



HAL
open science

Forgeage β du Ti17 Propriétés en fatigue

Jérôme Delfosse

► **To cite this version:**

Jérôme Delfosse. Forgeage β du Ti17 Propriétés en fatigue. Mécanique [physics.med-ph]. Ecole Centrale Paris, 2005. Français. NNT: . tel-00090035

HAL Id: tel-00090035

<https://theses.hal.science/tel-00090035>

Submitted on 26 Aug 2006

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

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

ÉCOLE CENTRALE DES ARTS ET MANUFACTURES

« ÉCOLE CENTRALE PARIS »

LABORATOIRE DE MÉCANIQUE

SOLS, STRUCTURES et MATÉRIAUX



UMR 8579

THÈSE

présentée par

Jérôme Delfosse

en vue de l'obtention du grade de

DOCTEUR DE L'ÉCOLE CENTRALE PARIS

Spécialité : Mécanique et Matériaux

**Forgeage β du Ti17
Propriétés en fatigue**

Soutenue le : 21 avril 2005
devant le jury composé de :

| | | |
|-----|-------------------|--------------------|
| M. | Gérard Béranger | Président |
| M. | Frank Montheillet | Rapporteur |
| M. | Francis Wagner | Rapporteur |
| Mme | Colette Rey | Directeur de thèse |
| Mme | Elisabeth Gautier | Examineur |
| M. | Jean-Yves Guédou | Examineur |
| Mme | Nadine Späth | Invitée |
| M. | Michel Clavel | Invité |

2005-11



École Centrale Paris
Grande Voie des Vignes, 92295 Châtenay-Malabry, France

Remerciements

L'étude présentée dans ce manuscrit est le fruit, que j'ai cultivé avec beaucoup d'attention, de la collaboration entre le laboratoire Matériaux et Procédés de Snecma Moteurs, site de Gennevilliers, et le laboratoire de Mécanique des Sols, Structures et Matériaux de l'École Centrale Paris, dans le cadre d'une bourse CIFRE.

Je remercie tout particulièrement Monsieur **Gérard Béranger** pour m'avoir fait l'honneur de présider le jury et pour l'intérêt manifesté le jour de la soutenance. Je tiens aussi à exprimer ma reconnaissance à Messieurs **Frank Montheillet** et **Francis Wagner** qui ont accepté de rapporter en détail sur ce mémoire et dont j'ai apprécié les remarques judicieuses. À **Elisabeth Gautier** et **Jean-Yves Guédou**, j'adresse de chaleureux remerciements pour les discussions et/ou commentaires qu'ont générés nos rencontres. Ma sympathie et ma reconnaissance vont aussi à **Michel Clavel** dont les conseils et les saines lectures qu'il m'a indiquées m'ont beaucoup appris.

Ma base opérationnelle fut le laboratoire MSSMat, mais une partie des travaux présentés n'auraient pu être obtenus (dans le temps imparti) sans le concours des membres de Snecma Moteurs. Je remercie donc les membres du Laboratoire Qualité de Gennevilliers pour les conseils et l'aide qu'ils m'ont donnés pour la préparation métallographique des échantillons, en particulier **Xavier** et **Benoît**. C'est un grand merci que j'adresse à **Nicole Foucard** pour les conseils qu'elle m'a prodigués pour l'observation et l'interprétation des micrographies au MEB, ainsi que pour le dévouement et la gentillesse dont elle a fait preuve à mon égard. C'est aussi avec beaucoup de reconnaissance que je pense à **Annie Pasquet** qui m'a chaleureusement accueilli à Villaroche, avant la disparition du pôle DRX, et expliqué le b.a.-ba et les joies de la diffraction sur le Ti17. Enfin, un petit détour par Vernon, m'a à la fois permis de découvrir un environnement fort plaisant mais aussi d'obtenir des lames minces. Le mérite en revenant à **Valérie Prévoist** qui face aux différents matériaux fournis (toujours du Ti17 mais dans des états plus ou moins stables) a fait preuve d'une ténacité exemplaire même quand le matériel s'est rebellé en s'autodafant. Et pour finir, côté Snecma, je ne peux oublier mon service à Gennevilliers dont les différents membres m'ont toujours apporté leurs compétences et leur soutien. En particulier, **Thierry Decoux** qui a toujours répondu favorablement à mes demandes de travaux avec beaucoup de célérité et de sympathie. J'ai apprécié son aide à la réalisation des plans, son aide aux forgeages sur la 150t et la bonne humeur avec laquelle il m'a toujours accueilli lors de mes arrivées imprévisibles le matin au bureau. Cette thèse a été initiée par **Nadine Späth** qui m'a recruté et encadré officiellement pendant deux ans. Je tiens à mentionner ici le respect que je lui témoigne d'avoir continué, alors même qu'elle n'en était plus chargée, à m'encadrer et m'apporter son aide et soutien dès lors qu'ils étaient nécessaires. Ceci ne minimisant en rien le soutien apporté et la sympathie que j'éprouve pour **Marie Mineur** qui a récupéré le bébé sans rechigner malgré les nombreuses charges lui incombant à l'époque.

