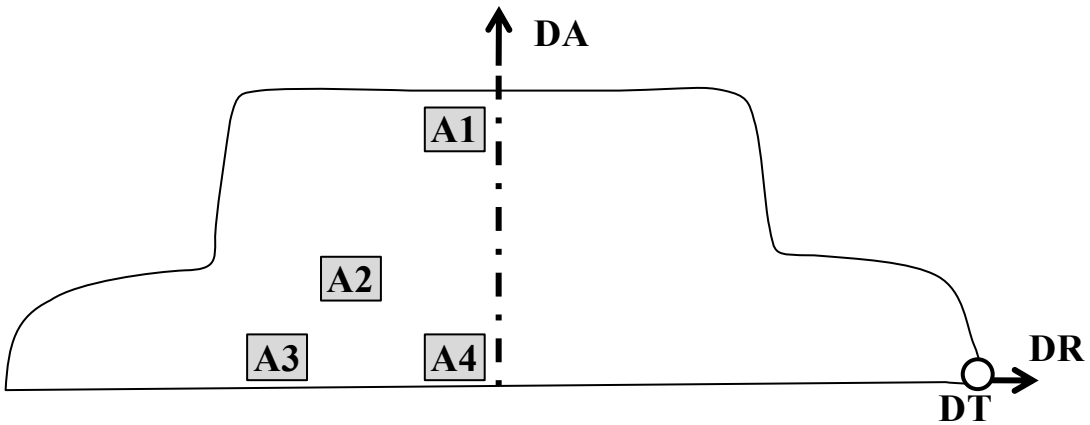


Figure III.8 - Schéma du prélèvement des 4 échantillons de quantification de la morphologie microstructurale

Tableau III.4 - Résultats de l'analyse d'images du gradient de microstructure

		A1	A2	A3	A4
Taille α_{pn} (µm)	Intercepte	12,8	14,8	14,7	14,7
	Macro	18,2	19,9	19,3	22
Epaisseur latte α_s (µm)	Intercepte	Mesure impossible	1,1	1,2	1,3
Taux α_{pn} (%)	Photoshop	41	54,8	53,1	55,8
	Macro	38	47,4	44,4	45,5

Dans le but d'estimer la profondeur du gradient de microstructure, une analyse au microscope électronique à balayage haute résolution (MEB-FEG) a été réalisée à différentes profondeurs. La Figure III.9 explicite la localisation des zones observées. La Figure III.10 reprend les différents clichés pris aux différentes profondeurs. La micrographie (a) est un cliché de la microstructure directement sous la surface du galet, la micrographie (b) se situe à 10mm de la surface selon la direction axiale (DA) et la micrographie (c) à 40mm toujours selon l'axe DA. La comparaison des images (b) et (c) montrent une microstructure équivalente. L'agencement des colonies, l'épaisseur des lattes et la taille de grains sont similaires. La microstructure du cliché (a) présente une morphologie différente avec une taille des grains β_t plus faible et des lamelles très fines et enchevêtrées alors qu'elles apparaissent plus larges et parallèles sur les micrographies (b) et (c). Ainsi, le gradient de microstructure ne dépasse pas 10mm de profondeur. Cette profondeur de gradient est importante car elle détermine quel volume de matière dans le galet peut être considéré comme homogène et est susceptible de présenter des propriétés mécaniques stables. Lors de la fabrication de la pièce, l'étape d'usinage peut permettre de supprimer l'épaisseur de gradient de microstructure matière et ainsi de rendre le galet homogène. Un des enjeux de la mise en forme est donc de minimiser cette profondeur ; afin de perdre le moins de matière possible.

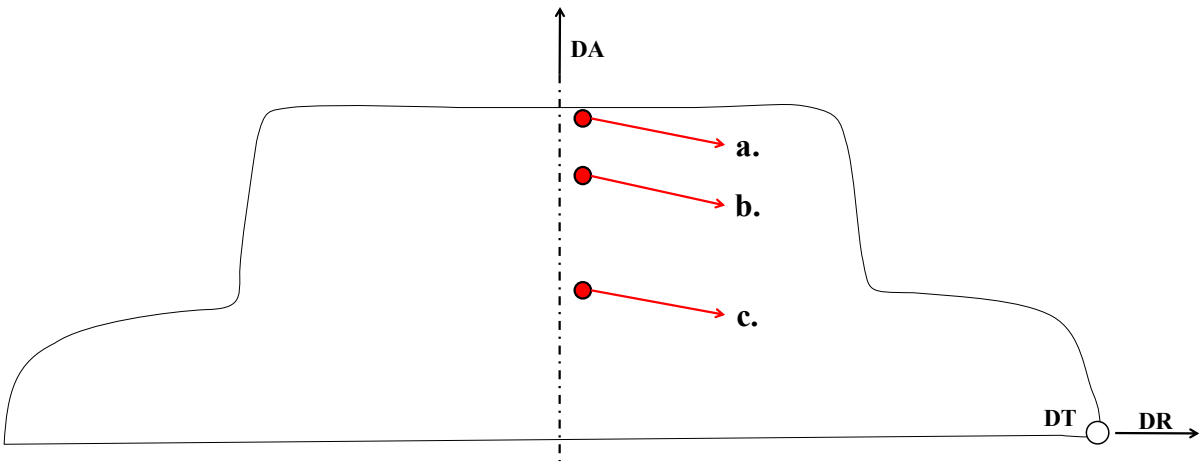


Figure III.9 - Schéma des zones de prélèvement des échantillons observés : (a.) en extrême peau, (b.) à 10mm et (c.) à 40mm

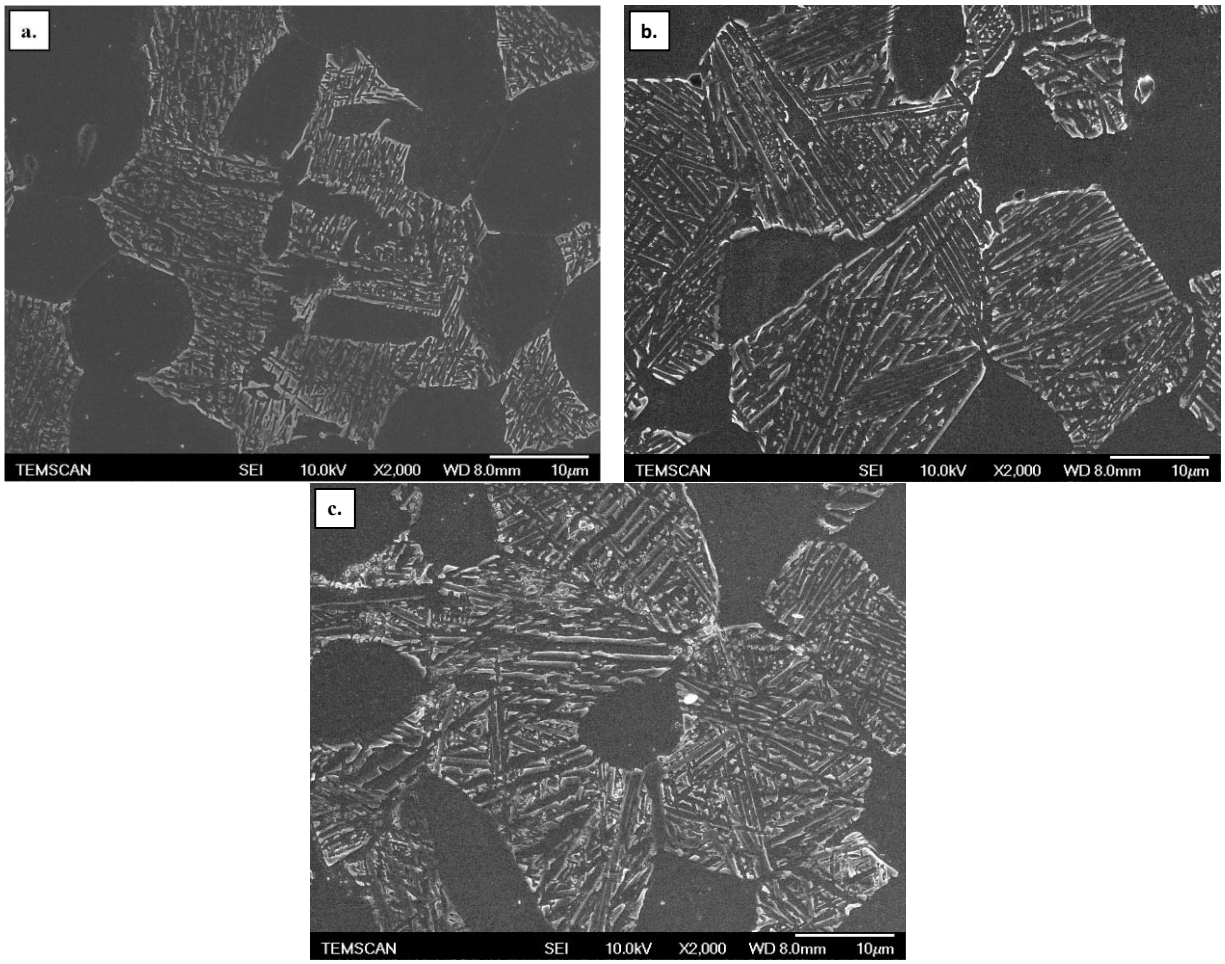


Figure III.10 - Micrographies en microscopie à balayage à plusieurs profondeurs ; (a.) en extrême peau, (b.) à 10mm, (c.) à 40mm

Afin d'obtenir une estimation plus juste de la taille des lattes de phase α en peau et à cœur du galet, la microstructure a pu être observée en microscopie électronique en transmission. La micrographie de microscopie en transmission reprise en Figure III.11 a été réalisée sur une zone lamellaire en peau du galet et la Figure III.12 au cœur du galet. En peau, l'observation en deux dimensions d'une coupe aléatoire à travers la microstructure montre une large variété d'épaisseur de latte, celle-ci peut être moyennée à 250nm. Au cœur du galet, l'épaisseur de latte est plus homogène et est de l'ordre de 700nm. De plus, de manière qualitative les deux clichés montrent un agencement différent des lattes. La microstructure des grains lamellaires est beaucoup plus fine en peau du galet et est très enchevêtrée. Au cœur du galet, les lattes sont ordonnées en colonies parallèles. Il est aussi à noter que la matrice β entre les lattes de phase α apparait plus distinctement au cœur du galet. Il semble que la phase β soit plus large, cela peut s'expliquer par une vitesse de refroidissement plus lente au cœur du galet permettant aux éléments β-gènes (vanadium) de diffuser hors des lamelles de phase α et d'augmenter leur concentration hors des lamelles et ainsi de stabiliser localement davantage de phase β. De rares fragments concentrés en vanadium ont été observés au sein des lattes de phase α, illustrés par la Figure III.13. Ces fragments sont plus facilement observables après des vieillissements thermiques sous charge de la matière. Ces fragments sont analysés plus en détail dans le paragraphe III.3.

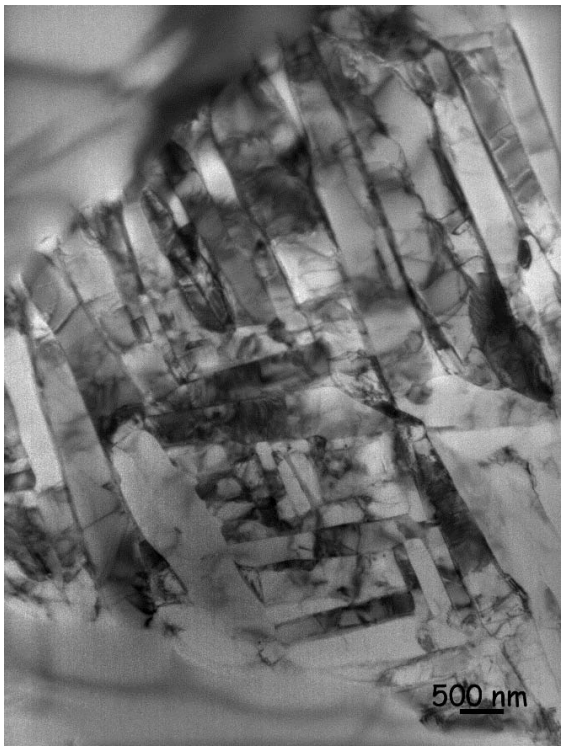


Figure III.11 - Micrographie en transmission d'un grain lamellaire en peau du galet

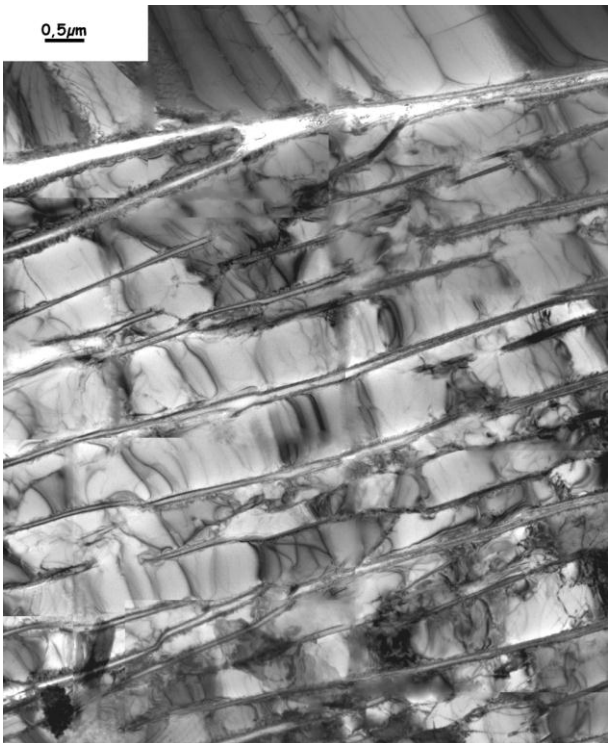


Figure III.12 - Micrographie en transmission d'une colonie lamellaire au cœur du galet

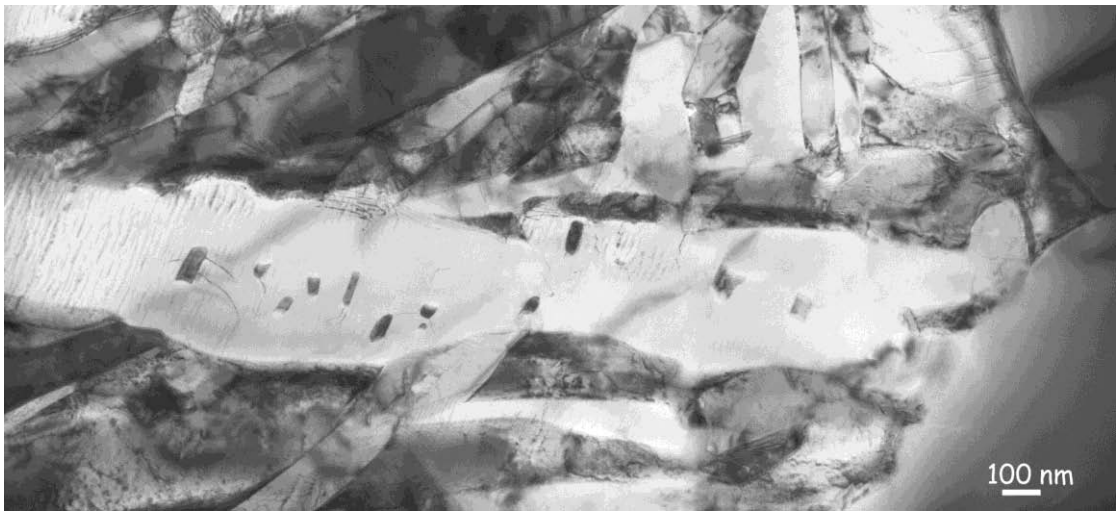


Figure III.13 - Micrographie en transmission de fragments dans une lamelle α

III.1.2.2 Fibrage et texture de la matière

La billette fournie par l'élaborateur possède un fibrage selon l'axe DA [Germain, 2005]. Ce fibrage est altéré par le forgeage [Uta, 2009]. La Figure III.14 est une macrographie transverse du demi-galet forgé. La tranche du demi-galet a été attaquée chimiquement, ce qui a permis de mettre en évidence la microstructure du galet macrographiquement et de faire ressortir le fibrage de la matière. Afin de comprendre l'origine de ce fibrage, la barre avant matriçage et son fibrage sont schématisés

par la Figure III.15 [Germain, 2005]. La Figure III.16 schématise le fibrage au sein du galet forgé. Une fois le forgeage appliqué, les fibres suivent les lignes d'écoulement de la matière. Il est néanmoins difficile de statuer sur l'orientation des fibres au plein cœur du galet depuis la macrographie de la Figure III.14.

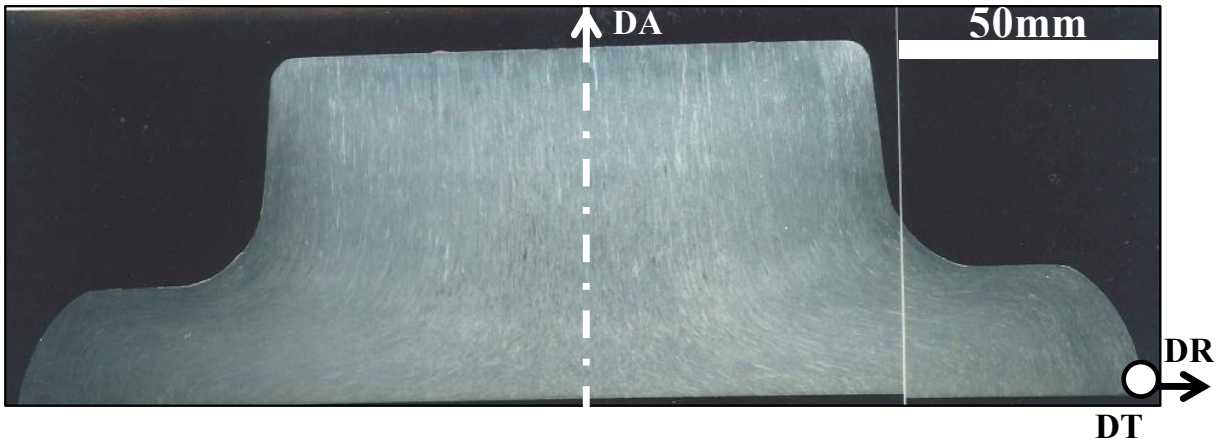


Figure III.14 - Photographie du fibrage d'une section de demi-galet après forgeage

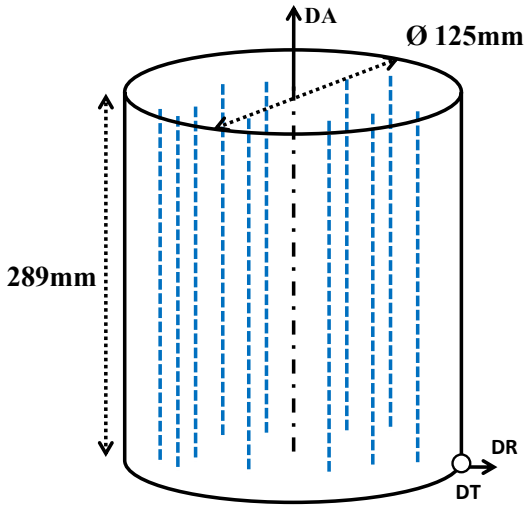


Figure III.15 - Schéma du fibrage dans le lopin avant forgeage

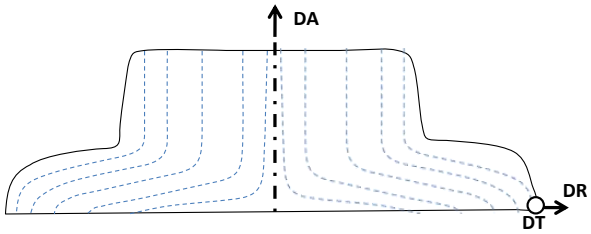


Figure III.16 - Schéma du fibrage dans le demi-galet après forgeage

Le fibrage du galet a été observé localement en microscopie optique. La comparaison s'est portée sur des échantillons en peau et à cœur, observés suivant la direction radiale (DR) et suivant la direction axiale (DA). La Figure III.17 montre la localisation des 4 prélèvements et la Figure III.18 explicite le sens d'observation de chaque échantillon. La Figure III.19 donne les images obtenues pour chaque échantillon. La comparaison des images B1 et B2 en peau du galet montre une direction de fibrage selon DA. En effet, sur l'image B2, le fibrage est visible et disparait sur l'image B1 lorsque l'observation est faite selon DA. Dans le cas des échantillons au cœur du galet, le fibrage n'est pas observé. Les observations faites grâce à la macrographie de la Figure III.14 coïncident avec celles réalisées en microscopie optique.

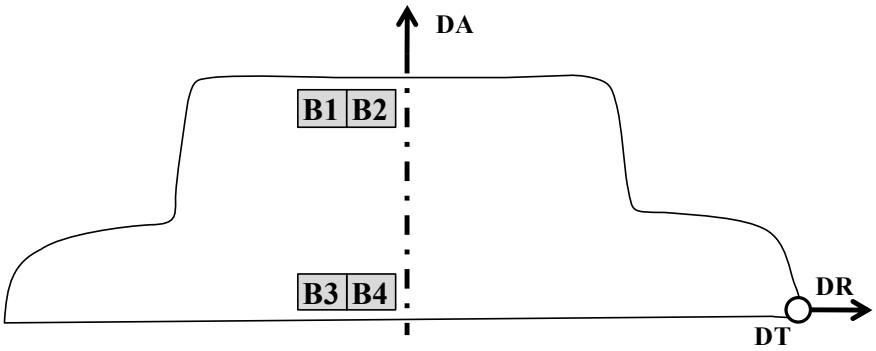


Figure III.17 - Schéma du prélèvement des échantillons dans le demi-galet

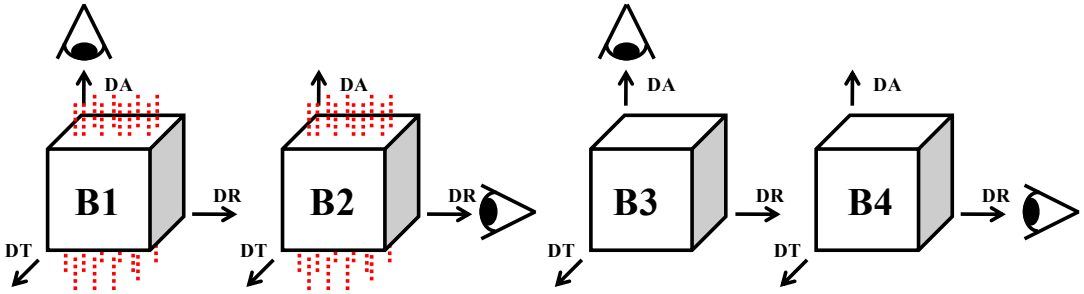


Figure III.18 - Schéma représentant le sens d'observation des échantillons

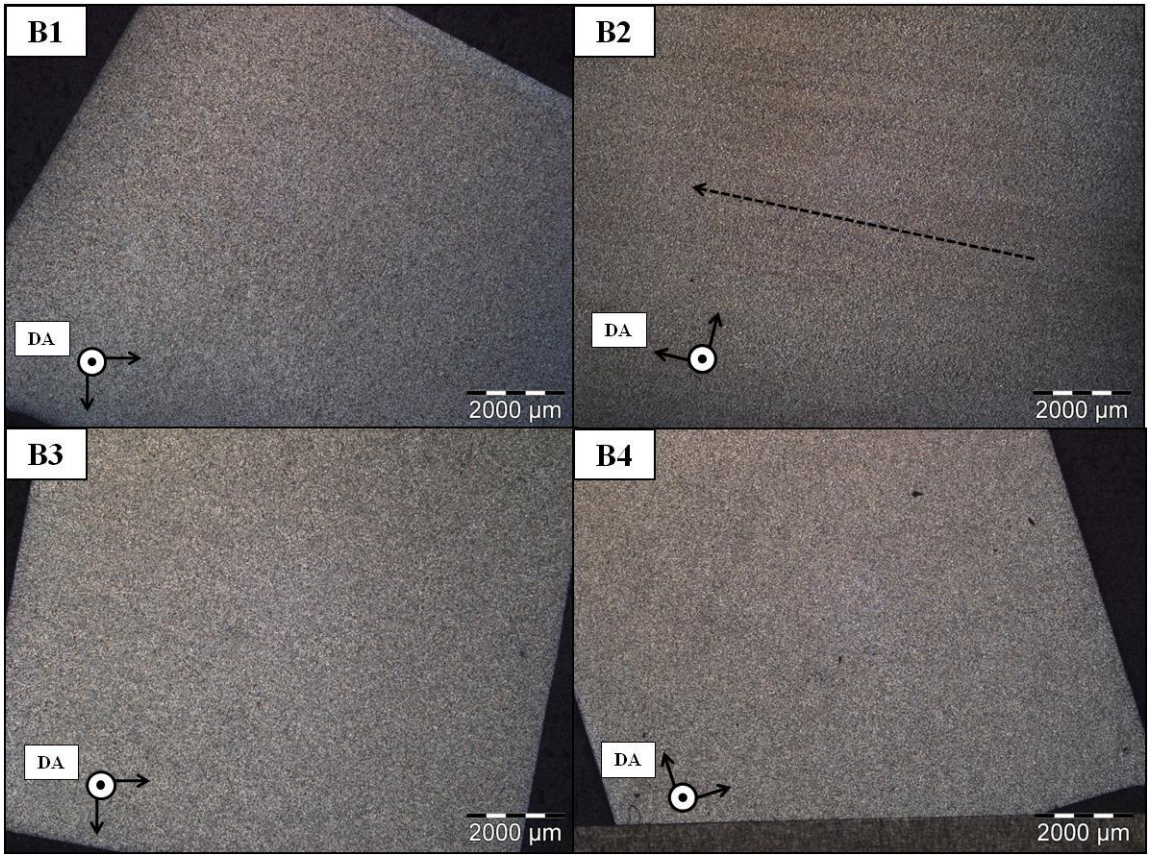


Figure III.19 - Micrographies optiques des 4 prélèvements dans le galet forgé

Afin de mettre en évidence le fibrage et l'orientation cristallographique de la matière, des échantillons ont été observés par EBSD. La Figure III.20 reprend le prélèvement des échantillons analysés, qui est identique à celui exposé en Figure III.8, superposé au fibrage du galet. Ces échantillons ont été choisis pour être représentatifs des différents taux de déformation lors du forgeage au sein du galet. La Figure III.21 donne les micrographies MEB des 4 prélèvements observés dans le plan de normale DR. Le gradient de microstructure est encore une fois observé entre la peau et le cœur du galet. Les résultats EBSD sont affichés sur la Figure III.22. L'échantillon C1 possède une microstructure très fine qui est en limite d'indexation par le MEB utilisé (seulement 35,44% de pixels indexés). Ainsi une grande partie de la microstructure n'a pas été orientée. Pour cette raison, l'échantillon a été étudié avec un MEB-FEG, mais dans ce cas la zone balayée (159x116µm² en FEG contre 4455x1713µm² en filament tungstène) ne permet pas de comparer l'échantillon C1 avec les autres échantillons. Malgré la faible indexation, l'image C1 permet de constater la présence de bandes verticales de couleur unie. Ces bandes, comprenant plusieurs grains de même orientation cristallographique, sont appelées macro-zones [Germain, 2005] [Uta, 2009] [Buirette, 2011]. Elles suivent la direction de fibrage (DA) observée en optique. Ces bandes seraient donc à l'origine du fibrage de la matière observée à plus large échelle. Pour l'échantillon C2, une alternance de bandes rouges séparées par des zones majoritairement vertes est observée. Ces bandes sont plus ou moins continues et sont aussi des macro-zones. Comme pour l'échantillon C1, les grains colorés en rouges possèdent la direction [0001] de la maille hexagonale parallèle à la direction DT alors que les grains des zones vertes et des zones bleues ont leur direction [0001] dans le plan perpendiculaire à la direction DT. Les macro-zones sont étendues selon la direction de fibrage et semblent moins bien définies que pour l'échantillon C1 (malgré la meilleure indexation). Pour l'échantillon C3, les bandes de macro-zones sont absentes, la matière apparait homogène. L'échantillon C4 est issu du centre du galet et l'analyse EBSD permet de mettre en évidence la présence de macro-zones verticales. Elles se présentent toujours sous la forme d'une alternance de bandes, comme pour les échantillons C1 et C2 mais sont mieux définies et plus larges que pour l'échantillon C1. Les grains ont la même orientation que précédemment, c'est-à-dire une orientation privilégiée de la direction [0001] selon l'axe DT. Ces bandes sont noyées dans une microstructure majoritairement bleue et verte où la direction [0001] de la maille hexagonale est perpendiculaire à l'axe DT. Ces observations sont en désaccord avec ce qui est observé sur la macrographie de la Figure III.14. En effet, si les macro-zones observées en EBSD correspondent au fibrage observé à une plus large échelle sur le galet, l'absence de macro-zones sur l'échantillon C3 et leur présence sur l'échantillon C4 ne coïncident pas avec le fibrage observé. Les travaux de thèse de Uta mettent en relation le taux de déformation causé par le forgeage avec la texture de la matière [Uta, 2009]. L'explication donnée est que dans les zones fortement déformées la texture de la billette est effacée par le forgeage. D'après Bieler, la zone la plus déformée du galet se situe au cœur du galet (prélèvement C4) puis en C3 et C2 et finalement en peau pour une déformation minimale (prélèvement C1). Ceci ne correspond pas aux résultats EBSD obtenus puisque l'échantillon C4 le plus déformé présente les macro-zones les plus marquées, alors que l'échantillon C3 avec un taux de déformation inférieur ne présente aucune macro-zone et que l'échantillon C1 non déformé permet d'observer des macro-zones.

Remarque : La phase β inter lattes n'a jamais pu être indexée en EBSD en raison de sa finesse (≤ 1µm). L'utilisation d'analyses similaires à de l'EBSD au MET serait pertinente pour analyser cette phase.

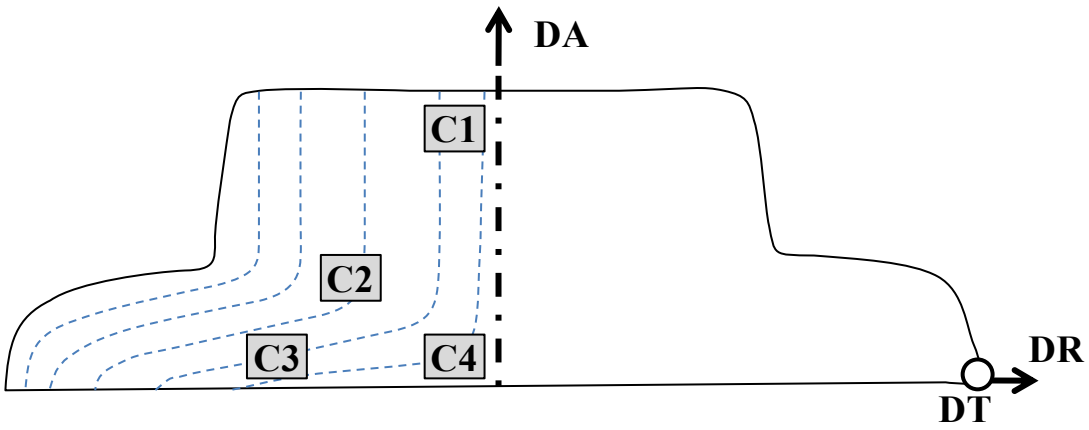


Figure III.20 - Schéma de prélèvement des échantillons étudiés par EBSD

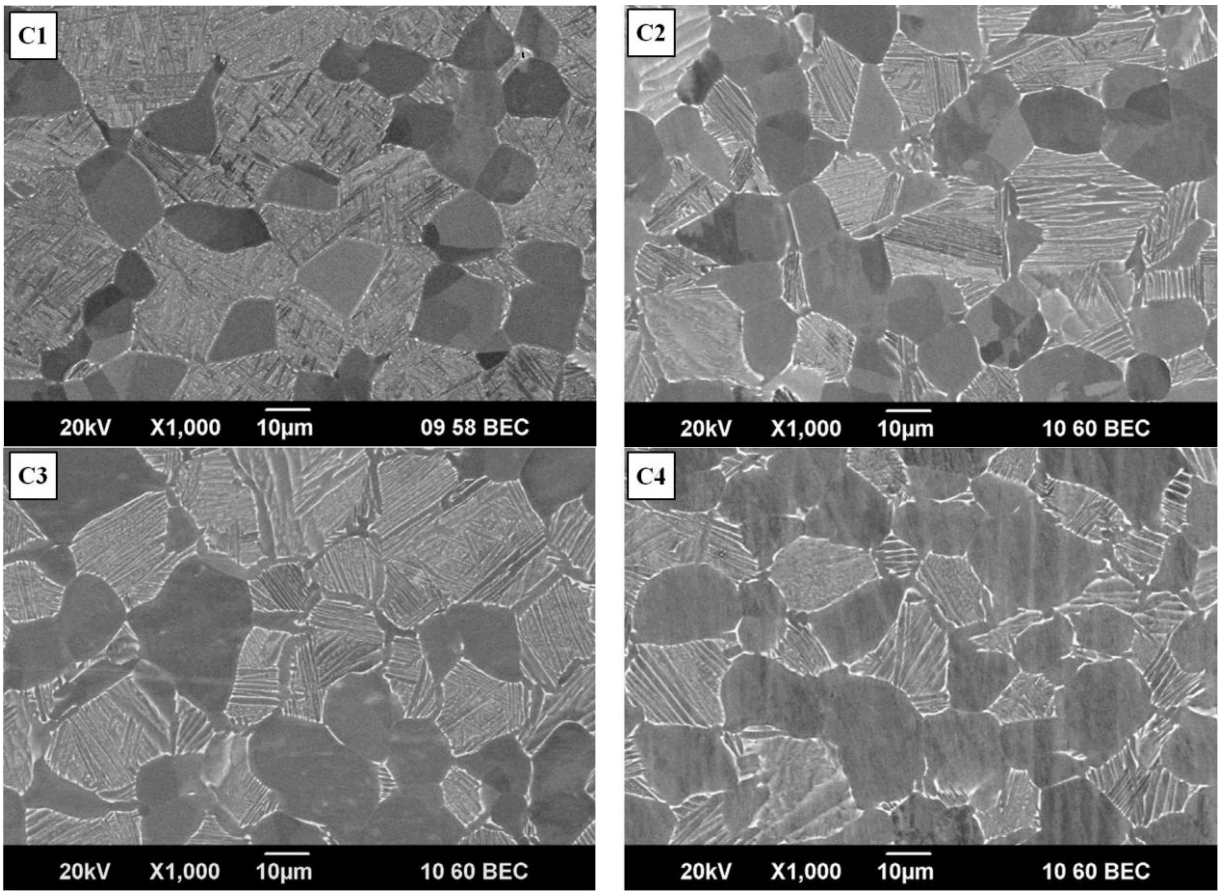


Figure III.21 - Micrographies MEB de la microstructure des 4 échantillons observés en EBSD

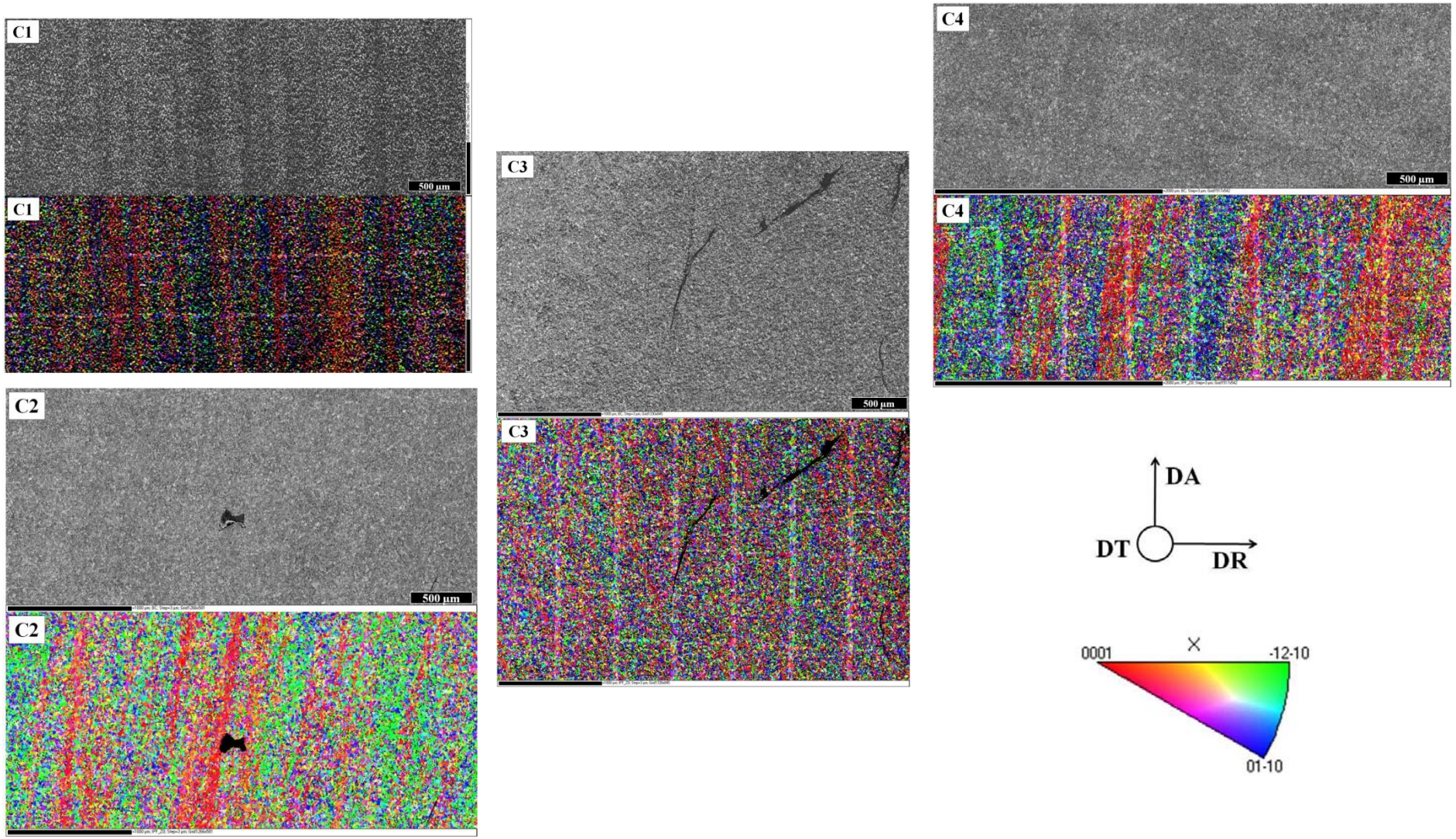


Figure III.22 - Micrographies MEB et EBSD des échantillons analysés

Afin de confirmer la texture obtenue par EBSD, dépendante du sens de prélèvement, des analyses en DRX ont été réalisées sur les mêmes échantillons C1, C2, C3 et C4 (cf. : Figure III.20). Les figures de pôles relatives à l'échantillon C1 sont présentées en Figure III.23. L'échantillon C1 provient de la zone morte du galet, la matière n'a donc subi que très peu de déformation lors du matriçage. L'état est considéré comme représentatif de l'état de la billette avant forgeage. Les figures de pôles montrent une zone texturée avec une orientation privilégiée des directions [0001] selon l'axe DT, il n'y a pas de rotation privilégiée des hexagones suivant cet axe. Il est à noter que les six variants d'orientation de la phase α avec β apparaissent, il semble donc que cette zone analysée corresponde à un unique ex grain β ou une macro-zone β. Ainsi les relations d'orientation de Burgers, reliant la phase α à β lors de l'élaboration de la billette non pas été altérées par le matriçage dans cette zone. Cela confirme la considération de cette zone comme faiblement déformée et représentative de l'état de la billette avant forgeage. Les mêmes observations ont été reportées par Buirette dans sa thèse concernant la mise en évidence des relations de Burgers [Buirette, 2011].

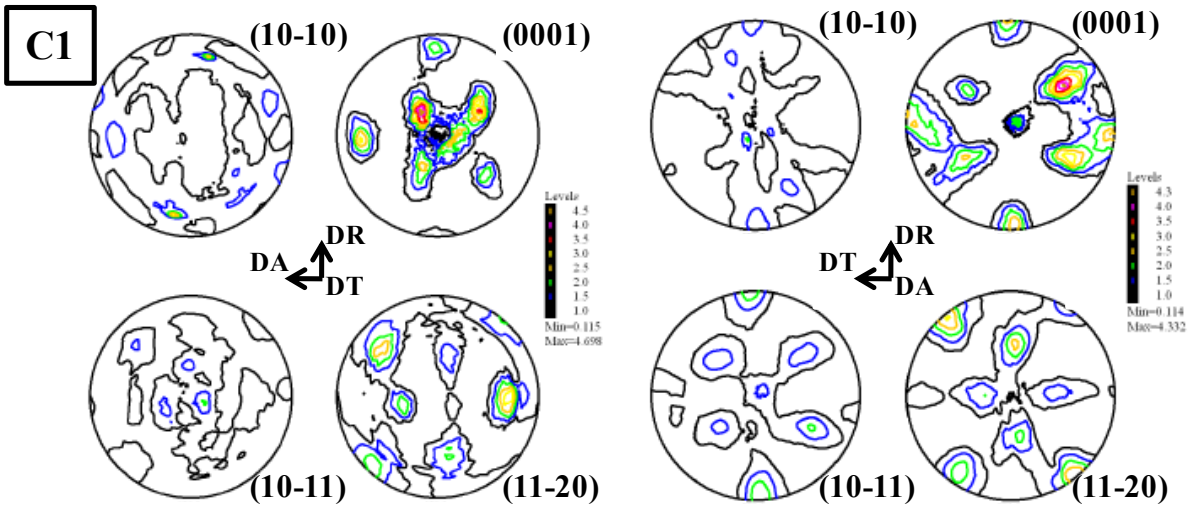


Figure III.23 - Figures de pôles de l'échantillon C1, analysé en DRX

Les Figure III.24 et Figure III.25 reprennent les figures de pôles calculées pour les échantillons C2 et C3. Ces deux échantillons sont beaucoup moins texturés que C1, voire non texturés. Ces observations sont en accord avec les analyses EBSD car l'analyse de l'échantillon C3 ne montre aucune macro-zone et les macro-zones identifiées en C2 sont mal définies.

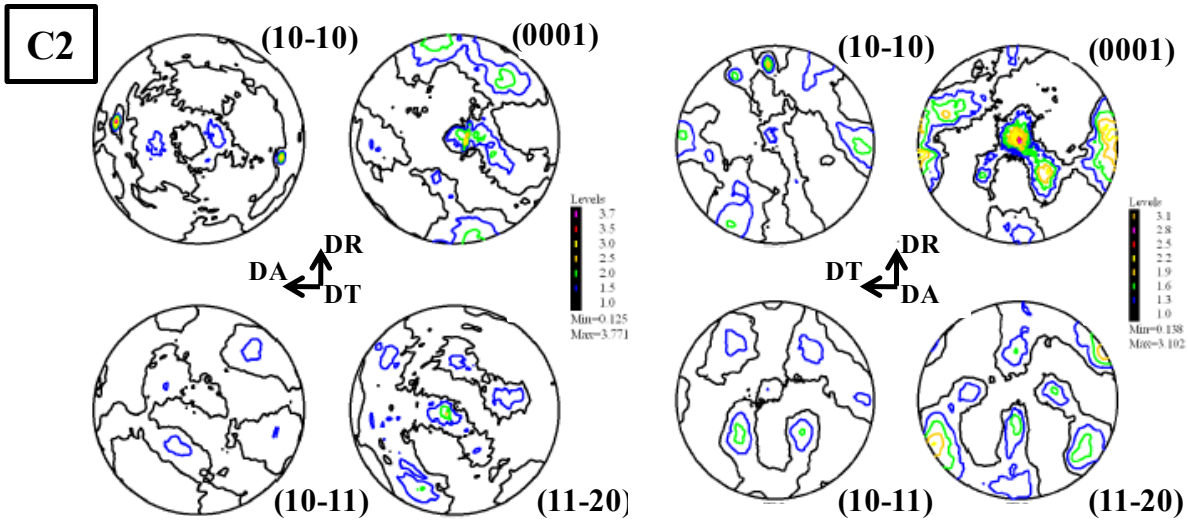


Figure III.24 - Figures de pôles de l'échantillon C2 analysé en DRX

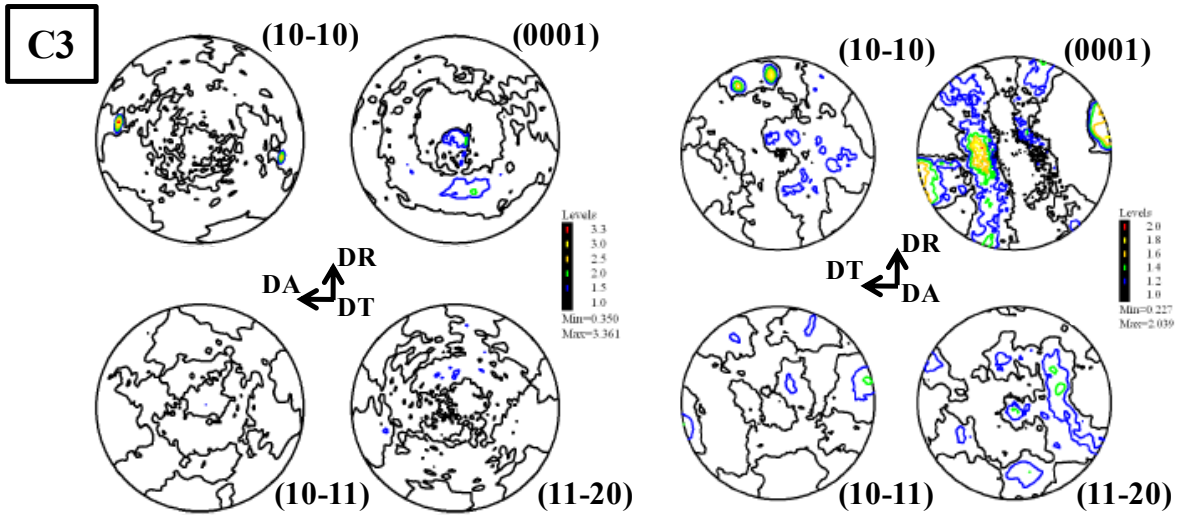


Figure III.25 - Figures de pôles de l'échantillon C3 analysé par DRX

Les figures de pôles obtenues pour l'échantillon C4 et reprises dans la Figure III.26, montrent une forte texture de la matière. L'orientation privilégiée mesurée correspond à la direction [0001] selon l'axe DT. Pour cet échantillon, la présence d'une orientation privilégiée des hexagones autour de DT apparait plus nettement. En effet, dans la zone analysée une des directions [11-20] se positionne selon l'axe DA. Cette texture est similaire à celle obtenue pour l'échantillon C1 mais de manière plus marquée. Ces observations correspondent aux résultats de l'analyse EBSD avec des macro-zones plus larges et mieux définies que pour l'échantillon C1.

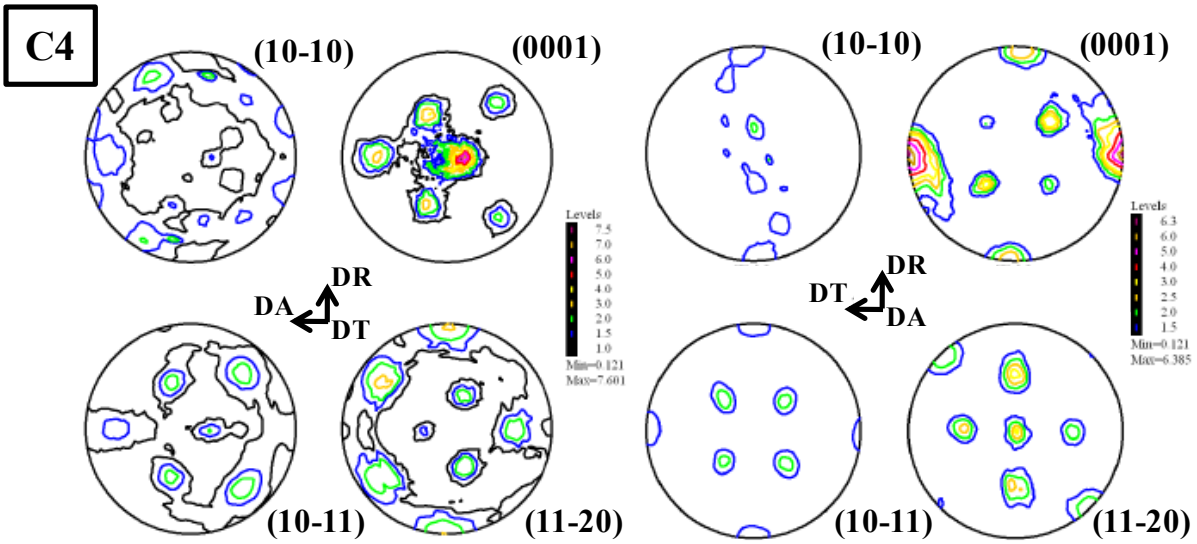


Figure III.26 - Figures de pôles de l'échantillon C4, analysé par DRX

Les résultats en DRX confirment donc les observations réalisées en EBSD, ce qui n'est pas en accord avec les résultats des travaux de thèse d'Uta. Afin, de proposer une explication des résultats obtenus l'hypothèse est faite que ce n'est pas le taux de déformation locale qui impacte la texture mais les fortes rotations de la matière lors de l'écoulement ou non de la microstructure. Une zone peut subir un fort taux de déformation sans être brassée et être brassée sans pour autant être très déformée. Ainsi, le prélèvement C4 subirait une forte déformation mais sans réel déformation et déplacement de la matière du à sa position selon l'axe de compression. A l'inverse l'échantillon C2 et l'échantillon C3 sont moyennement déformés mais subissent localement un fort déplacement et des rotations importantes, les lignes d'écoulement y sont plus complexes. Le brassage moindre de la zone C4 maintient intacte la texture de la zone issue de la billette, qui ajoutée au refroidissement lent de la zone après le forgeage permet de régénérer la texture de manière plus marquée que pour l'échantillon C1. A l'inverse les fortes rotations de la zone C3 effacent la texture de la billette qui ne génère pas de macro-zones lors du refroidissement. La zone C2 apparait comme un intermédiaire entre C3 et C4. Ces explications mettent en évidence les différentes interprétations déductibles de la morphologie de la Figure III.14 par rapport aux analyses de texture.

III.1.3 Stabilité de la microstructure

Pour appréhender la métallurgie du matériau en température, des vieillissements thermiques ont été réalisés à 500ºC et 600ºC pour des durées allant jusqu'à 24 heures. La température de 600ºC correspond à la température maximale de l'application et la durée de 24 heures englobe son utilisation. Les micrographies de la microstructure de référence et des microstructures vieillies sont reprises dans la Figure III.27. Les trois microstructures vieillies comprennent un vieillissement à 500ºC pendant 24 heures et deux vieillissements à 600ºC l'un pendant 4 heures et l'autre pendant 24 heures. Aucune modification métallurgique majeure n'est constatée. Les différentes échelles de la microstructure imposent l'utilisation de différentes techniques de caractérisation. Afin de couvrir tous les aspects de celle-ci, des observations plus fines au MEB-FEG ont été menées. Trois échantillons ont été observés au MEB-FEG en électrons secondaires. La Figure III.30 illustre les résultats obtenus à faible

grandissement et la Figure III.31 pour un plus grand grandissement. L'analyse qualitative des deux séries d'images ne montre aucun impact des vieillissements sur la microstructure.

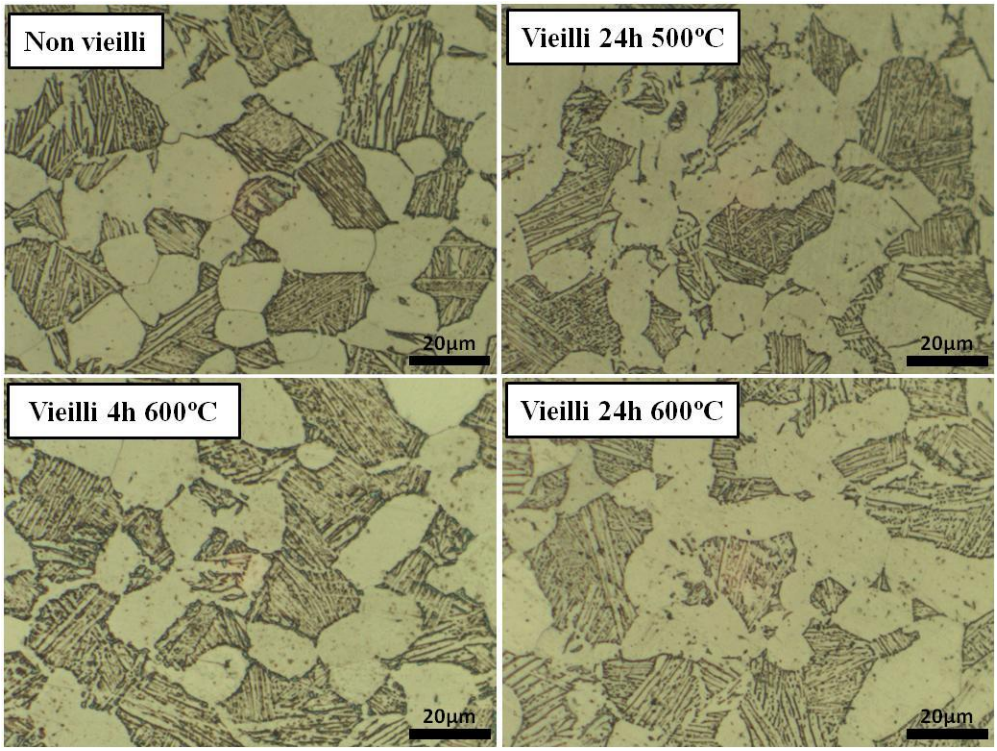


Figure III.27 - Micrographies optiques des microstructures d'échantillons de matière prélevés au cœur du galet avec et sans vieillissements

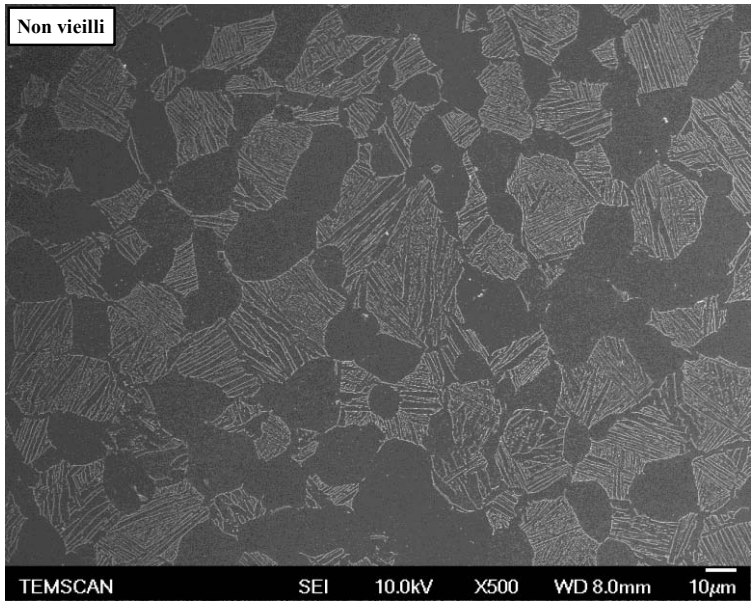


Figure III.28 - Micrographie MEB de la microstructure au cœur du galet sans vieillissement thermique

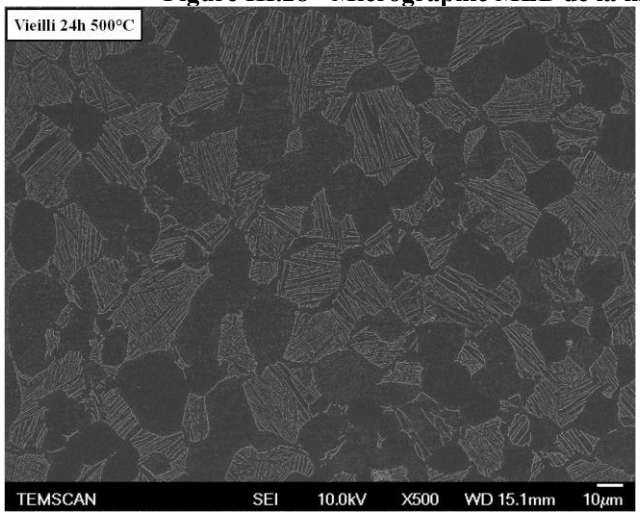


Figure III.29 - Micrographie MEB de la microstructure au cœur du galet après un vieillissement de 24h à 500°C

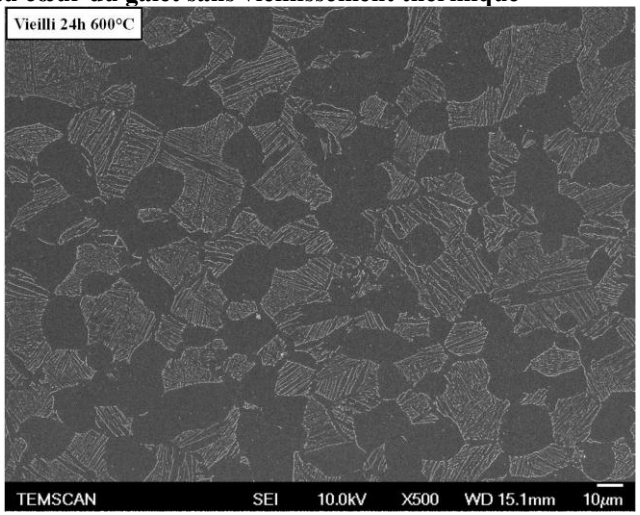


Figure III.30 - Micrographie MEB de la microstructure au cœur du galet après un vieillissement de 24h à 600°C

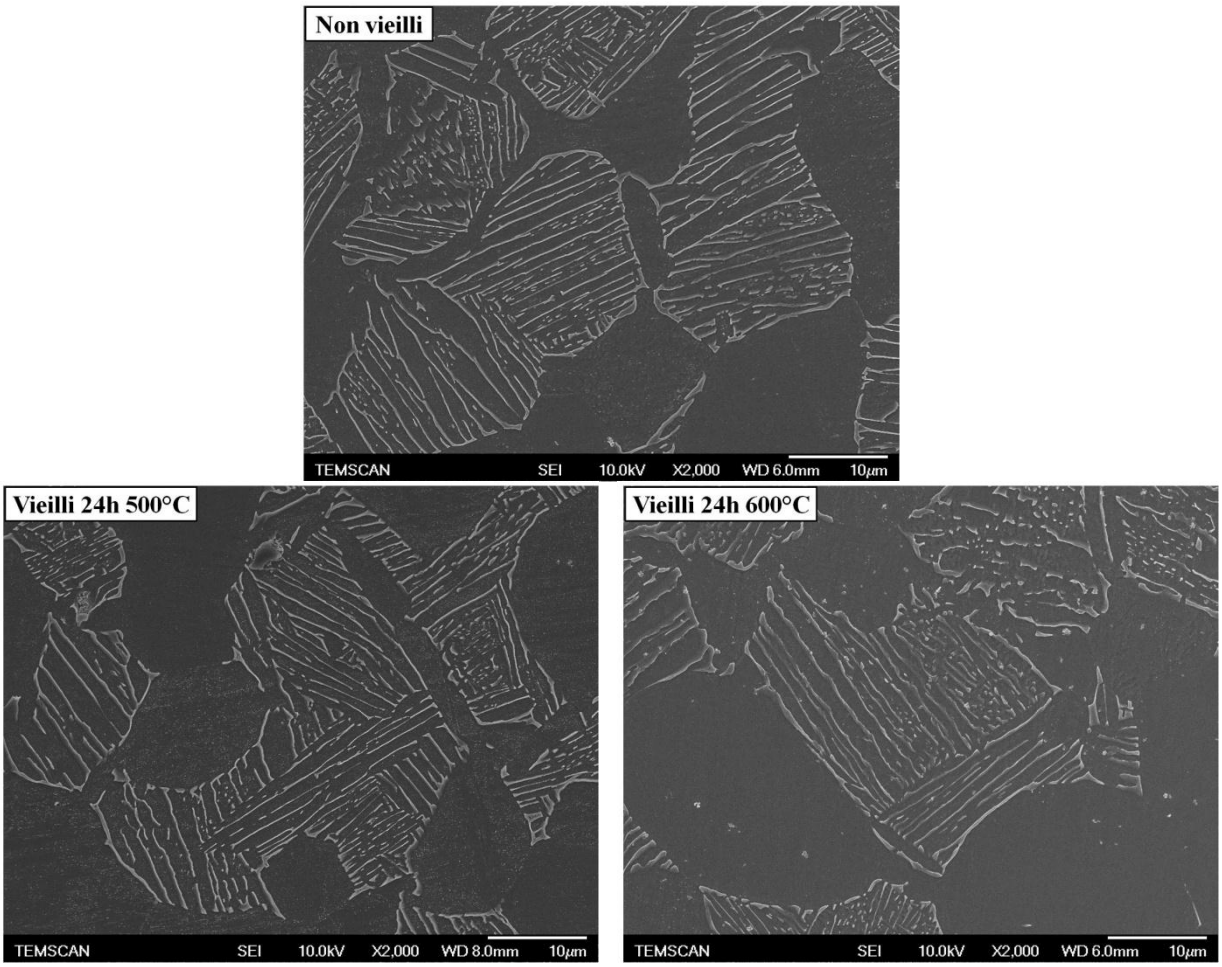


Figure III.31 - Micrographies électroniques d'échantillons de matière prélevés au cœur du galet : non vieillie, vieillie à 500ºC pendant 24h et vieillie à 600ºC pendant 24h

Pour observer un véritable impact du vieillissement thermique de 24 heures à 600ºC, c'est à l'échelle du MET qu'il faut se placer. La Figure III.32 donne un cliché de plusieurs nodules α en microscopie en transmission. Beaucoup de dislocations peuvent être observées dans les grains équiaxes de la microstructure non vieillie. Lorsque l'observation est faite sur une microstructure vieillie à 600ºC pendant 24 heures, la plupart des dislocations ont disparu. Seuls les arrangements en sous joints de grains persistent, comme le montre la Figure III.33. Une zone lamellaire après vieillissement est étudiée en Figure III.35. En comparaison avec la microstructure non vieillie de la Figure III.34. Pour la microstructure vieillie, les lattes de phase α sont toujours parallèles et possèdent les mêmes dimensions qu'à l'état non vieilli. La seule différence observée est l'épaisseur de la phase inter lattes β qui semble plus large après vieillissement. Le vieillissement de 24 heures à 600ºC peut permettre de compléter la diffusion des éléments β-gènes hors de lattes de phase α et ainsi de stabiliser davantage de phase β.

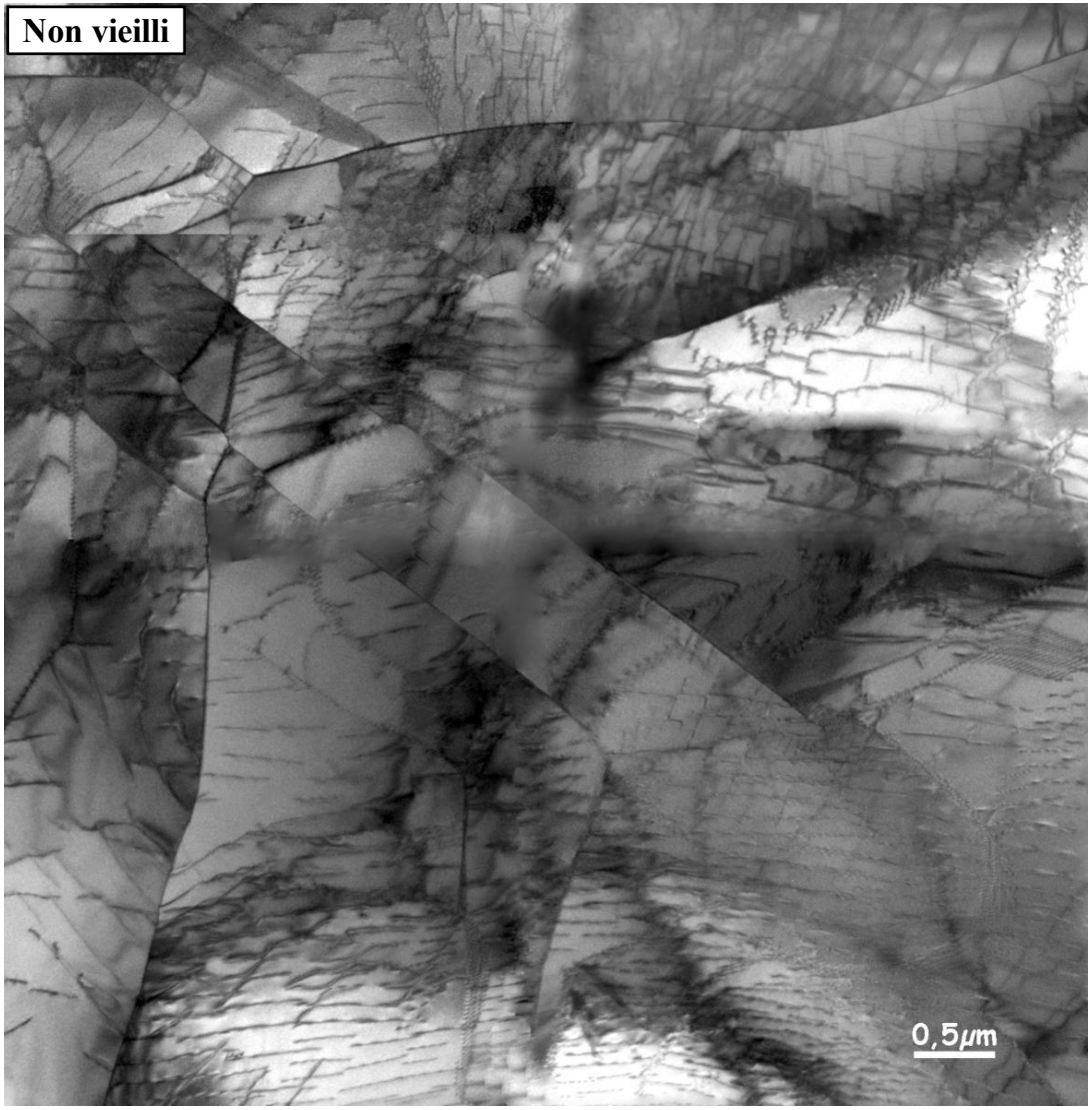


Figure III.32 - Micrographie en transmission des dislocations dans les grains équiaxes sans vieillissement



Figure III.33 - Micrographie en transmission des dislocations dans un grain équiaxe après un vieillissement de 24h à 600ºC

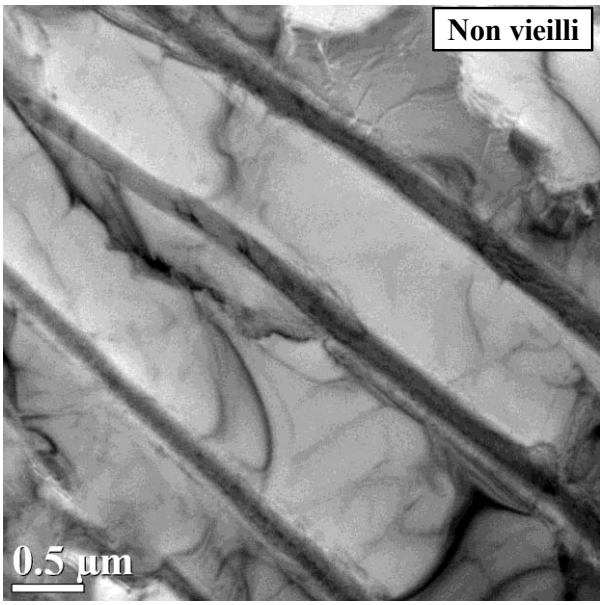


Figure III.34 - Micrographie en transmission d'une zone lamellaire non vieillie

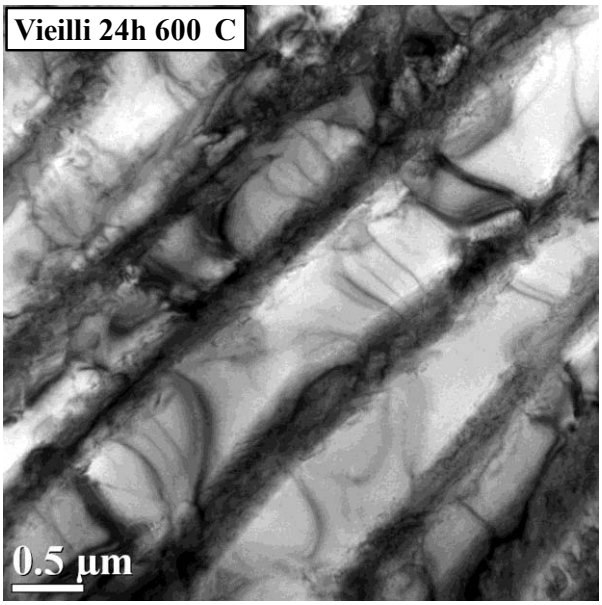


Figure III.35 - Micrographie en transmission d'une zone lamellaire vieillie pendant 24h à 600ºC

Pour compléter les observations faites sur la morphologie de la microstructure, des analyses par SIMS ont permis d'obtenir les profils de pénétration en oxygène dans l'alliage. Pour cela trois échantillons ont été analysés. Les trois échantillons prélevés sont issus du centre du galet. La description de la technique et de la méthode expérimentale sont exposées dans la partie II.1.2. Les cartographies de contraste chimique en oxygène sont présentées en Figure III.36. Elles comprennent un échantillon de référence qui n'a subi aucun vieillissement (a), un échantillon vieilli à 600ºC pendant 180h (b) et un échantillon vieilli à 600ºC sous 100MPa pendant 180h (c). Les cartographies montrent la formation d'une couche riche en oxygène à la surface des échantillons vieillis. Cette couche correspond à l'oxyde de titane formé. Depuis ces cartographies de contraste chimique un profil de pénétration de l'oxygène depuis la surface de l'échantillon peut être tracé. La Figure III.37 présente les trois profils issus des images de la Figure III.36. La teneur en oxygène dans l'échantillon non vieilli se stabilise dès les premiers micromètres et reste constante. La teneur en oxygène donnée par l'élaborateur de la billette de TA6V est de 1868 ppm. Le profil en oxygène des deux échantillons vieillis présente un pic de concentration en oxygène sur les cinq premiers micromètres correspondant à la couche d'oxyde. Ensuite la concentration diminue jusqu'à atteindre une teneur stable et constante, similaire à celle mesurée dans l'échantillon de référence de manière. La distance avant d'obtenir la même concentration en oxygène que la référence correspond à la profondeur affectée par l'oxygène. Cette profondeur est de 20µm pour l'échantillon vieilli pendant 180h à 600ºC et de 30µm pour l'échantillon vieilli pendant 180h à 600ºC sous 100MPa. Ainsi, les profondeurs affectées par la diffusion de l'oxygène à ces températures restent relativement faibles devant la dimension des échantillons analysés et en particulier des éprouvettes cylindriques utilisées pour les essais mécaniques (4,5mm et 5mm). Pour cette raison, la diffusion de l'oxygène pendant les temps de maintien en température et au cours des essais ne sera pas considérée lors de l'analyse des résultats des essais mécaniques réalisés et présentés dans le paragraphe suivant.