« De l'infiniment petit à l'infiniment grand », sans aller jusqu'à ces extrémités le Ti17 et ses échelles caractéristiques m'ont conduit du micron au millimètre. Les mesures de texture à cette dernière échelle n'eurent pas été possibles sans le recours à la diffraction neutronique au Laboratoire Léon Brillouin du CEA-Saclay. À **Marie-Hélène Mathon**, qui m'a sympathiquement accueilli et m'a appris à dépouiller les résultats avec un regard critique, tout simplement merci. À **Philippe Gerber**, avec qui j'ai essayé de percer le mystère de l'évolution de texture lors de la montée en température : nous avons certes perdu la bataille mais tout espoir n'est pas perdu...

Bien évidemment, je ne peux passer sous silence l'attachement très fort qui me lie à mon équipe Matériaux (que **Denis Aubry**, que je remercie de la sympathie qu'il m'a témoignée, me pardonne de parler encore d'équipe...). Tout au long de ma thèse, j'ai pu compter sur l'équipe technique malgré parfois mon débordement d'idées et d'essais parfois non conventionnels (en tout cas chez nous). Une part importante de cette étude a été réalisée avec Léo et je ne peux exprimer que ma plus sincère reconnaissance à **Françoise Garnier** de m'avoir formé à son utilisation. Et aussi, de m'avoir prêté mains fortes à de nombreuses reprises pour la réalisation de micrographies dans des « conditions extrêmes » qui étaient pour moi rédhibitoires à leur obtention. Concernant l'observation des faciès de rupture l'aide du Professeur **Nebdal** fut grandement appréciée. Par ailleurs, je remercie : **Sokona** pour la préparation d'échantillons, **Sylviane** et **Nicolas** pour la réalisation d'essais mécaniques, **Éric** pour tous les plans que je lui ai demandé et surtout merci d'avoir remonté la Wébi. L'assistance au niveau expérimental est essentielle mais pouvoir compter sur le soutien efficace de **Fleur, Isabelle, Nadège, Denis** et **Daniel** pour les « petites choses » annexes d'intendance et de gestion est vraiment agréable. Et leurs aides contribuent tout autant que le soutien technique à créer un environnement agréable et efficace de travail. Cet environnement agréable est de plus renforcé d'un large éventail de compétences scientifiques incarné par l'équipe enseignante constituée de **Philippe Bompard, Claude Prioul, Clotilde Berdin** et **Thierry Hoc** que j'ai sollicité à des degrés divers et qui ont toujours répondu présents.

Que dire à mes compagnons thésards ? A ceux qui m'ont précédé, **Petr, Serge, Olivier, Antoine, Arsène, Seddik**, merci de m'avoir si bien accueilli et **Philippe** très sincèrement merci pour toute l'aide, scientifique et autre, que tu as pu m'apporter. Sachez que si une certaine tristesse apparaît à voir partir ceux avec qui, quasiment, on vit, une joie certaine accompagne la venue des petits jeunes puisqu'à l'arrivée de **Christine, Méjido** et **Benoît** a succédé celle de **Cédric, Laurent, Maximilien, Amjad** et enfin celle de **Cécile, Anne, Jeanne, David**. Je les remercie tous d'une part de la sympathie qu'ils m'ont témoignée et d'autre part pour l'aide non négligeable apportée à l'organisation du pot de thèse. Les participants ont pu apprécier les talents culinaires des nouvelles recrues...