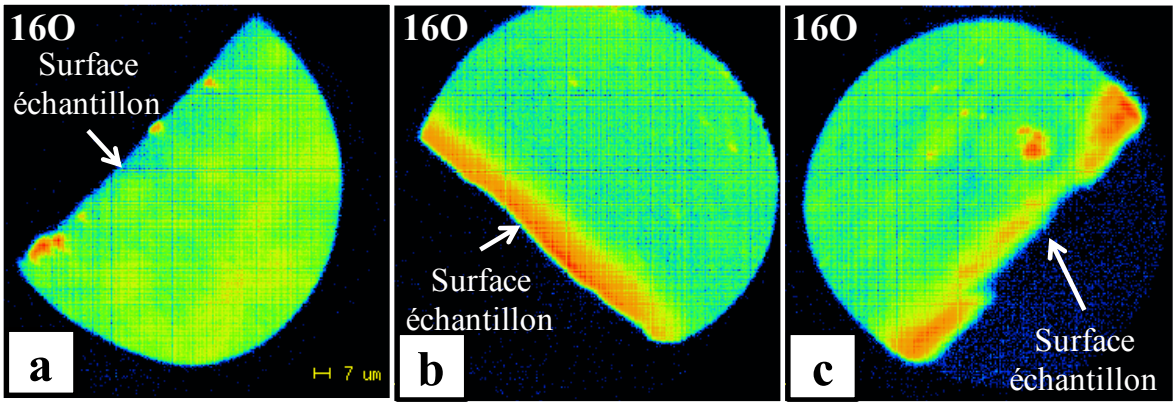


Figure III.36 – Cartographie de contraste chimique en oxygène : a. de l'échantillon non vieilli, b. de l'échantillon vieilli 180h à 600ºC, c. de l'échantillon vieilli 180h à 600ºC sous 100MPa

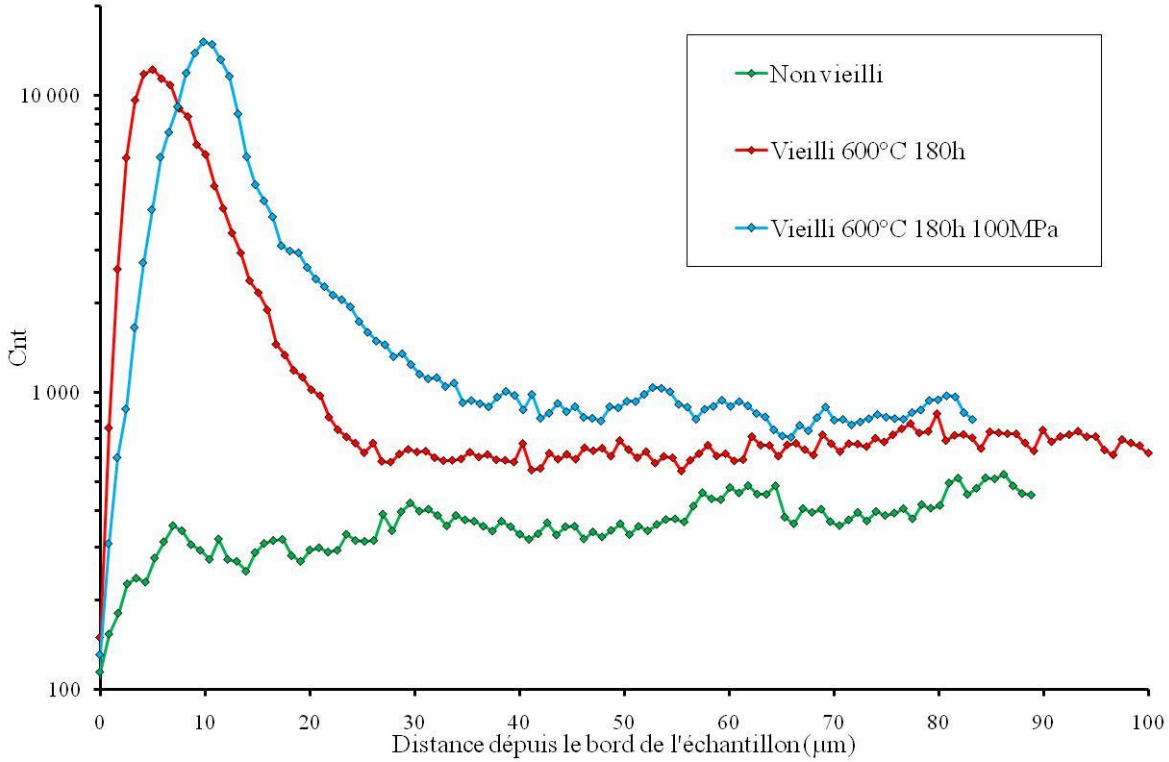


Figure III.37 - Profils de pénétration en oxygène pour les trois échantillons : non vieilli, vieilli 180h à 600ºC et vieilli 180h à 600ºC sous 100MPa

III.1.4 Synthèse des caractérisations de l'état métallurgique

Les techniques de caractérisation métallurgique utilisées sur l'alliage étudié permettent de mettre en évidence les différentes échelles de la microstructure duplex, avec des grains α_{pn} d'une vingtaine de micromètres de diamètre, des lamelles de phase α_s d'une épaisseur de l'ordre du micromètre et une phase β inter lattes d'une épaisseur de l'ordre d'une centaine de nanomètres. L'étude de la microstructure à l'échelle du galet montre un gradient de microstructure de la peau vers le cœur du galet, lié à la vitesse de refroidissement de la matière après le forgeage. En peau, la microstructure est globalement plus fine et les lamelles des grains β_t sont enchevêtrées alors qu'à cœur les lattes sont organisées en colonies de lattes parallèles. Les micrographies montrent que ce gradient n'est plus significatif au-delà de 10mm.

L'observation du fibrage macrographiquement et l'analyse de la texture par EBSD et DRX montrent une texture du galet héritée de la billette avant forgeage qui persiste dans les zones non affectées par le forgeage ou même fortement déformées si la matière ne subit pas un fort écoulement et une rotation marquée. Dans les zones à fort écoulement et rotation, la texture héritée de la billette est effacée et la matière apparait homogène. Dans les zones où la texture de la billette est conservée, la texture sera d'autant plus marquée que le refroidissement après forgeage est lent.

Les analyses microscopiques après des vieillissements thermiques jusqu'à 600ºC pendant 24 heures montrent une microstructure altérée seulement à une échelle fine. La modification est uniquement visible en MET au travers de l'augmentation de l'épaisseur de la phase β des zones inter lattes des grains β_t. L'étude de la pénétration en oxygène lors des vieillissements de 180 heures à 600ºC avec ou sans charge montre une zone affectée par la diffusion de l'oxygène ($\leq 30\mu m$) qui reste faible devant les dimensions des éprouvettes utilisées pour la caractérisation mécanique et qui ne sera donc pas prise en compte dans l'influence des propriétés mécaniques.

III.2 Etude du comportement mécanique

III.2.1 Etude du comportement en traction

III.2.1.1 Matrice d'essais et résultats

Les essais de traction ont été réalisés de 20ºC à 700ºC généralement tous les 50ºC et principalement au CIRIMAT. Deux essais à température ambiante ont été effectués à Microturbo pour la reproductibilité des essais en fonction du protocole utilisé. Les essais de traction effectués au CIRIMAT sont de deux types : des essais monotones pilotés par une vitesse de déplacement de la traverse constante 0,005mm.s^{-1} (correspondant à une vitesse de déformation de 1,6x10^{-4}s^{-1}) et des essais avec des variations de la vitesse de déplacement de la traverse pour étudier la sensibilité de l'alliage à la vitesse de déformation. Cette sensibilité est étudiée dans la partie III.2.1.5. Les protocoles expérimentaux des essais de traction sont détaillés dans la partie II.3. La Figure III.38 reprend la matrice des essais réalisés, ainsi que les températures testées. La totalité des essais ont été réalisés sous air sur des éprouvettes cylindriques prélevées dans trois galets forgés issus du même lot matière.

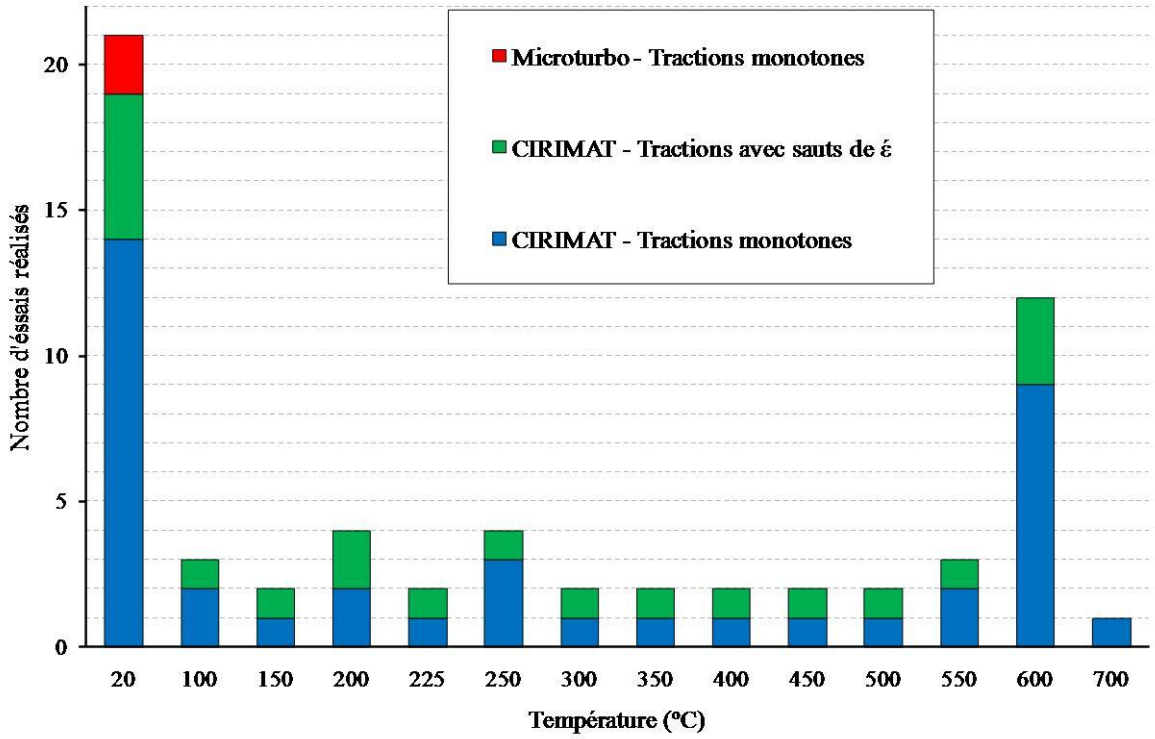


Figure III.38 - Répartition des types d'essais de traction en fonction de la température

La majeure partie des essais a été réalisée à température ambiante et à 600ºC. Dans un premier temps, l'allure des courbes de traction obtenues et l'endommagement des éprouvettes à ces deux températures sont étudiés. Dans un deuxième temps, l'effet de la zone de prélèvement dans le galet est discuté à 20ºC et 600ºC. Enfin dans un troisième temps, l'étude se consacre à une analyse globale du comportement de l'alliage en fonction de la température, pour finalement déterminer sa sensibilité à la vitesse de déformation (SRS - Strain Rate Sensitivity). La Figure III.39 présente une courbe de traction expérimentale obtenue à température ambiante et représentative du comportement de l'alliage sollicité à une vitesse de déformation imposée constante de 1,6x10^{-4}s^{-1}. Pour cet essai, la mesure de la

déformation a été réalisée par un extensomètre. La valeur du module d'Young est calculée lors d'une décharge après la limite d'élasticité. La valeur généralement obtenue avec un extensomètre est de 118GPa à température ambiante, ce qui correspond exactement aux valeurs obtenues par propagation acoustique dans l'alliage (cf. : Annexe 1). Comme le montre la Figure III.39, la limite d'élasticité ($\sigma_{0,2\%}$) du TA6V est de l'ordre de 950MPa, sa résistance maximale à la traction (σ_M) de 1050MPa et son allongement à rupture autour de 14%. La striction localise fortement pour conduire à la rupture, comme montré sur la Figure III.40. Les deux clichés MEB superposés au graphique montrent le faciès de rupture de l'éprouvette après essai à deux échelles différentes. L'image à fort grossissement (x500) est classique d'une rupture ductile avec de nombreuses cupules. Sur l'image à plus faible grossissement (x20), des lèvres de ductilité sont visibles. Une direction, verticale sur le cliché, marquée sur le faciès de rupture peut être mise en évidence. En observant macrographiquement la microstructure de la tête de l'éprouvette, cette direction a pu être reliée à la direction du fibrage dans la zone de prélèvement de l'éprouvette. Ces bandes sont systématiquement observées à 20ºC pour les étages de prélèvement 1, 2 et 3, où le fibrage est perpendiculaire à la longueur utile des éprouvettes. Pour les étages 4 et 5 cette direction privilégiée n'a pas été mise en évidence.

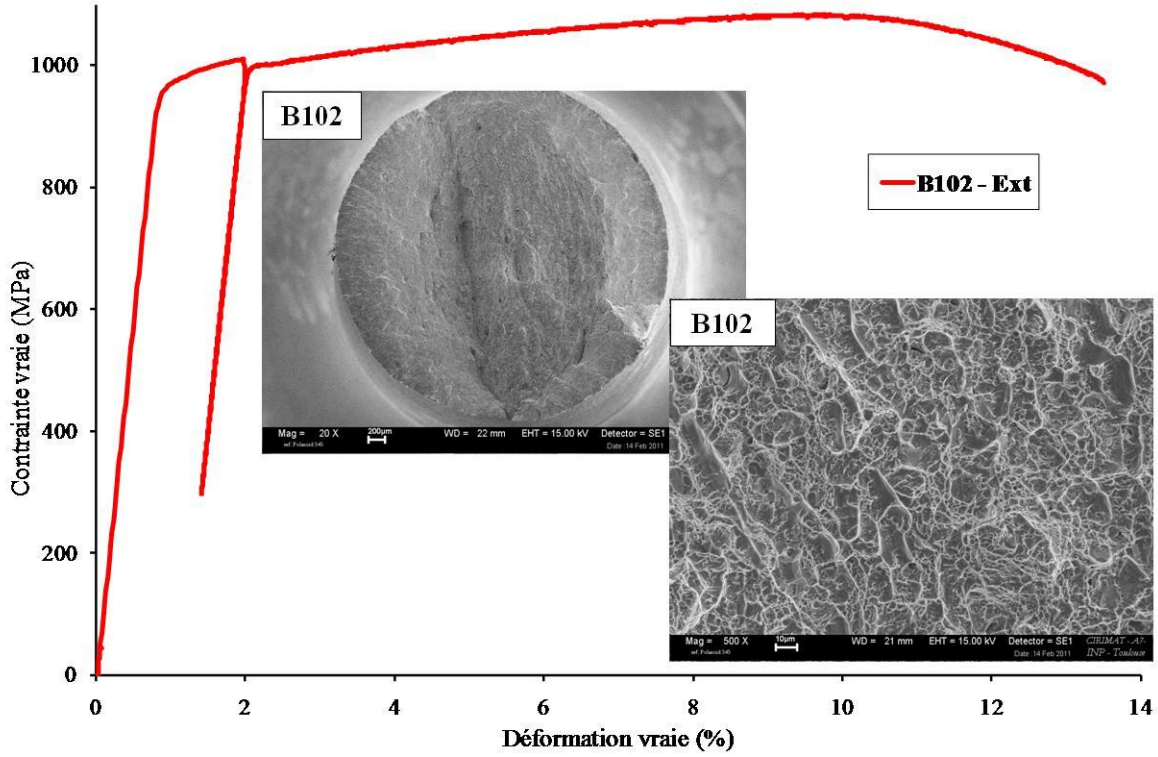


Figure III.39 - Courbe d'un essai de traction à 20ºC et micrographie MEB du faciès de rupture

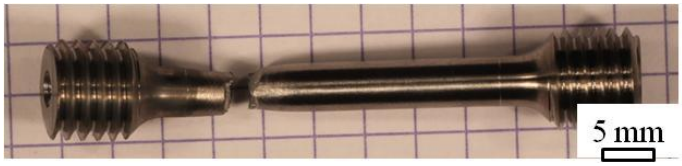


Figure III.40 - Photographie d'une éprouvette après traction à 20ºC présentant une striction (déformation localisée) conduisant à la rupture

La Figure III.41 reprend un essai de traction réalisé à 600ºC ainsi que deux images MEB du faciès de rupture de l'éprouvette. La décharge après la limite d'élasticité est opérée et permet d'améliorer la mesure du module d'Young lors de l'essai de traction. A 600ºC, la valeur de module d'Young généralement obtenue est de 50GPa alors que celle-ci a été mesurée par propagation acoustique à 90GPa. Ceci révèle l'imprécision de la mesure du module d'Young sans extensomètre lors d'un essai de traction. L'alliage ne présente que très peu d'écrouissage en début de plasticité. La limite d'élasticité moyenne à 600°C mesurée lors des essais de traction réalisés est de 350MPa et 400MPa pour la résistance maximale à la traction. A cette température la ductilité est très marquée, l'alliage présente une striction diffuse. Comme le montre la Figure III.42, la localisation est tardive et toute la zone utile voit sa section diminuer sensiblement. Plusieurs localisations sont observées ne conduisant pas à la rupture de l'éprouvette. Cette striction dite diffuse engendre des valeurs d'allongement à rupture qui présentent de grands écarts entre les essais, la valeur moyenne est de 45%. Les micrographies MEB superposées au graphique présentent le faciès de rupture obtenu après un essai de traction à 600ºC. Une forte striction de l'alliage est observée. Le faciès est toujours caractéristique d'une rupture ductile avec des cupules très profondes qui marquent la ductilité accrue du matériau à 600ºC. Le faciès de rupture est très oxydé et les lèvres de ductilité ne sont pas observées.

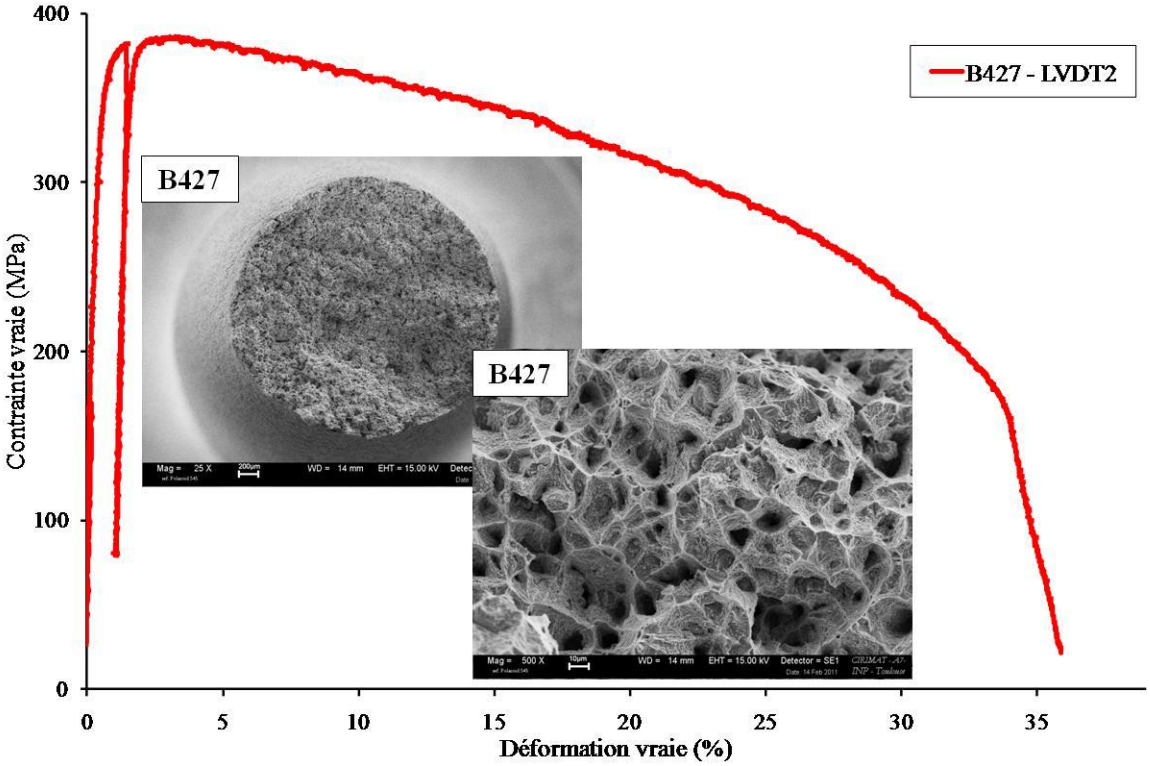


Figure III.41 - Courbe d'un essai de traction à 600ºC et micrographie MEB du faciès de rupture



Figure III.42 - Photographie d'une éprouvette après un essai de traction à 600ºC présentant une striction diffuse (déformation de toute la zone utile) et plusieurs localisations de déformation dont l'une conduit à la rupture

III.2.1.2 Hétérogénéité de la matière

Les essais de traction ont été réalisés dans un unique galet. Ainsi, seules les hétérogénéités dans un même galet sont abordées et non les hétérogénéités liées aux procédés de fabrication entre différents galets. Les schémas de prélèvement des éprouvettes au sein du galet sont explicités en Annexe 1. Les comparaisons se font dans la majeure partie des cas soit à 20ºC soit à 600ºC puisque c'est à ces deux températures que la majorité des essais ont été effectués. Dans un premier temps, la comparaison est faite entre les étages de prélèvement du galet et dans un deuxième temps au sein d'un même étage en fonction de l'orientation de l'éprouvette.

Lors de la caractérisation de l'état métallurgique de l'alliage (cf. : paragraphe III.1.2) des hétérogénéités ont pu être mises en évidence. En effet, il existe un gradient de microstructure entre la peau (étage 1) et le cœur (étage 5) du galet. L'étude se porte maintenant sur les variations des propriétés mécaniques qui pourraient en découler. Les résultats en traction à 20ºC d'éprouvettes prélevées dans différents étages du galet sont comparés. Le Tableau III.5 liste les éprouvettes étudiées et leur étage de provenance, leur localisation dans les différents étages est ensuite schématisée par la Figure III.43. Les courbes de traction tracées sur la Figure III.44 et les résultats résumés dans le Tableau III.6 montrent une tendance à la diminution de la limite d'élasticité ($\sigma_{0,2\%}$) en allant vers les étages les plus au centre du galet, la même conclusion peut être faite pour la résistance maximale (σ_M) à la traction. Ces diminutions sont visibles en passant de l'étage 1 à l'étage 2 et de l'étage 2 à l'étage 3 mais s'estompent pour les étages suivants. Il est à remarquer que l'essai de l'étage 3 ne suit pas cette tendance. En ce qui concerne l'allongement à rupture et la striction, il n'y a pas d'évolution clairement identifiable avec les étages. Pour ces deux paramètres, la méthode de mesure de la striction après essai au pied à coulisse et la localisation de la déformation avant rupture génèrent des imprécisions certaines qui rendent difficile l'interprétation pour des variations aussi faibles. Néanmoins, une contrainte d'écoulement plus forte est généralement observée pour l'étage 1 et une contrainte d'écoulement la plus faible pour l'étage 5. Ce résultat peut être relié au gradient de microstructure existant dans le galet et présenté dans le paragraphe III.1.2.1. En effet, la microstructure plus fine en peau présente davantage de joints de grains et plus généralement d'interfaces faisant obstacles à la déformation et augmentant la résistance de l'alliage (loi de Hall-Petch), comme il a été rappelé au paragraphe I.5.1.

Tableau III.5 - Liste des éprouvettes utilisées pour l'étude des hétérogénéités inter-étages

Nom des éprouvettes	Etage de prélèvement
B102	Etage 1
B202	Etage 2
B306	Etage 3
B409	Etage 4
B519	Etage 5

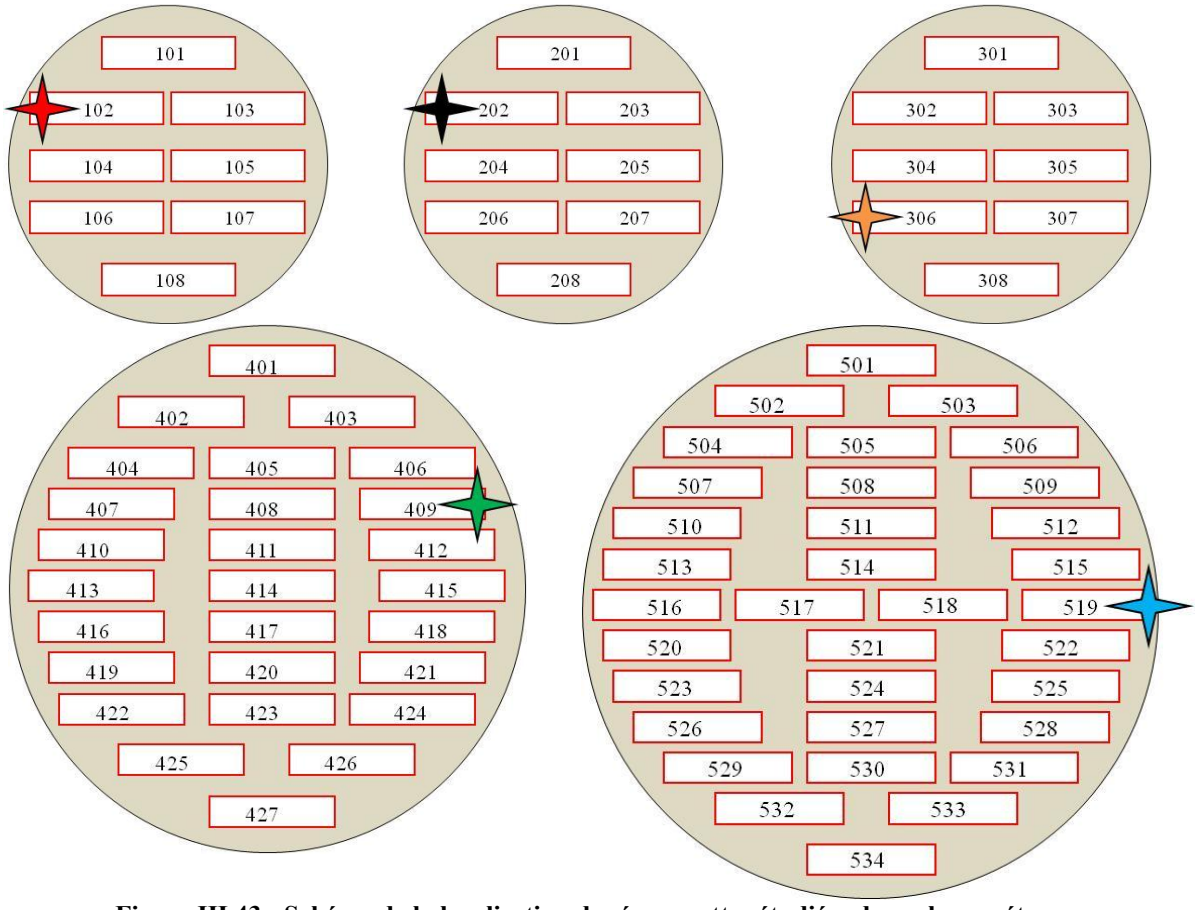


Figure III.43 - Schéma de la localisation des éprouvettes étudiées dans chaque étage

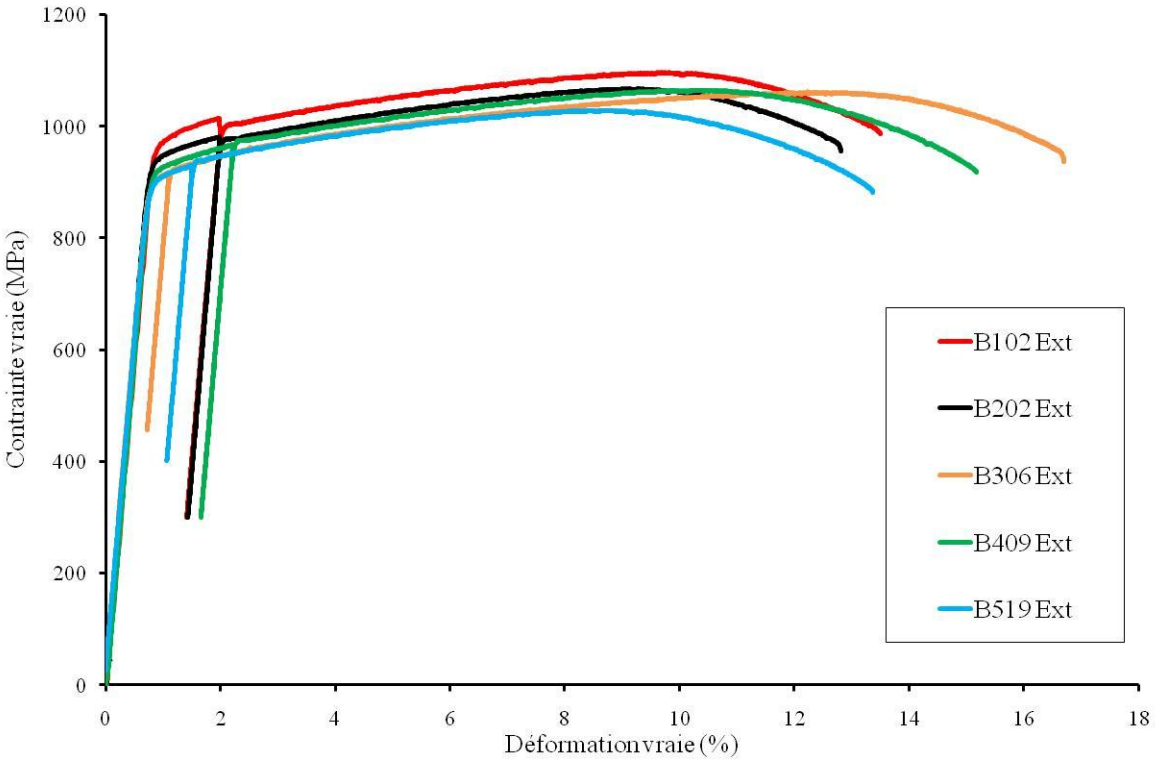


Figure III.44 - Courbes de traction à 20ºC dans différents étages du galet

Tableau III.6 - Résultats des essais de traction 20ºC inter-étages

Nom éprouvette	Module d'Young (GPa)	$\sigma_{0,2\%}$ (MPa)	σ_M (MPa)	A%	Z%
B102	117	975	1083	13,5	18
B202	121	945	1055	12,8	16
B306	118	910	1063	16,7	20,2
B409	125	925	1052	15,2	20,2
B519	118	905	1028	13,4	21,5
Dispersion	8	70	55	3,9	5,5

Au regard des variations de propriétés mécaniques en fonction de l'étage de prélèvement et des zones critiques de l'application finale situées dans les étages 4 et 5, la quasi-totalité des essais de caractérisation mécanique ont été réalisés sur des éprouvettes issues des étages 4 et 5. Ainsi, l'analyse des hétérogénéités liées au sens de prélèvement des éprouvettes n'est présentée dans ce chapitre que pour les étages 4 et 5 à 20ºC et 600ºC mais une analyse selon les étages 1 et 2 à 20ºC et 600ºC est présentée en Annexe 1.

Les essais réalisés dans l'étage 4 sont des prélèvements d'orientation différente par rapport à la direction radiale et donc par rapport au fibrage. Les essais B403 et B406 ont été réalisés à Microturbo et les essais B409 et B412 au CIRIMAT. Le protocole expérimental utilisé à Microturbo comprend un changement de vitesse de sollicitation entre le domaine élastique et le domaine plastique. Ce changement correspond à un saut positif de la contrainte d'écoulement en raison de la sensibilité à la vitesse de déformation de l'alliage. Cette sensibilité est étudiée dans la partie III.2.1.5. La sollicitation de l'alliage à une vitesse supérieure ne rend pas comparables les valeurs de σ_M obtenues avec le protocole d'essai de Microturbo et celui du CIRIMAT, tout comme l'allongement à rupture et la striction. Ainsi, pour ces trois paramètres les dispersions sont calculées séparément dans le Tableau

III.8. L'essai B412 présente une erreur lors de l'essai qui a du être interrompu et relancé. Les résultats des quatre essais affichent une dispersion pour les essais CIRIMAT et Microturbo de 20MPa pour $\sigma_{0,2\%}$ et respectivement de 23MPa et 22MPa pour σ_M, de 1,6% et 1,1% pour l'allongement à rupture et de 0,2% et 0,8% pour la striction. Malgré la désorientation des éprouvettes les unes par rapport aux autres, les dispersions obtenues sur les propriétés restent comprises dans ou similaires à la dispersion des essais ayant des orientations voisines. Dans l'étage 5, les deux essais B519 et B534 sont désorientés de 90º. Les courbes obtenues après essais sont tracées sur la Figure III.46 et les résultats résumés dans le Tableau III.8. En ce qui concerne $\sigma_{0,2\%}$ et la striction une dispersion de 20MPa et de 2,3% sont respectivement obtenues. Ces valeurs restent similaires aux valeurs précédentes. La désorientation est donc négligeable pour ces deux paramètres. Pour l'allongement à rupture un écart nominal de 3,5%, soit un écart relatif d'environ 20%, est obtenu entre les deux essais, ceci est supérieur aux essais précédents mais reste faible par rapport aux dispersions habituelles lors des essais de traction pour l'allongement à rupture. Cependant, cet écart est surtout lié à une striction plus tardive (déjà notée pour l'allongement) de l'éprouvette B534. Il semble donc ici aussi que le sens de prélèvement n'induit pas une dispersion plus forte que la dispersion métallographique usuelle sur σ_M mais a un effet limité sur la rupture finale.

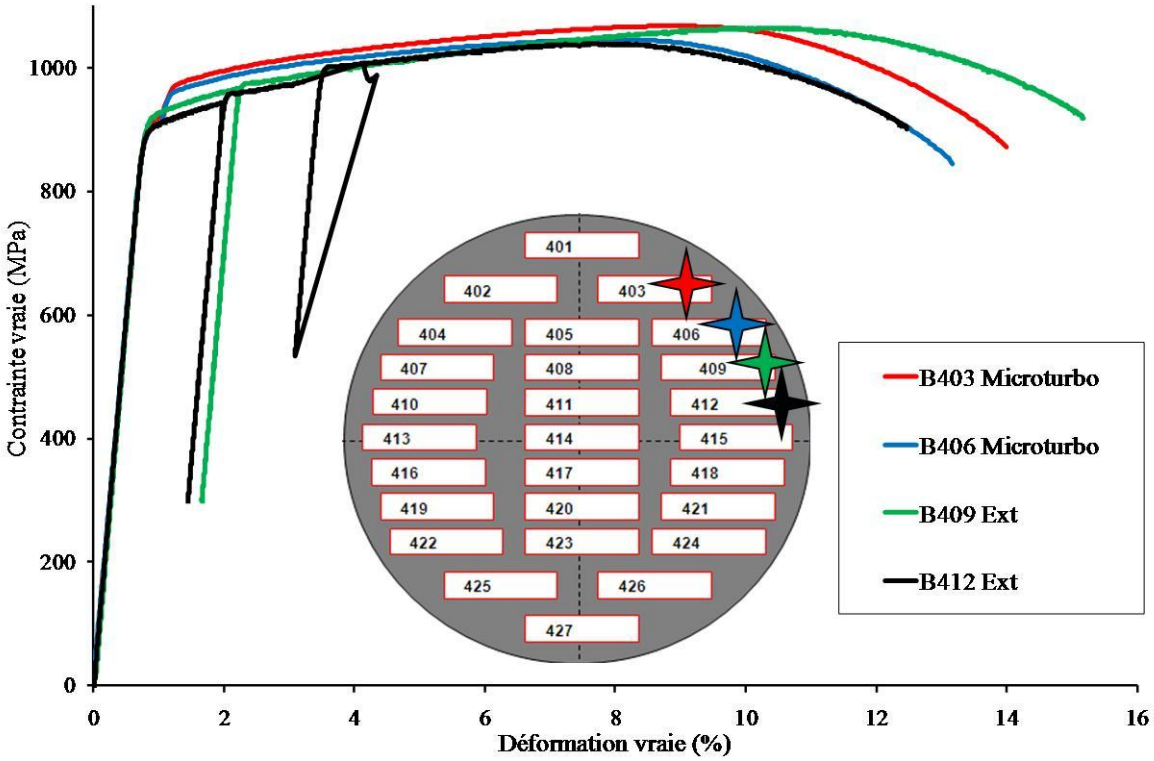


Figure III.45 - Comparaison des essais de traction de l'étage 4 à 20ºC

Tableau III.7 - Résultats des essais de traction à 20ºC dans l'étage 4

Nom éprouvette	Module d'Young (GPa)	$\sigma_{0,2\%}$ (MPA)	σ_M (MPa)	A%	Z%
B403	116	920	*1068*	*14,3*	*37,4*
B406	117	910	*1046*	*13,2*	*38,2*
Dispersion			*22*	*1,1*	*0,8*
B409	125	925	1052	15,2	20,2
B412	118	905	1029	12,5	20
Dispersion	9	20	23	2,7	0,2

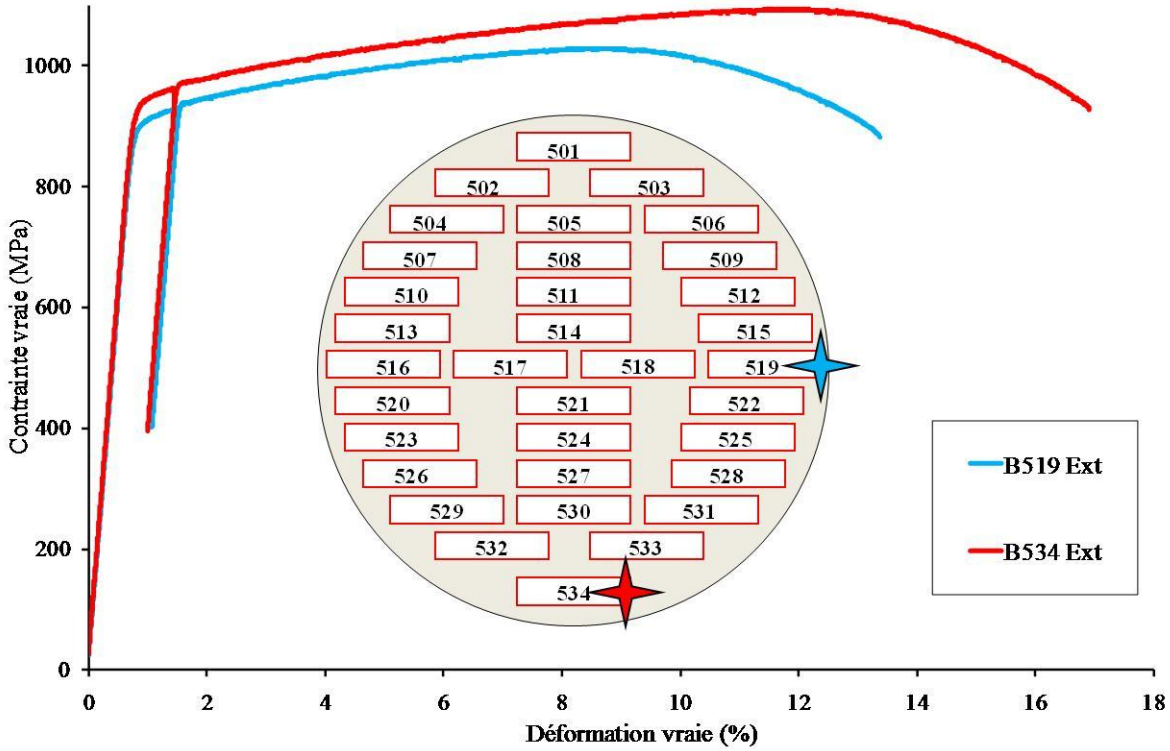


Figure III.46 - Comparaison des essais de traction à 20ºC dans l'étage 5

Tableau III.8 - Résultats des essais de traction à 20ºC dans l'étage 5

Nom éprouvette	Module d'Young (GPa)	$\sigma_{0,2\%}$ (MPA)	σ_M (MPa)	A%	Z%
B519	118	905	1028	13,4	21,5
B534	120	925	1095	16,9	23,8
Dispersion	2	20	67	3,5	2,3

La même démarche est appliquée pour les essais de traction réalisés à 600ºC. Les essais B101, B204 et B415 sont tracés sur la Figure III.47 et les résultats sont comparés dans le Tableau III.9. Des résistances mécaniques plus élevées pour les premiers étages et plus faibles pour les étages centraux sont observées. L'étude des courbes montre une dispersion de 30MPa pour $\sigma_{0,2\%}$ et 20MPa pour σ_M. L'allongement à rupture présente une forte dispersion de 15,6% représentant 35% de l'allongement à rupture moyen. Les premiers étages de résistance mécanique plus élevée présentent un allongement à rupture plus faible.

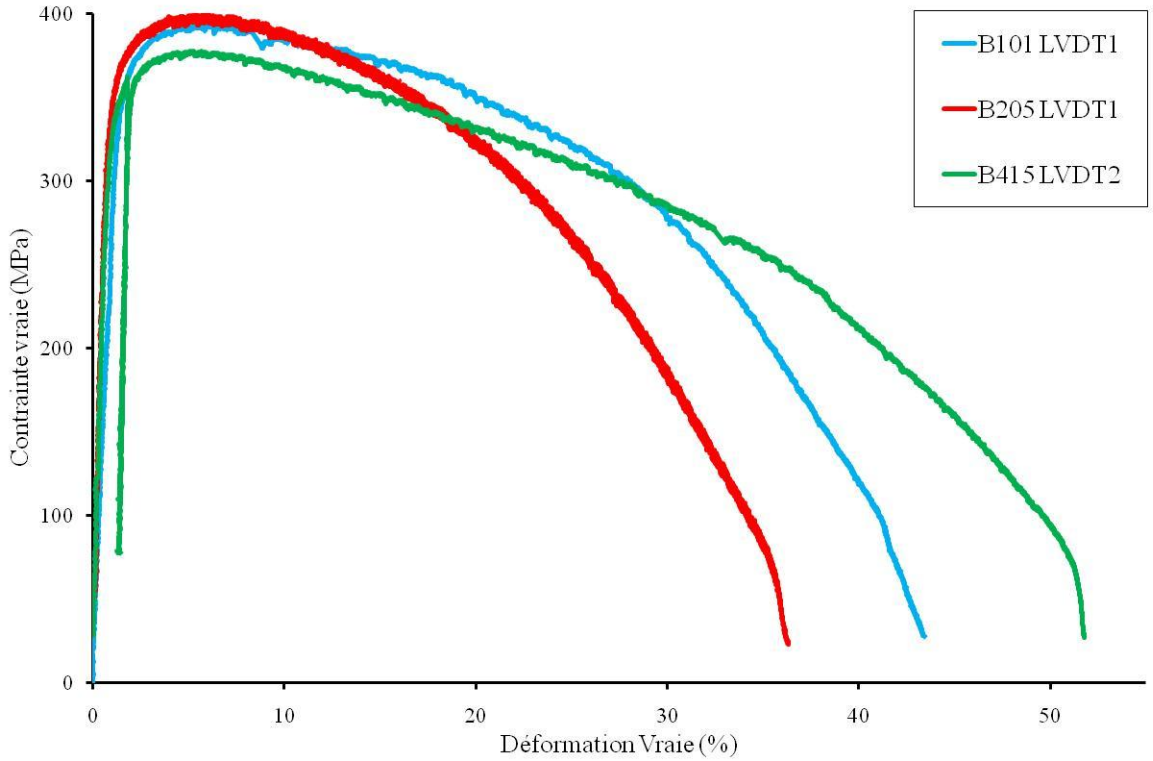


Figure III.47 - Courbes de traction des essais à 600ºC inter-étages

Tableau III.9 - Résultats des essais de traction à 600ºC inter-étages

Nom éprouvette	Module d'Young (GPa)	$\sigma_{0,2\%}$ (MPa)	σ_M (MPa)	A%	Z%
B101	45	355	393	43,4	68
B204	49	335	396	36,3	72
B415	50	325	376	51,9	69,9
Dispersion	5	30	20	15,6	4

Dans le cas de l'étage 4, les essais B415 et B427 sont comparés. Ces deux éprouvettes sont orientées de 90º l'une par rapport à l'autre et ne correspondent pas au même sens de prélèvement par rapport au fibrage dans l'étage 4. L'éprouvette B415 a été usinée selon la direction de fibrage et l'éprouvette B427 perpendiculairement à cette direction. Les résultats obtenus montrent un faible écart entre les deux essais en terme de résistance ($\sigma_{0,2\%}$ et σ_M), par contre l'allongement à rupture et la striction présentent des écarts importants. Ces écarts suivent la même évolution que ceux déjà observés à température ambiante excepté pour l'allongement à rupture. En effet, les éprouvettes prélevées selon la direction de fibrage possède les résistances les plus faibles et une striction la plus élevée, que l'essai soit mené à 20°C ou 600°C. En revanche, des comportements inverses sont observés pour l'allongement à rupture. Il n'est pas toujours évident d'expliquer toutes les variations du comportement mécanique pour le sens de prélèvement. De plus, les dispersions relevées restent comprises dans la dispersion des essais. Ceci conforte le choix de considérer le prélèvement des éprouvettes comme une dispersion matière, simplifiant l'interprétation des essais et rassurant quant en la maitrise industrielle de l'alliage. Toutefois, pour limiter la dispersion entre les résultats, dans la mesure du possible les éprouvettes comparées proviendront d'un même étage.

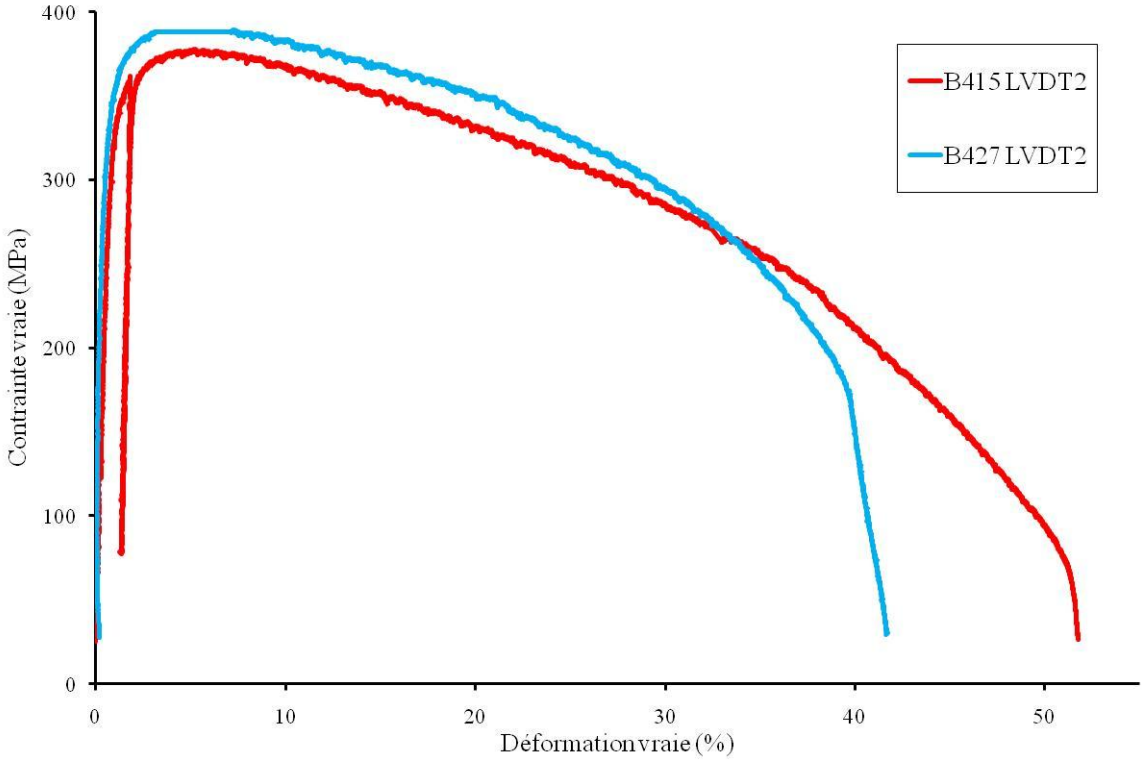


Figure III.48 - Courbes de traction à 600°C dans l'étage 4

Tableau III.10 - Résultats des essais de traction à 600°C dans l'étage 4

Nom éprouvette	Module d'Young (GPa)	$\sigma_{0,2\%}$ (MPA)	σ_M (MPa)	A%	Z%
B515	50	325	376	51,8	69,9
B527	59	350	372	41,7	43,9
Dispersion	9	25	4	10,1	26

III.2.1.3 Stabilité des propriétés mécaniques

Pour anticiper une perte de propriétés mécaniques de l'alliage lors de son application à 600ºC pendant quelques heures, des vieillissements à 500ºC, 550ºC et à 600ºC pendant 24 heures avec ou sans chargement ont été réalisés suivis d'un essai de traction à 20ºC, à 500ºC ou à 600ºC. Le Tableau III.11 liste l'ensemble des vieillissements traités.

Tableau III.11 - Matrice des vieillissements thermiques réalisés et de la température testée en traction

Nom éprouvette	Vieillissement			Température de traction
	Durée (h)	Température (ºC)	Charge (MPa)	
B416	24	500	0	20
B418	24	500	0	20
A415	24	500	200	20
A409	24	550	200	20
B419	24	600	0	20
B421	24	600	0	20
A416	24	600	100	20
A412	24	500	200	500
B422	24	600	0	600
B513	24	600	0	600
B503	24	550	200	600
A418	24	600	100	600

Les courbes de traction à 20ºC après vieillissement sur des éprouvettes de l'étage 4 sont comparées sur la Figure III.49 et les courbes de traction à 600ºC sur la Figure III.53. Pour les essais à 20ºC, les éprouvettes B416 et B418 ont été vieillies à 500ºC pendant 24 heures et les éprouvettes B419 et B421 à 600ºC pendant 24 heures. Les résultats de traction sont comparés aux essais B409 et B412 qui n'ont pas subi de vieillissement. La déformation pendant l'essai B419 n'a pas été mesurée par LVDT, c'est donc ici la déformation du déplacement de la traverse qui est reportée, cela explique la très faible pente obtenue pour le module d'Young. Pour l'essai B421, la rupture brutale de l'éprouvette est prématurée et peut être expliquée par une localisation de la contrainte sous les couteaux de l'extensomètre placés sur une entaille repère du calibrage de l'éprouvette par l'usineur. La courbe de cet essai ne sera donc pas considérée au-delà de σ_M. La superposition de ces six essais sur la Figure III.49 montre qu'il n'y a pas d'effet néfaste des vieillissements sur les propriétés en traction à 20ºC. Les valeurs de $\sigma_{0,2\%}$ et σ_M après vieillissement ne sont pas inférieures à celles de référence et l'allongement à rupture des essais vieillis reste dans la dispersion des essais de référence à 20ºC. La comparaison a aussi été faite sur les faciès de rupture observés au MEB et présentés en Figure III.50 pour l'éprouvette B409 non vieillie, en Figure III.51 pour l'éprouvette B416 vieillie à 500ºC et en Figure III.52 pour l'éprouvette B419 vieillie à 600ºC. Les trois faciès ne présentent aucune différence, ils sont tous les trois caractéristiques d'une rupture ductile avec des tailles de cupules similaires.

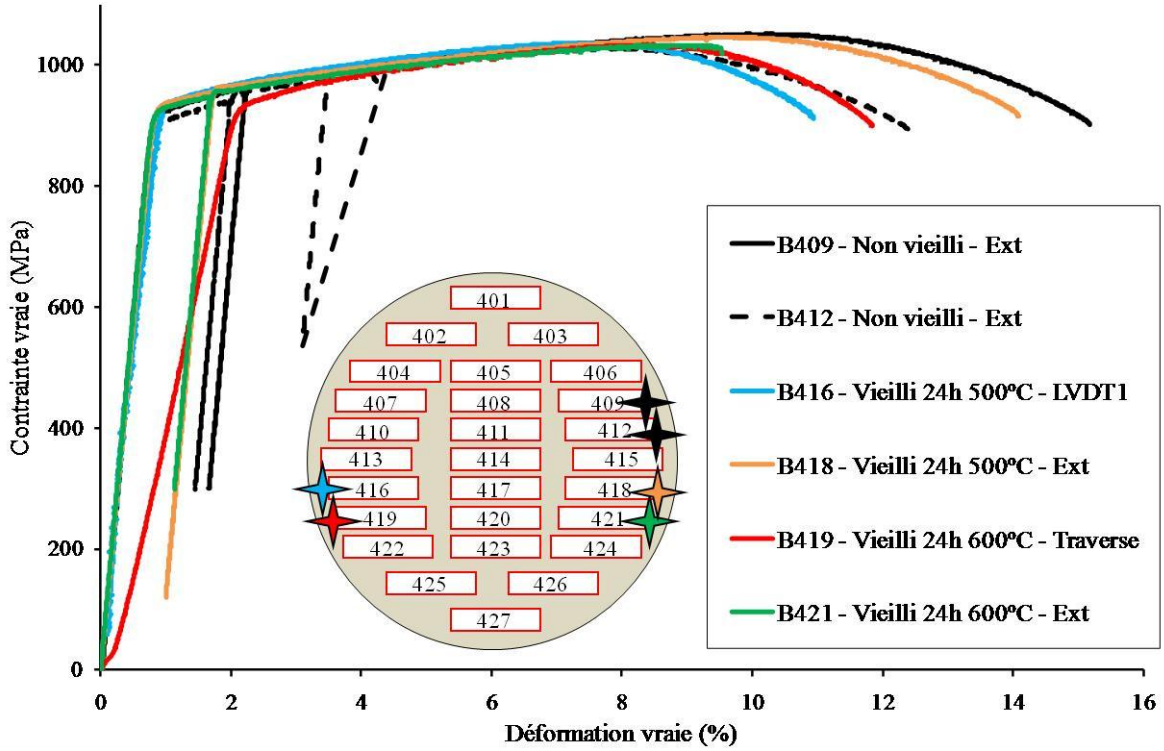


Figure III.49 - Courbes de traction à 20°C des essais de l'étage avec et sans vieillissement thermique

Tableau III.12 - Résultats des essais de traction avec et sans vieillissement thermique

Nom éprouvette	Module d'Young (GPa)	$\sigma_{0,2\%}$ (MPA)	σ_M (MPa)	A%	Z%
B409	125	925	1052	15,2	20,2
B412	118	905	1029	12,5	20
B416	93	940	1037	10,95	20
B418	117	940	1047	14,1	17,8
B419		940	1034	12,1	22
B421	118	930	1033	11,8	

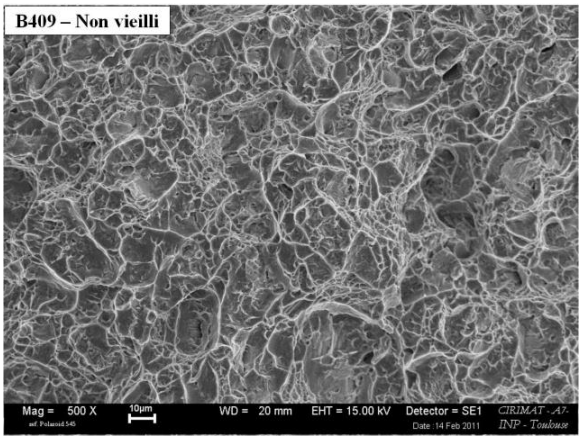


Figure III.50 - Micrographie MEB du faciès de rupture de l'éprouvette non vieillie après une traction à 20ºC

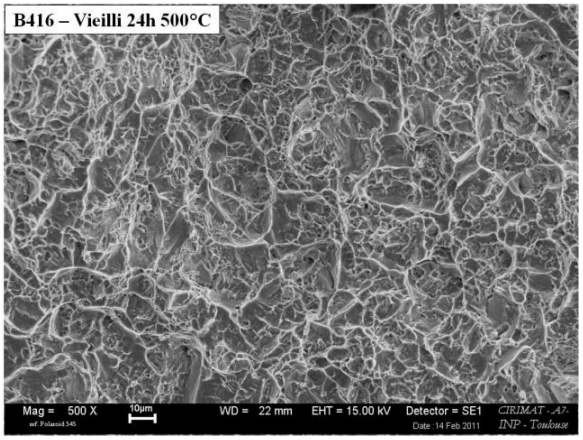


Figure III.51 - Micrographie MEB du faciès de rupture de l'éprouvette vieillie 24h à 500ºC après une traction à 20ºC

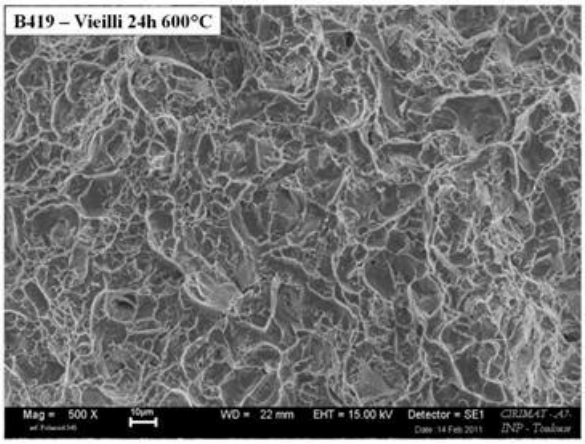


Figure III.52 - Micrographie MEB du faciès de rupture de l'éprouvette vieillie 24h à 600ºC après une traction à 20ºC

Suivant la même démarche, la Figure III.53 reprend les courbes des essais de traction à 600ºC après un vieillissement à 600ºC pendant 24 heures pour les essais B413 et B422 comparés aux essais de référence à 600ºC que sont les éprouvettes B415 et B427. L'essai B422 est réalisé à 600ºC suite au vieillissement sans passage à température ambiante. Cet essai n'a pas pu être mené à terme en raison d'une panne du circuit d'eau de refroidissement, la courbe de traction est donc incomplète. L'éprouvette B413 est refroidie à température ambiante entre le vieillissement et l'essai de traction. La mesure de la déformation pour cet essai a été réalisée par LVDT jusqu'à 25% de déformation et le capteur a atteint le bout de sa plage de mesure, la déformation a donc été complétée par la déformation issue du déplacement traverse rapportée au même L_0. La comparaison des valeurs de $\sigma_{0,2\%}$ et de σ_M des quatre essais ne montre pas d'effet des vieillissements sur les propriétés mécaniques en traction. L'allongement à rupture de l'essai B413 est faible par rapport à celui des essais de référence mais ceci peut être expliqué par la prise en compte de la déformation traverse sur la fin de l'essai. En effet, l'écart de cette courbe par rapport aux deux autres courbes de traction n'apparait qu'à 25% au moment où la déformation traverse est prise en compte. Cet écart d'allongement à rupture ne peut donc pas être analysé avec les essais réalisés. Les résultats sont donc les mêmes que pour les essais à 20ºC, il n'y pas d'abattement des propriétés mécaniques en traction à 20ºC et à 600ºC après un vieillissement de 24 heures à 600ºC.

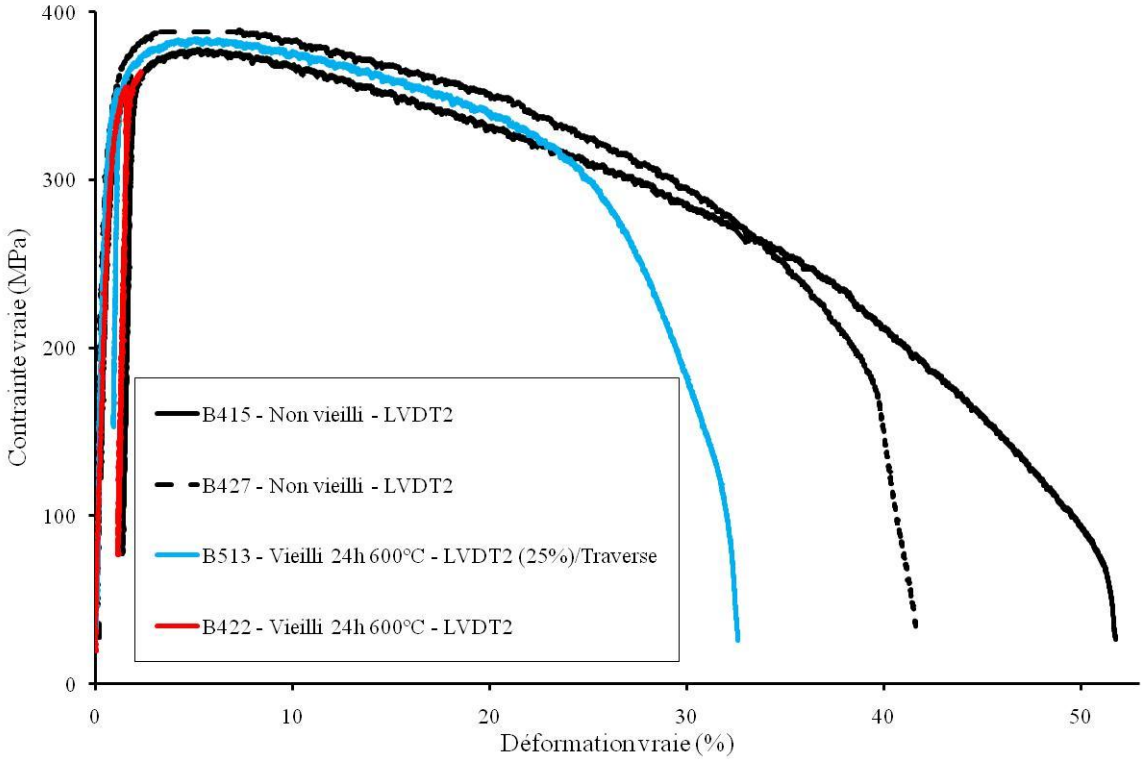


Figure III.53 - Courbes de traction à 600°C des essais avec et sans vieillissement thermique

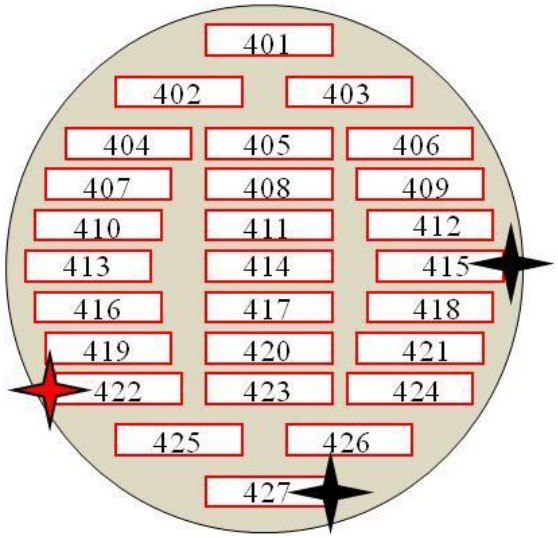


Figure III.54 - Schéma de localisation des éprouvettes dans l'étage 4

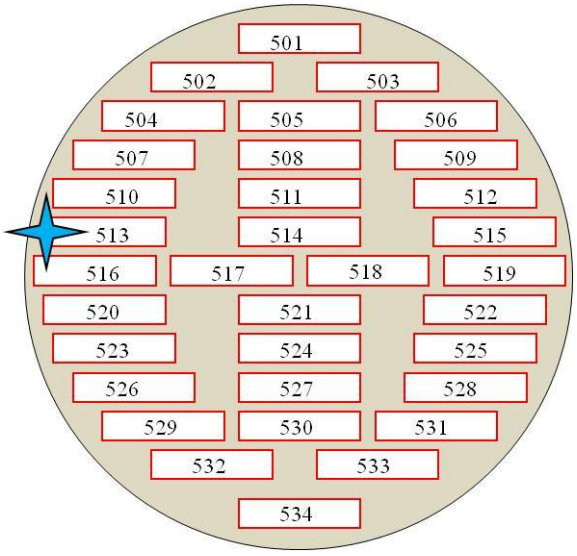


Figure III.55 - Schéma de localisation des éprouvettes dans l'étage 5

Tableau III.13 - Résultats des essais de traction à 600°C avec et sans vieillissement thermique

Nom éprouvette	Module d'Young (GPa)	$\sigma_{0,2\%}$ (MPA)	σ_M (MPa)	A%	Z%
B515	50	325	376	51,8	69,9
B527	59	350	372	41,7	43,9
B422	50	320			
B513	64	315	384	32,6	61,6

L'application visée par l'étude ne consiste pas en un simple maintien en température. C'est un chargement thermomécanique complexe qui est prévu. Afin d'approcher, dans un premier temps, l'effet d'un chargement thermomécanique, des vieillissements thermiques sous charge ont été réalisés suivis d'un essai de traction à 20ºC, 500ºC ou 600ºC pour caractériser l'impact sur les propriétés mécaniques. La Figure III.56 reprend les essais de traction à 20ºC après vieillissement sous charge. L'éprouvette A415 a été vieillie à 500ºC sous 200MPa pendant 24 heures, l'éprouvette A409 à 550ºC sous 200MPa pendant 24 heures et l'éprouvette A416 à 600ºC sous 100MPa pendant 24 heures. Sous ces niveaux de température et de contrainte, le matériau flue et les déformations finales engendrées par les 24 heures de vieillissement sont reportées dans le Tableau III.14 ainsi que les résultats des essais de traction à 20ºC après vieillissement. Les résultats sont comparés à l'essai de traction B409 non vieilli choisi comme référence. La superposition des quatre courbes et la comparaison des résultats d'essai ne montrent pas d'effet des vieillissements thermiques sous charge sur les propriétés mécaniques en traction.