Enfin, je me dois (non pas au sens obligation statutaire) d'exprimer toute ma gratitude à ma directrice de thèse, **Colette Rey**. J'ai trouvé auprès d'elle le soutien tant scientifique qu'amical qui permet de « tenir » face aux aléas d'une thèse. J'ai été libre d'expérimenter et je lui suis reconnaissant de la confiance qu'elle m'a toujours témoignée. Cela a été, et est toujours à ce jour, un réel plaisir de collaborer avec vous.

En conclusion, cette thèse aura été certes l'occasion d'un approfondissement de mes connaissances scientifiques, d'un développement de mon sens critique mais aussi le prétexte à des rencontres industrielles et universitaires riches d'enseignement et humainement passionnantes.

À tous ceux, qui de près ou de loin, ont croisé mon chemin et me l'on rendu encore plus agréable MERCI.

TABLE DES MATIÈRES

| | |
|---|-----------|
| <i>Introduction</i> | 4 |
| <i>Chapitre I : Présentation du sujet</i> | 5 |
| <i>I/ Origine</i> | 7 |
| <i>II/ Problématique</i> | 13 |
| <i>Chapitre II : Caractérisation expérimentale</i> | 15 |
| <i>I/ Matériau d'approvisionnement</i> | 17 |
| 1) Observation des hétérogénéités micro et macrostructurale | 17 |
| 2) Hétérogénéités élastiques | 19 |
| 3) Hétérogénéités de déformation plastique | 20 |
| 4) Texture | 23 |
| <i>II/ Matériau chauffé, trempé (matériau β)</i> | 24 |
| 1) Microstructure | 24 |
| 2) Texture | 25 |
| 3) Essais mécaniques | 26 |
| <i>III/ Matériau chauffé, forgé, trempé</i> | 29 |
| 1) Observations micro/macro | 30 |
| 2) Analyse DRX | 30 |
| 3) Analyse EBSD | 32 |
| 4) Analyse en microscopie en transmission | 33 |
| <i>IV/ Développement particulier : étude des textures par diffraction des neutrons</i> | 34 |
| 1) Intérêt des neutrons | 34 |
| 2) Présentation des échantillons | 34 |
| 3) Résultats | 34 |
| <i>Conclusion partielle</i> | 40 |

Chapitre III : Simulation numérique du forgeage β 41

| | |
|---|-----------|
| I/ Le mésoscope | 43 |
| 1) Présentation générale du modèle | 43 |
| 2) Loi d'écoulement | 44 |
| 3) Loi d'écrouissage | 44 |
| II/ Hypothèses | 46 |
| III/ Simulation 2D | 47 |
| 1) Maillage d'un agrégat cristallin | 47 |
| 2) Conditions aux limites | 48 |
| 3) Résultats..... | 49 |
| 4) Discussion..... | 51 |
| IV/ Simulation 3D | 52 |
| 1) Agrégat 3D Réel | 52 |
| 2) Agrégat 3D Isotrope | 57 |
| Conclusion partielle | 64 |

Chapitre IV : Caractérisation en fatigue du matériau forgé 65

| | |
|--|-----------|
| I/ Éléments de bibliographie | 67 |
| II/ Études expérimentales | 72 |
| 1) Essais conventionnels "Snecma Moteur" | 72 |
| 2) Essais de fatigue en flexion plane..... | 83 |

Chapitre V : Caractérisation du contreforgeage et conséquences en fatigue 97

| | |
|--|------------|
| I/ Contreforgeage numérique | 99 |
| II/ Contreforgeage expérimental | 102 |
| III/ Essais conventionnels "Snecma Moteurs" | 106 |
| 1) Éprouvettes et conditions d'essais..... | 106 |
| 2) Résultats..... | 106 |
| IV/ Essai de fatigue en flexion plane | 112 |
| 1) Résultats macroscopiques | 112 |
| 2) Rôle de l'orientation cristallographique locale..... | 112 |
| Conclusion partielle sur le comportement en fatigue du Ti17 forgé et contre forgé | 122 |

Chapitre VI : Modélisation de l'alliage biphasé et interprétation des sites d'amorçage **123**

I/ Quelques rappels bibliographiques **125**

II/ Le modèle cristallin..... **129**

1) Présentation du modèle129

2) Choix des constantes du modèle129

III/ Application..... **131**

1) Zones modélisées131

2) Hypothèses sur le comportement132

3) Maillage132

4) Conditions aux limites133

IV/ Résultats **134**

1) Résultats de la zone 2.....134

2) Résultats de la zone 7.....137

Conclusion partielle **140**

Conclusion Perspectives **141**

Annexes **144**

A Bibliographie générale 145

B Tentative d'étude de cycles thermiques..... 174

C Photoélasticimétrie 189

D Cristallographie de la maille hexagonale 193

E Préparations métallographiques 195

F Texture par diffraction des rayons X 196

G Texture par diffraction des neutrons 209

H Essais de traction..... 219

I Plans de découpe 221

J Figures de pôles complémentaires du *Chapitre V* 223

K Sites d'amorçage 225

L MEB et EBSD 231

Bibliographie **233**

Introduction

« Peu de matériaux ont autant de potentiel à une dynamique de croissance dans les années 1990, et au-delà, que le titane » John Glenn.

En effet, depuis la fin des années 90, les alliages de titane connaissent une vaste amplification de leurs champs d'applications. Ainsi, on les retrouve dans l'industrie pétrolière (tubes de forage), dans le domaine biomédical en raison de leurs bio-compatibilité et mécano-compatibilité (vis, prothèses, support de couronnes, ...), dans les domaines de la bijouterie, de la lunetterie, du sport et enfin nouvelle voie d'avenir l'automobile (Japon et États-Unis).

Mais si aujourd'hui, les alliages de titane apparaissent de plus en plus pour des applications courantes, il n'en reste pas moins que 80% des compositions ont été conçues pour ses utilisateurs historiques : l'industrie aéronautique et l'industrie aérospatiale. En effet, de par leur faible densité et leurs bonnes propriétés mécaniques pour des températures pouvant atteindre 450°C, les alliages de titane y sont très appréciés.

Cependant, même s'ils sont utilisés depuis les années 50, et que de nombreuses études ont été réalisées afin d'améliorer leurs propriétés grâce aux modifications de composition chimique et de traitements thermomécaniques, certains comportements de ces alliages restent à comprendre. En particulier, la dispersion du nombre de cycles à rupture lors des essais de fatigue oligocyclique, est à l'origine de l'étude qui va suivre. En effet, plusieurs alliages de titane appartenant à des classes différentes et/ou subissant des traitements différents présentent cette dispersion de durée de vie.

Le Ti17 ne fait pas exception. Les disques des compresseurs basses pressions et les premiers étages des compresseurs hautes pressions fabriqués par Snecma Moteurs peuvent présenter un important facteur de dispersion de durée de vie en fatigue. Peu de littérature existe sur cet alliage pour expliquer cette dispersion. Toutefois quelques éléments récents mettent en cause la structure β héritée du forgeage à haute température. C'est pourquoi, avant de nous intéresser au comportement en fatigue de cet alliage, nous allons tenter de comprendre l'étape de forgeage dans le domaine β , via une caractérisation des différents états de la matière lors de ce forgeage. Nous aidant dans cette réflexion d'un modèle polycristallin existant au sein de notre laboratoire.

Chapitre I

Présentation du sujet

Chapitre I

| | |
|--|------------------|
| <i>I/ Origine du sujet.....</i> | <i>7</i> |
| <i>II/ Problématique.....</i> | <i>13</i> |

I/ Origine du sujet

La compréhension et la diminution de la dispersion du nombre de cycles à rupture sont un enjeu majeur pour Snecma Moteurs. Les thèses d'Olivier Gourbesville [GOU00] et de Kristell Le Biavant [LEB00], sont tout particulièrement à l'origine de ce travail de par les résultats qu'elles apportent et les questions qu'elles soulèvent. En effet, ces thèses, ont cherché à comprendre l'origine de la dispersion et ont mis en évidence le rôle de deux structures, l'une à l'échelle millimétrique, l'autre à l'échelle micrométrique.