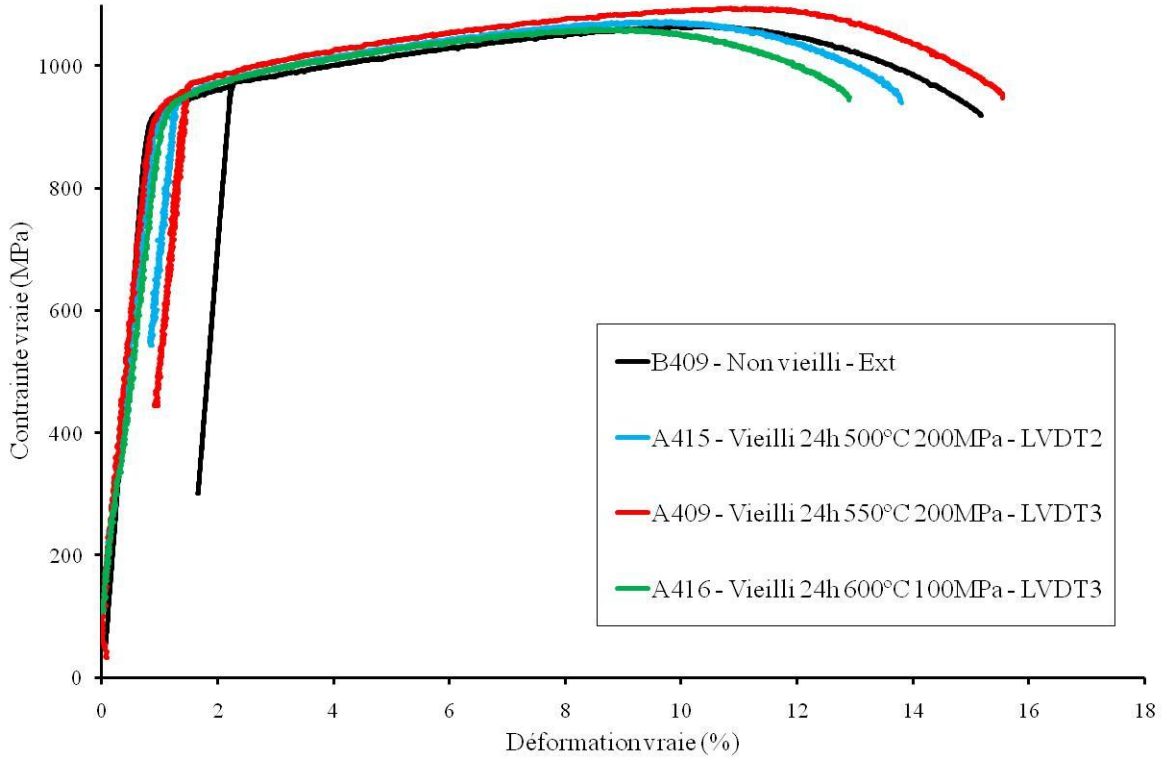


Figure III.56 - Courbes des essais de traction à 20ºC avec et sans vieillissement sous charge

Tableau III.14 - Résultats des essais de traction à 20ºC avec et sans vieillissement sous charge

Nom éprouvette	Déformation initiale par fluage (%)	Module d'Young (GPa)	$\sigma_{0,2\%}$ (MPA)	σ_M (MPa)	A%	Z%
B409		119	925	1064	15,2	20,2
A415	0,3	86	930	1073	13,7	20,2
A409	5,2	105	930	1094	15,8	24,9
A416	1,6	80	940	1060	13,2	20,3

La Figure III.57 correspond à l'essai de traction B307 de référence réalisé à 500ºC et à l'essai A412 réalisé à 500ºC après un vieillissement de 24 heures à 500ºC sous 200MPa. Le Tableau III.15 reprend les résultats des deux essais de traction ainsi que la déformation de fluage engendrée par le vieillissement thermique sous charge de l'essai A412. La superposition des deux courbes et l'analyse des données montrent une augmentation de la contrainte d'écoulement après vieillissement. Cette augmentation correspond à un gain de 30MPa sur $\sigma_{0,2\%}$ et σ_M, ce qui n'est pas vraiment significatif par rapport aux dispersions habituelles mais l'essai vieilli provient d'un étage 4 qui a été considéré comme ayant des propriétés mécaniques de traction inférieures à celles de l'étage 3 dont l'éprouvette de référence est issue. De plus, le gain s'accompagne aussi d'une augmentation de l'allongement à rupture (+3,4%), l'éprouvette vieillie est donc plus résistante et plus ductile. Il n'y a donc pas ici non plus d'effet néfaste allant à l'encontre de l'utilisation de cet alliage pour notre application.

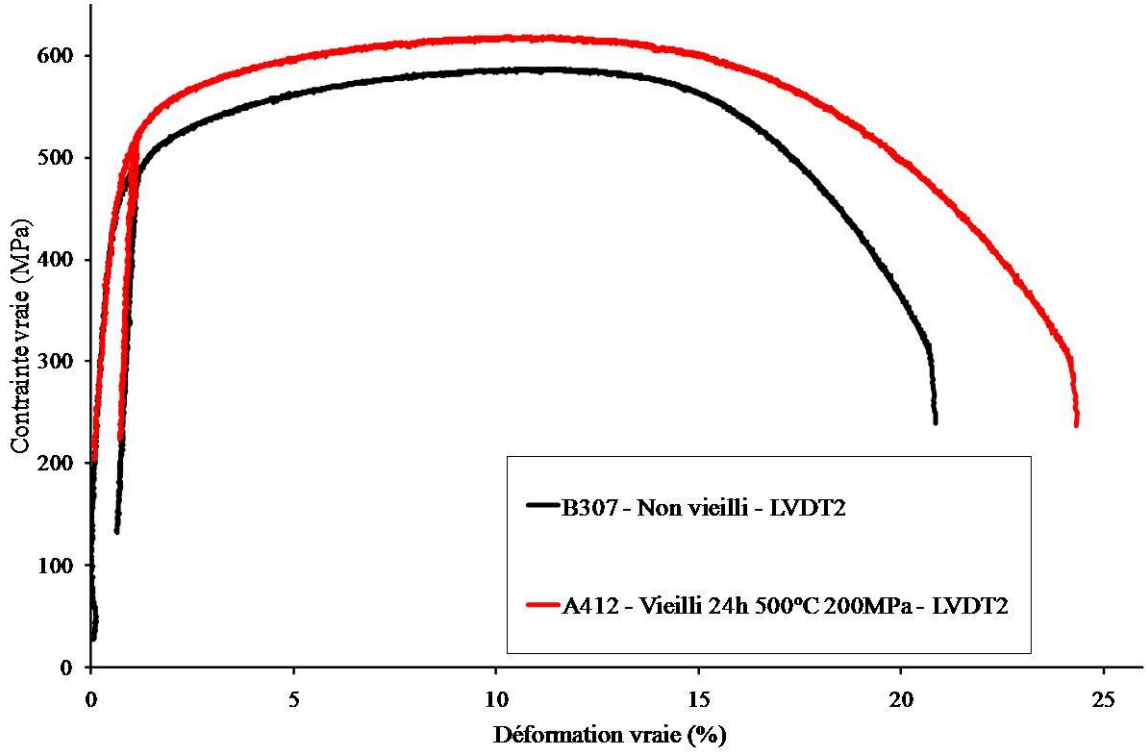


Figure III.57 - Courbes de traction à 500ºC avec et sans vieillissement sous charge

Tableau III.15 - Résultats des essais de traction à 500ºC avec et sans vieillissement sous charge

Nom éprouvette	Déformation initiale de fluage (%)	Module d'Young (GPa)	$\sigma_{0,2\%}$ (MPA)	σ_M (MPa)	A%	Z%
B307		74	460	587	20,9	44
A412	1,4	84	490	619	24,3	50,2

La comparaison se fait maintenant entre des essais de traction réalisés à 600ºC. L'essai B415 sert d'essai de référence et n'a subi aucun vieillissement, l'éprouvette B503 a été vieilli à 550ºC sous 200MPa pendant 24 heures et l'éprouvette A418 vieillie à 600ºC sous 100MPa pendant 24 heures. Les courbes des essais de traction sont superposées sur la Figure III.58 et les résultats des essais sont repris dans le Tableau III.16 ainsi que les déformations de fluage engendrées par les vieillissements. Les vieillissements ont retardé la plasticité puisque les valeurs de $\sigma_{0,2\%}$ mesurées pour les deux essais de traction après vieillissement sont supérieures à celle de l'essai de référence. La même évolution est constatée pour σ_M avec un gain important (+41MPa) après le vieillissement à 600ºC sous 100MPa. Ces observations rejoignent celles faites précédemment après les essais de traction à 500ºC, il semble que les vieillissements thermiques sous charge augmentent la résistance mécanique de l'alliage à haute température. En revanche, ici la déformation à rupture est plus faible pour les essais après vieillissement contrairement à ce qui a été observé à 500ºC.

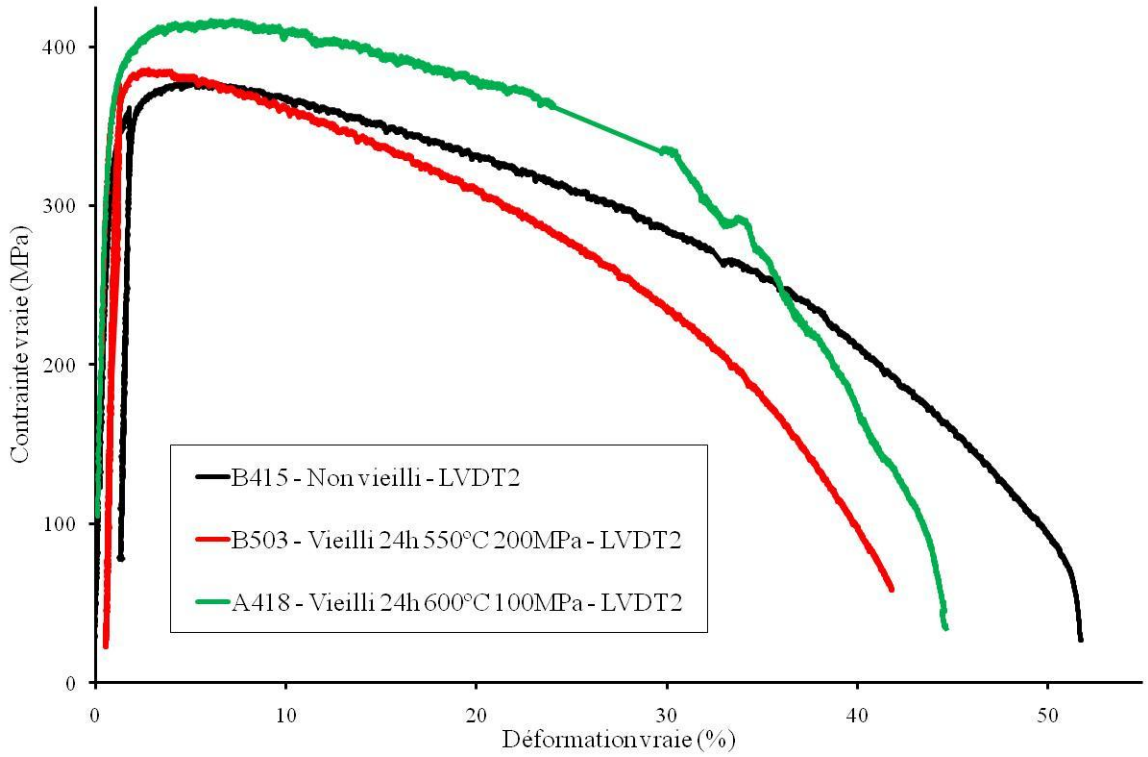


Figure III.58 - Courbes de traction à 600ºC avec et sans vieillissement sous charge

Tableau III.16 - Résultats des essais de traction à 600ºC avec et sans vieillissement sous charge

Nom éprouvette	Déformation initiale de fluage (%)	Module d'Young (GPa)	$\sigma_{0,2\%}$ (MPA)	σ_M (MPa)	A%	Z%
B415		50	325	376	51.7	69.9
B503	5,5	54	360	386	41,8	70.2
A418	2,2	43	355	417	44,7	68.9

III.2.1.4 Comportement en traction en fonction de la température

L'ensemble des essais de traction monotone a permis d'obtenir le comportement et les propriétés en traction de l'alliage de 20ºC à 700ºC. La Figure III.59 montre l'évolution de la contrainte d'écoulement en fonction de la déformation de l'éprouvette de 20ºC à 700ºC. Pour chaque température testée une courbe expérimentale a été choisie pour représenter le comportement en traction de l'alliage. L'évolution des courbes en fonction de la température montre un taux d'écrouissage stable jusqu'à 450ºC et qui diminue fortement au-delà. La ductilité reste elle aussi stable autour de 15% d'allongement à rupture jusqu'à 450ºC et augmente fortement avec la température au-dessus de 450ºC, striction diffuse. De manière générale, la contrainte d'écoulement n'évolue pas linéairement avec la température. En effet, malgré l'augmentation de la température de 50ºC pour la majorité des courbes, la diminution de la valeur de la contrainte d'écoulement n'est pas constante. Trois domaines peuvent être distingués, selon l'évolution de la contrainte d'écoulement en fonction de la température : de 20ºC à 200ºC, de 200ºC à 450ºC et de 450ºC à 700ºC.

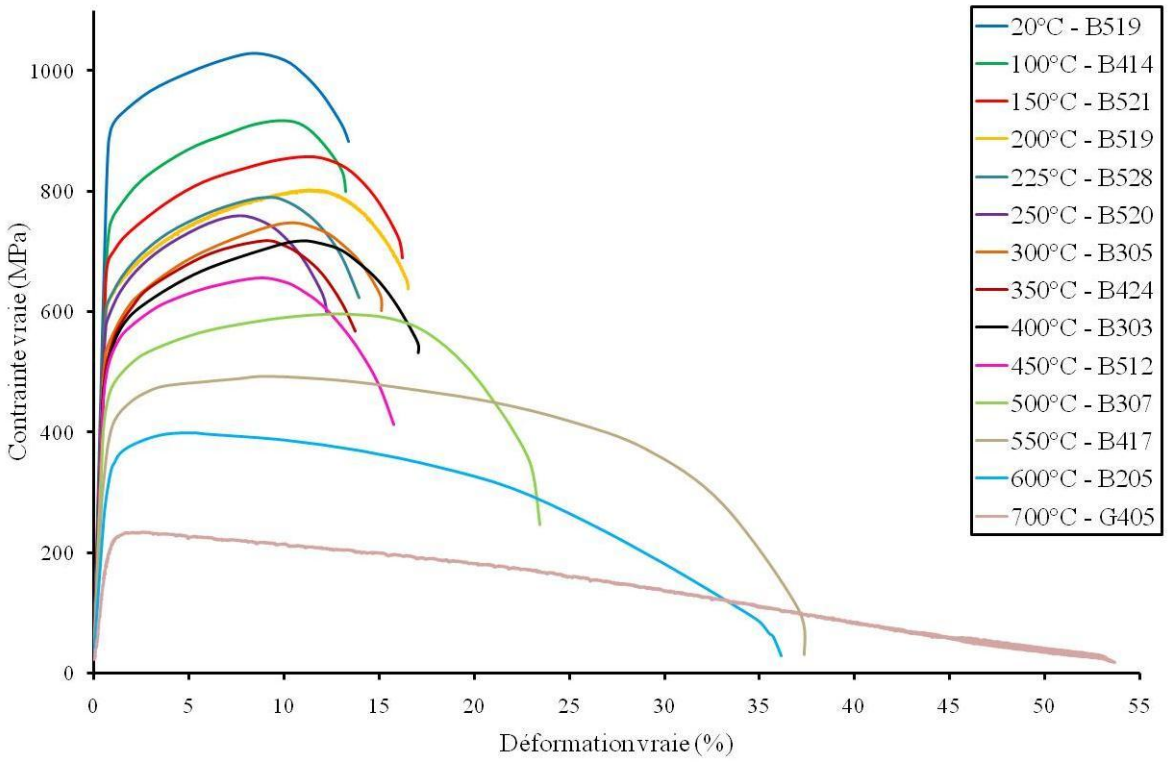


Figure III.59 - Evolution de la contrainte d'écoulement en fonction de la déformation pour l'ensemble des températures testées

Afin de mettre en évidence cette évolution non linéaire, les paramètres caractéristiques de l'essai de traction ont eux aussi été tracés en fonction de la température. Leurs évolutions sont tracées sur la Figure III.60 pour la limite d'élasticité à 0,2% de déformation plastique et la résistance maximale à la traction et sur la Figure III.61 pour l'allongement à rupture et la striction après essai. La totalité des données obtenues lors des essais de traction sont reportées sur ces courbes. Les nuages de points à chaque température rendent donc compte de la répétabilité des essais, des différents protocoles expérimentaux utilisés, des différentes machines de traction utilisées (seulement pour deux essais à 20ºC) et des hétérogénéités de la matière. Les évolutions de la limite d'élasticité et de la résistance maximale à la traction en fonction de la température ne sont effectivement pas linéaires sur

le domaine de température 20ºC – 700ºC. Les deux contraintes diminuent avec la température de 20ºC à 200ºC, puis de manière beaucoup moins marquée jusqu'à 400ºC et finalement très fortement au-dessus de 400ºC. La déformation à rupture et la striction après essai possèdent des évolutions comparables en fonction de la température. Elles augmentent faiblement de 20ºC jusqu'à 200ºC, ensuite elles restent constantes jusqu'à 350ºC voire atteignent un minimum autour de 300ºC, enfin après 400ºC elles augmentent exponentiellement. Il est à noter la forte dispersion des résultats pour ces deux paramètres, due à la striction diffuse à haute température. Globalement, l'évolution de ces quatre paramètres met en évidence trois domaines de température caractérisés par l'existence d'un domaine intermédiaire où les propriétés mécanique de l'alliage restent stables malgré l'augmentation de la température. Le domaine des basses températures de 20ºC à 250ºC est nommé domaine I ou domaine des basses températures, le domaine de 200ºC à 450ºC est nommé domaine II ou domaine des températures intermédiaires et enfin le domaine III est celui des hautes températures de 500ºC à 700ºC.

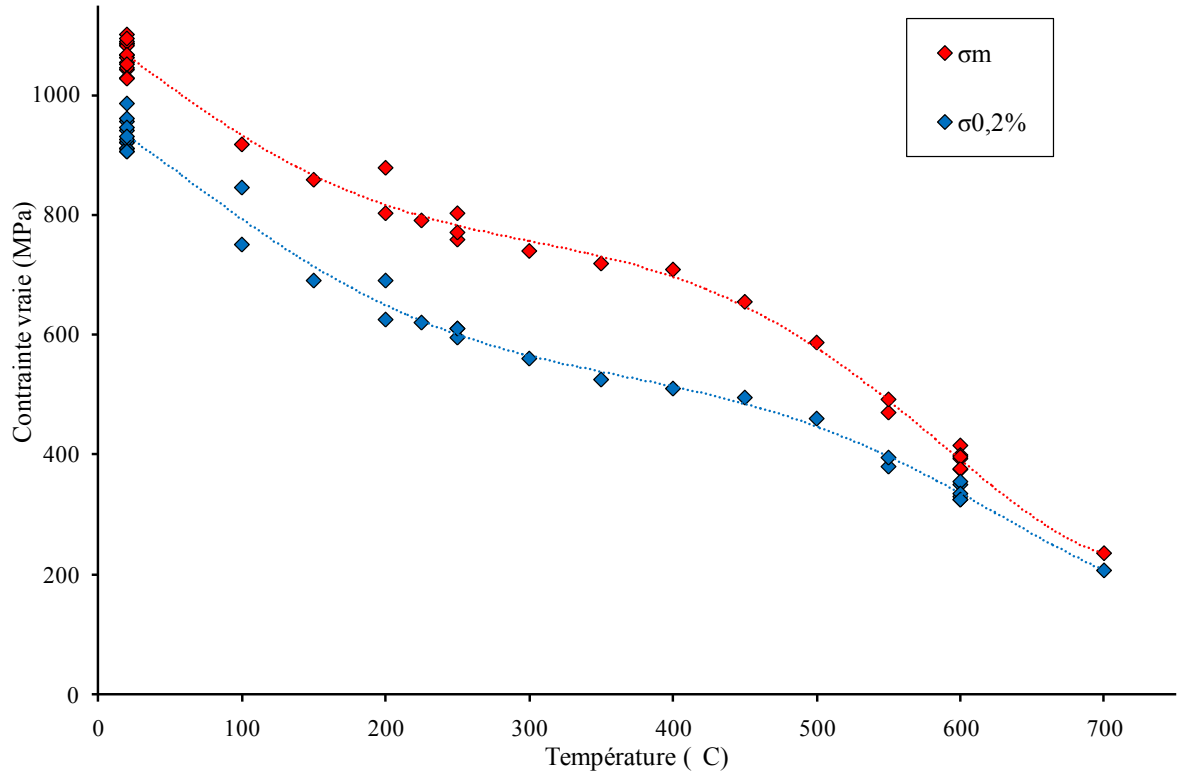


Figure III.60 - Evolution de la résistance maximale à la traction et de la limite d'élasticité en fonction de la température

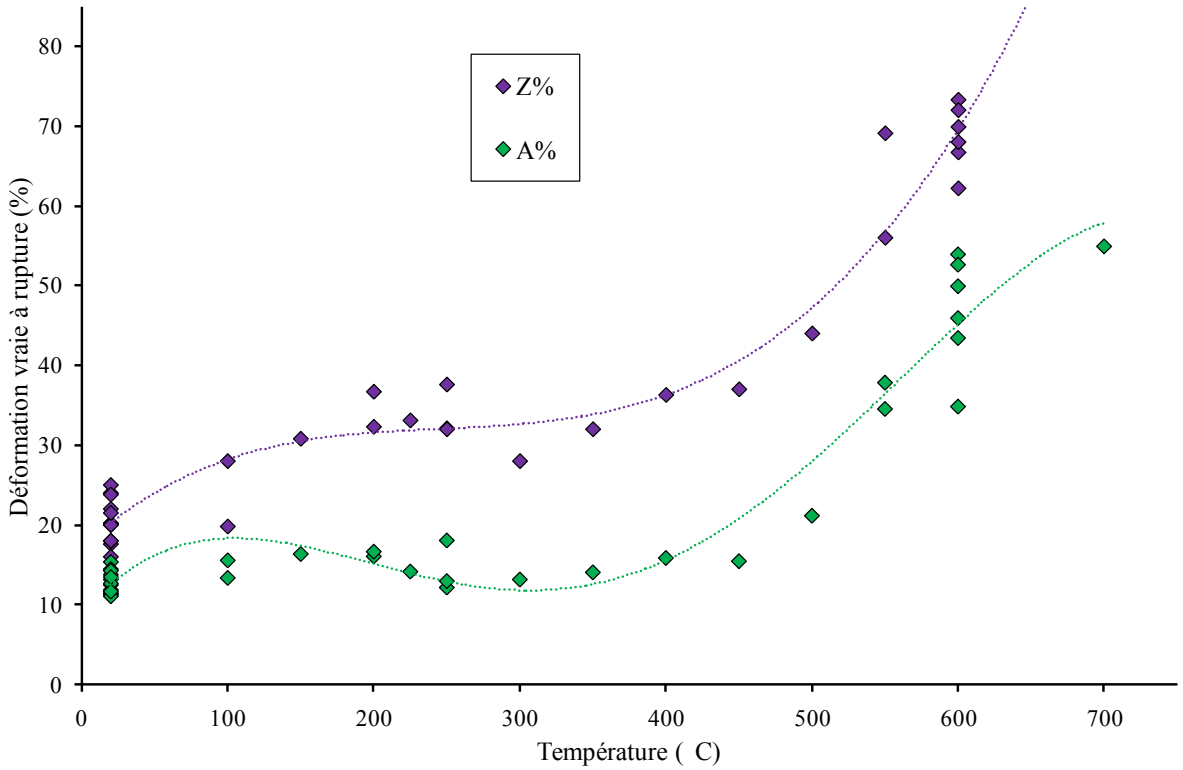


Figure III.61 - Evolution de la déformation à rupture et de la striction en fonction de la température

Le domaine II, au sein duquel $\sigma_{0,2\%}$ et σ_M varient très peu en fonction de la température, est couramment reporté dans la littérature. Son existence a souvent été expliquée par un phénomène de vieillissement dynamique perturbant les mécanismes de déformation à l'échelle microscopique. La sensibilité d'un alliage au vieillissement dynamique peut être mise en évidence en analysant sa sensibilité à la vitesse de déformation qui lui est imposée. Dans le domaine où le vieillissement dynamique est activé, la sensibilité de l'alliage à la vitesse de déformation peut être nulle, voire négative. Dans ce but, le paragraphe suivant fait l'objet de l'étude de la sensibilité à la vitesse de déformation du TA6V.

III.2.1.5 Sensibilité à la vitesse de déformation SRS

La sensibilité de l'alliage à la vitesse de déformation a été étudiée de 20ºC à 600ºC en réalisant des essais de traction avec des sauts de vitesse de déformation. Le protocole expérimental est détaillé dans la partie II.3.5 et comprend trois valeurs de vitesse de déformation imposée : $\dot{\varepsilon}_0 = 1{,}6\text{x}10^{-4}\text{s}^{-1}$ (vitesse de déformation des essais de traction monotone), $\dot{\varepsilon}_+ = 1{,}6\text{x}10^{-3}\text{s}^{-1} = 10\text{x}\dot{\varepsilon}_0$ et $\dot{\varepsilon}_- = 1{,}6\text{x}10^{-5}\text{s}^{-1} = \dot{\varepsilon}_0/10$. Suite à ces sauts de vitesse de déformation, la courbe de traction déformation/contrainte est tracée et permet d'analyser la réponse de la contrainte d'écoulement provoquée par les sauts. En Annexe 1, une étude de la sensibilité à la vitesse de la déformation en fonction de l'étage de prélèvement dans le galet est présentée. Les conclusions de cette étude sont reprises dans la synthèse du comportement en traction de l'alliage (cf. : paragraphe III.2.1.6).

Dans un premier temps, une courbe est présentée par domaine de températures : basses températures (20ºC – 150ºC), températures intermédiaires (200ºC – 400ºC) et hautes températures (450ºC – 600ºC). Dans un deuxième temps, en exposant tous les 50ºC un essai de traction avec des sauts de vitesse de déformation. En ce qui concerne le domaine des basses températures, la Figure III.62 reprend un essai de traction avec sauts de vitesse de déformation réalisé à 20ºC. L'augmentation de vitesse conduit à une augmentation de la contrainte d'écoulement et inversement pour une diminution de la vitesse de déformation. La sensibilité à la vitesse de déformation est donc qualifiée de positive. L'augmentation ou la diminution d'un ordre de grandeur de la vitesse de déformation imposée engendre un gain ou une perte de 40MPa sur la contrainte d'écoulement. Il est intéressant de constater que les changements de vitesse n'entrainent pas de changement du taux d'écrouissage. La courbe présentée sur la Figure III.63 correspond à un essai de traction réalisé avec sauts de vitesse à 350ºC. L'enchainement des vitesses de déformation imposées est le même que pour l'essai précédent à 20ºC. Bien que cet enchainement soit identique, aucune augmentation ou diminution de la contrainte d'écoulement lors du saut n'est observée. L'alliage n'est plus sensible à la vitesse de déformation, celle-ci est qualifiée de nulle. Pour le troisième palier à la vitesse de déformation moyenne ($\dot{\varepsilon}_0$), la contrainte d'écoulement est même légèrement inférieure à celle du palier suivant à $\dot{\varepsilon}_-$. La sensibilité à la vitesse de déformation est ici négative. Des instabilités plastiques de faibles amplitudes sont observées lors du palier à faible vitesse de déformation ($\dot{\varepsilon}_-$) et viennent élargir le tracé de la courbe de traction à cet endroit. La Figure III.64 reprend un essai de traction avec sauts de vitesse de déformation à 600ºC. Les vitesses imposées et leur enchainement sont toujours identiques aux essais précédents. Une augmentation de la vitesse de déformation imposée engendre une augmentation de la contrainte d'écoulement et inversement pour une diminution de la vitesse de déformation imposée. La sensibilité à la vitesse de déformation est donc positive. Cependant, bien que les vitesses imposées soient les mêmes, les amplitudes des variations de la contrainte d'écoulement sont bien plus importantes que pour l'essai réalisé à 20ºC (100MPa à 600ºC contre 40MPa à 20ºC). La présence d'instabilités plastiques sur la courbe d'écoulement aux faibles vitesses de déformation est aussi à noter. Les amplitudes des instabilités sont plus élevées que celles observées à 350ºC et plus clairement définies. Ces instabilités plastiques ou phénomène de Portevin-Le Chatelier révèlent macroscopiquement les interactions des dislocations avec les solutés qui ont lieu microscopiquement lors de la déformation.

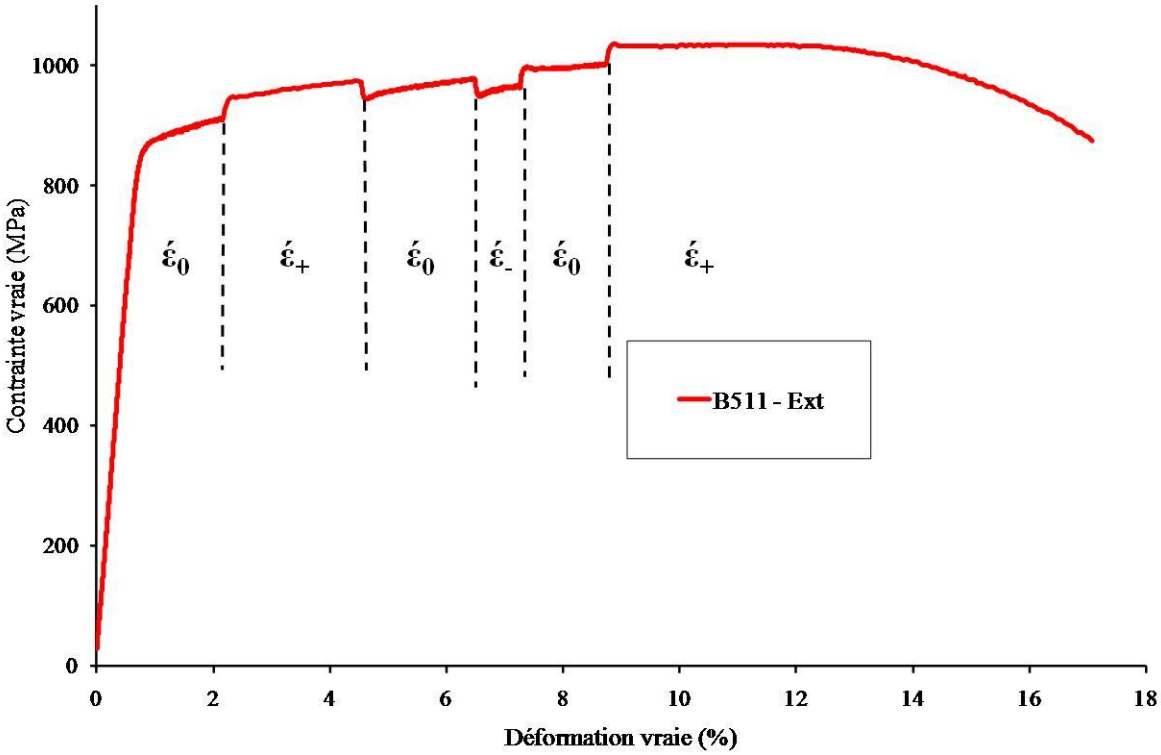


Figure III.62 - Courbe de traction avec sauts de vitesse de déformation à 20°C

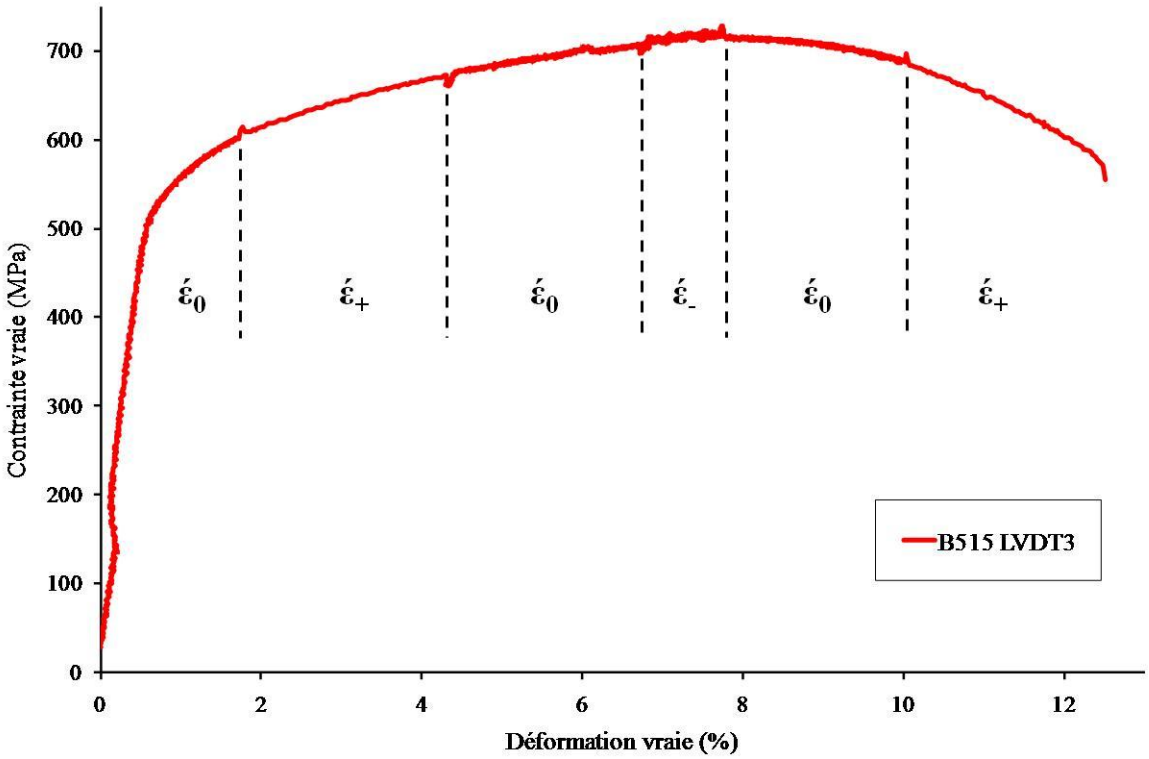


Figure III.63 – Courbe de traction avec sauts de vitesse de déformation à 350°C

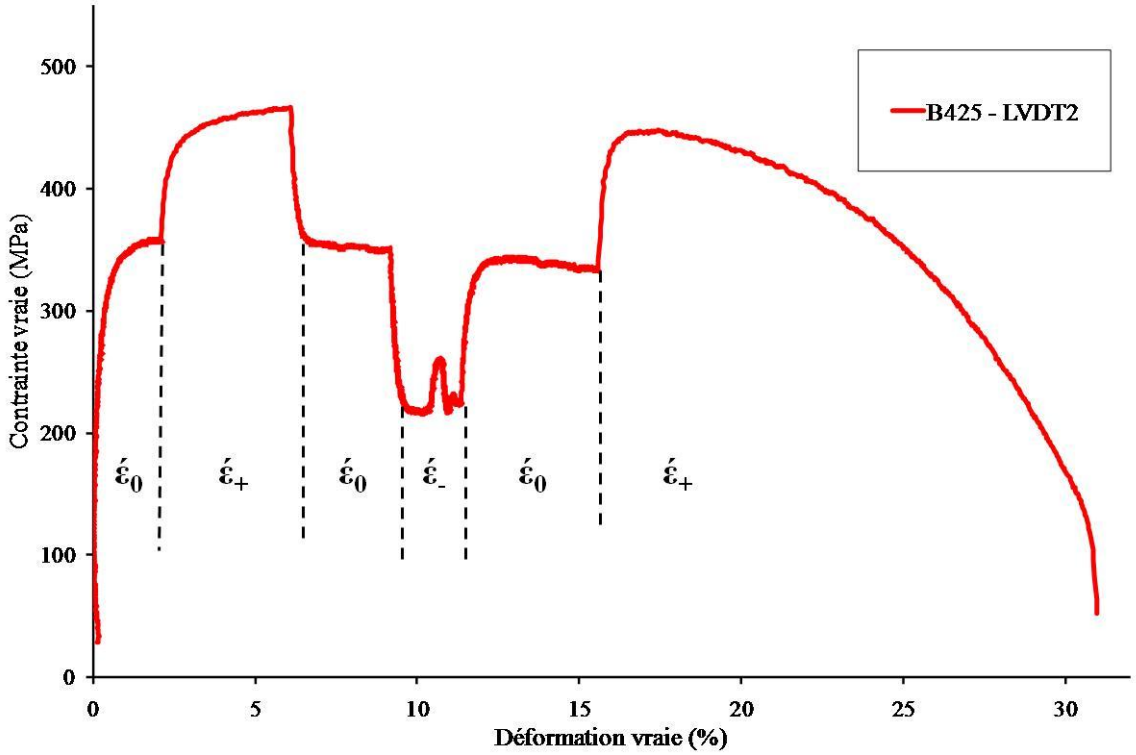


Figure III.64 - Courbe de traction avec sauts de vitesse de déformation à 600ºC

Les essais sont maintenant analysés pour l'ensemble des températures de la plage 20ºC – 600ºC. De la même manière que pour les essais monotones, la Figure III.65 présente une courbe déformation/contrainte pour chaque température allant de 20ºC à 600ºC tous les 50ºC. Les essais ont tous subi le même protocole d'essai (celui présenté dans la partie II.3.4), c'est-à-dire avec le même enchaînement de sauts de vitesse de déformation. Dans la mesure du possible les essais présentés proviennent de prélèvements dans des étages proches 4 et 5, parfois 3, et 2 pour l'essai à 500ºC. Les trois comportements présentés précédemment se retrouvent sur les courbes présentées de manière plus ou moins marquée suivant la température. Le comportement observé à 20ºC est conservé jusqu'à 150ºC, après 200ºC les amplitudes des variations de la contrainte d'écoulement diminuent jusqu'à une valeur nulle à 350ºC. Ce n'est qu'au-delà de 450ºC que l'alliage redevient clairement sensible à la vitesse de déformation. Dans ce domaine, les amplitudes des variations augmentent avec la température alors qu'elles étaient relativement constantes de 20ºC à 200ºC.

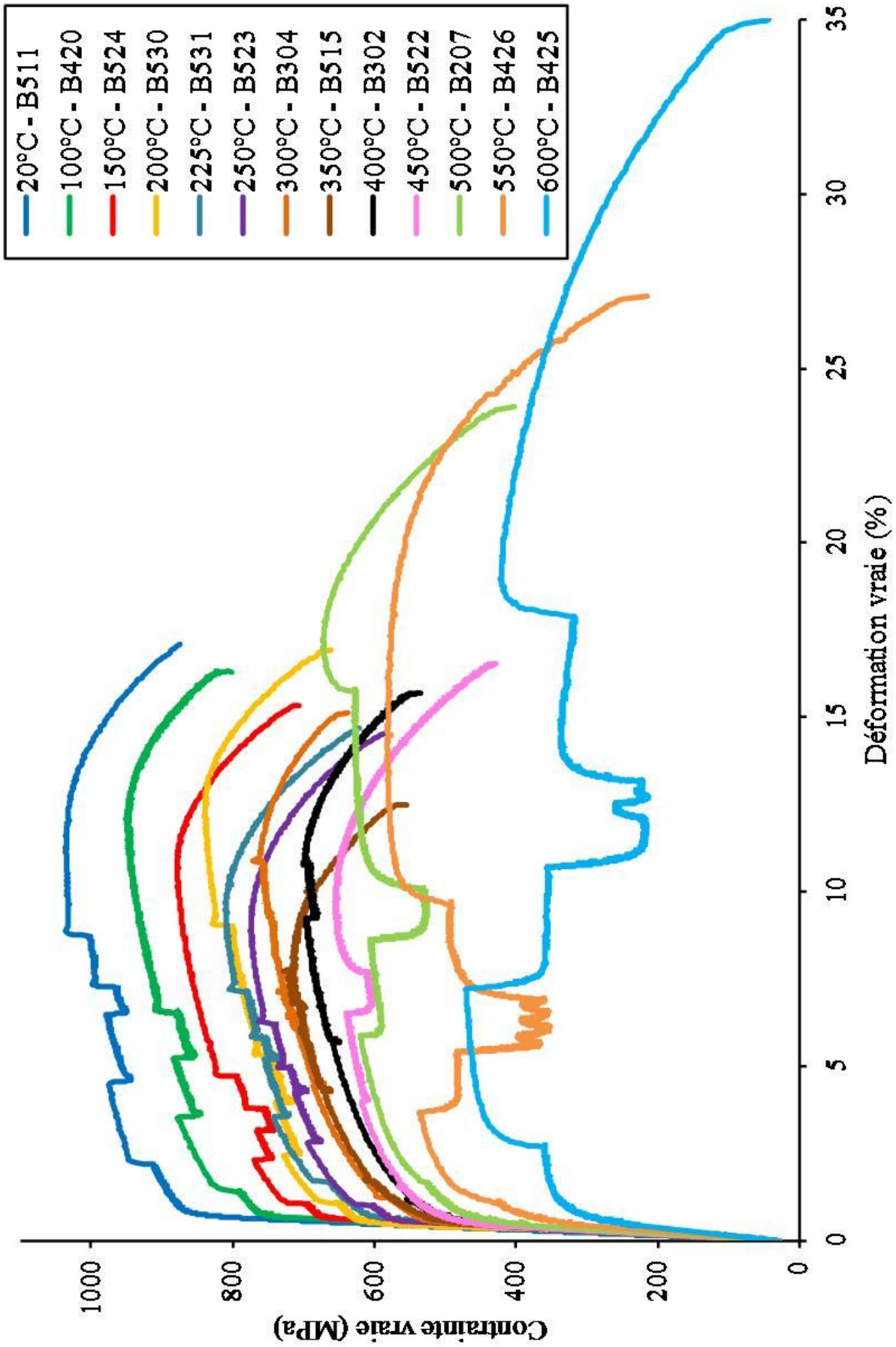


Figure III.65 - Courbes des essais de traction avec sauts de vitesse de 20°C à 600°C

Pour caractériser la sensibilité à la vitesse de déformation il est habituel de la quantifier par le calcul du paramètre m défini selon l'équation éq. III.1.

$$m = \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\varepsilon}}\Big)_T = \frac{\ln \frac{\sigma_2}{\sigma_1}}{\ln \frac{\dot{\varepsilon}_2}{\dot{\varepsilon}_1}} \qquad \textbf{éq. III.1}$$

$\dot{\varepsilon}_1$ représente la vitesse de déformation avant le saut de vitesse, $\dot{\varepsilon}_2$ la vitesse de déformation après le saut de vitesse, σ_1 représente la contrainte avant le saut de vitesse et σ_2 la contrainte après le saut de vitesse. La mesure de ces quatre grandeurs est réalisée pour chaque saut de vitesse de déformation. Afin de distinguer les différents sauts le paramètre m est indicé m_{ij}, selon l'équation éq. III.2 . La valeur de l'indice i symbolise les valeurs des vitesses de déformation mises en jeux lors du saut. L'indice j indice les sauts ayant les mêmes vitesses de déformation en commençant par les plus faibles niveaux de déformation jusqu'aux niveaux les plus élevés. La Figure III.66 reprend la dénomination de m_{ij} en fonction du saut de calcul sur la courbe.

$$m_{ij} \qquad \begin{matrix} i = + \; si \; \dot{\varepsilon}_0 \leftrightarrow \dot{\varepsilon}_+ \\ i = - \; si \; \dot{\varepsilon}_0 \leftrightarrow \dot{\varepsilon}_- \end{matrix} \qquad \text{j = 1, 2 ou 3} \qquad \textbf{éq. III.2}$$

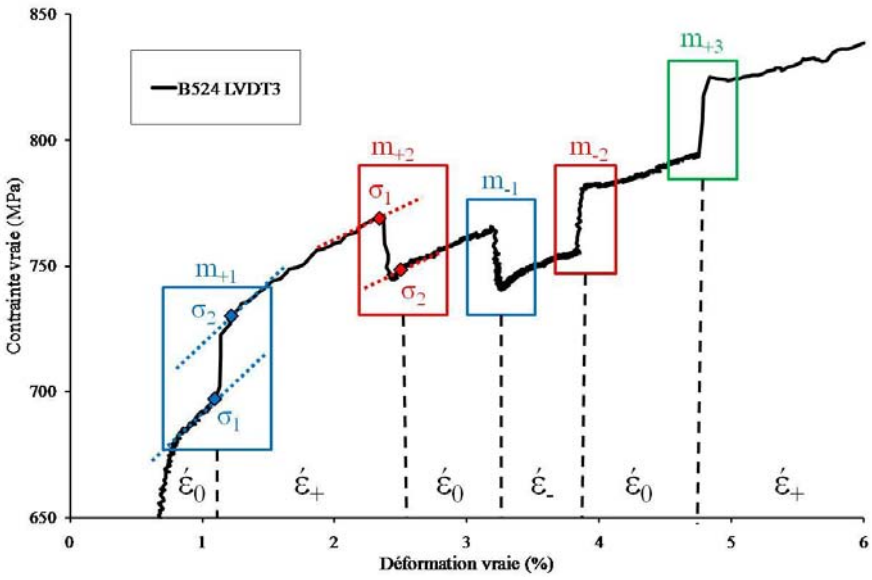


Figure III.66 - Schéma de la mesure et de la position des différents paramètres m

La Figure III.67 reprend l'évolution des valeurs du paramètre m_{ij} en fonction de la température. Les symboles en forme de losange désignent les sauts de vitesse de déformation mettant en jeu les vitesses $\dot{\varepsilon}_0$ et $\dot{\varepsilon}_+$ (i = +) et les symboles en forme de triangle désignent les sauts de vitesse de déformation mettant en jeu les vitesses $\dot{\varepsilon}_0$ et $\dot{\varepsilon}_-$ (i = -). Les triangles et les losanges colorés en bleu correspondent au premier saut de chaque type, celui ayant lieu au plus faible taux de déformation (j=1). Ensuite vient le deuxième saut dont les symboles sont colorés en rouge (j=2) et finalement les symboles colorés en vert pour le troisième saut (j=3). Ces couleurs sont aussi reprises sur la Figure III.66 avec la localisation des paramètres. Les deux courbes bleue et orange correspondent respectivement à l'évolution de la moyenne du paramètre m_{+j} (moyenne des losanges) et m_{-j} (moyenne des triangles) en fonction de la température. Que les losanges ou les triangles soient considérés, il n'y a pas de comportement particulier des différents sauts d'un même essai en fonction du taux de

déformation plastique au moment du saut. Ainsi que le saut de vitesse soit effectué proche de $\sigma_{0,2\%}$ ou après σ_M n'a pas d'influence sur l'évolution de la sensibilité à la vitesse avec la température. Les paramètres m_{+j} d'une part et les paramètres m_{-j} d'autre part seront donc confondus et nommés respectivement m_+ et m_-. Les deux courbes reprennent l'évolution des moyennes sur j pour les deux paramètres m_+ et m_-. En s'intéressant à la courbe bleue, celle impliquant les vitesses de déformation les plus hautes, les trois domaines de température identifiés précédemment sont une fois encore mis en évidence. Le premier domaine de 20ºC à 200ºC affiche un paramètre m_+ positif et constant avec une valeur relativement modérée. La sensibilité à la vitesse de déformation est donc positive dans ce domaine et stable avec la température. De 250ºC à 400ºC, le paramètre m_+ diminue jusqu'à atteindre une valeur nulle, voire négative. La sensibilité diminue donc dans ce domaine jusqu'à devenir nulle, les variations de vitesse n'affectent plus la contrainte d'écoulement. Le cas extrême, où la contrainte d'écoulement suit les variations inverses de la vitesse de déformation, est observé avec une sensibilité négative. Dans le domaine III, m_+ est positif et croit exponentiellement avec la température. La sensibilité à la vitesse de déformation est positive et l'alliage est de plus en plus sensible avec l'augmentation de température. Ce domaine tend vers le comportement superplastique de l'alliage ($m > 0,3$). Si la courbe orange est désormais considérée, impliquant les deux vitesses de déformation les plus faibles ($\dot{\varepsilon}_0$ et $\dot{\varepsilon}_-$), trois domaines sont aussi observés avec les mêmes évolutions du paramètre m_- en fonction de la température. Cependant, les trois domaines sont décalés de 50ºC vers de plus basses températures. Ainsi, le premier domaine s'étend de 20ºC à 150ºC, le deuxième de 150ºC à 350ºC et au-delà de 350ºC c'est le troisième domaine. La vitesse de sollicitation en déformation influence donc la plage de température qui sera concernée par le vieillissement dynamique.

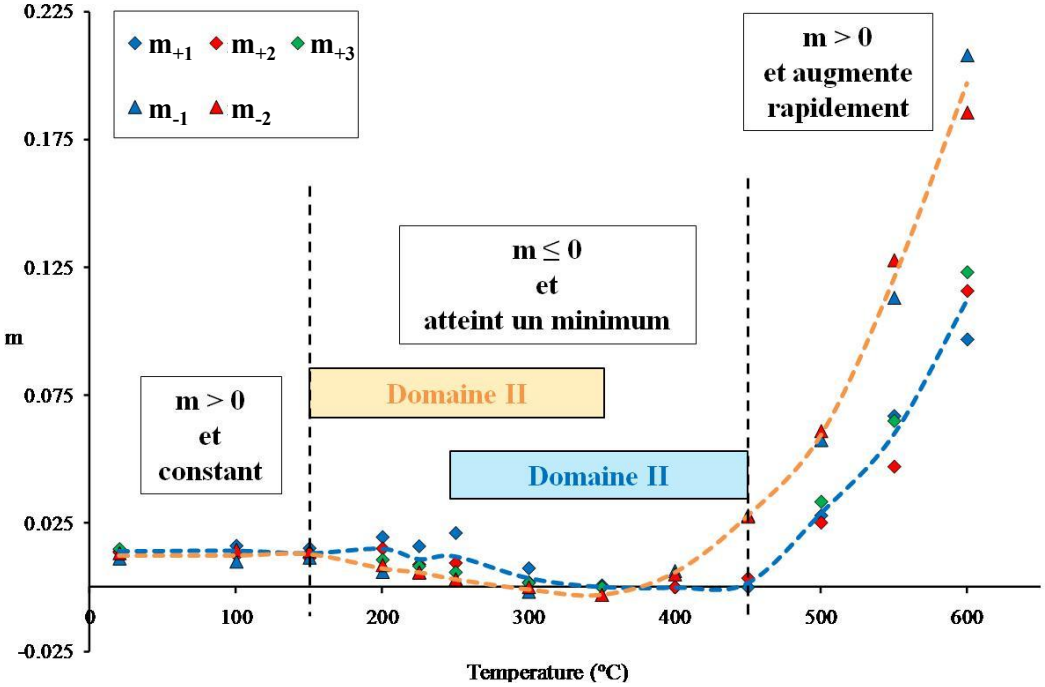


Figure III.67 - Evolution des différents paramètres de sensibilité à la vitesse de déformation en fonction de la température

III.2.1.6 Synthèse sur le comportement en traction

Les essais de traction ont permis de caractériser le comportement mécanique de l'alliage de 20ºC à 600ºC. Les différents prélèvements au sein du galet ont montré une hétérogénéité de propriétés allant de l'extérieur vers le centre du galet. Ce gradient suit le gradient de microstructure observé dans la partie III.1.2.1. La microstructure plus fine en peau affiche les propriétés mécaniques de traction les plus élevées (Loi de Hall et Petch). Au sein d'un même étage la réponse mécanique a été étudiée en fonction du prélèvement et de l'orientation – radiale ou tangentielle – en relation avec le fibrage. Ces variations n'ont pas montré d'évolution assez significative pour être découplées de la dispersion matière des essais de traction (la seule tendance pourrait consister en un A% moindre pour les prélèvements tangentiels). Les vieillissements thermiques à 600ºC pendant 24 heures n'ont pas montré d'effet sur les propriétés en traction à 20ºC et à 600ºC. Les vieillissements thermiques sous charge n'ont pas montré d'influence sur les propriétés mécaniques de l'alliage à 20ºC. Pour les essais à haute température (600°C) les mêmes vieillissements semblent induire peu de variations voire une augmentation de la résistance mécanique. Dans tous les cas, aucun abattement des propriétés mécaniques lié aux vieillissements n'a été identifié. La première approche consistant à simplifier l'application finale à sa température maximale (600ºC) avec ou sans charge pendant une durée englobant la durée d'utilisation souhaitée ne montre pas de résultats rédhibitoires quant à l'utilisation du TA6V. L'étude du comportement mécanique en traction tous les 50ºC sur la plage 20ºC – 600ºC montre une évolution non linéaire des propriétés avec trois domaines de comportement en fonction de la température : un premier domaine de 20ºC à 200ºC, un deuxième domaine de 200ºC à 400ºC et un troisième domaine de 400ºC à 600ºC. Les trois domaines sont superposés aux courbes d'écoulement en traction sur la Figure III.68. Le domaine intermédiaire se caractérise par des propriétés en traction qui restent stables avec la température, ce domaine correspond à une activation des phénomènes de vieillissement dynamique.

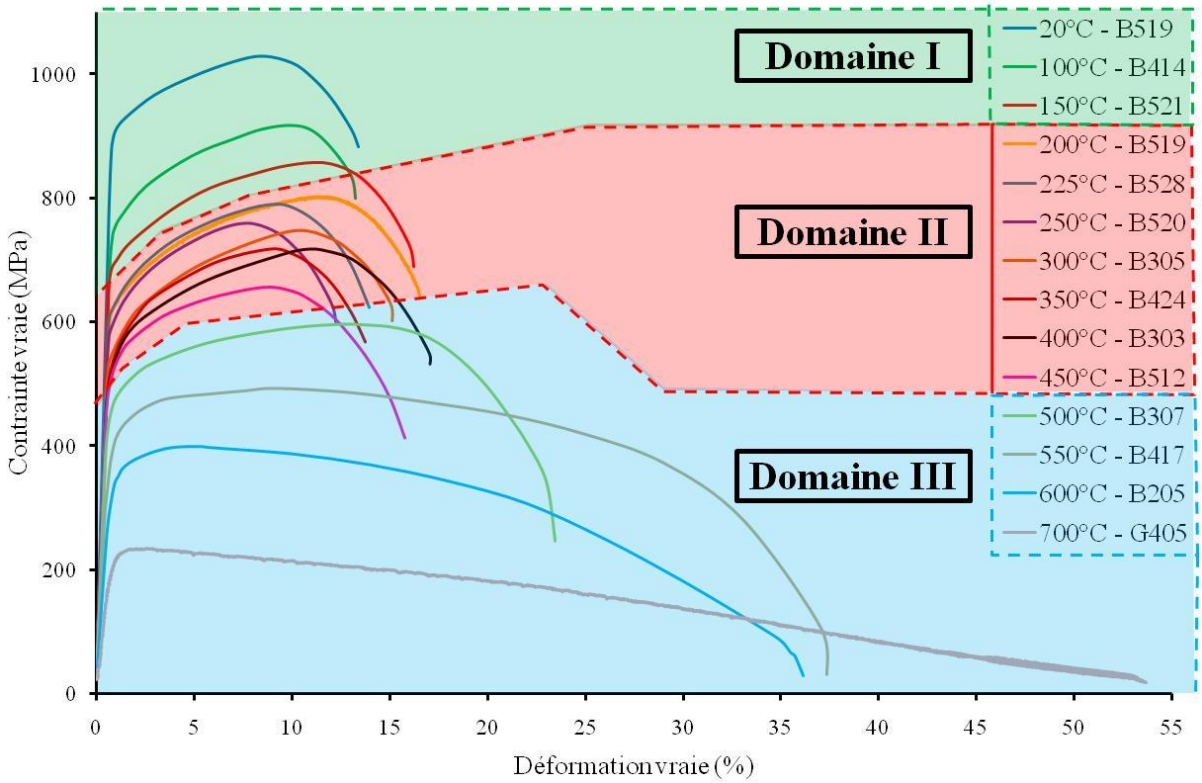


Figure III.68 - Schématisation des trois domaines de température sur les propriétés en traction de l'alliage

L'étude de la sensibilité à la vitesse de déformation de l'alliage permet aussi de mettre en évidence ces trois domaines. Dans le domaine I, la SRS est positive, indépendante de la température et modérée. Dans le domaine II, la SRS est nulle voire négative, l'alliage n'est plus sensible à la vitesse de déformation, la contrainte d'écoulement présente, à faible vitesse de déformation imposée, des instabilités plastiques. Dans le domaine III, la SRS est de nouveau positive et augmente très rapidement avec la température, l'alliage est très sensible à la vitesse de déformation. Dans chacun de ces domaines, pour une vitesse de déformation et une température données, la SRS ne dépend pas de la déformation. De plus, les sauts de vitesse n'entrainent pas de variation du taux d'écrouissage de l'alliage. L'étude de la sensibilité à la vitesse de déformation en fonction de l'étage de prélèvement, présentée en Annexe 4, montre que malgré une résistance mécanique plus forte pour l'étage 1 la sensibilité à la vitesse est la même quel que soit la taille de grains. Cette sensibilité est donc la manifestation d'un phénomène à une autre échelle que la taille de grains. De plus la sensibilité à la vitesse de déformation négative observée dans le domaine intermédiaire confirme l'activation de phénomènes de vieillissement dynamique, c'est-à-dire d'interactions entre les dislocations et les solutés en solution solide.

III.2.2 Etude du comportement en fluage

III.2.2.1 Matrice d'essais et résultats

Pour dimensionner une pièce industrielle, il faut être capable d'anticiper ses déformations lors de son fonctionnement. Les conditions de températures et de contraintes imposées demandent de prendre en compte le fluage du matériau. Afin de caractériser le comportement en fluage du TA6V pour notre application, cent douze essais de fluage de 20ºC à 650ºC sous différents niveaux de chargement ont été réalisés. Toutes les conditions de fluage testées sont présentées sur la Figure III.69 en fonction de la température et de la contrainte imposées. Ces essais ont été réalisés au CIRIMAT et à DGA TA et interprétés en suivant les protocoles expérimentaux décrits dans le paragraphe II.3. La durée de disponibilité des bancs de fluage à DGA TA a permis de doubler, voire tripler certaines conditions d'essai pendant le temps imparti de la thèse. La matrice d'essais de la Figure III.69 est superposée au domaine de fonctionnement du compresseur défini à partir de trois points caractéristiques symbolisés par des ronds bleus. Les trois points correspondent au point de température maximale, au point de contrainte maximale et à un pont de fort couple température/contrainte. Ces valeurs de température et de contrainte sont issues d'un modèle éléments finis du compresseur avec un comportement matériau purement élastique [Surand, 2013]. Les contraintes et températures devraient donc être plus faibles en réalité grâce à la plastification locale de certaines zones déchargeant la structure. Ainsi, la campagne d'essais permet de caractériser le comportement de TA6V en fluage aux limites de son utilisation. Les valeurs de $\sigma_{0,2\%}$ et σ_M sont reportées en fonction de la température sur ce même graphique. Les conditions de fluage sont souvent très proches de la limite d'élasticité, voire supérieures à cette dernière à la température considérée. Les essais ont été réalisés sur des éprouvettes issues de trois galets différents mais provenant du même lot matière. Les éprouvettes ont exclusivement été prélevées dans les étages 4 des galets pour limiter la dispersion des résultats et pour tester les conditions d'essai sur les zones du compresseur réellement sollicitées par ces conditions.

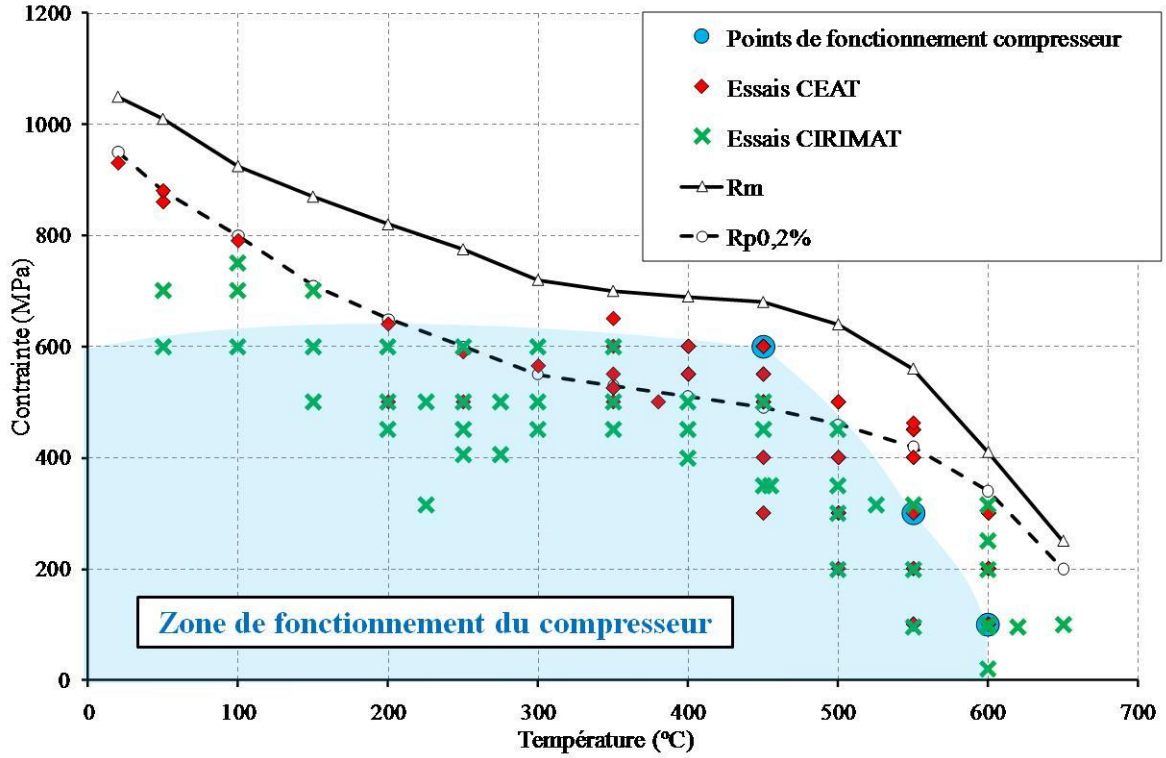


Figure III.69 - Matrice des conditions d'essais de fluage testées

Les figures III.70 à III.83 présentées ci-dessous reportent les courbes de fluage réalisées aux différentes températures : 20ºC, 50ºC, 100ºC, 150ºC, 200ºC, 250ºC, 300ºC, 350ºC, 400ºC, 450ºC, 500ºC, 550ºC, 600ºC et 650ºC. Pour chaque température, une courbe est présentée pour chaque contrainte étudiée (la répétabilité des essais n'est pas montrée ici mais discutée en Annexe 1). Un rapport de chargement (r) est défini pour chaque essai comme étant le ratio entre la contrainte de fluage appliquée et la limite d'élasticité de l'alliage sous une vitesse de $1,6x10^{-4}s^{-1}$ à la température de l'essai de fluage. La référence de l'éprouvette, la contrainte appliquée et le rapport de charge correspondant sont indiqués pour chaque essai. A 20ºC (Figure III.70), un seul essai a été réalisé sous 930MPa correspondant à un rapport de charge r = 1. La courbe obtenue est caractéristique des courbes de fluage du domaine 20ºC – 150ºC pour un niveau de contrainte élevée ($r \geq 0,9$). La rupture peut être observée en une ou plusieurs centaines d'heures. La courbe de fluage présente deux stades de fluage : primaire et tertiaire. Le stade primaire est très marqué représentant 6% de déformation quel que soit la température et la contrainte ($r \geq 0,9$) dans ce domaine et pouvant durer de 30 heures à 300 heures selon la température. Le stade secondaire ne peut pas être défini, la vitesse de fluage diminue continument jusqu'à un minimum marquant la transition dans le stade tertiaire. Le stade tertiaire dure et génère une déformation du même ordre de grandeur que le stade primaire. Dans ce domaine de 20ºC à 150ºC, pour une contrainte inférieure à $0,9x\sigma_{0,2\%}$ mais supérieure à $0,8x\sigma_{0,2\%}$, une très faible déformation de fluage est observée (Figures III.70 – 73). La vitesse de déformation diminue très rapidement pour atteindre des valeurs très faibles ($10^{-10}s^{-1}$). Le stade secondaire n'est pas identifiable, la courbe semble uniquement composée d'un stade primaire fournissant une très faible déformation, seulement 0,2% en 100 heures contre une déformation supérieure à 2% pour un rapport de chargement supérieur à 0,9. Les trop faibles déformations mesurées dans ces conditions ne permettent pas d'affirmer qu'il a y réellement une activation du fluage. Pour une contrainte inférieure à $0,8x\sigma_{0,2\%}$ aucune déformation de fluage n'est observée, le fluage n'est pas activé.

Dans le domaine 200ºC - 300ºC, un autre type de courbe est observé (Figures III.74 – 76). Aucun des essais réalisés n'a mené à la rupture du matériau, même pour des essais de 450 heures avec des rapports de chargement de 1,06. Une déformation de fluage n'est mesurée que pour des rapports de charge supérieurs à 0,9. Ce fluage se compose d'un stade primaire conduisant à une vitesse de déformation nulle. Après une vingtaine d'heures le matériau ne flue plus, même pour des durées d'essai de 450 heures. La déformation engendrée augmente avec l'augmentation du rapport de charge à température constante. Pour un même rapport de chargement, la déformation diminue avec l'augmentation de la température. Il est intéressant de noter qu'à 300ºC des rapports de charge allant de 0,9 à 1,06 ont été testés et que pour tous ces différents niveaux de contrainte, la déformation mesurée au cours de l'essai reste similaire et faible (< 0,15% après 350 heures d'essai). Ainsi à 300ºC, la contrainte n'influence que très peu la déformation. De plus la vitesse de déformation primaire semble diminuer plus lentement. Le fluage est particulièrement limité à 300ºC.

A 350ºC (Figure III.77), un niveau de chargement important est nécessaire pour observer une rupture dans la durée des essais réalisés, pour un chargement de 1,02 la rupture n'est pas observée même après 10 000 heures d'essai. La vitesse de déformation diminue continument jusqu'à un minimum puis augmente jusqu'à rupture, il n'y a pas de stade secondaire. La transition se fait directement d'un stade primaire vers un stade tertiaire. La diminution de la vitesse de déformation augmente en diminuant le rapport de charge. Cette diminution est plus rapide que lors des essais à 200ºC pour le même rapport de charge.

De 400ºC à 650ºC, des courbes de fluage plus classiques sont obtenues possédant trois stades de fluage lorsque la durée de l'essai le permet (Figures III.78 – 83). Dans ce domaine le matériau est

de plus en plus sensible au fluage avec l'augmentation de la température, c'est-à-dire que la rupture apparait de plus en plus tôt pour des rapports de charge de plus en plus faibles. En effet, si un rapport de charge de 1,07 (450MPa) à 400ºC (Figure III.78) est nécessaire pour observer une rupture en 1 600 heures, un rapport de charge de seulement 0,38 (100MPa) à 650ºC permettra une rupture en moins de 40 heures (Figure III.83). Dans ce domaine de température, une déformation de fluage a toujours été mesurée quel que soit le niveau de contrainte appliqué. La rupture a toujours pu être observée pour les essais non interrompus en moins de 3 500 heures. La déformation à rupture est supérieure à celle observée pour les températures inférieures à 400ºC. En effet, des déformations jusqu'à 12% sont observées de 20ºC à 150ºC, inférieures à 10% de 200ºC à 350ºC et supérieures à 12% à 400ºC. Cette déformation augmente après 400ºC avec la température pour atteindre une déformation de 60% à 650ºC. La vitesse de fluage diminue instantanément et le stade primaire est relativement court en temps et faible en déformation par rapport aux deux autres stades que sont le stade secondaire et le stade tertiaire. La vitesse de fluage secondaire augmente rapidement avec l'augmentation de la contrainte pour chaque température. Plus la température augmente et plus le stade tertiaire est prépondérant aussi bien en temps relativement à la durée totale de l'essai qu'en déformation. Ainsi, plus la température augmente plus la courbe de fluage passe d'un stade primaire et secondaire prépondérants à une courbe de fluage dominée par un stade tertiaire.

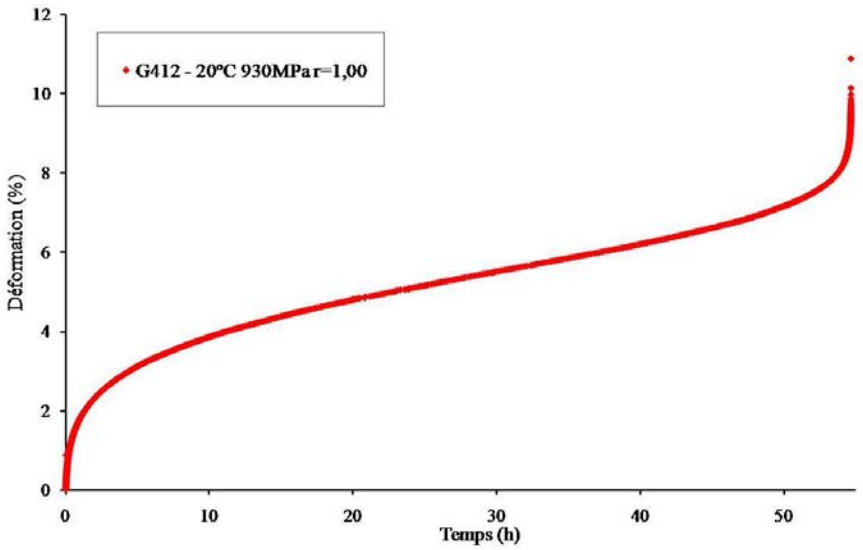


Figure III.70 - Courbe de fluage à 20°C sous 930MPa

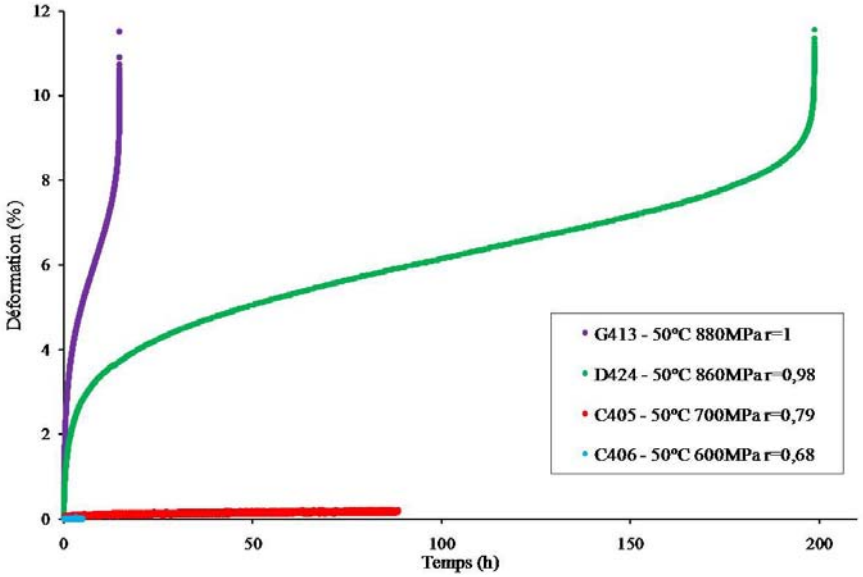


Figure III.71 - Courbes de fluage à 50°C

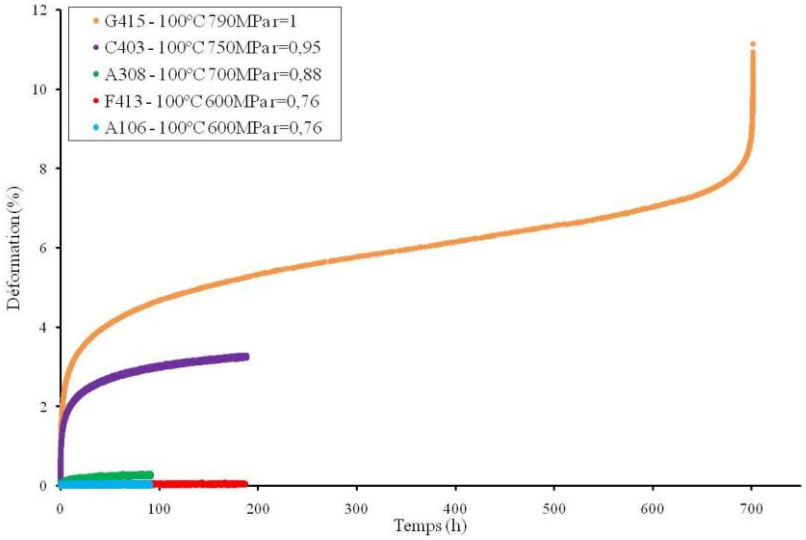


Figure III.72 - Courbes de fluage à 100°C

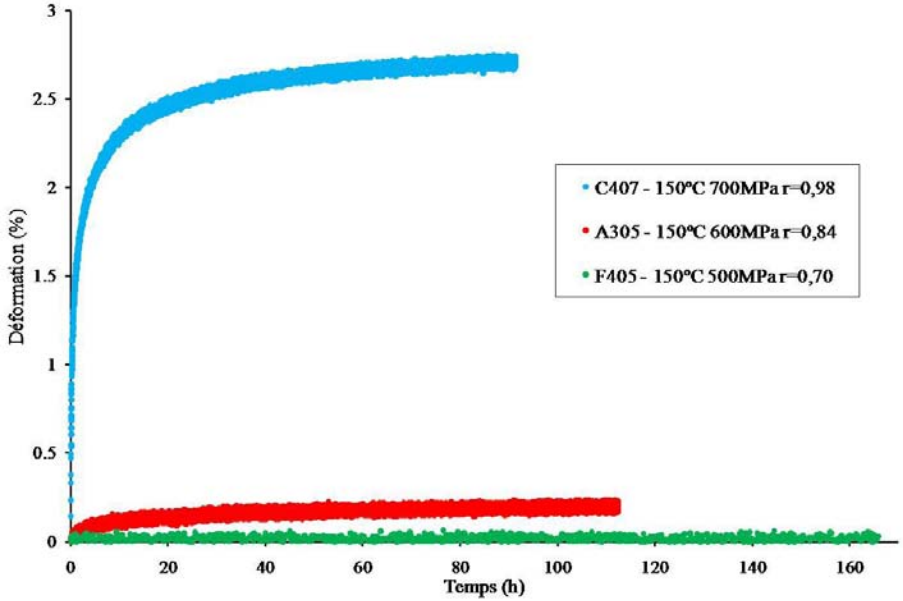


Figure III.73 - Courbes de fluage à 150°C

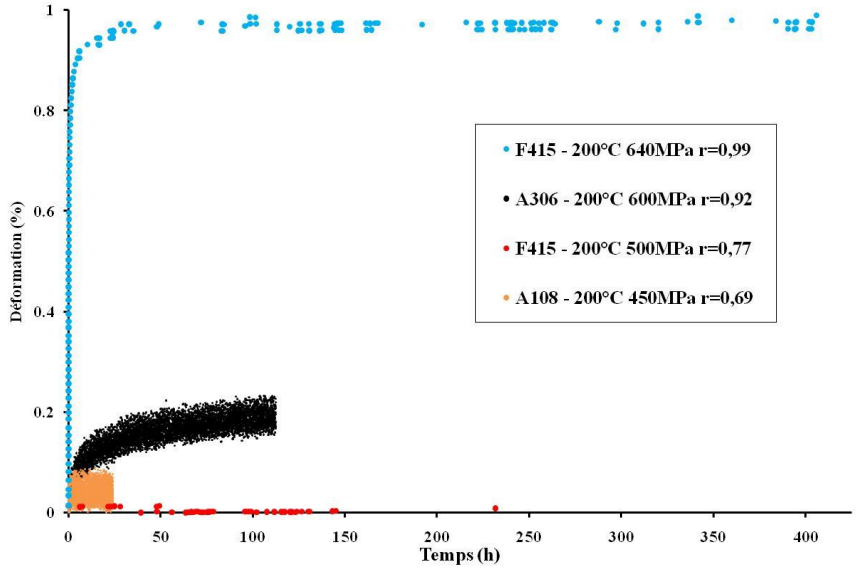


Figure III.74 - Courbes de fluage à 200°C

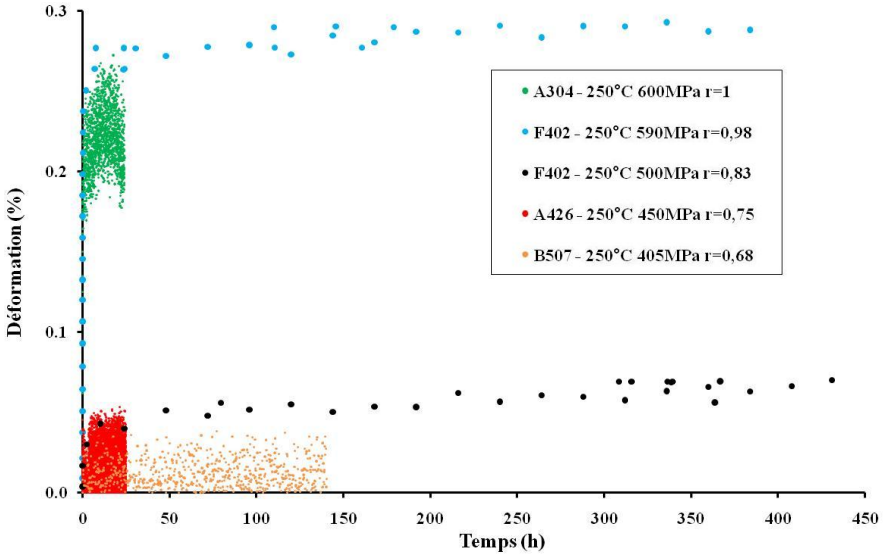


Figure III.75 - Courbes de fluage à 250°C

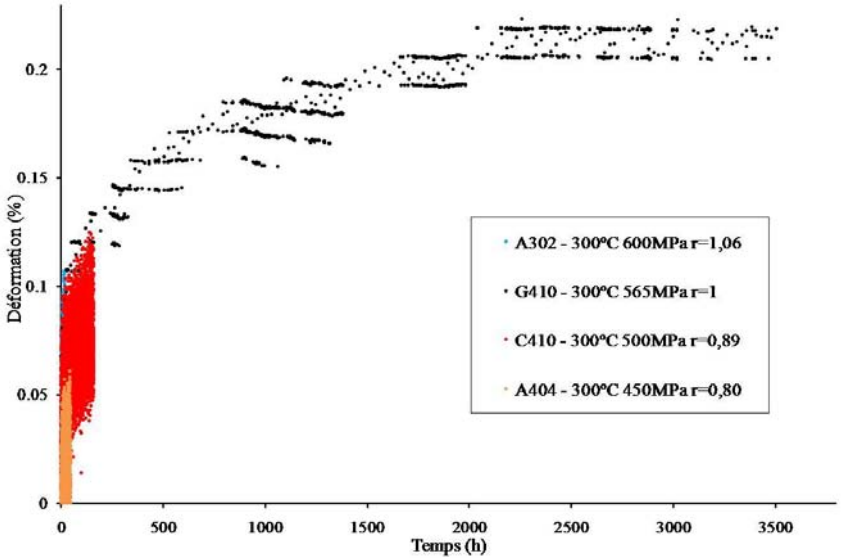


Figure III.76 - Courbes de fluage à 300°C

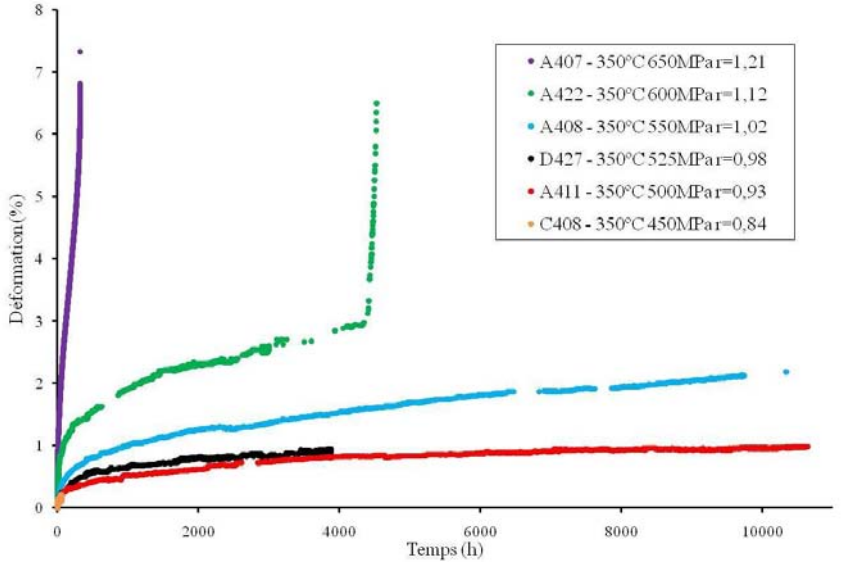


Figure III.77 - Courbes de fluage à 350°C

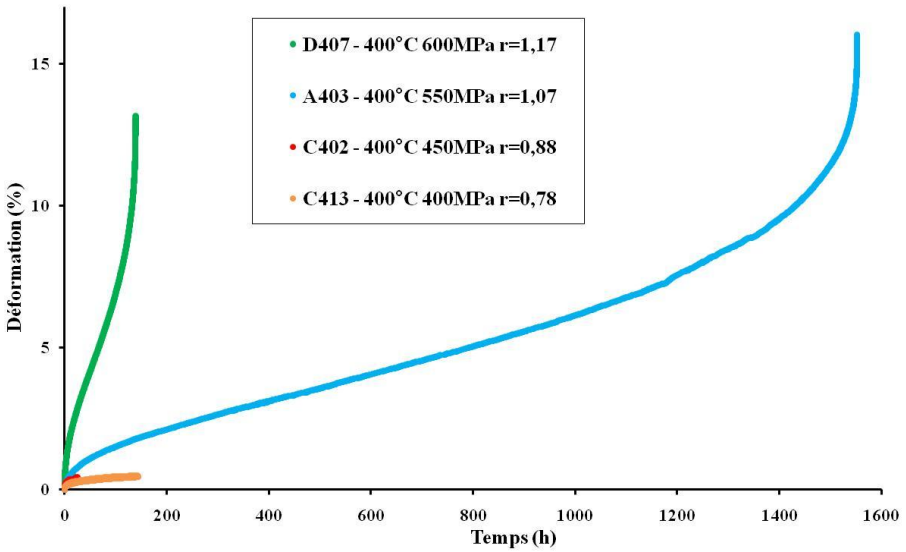


Figure III.78 - Courbes de fluage à 400°C

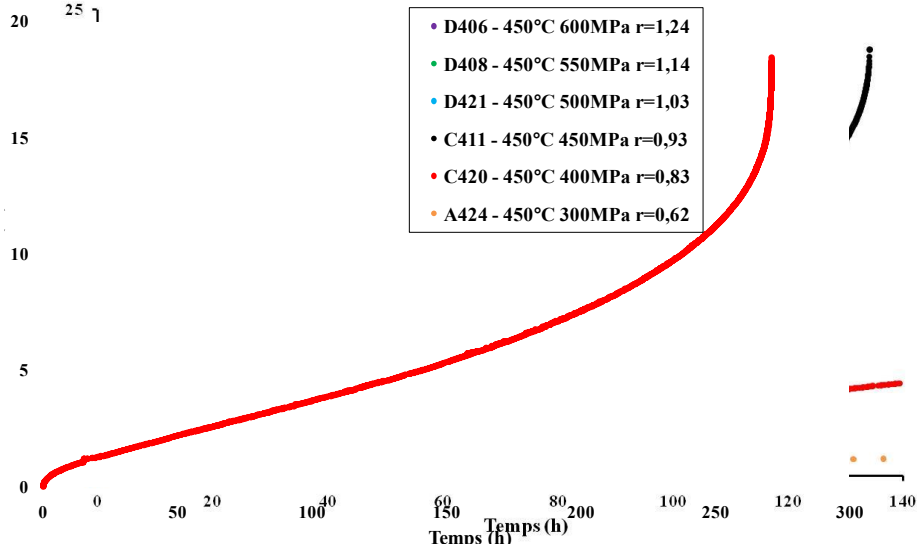


Figure III.79 - Courbes de fluage à 450°C

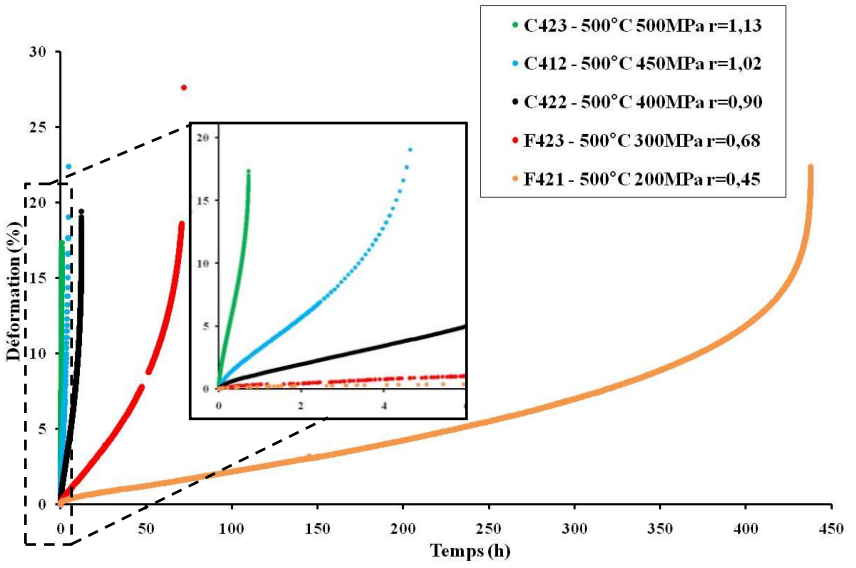


Figure III.80 - Courbes de fluage à 500°C

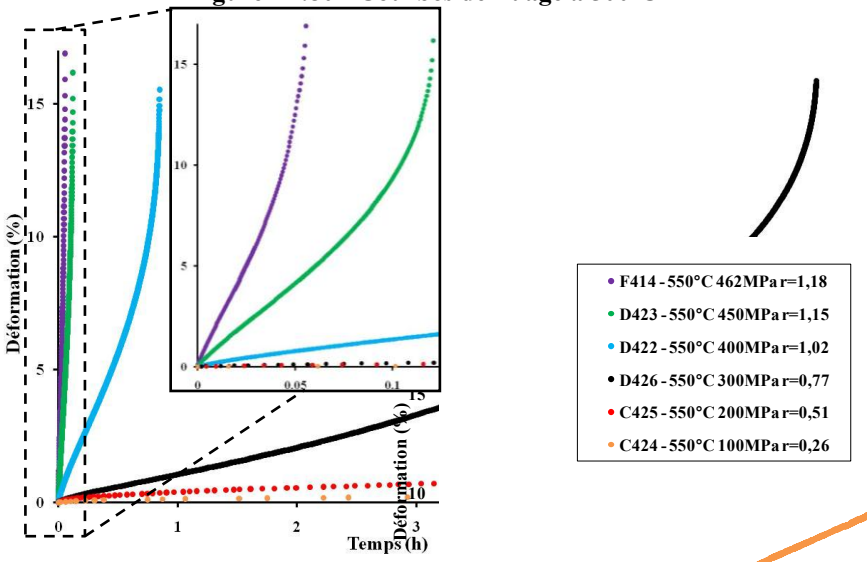


Figure III.81 - Courbes de fluage à 550°C

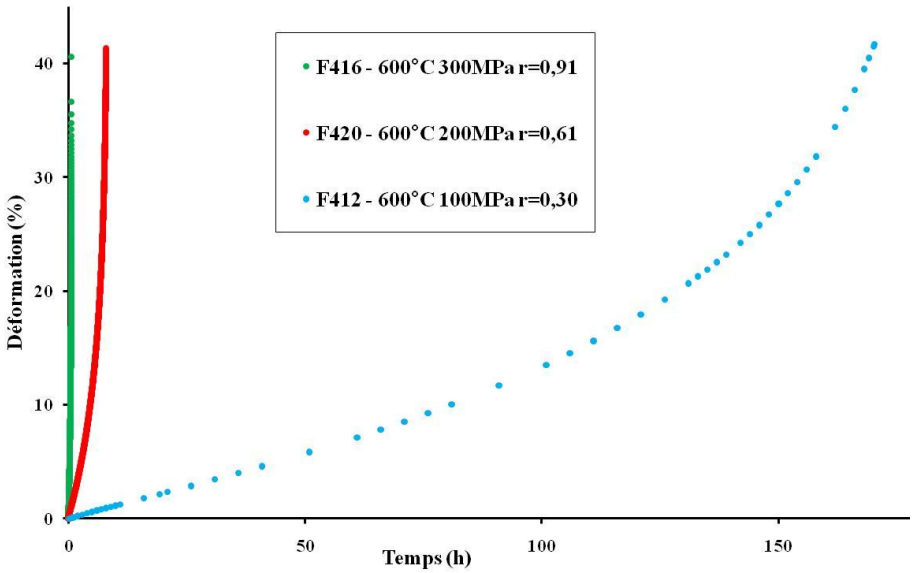


Figure III.82 - Courbes de fluage à 600°C

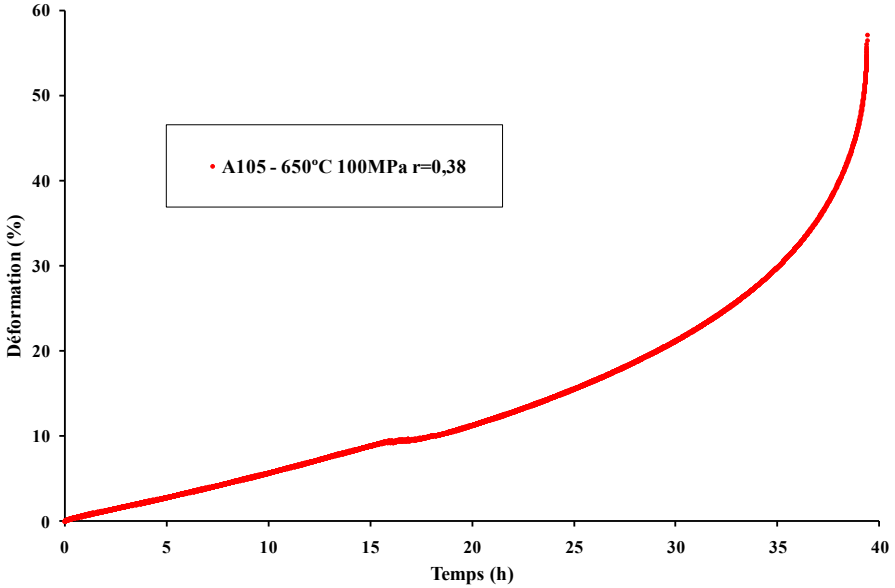


Figure III.83 – Courbe de fluage à 650°C

Les observations faites pour l'ensemble de la plage de température sont synthétisées sur la Figure III.84. Lorsqu'elle existe, une courbe de fluage à rupture y est tracée pour chaque température. Les courbes sont normées, c'est-à-dire que la déformation et le temps de chaque courbe est divisée par la déformation et le temps à rupture mesurés lors de l'essai considéré. Cette représentation permet ainsi de comparer l'allure globale des courbes de fluage. Les valeurs ayant servies à normaliser chaque courbe sont reprises dans le Tableau III.17. Les essais G412, D424 et G415 témoignent du comportement à basses températures où la courbe de fluage se compose d'un stade primaire et tertiaire avec une contribution similaire des deux stades à la déformation finale et d'une durée équivalente. Ce comportement peut être observé aux températures intermédiaires mais seulement pour des rapports de chargement plus élevés, comme le montre l'essai A407. La rupture n'ayant pas été observée à des rapports de chargement plus faibles les courbes ne sont pas reportées sur le graphique. A partir de 400ºC, les courbes montrent un comportement différent où le stade primaire est beaucoup moins marqué et diminue avec la température. Un stade secondaire apparait. Le stade tertiaire est prépondérant en déformation et en temps. Après 500ºC, le stade primaire est absent et le stade tertiaire augmente avec l'augmentation de la température.

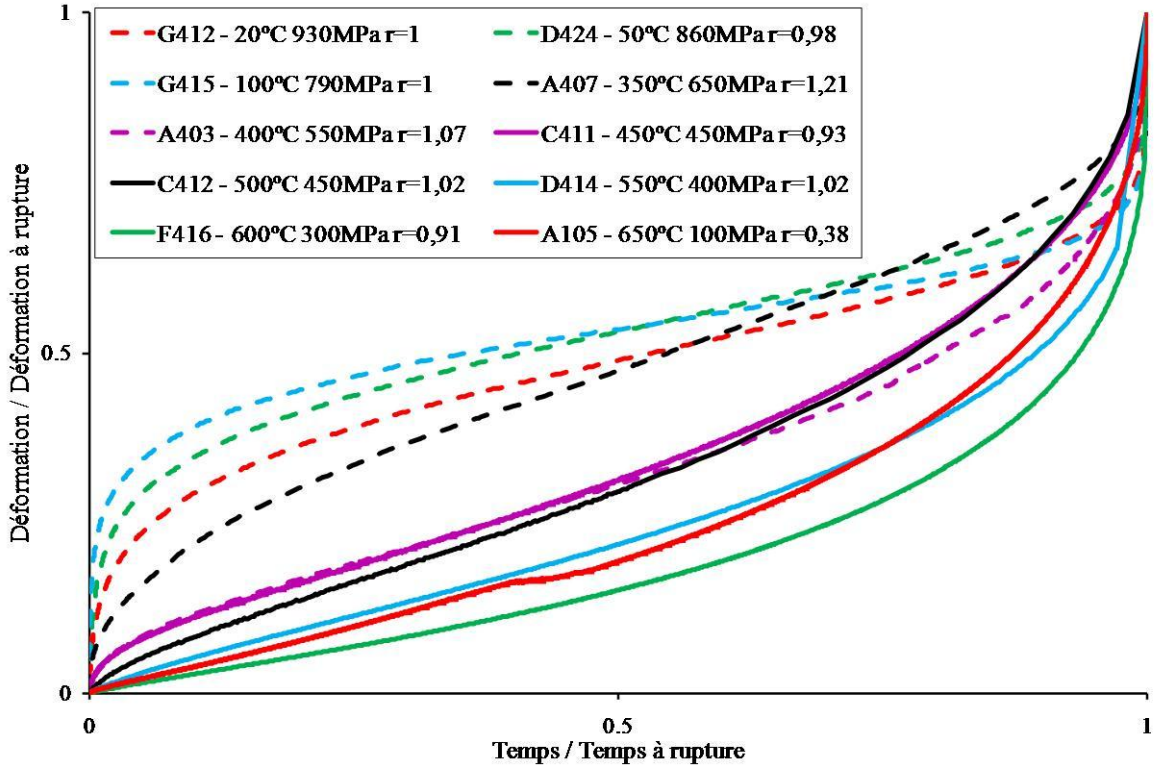


Figure III.84 - Courbes de fluage de 20ºC à 650ºC normalisées

Tableau III.17 - Données utilisées pour normalisation des essais de fluage

	20ºC	50ºC	100ºC	350ºC	400ºC	450ºC	500ºC	550ºC	600ºC	650ºC
Temps max (h)	54,7	198,7	701,2	325,9	1552,6	134,2	4,7	6,4	0,66	39,4
Déformation max (%)	10,9	11,6	11,1	6,0	16,0	22,8	22,4	18,8	20,9	57,2

Afin d'intégrer le plus de résultats d'essais, de mettre en valeur l'effet de la température sur le comportement en fluage et de couvrir l'application finale, la déformation de fluage après 24 heures a été tracée en fonction de la température sur la Figure III.85. Le rapport de charge a lui aussi été reporté sur le graphique à côté de chaque point d'essai. Ces valeurs ont permis de tracer des courbes d'iso-rapport de charge sur le graphique (ici, r = 0,98, r = 0,88 et r = 0,75). Trois domaines de températures sont mis en évidence. Le premier de 20ºC à 150ºC, où le fluage ne semble activé qu'au-delà d'une certaine valeur de contrainte correspondant à un rapport de charge voisin de 0,9. Dans ce domaine la déformation de fluage mesurée au bout de 24 heures diminue linéairement lorsque la température augmente. Le matériau apparait plus sensible au fluage à température ambiante qu'à 150ºC. Entre 200ºC et 350ºC, un deuxième domaine est observé où la déformation de fluage après 24 heures est très faible, voire nulle, même pour un rapport de charge de 1, supérieur à la contrainte seuil précédente. La déformation mesurée n'évolue pas en fonction de la température. Dans ce domaine le fluage de l'alliage apparait comme bloqué. La déformation après 24 heures de fluage atteint un minimum vers 275ºC. Ce domaine coïncide avec le domaine II précédemment observé lors du comportement en traction pour de faible vitesse de déformation en traction. Cela semble logique puisque le fluage met en jeu de faibles vitesses de déformation. Ainsi, le domaine est légèrement décalé vers les températures plus basses comme déjà observé en traction. Au-delà de 350ºC, il ne semble plus y avoir de blocage du fluage, le matériau flue très rapidement même pour de faibles rapports de charge. La déformation mesurée après 24 heures augmente très fortement avec l'augmentation de température. Ici, le matériau est très sensible au fluage.

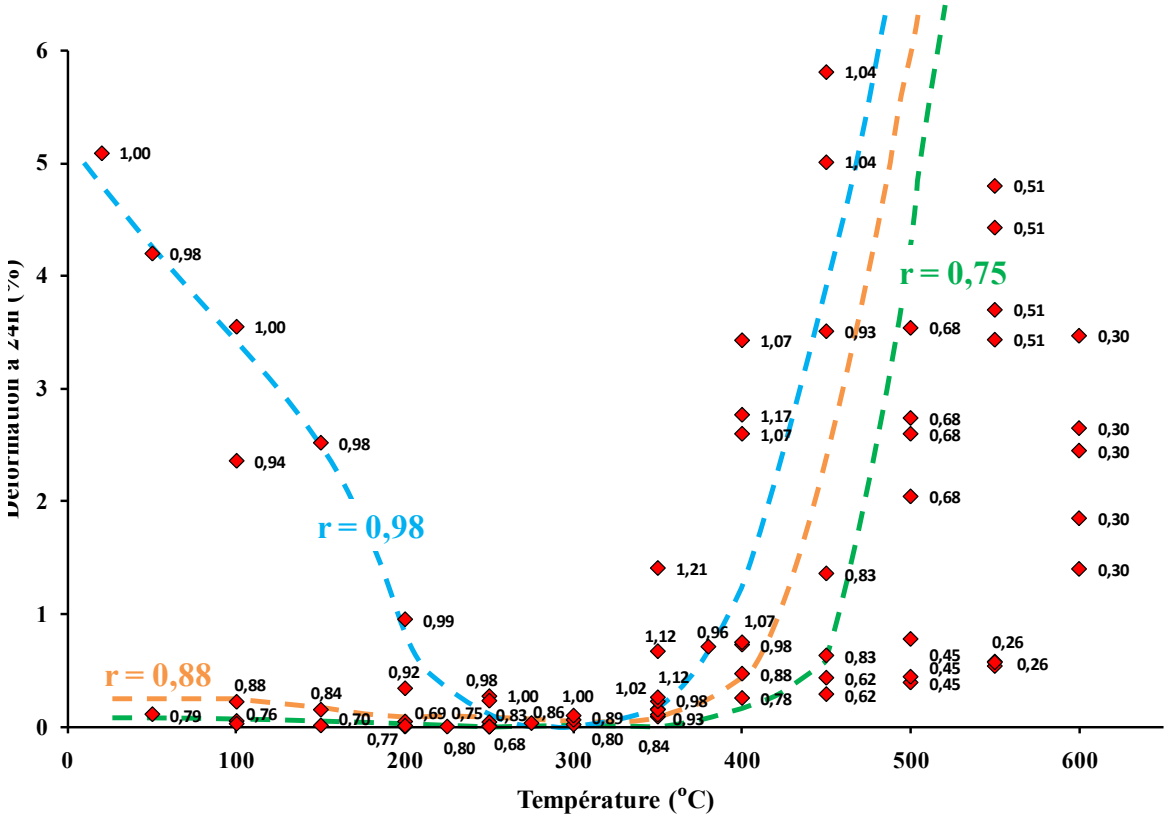


Figure III.85 - Evolution de la déformation de fluage après 24h en fonction de la température

Ce comportement avec un domaine de température où la résistance au fluage est augmentée se retrouve aussi en comparant les courbes de fluage à iso rapport de charge pour plusieurs températures. La Figure III.86 reprend les courbes de fluage réalisées pour un rapport de chargement proche de 1 de 20ºC à 600ºC. En comparant les courbes sur les 100 premières heures de fluage, le comportement en fluage étudié jusqu'à présent est retrouvé. Les courbes montrent une résistance au fluage qui augmente avec la température de 20ºC à 300ºC et diminue de 300ºC à 600ºC. Le maximum de résistance est donc bien situé entre 250ºC et 350ºC.

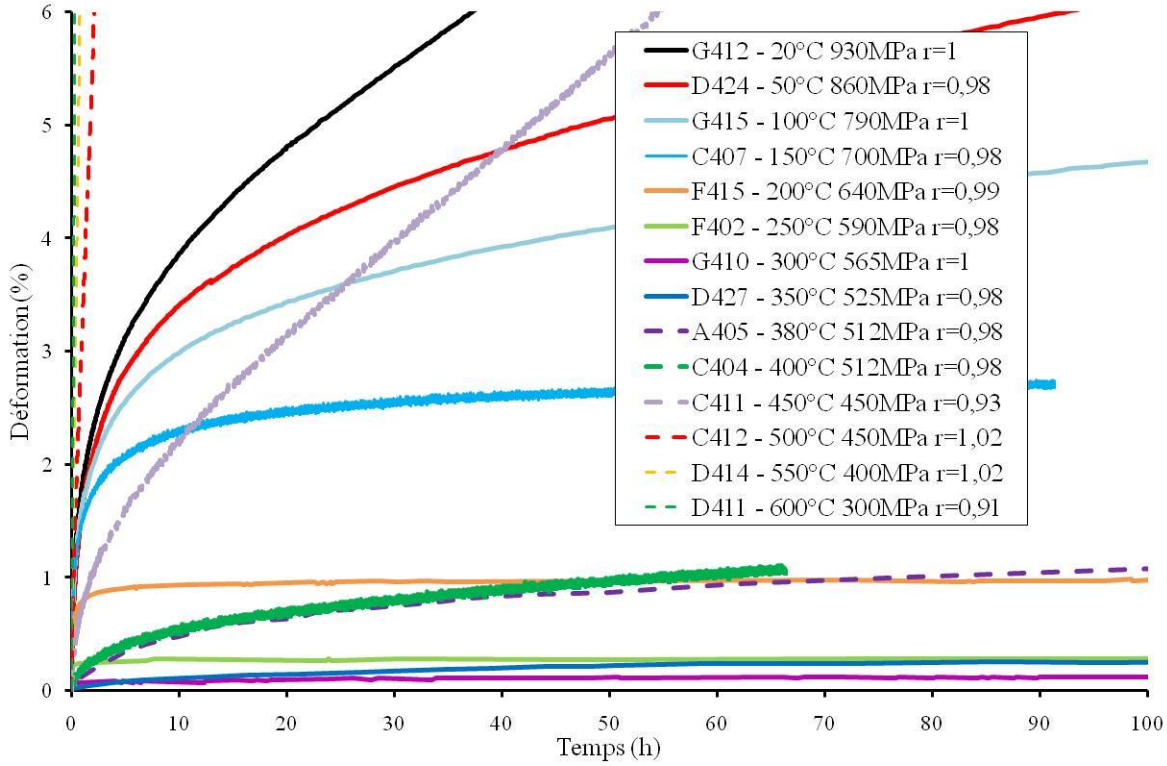


Figure III.86 - Courbes de fluage à iso rapport de charge r=1

L'analyse globale des deux campagnes d'essais réalisées durant la thèse, et en particulier des essais menés jusqu'à rupture, a permis de générer la Figure III.87, vérifiant la relation de Monkman-Grant (la vitesse de fluage secondaire est inversement proportionnel au temps à rupture) ; ainsi que le diagramme de Larson-Miller pour le TA6V jusqu'à 600ºC. La Figure III.87 donne une bonne corrélation entre le temps à rupture (t_{rup}) et la vitesse de déformation secondaire ($\dot{\varepsilon}$) par une loi puissance, voire loi inverse (h = -0.97), où le temps à rupture est inversement proportionnel à la vitesse de fluage secondaire, comme explicité par l'équation éq. III.3.

$$t_{rup} = H \times \dot{\varepsilon}^{h} \text{ avec H=0,1004 et h=-0.97} \qquad \textbf{éq. III.3}$$

Le graphique montre que cette corrélation reste valable sur toute la gamme des températures étudiées. Néanmoins, seuls les essais menés jusqu'à rupture ont été intégrés à ce graphique, c'est-à-dire pour les domaines des températures basses ou intermédiaires, seulement des essais à forte charge pouvant conduire à la rupture dans un temps expérimental abordable et possédant un stade de fluage secondaire clairement défini.

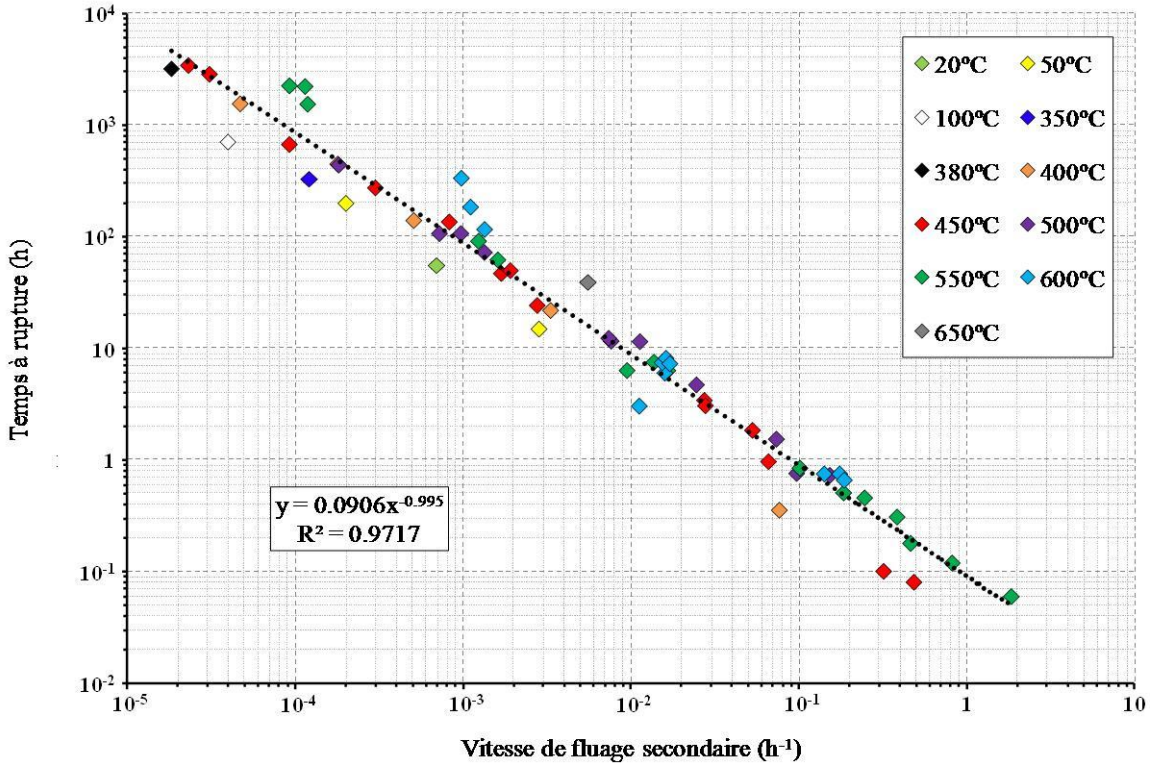


Figure III.87 - Evolution du temps à rupture en fluage en fonction de la vitesse de fluage secondaire

Le diagramme de Larson-Miller (Figure III.88) permet d'anticiper le taux de déformation du matériau en fonction de la contrainte, de la température et du temps de maintien grâce au calcul du paramètre de Larson-Miller défini suivant l'équation éq. III.4. Le diagramme a été établi pour un taux de déformation de 0,2%, 1% et pour une déformation à rupture. Les tracés pour une déformation de 0,2% et 1% permettent d'intégrer des essais qui n'ont pas été menés jusqu'à rupture et donc de couvrir sur ce digramme davantage de température. Le diagramme de Larson-Miller montre deux domaines, le domaine des hautes températures pour un paramètre compris entre 12 et 20 et le domaine des basses températures entre 5 et 10. Le fluage étant bloqué dans le domaine des températures intermédiaires la faible déformation mesurée ne permet pas de reporter de points sur le diagramme. Une description plus détaillée en fonction de la température est donnée en Annexe 6.

$$P = \frac{(273{,}15 + T\text{ºC}) \times (20 + \log(t))}{1000} \qquad \textbf{éq. III.4}$$

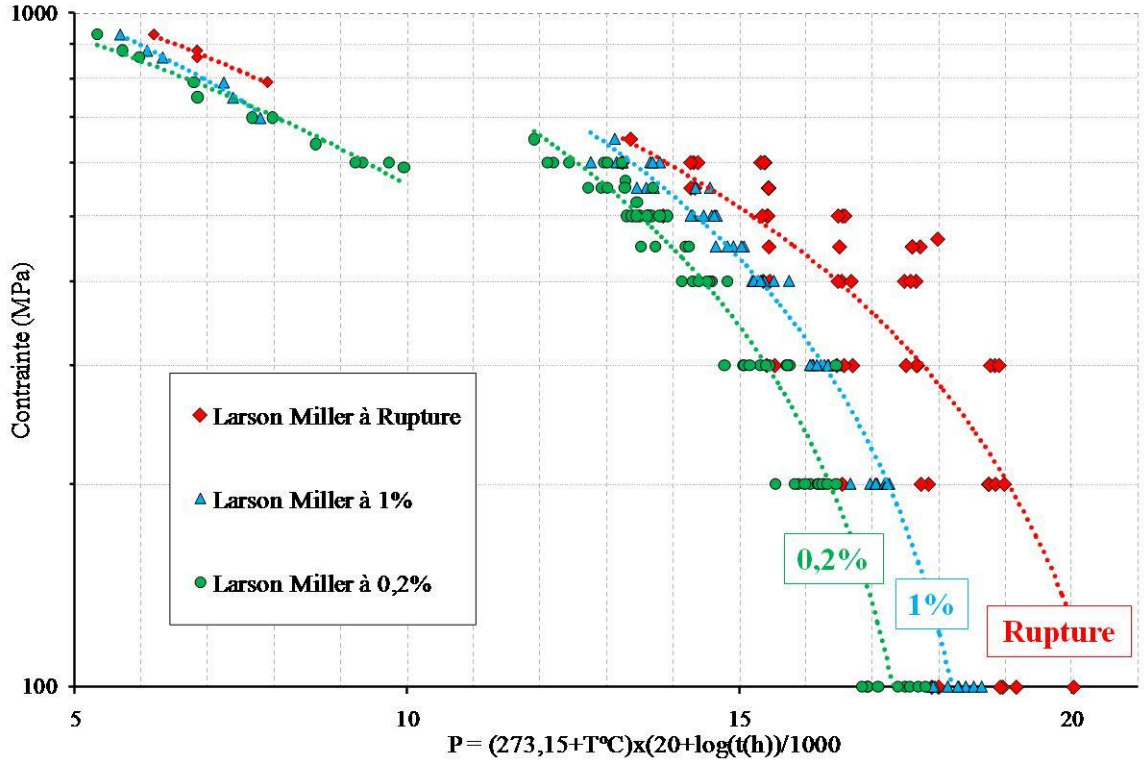


Figure III.88 - Digramme de Larson Miller à 1% et à rupture

III.2.2.2 Le fluage hautes températures de 400ºC à 600ºC

En considérant l'équation éq. III.5 comme modélisation de la vitesse de fluage secondaire, il est possible de calculer l'exposant de la contrainte n à température constante. La Figure III.89 en échelle logarithmique permet d'obtenir directement la valeur de n comme la pente de droite, selon l'équation éq. III.6. La vitesse de déformation de fluage secondaire est tracée en fonction de la contrainte pour toute la gamme des hautes températures testées. Les valeurs du rapport de charge pour chaque contrainte testée sont ajoutées sur le graphique. La plage de contrainte testée étant large, deux droites sont définies par température. Ainsi deux valeurs de n sont obtenues suivant le niveau de contrainte testé. Le changement de valeur a lieu pour chaque température autour d'une valeur de rapport de charge de 0,9, soit une contrainte appliquée valant 90% de la limite d'élasticité à la température considérée obtenue pour une vitesse de déformation de $1{,}6\text{x}10^{-4}\text{s}^{-1}$. Pour un rapport de charge inférieur à 0,9 les valeurs de n sont comprises entre 4,3 et 6, ce qui rejoint les valeurs de n prévues par les modèles de fluage contrôlé par la montée des dislocations. Pour un rapport de chargement supérieur à 0,9 les valeurs de n augmentent et sont supérieures à 10, ce qui n'a pas de réel sens physique pouvant être corrélé avec un quelconque modèle de fluage. Ce domaine est souvent qualifié de « power law breakdown », la dépendance de la vitesse de fluage secondaire à la contrainte n'est plus une loi puissance.

$$\dot{\varepsilon} = \mathrm{A} \times \sigma^{n} \times \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \qquad \textbf{éq. III.5}$$

$$\ln \dot{\varepsilon} = n \ln \sigma + B \qquad \textbf{éq. III.6}$$

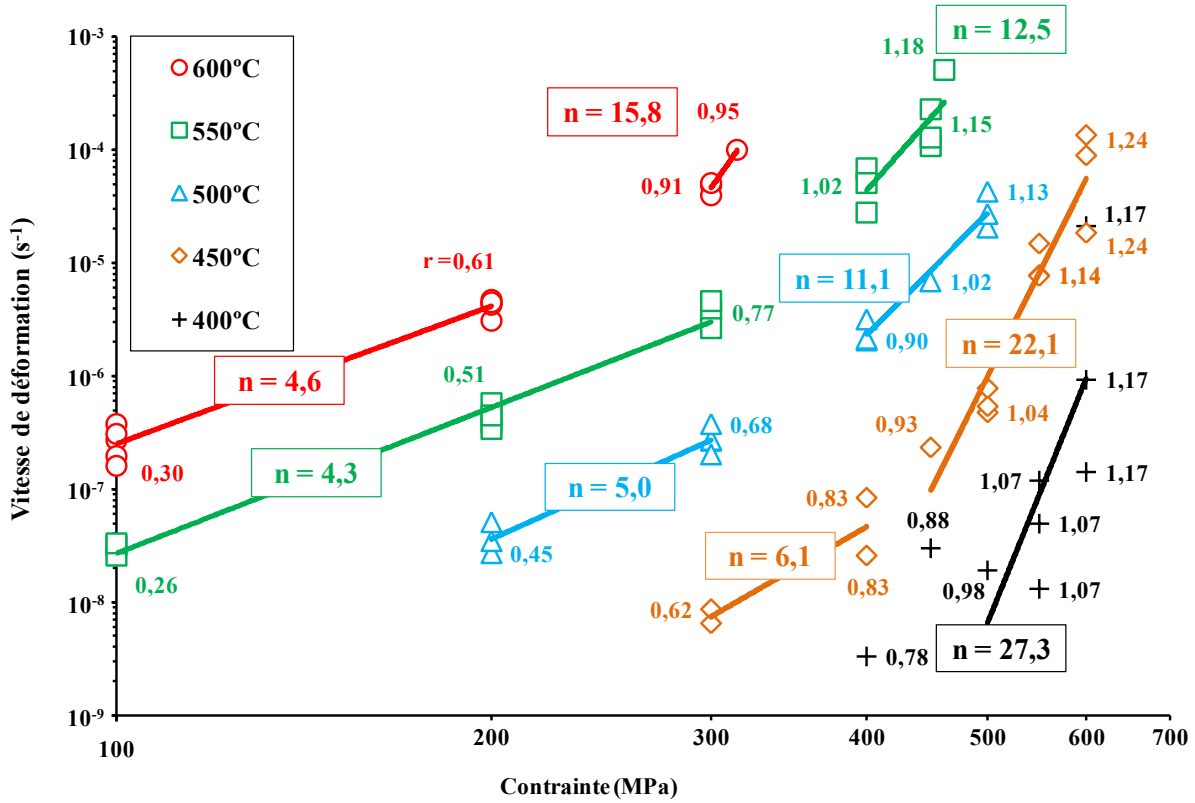


Figure III.89 - Evolution de l'exposant à la contrainte en fonction de la température pour les hautes températures

De la même manière que pour l'exposant n, la Figure III.90 permet de calculer l'énergie d'activation à contrainte constante issue de l'équation éq. III.5. La vitesse de fluage secondaire est tracée en fonction de la température en Kelvin multipliée par la constante des gaz parfaits ($R = 8{,}31 J.mol^{-1}.K^{-1}$). A chaque contrainte la dépendance à la température de la vitesse de déformation prend la forme d'une droite sur le diagramme semi logarithmique, la dépendance à la température suit bien une loi d'Arrhenius à contrainte constante. L'énergie d'activation Q peut donc être définie pour chacune des contraintes comme la pente de ces droites. Pour la plage de températures considérées (400ºC – 650ºC), l'énergie d'activation est constante pour chaque contrainte. Les valeurs de l'énergie d'activation sont comprises entre $251 kJ.mol^{-1}$ et $390 kJ.mol^{-1}$ et augmentent avec l'augmentation de la contrainte. Ces gammes d'énergies d'activation sont généralement associées dans les alliages de titane à l'autodiffusion du titane. Malakondaiah et al. donne une valeur de $241 kJ.mol^{-1}$ et $242 kJ.mol^{-1}$ dans le titane pur [Malakondaiah, 1981] et Kopper et al. ont mesuré une énergie de $303 kJ.mol^{-1}$ [Köppers, 1997]. Ces résultats confirment le contrôle du fluage par la diffusion permettant la migration de lacunes et la montée des dislocations.

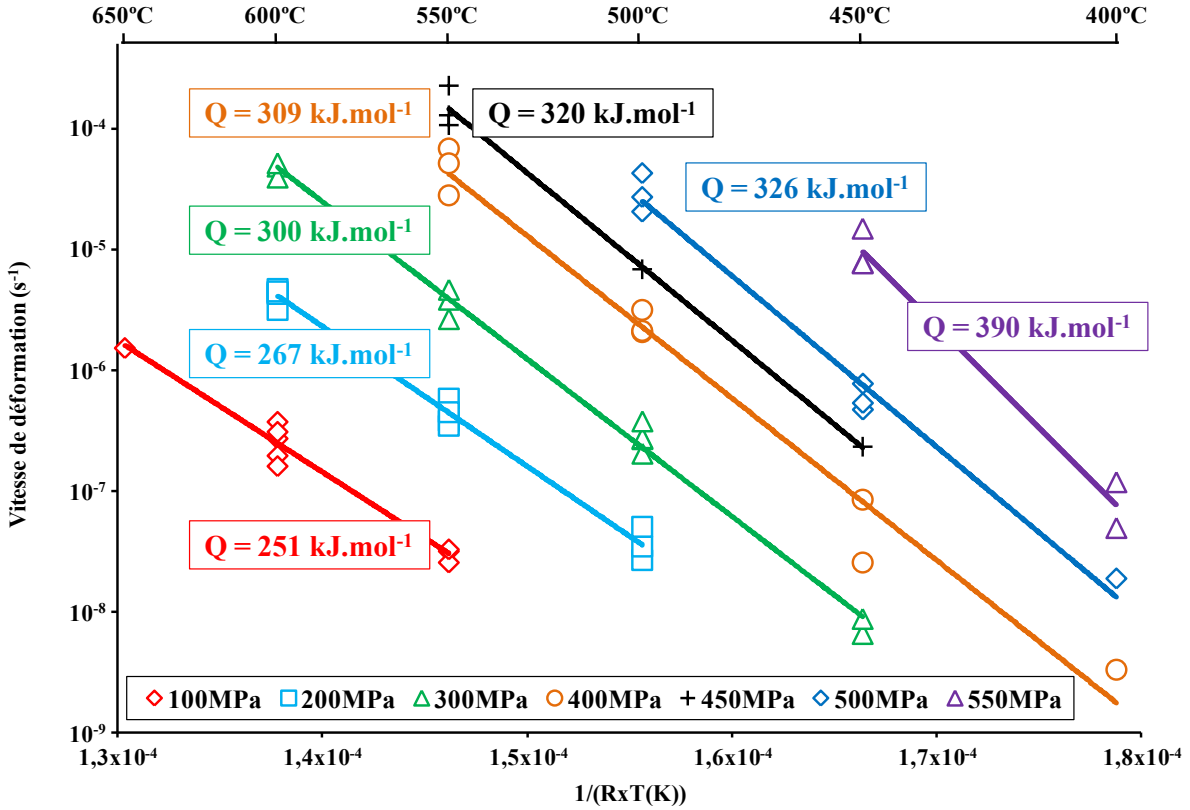


Figure III.90 - Evolution de l'énergie d'activation en fonction de la contrainte pour les hautes températures

III.2.2.3 Blocage du fluage de 200ºC à 350ºC

Dans le domaine des températures intermédiaires où le fluage est particulièrement limité, le calcul des exposants à la contrainte et des énergies d'activation a été réalisé. Le stade de fluage secondaire n'existant pas dans ce domaine de température, la vitesse de fluage a été définie comme la pente de la droite d'ordonnée à l'origine nulle et passant par la déformation à 24 heures. La Figure III.91 reprend la méthode de calcul de cette vitesse qui correspond à une tangente à la courbe de fluage donc à une vitesse de fluage réellement vu par le matériau et prenant d'avantage en compte la déformation majoritairement issue du stade primaire. Cette méthode permet aussi de définir une vitesse de déformation pour les basses températures où l'établissement d'un stade secondaire n'est pas observé. De plus, de nombreux essais ont été interrompus (après 24 heures) ; ainsi cette méthode a permis d'intégrer aux données davantage d'essais. Les valeurs obtenues pour l'exposant n sont supérieures à 6 et ne sont pas exploitées. La Figure III.92 reprend le calcul des énergies d'activation dans ce domaine pour des contraintes de 450MPa, 500MPa et 550MPa. Les valeurs d'énergie calculées sont comprises entre 105kJ.mol^{-1} et 149kJ.mol^{-1}. Il est intéressant de noter que ces énergies d'activation rejoignent les valeurs reportées dans la littérature pour la diffusion de l'oxygène dans le titane (68kJ.mol^{-1} [Elliot, 1962], 109kJ.mol^{-1} [Gulbransen, 1949], 140kJ.mol^{-1} [Roe, 1960]). Bania et al. ont relevé une température de transition entre des énergies proche de la diffusion de l'oxygène et celle de l'autodiffusion du titane autour de 480ºC dans du Ti-6242 [Bania, 1984]. Cette température de transition reste cohérente avec la frontière entre notre domaine des hautes températures et celui des températures intermédiaires.

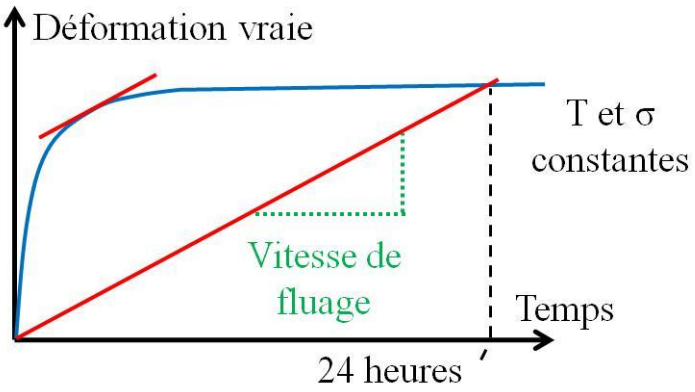


Figure III.91 - Schéma de la vitesse de fluage définie à 24h pour les essais de fluage à basses et intermédiaires températures

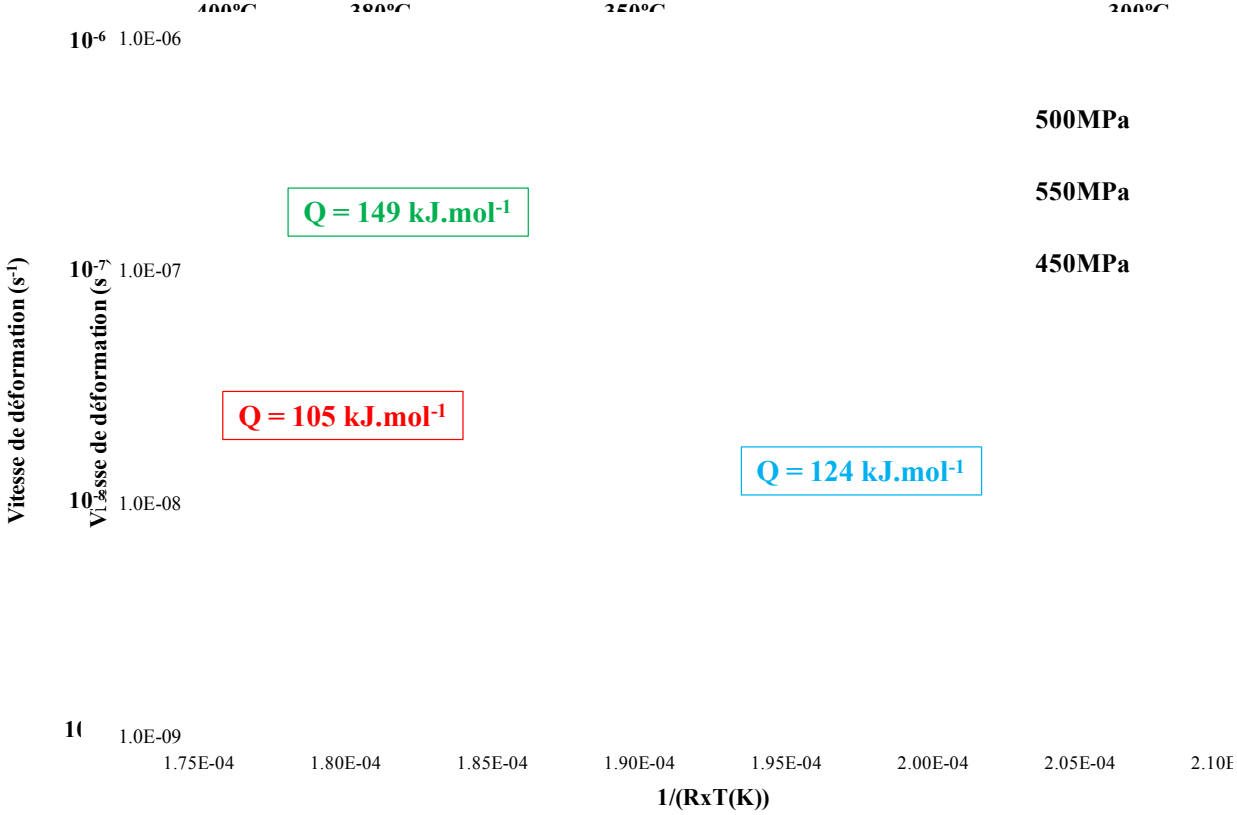


Figure III.92 - Evolution de l'énergie d'activation en fonction de la contrainte pour les températures intermédiaires

III.2.2.4 Comportement basses températures de 20ºC à 250ºC

Dans le domaine des basses températures, le fluage est activé et ne présente pas de stade secondaire. L'étude de l'exposant de la contrainte et de l'énergie d'activation se fait en définissant la vitesse de fluage grâce à la pente de la droite reliant l'origine à la déformation au bout de 24 heures. Les valeurs de n sont comprises entre 12 et 15 et étant supérieures aux valeurs de 4 et 5 et ne sont pas exploitées. La Figure III.93 repend le calcul des énergies d'activation dans le domaine des basses températures pour des contraintes 600MPa et 700MPa. Les valeurs obtenues sont de 33kJ.mol^{-1} et 43kJ.mol^{-1}. Il est intéressant de remarquer que cette énergie d'activation correspond à la valeur de l'énergie de diffusion du l'hydrogène dans le titane, reportée dans la littérature à une valeur de 40kJ.mol^{-1} [Lütjering, 2010], 36,8kJ.mol^{-1} [Papazoglou, 1968] et 34,5kJ.mol^{-1} [Feaugas, 2007].

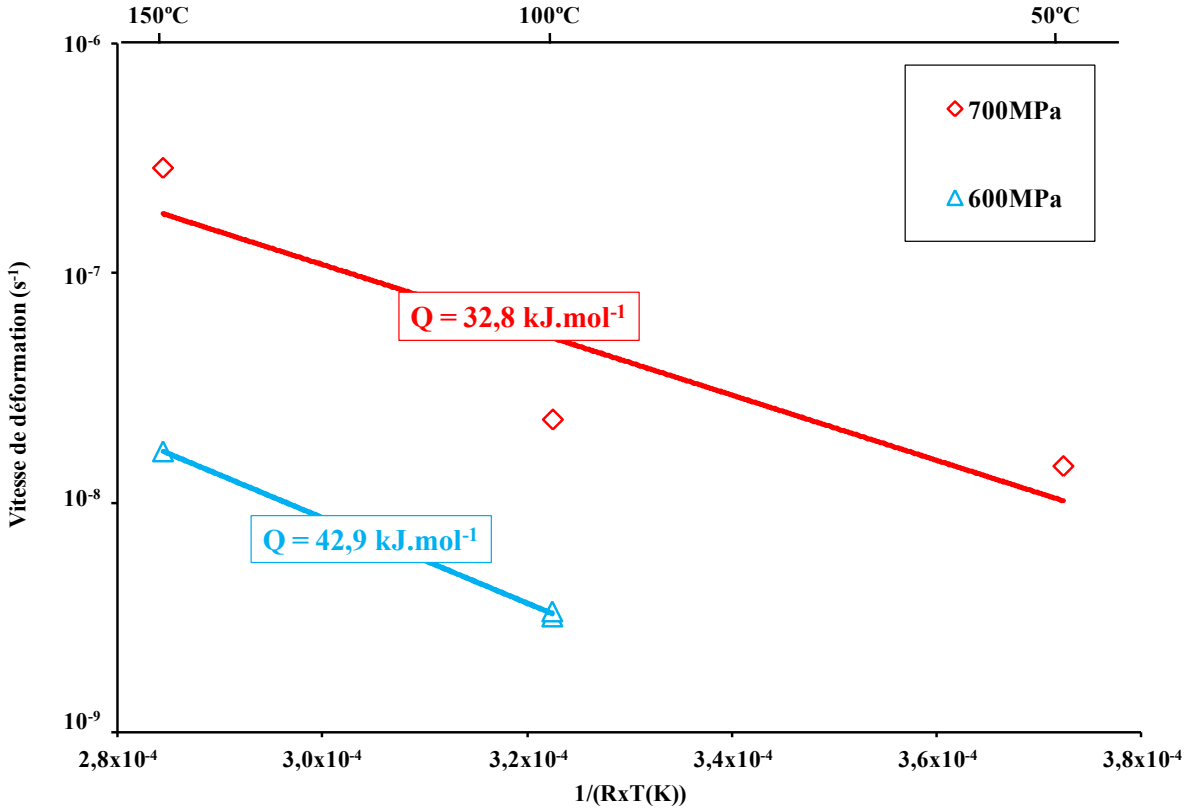


Figure III.93 - Evolution de l'énergie d'activation en fonction de la contrainte pour les basses températures

III.2.2.5 Synthèse sur le comportement en fluage

Une large gamme de conditions de températures et de contrainte a été étudiée en fluage. Cette large gamme couvre plusieurs mécanismes de fluage en fonction du domaine de température et du niveau de contrainte. De l'ambiante jusqu'à 300ºC, la résistance au fluage augmente avec la température pour un même rapport de charge. De 20ºC à 150ºC, une déformation de fluage n'est mesurable qu'à partir d'un rapport de chargement supérieur à 0,8. Pour un rapport de chargement compris entre 0,8 et 0,9 les courbes de fluage ne présentent qu'un stade primaire où la déformation diminue continûment jusqu'à une vitesse nulle ; la rupture n'a jamais été observée dans ces conditions. Pour un rapport de charge supérieur à 0,9, les courbes de fluage présentent un stade primaire et un stade tertiaire. La vitesse de déformation passe par un minimum marquant la transition entre le stade

primaire et le stade tertiaire. La rupture du matériau a pu être observée dans ces conditions. Dans le domaine des températures intermédiaires (200ºC – 300ºC), le fluage est particulièrement limité. A 300ºC, il faut atteindre des rapports supérieurs à 1 pour mesurer une déformation de fluage. Une résistance maximale au fluage est enregistrée à 300ºC. A partir de 350ºC, le matériau est de nouveau sensible au fluage et cette sensibilité augmente avec la température. Le comportement est celui du fluage hautes températures commençant dès de très faibles contraintes. Les courbes se composent des trois stades primaire, secondaire et tertiaire. Les stades secondaire et tertiaire prédominent avec l'augmentation de température. Les énergies d'activation mesurées conduisent à du fluage contrôlé par l'autodiffusion du titane et les valeurs de l'exposant à la contrainte à la montée des dislocations.

Ainsi sur la plage de températures 20ºC – 600ºC, le fluage n'est pas issu d'un unique phénomène thermiquement activé.

III.3 Etude de la microstructure après déformation

III.3.1 Domaine des basses températures

III.3.1.1 Traction à 20ºC

Les observations en MET sur les échantillons déformés de 5% en traction à 20ºC ont permis de mettre en évidence la présence de bandes de glissement selon des directions privilégiées dans les grains équiaxes, présentées en Figure III.94. Des fragments de phase riche en vanadium ont aussi pu être observés dans certaines lamelles de phase α, comme le montre la Figure III.95.

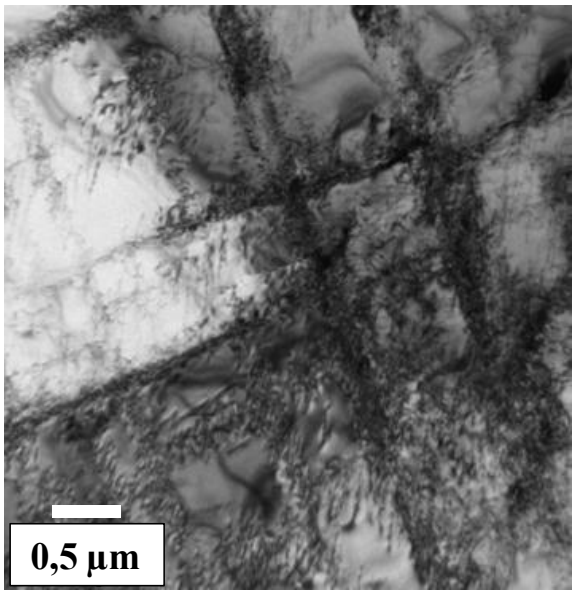


Figure III.94 - Micrographie en MET d'un grain équiaxe déformé de 5% à 20ºC

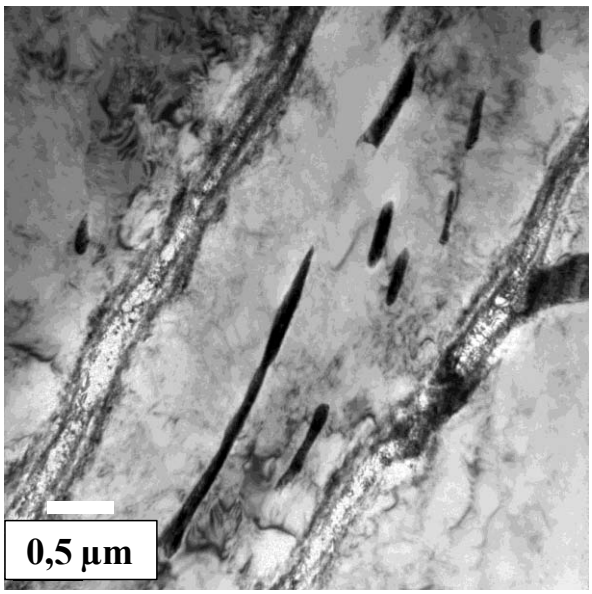


Figure III.95 - Micrographie en MET d'une zone lamellaire déformée de 5% à 20ºC

Toutefois, les observations n'ont pas été menées assez loin pour permettre d'identifier des mécanismes de glissement. Il existe néanmoins des travaux antérieurs qui traitent des mécanismes de déformation dans le TA6V à 20ºC en traction. Par exemple, Castany [Castany, 2007] a montré par l'intermédiaire d'observations en MET du TA6V après une déformation plastique de 0,3% que la déformation était principalement due au sein des nodules de phase α à des empilements de dislocations confinées dans le même plan de glissement. Le glissement est planaire préférentiellement dans le plan prismatique ou basal et les dislocations possèdent un vecteur de Burgers $\mathbf{b} = \langle a \rangle$, comme présenté sur la Figure III.96. La déformation est contrôlée par les dislocations vis.

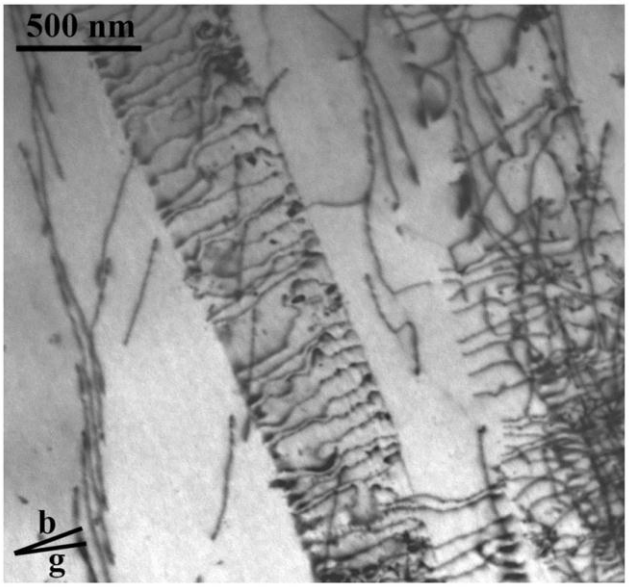


Figure III.96 – Observation d'empilements dans un nodule pour du glissement prismatique [Castany, 2007]

III.3.1.2 Fluage à 20ºC

L'éprouvette G402 a été déformée en fluage jusqu'à une déformation de 0,85%. Une lame MET a été prélevée de la zone utile dans le plan perpendiculaire à l'axe de sollicitation. L'étude s'est concentrée sur un grain nodulaire de phase α. La projection stéréographique de ce grain est présentée en Figure III.97 avec les vecteurs de diffraction (points coloré) et la direction de faisceau (lettre colorée) utilisés pour les observations. L'observation de ce grain avec le vecteur de diffraction **g** = 0002 (non présentée ici) permet de rendre invisible l'ensemble des dislocations. Le vecteur de Burgers de ces dislocations est donc perpendiculaire à la direction [0002], il s'agit donc d'un vecteur de type ⟨a⟩. Les clichés MET de la même zone du grain sous différents vecteurs de diffraction (Figure III.98) ont permis d'identifier le système de glissement activé comme étant le glissement prismatique : $\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0\rangle(\bar{1}100)$. Les dislocations sont vis dans le plan $(\bar{1}100)$ et le glissement est fortement planaire.