➤ Quelques informations indispensables

Afin de permettre une lecture aisée de ce rapport, quelques informations indispensables concernant notre matériau sont présentées dans cette section. La bibliographie générale portant sur le titane, ses alliages et leur classement, les microstructures et les phases possibles selon les procédés de mise en forme est fournie en *Annexe A*.

Le Ti17 ou TA5CD4pq (AFNOR) est un alliage à base titane auquel les éléments d'alliages du tableau I.1 sont ajoutés (17% en tout, d'où son nom).

| Élément | Ti | Al | Mo | Cr | Zr | Sn | O |
|---------|----|----|----|----|-----|----|-----|
| % poids | 83 | 5 | 4 | 4 | 1.9 | 2 | 0.1 |

Tableau I.1 : Composition chimique du Ti17

Comme le titane pur, au-dessus d'une température, dite de transus β , le Ti17 est de structure cristallographique cubique centrée à 100%. En revanche, contrairement au titane pur de structure hexagonale (h.c.) à 100% à l'ambiante, le Ti17 est biphasé avec 30% de phase β (c.c.) et 70% de phase α (h.c.). Ce biphasage résulte des éléments d'addition présents et classifie le Ti17 dans les alliages quasi- β .

La transformation entre la phase cubique centrée β et la phase hexagonale α vérifie les relations de Burgers. Ces relations correspondent à la coïncidence d'un plan $\{110\}_\beta$ du réseau cubique avec le plan basal $\{00.2\}_\alpha$ du réseau hexagonale et à la coïncidence d'une direction $\langle 111 \rangle_\beta$ et d'une direction $\langle 11.0 \rangle_\alpha$.

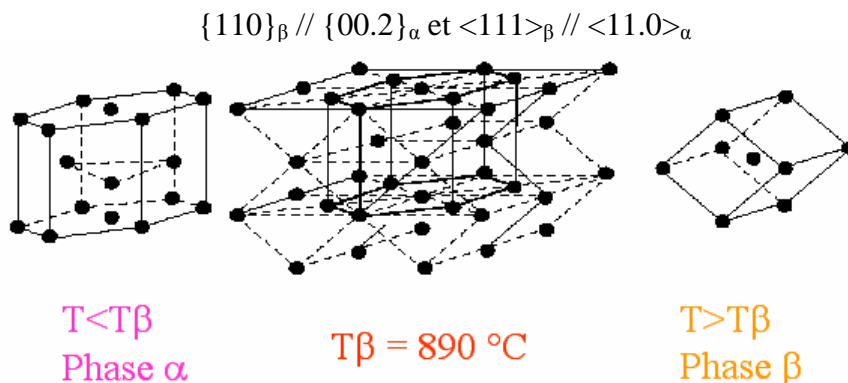


Figure I.1 : Schéma des relations de Burgers

Cette relation d'épitaxie se retrouve aisément par comparaison des figures de pôles (FDP) $\{110\}$ de la phase β et $\{00.2\}$ de la phase α comme illustré figure I.2.

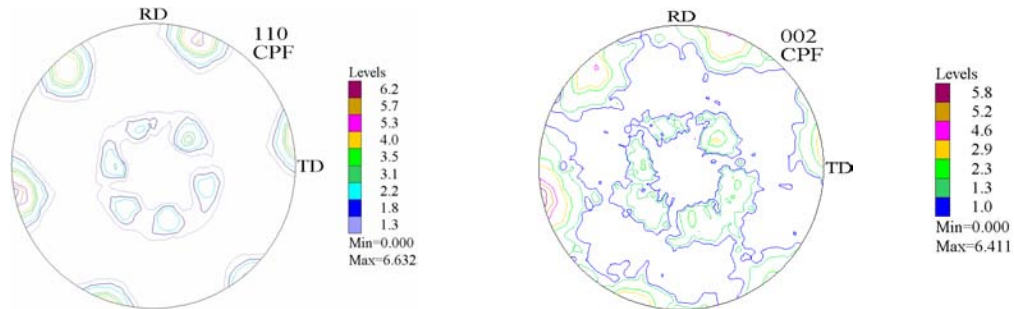


Figure I.2 : Mise en évidence des relations de Burgers par comparaison des FDP $\{110\}$ de la phase β (gauche) et $\{00.2\}$ de la phase α (droite) après forgeage en phase β (résultats obtenus par diffraction neutronique dans le cadre de cette étude)