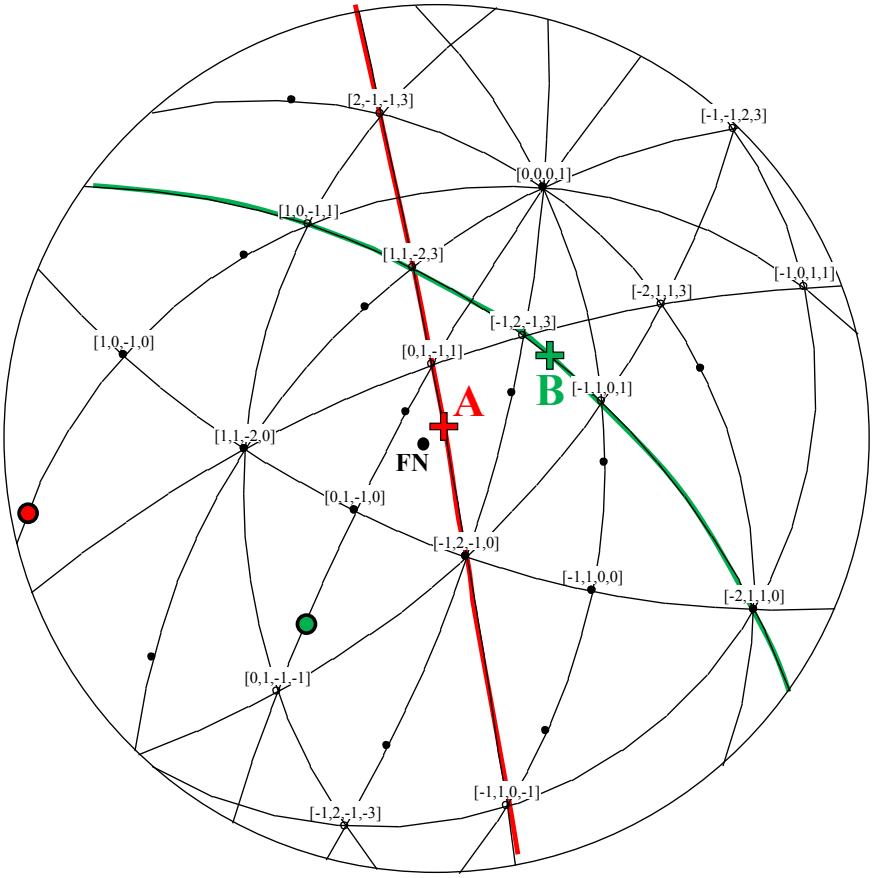


Figure III.97 - Projection stéréographique du grain analysé après une déformation en fluage de 1% à 20ºC

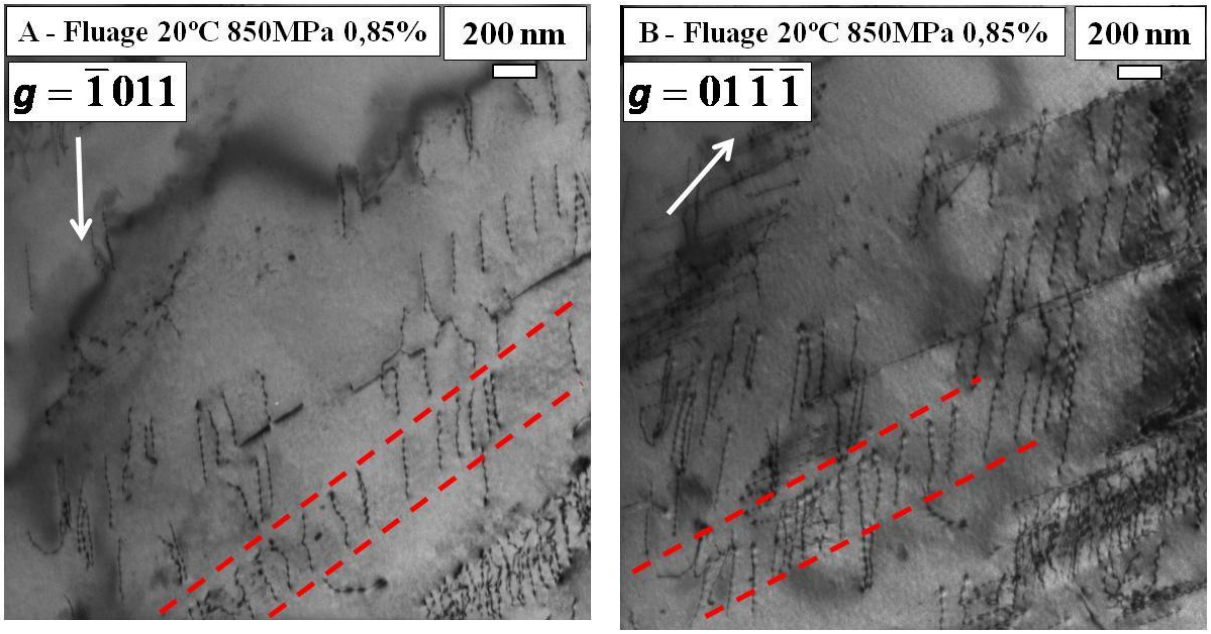


Figure III.98 – Micrographies en MET avec deux vecteurs de diffraction différents après une déformation en fluage de 0,85% à 20ºC sous 850MPa

III.3.2 Domaine des températures intermédiaires

III.3.2.1 Traction à 250ºC

Des échantillons de matière déformée de 5% à 250ºC ont permis d'observer des bandes de glissement au sein des grains équiaxes, telles que présentées sur la Figure III.99. Quelques fragments de phase β sont observés dans les lamelles de phase α, exposés en Figure III.100.

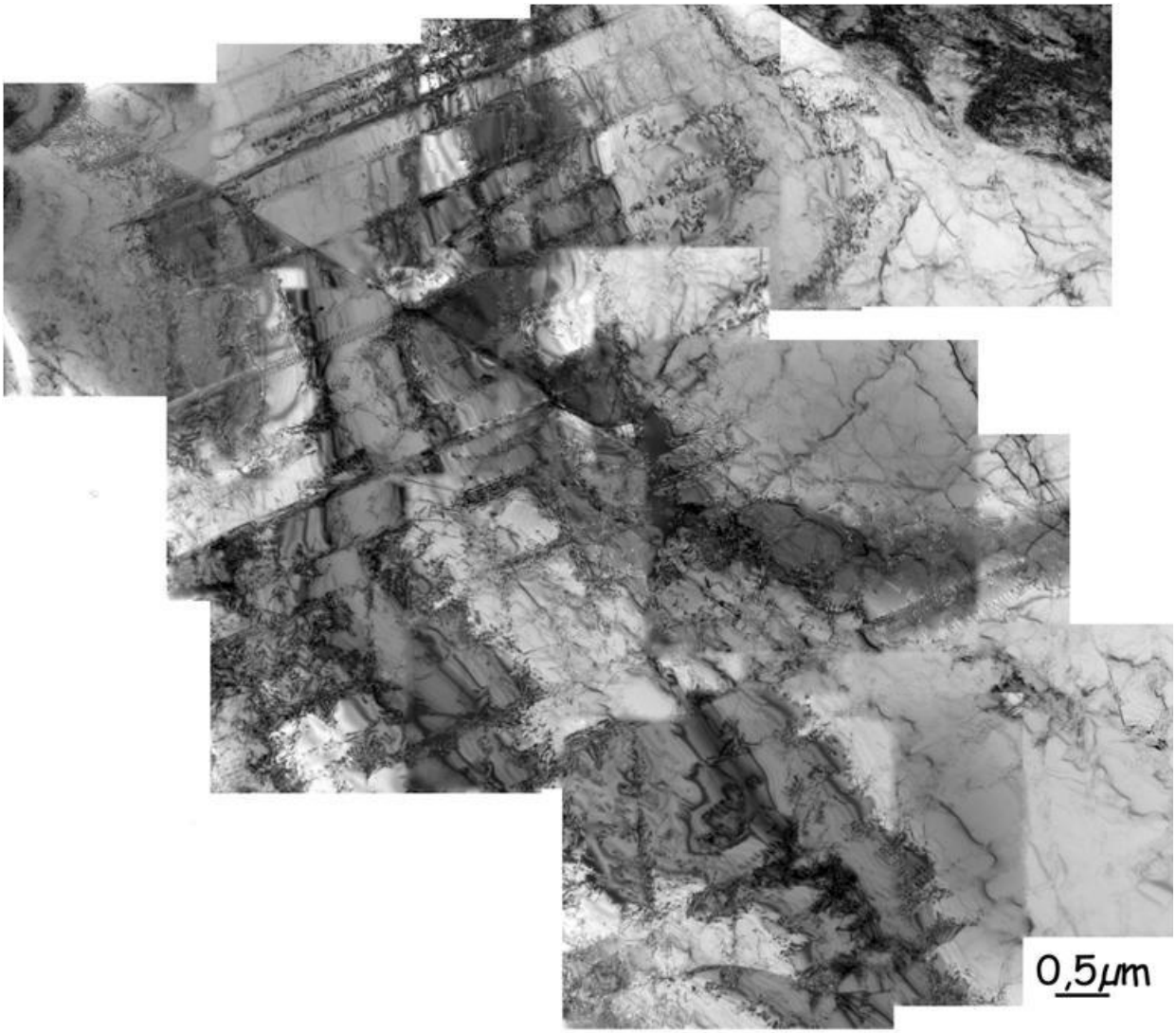


Figure III.99 - Observation de bandes de glissement dans un grain équiaxe déformé de 5% à 250ºC

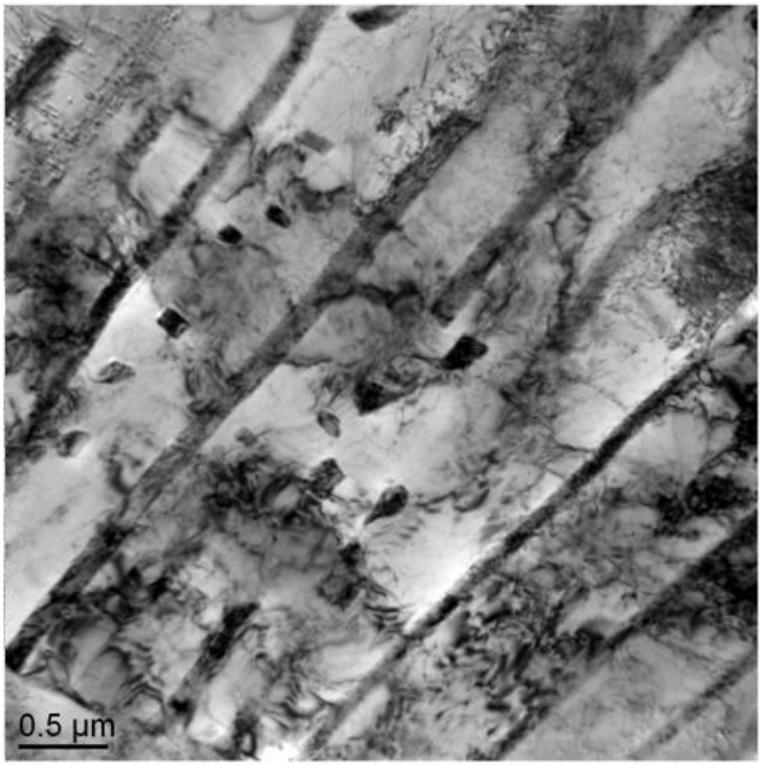


Figure III.100 - Observation en MET de fragments dans les lamelles après une déformation de 5% à 250°C

III.3.2.2 Traction à 400°C

L'analyse d'un grain de phase α équiaxe en MET après une déformation de 0,8% en traction à 400°C par une vitesse de déformation de $1{,}6\text{x}10^{-4}\text{s}^{-1}$ est présentée par la Figure III.102 au travers de quatre micrographies prises selon quatre vecteurs de diffraction différents. La projection stéréographique du grain analysé est reprise en Figure III.101. Le cliché C a été réalisé pour un vecteur de diffraction **g** = 0002 et ne présente aucune dislocation visible mais elles peuvent être mise en évidence pour d'autres vecteurs de diffraction comme le montre les clichés D, E et F de la même zone. Les dislocations possèdent donc un vecteur de Burgers dans le plan perpendiculaire à la direction [0002], c'est-à-dire dans le plan basal. Sur le cliché D pour un vecteur de diffraction $\mathbf{g} = \bar{1}101$, le groupe de dislocation (1) apparait et disparait sur le cliché E de vecteur de diffraction $\mathbf{g} = 10\bar{1}\bar{1}$. Leur vecteur de Burgers est donc le vecteur $\frac{1}{3}[\bar{1}2\bar{1}0]$. De la même manière pour le groupe de dislocations (2) du cliché E, leur absence sur le cliché D donne un vecteur de Burgers $\frac{1}{3}[\bar{1}\bar{1}20]$. Les quelques informations stéréographiques permettent seulement de dire que les dislocations du groupe (1) semblent glisser dans le plan prismatique $(10\bar{1}0)$ et les dislocations du groupe (2) sont orientées selon leur direction vis.

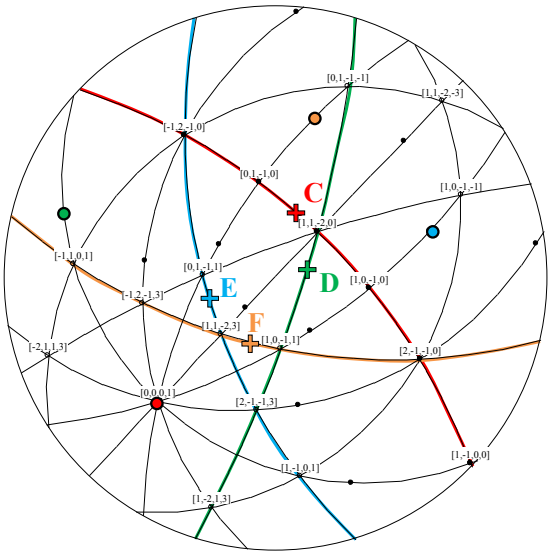


Figure III.101 - Projection stéréographique du grain analysé après une déformation de 0,8% en traction à 400°C

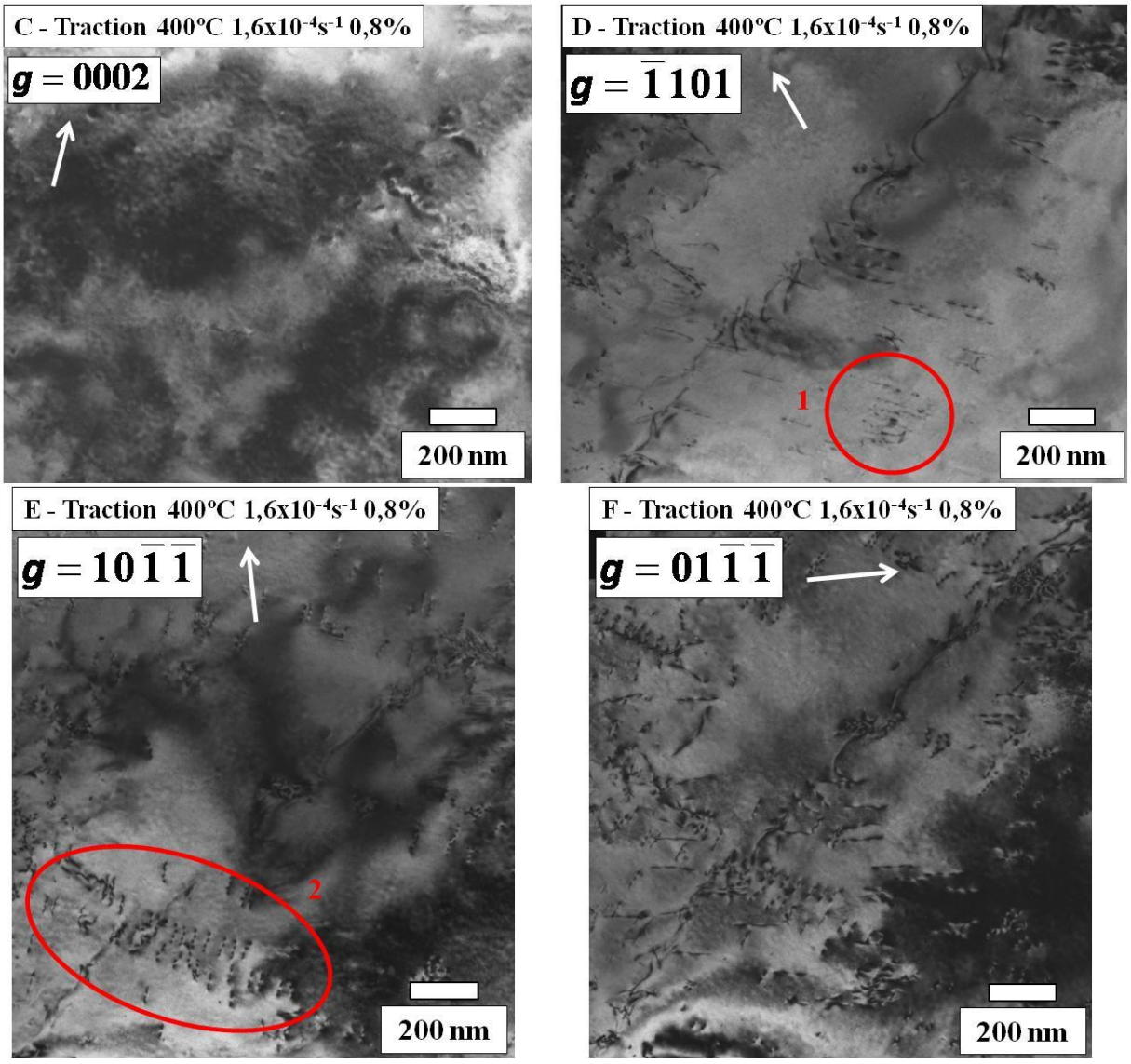


Figure III.102 - Micrographies en MET avec quatre vecteurs de diffraction différents après une déformation en traction de 0,8% à 400°C sous une vitesse de déformation de $1,6x10^{-4}s^{-1}$

III.3.2.3 Fluage à 400°C

Un grain équiaxe α est analysé en MET après une déformation en fluage de 0,85% à 400°C sous 500MPa. La Figure III.103 reprend la projection stéréographique du grain observé et la Figure III.104 les clichés obtenus pour une même zone de la microstructure mais pour différents vecteurs de diffraction. Le cliché G pour le vecteur de diffraction **g** = 0002 permet d'éteindre toutes les dislocations visibles sur les autres clichés pour des vecteurs de diffraction différents, elles possèdent donc un vecteur de Burgers dans le plan de base, d'où **b** = ⟨a⟩. Aucune dislocation commune aux clichés H et I n'a pu être identifiée. De plus, le glissement selon $\frac{1}{3}[2\bar{1}\bar{1}0]$ possède un facteur de Schmid presque nul selon la projection stéréographique du grain de la Figure III.103. Il est donc probable que le vecteur $\frac{1}{3}[2\bar{1}\bar{1}0]$ ne soit pas un des vecteurs de Burgers mis en évidence. Les dislocations du cliché H possèdent donc probablement un vecteur de Burgers **b** = $\frac{1}{3}[\bar{1}\bar{1}20]$ est les dislocations du cliché I un vecteur de Burgers **b** = $\frac{1}{3}[\bar{1}2\bar{1}0]$. Sur le cliché I, des festons (1) et des boucles de dislocation (2) sont observés. Un mouvement des dislocations non planaire est ici observé. La microstructure ressemble à la microstructure reportée dans la littérature ([Moon, 2009]) et laisse penser que les mécanismes de montée des dislocations commencent à s'activer dans ces conditions. Il y a donc de la montée de dislocations activée, ce qui se démarque des observations précédentes en traction et en fluage à plus basses températures et en traction à 400°C.

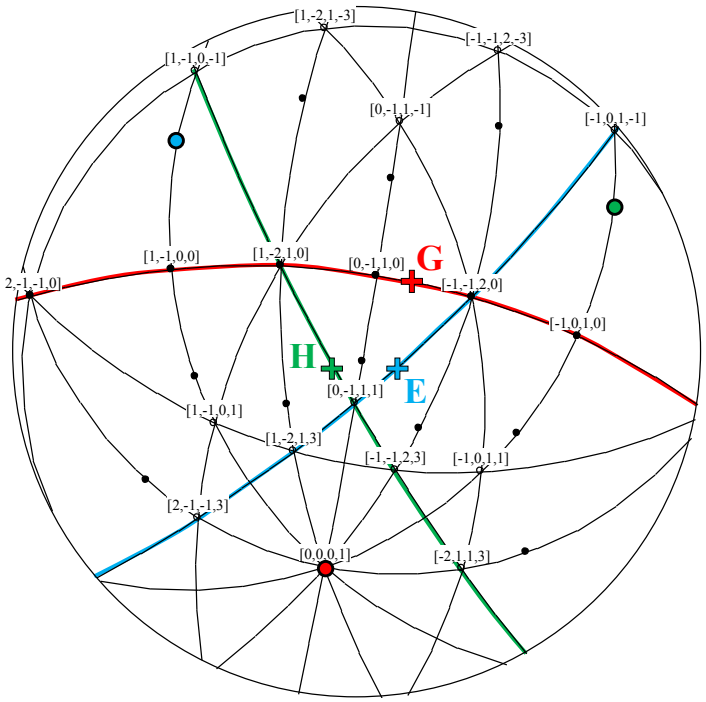


Figure III.103 - Projection stéréographique du grain analysé après une déformation de 0,85% en fluage à 400°C

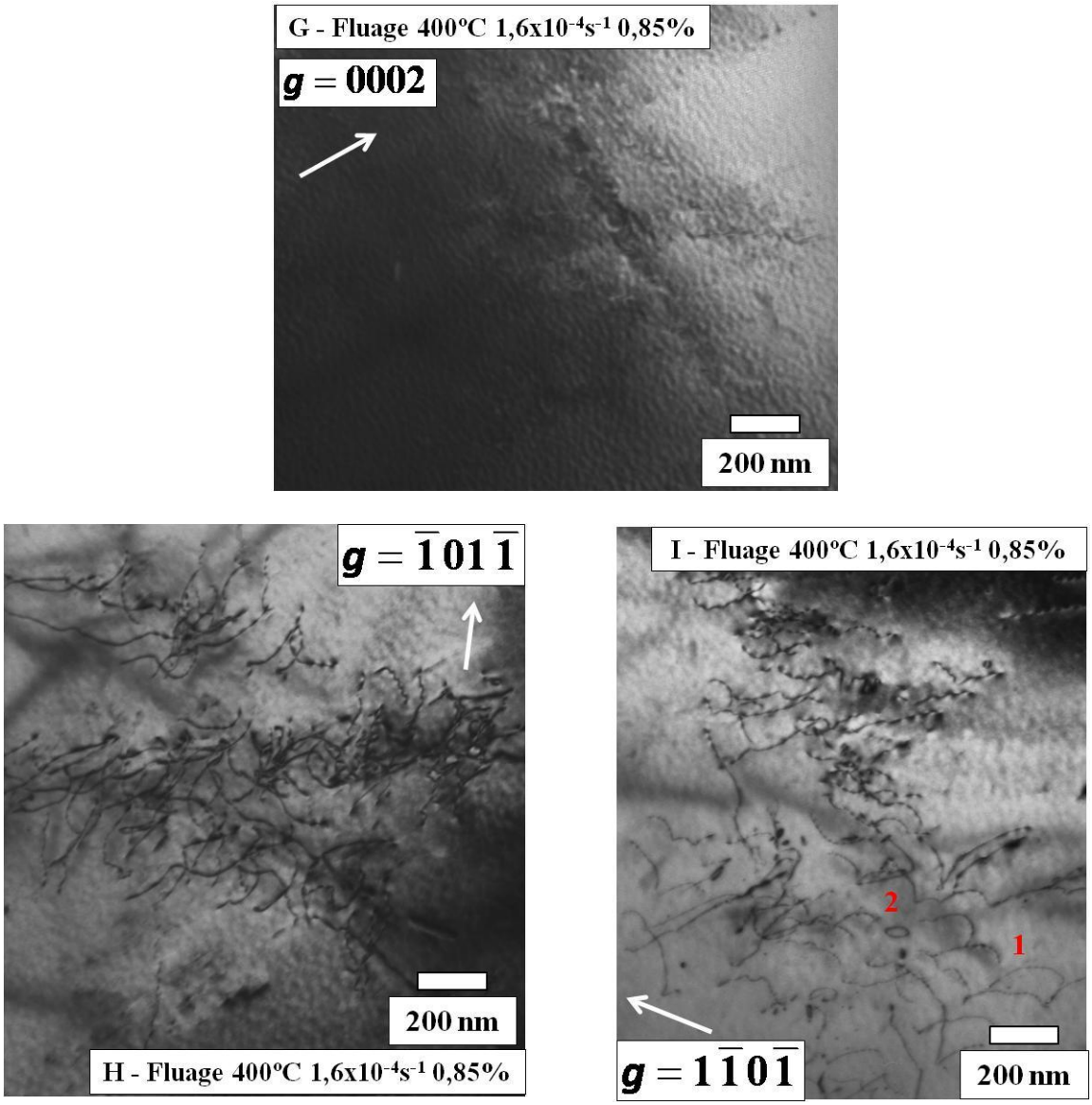


Figure III.104 - Micrographies en MET avec quatre vecteurs de diffraction différents après une déformation en fluage de 0,85% à 400ºC sous une contrainte de 500MPa

III.3.3 Domaine des hautes températures

III.3.3.1 Traction à 600ºC

L'observation d'un grain équiaxe dans un échantillon déformé de 5% en traction à 600ºC en Figure III.105 montre la présence de bandes de glissement, une seule direction de glissement est mise en avant. L'observation des zones lamellaires permet de mettre très facilement en évidence les fragments qui sont présents en plus grande quantité, comme le montre la Figure III.106. Des pointés EDX sur les fragments et la phase α de la latte ont montrés une surconcentration en vanadium dans les fragments (8,0% en masse contre 2,5% en masse dans la phase α). Cependant les proportions en aluminium sont équivalentes avec la phase α. Ainsi, il est peut-être trop rapide de conclure à la présence de phase β. De plus, l'analyse par DRX d'un échantillon de matière brute avec un échantillon de matière déformée de 5% à 600ºC n'a montrée aucune évolution de la proportion de phase β (7% de phase β).

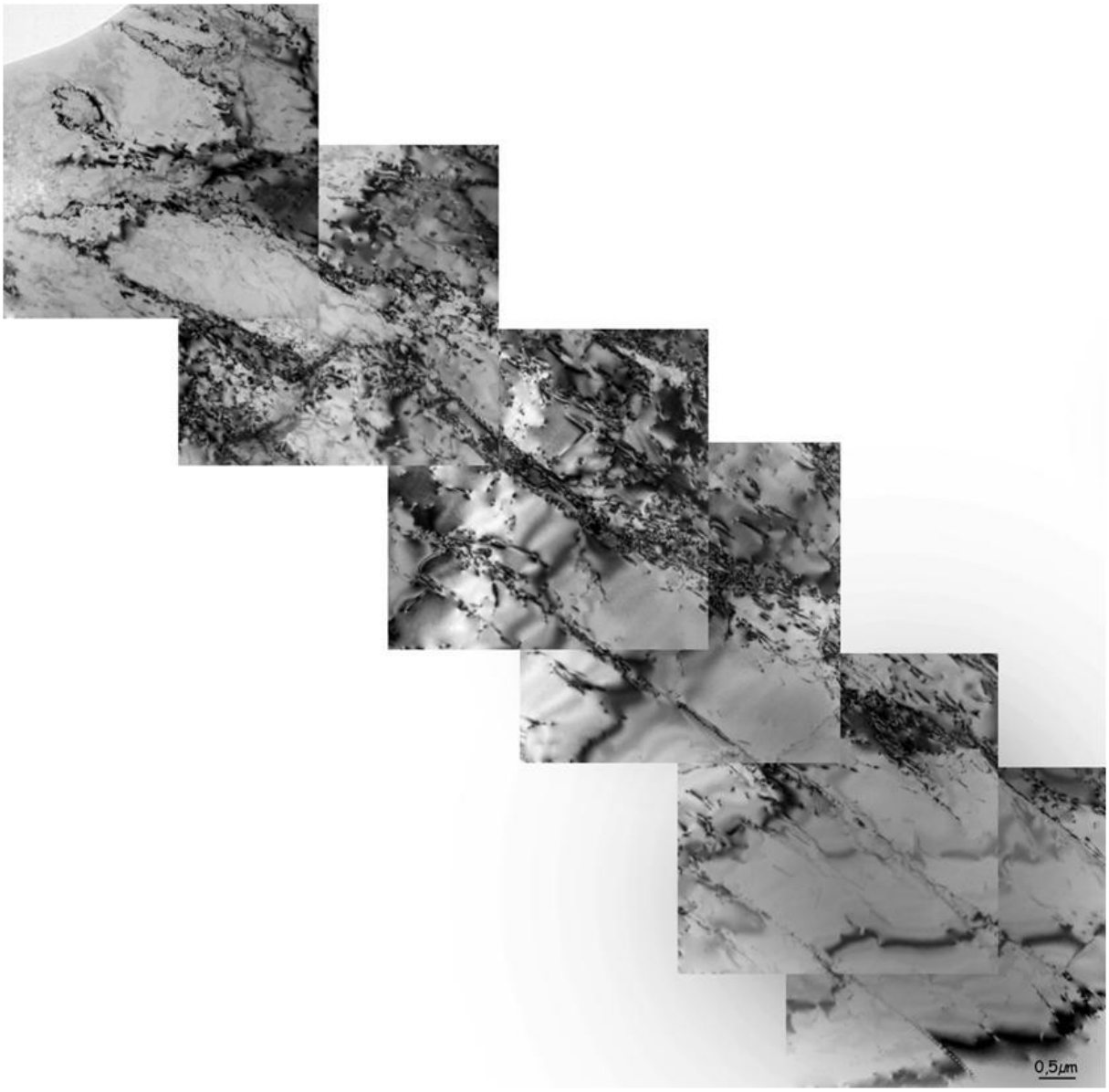


Figure III.105 - Observation en MET de bandes de déformation dans un grain équiaxe déformé de 5% à 600ºC

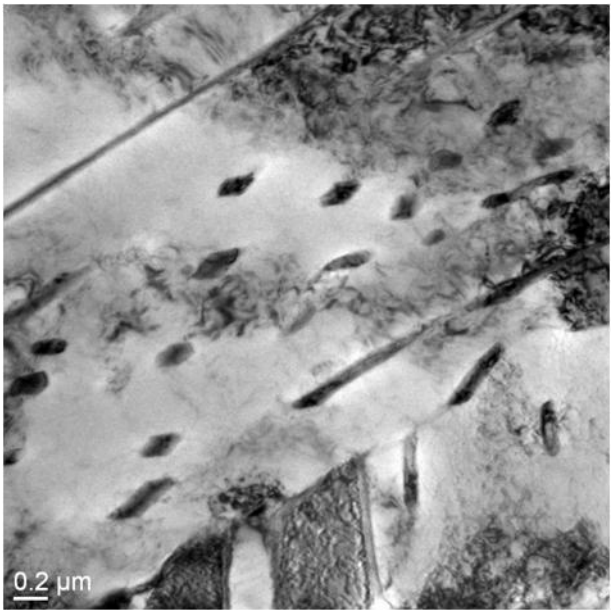


Figure III.106 - Micrographie en MET des fragments dans une zone lamellaire après une déformation de 5% à 600ºC

L'échantillon G406, déformé en traction à 600ºC sous une vitesse de déformation imposée de $1{,}6x10^{-4}s^{-1}$ jusqu'à une déformation plastique de 1,2%, a été observé en MET dans le plan perpendiculaire à l'axe de sollicitation. La Figure III.107 présente la projection stéréographique de la maille cristalline du grain observé et indique les sens d'observation des différents clichés présentés en Figure III.108. Le cliché J a été réalisé en multi beam sur un vecteur de diffraction proche de l'axe ⟨c⟩. Ceci permet de mettre en contraste un réseau de dislocations prenant la forme d'un « filet » de mailles hexagonales. Le cliché K avec un vecteur de diffraction $\mathbf{g} = 01\bar{1}1$ permet d'effacer le contraste de deux arrêtes parallèles des hexagones. Cette condition d'extinction permet de relier les dislocations éteintes à un vecteur de Burgers $\mathbf{b} = 1/3\langle a_1\rangle = 1/3[2\bar{1}\bar{1}0]$. De la même manière, avec le vecteur de diffraction $\mathbf{g} = 10\bar{1}1$, le cliché L permet d'effacer le contraste des dislocations de vecteur $\langle a_2\rangle = [\bar{1}2\bar{1}0]$ et avec le vecteur de diffraction $\mathbf{g} = 01\bar{1}1$, le cliché M met en évidence les dislocations de vecteur $\langle a_3\rangle = [\bar{1}\bar{1}20]$. Ces trois familles de dislocations sont alignées le long de leur direction vis respectives ce qui implique que le réseau formé peut se déplacer par glissement prismatique.

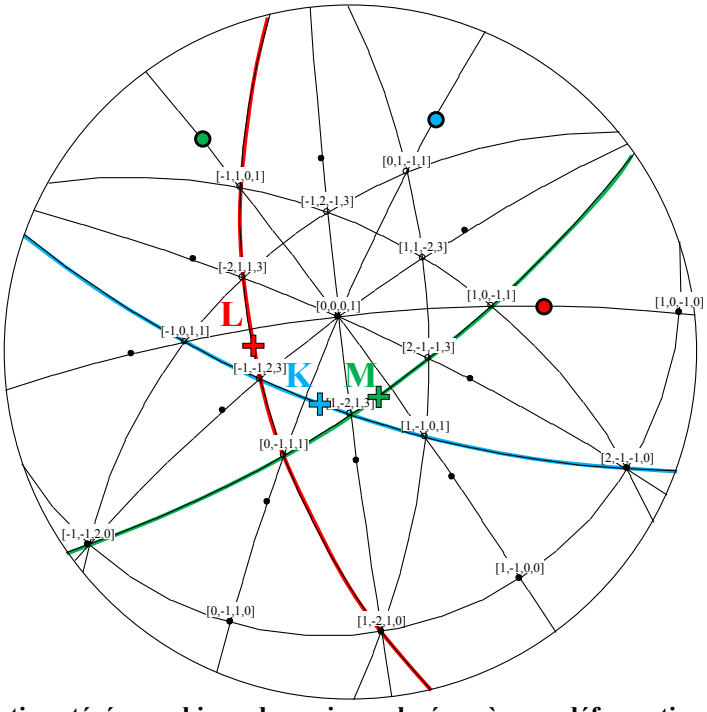


Figure III.107 - Projection stéréographique du grain analysé après une déformation en traction de 0,12% à 600ºC

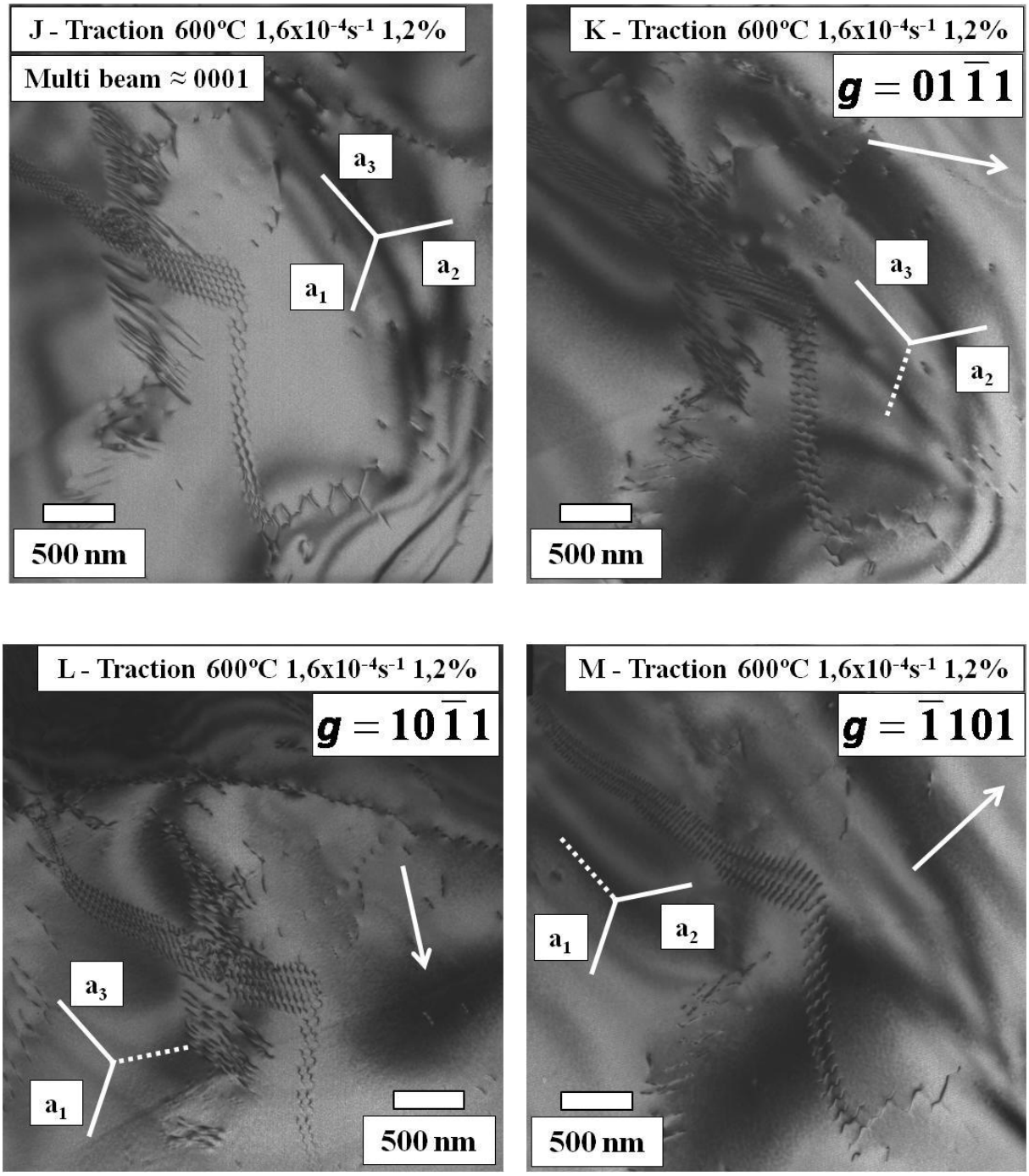


Figure III.108 - Micrographies en MET avec différents vecteurs de diffraction pour une déformation en traction de 1,2% à 600ºC sous une vitesse de $1,6x10^{-4}s^{-1}$

III.3.3.2 Fluage à 600ºC

Des observations en MET ont été réalisées sur l'éprouvette G420, ayant subi une déformation par fluage de 0,86% à 600ºC sous 200MPa. La microstructure est observée dans un plan perpendiculaire à l'axe de sollicitation. Les clichés présentés sont issus du même grain nodulaire α, sous différents vecteurs de diffraction. La Figure III.109 reprend la projection stéréographique de l'orientation cristalline du grain observé et explicite les sens d'observation pour les trois micrographies présentées. La microstructure présente une forte densité de dislocations composée de plusieurs familles. Le cliché N de la Figure III.110 avec un vecteur de diffraction **g** = 0002 permet d'effacer le contraste de la majorité des dislocations. Les dislocations observées possèdent donc un vecteur de Burgers de type ⟨a⟩, presque aucune dislocation avec un vecteur de Burgers ⟨c+a⟩ n'est identifiable. Une analyse plus précise des conditions d'extinction montre que les dislocations visibles sur le cliché P de la Figure III.110, désignées par la lettre A sur la micrographie ont un vecteur de Burgers **b** = $1/3[\bar{1}2\bar{1}0]$. Les dislocations sur le cliché Q de la Figure III.110 et désignées par la lettre B ont un vecteur de Burgers **b** = $1/3[\bar{1}\bar{1}20]$. L'analyse stéréographique des images de ces dislocations montre qu'elles ne sont pas situées dans le plan de base mais plus probablement dans les plans prismatiques : $(10\bar{1}0)$ pour les dislocations A et $(1\bar{1}00)$ pour les dislocations B. Les dislocations observées peuvent présenter des morphologies complexes, le cliché P de la Figure III.110 montre que des dislocations forment des boucles ouvertes et des formes non planaires. Ces observations sont en accord avec des travaux récents de la littérature sur des alliages de titane [Moon, 2009] et indiquent un rôle déterminant de la montée des dislocations au cours de la déformation dans ces conditions de fluage, ce qui est en accord avec les valeurs de l'exposant n mesurées dans ce domaine de température.

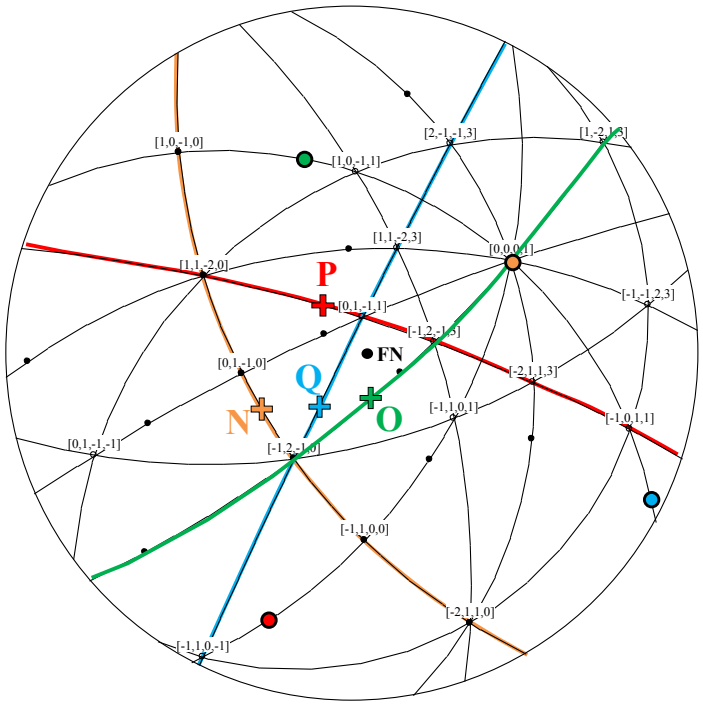


Figure III.109 - Projection stéréographique du grain analysé après une déformation en fluage de 0,86% à 600ºC

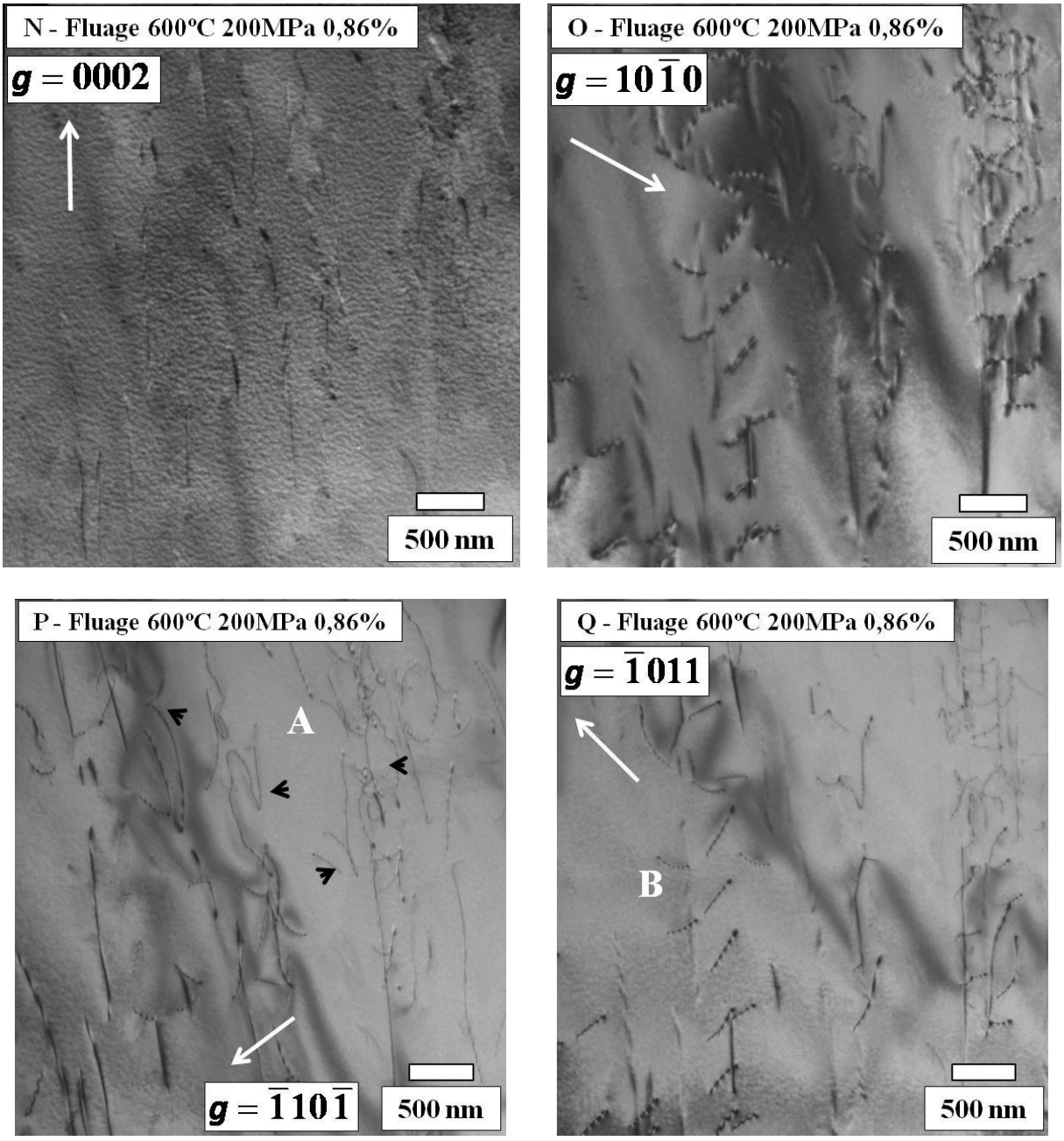


Figure III.110 - Micrographies en MET avec différents vecteurs de diffraction après une déformation par fluage de 0,86% à 600ºC sous 200MPa

Les faciès de rupture de deux essais ont été analysés au MEB. La Figure III.111 et la Figure III.112 présentent respectivement la microstructure sous le faciès de rupture après une coupe transverse de l'éprouvette fluée à 600ºC sous 200MPa et de l'éprouvette fluée à 600ºC sous 100MPa. La comparaison entre les deux images montre une striction beaucoup plus importante de l'essai sous faible contrainte, le diamètre final est environ trois fois plus petit que celui de l'essai sous 200MPa. Ceci s'explique par la plus faible contrainte appliquée diminuant la localisation des phénomènes d'endommagement. Ainsi, la rupture apparait plus tard (180h sous 100MPa contre 7h sous 200MPa) provoquant un fort allongement de l'éprouvette (90% sous 100MPa contre 40% sous 200MPa). Les images montrent effectivement des cavités de fluage présentes plus loin du faciès de rupture pour l'essai sous 100MPa en raison de la localisation plus tardive de l'endommagement. Toutefois, la longue durée de l'essai de fluage permet par diffusion de former davantage de cavités et de diamètres plus importants. Ces cavités plutôt sphériques sous 200MPa sont très allongées sous 100MPa suivant la forte déformation de la matière. La micrographie de la Figure III.113 montre une cavité au sein de la microstructure fluée sous 200MPa, la cavité se forme sur les joints de grains de la microstructure. La formation de cavités est caractéristique de mécanismes de diffusion activés, ce qui est en accord avec les valeurs d'énergie d'activation calculées et les observations en MET. Les grains sont étirés suivant la déformation de l'éprouvette et les colonies des grains lamellaires difficilement identifiables. Pour l'essai flué sous 100MPa, la microstructure est toute autre ; si les cavités sont allongées selon la déformation de fluage, la microstructure n'a pas suivi cette déformation, elle a recristallisé. En effet, les grains β_t ont disparu, l'ensemble de la phase α est sous la forme de grains équiaxes plus petits (20 µm de diamètre avant essai et 5 µm de diamètre après essai) et la phase β est localisée aux joints triples et ces sites semblent s'aligner suivant la déformation de fluage. Cette recristallisation est due à la combinaison de la haute température et de la déformation très importante (90%). En effet cette recristallisation n'a pas été observée pour l'essai plus court sous 200MPa, ni lors des vieillissements sous charge sous 100MPa à 600ºC pendant 24 heures, ni lors de vieillissements longs sans charge.

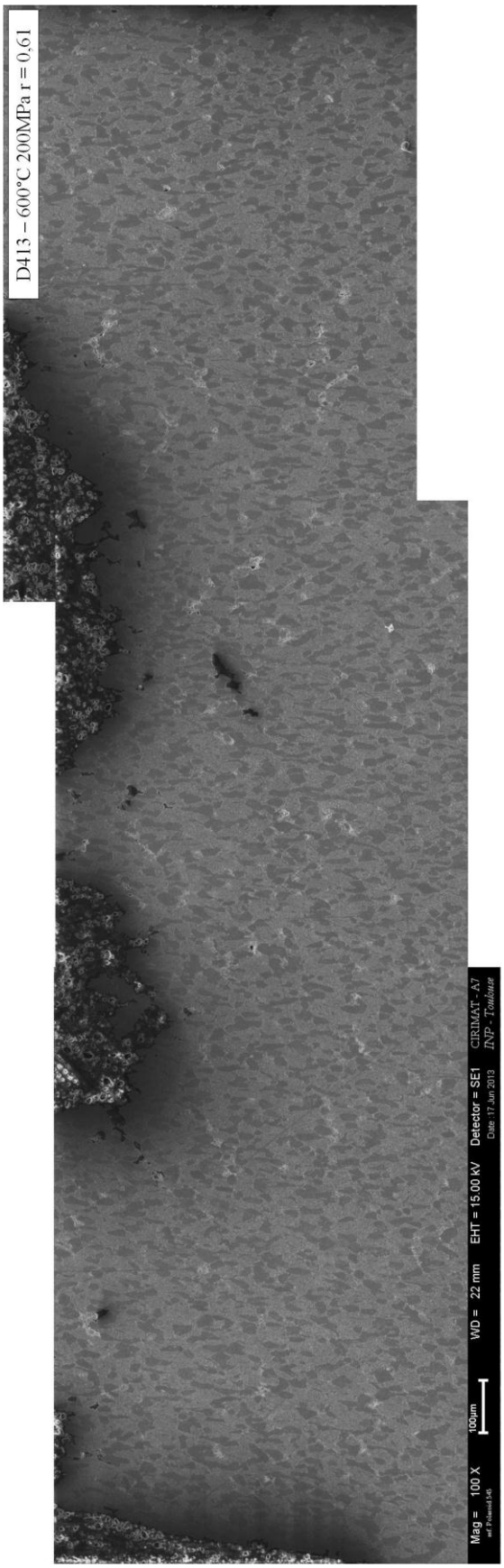


Figure III.111 - Micrographie MEB de la microstructure sous le faciès de rupture après essai de fluage à 600ºC sous 200MPa

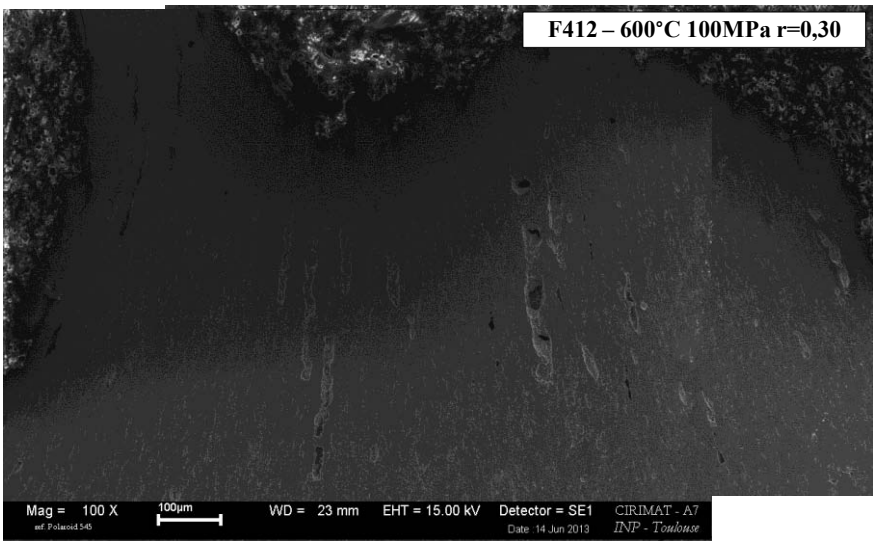


Figure III.112 - Micrographie MEB de la microstructure sous le faciès de rupture après essai de fluage à 600ºC sous 100MPa

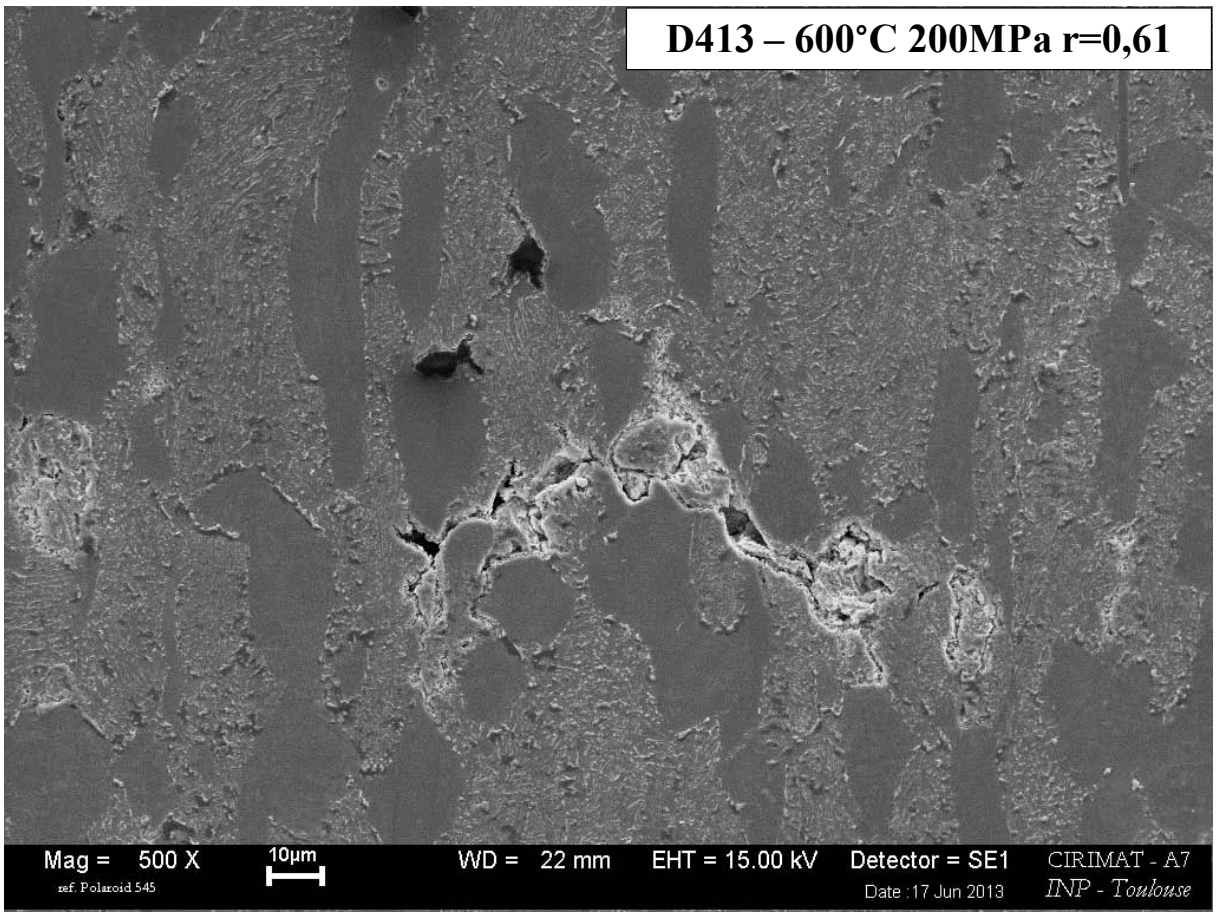


Figure III.113 - Micrographie MEB de la microstructure sous le faciès de rupture de l'éprouvette D413 fluée à 600ºC sous 200MPa

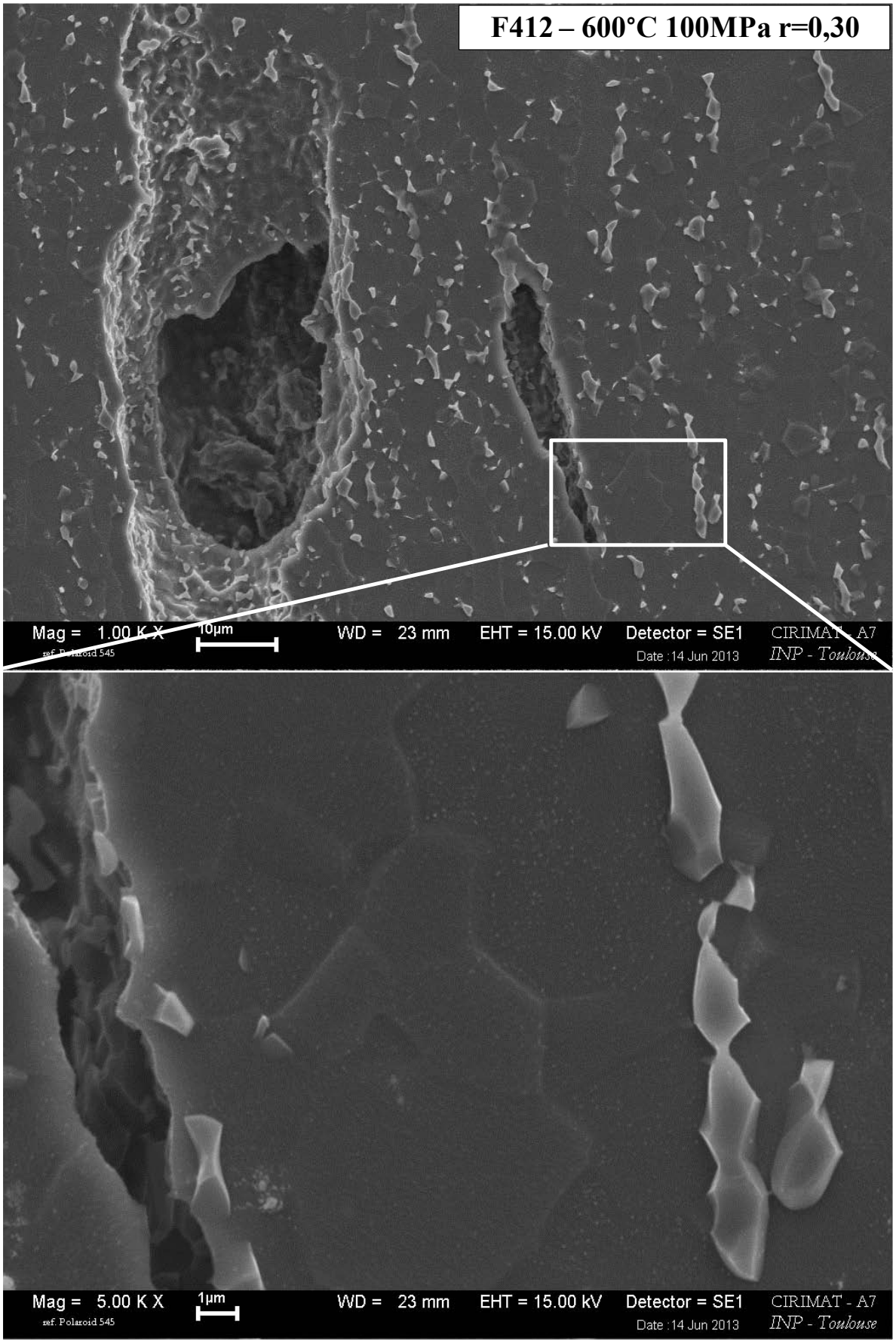


Figure III.114 - Micrographie MEB de la microstructure recristallisée de l'essai F412 (600ºC 100MPa 180h)

III.3.4 Synthèse de la caractérisation de la microstructure déformée

L'analyse de la microstructure après déformation en MET a permis d'identifier des mécanismes de déformation activés lors des premiers pourcents de déformation plastique. L'analyse des échantillons déformés à 20ºC montre une déformation contrôlée par un glissement planaire sous forme d'empilement de dislocations de vecteur de Burgers **b** = ⟨a⟩ dans les plans prismatiques en traction et en fluage. Les mêmes observations sont faites en traction à 400°C. Pour les échantillons déformés en fluage à 400°C les dislocations observées sont toujours de type ⟨a⟩. Cependant, leur morphologie a fortement évoluée puisque le glissement planaire n'est plus visible mais des dislocations fortement festonnées et de nombreuses boucles sont observées. Au sein des échantillons faiblement déformés (< 1%) en traction à 600°C, la présence de parois de dislocations (sous joints) sous forme de réseaux hexagonaux de dislocations vis des trois vecteurs de Burgers ⟨a⟩ est observée. Pour de plus forts taux de déformation la microstructure de dislocation semble toujours assez hétérogène et plutôt planaire. En fluage, des boucles ouvertes de dislocations sont observées, la déformation semble plutôt être gouvernée par des phénomènes de montée des dislocations caractéristique du fluage à haute température. La précision du vecteur ⟨a⟩ activé préférentiellement semble suivre la loi de Schmid. Des phases concentrées en vanadium dans des lattes de phase α sont plus facilement observables au sein de la matière déformée et semblent augmenter avec l'augmentation de la température.

L'analyse en MEB des éprouvettes fluées jusqu'à rupture a permis de mettre en évidence des faciès de rupture ductile de 20ºC à 600ºC. Dans le domaine des hautes températures, la microstructure sous le faciès de rupture présente de l'endommagement. Il se manifeste sous la forme de cavités aux joints de grains. Les cavités apparaissent préférentiellement aux joints de grains perpendiculaires à l'axe de sollicitation. Le taux d'endommagement se caractérise par le nombre de cavités, leurs tailles et la profondeur de matière affectée. Le taux d'endommagement augmente lorsque la température augmente et lorsque la durée d'essai augmente (diminution de la contrainte). A 600ºC pour une charge de 100MPa la rupture apparait au bout de 180 heures et la microstructure observée est recristallisée. Les grains β_t ont disparu, la taille des grains équiaxes α_p a diminué et la phase β est majoritairement concentrée aux joints de grains triples.

III.4 Synthèse des résultats de caractérisation

La caractérisation de l'état métallurgique de l'alliage a montré un gradient de microstructure lié à son histoire thermomécanique. En particulier, un grossissement de la taille des lattes de phase α dans les grains lamellaires est observé depuis la peau vers le cœur du galet. La matière au sein du galet présente du fibrage, ce fibrage semble être lié à une texture héritée de la billette avant forgeage et plus ou moins altérée par le forgeage en fonction du taux de déformation et du taux de brassage local de la matière. Les vieillissements à 600ºC pendant 24 heures n'altèrent pas significativement la microstructure et une profondeur de pénétration négligeable de l'oxygène a été mesurée relativement au diamètre des éprouvettes de traction et de fluage.

La caractérisation du comportement en traction sous une vitesse de déformation constante montre une évolution non linéaire de la contrainte d'écoulement en fonction de la température. La résistance à la traction diminue de 20ºC à 200ºC, elle se stabilise de 200ºC à 400ºC et diminue de nouveau de 400ºC à 600ºC. L'analyse de la sensibilité à la vitesse de déformation de l'alliage de 20ºC à 600ºC, permet de mettre en évidence ces trois domaines de température. La SRS est positive, constante et modérée dans le domaine des basses températures, diminue jusqu'à devenir nulle dans le domaine des températures intermédiaires et est positive en augmentant exponentiellement dans le domaine des hautes températures. La présence d'un domaine de température où la contrainte d'écoulement est indépendante de la température et où la SRS est nulle, voire négative est généralement associée à l'activation de phénomènes de vieillissement dynamique. Ceci est appuyé par l'enregistrement d'instabilités plastiques sur les courbes d'écoulement en traction dans le domaine des températures intermédiaires et des hautes températures pour une relativement faible vitesse de déformation ($10^{-5}s^{-1}$).

La caractérisation en fluage de 20ºC à 600ºC montre trois domaines de comportement. Dans le domaine des basses températures (20ºC – 150ºC), le fluage n'est activé que pour un rapport de charge supérieur à 0,8. Pour un rapport de charge compris entre 0,8 et 0,9, les courbes de fluage présentent un unique stade primaire où la vitesse de déformation diminue continûment jusqu'à une vitesse nulle. Ces conditions ne conduisent pas à la rupture, la déformation est généralement inférieure au pourcent. Pour un rapport de charge supérieur à 0,9, le fluage est plus largement activé avec des déformations en stade primaire de plusieurs pourcents. Au cours de ce stade la vitesse diminue continûment jusqu'à un minimum et augmente en un stade tertiaire conduisant à la rupture de l'éprouvette. Dans le domaine des températures intermédiaires (150ºC – 300ºC), le fluage est particulièrement limité, voire bloqué à 300ºC. Des rapports de chargement plus élevés sont nécessaires pour activer la déformation et conduire à la rupture. Dans le domaine des hautes températures (350ºC – 600ºC), le fluage est facilement activé dès de faibles rapports de charge. Les courbes de fluage se composent des stades primaire, secondaire et tertiaire. Les stades secondaire et tertiaire prédominent avec l'augmentation de température. L'énergie d'activation correspond à l'énergie d'autodiffusion du titane et l'exposant à la contrainte, pour des rapports de charge inférieurs à 0,8, est caractéristique de mécanismes de déformation contrôlés par la montée des dislocations. Pour des rapports de charge supérieurs, une rupture de la loi puissance est observée.

Les observations de la microstructure de dislocations indiquent la prépondérance du glissement prismatique de dislocations de vecteur de Burgers ⟨a⟩. Ce glissement est fortement localisé et très planaire pour les basses températures, que ce soit après traction ou fluage. En effet, des microstructures très similaires sont observées après ces deux types de sollicitation. Lorsque la température augmente le glissement tend à devenir moins planaire et les microstructures observées

après traction et fluage se différencient. Il est à noter en particulier la présence de dislocations festonnées et de nombreuses boucles ouvertes et fermées après déformation en fluage. Ces microstructures sont révélatrices de mécanismes de montée des dislocations. Ces observations en fluage sont en accord avec les valeurs de n calculées pour un rapport de charge inférieur à 0,8. L'analyse des microstructures sous les faciès de rupture ne montre pas d'endommagement dans le domaine des basses températures. A hautes températures, de l'endommagement est observé sous forme de cavités aux joints de grains caractéristiques de phénomènes de diffusion. Le taux d'endommagement augmente avec la température et la durée d'essai. Pour les hautes températures et faibles contraintes, soit pour des durées et des déformations de fluage importantes un phénomène de recristallisation peut aussi être remarqué.

Chapitre IV - Exploitation des résultats

IV.1 Discussion sur le comportement viscoplastique 153

IV.1.1 Volume d'activation apparent 153

IV.1.2 Sensibilité à la vitesse de déformation 158

IV.1.3 Des essais de traction à différentes vitesses de déformation aux courbes de fluage 162

IV.1.4 Synthèse sur le comportement viscoplastique 168

IV.2 Comportement du matériau au cours d'un essai thermomécanique : expérience et simulation 170

IV.1 Discussion sur le comportement viscoplastique

IV.1.1 Volume d'activation apparent

Dans cette partie, l'objectif est d'analyser le comportement mécanique de l'alliage dans sa globalité aussi bien en fonction de la température que du type de sollicitation : fluage (contrainte imposée) ou traction (vitesse de déformation imposée). Il a été établi précédemment (Figure III.90) que la vitesse de déformation suit une loi d'Arrhenius. La vitesse de déformation peut donc être définie comme suit :

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \times \exp\left(-\frac{U(\sigma)}{kT}\right) \qquad \textbf{éq. IV.1}$$

- $\dot{\varepsilon}$: Vitesse de déformation
- $\dot{\varepsilon}_0$: Vitesse de déformation initiale
- U(σ) : Energie d'activation dépendant de la contrainte en Joule
- T : Température en degré Kelvin
- k : Constante de Boltzmann = $1{,}38\text{x}10^{-23}\text{m}^2.\text{kg}.\text{s}^{-2}.\text{K}^{-1}$

Une approximation simple de la dépendance de l'énergie d'activation à la contrainte est une évolution linéaire telle que :

$$U(\sigma) = U_0 - V_a \times \sigma \qquad \textbf{éq. IV.2}$$

- U(σ) : Energie d'activation dépendant de la contrainte appliquée
- U_0 : Energie d'activation au zéro absolu
- σ : Contrainte
- V_a : Coefficient de proportionnalité possédant la dimension d'un volume et nommé volume d'activation apparent

Ainsi, plus la contrainte appliquée est grande moins l'énergie d'activation thermique sera importante. La grandeur V_a a la dimension d'un volume. Ce volume n'a pas d'existence physique au sein du matériau. Toutefois, si une dislocation de vecteur de Burgers b jouant le rôle d'une source de Frank-Read balaye une aire de glissement plan sous l'action d'une contrainte σ, V_a peut être considéré comme le volume d'activation apparent de ce glissement. V_a est donc caractéristique du mécanisme de déformation activé. Ce volume est généralement divisé par un volume élémentaire b^3, où b est la norme du vecteur de Burgers, le glissement s'établit majoritairement dans les alliages de titane selon ⟨a⟩, b sera assimilé au paramètre de maille a ($a = 2{,}96\text{x}10^{-10}\text{m}$). En utilisant les équations éq. IV.1 et éq. IV.2 le volume d'activation apparent peut être calculé suivant l'équation éq. IV.3.

$$V_a = \text{k} \times \text{T} \times \frac{\partial \ln \dot{\varepsilon}}{\partial \sigma}\Big)_T \qquad \textbf{éq. IV.3}$$

Ainsi, le volume d'activation apparent peut être obtenu à partir d'un graphique semi logarithmique donnant la vitesse de déformation en fonction de la contrainte. La Figure IV.2 reprend la vitesse de déformation en fonction de la contrainte pour l'ensemble de la plage des températures étudiées en fluage. La contrainte correspond à la contrainte appliquée macroscopiquement lors de l'essai de fluage. Pour les hautes températures de 400ºC à 600ºC, la vitesse de déformation correspond à la vitesse de fluage secondaire ; alors que pour les températures inférieures à 400ºC la vitesse de déformation reportée correspond à la pente de la droite d'ordonnée à l'origine nulle et passant par la déformation à 24h pour l'essai considéré, rappelé par la Figure IV.1.

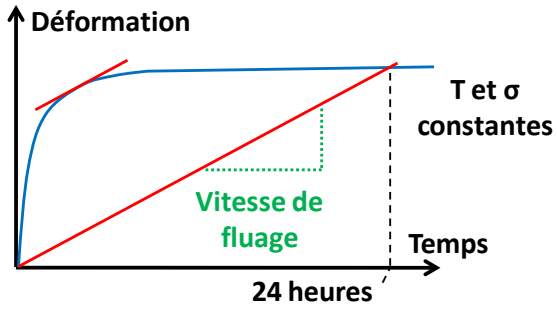


Figure IV.1 - Schéma de la méthode de calcul d'une vitesse de fluage à 24 heures

La Figure IV.2 montre une corrélation linéaire possible en échelle semi logarithmique à chacune des températures. La corrélation est plus évidente à hautes et basses températures et les pentes semblent similaires. Dans le domaine des températures intermédiaires, les nuages de points sont plus diffus mais les droites peuvent être définies et présentent des pentes plus faibles. Un minimum est obtenu à 300ºC.

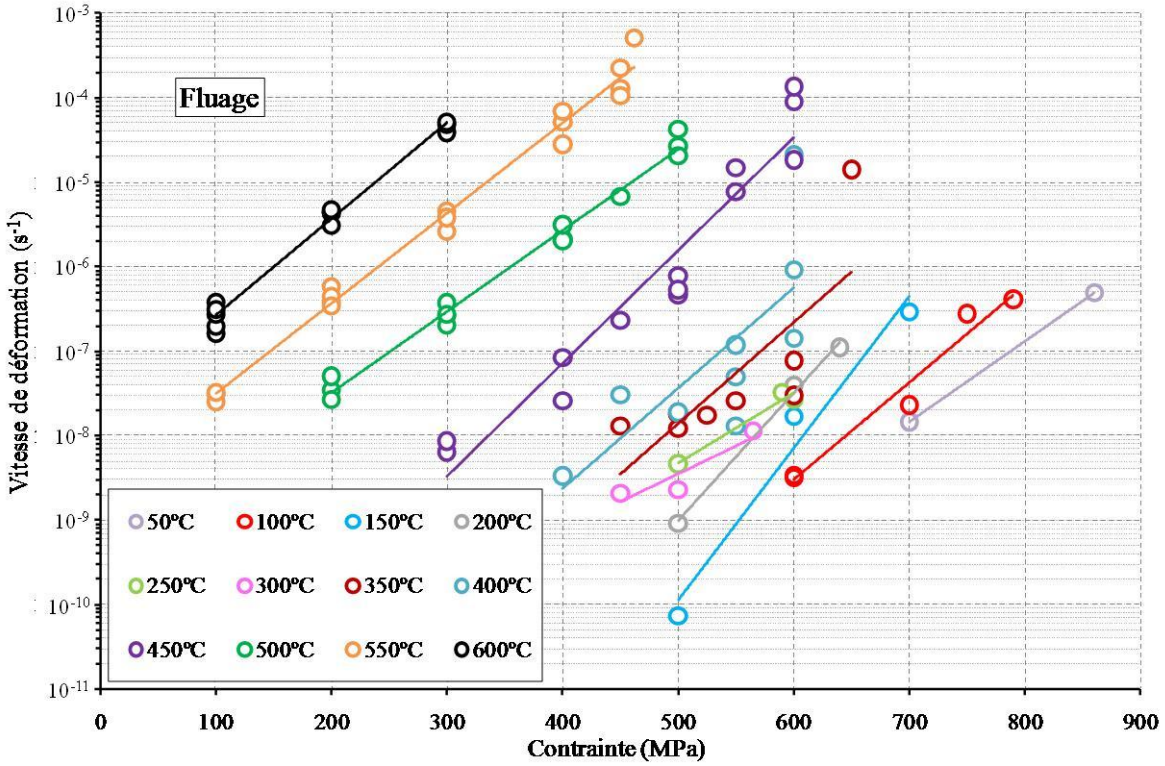


Figure IV.2 - Evolution de la vitesse de déformation par fluage en fonction de la contrainte appliquée pour plusieurs températures

Une analyse analogue peut aussi être réalisée à partir des essais de traction. Dans ce cas, la vitesse de déformation correspond à la vitesse de déformation imposée lors de l'essai et la contrainte à la limite d'élasticité. Les essais de traction avec sauts de vitesse sont aussi ajoutés pour atteindre des niveaux de vitesse de déformation supplémentaires. Pour les données issues des essais de traction avec des sauts de vitesse de déformation, la vitesse de déformation reportée sur le graphique est la vitesse de déformation imposée durant le palier considéré. La contrainte est la limite d'élasticité déterminée à

la vitesse de $1{,}6x10^{-4}s^{-1}$ ajoutée à l'augmentation ou à la diminution de contrainte engendrée par le saut de vitesse. De cette manière l'écrouissage n'est pas compris dans la contrainte. La méthode de calcul est schématisée par la Figure IV.3. Les données extraites des essais de traction sont présentées sur la Figure IV.4 en échelle semi logarithmique pour toutes les températures testées. La corrélation des données à chaque température par une loi linéaire montre une augmentation de la pente de ces droites de 20ºC à 350ºC et une diminution de la pente de 350ºC à 600ºC. Un maximum est obtenu à 350ºC.

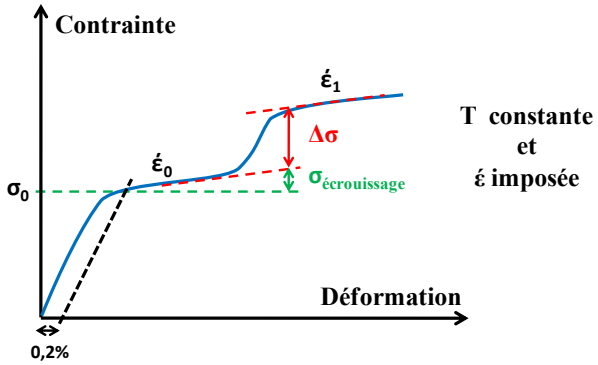


Figure IV.3 - Schéma du calcul de la contrainte lors d'essais de traction avec sauts de vitesse

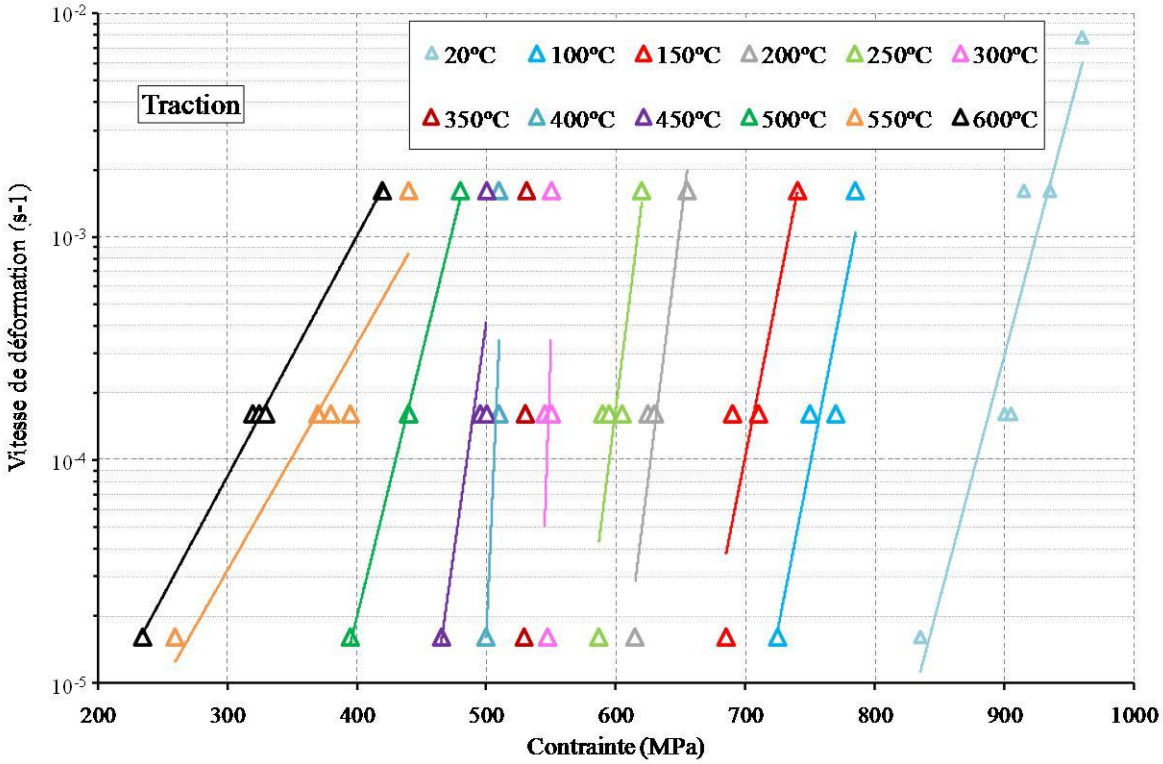


Figure IV.4 - Evolution de la vitesse de déformation en traction en fonction de la limite d'élasticité pour plusieurs températures

Les données issues des essais de fluage et de traction peuvent être placées sur un unique graphique présenté en Figure IV.5. Les pentes pour chaque température, aussi bien en fluage qu'en traction sont calculées et permettent de calculer le volume d'activation apparent reporté dans le Tableau IV.1 en b^3. Leur évolution est représentée en fonction de la température dans la Figure IV.6.

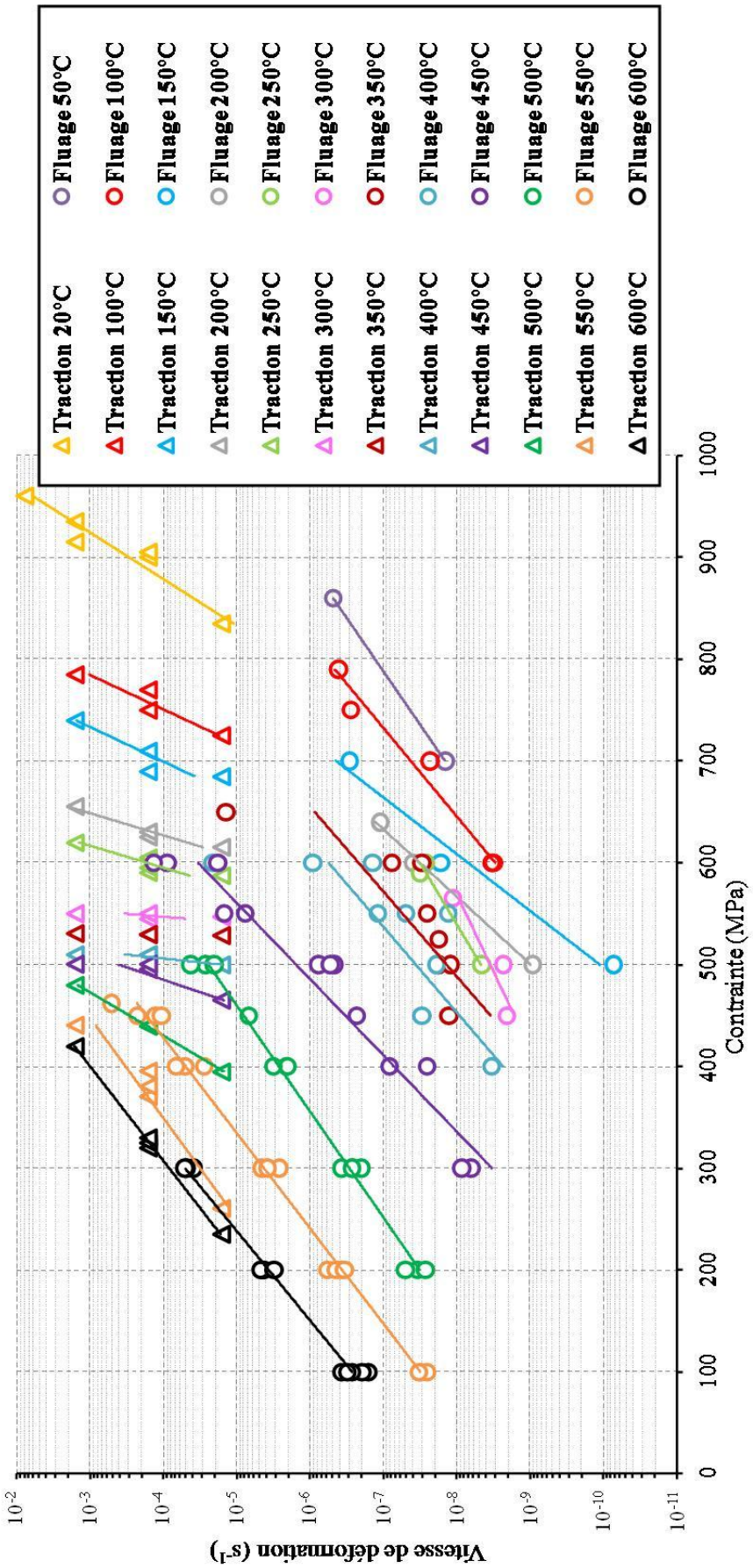


Figure IV.5 - Evolution de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte d'écoulement pour plusieurs températures

Tableau IV.1 - Valeurs du volume d'activation apparent pour chaque température en traction et en fluage

T (ºC)	**20**	**50**	**100**	**150**	**200**	**250**	**300**	**350**	**400**	**450**	**500**	**550**	**600**
V (b^3) Traction	8		14	15	27	30	117	762	110	36	22	10	12
V (b^3) Fluage		4	5	9	19	5	5	9	10	12	9	11	12

L'évolution du volume d'activation apparent en traction augmente de 20ºC à 300ºC et diminue de 400ºC à 600ºC. Elle présente une divergence autour de 350ºC coïncidant avec la sensibilité à la vitesse de déformation nulle voire négative de l'alliage. Le volume d'activation apparent mesuré en fluage est toujours inférieur, voire égal au volume d'activation apparent mesuré en traction. De 20ºC à 200ºC, le volume d'activation apparent en fluage augmente avec la température suivant l'évolution du volume d'activation apparent en traction. De 200ºC à 300ºC, le volume d'activation apparent en fluage diminue avec la température et marque un minimum autour de 300ºC pour faiblement augmenter avec la température jusqu'à 600ºC et retrouver des valeurs similaires à celles obtenues en traction à partir de 550ºC. Le minimum rencontré à 300ºC correspond au comportement étudié précédemment avec une résistance au fluage accrue autour de 300ºC. La divergence du volume d'activation apparent pour les essais de traction est généralement significative d'un changement de mécanisme contrôlant la déformation. Dans le domaine des basses températures, l'évolution similaire et les valeurs comparables du volume d'activation apparent en traction et en fluage permettent de supposer que le même mécanisme de déformation intervient dans les deux cas.

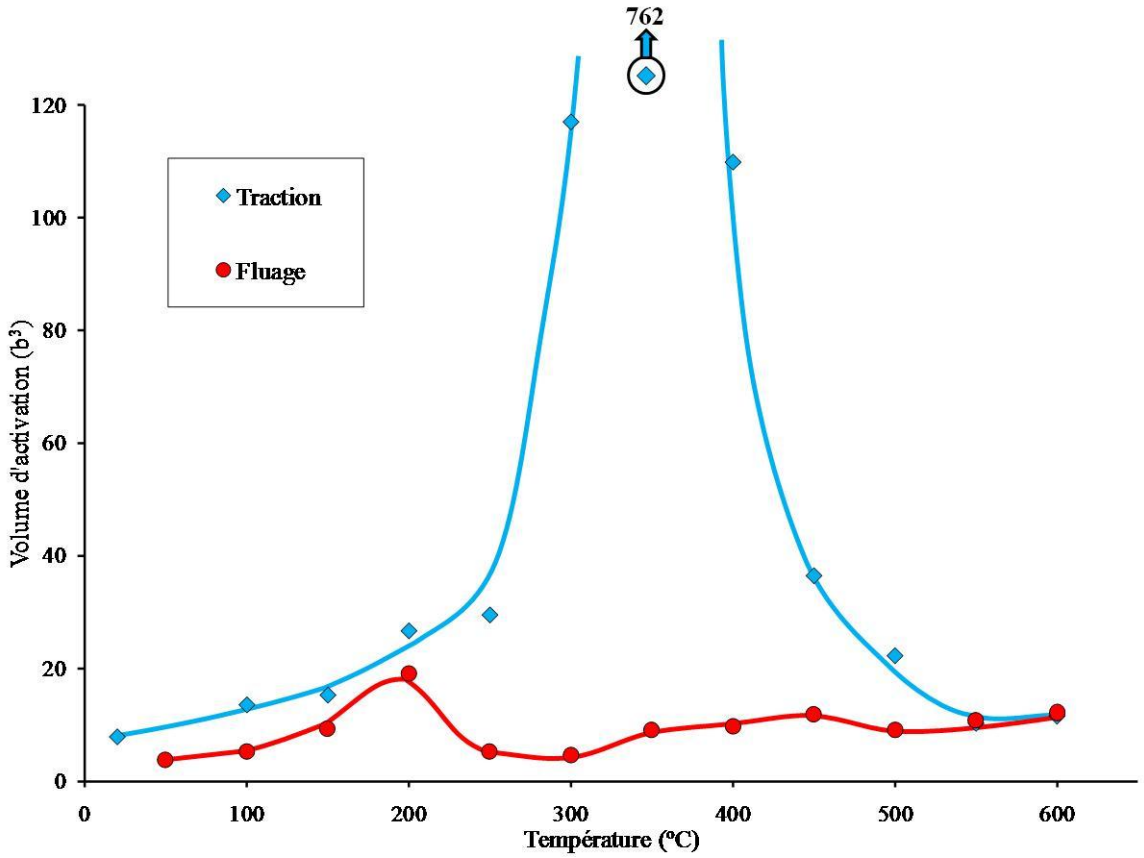


Figure IV.6 - Valeurs du volume d'activation apparent en fonction de la température et du type de sollicitation

IV.1.2 Sensibilité à la vitesse de déformation

La sensibilité à la vitesse de déformation peut être représentée par le volume d'activation apparent comme abordé précédemment. La sensibilité à la vitesse au cours des essais de traction a aussi été représentée au paragraphe III.2.1.5 précédent par le paramètre m. La Figure IV.7 reprend l'évolution de m en fonction de la température. Par souci de simplification les sauts de vitesse sont notés avec la vitesse haute du saut : les sauts de $\dot{\varepsilon} = 1{,}6\text{x}10^{-4}\text{s}^{-1}$ à $1{,}6\text{x}10^{-3}\text{s}^{-1}$ sont notés 10^{-3}s^{-1} et les sauts de $\dot{\varepsilon} = 1{,}6\text{x}10^{-4}\text{s}^{-1}$ à $1{,}6\text{x}10^{-5}\text{s}^{-1}$ sont notés 10^{-4}s^{-1} sur la Figure IV.7. Comme il avait été remarqué ci-dessus l'évolution de m avec la température dépend de la vitesse elle-même, plus précisément lorsque la vitesse diminue la courbe représentant la variation de m en fonction de la température se décale vers les basses températures. Les températures frontières des domaines I, II et III définies au paragraphe III.2.1.5 dépendent donc de la vitesse. Une variation d'une décade de la valeur de la vitesse de déformation induit un décalage de 50°C des températures des domaines. En extrapolant cette relation pour les faibles vitesses de déformation, les évolutions du paramètre m en fonction de la température sont données par la Figure IV.7 pour différentes vitesses de sollicitation. L'évolution de la vitesse de déformation pour laquelle la sensibilité s'annule peut ainsi être suivie. Cette température est mesurée à 350°C pour une vitesse de 10^{-3}s^{-1}, 300°C pour 10^{-4}s^{-1} ; l'évolution des couples vitesse de déformation/température pour les vitesses plus faibles extrapolées est donnée dans le Tableau IV.2. c'est-à-dire que pour une vitesse de sollicitation de 10^{-4}s^{-1}, une diminution de la vitesse n'entrainera pas de modification de la contrainte d'écoulement à 300ºC. La vitesse de déformation à partir de laquelle l'alliage n'est plus sensible à la vitesse de déformation est ainsi obtenue et reprise dans le Tableau IV.2 pour chaque température du domaine des basses températures.

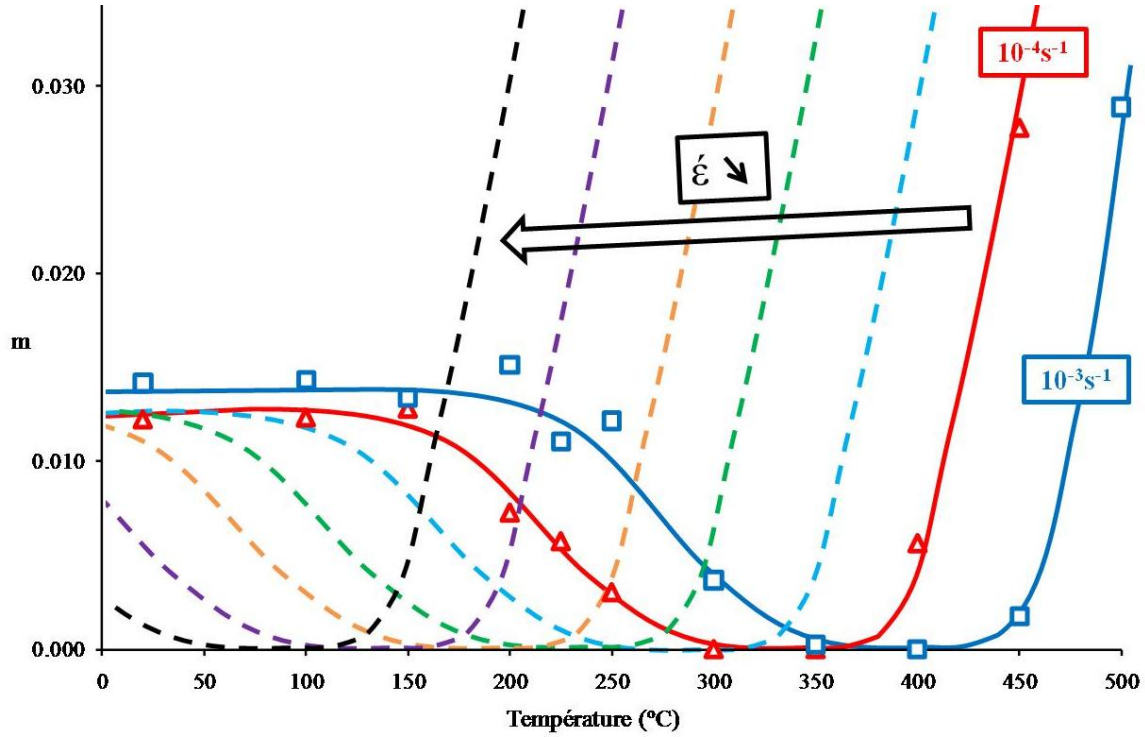


Figure IV.7 - Evolution du paramètre de sensibilité à la vitesse en fonction de la température et de la vitesse de déformation

Tableau IV.2 – Valeur de la vitesse de déformation à partir de laquelle la sensibilité à la vitesse est nulle

T (ºC)	20	50	100	150	200	250	300	350
$\dot{\varepsilon}_{limite}$ **(s^{-1})**	$5x10^{-9}$	10^{-9}	10^{-8}	10^{-7}	10^{-6}	10^{-5}	10^{-4}	10^{-3}

Les valeurs de sensibilités à la vitesse de déformation extrapolées peuvent être corrélées avec des mesures expérimentales réalisées par Jousset [Jousset, 2008] à 20ºC, 150ºC et 300ºC pour un alliage de titane de composition chimique proche de celle du TA6V, le Ti-6242 avec une microstructure lamellaire. Ces résultats mesurés à 20ºC sont repris dans la Figure IV.8. Une transition est constatée autour d'une vitesse de déformation critique $\dot{\varepsilon}_{critique}$ = $10^{-9}s^{-1}$. Pour une vitesse inférieure, la pente est verticale ce qui tend vers un volume d'activation apparent infini (éq. IV.4). L'expression de la sensibilité à la vitesse de déformation m définie selon l'équation éq. IV.5 peut s'écrire suivant l'équation éq. IV.6. Ainsi, pour ce domaine de vitesse où la contrainte est constante, un volume d'activation apparent infini implique un paramètre m nul. Pour une vitesse supérieure, la pente est constante jusqu'à une vitesse de $4x10^{-5}s^{-1}$. Le calcul de la pente donne un volume d'activation apparent de 16 b^3. La déformation a donc lieu dans ce domaine de vitesse de déformation à volume d'activation apparent constant. L'extrapolation des valeurs de m (Tableau IV.2) donne une annulation de la sensibilité pour une valeur de vitesse de déformation de $10^{-9}s^{-1}$. Il est aussi intéressant de remarquer que ce comportement ne dépend pas du niveau de déformation plastique, comme remarqué précédemment dans le paragraphe III.2.1.5. Les mêmes mesures réalisées par Jousset à 150ºC montrent une transition similaire pour une vitesse de déformation de $10^{-7}s^{-1}$. A 300ºC, les mesures de Jousset donnent une sensibilité à la vitesse de déformation nulle de $10^{-9}s^{-1}$ à $10^{-5}s^{-1}$. Ces données expérimentales corroborent bien l'extrapolation réalisée pour les basses températures. Il est à noter que l'extrapolation des courbes conduit aussi à translater le domaine des hautes températures (augmentation exponentielle de la SRS) vers les basses températures. Aucun essai mené au cours des travaux de thèse ne permet de confirmer l'existence de ce domaine à plus basse température pour de faibles vitesses de déformation. L'extrapolation de ce domaine est donc plus discutable et n'est pas exploitée.

$$V_a = k \times T \times \frac{\partial \ln \dot{\varepsilon}}{\partial \sigma} \qquad \textbf{éq. IV.4}$$

$$m = \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\varepsilon}} \qquad \textbf{éq. IV.5}$$

$$m = \frac{1}{\sigma} \times \frac{\partial \sigma}{\partial \ln \dot{\varepsilon}} = \frac{1}{\sigma} \times \frac{k \times T}{V_a} \qquad \textbf{éq. IV.6}$$

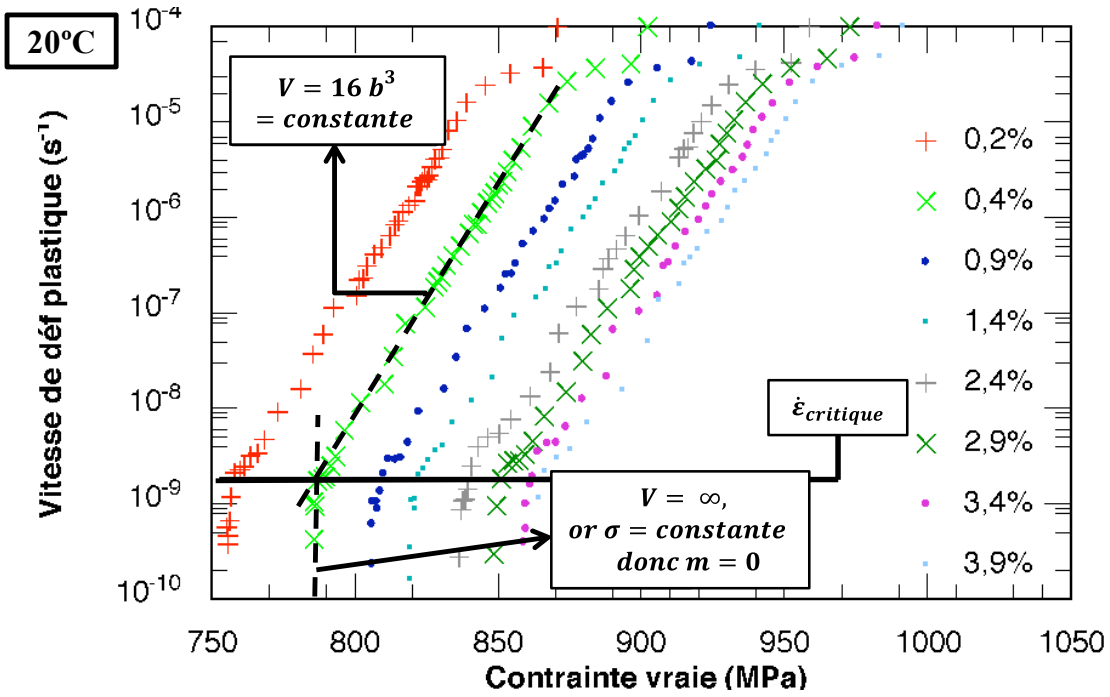


Figure IV.8 - Evolution de la vitesse de déformation plastique à 20°C en fonction de la contrainte pour différents niveaux de déformation plastique [Jousset, 2008]

En admettant l'extrapolation aux basses températures de la sensibilité à la vitesse pour les plus faibles vitesses de déformation, l'expression du paramètre m (éq. IV.7) permet d'obtenir une relation entre la contrainte d'écoulement et la vitesse de déformation éq. IV.8.

$$m = \frac{d\sigma}{d\dot{\varepsilon}} \times \frac{\dot{\varepsilon}}{\sigma} \qquad \textbf{éq. IV.7}$$

D'où $\frac{d\sigma}{\sigma} = m \times \frac{d\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}}$

Par intégration entre deux états : $\ln\frac{\sigma_2}{\sigma_1} = m \times \ln\frac{\dot{\varepsilon}_2}{\dot{\varepsilon}_1}$

Finalement $\frac{\sigma_2}{\sigma_1} = \left(\frac{\dot{\varepsilon}_2}{\dot{\varepsilon}_1}\right)^m$ **éq. IV.8**

Ainsi, en utilisant l'équation éq. IV.8, en connaissant une courbe de traction monotone à une température donnée et en admettant que le taux d'écrouissage est indépendant de la vitesse de déformation il est possible de reconstruire les courbes de traction à la température considérée pour l'ensemble des vitesses de déformation. Par exemple, en se plaçant à 100°C, la Figure IV.9 donne l'évolution des valeurs du paramètre de sensibilité à la vitesse de déformation en fonction de la vitesse de déformation, déduite de l'extrapolation des données expérimentales à $10^{-4}s^{-1}$ et $10^{-3}s^{-1}$. En utilisant ces valeurs et l'équation éq. IV.8, les courbes de traction pour différentes vitesses de déformation peuvent être tracées depuis l'essai de traction monotone connu pour une vitesse de $10^{-4}s^{-1}$. De cette manière les courbes de traction pour des vitesses de déformation imposée allant de $10^{-3}s^{-1}$ à $10^{-9}s^{-1}$ sont tracées sur la Figure IV.10 pour tous les ordres de grandeur de la vitesse de déformation. La SRS étant nulle à partir de $10^{-8}s^{-1}$ les courbes de traction pour des vitesses de déformation imposées inférieures sont superposées à l'essai réalisé à $10^{-8}s^{-1}$. Les courbes de traction sont tracées en déformation plastique définie selon l'équation éq. IV.9.

$$\varepsilon_{plastique} = \varepsilon_{totale} - \frac{\sigma}{E} \qquad \textbf{éq. IV.9}$$

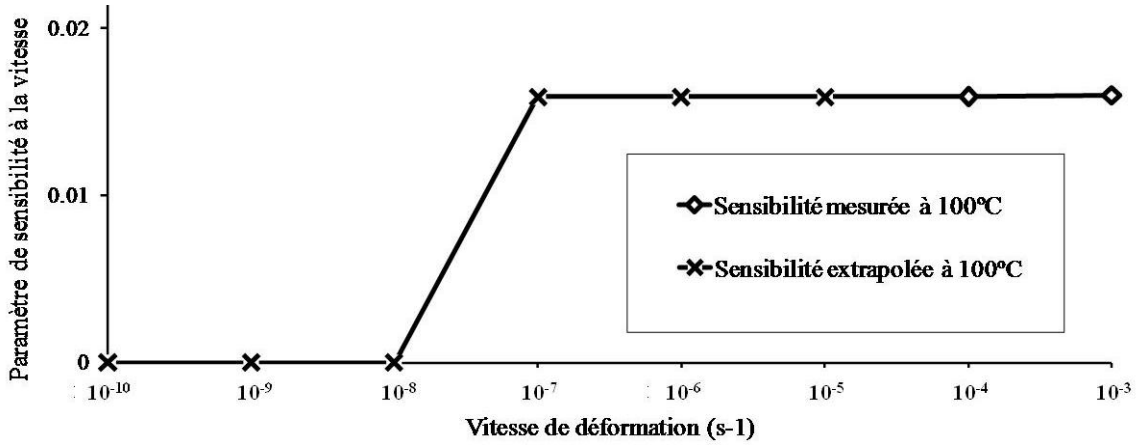


Figure IV.9 - Evolution du paramètre de sensibilité à la vitesse de déformation à 100°C

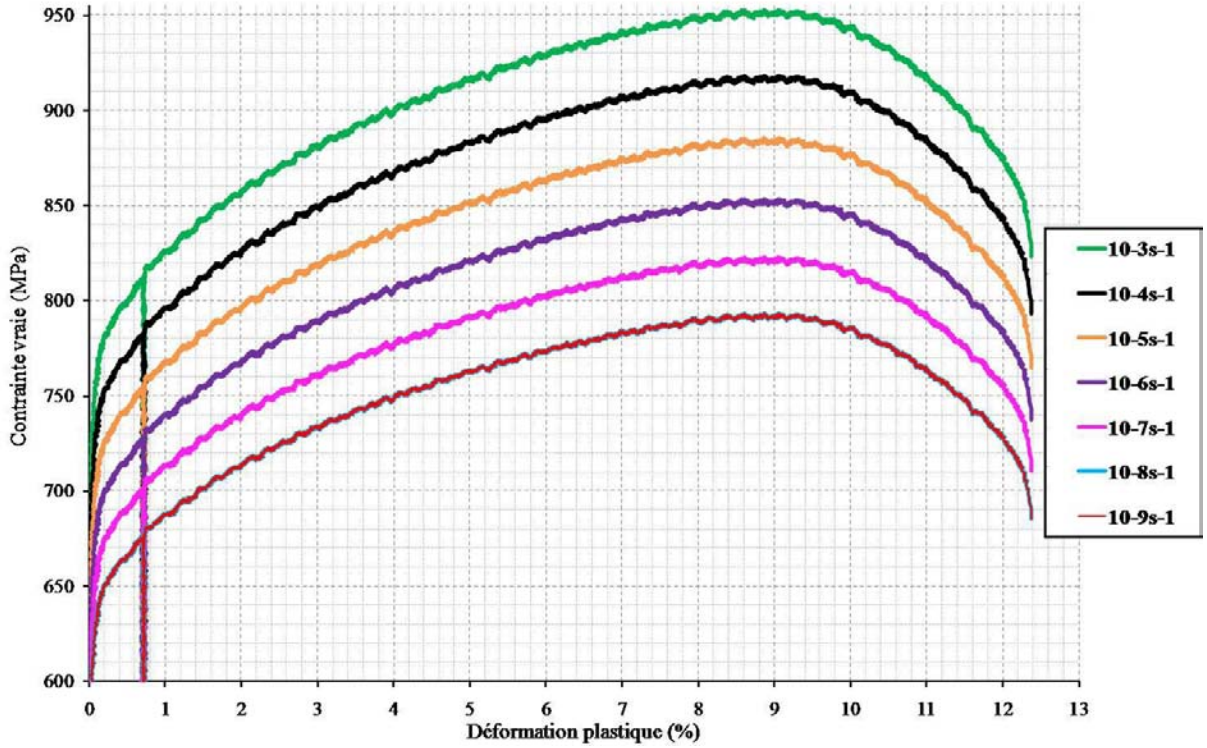


Figure IV.10 - Extrapolation des courbes de traction à 100°C pour différentes vitesses déformation grâce à la sensibilité à la vitesse de déformation

Il est possible d'extraire de ces courbes de traction extrapolées les limites d'élasticité et la résistance maximale à la traction aux différentes vitesses de déformation. Ces données sont présentées dans le Tableau IV.3, ainsi que le paramètre r' défini comme le rapport de la limite d'élasticité à la vitesse de déformation considérée sur la limite d'élasticité obtenue expérimentalement pour une vitesse de déformation de $10^{-4}s^{-1}$. La SRS nulle à partir de $10^{-8}s^{-1}$ donne une limite d'élasticité constante ($\sigma_{0,2\%mini}$ = 648MPa) pour les vitesses de déformation inférieures ou égales à $10^{-8}s^{-1}$. Ainsi, il n'existe aucune vitesse de déformation pour laquelle une contrainte inférieure à 649MPa plastifie le matériau. Pour la condition de température de 100°C, cette valeur de 648MPa correspond à une valeur

de r' = 0,86. Cette valeur est en accord avec l'activation du fluage autour d'un rapport de chargement de 0,8 retenue précédemment comme la contrainte limite d'activation du fluage.

Tableau IV.3 - Données de traction à 100ºC extrapolées pour de plus faibles vitesses de déformation

$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	10^{-4}	10^{-5}	10^{-6}	10^{-7}	10^{-8}	10^{-9}
$\sigma_{0,2\%}$ (MPa)	750	723	697	672	648	648
σ_M (MPa)	918	885	853	823	793	793
r'	1,00	0,96	0,93	0,90	0,86	0,86

IV.1.3 Des essais de traction à différentes vitesses de déformation aux courbes de fluage

Les courbes de fluage réalisées à 100ºC montrent l'apparition d'un stade de fluage primaire marqué pour des rapports de chargement $r \geq 0,95$ et l'absence de fluage primaire pour $r < 0,88$. Le rapport r', calculé grâce à l'extrapolation des essais de traction, est compris entre ces deux bornes. La limite d'élasticité minimale obtenue en diminuant la vitesse de déformation semble s'apparenter à une contrainte seuil d'activation du fluage primaire, voire du fluage. En suivant cette logique de lien entre le comportement en fluage et en traction à basses températures, le but est de faire coïncider un essai de fluage avec les données de traction. En considérant l'évolution de la vitesse de déformation de l'essai de fluage G415 réalisé à 100ºC sous 790MPa en fonction de la déformation, la Figure IV.11 est obtenue. Le graphique montre une vitesse de déformation initiale de $4x10^{-5}s^{-1}$. La déformation est initialisée à zéro au moment où la charge est appliquée. Il n'y a pas de fluage secondaire, la vitesse diminue continument jusqu'à un minimum à 6% de déformation et ensuite augmente jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Le dernier point mesuré donne une déformation de 10,4% pour une vitesse de déformation de $6x10^{-4}s^{-1}$, mais la déformation mesurée sur l'éprouvette après essai donne un allongement à rupture de 14,4%. Ainsi, la vitesse de déformation au moment de la rupture n'est pas précisément connue. La mise en charge n'est pas indiquée sur le graphique mais elle correspond à une vitesse de déformation de $4x10^{-5}s^{-1}$ lors de l'établissement des 790MPa. La mise en charge peut être assimilée à une traction jusqu'à 790MPa avec une vitesse de déformation imposée de $4x10^{-5}s^{-1}$. La Figure IV.12 reprend le faisceau de courbes de traction générées à 100ºC superposé au chemin de chargement à une telle vitesse. La déformation initiale due au chargement est donc de 1,4%. La contrainte est maintenue à 790MPa, l'essai de fluage correspond donc à une droite horizontale comme indiqué sur la Figure IV.12. Compte tenu de l'écrouissage du matériau, pour une contrainte fixée la poursuite de la déformation plastique ne peut être possible que si la contrainte d'écoulement décroit ce qui correspond à une diminution de la vitesse de déformation. La vitesse de déformation diminue ainsi jusqu'à atteindre la vitesse de déformation pour laquelle la contrainte imposée correspond à la résistance maximale à la traction de l'alliage. Au-delà de ce point, un phénomène de striction apparait et la vitesse de déformation augmente à nouveau conduisant à la rupture de l'éprouvette. Ainsi, d'après les courbes de traction une valeur de σ_M de 790MPa correspondrait à une vitesse de déformation de l'ordre de $10^{-8}s^{-1}$ pour une déformation plastique totale de 8,7%, soit une déformation hors mise en charge de 7,3%. En revenant sur la Figure IV.11, une vitesse de déformation de $10^{-8}s^{-1}$ est obtenue à 6% de déformation plastique pour une contrainte imposée de 790MPa. En considérant la dispersion de

la matière entre les deux essais et l'approximation de l'hypothèse considérant le taux d'écrouissage indépendant de la vitesse de déformation, ces deux résultats sont en bonne adéquation et montrent la corrélation possible entre les essais de traction intégrant la sensibilité à la vitesse de déformation et les essais de fluage. Les deux essais peuvent être corrélés sur l'ensemble de la déformation. Les croix blanches reportées sur les deux figures (IV.11 et IV.12) reprennent la valeur de la déformation plastique en traction pour chaque ordre de grandeur de la vitesse de déformation traversée à 790MPa sur la Figure IV.12. L'existence d'une vitesse limite où l'alliage n'est plus sensible à la vitesse de déformation conduit à une contrainte limite en dessous de laquelle la rupture par fluage n'apparait pas. Cette contrainte correspond au σ_M de l'alliage lorsque celui-ci n'est plus sensible à la vitesse de déformation (SRS = 0). Les courbes de fluage ne présentent plus qu'un unique stade primaire : fluage épuisement. Dans le domaine des basses températures et des températures intermédiaires, il existe une courbe de traction conduisant à la rupture pour une contrainte d'écoulement minimale. Cette courbe est telle que σ_M corresponde à un rapport de chargement de 0,9 marquant le comportement en fluage conduisant à la rupture et telle que $\sigma_{0,2\%}$ corresponde à un rapport de chargement de 0,8 correspondant à l'activation du fluage.

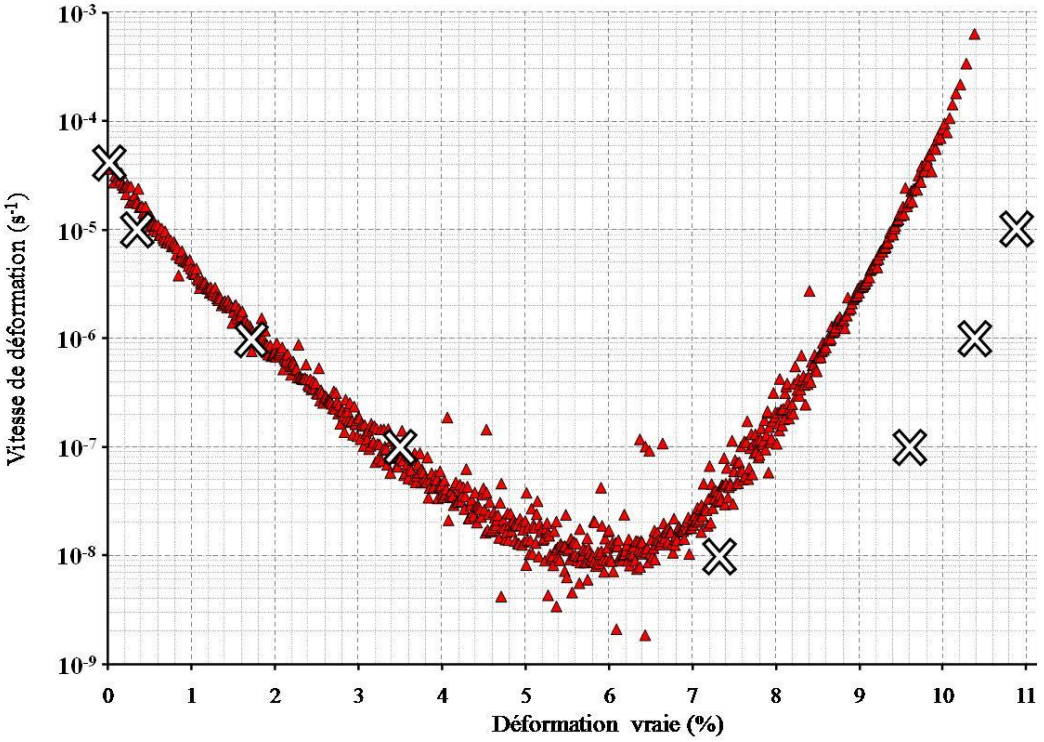


Figure IV.11 - Evolution de la vitesse de déformation en fonction de la déformation lors de l'essai de fluage G415 à 100°C sous 790MPa

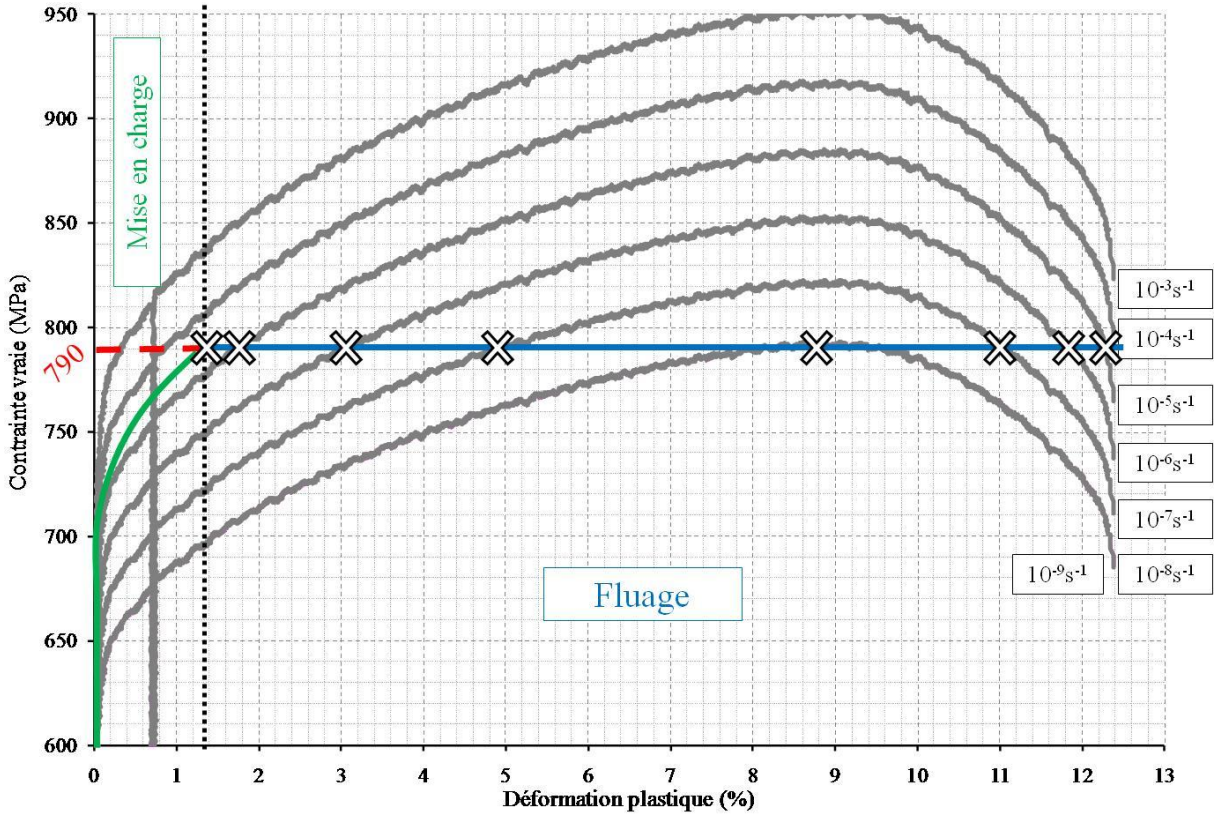


Figure IV.12 - Chemin de chargement d'un essai de fluage sur le faisceau de courbe de traction

Ainsi en représentant la contrainte d'écoulement en fonction de la déformation plastique et de la vitesse de déformation, il est possible d'obtenir une nappe 3D du comportement viscoplastique de l'alliage. Cette nappe est représentée en Figure IV.13 à 100°C. La contrainte diminue avec la diminution de la vitesse de déformation et reste constante à partir d'une vitesse de $10^{-8}s^{-1}$. La contrainte atteint un maximum pour 8,6% de déformation plastique quelle que soit la vitesse de déformation. L'intérêt de cette représentation est de permettre de retrouver par une coupe selon un plan à vitesse de déformation constante l'essai de traction et par une coupe selon une contrainte constante un essai de fluage. En projetant les courbes d'intersection entre la nappe 3D et des plans à contrainte constante dans un diagramme donnant la vitesse de déformation en fonction de la déformation plastique, les courbes de fluage pour les différentes contraintes sont obtenues, comme le montre la Figure IV.14. Les courbes de 800MPa à 900MPa correspondent à des courbes de fluage composées d'un stade primaire et d'un stade tertiaire. Elles passent par un minimum de vitesse à 8,6% de déformation plastique correspondant au point d'inflexion entre le stade primaire et le stade secondaire et conduisent à la rupture de l'éprouvette. Ce point d'inflexion est plus ou moins constant dans le domaine des basses températures et des températures intermédiaires, ce qui est en accord avec ce qui est obtenu sur la Figure IV.14. Pour les courbes à 700MPa et 750MPa, seul un stade primaire est observé et les courbes ne conduisent pas à la rupture de l'éprouvette. C'est le fluage épuisement observé sur les courbes expérimentales de la Figure III.72. Dans le cas de cette nappe, les rapports de charge faisant la transition entre les deux types de fluage et l'activation du fluage lui-même sont respectivement proches de 0,9 et 0,8. Ces valeurs correspondent à ce qui est observé expérimentalement.

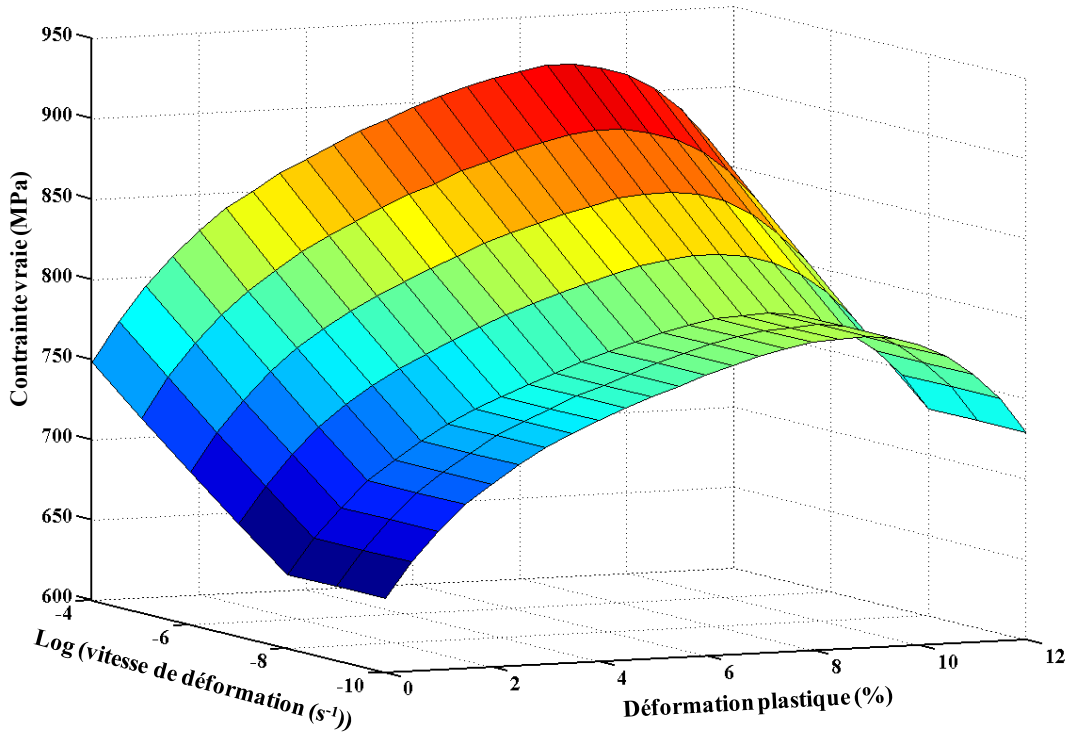


Figure IV.13 - Nappe 3D du comportement plastique en fonction de la vitesse de déformation à 100°C

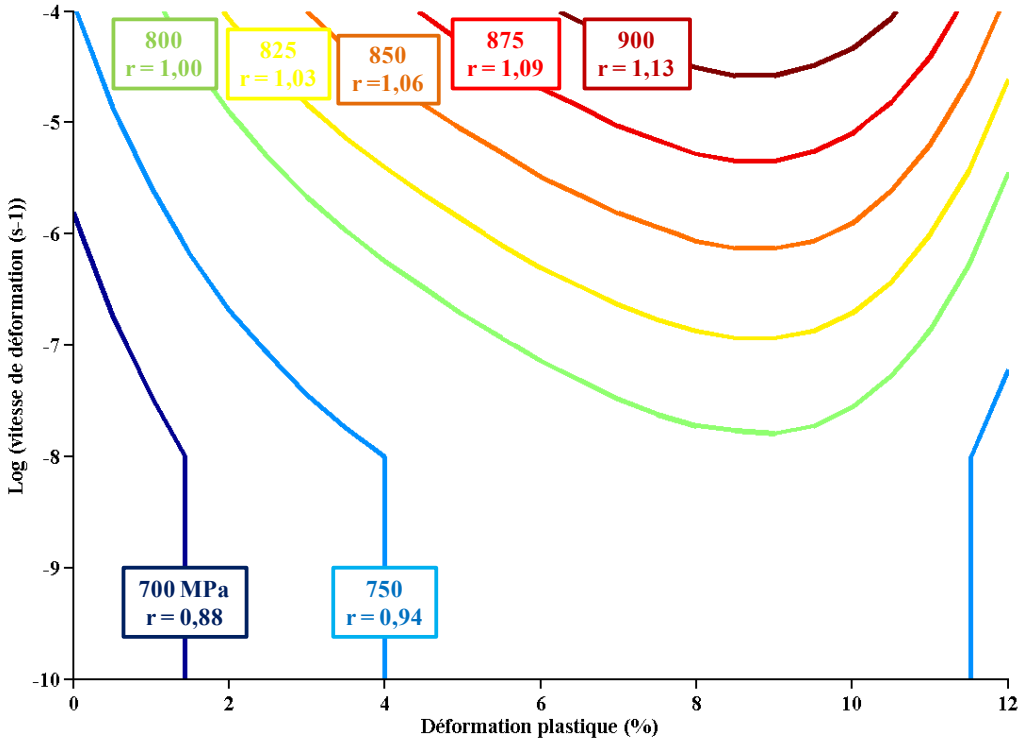


Figure IV.14 - Projection dans le diagramme déformation plastique/vitesse de déformation de l'intersection de la nappe 3D à 100°C avec des plans à contrainte constante

En se plaçant désormais dans le domaine des températures intermédiaires où la sensibilité à la vitesse de déformation est nulle dès $10^{-4}s^{-1}$, c'est-à-dire pour une vitesse de déformation proche de la vitesse de chargement, la déformation se retrouve bloquée très rapidement. Cela correspond aux courbes de fluage observées expérimentalement dans ce domaine où le fluage est limité. Un rapport de chargement supérieur est nécessaire pour activer la déformation. Lorsque le fluage est activé le stade primaire est très rapide se terminant par une vitesse de déformation nulle. Le fluage est bloqué.

En s'intéressant toujours à la nappe 3D de viscoplasticité, la réalisation de coupes à déformation constante permet d'obtenir un diagramme donnant la contrainte en fonction de la vitesse de déformation. Un exemple de diagramme obtenu à 100°C pour une coupe à 0,5% et à 5% de déformation plastique est présenté en Figure IV.15. La courbe présentée en Figure I.29 et annoncée par Strudel en mode friction est obtenue [Strudel, 1979]. Le mode friction correspond bien au comportement contrôlant la déformation dans le domaine des basses températures et des températures intermédiaires. Dans le domaine des températures intermédiaires, la sensibilité à la vitesse de déformation est nulle (SRS = 0), donc la courbe est horizontale. Ainsi, $\frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\varepsilon}} = 0$ ce qui correspond à un volume d'activation apparent ($V_a = k \times T \times \frac{\partial \ln \dot{\varepsilon}}{\partial \sigma}$) infini dans le cas d'une déformation en traction. La divergence du volume d'activation apparent observée dans le domaine des températures intermédiaires est cohérente. Dans le cas du fluage, la pente de la courbe issue du diagramme contrainte – vitesse de déformation correspond à l'inverse de l'exposant n à la contrainte. n prend donc des valeurs infinies. Ceci est en accord avec les observations faites depuis les essais expérimentaux dans les domaines des basses températures et des températures intermédiaires où le calcul de l'exposant n n'est pas évident.

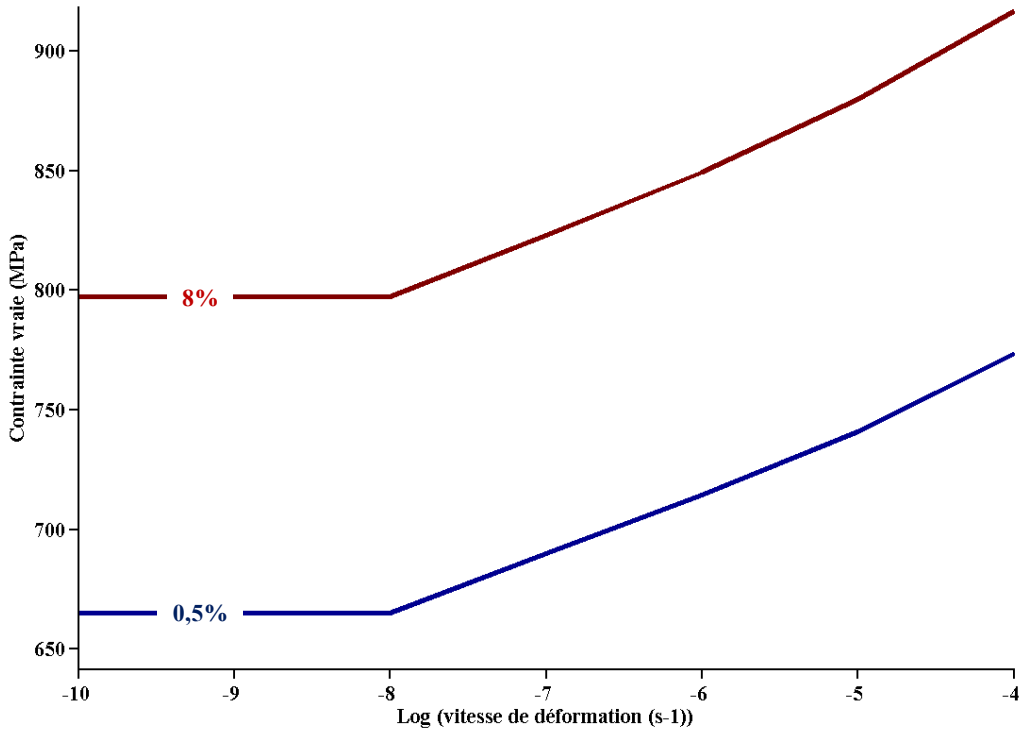


Figure IV.15 - Diagramme contrainte/vitesse de déformation issu de la nappe 3D de viscoplasticité pour deux niveaux de déformation plastique

La corrélation entre les essais de traction et les essais de fluage avait déjà été proposée par Odegard et al. pour le TA6V à température ambiante [Odegard, 1974]. En effet, Odegard met l'accent sur le fait que le fluage à basse température du TA6V n'est pas dû aux mêmes mécanismes que le fluage à haute température. Il relie ce fluage à une sensibilité marquée de l'alliage à la vitesse de déformation. Plus récemment, Neeraj et al. mettent en avant cette corrélation à température ambiante pour les alliage Ti-6Al et Ti-6242 [Neeraj, 2000]. La corrélation est présentée sur des résultats expérimentaux de fluage et de traction pour différentes vitesses de déformation. Les travaux de thèse montrent que l'utilisation de cette corrélation dans le cas du TA6V peut être étendue à l'ensemble du domaine des basses températures et aussi au domaine des températures intermédiaires et la corrélation peut être menée jusqu'à la rupture. Ainsi, avec une détermination précise de l'évolution du paramètre m en fonction de la vitesse de déformation et de la température, le comportement en fluage de l'alliage TA6V peut être déduit d'essais de traction réalisés à différentes vitesses de déformation de 20°C à 300°C. L'intérêt est de mener des campagnes de caractérisation viscoplastique en réalisant uniquement des essais de traction qui sont mieux maitrisés expérimentalement que les essais de fluage. La durée des essais de fluage peut être anticipée puisque la vitesse de déformation est imposée et la déformation à rupture connue.

IV.1.4 Synthèse sur le comportement viscoplastique

L'interprétation des essais de fluage et de traction comme des méthodes de caractérisation de la viscoplasticité de l'alliage montre la corrélation possible entre les résultats expérimentaux obtenus selon les deux types d'essai aux températures basses et intermédiaires. L'adéquation entre le comportement en fluage et en traction peut être caractérisée par le volume d'activation apparent défini dans le paragraphe IV.1.1. Une interprétation globale de la viscoplasticité de l'alliage TA6V de 20°C à 600°C grâce au volume d'activation apparent permet de mettre en lien le comportement en fluage et en traction avec les phénomènes de vieillissement dynamique activés dans les alliages de titane. Cette interprétation est schématisée sur la Figure IV.16. A basse température (< 200ºC), le déplacement des dislocations est freiné par les obstacles et défauts du réseau cristallin. Ce mode de déformation est qualifié de friction, dans ce domaine de température les solutés très peu mobiles ne peuvent pas « suivre » les dislocations. La déformation engendrée par le mouvement d'une dislocation est possible lorsque l'énergie de la dislocation est assez élevée pour permettre de compenser cette énergie de friction. L'énergie est fournie thermiquement par la température et mécaniquement par la contrainte appliquée. Cette interprétation de la mobilité des dislocations suit le modèle de Peierls étendu avec des positions sessiles de basse énergie (vallée de Peierls) et des positions glissiles où l'énergie est suffisante pour franchir une ou plusieurs vallées de Peierls et déformer le matériau. Ce modèle correspond à ce qui est observé dans le cas du TA6V de 20ºC à 200ºC en traction, la contrainte d'écoulement nécessaire pour déformer l'alliage diminue avec l'augmentation de température.

Aux températures intermédiaires (200ºC < T < 400ºC), l'énergie thermique est suffisante pour activer la diffusion de certains éléments en solution solide. Ces solutés migrent vers les dislocations. L'interaction entre les dislocations et ces solutés augmente l'énergie nécessaire à la dislocation pour se déplacer, c'est le phénomène d'ancrage. Ainsi, l'augmentation de température dans ce domaine favorise davantage la diffusion des solutés et donc l'ancrage des dislocations. La contrainte d'écoulement ne diminue donc que très peu avec l'augmentation de température, voire reste constante. Ce n'est plus le franchissement des obstacles qui est activé thermiquement comme aux basses températures mais l'établissement des obstacles sous forme d'atmosphères de solutés. Ainsi, l'augmentation de température ou la diminution de la vitesse de déformation augmente la densification des atmosphères de soluté. D'un point de vue macroscopique cela se traduit par une sensibilité à la vitesse de déformation nulle en traction. En fluage la déformation est très rapidement bloquée car la contrainte d'écoulement ne diminue plus avec la vitesse de déformation. Il est à noter que les énergies d'activation dans ce domaine correspondent à l'énergie de diffusion de l'oxygène. Ceci laisse à supposer que ce sont les atomes d'oxygène qui ancrent les dislocations. Cependant, cette interprétation directe de l'énergie suppose que l'énergie rend compte d'un unique mécanisme de déformation activé. En réalité la déformation est surement une compétition de plusieurs mécanismes.

Pour les hautes températures (> 400ºC), l'énergie fournie thermiquement est suffisante pour permettre aux solutés de diffuser aussi vite que se déplacent les dislocations. Ainsi, il n'y a plus d'obstacle à franchir, les solutés sont trainés par les dislocations. En traction cela se traduit par une contrainte d'écoulement qui diminue très rapidement avec la température. En fluage, la déformation est activée dès de faibles contraintes appliquées. Dans ce domaine c'est la diffusion qui contrôle le mécanisme de déformation. D'où le fluage diffusion observée précédemment dans le domaine des hautes températures. Les énergies d'activation mesurées supposeraient une diffusion activée du titane dans lui-même, facilitant le traînage des solutés.

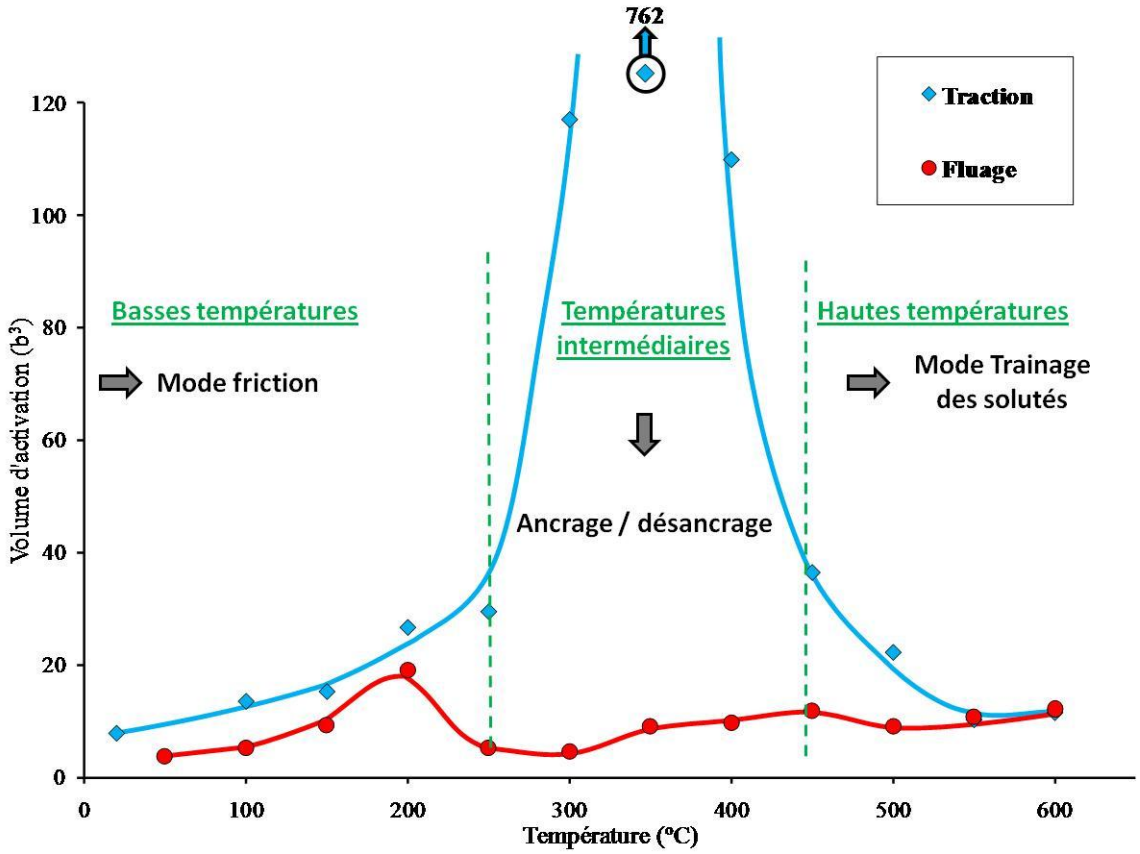


Figure IV.16 - Evolution des volumes d'activation apparent en fonction de la température

IV.2 Comportement du matériau au cours d'un essai thermomécanique : expérience et simulation

Cette partie correspond à la simulation par éléments finis du comportement viscoplastique du TA6V sous une sollicitation thermomécanique complexe. Seuls les résultats de la modélisation sont exposés. La création du modèle est explicitée dans un chapitre qui demeure confidentiel à l'heure actuelle [Surand, 2013]. Afin de présenter une partie des résultats obtenus, les résultats de simulation suivants seront normalisés par rapport à la durée totale de l'essai. De plus, les résultats de modélisation sur le compresseur ne sont pas présentés ici, seuls les résultats sur éprouvettes cylindriques sont exposés. Afin de tester le modèle, la mesure de la déformation d'une éprouvette expérimentale soumise à un cycle thermomécanique est comparée au calcul de la déformation d'une éprouvette numérique ayant subie le même cycle thermomécanique. Le cycle de chargement imposé qu'il soit thermique ou mécanique possède le même profil en fonction du temps, comme schématisé par la Figure IV.17. Le cycle peut être défini par onze segments, les segments 8, 9, 10 et 11 sont répétés 20 fois.