D'une orientation cristallographique de la structure cubique centrée d'un grain β vont donc pouvoir germer et croître 12 structures hexagonales distinctes dénommées variants (1 maille cubique contient 6 plans $\{110\}$ qui contiennent eux-mêmes 2 directions $\langle 111 \rangle$). Ainsi les axes \bar{c} des aiguilles issues d'un même grain β ne pourront faire entre eux que trois angles différents : 0° , 60° et 90° . Cette relation a été vérifiée pour différents alliages de titane. En particulier, Chaussy [CHA96] dans sa thèse sur l'alliage β cez, a mis en évidence que cette relation était valable pour une transformation à partir d'un grain β déformé mais aussi à partir d'un grain β recristallisé. Dans le cas d'un grain déformé, qui présente souvent une structure formée de sous-grains, la relation se vérifie entre l'orientation de la phase β de ce sous-grain et la phase α présente dans celui-ci.

Cette relation d'épitaxie a des conséquences sur la morphologie de la phase α . Ainsi au cours de sa thèse sur du Ti6.2.4.6, Bourgeois [BOU97], par polissage successif et analyse EBSD (Electron Back Scattered Diffraction) a pu confirmer les résultats de Feageas [FEA94] sur le même alliage concernant l'existence d'un lien entre l'axe longitudinal de l'aiguille et l'axe \bar{c} de la structure hexagonale. Le second axe de croissance n'est pas à négliger puisque dans le cas de cet alliage il a pu être mis en évidence que la morphologie de la phase α pouvait s'apparenter à une plaquette d'épaisseur inférieure au micron, l'axe long voisin de 20-25 μm et une largeur pouvant atteindre 15-20 μm .

Remarque : la phase α sera par la suite qualifiée d'aiguille. Gourbesville [GOU00] assimile la morphologie des phases α_{wi}^P et α_{wi}^S du Ti17 à un "cigare aplati" comme illustré figure I.3. Ainsi, il donne les caractéristiques suivantes :

- la longueur L et l'épaisseur e des aiguilles, varient respectivement entre 2 et 15 μm , et 0,5 et 1 μm .
- la largeur l des aiguilles α_{wi}^P est considérée inférieure à e .

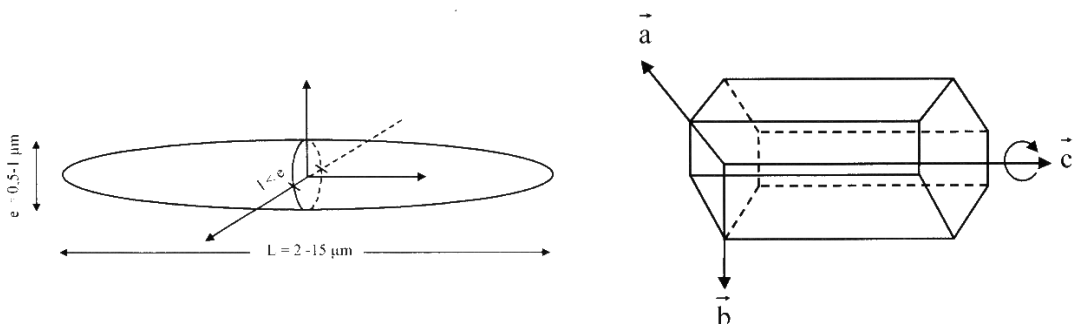


Figure I.3 : Morphologie des aiguilles α_{wi}^P et relation avec la structure hexagonale [GOU00]

La mise en forme à Snecma Moteurs pour l'obtention des pièces en Ti17 est schématisée figure I.4. Le forgeage en phase β est une particularité du Ti17, qu'il partage entre autres avec le β cez, le Ti6.2.4.2 ou le Ti10.2.3. L'objectif du forgeage dans le domaine β , est de produire des grains β déformés ne présentant pas de liseré α continu au joint de grain. On cherche à obtenir une structure partiellement recrystallisée en collier au pourtour, car sans cette recrystallisation, les grains β très allongés après forgeage, ont une ductilité sens travers faible.