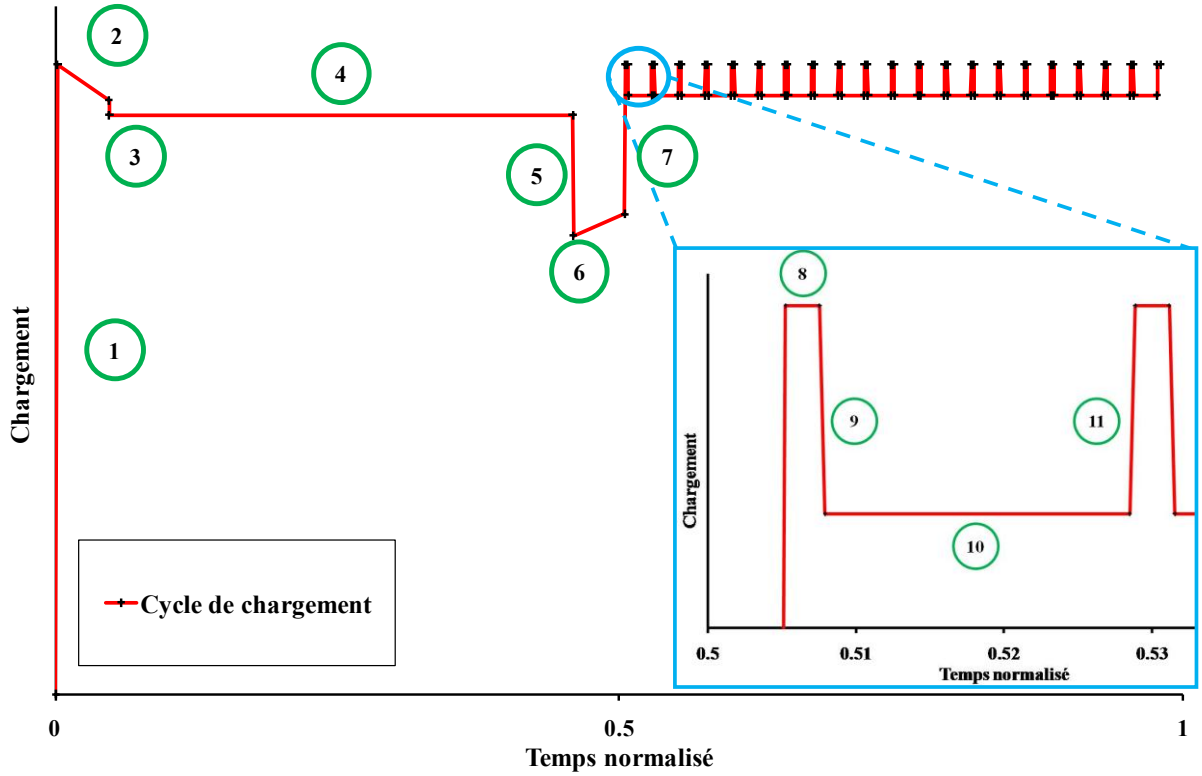


Figure IV.17 - Définition du cycle de chargement utilisé

L'essai réalisé consiste à appliquer à une éprouvette cylindrique un cycle thermomécanique en suivant pour la température et la force le profil de chargement défini précédemment. Le cycle mécanique est piloté par la force imposée grâce à la machine de traction et le cycle thermique par une consigne de température imposée en surface de l'éprouvette grâce à un four à lampes. La déformation engendrée sur l'éprouvette au cours du cycle ne dépasse pas les 2,5%, ces faibles déformations autorisent d'interpréter la force imposée comme une contrainte pour une section constante de l'éprouvette. La Figure IV.18 reprend les deux cycles thermique et mécanique imposés à l'éprouvette.

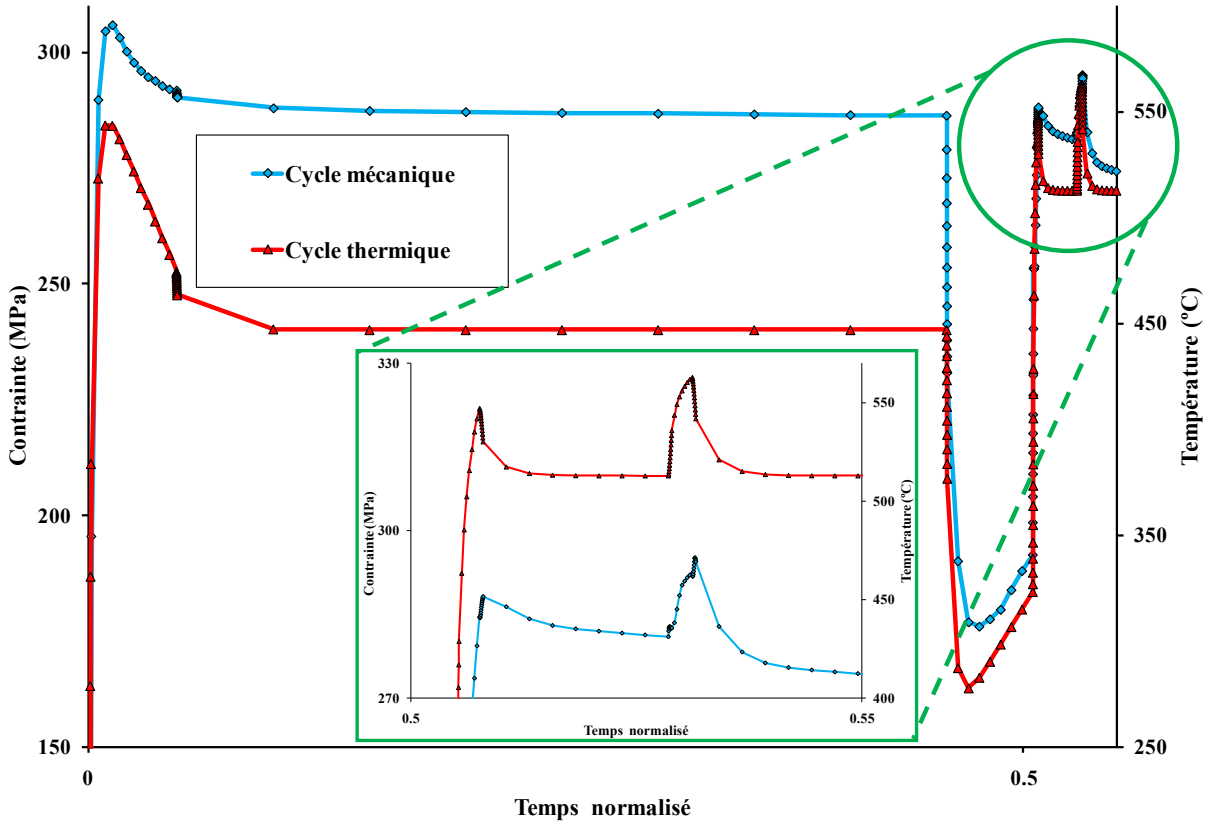


Figure IV.18 - Cycles thermique et mécanique appliqués à l'éprouvette

Pour vérifier la bonne réalisation du cycle thermomécanique pour le moyen d'essai, la contrainte imposée et celle mesurée sont tracées au cours de deux essais expérimentaux (G414 et G426) sur la Figure IV.19. La contrainte mesurée suit parfaitement les variations de la contrainte imposée. De la même manière, la température de consigne est superposée à la température mesurée sur l'éprouvette sur la Figure IV.20. La température mesurée correspond bien à la température imposée, un léger retard est à noter lors des chauffes très rapides (segment 1) et un retard plus conséquent lors de forts refroidissements comme mis en évidence lors du segment 5. L'analyse de ces deux graphiques montre les capacités de la machine d'essai à suivre les consignes imposées au niveau de l'éprouvette et donc valide la capacité du moyen d'essai à recréer sur éprouvette de manière synchronisée les cycles thermique et mécanique complexes.

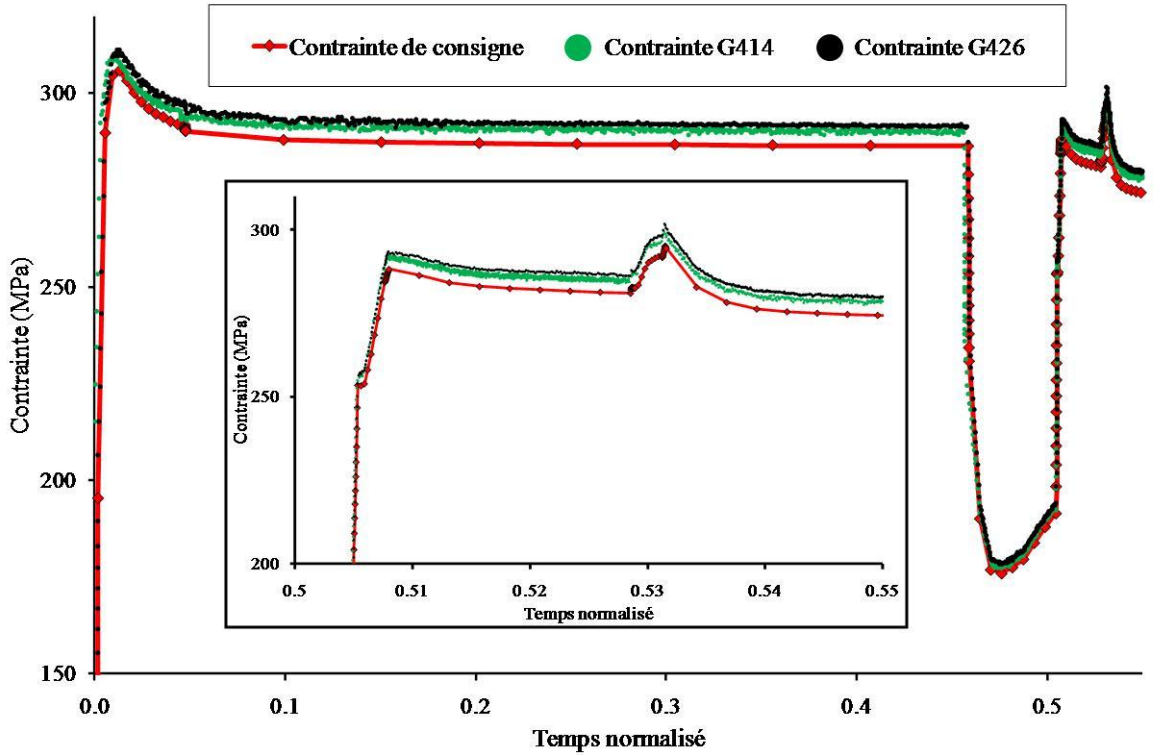


Figure IV.19 - Comparaison entre le profil de contraintes imposées et le profil de contraintes mesurées

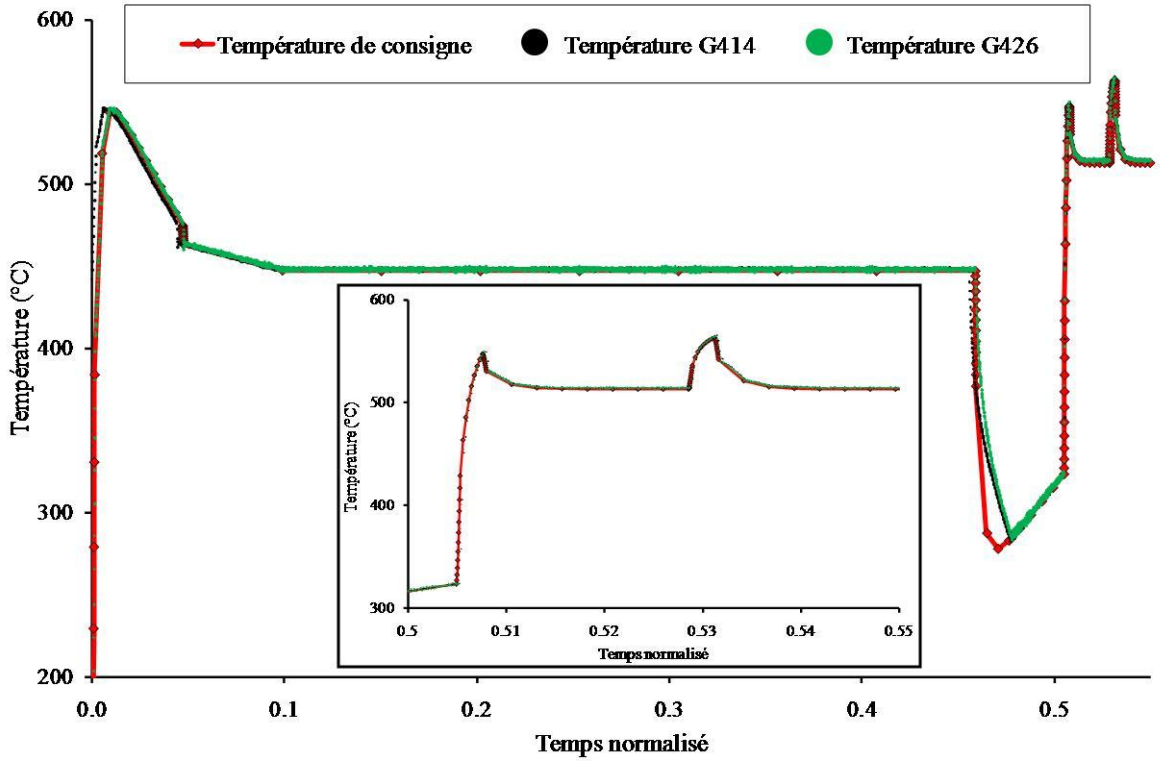


Figure IV.20 - Comparaison entre le profil de températures imposées et le profil de températures mesurées

L'éprouvette modélisée numériquement possède la même géométrie que l'éprouvette expérimentale. Elle est modélisée en deux dimensions axisymétriques pour moitié, comme représenté sur la Figure IV.21. La déformation entre les deux éprouvettes sera comparée en termes de déplacement, ainsi le déplacement de l'éprouvette numérique est calculé comme le double de la différence entre les déplacements des nœuds A et B, représentés sur la Figure IV.21. Une représentation du champ de contrainte dans l'éprouvette à un instant du cycle thermomécanique en montrée en Figure IV.22 et témoigne du bon comportement de l'éprouvette numérique créée : la contrainte est homogène dans la partie utile.

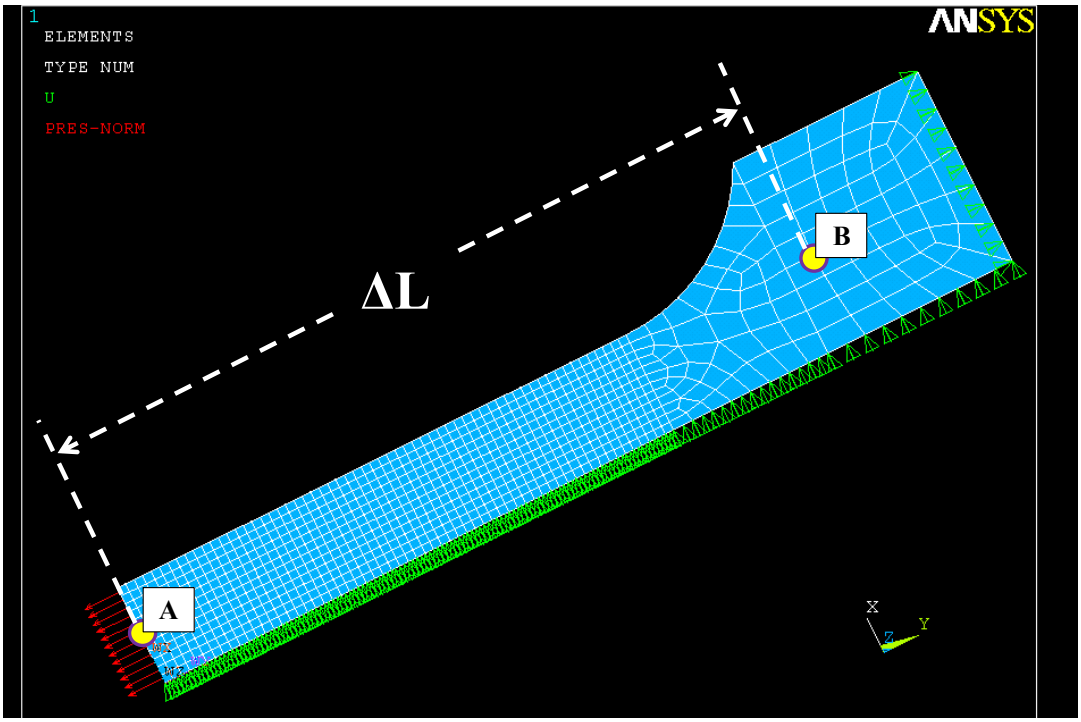


Figure IV.21 - Représentation de la modélisation de l'éprouvette avec ses conditions aux limites

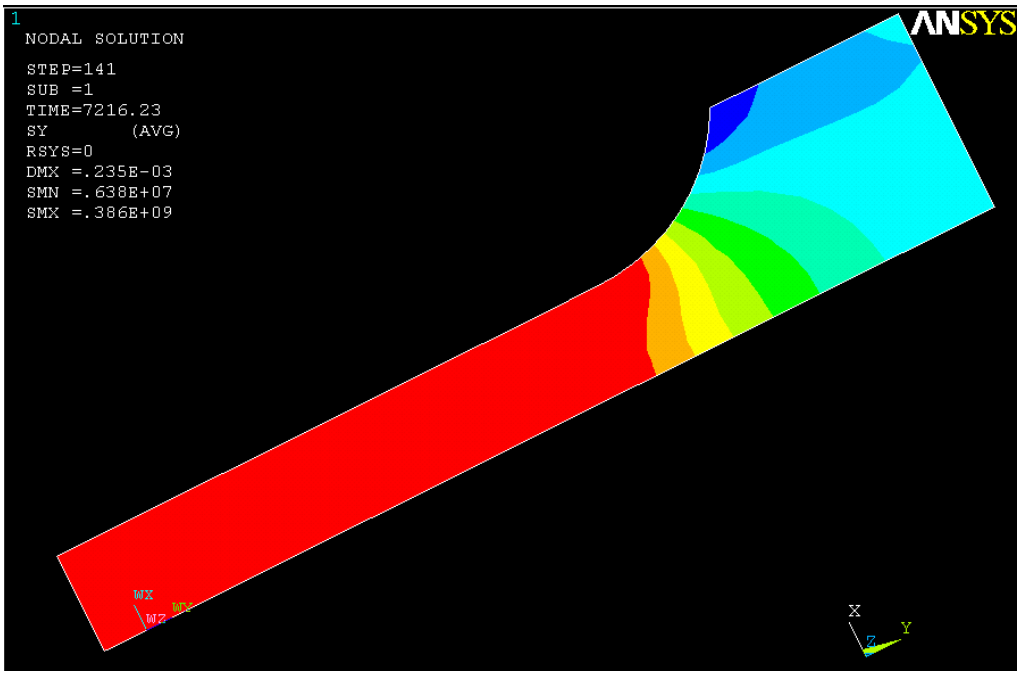


Figure IV.22 - Représentation du champ de contrainte dans l'éprouvette numérique

Les mesures de déplacement pour les deux essais expérimentaux au cours du temps et le calcul du déplacement sur l'éprouvette numérique sont exposées sur la Figure IV.23. Le déplacement mesuré en fin de cycle est de 0,54mm pour l'essai G426 et de 0,43mm pour l'essai G414. Les allures des deux profils de déplacement obtenus sont similaires et révèlent une bonne reproductibilité du protocole d'essai. Un écart d'environ 0,14mm sur l'ensemble du cycle est toutefois observable entre les deux essais. L'écart se produit donc dès le premier chargement (segment 1). Un tel écart peut paraître important, cependant il convient de noter que cet écart porte sur le déplacement et qu'aucun recalage de la déformation à zéro n'a été effectué. Plus que des variations matière, cet écart est plus probablement attribuable à une imprécision du calage des capteurs LVDT en début d'expérience. Les mesures expérimentales mettent en évidence du fluage lors des segments 1 et 2. Une faible déformation lors du segment 4 et une forte déformation en fluage lors du cyclage des créneaux. Un stade primaire sur les quatre premiers créneaux est observé suivi d'un stade secondaire ou la vitesse de déformation est globalement constante. Les résultats obtenus lors de la simulation montrent une bonne corrélation avec les mesures expérimentales, particulièrement avec l'essai G414. En effet, les résultats obtenus en fin de cycle sont identiques. Par contre, l'écart entre l'essai G426 et la simulation est plus important, un écart de 0,11mm est calculé en fin de cycle (erreur de 24%). La simulation reproduit très bien l'ensemble du profil obtenu expérimentalement. Les seuls écarts visibles conduisant à l'écart final se situent lors du segment 2 et lors des premiers créneaux de cyclage. Ces deux moments du cycle correspondent à du fluage primaire. Ainsi, le modèle généré fournirait une déformation de fluage trop faible par rapport à celle mesurée expérimentalement.

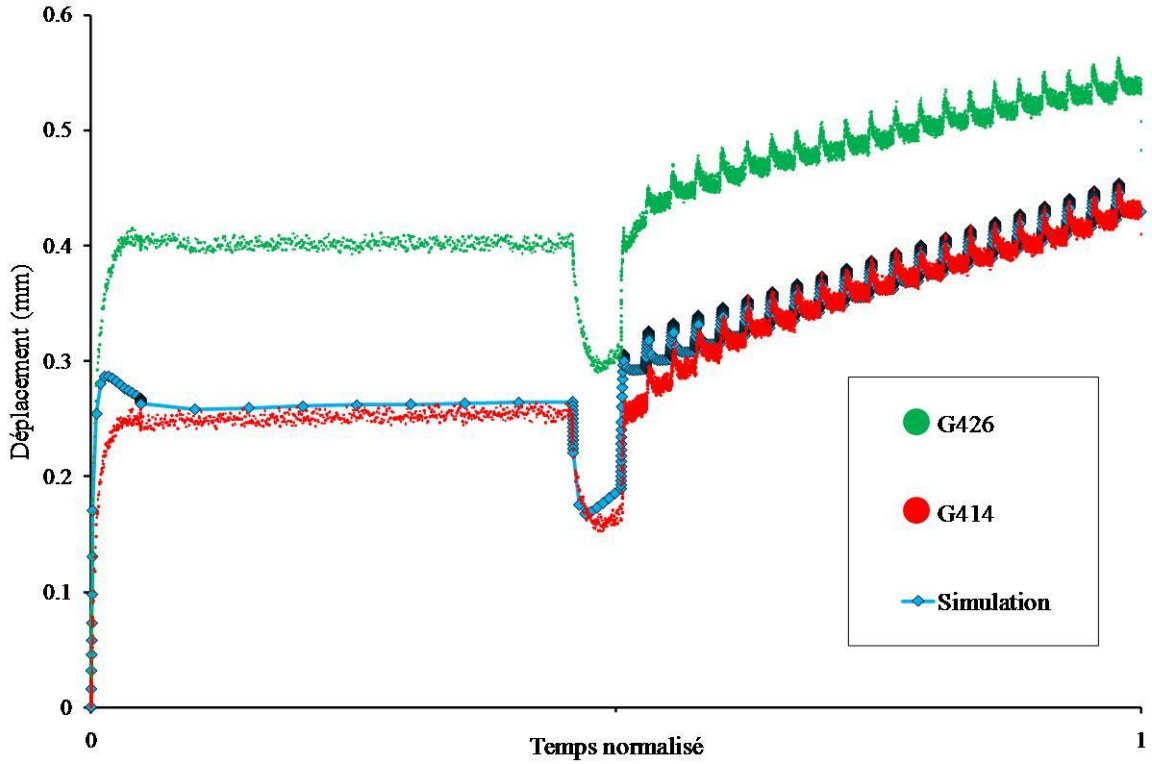


Figure IV.23 - Evolution du déplacement mesuré et calculé lors du cycle thermomécanique

Afin de mieux comprendre l'origine des déformations engendrées, la simulation numérique permet d'isoler les différentes sources de déformation thermique, élastique, plastique et visqueuse. Les évolutions des quatre déformations sont représentées sur la Figure IV.24 en fonction du temps. Le graphique montre que la principale source de déformation est visqueuse (≈ 0,68% en fin de cycle),

suivie des déformations thermiques (≈ 0,48% en fin de cycle), des déformations élastiques (≈ 0,3% en fin de cycle) et finalement plastiques (≈ 0,05% en fin de cycle). Les déformations thermiques suivent le profil de la température imposée au même titre les déformations élastiques sont corrélées au profil de contrainte imposée. Les onze segments définis lors du cycle de chargement se retrouvent lors des variations de ces deux types de déformation. Ces déformations sont réversibles. Les déformations plastiques ne sont activées que lors des chargements élevés, lors du segment 1 et lors du segment 7. La déformation plastique est irréversible et se cumule au fil du cycle lorsque la contrainte maximale est augmentée. Les déformations visqueuses issues du fluage sont elles aussi irréversibles et se cumulent au cours du cycle. Les déformations de fluage sont activées dès le segment 1. Lors des segments 1, 2 et 3 la vitesse de fluage diminue avec le temps pour devenir constante et faible lors du segment 4. Les segments 5 et 6 n'engendrent pas de fluage. Le fluage reprend dès les premiers créneaux du cycle. Deux vitesses de fluage sont observées correspondant aux deux niveaux de chargement lors du cyclage. Dans cette phase de cyclage, la simulation ne permet pas de reproduire le stade primaire de fluage comme mis en évidence lors des essais expérimentaux. Ainsi, l'écart entre les mesures expérimentales et les résultats de simulation, interprété comme une modélisation insuffisante de la déformation de fluage primaire, se confirme ici. L'amélioration du modèle viscoplastique créé passera donc par une amélioration de la modélisation du fluage primaire. Les vitesses de fluage du stade secondaire sont quand elles en bonne adéquation avec les mesures réalisées lors des essais.

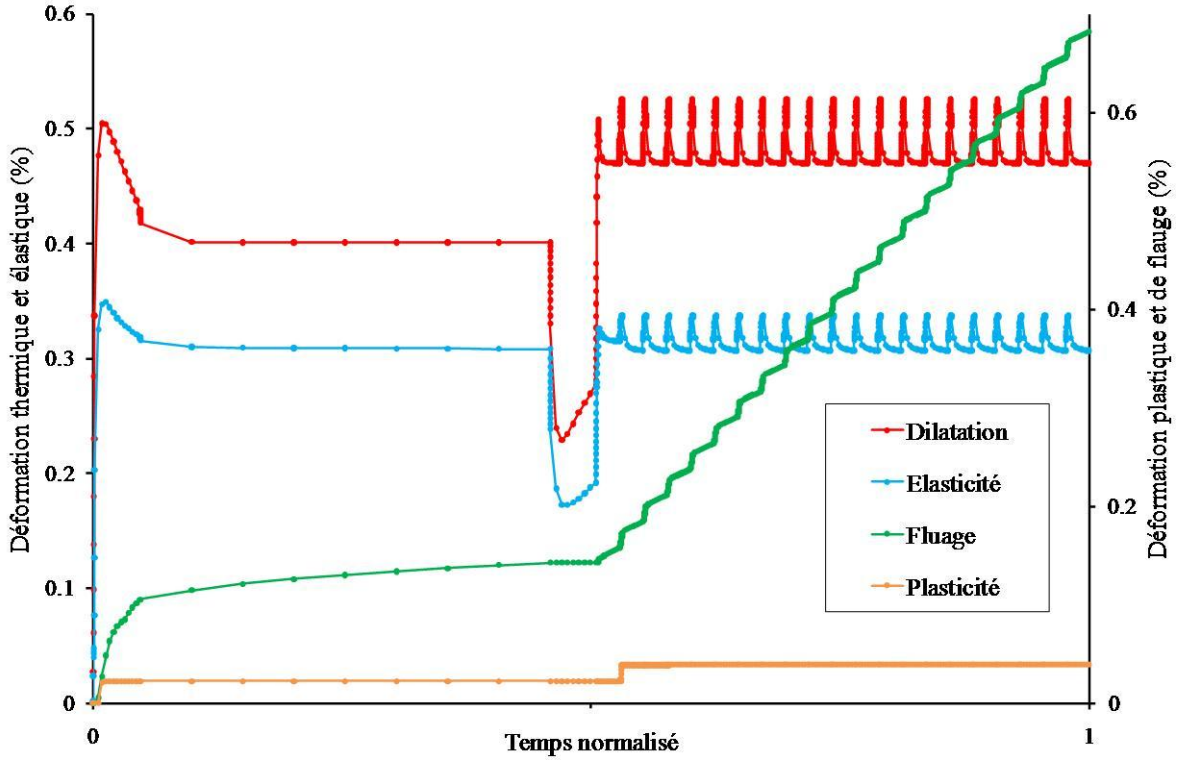


Figure IV.24 - Evolution des différentes sources de déformation lors du cycle thermomécanique

Cette étude met donc en évidence l'importance de la prise en compte du fluage du matériau. En effet, l'utilisation du modèle viscoplastique sur le compresseur montre un déplacement en bout de disque supérieur de plus de 25% par rapport à l'utilisation d'un modèle purement élastique. Un développement et une explication plus avancée de ce modèle numérique sont présentés dans un document séparé [Surand, 2013].

Conclusions et perspectives

Les travaux présentés dans ce manuscrit s'inscrivent dans une démarche, développée au sein de Microturbo, qui consiste à choisir les matériaux « au juste besoin ». Dans un premier temps, cette approche innovante vise à identifier les conditions d'utilisation puis à caractériser le matériau au plus proche de ce fonctionnement (mécanique, thermique et durée de vie). Ce raisonnement implique une caractérisation du matériau au-delà de ses températures classiques d'utilisation, surtout pour des applications courte durée de vie. Plus particulièrement, l'étude présentée ici permet de discuter la potentialité d'utiliser le TA6V pour la fabrication d'un compresseur destiné à des applications de courte durée de vie à des niveaux de température non conventionnels (> 400°C et allant jusqu'à 600°C). L'absence de données sur le comportement mécanique de l'alliage à ces températures oriente les travaux vers une caractérisation de la microstructure et du comportement mécanique (en traction, en fluage) et au cours de cycles thermomécaniques complexes. Cette première étude sur la caractérisation de la microstructure montre que la matière présente des hétérogénéités de microstructure dues à son histoire thermomécanique : la microstructure en peau est plus fine que celle observée à cœur. Il existe aussi des hétérogénéités à l'échelle macroscopique telles que la texture et le fibrage. Toutefois, les résultats ont montré que ces hétérogénéités n'altèrent que modérément le comportement mécanique du TA6V. L'appréhension d'une utilisation jusqu'à 600ºC nous amène à analyser l'effet de vieillissements thermomécaniques jusqu'à 600ºC pendant 24 heures, sur la microstructure et les propriétés mécaniques. Les résultats permettent de conclure qu'il n'y a pas de diminution des propriétés mécaniques de l'alliage suite à ces vieillissements et que la microstructure n'est pas modifiée. Des modifications de microstructure sous forme de recristallisation n'ont pu être observées qu'après des essais de fluage de longue durée (> 100h) à 600°C. Les résultats ont aussi montré que ces mêmes vieillissements ne favorisent pas significativement la pénétration de l'oxygène dans le matériau. Ainsi, aucun abattement discriminatoire à l'utilisation de l'alliage n'a été mis en évidence.

Plus qu'une tenue en température de l'alliage, une résistance mécanique minimale est nécessaire. Le comportement mécanique en traction a donc été étudié de 20ºC à 600ºC. Les essais expérimentaux montrent que la résistance en traction du TA6V ne diminue pas linéairement avec la température. Il existe un domaine de température, de 200ºC à 400ºC, où les propriétés en traction évoluent très peu avec la température. L'existence de ce plateau permet de distinguer 3 domaines : un domaine des basses températures (< 200ºC), un domaine des températures intermédiaires (200ºC < T < 400ºC) et un domaine des hautes températures (> 400ºC). L'existence d'un domaine où la contrainte d'écoulement ne diminue pas avec la température est généralement reliée à l'activation de phénomènes de vieillissement dynamique (DSA – Dynamic Strain Ageing). Les phénomènes de DSA proviennent de fortes interactions entre les dislocations et les solutés du réseau cristallin. Afin d'appuyer l'existence du DSA, la sensibilité à la vitesse de déformation (SRS – Strain Rate Sensitivity) est analysée au travers d'essais de traction avec des sauts de vitesse de déformation imposée. Les résultats montrent trois types de comportement en fonction de la température. Dans le domaine des basses températures, la SRS est positive, indépendante de la température et relativement modérée. Dans le domaine des températures intermédiaires, elle diminue pour s'annuler, voire devenir négative. Dans le domaine des hautes températures, elle est de nouveau positive et augmente rapidement avec la température. La présence d'un domaine de SRS nulle, voire négative, ainsi que d'instabilités plastiques, sous forme de serrations sur les courbes de traction aux faibles vitesses de déformation,

pour le domaine des hautes températures et le domaine des températures intermédiaires, sont caractéristiques du DSA.

Pour prendre en compte le couplage mécanique et thermique que subi le matériau en service il est essentiel de caractériser le comportement en fluage du matériau. Plusieurs types de comportements en fluage sont observés en fonction de la température et du rapport de charge, défini par le ratio de la contrainte de fluage par rapport à la limite d'élasticité en traction à une vitesse de déformation $\dot{\varepsilon} = 1{,}6x10^{-4}s^{-1}$ imposée. De 20ºC à 300ºC, la résistance au fluage de l'alliage augmente avec la température pour atteindre un maximum autour de 300ºC. Dans le domaine des basses températures (< 150ºC), la courbe de fluage présente un stade primaire et un stade tertiaire pour des rapports de charge supérieurs à 0,9. Pour des rapports de chargement inférieurs à 0,9 la rupture n'est pas observée, la courbe présente un unique stade primaire tendant vers une vitesse de déformation nulle (fluage épuisement). Pour des rapports de chargement inférieurs à 0,8 aucune déformation de fluage n'est mesurée. Dans le domaine des températures de 200ºC à 300ºC, le fluage est particulièrement limité. Des niveaux de contrainte plus élevés sont nécessaires pour observer une déformation. Aucune rupture n'a pu être observée, les courbes de fluage ne présentent qu'un stade primaire tendant vers une vitesse nulle (fluage épuisement). Au-delà de 350ºC, le fluage est plus facilement activé (même pour de faibles contraintes) et augmente rapidement avec la température. Les courbes de fluage présentent trois stades : primaire, secondaire et tertiaire. L'augmentation de température tend à diminuer le stade primaire pour augmenter le stade secondaire et tertiaire. La présence d'un stade secondaire identifiable dans le domaine des hautes températures permet le calcul de l'exposant à la contrainte (n) issu de l'équation de Norton : $\dot{\varepsilon} = \sigma^n \times \exp(-\frac{Q}{RT})$. L'évolution de n en fonction de la contrainte montre l'existence de deux régimes selon le rapport de chargement. Si r < 0,9 les valeurs de n mesurées sont comprises entre 4 et 6 en accord avec les modèles basés sur des mécanismes contrôlés par la montée des dislocations. Pour r > 0,9 n prend des valeurs supérieures à 10, la loi puissance n'est plus valable, le régime est qualifié de « power law breakdown ». Les calculs d'énergies d'activation donnent des valeurs proches des valeurs mesurées pour l'énergie d'autodiffusion du titane. Le fluage aux hautes températures serait donc gouverné par la diffusion d'atomes et de lacunes permettant la montée des dislocations.

Globalement sur la plage 20ºC – 600ºC, le fluage du TA6V apparait comme un phénomène qui n'est pas contrôlé par un unique mécanisme de déformation thermiquement activé. Afin d'apporter des informations supplémentaires sur les mécanismes contrôlant la déformation en traction et en fluage, la matière une fois déformée est analysée en microscopie électronique en transmission (MET). Ces analyses permettent de mettre en évidence du glissement majoritairement de vecteur de Burgers **b** = ⟨a⟩ selon des plans prismatiques de 20ºC à 600ºC. Des mécanismes de déformation similaires sont observés en traction et en fluage à 20ºC. La déformation est un glissement planaire des dislocations sous forme d'empilements. A 600ºC, les mécanismes de déformation caractérisés sont différents selon que la déformation soit en traction ou en fluage. En traction, le glissement reste planaire alors qu'en fluage les dislocations prennent des formes plus complexes (boucles ouvertes) témoignant de mécanismes de déformation non planaire et du rôle déterminant de la montée des dislocations au cours de la déformation. Ces changements de mécanisme sont mis en évidence en interprétant l'évolution du volume d'activation apparent en fonction de la température. Le volume d'activation apparent en traction présente une divergence dans le domaine des températures intermédiaires caractéristique d'un changement de mécanisme de déformation. En fluage, l'évolution est identique pour les basses et hautes températures mais ne montre aucune divergence dans le domaine des températures intermédiaires. La superposition de ces évolutions avec le phénomène de DSA montre un mode de friction de 20ºC à 200ºC en fluage et traction. De 200ºC à 450ºC, le domaine des températures

intermédiaires rend compte des phénomènes d'ancrage et de désancrage des dislocations de leur atmosphère de soluté. C'est ce qui est observé pour le comportement en traction lors de la libération par à-coups de la plasticité, alors qu'en fluage la déformation est bloquée par l'ancrage des dislocations à leur atmosphère. Enfin, à hautes températures, le mode traînage contrôle la déformation, l'énergie thermique permet aux solutés de suivre le déplacement des dislocations exerçant une force de freinage sur celles-ci.

Dans le domaine des basses températures et le domaine des températures intermédiaires, les valeurs du volume d'activation apparent et les mécanismes de déformation observés dans le domaine des basses températures sont identiques pour le fluage et la traction. Cette observation permet d'analyser et d'interpréter les essais de fluage à partir des données de traction. L'extrapolation de l'étude de la SRS pour les faibles vitesses de déformation permet de générer les courbes de traction à de plus basses vitesses. Pour une température donnée, la représentation de ces courbes en trois dimensions (déformation plastique, vitesse de déformation et contrainte) donne une nappe 3D de viscoplasticité. La réalisation d'intersection de la nappe avec des plans à vitesse constante permet de retrouver les courbes de traction. Des coupes par des plans à contrainte constante permettent quant à elles de visualiser les courbes de fluage dans un graphique représentant la vitesse de déformation en fonction de la déformation. Ainsi, dans le domaine où la déformation est contrôlée par la friction, la connaissance du comportement en traction à différentes vitesses de déformation permet de générer le comportement en fluage du TA6V dans ce domaine jusqu'à rupture. Cette démarche permet ainsi de cerner les valeurs de contrainte engendrant différents types de comportement en fluage : fluage bloqué (pas de déformation), fluage épuisement (seulement un stade primaire où la vitesse de déformation diminue) et finalement un fluage conduisant à la rupture. Dans le domaine des hautes températures, les mécanismes de fluage intègrent des phénomènes de diffusion de plus en plus prépondérants avec l'augmentation de la température, différenciant le comportement en traction du comportement en fluage.

Le fonctionnement réel de la pièce met en œuvre un chargement thermomécanique complexe et non une charge à température constante. Ainsi, afin d'appréhender l'impact d'un cycle complexe, le chargement thermomécanique subi par le TA6V est simulé expérimentalement et numériquement sur éprouvette. La déformation de l'éprouvette à la suite de ces essais ne montre pas de fragilisation particulière de l'alliage. Ces essais permettent aussi de valider le modèle de comportement viscoplastique par éléments finis grâce aux données issues des campagnes de caractérisation mécanique. La corrélation des expériences avec les simulations montre une bonne modélisation du comportement viscoplastique. Toutefois, un écart est mis en évidence concernant la modélisation du fluage primaire. Cet écart traduit la difficulté rencontrée pour unifier les comportements à basse et haute température. Ceci explique les imprécisions du modèle (stade primaire du fluage basse température) et de son manque de robustesse (coefficients empiriques, extrapolations délicates). Néanmoins, ce modèle a permis d'initier la démarche pour comprendre comment la viscosité pouvait être intégrée dans le logiciel d'éléments finis. De plus, les résultats de simulation sur la pièce finale amènent des informations supplémentaires pour le dimensionnement et la compréhension du comportement de la structure. Ce modèle améliore donc les prédictions de la déformation que pourrait donner une simple modélisation purement élastique dans le cas de cycles de chargements thermomécaniques complexes.

Ce travail montre que l'utilisation courte durée de vie du TA6V pour un rouet compresseur nécessite une meilleure maitrise et une plus grande précision dans la simulation du comportement (l'emploi des coefficients de sécurité tel qu'admis aujourd'hui n'est plus suffisant). Une première

étape consiste à prendre en compte la déformation plastique et le fluage dans le modèle de simulation de la pièce. La simulation est construite grâce à de nombreux essais expérimentaux en traction et en fluage dans un domaine de températures pour lequel ces données sont difficilement accessibles. Ces deux types d'essais, réalisés indépendamment, mettent en évidence le même mécanisme fondamental de mouvement des dislocations. Une telle approche de modélisation du comportement viscoplastique pourrait être transposée assez directement à d'autres alliages de titane ou d'autres alliages de structure hexagonale. Plus largement, la démarche de caractérisation par des essais représentatifs des conditions de fonctionnement et de modélisation pourrait être appliquée à tous types de matériaux pour répondre à une utilisation au « juste besoin ». Microturbo consacre d'ailleurs une partie de sa recherche en matériaux à cette démarche.

En perspective, la poursuivre des travaux de thèse serait intéressante pour compléter la caractérisation des mécanismes de déformation dans le domaine des températures intermédiaires. Cela permettrait d'approfondir la caractérisation du DSA pour identifier les différents mécanismes de déformation activés entre le fluage et la traction. Il est important pour mener à terme la démarche consistant à prédire, à partir des essais de traction, le comportement en fluage, de valider l'extrapolation de la sensibilité à la vitesse de déformation de l'alliage pour de faibles vitesses. Cela permettrait de mettre au point un modèle mathématique capable de générer les courbes de fluage pour le domaine des basses températures. Pour tester entièrement les capacités du modèle de comportement viscoplastique créé, il est nécessaire de reboucler la modélisation du comportement de la pièce avec des mesures expérimentales sur pièce.

L'existence de différents comportements en fluage en fonction de la température complexifie la modélisation du comportement de l'alliage sur une grande plage de température. L'interprétation simultanée du fluage basse température avec le comportement en traction offre la possibilité de modéliser le comportement en fluage de l'alliage dans ce domaine en introduisant la sensibilité à la vitesse de déformation du comportement plastique. Ainsi, le comportement en fluage peut être modélisé en découplant les deux domaines (basses et hautes températures) : en introduisant la sensibilité à la vitesse de déformation dans la plasticité pour les basses températures et en conservant une loi de fluage secondaire pour les hautes températures. Il serait intéressant de mettre en place cette démarche au sein de la modélisation par éléments finis.

Annexes

Annexe 1. Plan d'usinage des éprouvettes pour les essais mécaniques 185

Annexe 2. Prélèvements des éprouvettes pour les essais mécaniques 187

Annexe 3. Hétérogénéités des premiers étages 189

Annexe 4. SRS en fonction des étages de prélèvement dans le galet 193

Annexe 5. Dispersion des essais de fluage 195

Annexe 6. Diagramme de Larson-Miller 197

Annexe 1. Plan d'usinage des éprouvettes pour les essais mécaniques

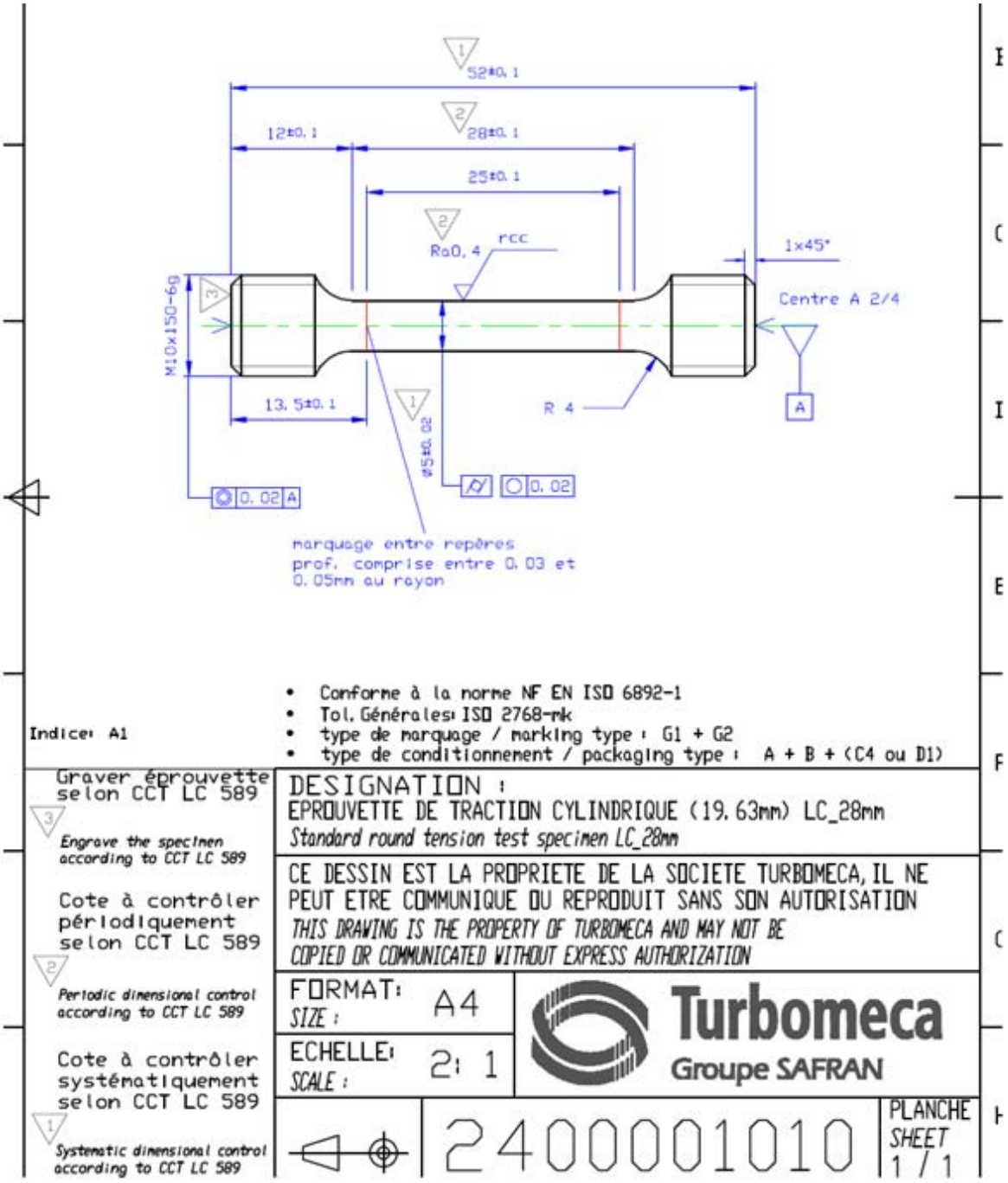


Figure A1. 1 - Plan des éprouvettes de traction

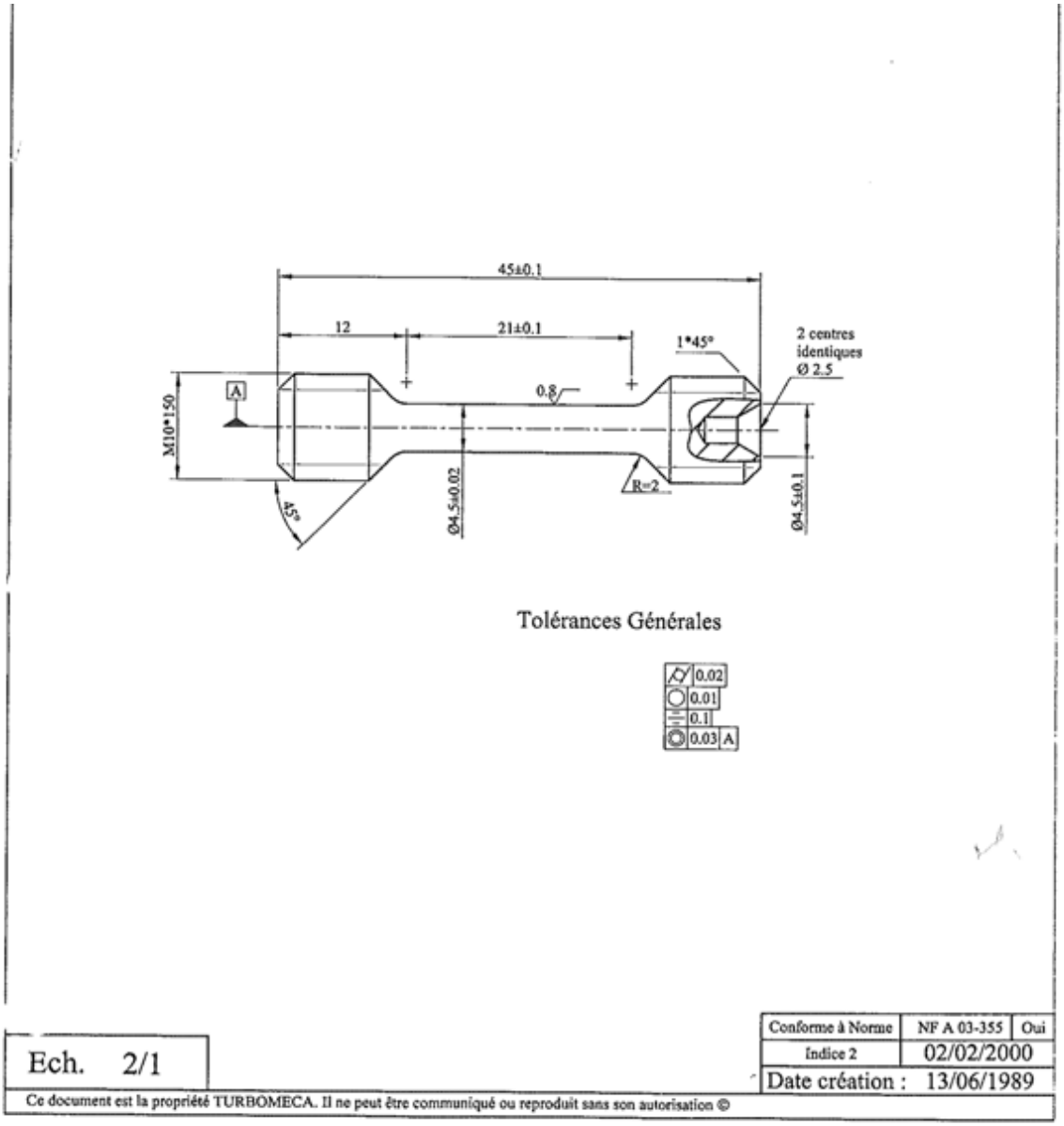


Figure A1. 2 - Plan des éprouvettes de fluage

Annexe 2. Prélèvements des éprouvettes pour les essais mécaniques

La dissection des galets et l'usinage des éprouvettes ont été réalisés par la société RIBERE. Les trois galets ont été découpés en tranches (nommées étages) sur leur hauteur, comme schématisé sur la Figure A2. 1. Ces tranches sont des plans radiaux du galet, perpendiculaires à la direction axiale (DA), axe de symétrie du galet. Elles sont numérotées de 1 à 5 depuis l'extrémité (haute ou basse) du galet vers le centre du galet. Ainsi les deux étages les plus éloignés de l'étage central seront nommés étages 1 et ainsi de suite jusqu'à l'étage central nommé étage 5. Cependant, pour ne pas générer de doublons dans les noms des éprouvettes une lettre est ajoutée permettant de connaitre le galet de provenance, l'étage et le type d'éprouvette (fluage, traction ou entaillée). Le Tableau A2. 1 donne les correspondances en fonction de la lettre assignée. Au sein de chaque étage, le prélèvement des éprouvettes est schématisé par un cadre rouge sur la Figure A2. 2, la Figure A2. 3 et la Figure A2. 4. La Figure A2. 2 explicite le prélèvement pour les étages de plus petit diamètre (1, 2 et 3). Huit éprouvettes sont prélevées par étage. Pour les étages 4 de diamètre intermédiaire, vingt sept éprouvettes ont pu être prélevées par étage, comme schématisé sur la Figure A2. 3. Enfin, la Figure A2. 4 schématise le prélèvement des trente deux éprouvettes dans chaque étage 5 possédant le plus grand diamètre. Sur ces trois figures sont aussi notés les numéros des éprouvettes testées permettant de les différencier au sein d'un étage. Ainsi le nom d'une éprouvette sera composé de :

- la lettre correspondant à son galet d'origine, son type et son placement par rapport à l'étage 5
- le numéro de l'étage de prélèvement
- le numéro de l'emplacement de prélèvement dans l'étage

Par exemple une éprouvette de traction prélevée dans l'étage 1 du premier galet usiné à l'emplacement 01 sera nommée A101. L'éprouvette G413 est issue de l'emplacement 13 de l'étage 4 du troisième galet et c'est une éprouvette de fluage. Néanmoins tous les étages n'ont pas été usinés, le Tableau A2. 2 reprend les étages usinés par lettre en fonction du type d'éprouvette.

Tableau A2. 1 - Signification des lettres de la nomenclature des éprouvettes

Lettre	Galet	Type d'éprouvette
A	1	Fluage
B	1	Traction
C	2	Fluage
D	2	Fluage
E	2	Entaillées
F	3	Fluage
G	3	Fluage
H	2	Traction

Tableau A2. 2 - Classement des références des éprouvettes par types d'éprouvette

	Types d'éprouvette		
	Traction	**Fluage**	**Traction entaillée**
Références	B1XX B2XX B3XX B4XX B5XX H5XX	A1XX A2XX A3XX A4XX C4XX D4XX F4XX G4XX	E3XX

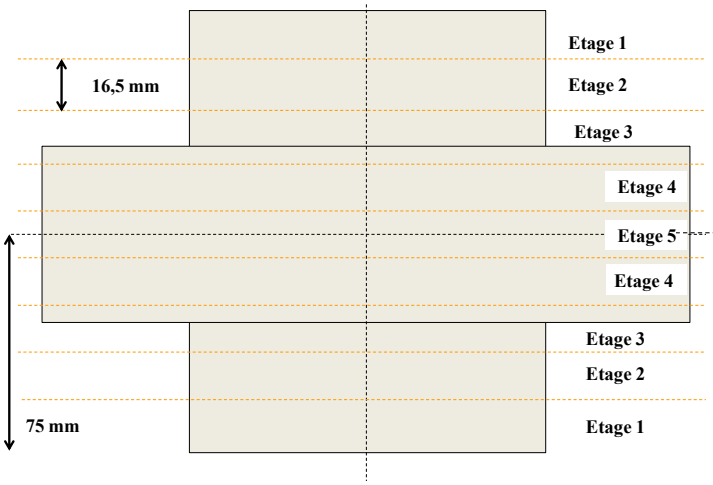


Figure A2. 1 - Schéma de prélèvement et de numérotation des étages du galet

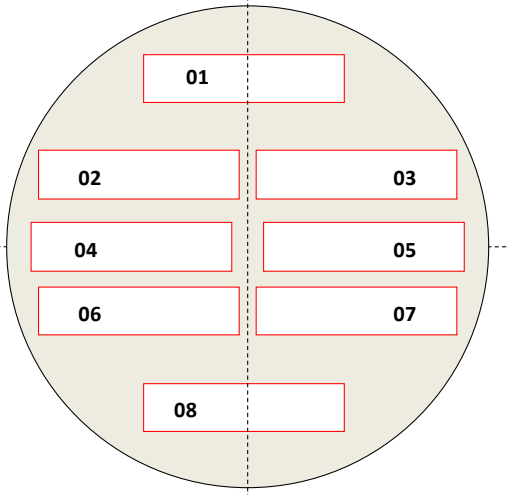


Figure A2. 2 - Schéma de prélèvement et numérotation des éprouvettes pour les étages 1, 2 et 3

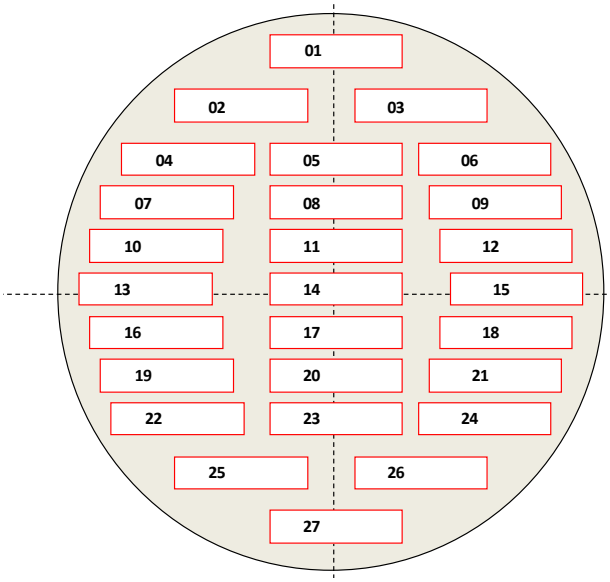


Figure A2. 3 - Schéma de prélèvement et numérotation des éprouvettes pour les étages 4

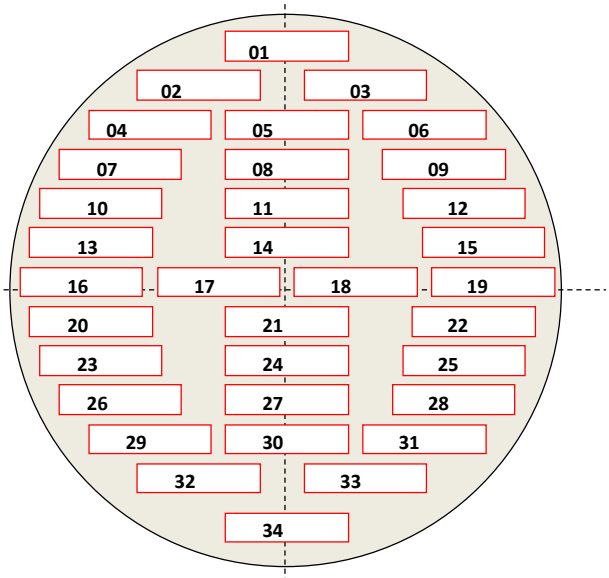


Figure A2. 4 - Schéma de prélèvement et de numérotation des éprouvettes des étages 5

Annexe 3. Hétérogénéités des premiers étages

Les hétérogénéités de propriétés mécaniques au sein d'un même étage peuvent être observées en raison de l'orientation du prélèvement des éprouvettes. Cette orientation en fonction de la direction radiale du galet peut présenter une hétérogénéité de propriétés mécaniques à cause du fibrage de la matière. En effet, comme montré dans la partie III.1.2.2, il existe un fibrage au sein du galet correspondant aux lignes d'écoulement de la matière lors de la mise en forme. Cependant dans les étages 1 et 2 le fibrage est parallèle à la direction axiale, il n'y a donc pas de désorientation des éprouvettes par rapport au fibrage avec le prélèvement effectué. Ainsi, pour les étages 1 et 2 la comparaison des essais va nous permettre d'établir la dispersion des propriétés mécaniques engendrée par le moyen d'essai. Pour l'étage 1, les essais de traction sur les éprouvettes B102, B103 et B106 sont comparés dans la Figure A3. 1. Ces trois éprouvettes ont un sens de prélèvement identique. Cela permet de mettre en évidence la dispersion inhérente aux essais. Les propriétés en traction sont résumées dans le Tableau A3. 1 et les résultats donnent une dispersion de 35MPa sur la limite d'élasticité, de 19MPa sur la résistance maximale à la traction, de 2,8% pour l'allongement à rupture et de 6% pour la striction. De la même manière pour l'étage 2, les essais B202 et B203 sont tracés sur la Figure A3. 2 et les résultats résumés dans le Tableau A3. 2 montrent une dispersion de 35MPa pour $\sigma_{0,2\%}$, de 12MPa pour σ_M, de 0,1% pour l'allongement à rupture et 9% pour la striction.

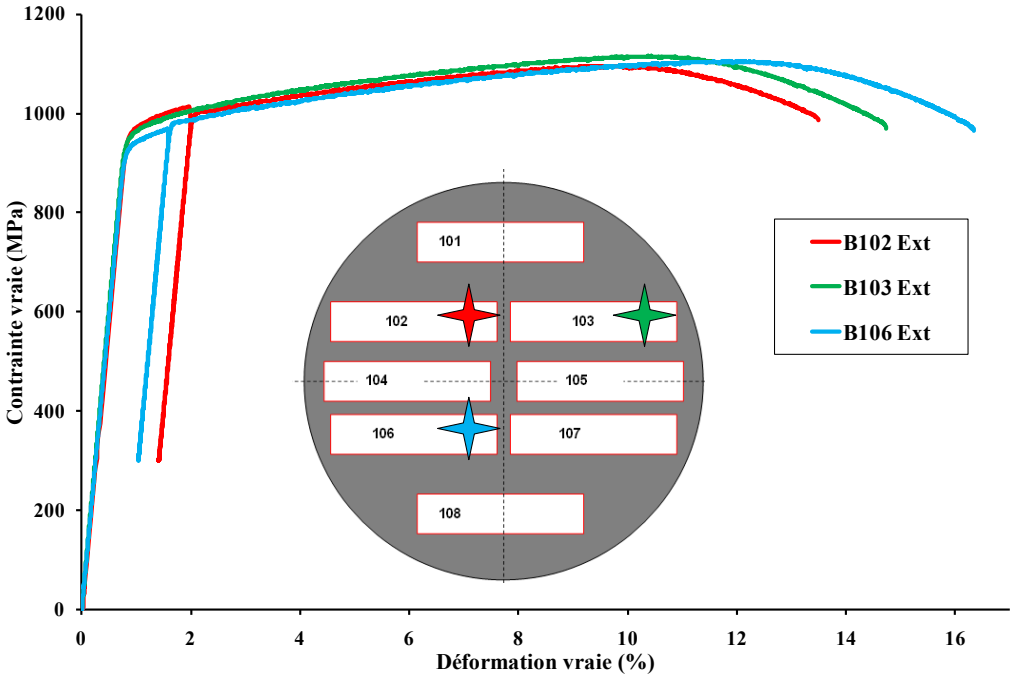


Figure A3. 1 - Comparaison des essais de traction dans l'étage 1 à 20ºC

Tableau A3. 1 - Résultats des essais de traction à 20ºC dans l'étage 1

Nom éprouvette	Module d'Young (GPa)	$\sigma_{0,2\%}$ (MPA)	σ_M (MPa)	A%	Z%
B102	112	975	1096	13,5	18
B103	120	960	1115	14,7	24
B106	118	940	1106	16,3	18
Dispersion	8	35	19	2,8%	6%

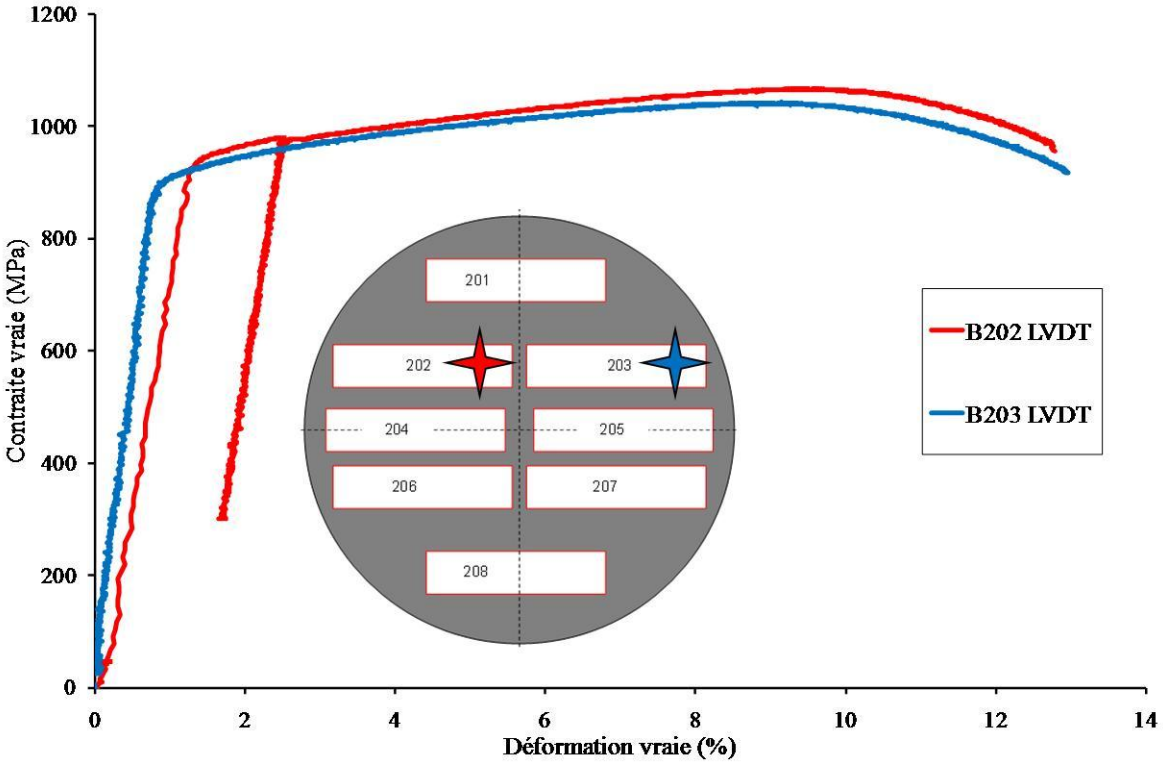


Figure A3. 2 - Comparaison des essais de traction de l'étage 2

Tableau A3. 2 - Résultats des essais de traction à 20ºC dans l'étage 2

Nom éprouvette	Module d'Young (GPa)	$\sigma_{0,2\%}$ (MPA)	σ_M (MPa)	A%	Z%
B202	93	945	1055	11,3	16
B203	121	910	1043	11,4	25
Dispersion	28	35	12	0,1%	9%

Pour l'étage 2 les éprouvettes B204 et B205 sont comparées, elles correspondent à des prélèvements similaires au sein d'un étage. Leur comparaison donne donc une idée de la dispersion des résultats d'essai à haute température pour un même protocole d'essai. Les courbes de traction à 600ºC pour ces deux essais sont tracées sur la Figure A3. 3 et les résultats sont résumés dans le Tableau A3. 3. Les résultats montrent une forte reproductibilité de l'essai avec $\sigma_{0,2\%}$ identique pour les deux éprouvettes et un écart de seulement 11MPa pour σ_M, 0,2% pour A% et 0,1% pour Z%. Ainsi, les écarts beaucoup plus larges reportés précédemment sont vraiment liés à l'hétérogénéité du prélèvement.

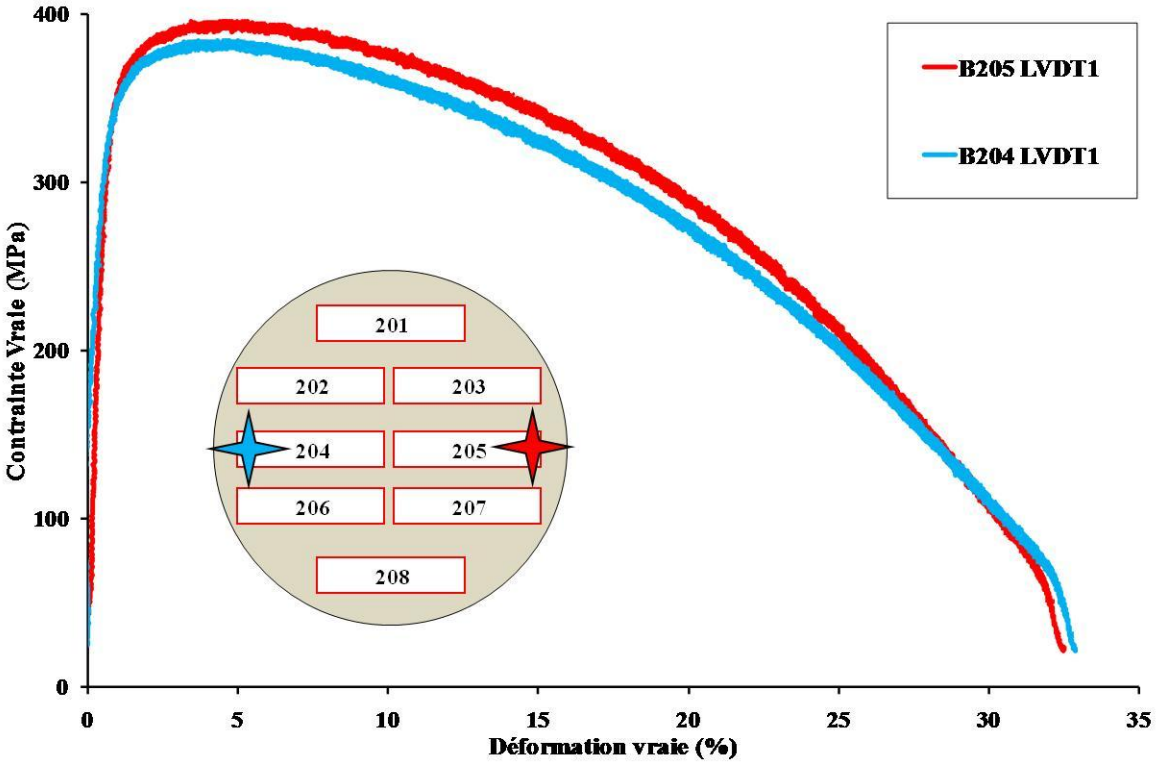


Figure A3. 3 - Courbes de traction à 600°C dans l'étage 2

Tableau A3. 3 - Résultats des essais de traction à 600°C dans l'étage 2

Nom éprouvette	Module d'Young (GPa)	$\sigma_{0,2\%}$ (MPA)	σ_M (MPa)	A%	Z%
B204	30	335	385	32,9	72,1
B205	49	335	396	32,5	72
Dispersion	19	0	11	0,2	0,1

Annexe 4. SRS en fonction des étages de prélèvement dans le galet

Pour cette étude de la sensibilité à la vitesse de déformation en fonction de l'étage de prélèvement dans le galet, deux températures sont étudiées : le comportement à 20ºC et 600ºC. Pour ces deux températures la comparaison se fait entre deux éprouvettes de l'étage 1 et une de l'étage 4. Dans le cas des observations à 20ºC, les valeurs et l'enchainement des vitesses de déformation imposées ne sont pas les mêmes que celles décrites pour les autres essais de traction avec sauts de vitesses. En effet, les trois vitesses utilisées sont les suivantes : $\dot{\varepsilon}_0 = 1{,}6\text{x}10^{-4}s^{-1}$, $\dot{\varepsilon}_+ = 1{,}6\text{x}10^{-3}s^{-1}$ et $\dot{\varepsilon}_{++} = 7{,}8\text{x}10^{-3}s^{-1}$ et leur enchainement est précisé sur la Figure A4. 1 où sont tracées les trois courbes de traction des essais comparés. Ce graphique montre la sensibilité à la vitesse de déformation pour deux étages éloignés dans le galet, possédant des microstructures plus fine pour l'étage 1 en raison de la vitesse de refroidissement rapide dans cette zone. Ici la sensibilité à la vitesse de déformation est positive pour les deux étages puisque l'augmentation de la vitesse de déformation entraine l'augmentation de la contrainte d'écoulement. La sensibilité est très reproductible, puisque les mêmes hauteurs de saut de la contrainte d'écoulement sont observées pour les trois essais. Néanmoins, comme remarqué dans la partie III.2.1.2, les valeurs mesurées de la contrainte d'écoulement sont toujours plus élevées pour l'étage 1 ; la courbe de traction des essais de l'étage 1 se retrouvant, quelle que soit la vitesse de sollicitation, au dessus de la courbe de l'essai issu de l'étage 4. Cette résistance mécanique plus élevée dans l'étage 1 a été expliquée par la loi de Hall et Petch pour les essais de traction monotone et reste valable ici pour les essais de traction avec sauts de vitesses. Ainsi, puisque la sensibilité à la vitesse de déformation est la même pour les trois essais alors cette sensibilité est à attribuer à un phénomène ayant lieu à une échelle plus fine que celle des grains régissant la loi de Hall et Petch.

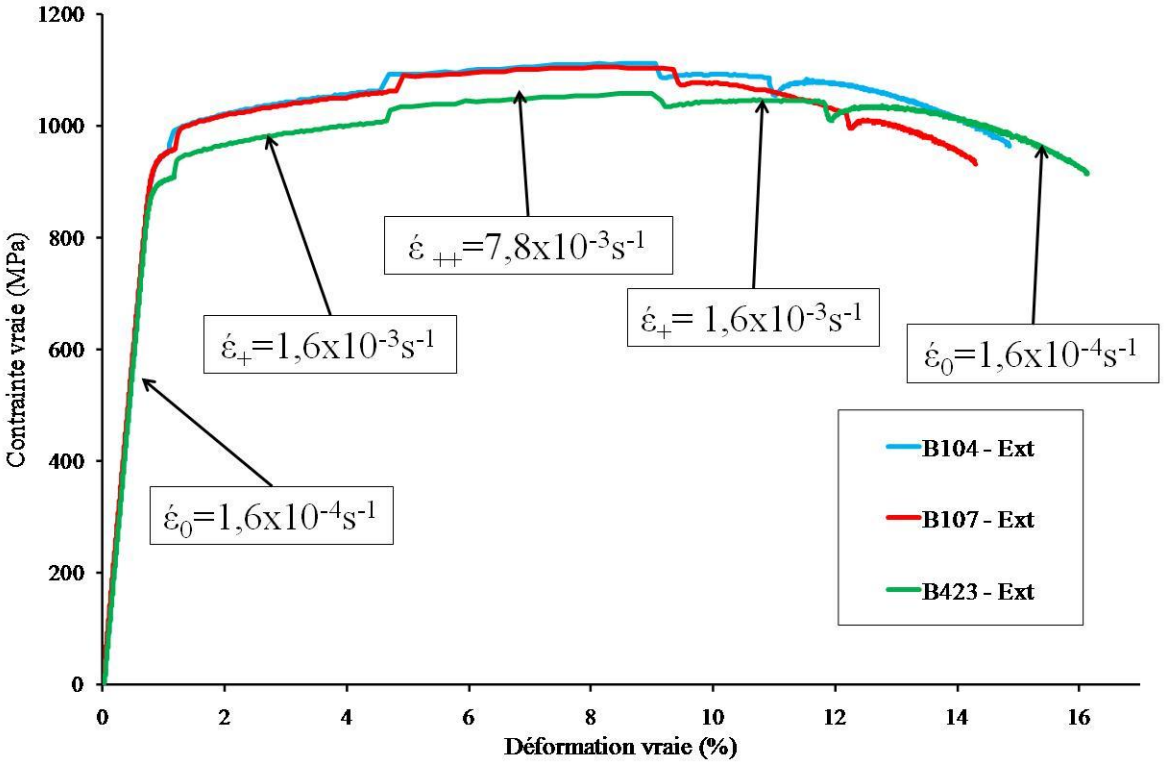


Figure A4. 1 - Courbes de traction avec sauts de vitesse de déformation à 20ºC pour deux étages de prélèvement

La Figure A4. 2 reprend trois essais de traction avec sauts de vitesse de déformation à 600ºC. Ici l'enchainement des vitesses de déformation imposées suit le protocole décrit dans la partie II.3.4 et est repris sur le graphique. Le dernier palier n'a pas été réalisé pour les deux essais de l'étage 1, les trois essais ne sont donc comparés que sur les cinq premiers paliers. La sensibilité à la vitesse de déformation est toujours positive. Les deux essais de l'étage 1 affichent toujours des niveaux de contrainte supérieures à ceux de l'étage 4 quelque soit la vitesse de sollicitation, même si l'écart est moins marqué qu'à 20ºC. Bien que la microstructure soit plus fine dans l'étage 1, les mêmes variations de contrainte d'écoulement sont observées. L'alliage possède donc une sensibilité à la vitesse de déformation indépendante de la taille de grains. Cette sensibilité est donc un phénomène activé à une échelle plus fine que la loi de Hall et Petch.

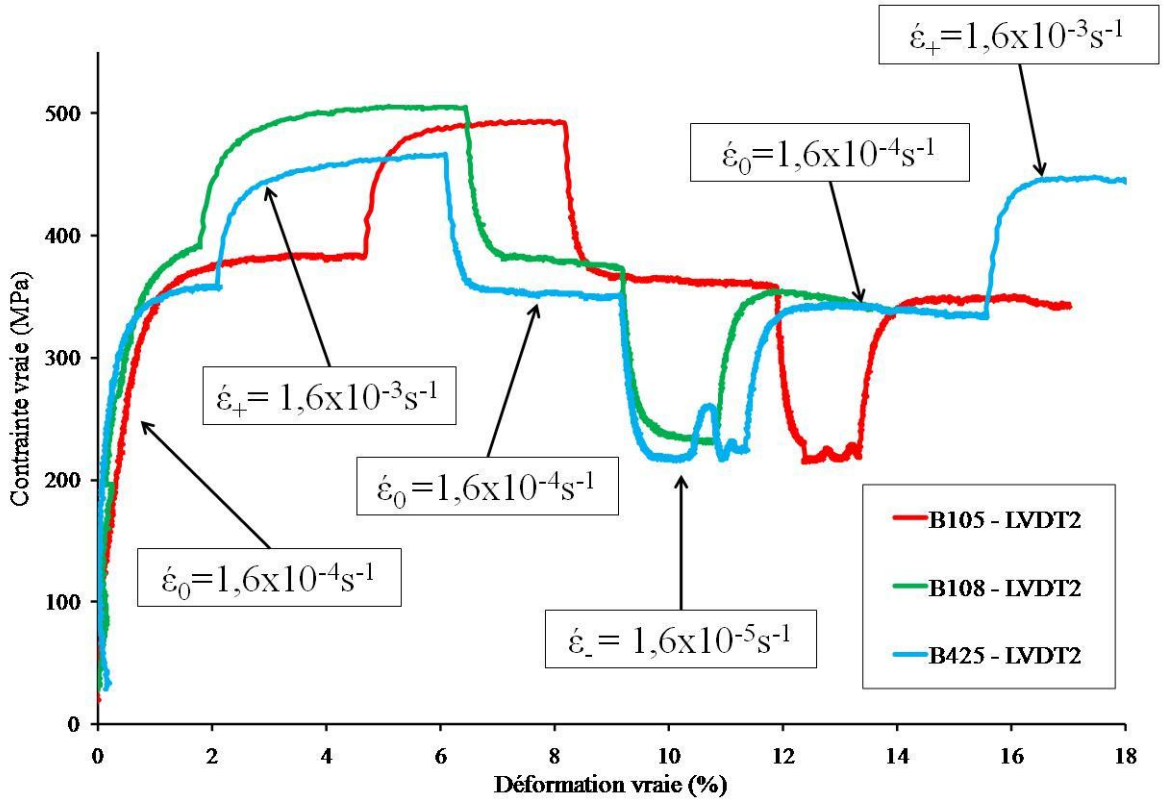


Figure A4. 2 - Courbes de traction avec sauts de vitesse de déformation à 600ºC pour deux étages de prélèvement

Annexe 5. Dispersion des essais de fluage

La Figure A5. 1 reprend les courbes d'essais de fluage réalisés à 500ºC sous 300MPa provenant de la campagne d'essai réalisée à DGA TA, celle réalisée au CIRIMAT et d'une campagne réalisée par Turboméca antérieurement. L'essai A208 de la campagne CIRIMAT provient du galet 1. Les essais C401 et D405 de la campagne DGA TA proviennent du galet 2 alors que l'essai F423 provient du galet 3. Les trois galets sont issus de la même coulée. Pour les trois essais de Turboméca les éprouvettes sont issues d'une autre coulée matière. Les courbes sont tracées sur les vingt cinq premières heures mais les données sont comparées jusqu'à rupture dans le Tableau A5. 1. La dispersion reste assez faible sur les premières heures de fluage (≤ 5 heures), au-delà les résultats divergent rapidement. Il n'y pas de tendance pouvant être associée aux moyens d'essai, aux coulées ou aux galets. Ainsi, l'écart obtenu entre les différents essais est considéré comme inhérent à la dispersion de la matière étudiée. Cette dispersion est la difficulté subie lors de l'analyse des résultats de fluage.

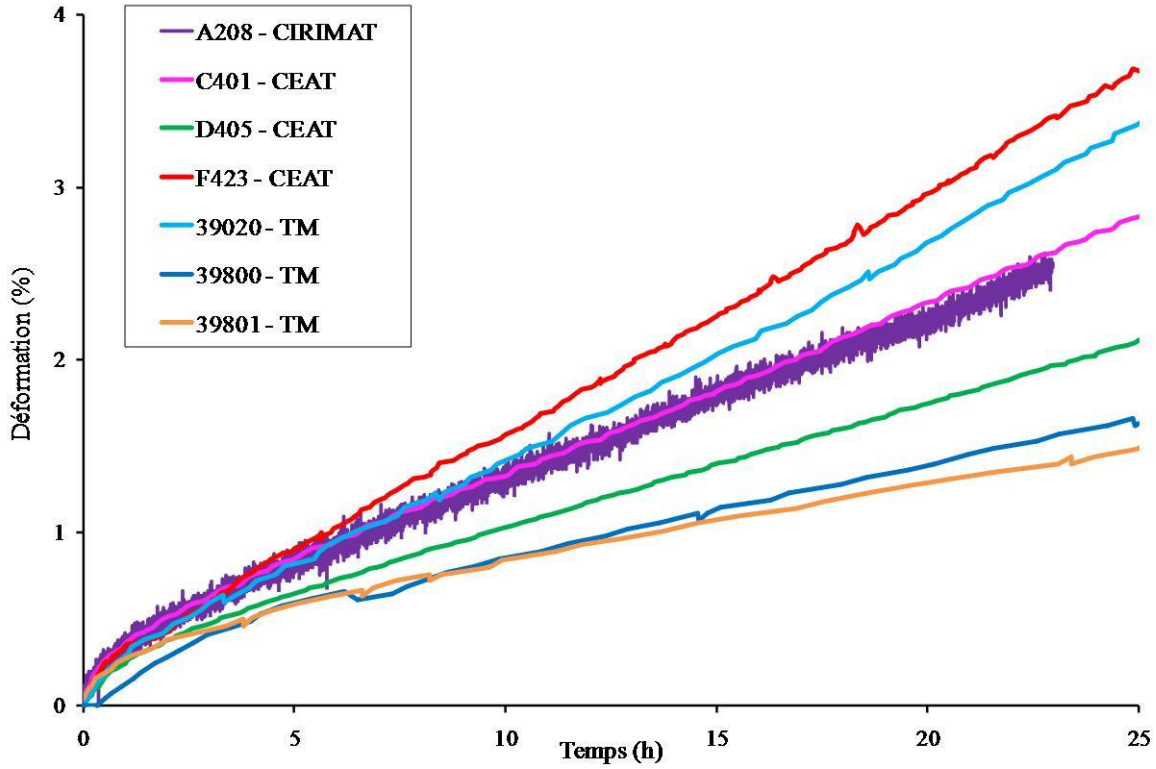


Figure A5. 1 - Dispersion des essais de fluage CIRIMAT, DGA TA et Turboméca à 500ºC 300MPa

Tableau A5. 1 - Résultats des essais de fluage à 500ºC sous 300MPa

Nom éprouvette	Vitesse de fluage secondaire (h^{-1})	Temps à rupture (h)	Allongement à rupture (%)
A208 - CIRIMAT	$9{,}0\times10^{-4}$	Non rupture	Non rupture
C401 – DGA TA	$9{,}7\times10^{-4}$	72,2	40,6
D405 – DGA TA	$7{,}2\times10^{-4}$	106,7	20,0
F423 – DGA TA	$1{,}3\times10^{-3}$	106,7	27,6
39020 - TM	$1{,}2\times10^{-3}$	78	27.4
39800 - TM	$5{,}4\times10^{-4}$	223	38.4
39801 - TM	$4{,}2\times10^{-4}$	226	41.5

Annexe 6. Diagramme de Larson-Miller

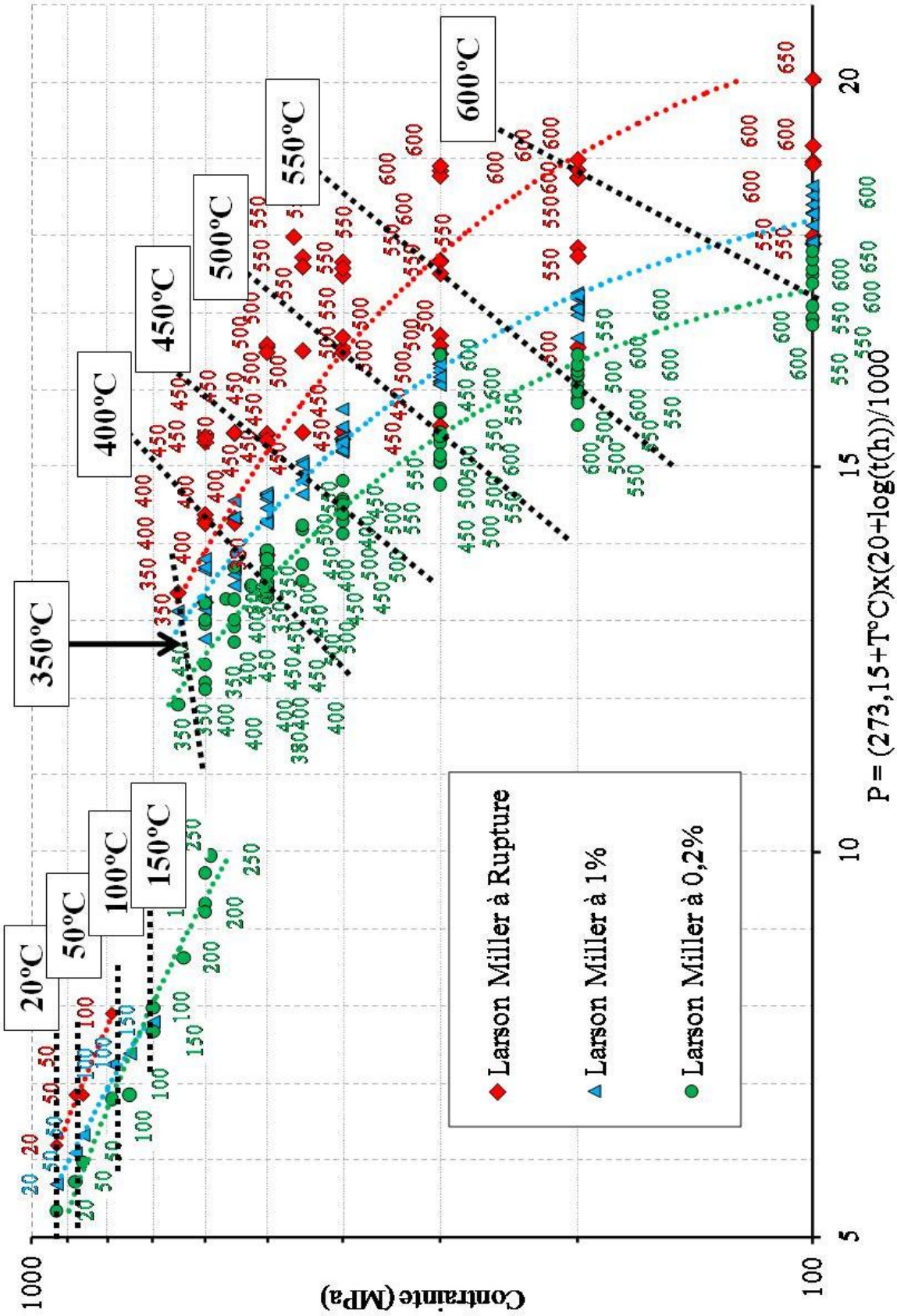


Figure A6. 1 - Diagramme de Larson-Miller superposé aux températures d'essai. Les isothermes sont représentées en pointillés noirs sur le diagramme. Les températures d'essai de chaque point sont ajoutées au graphique pour les points de mesure calculé à 0,2% de déformation et à la rupture.

Annexe 7. Mesure du coefficient de dilatation

Le coefficient de dilatation thermique a été mesuré grâce à un dilatomètre SETSYS Evolution Thermo Mechanical Analyzer (TMA) 1618 de chez Setaram localisé au CIRIMAT dans les locaux de l'université Paul Sabatier. La mesure consiste à suivre la déformation du matériau suivant une direction sous un cycle thermique. Le cycle thermique utilisé correspond à une montée en température de 20°C jusqu'à 700°C avec une vitesse de 2°C/min, sous un balayage d'air de 20mL/min. Une charge de 5g est appliquée sur l'échantillon pour maintenir le contact avec le capteur de déformation. Une fois le cycle terminé l'échantillon est ramené à température ambiante par un refroidissement à l'eau de l'enceinte, correspondant à une vitesse de refroidissement de l'échantillon de 10°C/min. Une fois l'évolution de la déformation obtenue en fonction de la température, le coefficient de dilatation est calculé grâce à la méthode des droites sécantes. La valeur du coefficient de dilation à la température considérée correspond à la pente de la droite passant par zéro de déformation à la température de référence et par le point de la courbe indiquant la déformation à la température considérée. Le calcul du coefficient de dilatation à 700°C est explicité par la Figure A7. 1. Cette méthode a été choisie par rapport au calcul de la dérivée car c'est de cette manière qu'est défini le coefficient de dilatation utilisé sous le logiciel d'éléments finis.

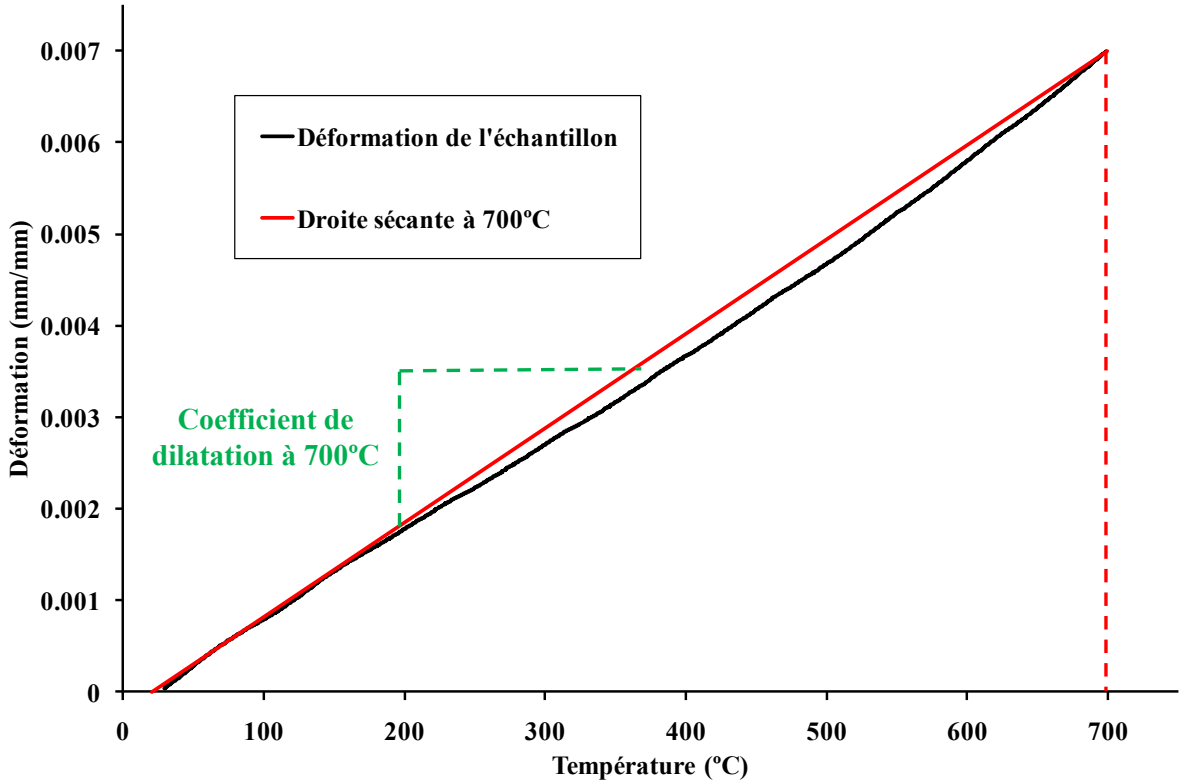


Figure A7. 1 - Description de la méthode de calcul du coefficient de dilatation à 500°C

Les températures élevées auxquelles est sollicité le matériau impliquent des déformations thermiques non négligeables, dues à la dilatation du matériau. Pour tenir compte de ces déformations, le coefficient de dilatation du matériau reste un paramètre essentiel. Afin d'obtenir le modèle de comportement le plus proche possible de notre matériau, le coefficient de dilation de l'alliage étudié a été mesuré de 20°C à 700°C. Les mesures ont été réalisées sur deux prélèvements au sein du galet

forgé, un en peau et l'autre à cœur, le schéma de prélèvement est repris sur la Figure A7. 2 avec les résultats expérimentaux de 350°C à 700°C. Les mesures du coefficient de dilatation de 20°C à 300°C n'ont pas donné de valeurs cohérentes et ont donc été écartées. De plus, les valeurs du coefficient de dilatation actuellement utilisées pour le dimensionnement du TA6V sont aussi présentes sur ce graphique.

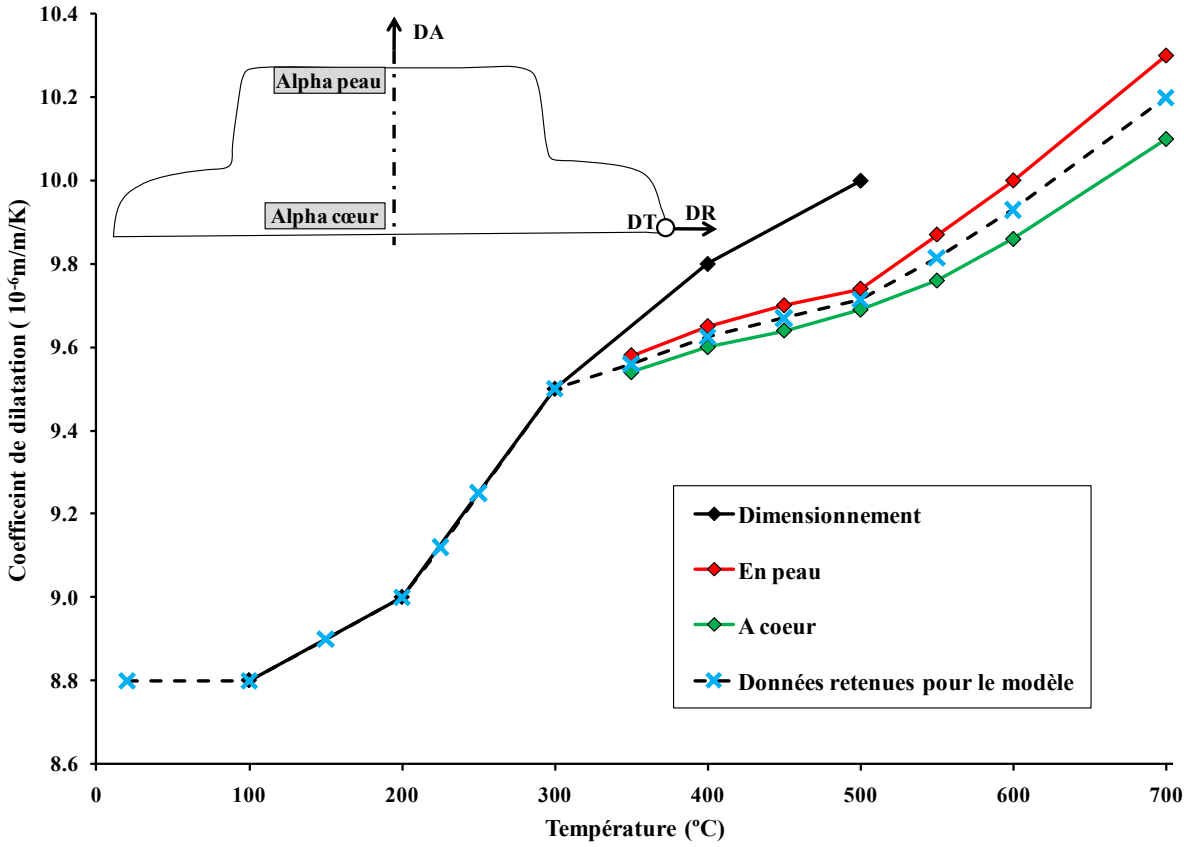


Figure A7. 2 - Evolution du coefficient de dilatation en fonction de la température pour deux prélèvements au sein du galet et pour les données de dimensionnement utilisées à Microturbo

Les données du graphique représentées en rouge et en vert sous issues des mesures expérimentales réalisées sur le matériau étudié. La courbe rouge correspond à un prélèvement de matière en peau du galet alors que la courbe verte correspond à un prélèvement au cœur du galet, comme le montre le schéma des prélèvements ajouté à la Figure A7. 2. Les résultats obtenus de 350°C à 700°C montrent un comportement similaire entre les deux prélèvements. Il n'y a pas ici d'effet du prélèvement dans le galet. De plus, l'évolution des données reste similaire à l'évolution des données de dimensionnement tout en gardant des valeurs inférieures. Toujours dans l'objectif de modéliser le matériau utilisé le plus justement possible, la moyenne des deux mesures a été conservée comme donnée de modélisation pour l'étude sur la plage de température de 350°C à 700°C. Pour les plus basses températures, les données de dimensionnement actuelles sont conservées. La courbe en pointillés noirs reprend les données retenues pour la construction du modèle symbolisées par les croix bleues.

Annexe 8. Mesure du module d'Young

Avant de mettre au point un modèle de comportement plastique du matériau, il faut maitriser son comportement élastique. Le comportement élastique du matériau est caractérisé par son module d'Young. La mesure du module d'Young du matériau a été réalisée par la société Aurock à Albi. La valeur est mesurée par une technique d'analyse de fréquence de résonance acoustique. Cet appareil a permis d'obtenir le module d'Young du matériau de 20°C à 700°C sous air, lors de la chauffe et du refroidissement pilotée à 2°C/min. Les quatre échantillons utilisés sont des parallélépipèdes rectangles dont les dimensions sont 40x10x10mm^3 et dont les six faces ont été polies sur papier SiC jusqu'au grade 2400. La mesure du module d'Young se fait selon la direction longue du parallélépipède. Les quatre échantillons (E1, E2, E3 et E4) correspondent à des prélèvements différents au sein du galet forgé, comme le schématise la Figure A8. 1. L'échantillon E1 a été prélevé en peau du galet avec sa longueur suivant DT et l'échantillon E2 au cœur du galet avec sa longueur selon la DR. Les échantillons E2 et E3 se trouvent dans la partie centrale du galet mais en périphérie, l'échantillon E3 est prélevé selon DT et E4 suivant DR. La Figure A8. 1 donne aussi les résultats de mesure pendant la chauffe pour les quatre échantillons. Les mesures montrent une évolution linéaire du module d'Young avec la température entre 20°C et 700°C pour les 4 prélèvements. Même si la dispersion des mesures est à nuancer par la sensibilité de la mesure au parallélisme des faces des éprouvettes, l'écart conséquent des résultats de l'échantillon E1 par rapport aux autres échantillons laisse supposer un module d'Young plus faible en peau du galet. Par ailleurs le sens de prélèvement de la matière au centre du galet ne semble pas influencer les valeurs du module d'Young.

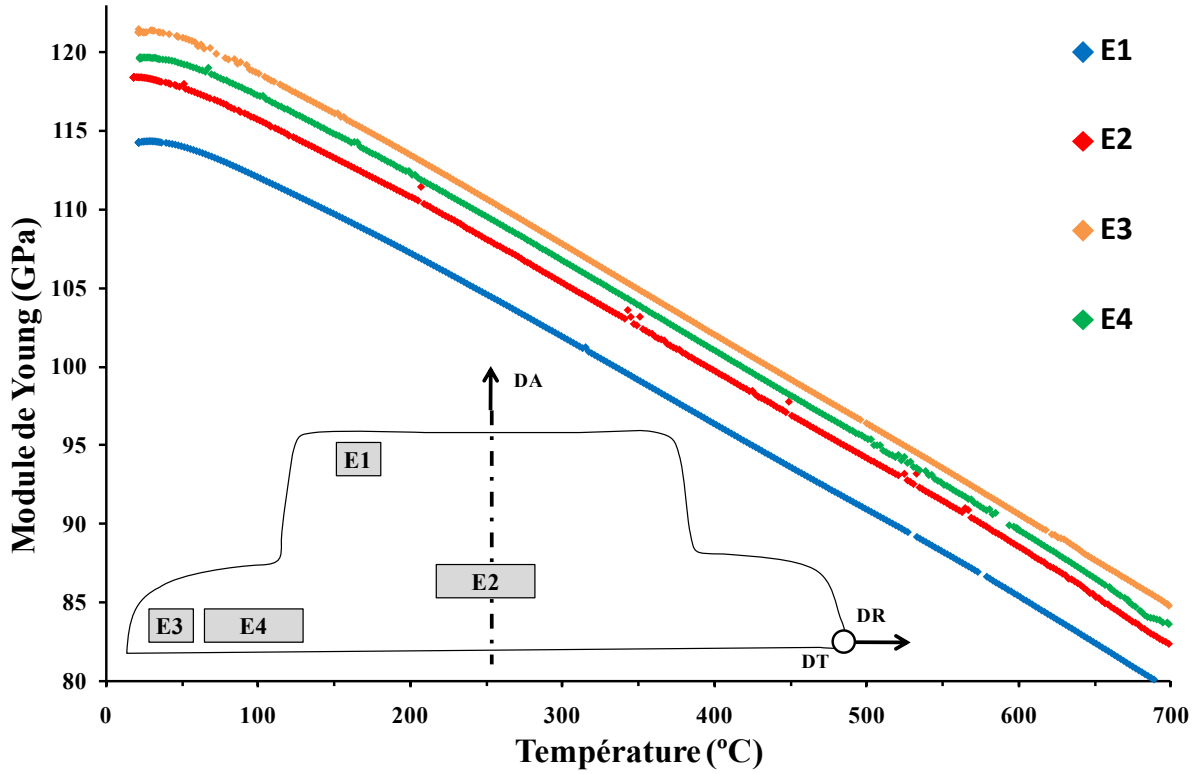


Figure A8. 1 - Evolution du module d'Young en fonction de la température pour plusieurs zones du galet

Sur la Figure A8. 2, la mesure du module d'Young lors des essais de traction a été superposée aux mesures réalisées par la méthode acoustique. La mesure a été faite soit par LVDT soit par un

extensomètre. La mesure par extensomètre (seulement à 20°C) est identique aux résultats donnés par la méthode acoustique. Ainsi, l'utilisation d'un extensomètre pour la mesure du module d'Young semble être une méthode acceptable. L'extensomètre utilisé ne supportant pas les plus hautes températures, la déformation a été mesurée par LVDT à plus haute température. Les résultats obtenus avec les LVDT présentent une très grande dispersion pour l'ensemble de la plage de températures étudiées. Les mesures sont dans la plupart des cas bien inférieures à la mesure obtenue par méthode acoustique. Ainsi, la mesure du module d'Young par les capteurs LVDT lors d'un essai de traction ne peut pas être exploitée.

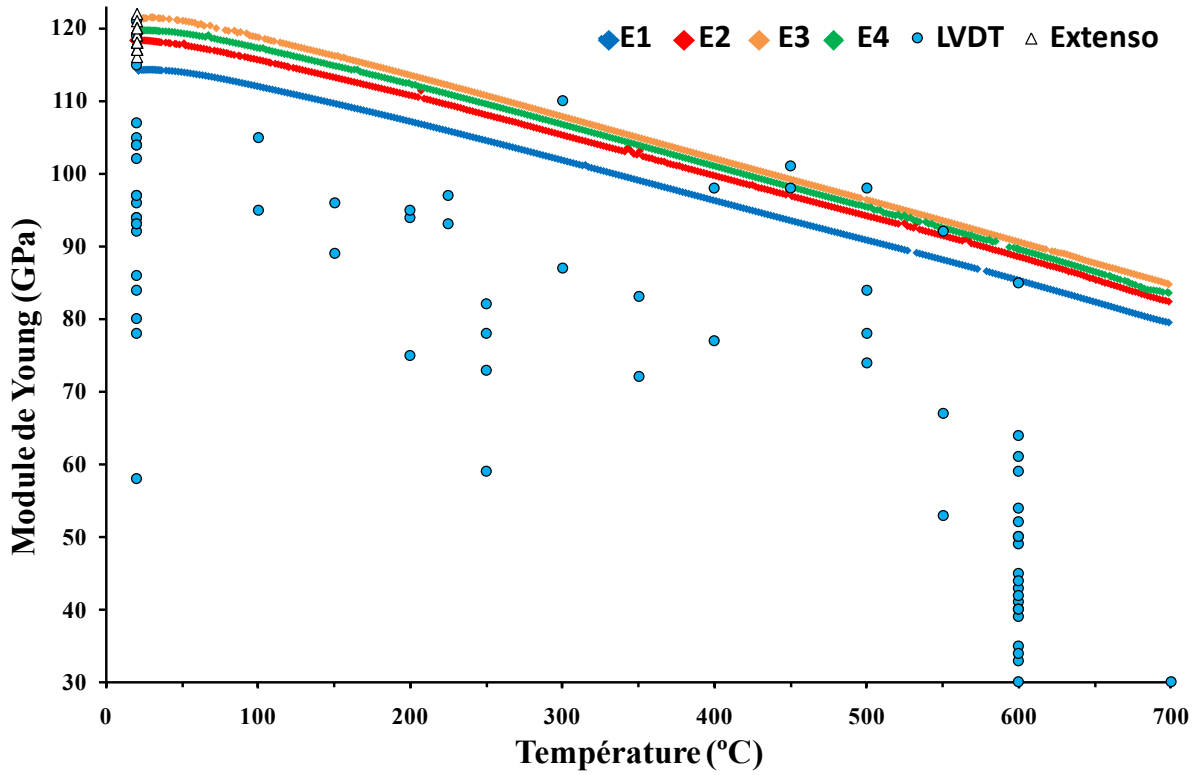


Figure A8. 2 - Comparaison des valeurs du module d'Young en fonction de la température et de la méthode de mesure

Sur la Figure A8. 3, la moyenne des valeurs du module d'Young obtenues par acoustique sont comparées aux données actuellement utilisées pour le dimensionnement par le bureau d'études. Toutes les valeurs utilisées pour le dimensionnement sont inférieures à celles mesurées. De l'ambiante à 400°C, l'évolution des données de dimensionnement est linéaire et suit la pente des données mesurées. En revanche, au-delà de 400°C les valeurs mesurées restent linéaires avec la température alors que les données de dimensionnement chutent plus rapidement. Ainsi, pour obtenir une modélisation la plus fidèle au comportement du matériau étudié, une évolution linéaire du module d'Young avec la température sera conservée. Il a été décidé de garder la moyenne des données mesurées comme valeurs du module d'Young de 20°C à 700°C.

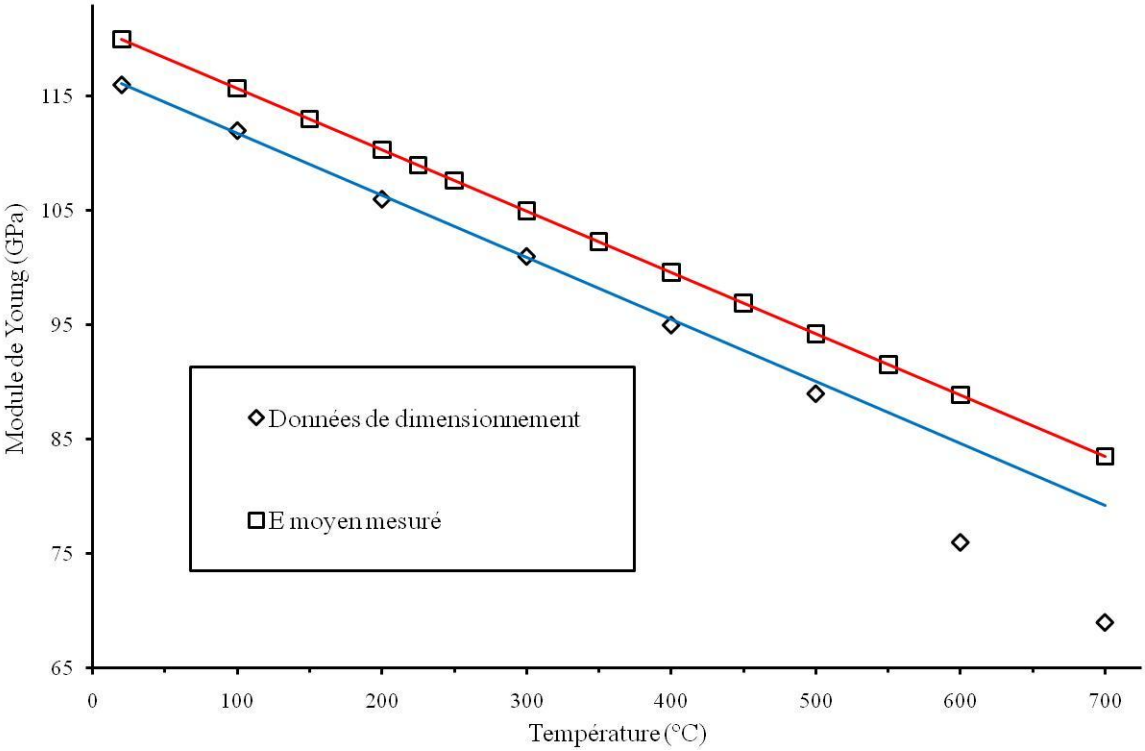


Figure A8. 3 - Comparaison de la moyenne des valeurs de module d'Young mesurées avec les données de dimensionnement

Annexe 9. Communications sur les travaux de thèse

Publications

L. Badea, M. Surand, B. Viguier, J. Ruau, “Creep behavior of Ti-6Al-4V from 450°C to 600°C”, *U.P.B. Scientific Bulletin*, Series B, vol.76, Iss.1, 2014

M. Surand, B. Viguier, E. Herny and J. Ruau, "Expanding the application range of Ti-6Al-4V alloy", *MS&T 2012*, 2012.

Oraux

Journées Technologiques, Association titane, “Plasticity behaviour of Ti-6Al-4V alloy from RT to 600°C, 16/05/2013, Nantes, France

TMS 2013, “Plasticity behaviour of Ti-6Al-4V alloy from RT to 600°C”, 03/03/2013, San Antonio, USA

MS&T 2012, “Expanding the application range of Ti-6Al-4V alloy”, 10/10/2012, Pittsburgh, USA

Posters

M. Surand, B. Viguier, “Tensile behaviour of forged Ti-6Al-4V alloy”, The 12th world conference in titanium, Pekin, Chine, juin 19-24, 2011

M. Surand, J. Ruau, B. Viguier, “Creep behaviour of a commercial titanium alloy”, ICSMA-16, Bangalore, Indie, août 19-24, 2012

Références bibliographiques

[Adenstedt, 1952] **:** H.K. Adenstedt, J.R. Pequignot and J.M. Raymer, "The Titanium-Vanadium system", *Transactions of the American Society for Metals*, vol.44, p.990, 1952.

[Akhtar, 1975] **:** A. Akhtar and E. Teghtsoonian, "Prismatic slip in alpha-Titaniuml single-crystals", *Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, vol.6, p.2201, 1975.

[Ambard, 2001] **:** A. Ambard, L. Guétaz, F. Louchet and D. Guichard, "Role of interphases in the deformation mechanisms of an α/β titanium alloy at 20 K", *Materials Science and Engineering: A*, vol.319, p.404, 2001.

[Andrade, 1910] **:** E.N.D. Andrade, "On the viscous flow in metals, and allied phenomena", *Proceedings of the Royal Society of London Series a-Containing Papers of a Mathematical and Physical Character*, vol.84, p.1, 1910.

[Ankem, 1986] **:** S. Ankem and H. Margolin, "Modeling deformation in 2-phase alloys", *Journal of Metals*, vol.38, p.25, 1986.

[Bania, 1984] **:** P.J. Bania and J.A. Hall, *Titanium 84, AIME, Warrendale PA*, vol.8, p.134, 1984.

[Berger, 1958] **:** L.W. Berger, D.N. Williams and R.I. Jaffee, "Hydrogen in Titanium-Aluminium alloys", *Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers*, vol.212, p.509, 1958.

[Bhattacharyya, 2003] **:** D. Bhattacharyya, G.B. Viswanathan, R. Denkenberger, D. Furrer and H.L. Fraser, "The role of crystallographic and geometrical relationships between alpha and beta phases in an alpha/beta titanium alloy", *Acta Materialia*, vol.51, p.4679, 2003.

[Bourgeois, 1997] **:** M. Bourgeois, "Etude du comportement viscoplastique à 773K d'alliages de titane biphasés Ti-6246", Thèse de doctorat, UTC, Compiègne, 1997.

[Bridier, 2006] **:** F. Bridier, "Analyse expérimentale des modes de déformation et d'endommagement par fatigue à 20°C d'alliages de titane. Aspects cristallographiques à différentes échelles", Thèse de doctorat, LMPM - ENSMA, Poitier, 2006.

[Buirette, 2011] **:** C. Buirette, "Etude des mécanismes de propagation de fissures dans l'alliage de titane TA6V soudé par faisceau d'électrons", Thèse de doctorat, CIRIMAT - ENSIACET, Toulouse, 2011.

[Burgers, 1934] **:** 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, 1934.

[Caillard, 1996] **:** D. Caillard and A. Couret, "Chapter 50 - Dislocation Cores and Yield Stress Anomalies", F.R.N. Nabarro and M.S. Duesbery, *Dislocations in Solids*, p.69, 1996.

[Campagnac, 1988] **:** M.H. Campagnac, "Structures et propriétés mécaniques d'alliages de titane à bas transus Ti-10V-2Fe-3Al et Ti-10V-3Cu-3Al", Thèse de doctorat, ONERA, Paris, 1988.

[Castany, 2007] **:** P. Castany, "Etude des micromecanismes de deformation d'un alliage Ti-6Al-4V par deformation MET in situ influence d'un traitement de surface", Thèse de doctorat, INSA, Toulouse, 2007.

[Chauveau, 2011] **:** T. Chauveau, "Analyse TA6V forgé", *Rapport d'analyse*, LSPM - Institut Galilée, Paris, 2011.

[Chu, 1970] **:** H.P. Chu, "Room temperature creep and stress relaxation of a titanium alloy", *Journal of Materials*, vol.5, p.633, 1970.

[Coble, 1963] **:** R.L. Coble, "A model for boundary diffusion controlled creep in polycrystalline materials", *Journal of Applied Physics*, vol.34, p.1679, 1963.

[Combres, 2010] **:** Y. Combres, "Propriétés du titane et de ses alliages", *Techniques de l'ingénieur Métaux et alliages, matériaux magnétiques et multimatériaux*, vol.base documentaire : TIB357DUO, 2010.

[Combres, 2013] **:** Y. Combres, "Traitements thermiques des alliages de titane", *Techniques de l'ingénieur Traitements thermiques des aciers, des alliages et des fontes*, vol.base documentaire : TIB364DUO, 2013.

[Conrad, 1981] **:** H. Conrad, "Effect of interstitial solutes on the strength and ductility of Titanium", *Progress in Materials Science*, vol.26, p.123, 1981.

[Couret, 1989a] **:** A. Couret and D. Caillard, "Prismatic slip in beryllium .1. the controlling mechanism at the peak temperature", *Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties*, vol.59, p.783, 1989a.

[Couret, 1989b] **:** A. Couret and D. Caillard, "Prismatic slip in beryllium .2. the origin of the strength anomaly", *Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties*, vol.59, p.801, 1989b.

[Couret, 1991] **:** A. Couret and D. Caillard, "Dissociations and friction forces in metals and alloys", *Journal De Physique III*, vol.1, p.885, 1991.

[Derep, 1980] **:** J.L. Derep, S. Ibrahim, R. Rouby and G. Fantozzi, "Deformation behavior of Zircaloy-4 between 77K and 900K", *Acta Metallurgica*, vol.28, p.607, 1980.

[Doner, 1973] **:** M. Doner and H. Conrad, "Deformation mechanisms in commercial Ti-50Al (0.5 at pct Oeq) at intermediate and high-temperatures (0.3-0.6Tm)", *Metallurgical Transactions*, vol.4, p.2809, 1973.

[Duwez, 1953] **:** P. Duwez, "The martensite transformation temperature in Titanium binary alloy", *Transactions of the American society for metals*, vol.45, p.934, 1953.

[Dyment, 1968] **:** F. Dyment and C.M. Libanati, "Self-Diffusion of Ti, Zr, and Hf in their HCP Phases, and Diffusion of Nb(95) in HCP Zr", *Journal of Materials Science*, vol.3, p.349, 1968.

[Elliot, 1962] **:** R.P. Elliot, "Study of Advanced Flight-Vehicle Power-Utilization Systems", ASD-TDR-62-561, *General Dynamics*, p.44, 1962.

[Es-Souni, 2000] **:** M. Es-Souni, "Primary, secondary and anelastic creep of a high temperature near alpha-Ti alloy Ti6242Si", *Materials Characterization*, vol.45, p.153, 2000.

[Es-Souni, 2001] **:** M. Es-Souni, "Creep behaviour and creep microstructures of a high-temperature titanium alloy Ti-5.8Al-4.0Sn-3.5Zr-0.7Nb-0.35Si-0.06C (Timetal 834) Part I. Primary and steady-state creep", *Materials Characterization*, vol.46, p.365, 2001.

[Escalé, 2012] **:** N. Escalé, "Etude par microscopie electronique en transmission des microstructures et des mécanismes de déformation d'alliages de titane béta-métastables", Thèse de doctorat, CEMES, Toulouse, 2012.

[Evans, 1979] **:** W.J. Evans and C.R. Gostelow, "Effect of hold time on the fatigue properties of a beta-processed Titanium-alloy", *Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, vol.10, p.1837, 1979.

[Farenc, 1992] **:** S. Farenc, "Etude des mécanismes de déformation du titane et de l'alliage TiAl", Thèse de doctorat, CEMES, Toulouse, 1992.

[Feaugas, 1994] **:** X. Feaugas, "Microstructure et modelisation du comportement en fatigue uniaxiale et multiaxiale d'un alliage de titane biphase", Thèse de doctorat, UTC, Compiegne, 1994.

[Feaugas, 2007] **:** X. Feaugas and E. Conforto, "Influence of hydrogen on the malformation mechanisms and damage to alloys of titanium and zirconium", *Plastox 2007: Mecanismes Et Mecanique Des Interactions Plasticite-Environnement*, p.161, 2007.

[Fisher, 1964] **:** E.S. Fisher and C.J. Renken, "Single-crystal elastic moduli and the hcp--bcc transformation in Ti, Zr and Hf", *Physical review* vol.135, p.A482, 1964.

[Fujishiro, 1977] **:** S. Fujishiro and D. Eylon, "Effect of environment and coating on the creep behavior of commercial Ti alloys", *Scripta Metallurgica*, vol.11, p.1011, 1977.

[Germain, 2005] **:** L. Germain, "Contribution à l'étude des hétérogénéités de texture das billettes d'IMI 834", Thèse de doctorat, Université Paul Verlaine, Metz, 2005.

[Gey, 2012] **:** N. Gey and R. Mercier, "Analyse de la microtexture de 4 echantillons de TA6V de microstructure bimodale - Mise en évidence des macrozones", *Rapport EBSD*, LEM3, Metz, 2012.

[Gray, 1990] **:** G. Gray, G. Luetjering and J. Williams, "The influence of oxygen on the structure, fracture, and fatigue crack propagation behavior of Ti-8.6 Wt Pct Al", *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol.21, p.95, 1990.

[Gulbransen, 1949] **:** E.A. Gulbransen and K.F. Andrew, "Kinetics of the reactions of Titanium with O-2, N-2 and H-2", *Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers*, vol.185, p.741, 1949.

[Hack, 1982] **:** J.E. Hack and G.R. Leverant, "The influence of microstructure on the susceptibility of titanium alloys to internal hydrogen embrittlement", *Metallurgical Transactions A*, vol.13A, p.1729, 1982.

[Herring, 1950] **:** C. Herring, "Diffusional viscosity of a polycrystalline solid", *Journal of Applied Physics*, vol.21, p.437, 1950.

[Hocheid, 1970] **:** B. Hocheid, A. Klima, C. Beauvais, M. Rapin and C. Roux, "Study of transformations of Titanium alloy TA6V under isthermal conditions", *Memoires Scientifiques De La Revue De Metallurgie*, vol.67, p.583, 1970.

[Huez, 1998] **:** J. Huez, X. Feaugas, A.L. Helbert, I. Guillot and M. Clavel, "Damage process in commercially pure alpha-titanium alloy without (Ti40) and with (Ti40-H) hydrides", *Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, vol.29, p.1615, 1998.

[Imam, 1979] **:** M.A. Imam and C.M. Gilmore, "Room temperature creep of Ti-6Al-4V", *Metallurgical Transactions A*, vol.10A, p.419, 1979.

[Jaffee, 1973] **:** R.I. Jaffee and H.M. Burte, "Titanium - Science and Technology", Plenum Press, New York, p.451, 1973.

[Jones, 1981] **:** I.P. Jones and W.B. Hutchinson, "Stress-state dependence of slip in Titanium-6Al-4V and other H.C.P. metals", *Acta Metallurgica*, vol.29, p.951, 1981.

[Jousset, 2008] **:** H. Jousset, "Viscoplasticité et Microstructures d'un Alliage de Titane : Effets de la Température et de la vitesse de sollicitation", Thèse de doctorat, Mines de ParisTech, Paris, 2008.

[Kahveci, 1986] **:** A.I. Kahveci and G.E. Welsch, "Effect of oxygen on the hardness and alpha/beta phase ratio of Ti-6Al-4V alloy", *Scripta Metallurgica*, vol.20, p.1287, 1986.

[Kanter, 1938] **:** J.J. Kanter, "The problem of the temperature coefficient of tensile creep rate", *Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers*, vol.131, p.385, 1938.

[Kim, 2005] **:** J.H. Kim, S.L. Semiatin and C.S. Lee, "Constitutive analysis of the high-temperature deformation mechanisms of Ti-4Al-6V and Ti-6,85Al-1,6V alloys", *Materials Science and Engineering A*, vol.394, p.366, 2005.

[Köppers, 1997] **:** M. Köppers, D. Derdau, M. Friesel and C. Herzig, "Self-diffusion and group III (Al, Ga, In) solute diffusion in hcp titanium", *Defect and Diffusion Forum*, vol.143, p.43, 1997.

[Koppers, 1997] **:** M. Koppers, C. Herzig and M. Friesel, "Intrinsic self-diffusion and substitutional Al diffusion in alpha-Ti", *Acta Materialia*, vol.45, p.4181, 1997.

[Le Maitre, 1970] **:** F. Le Maitre, "Etude des transformations en refroidissment continu de l'alliage de titane T-A6V", *Revue de Métallurgie* vol.67, p.563, 1970.

[Lecomte, 2000] **:** J.-S. Lecomte, "Etude de la plasticité de l'alliage TA6V entre 25°C et 800°C", Thèse de doctorat, Université de Metz, Metz, 2000.

[Lee, 2004] **:** E. Lee, "Microstructure evolution and microstructure / mechanical properties relationships in alpha + beta titanium alloys ", Thèse de doctorat, Ohio State University, 2004.

[Lee, 1990] **:** Y.T. Lee and G. Welsch, "Young's modulus and damping of Ti-6Al-4V alloy as a function of heat treatment and oxygen concentration", *Materials Science and Engineering: A*, vol.128, p.77, 1990.

[Levine, 1966] **:** E.D. Levine, "Deformation mechanisms in titanium at low temperatures", *Transactions of the Metallurgical Society of Aime*, vol.236, p.1558, 1966.

[Li, 2011] **:** X. Li, T. Sugui, B. Xianyu and C. Liqing, "Creep properties and effect factors of hot continuous rolled Ti–6Al–4V alloy", *Materials Science and Engineering: A*, vol.529, p.452, 2011.

[Libanati, 1963] **:** C.M. Libanati and S.F. Dyment, "Autodifusion de titanio alfa", *Acta Metallurgica*, vol.11, p.1263, 1963.

[Liu, 1988] **:** Z. Liu and G. Welsch, "Effects of oxygen and heat treament on the mechanical properties of alha and beta titanium alloys", *Metallurgical Transactions A*, vol.19A, p.527, 1988.

[Lütjering, 2010] **:** G. Lütjering and J.C. Williams, "Titanium", Springer, *Engineering materials and processes*, 2010.

[Malakondaiah, 1982] **:** G. Malakondaiah, N. Prasad and P. Rama Rao, "On the evaluation of activation energy for viscous creep through temperature change tests", *Scripta Metallurgica*, vol.16, p.421, 1982.

[Malakondaiah, 1981] **:** G. Malakondaiah and P. Rama Rao, "Creep of Alpha-Titanium at low stresses", *Acta Metallurgica*, vol.29, p.1263, 1981.

[McQuillan, 1963] **:** M.K. McQuillan, "Phase transformation in titanium and its alloys", *Metalurgical reviews*, vol.8, p.41, 1963.

[Mignot, 2003] **:** F. Mignot, "Contributions de l'hydrogène interne et du fluage à froid à l'anomalie de fissuration sous chargement cyclique du Ti6246 à fort Kmax", Thèse de doctorat, Mines ParisTech, Paris, 2003.

[Miller, 1987] **:** W.H. Miller, R.T. Chen and E.A. Starke, "Microstrucutre, creep, and tensile deformation in Ti-6Al-2Nb-1Ta-0.8Mo", *Metallurgical Transactions A*, vol.18A, p.1451, 1987.

[Molchanova, 1965] **:** E.K. Molchanova, "Phase diagrams of Titanium Alloys", *Israel Program for Scientific Translation*, Jerusalem, 1965.

[Molénat, 1997] **:** G. Molénat, A. Couret and D. Caillard, "Peierls friction stresses and dynamic strain ageing in TiAl and Fe-30at.% Al alloys", *Materials Science and Engineering: A*, vol.234, p.660, 1997.

[Moon, 2009] **:** J.H. Moon, S. Karthikeyan, B.M. Morrow, S.P. Fox and M.J. Mills, "High-temperature creep behaviour and microstructure analysis of binary Ti-6Al alloys with trace amounts of Ni", *Materials Science and Engineering*, vol.A, p.35, 2009.

[Nabarro, 1947] **:** F.R.N. Nabarro, "Dislocations in a simple cubic lattice", *Proceedings of the Physical Society of London*, vol.59, p.256, 1947.

[Nabarro, 1995] **:** F.R.N. Nabarro and H.L. De Villiers, "The Physics of Creep: Creep and Creep-Resistant Alloys", CRC Press, 1995.

[Naka, 1978] **:** S. Naka, "Étude de la recristallisation primaire de tôles minces de titane laminées par analyse tridimensionnelle des textures et par recuits in-situ dans le microscope électronique à très haute tension (1 MV)", Thèse de doctorat, Université Paris XI, Orsay, 1978.

[Naka, 1991] **:** S. Naka, L.P. Kubin and C. Perrier, "The plasticity of Titanium at low and medium temperatures", *Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties*, vol.63, p.1035, 1991.

[Naka, 1982] **:** S. Naka and A. Lasalmonie, "Prismatic slip in the plastic-deformation of alpha-Ti single crystals below 700K", *Materials Science and Engineering*, vol.56, p.19, 1982.

[Naka, 1988] **:** S. Naka, A. Lasalmonie, P. Costa and L.P. Kubin, "The low-temperature plastic-deformation of alpha-Titanium and the core structure of a-type screw dislocations", *Philosophical Magazine A*, vol.57, p.717, 1988.

[Neeraj, 2000] **:** T. Neeraj, D.-H. Hou, G.S. Daehn and M.J. Mills, "Phenomenological and microstructural analysis of room temperature creep in titanium alloys", *Acta Materialia*, vol.48, p.1225, 2000.

[Neeraj, 2001] **:** T. Neeraj and M.J. Mills, "Short-range order (SRO) and its effect on the primary creep behavior of a Ti-6wt.%Al alloy", *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, vol.319, p.415, 2001.

[Odegard, 1974] **:** B.C. Odegard and A.W. Thompson, "Low temperature creep of Ti-6Al-4V", *Metallurgical Transactions A*, vol.5, p.1207, 1974.

[Papazoglou, 1968] **:** T.P. Papazoglou and M.T. Hepworth, "Diffusion of hydrogen in titanium", *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, vol.242, p.682, 1968.

[Paton, 1970] **:** N.E. Paton and W.A. Backofen, "Plastic deformation of titanium at elevated temperatures", *Metallurgical Transactions*, vol.1, p.2839, 1970.

[Paton, 1971] **:** N.E. Paton, B.S. Hickman and D.H. Leslie, "Behavior of hydrogen in alpha-phase Ti-Al alloys", *Metallurgical Transactions*, vol.2, p.2791, 1971.

[Peierls, 1940] **:** R. Peierls, "The size of a dislocation", *Proceedings of the Physical Society*, vol.52, p.34, 1940.

[Pelissie, 1996] **:** C. Pelissie, L. Guetaz, X. Baillin and F. Moret, "Deformation modes of Ti-6Al-4V at cryogenic temperatures", *Revue De Metallurgie-Cahiers D Informations Techniques*, vol.93, p.1509, 1996.

[Perroud, 2012] **:** O. Perroud, "Quantification de la phase β par diffraction des rayons X (DRX) des échantillons T1 et T41", *Rapport DRX*, LEM3, Metz, p.1, 2012.

[Poupeau, 1999] **:** P. Poupeau, "Diagrammes d'équilibre d'alliages binaires", *Techniques de l'ingénieur Métaux et alliages, matériaux magnétiques et multimatériaux*, ref. article : m70p1, 1999.

[Prioul, 1995] **:** C. Prioul, "Le vieillissement dynamique dans les alliages de Zirconium conséquences sur les propriétés mécaniques", *Journées d'édutes "Propriétés-Microstructures" ZIRCONIUM 95*, 1995.

[Pujol, 1994] **:** C. Pujol, "Etude des mécanismes de déformation en traction et en fluage du Zr alpha entre 20°C et 300°C", Thèse de doctorat, Mines ParisTech, Paris, 1994.

[Quast, 2007] **:** J.P. Quast and C.J. Boehlert, "Comparaison of the Microstructure, Tensile, and Creep Behavior for Ti-24Al-17Nb-0.66Mo (Atomic Percent) and Ti-24Al-17Nb-2.3Mo (Atomic Percent) Alloys", *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol.A, p.529, 2007.

[Reis, 2005] **:** D.A.P. Reis, C.R.M. Silva, M.C.A. Nono, M.J.R. Barboza, F.P. Neto and E.A.C. Perez, "Effect of environment on the creep behavior of Ti-6Al-4V alloy", *Materials Science and Engineering A*, vol.399, p.276, 2005.

[Roe, 1960] **:** W.P. Roe, H.R. Palmer and W.R. Opie, *Transactions of ASM*, vol.52, p.191, 1960.

[Rosen, 1976] **:** A. Rosen and A. Rottem, "The effect of high temperature exposure on the creep ressitance of Ti-6Al-4V alloy", *Materials Science and Engineering*, vol.22, p.23, 1976.

[Rosenberg, 1970] **:** W.H. Rosenberg, "The Science, Technology and Application of Titanium", Pergamon Press, Oxford, UK, p.851, 1970.

[Sakai, 1974a] **:** T. Sakai and M.E. Fine, "Failure of Schmid's law in Ti-Al alloys for prismatic slip", *Scripta Metallurgica*, vol.8, p.541, 1974a.

[Sakai, 1974b] **:** T. Sakai and M.E. Fine, "Plastic-deformation of Ti-Al single-crystals in prismatic slip", *Acta Metallurgica*, vol.22, p.1359, 1974b.

[Sastry, 1972] **:** D.H. Sastry and K.I. Vasu, "Dislocation dynamics in alpha Titanium", *Acta Metallurgica*, vol.20, p.399, 1972.

[Savage, 2004] **:** M.F. Savage, J. Tatalovich and M.J. Mills, "Anisotropy in the room-temperature deformation of alpha-beta colonies in titanium alloys: role of the alpha-beta interface", *Philosophical Magazine*, vol.84, p.1127, 2004.

[Semiatin, 2001] **:** S.L. Semiatin and T.R. Bieler, "The effect of alpha platelet thickness on plastic flow during hot working of TI–6Al–4V with a transformed microstructure", *Acta Materialia*, vol.49, p.3565, 2001.

[Singh, 1993] **:** A.K. Singh, C. Ramachandra, M. Tavafoghi and V. Singh, "Structure of martensite in Titanium-alloy Ti-6Al-1.6Zr-3.3Mo-0.3Si", *Journal of Materials Science Letters*, vol.12, p.697, 1993.

[Snowden, 1970] **:** K.U. Snowden, "The effect of temperature on the logarithmic creep of zircaloy-2", *Journal of Nuclear Materials*, vol.36, p.347, 1970.

[Stanford, 2004] **:** N. Stanford and P.S. Bate, "Crystallographic variant selection in Ti-6Al-4V", *Acta Materialia*, vol.52, p.5215, 2004.

[Strudel, 1979] **:** J.L. Strudel, "Interactions des dislocations avec des impuretés", YMCA, *Ecole d'été d'Yravals*, p.199, 1979.

[Surand, 2013] **:** M. Surand, "Comportement du TA6V au cours d'un essai thermomécanique : expérience et simulation", *Appendice confidentiel industrie de thèse*, Safran - Microturbo, 2013.

[Suri, 1997] **:** S. Suri, T. Neeraj, G.S. Daehn, D.-H. Hou, J.M. Scott, R.W. Hayes and M.J. Mills, "Mechanisms of primary creep in alpha/béta titanium alloys at lower temperatures", *Materials Science and Engineering*, vol.A, p.996, 1997.

[Suri, 1999] **:** S. Suri, G.B. Viswanathan, T. Neeraj, D.H. Hou and M.J. Mills, "Room temperature deformation and mechanisms of slip transmission in oriented single-colony crystals of an α/β titanium alloy", *Acta Materialia*, vol.47, p.1019, 1999.

[Thompson, 1973] **:** A.W. Thompson and B.C. Odegard, "Influence of microstructure on low-temperature creep of Ti-5Al-2.5Sn", *Metallurgical Transactions*, vol.4, p.899, 1973.

[Thorpe, 1978] **:** W.R. Thorpe and I.O. Smith, "Creep properties of Zr-1wt.%Nb alloy", *Journal of Nuclear Materials*, vol.75, p.209, 1978.

[Tricot, 1988] **:** R. Tricot, "Traitements thermomécaniques des alliages de titane pour l'aéronautique - Thermomechanical processing of titanium alloys for the aerospace industry", *Matériaux et Techniques* vol.76, p.47, 1988.

[Trojanova, 1995] **:** Z. Trojanova, A. Dlouhy and P. Lukac, "Plastic-deformation of Zr-Sn polycrystals at intermediate temperatures", *Journal of Materials Science*, vol.30, p.2930, 1995.

[Turbomeca, 2004] **:** Turbomeca, "Les Turbines à Gaz", Turbomeca groupe SNECMA, *Centre d'instruction*, p.11, 2004.

[Uta, 2009] **:** E. Uta, "Etude des hétérogénéités de texture et de microstructure au sein de disques forgés en IMI834 Influence sur les propriétés en fatigue-dwell", Thèse de doctorat, Université de Metz, Metz, 2009.

[Viswanathan, 2002] **:** G.B. Viswanathan, S. Karthikeyan, R.W. Hayes and M.J. Mills, "Creep behaviour of Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo : II. Mechanisms of deformation", *Acta Materialia*, vol.50, p.4965, 2002.

[Wahlbeck, 1965] **:** P.G. Wahlbeck and P.W. Gilles, "Reinvestigation of the phase diagram for the system Titanium-Oxygen", *Journal of the American Ceramic Society*, vol.49, p.180, 1965.

[Warda, 1973] **:** R.D. Warda, V. Fidleris and E. Teghtsoonian, "Dynamic strain aging during creep of alpha-Zr", *Metallurgical Transactions*, vol.4, p.1201, 1973.

[Weissman, 1970] **:** S. Weissman and A. Shrier, "The science, technology and application of titanium", Pergamon Press, New York, 1970.

[Williams, 1958] **:** D.N. Williams, "Report on hydrogen in titanium and titanium alloys", T.M.L. report 100, *Batelle Memorial Institute*, Columbus Ohio, 1958.

[Williams, 1972] **:** J.C. Williams, A.W. Sommer and P.P. Tung, "The influence of Oxygen Concentration on the internal stress and dislocation arrangements in alpha titanium", *Metallurgical transactions*, vol.3, p.2979, 1972.

[Yamaguchi, 1969] **:** S. Yamaguchi, "Interstitial order-disorder transformation in Ti-O solid solution .I. Ordered arrangement of oxygen", *Journal of the Physical Society of Japan*, vol.27, p.155, 1969.

[Yoo, 1981] **:** M.H. Yoo, "Slip, twinning, and fracture in hexagonal close-packed metals", *Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, vol.12, p.409, 1981.

[Zaefferer, 2003] **:** S. Zaefferer, "A study of active deformation systems in titanium alloys: dependence on alloy composition and correlation with deformation texture", *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, vol.344, p.20, 2003.

[Zhu, 1999] **:** J.H. Zhu, P.K. Liaw, J.M. Corum and H.H. McCoy, "High-Temperature Mechanical Behavior of Ti-6Al-4V Alloy and TiC/Ti-6Al-4V Composite", *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol.30A, p.1569, 1999.