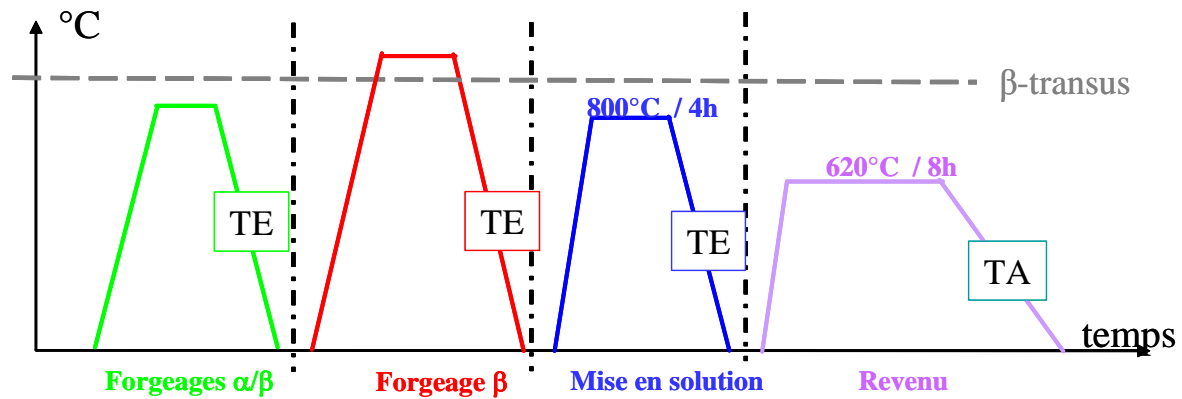


Figure I.4 : Schéma du traitement thermomécanique appliqué aux pièces en Ti17 (les trempes eau ou air, TE ou TA, sont adaptées aux différentes pièces)

Le traitement thermomécanique appliqué conduit, en fin de cycle, aux microstructures types présentées figure I.5.

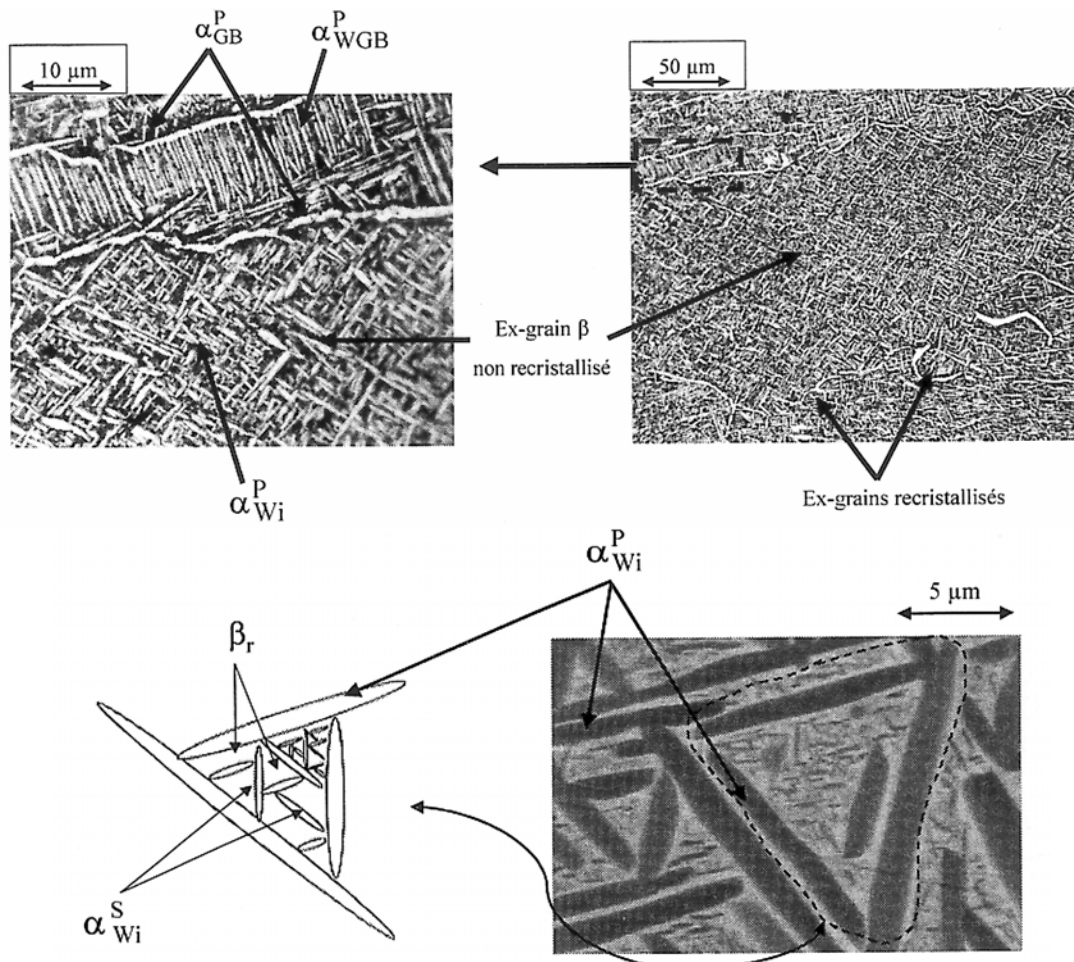


Figure I.5 : Exemples de microstructures dans le Ti17 [GOU00]

La terminologie (non exhaustive) des différentes phases α est la suivante :

- α_{GB}^P : phase alpha primaire qui précipite sous forme de liserés assez épais aux ex-joints de grains β lors du refroidissement à partir du domaine $T > T_{\beta}$. Cette phase vérifie les relations de Burgers avec un des ex-grains β adjacents.
- α_{WGB}^P : phase alpha primaire qui précipite à l'aplomb de la phase α_{GB}^P avec un angle de 90° ou de 120° sous forme de colonies constituées d'aiguilles parallèles entre elles. Dans le TA6V, Le Biavant [LEB00] a montré que les aiguilles d'une même colonie possédaient la même orientation cristallographique et que la colonie correspondait à l'un des douze variants de Burgers. Cette constatation a aussi été faite sur le β cez alliage très proche du Ti17 [CHA96, HER04].
- α_{Wi}^P : phase alpha primaire intragranulaire de Widmanstätten, elle apparaît lors de la trempe après forgeage ou pendant les opérations de traitement thermique. Elle se présente sous la forme d'aiguilles enchevêtrées.
- α_{Wi}^S : phase alpha secondaire intragranulaire de Widmanstätten, elle se forme lors des traitements thermiques, elle résulte de la décomposition de la phase β métastable. Elle se présente sous la forme d'aiguilles très fines.
- α' : phase martensitique de structure intermédiaire entre la phase β et la phase α est de type orthorhombique avec une forte teneur en éléments bêtagènes et donc une composition proche de la phase β . La transformation $\beta \rightarrow \alpha'$ s'effectue par distorsion du réseau cristallin et par cisaillement $\{112\}\langle 111\rangle$.

Concernant la phase cubique centrée, elle sera dans notre étude toujours présentée sous le nom de phase β .

➤ *Les travaux de Gourbesville*

Olivier Gourbesville a porté une attention particulière aux paramètres microstructuraux accessibles par DRX (écrouissage, contraintes internes et texture) et analyse d'images (longueur des aiguilles α_{Wi}^P) et à leurs effets sur les propriétés mécaniques des disques forgés en Ti17 par Snecma Moteurs [GOU00]. L'auteur a dégagé 3 paramètres qui influent fortement sur le nombre de cycles à rupture :

- la longueur des aiguilles α_{Wi}^P : plus elle est importante, plus la durée de vie diminue. En effet, de grandes aiguilles sont favorables à la propagation et à la coalescence des fissures.
- les contraintes internes : l'hétérogénéité des micro-contraintes entre les particules α affaiblit sensiblement la durée de vie des éprouvettes de fatigue.
- l'orientation des aiguilles : plus la fraction des aiguilles dont l'axe longitudinal forme un angle de 60° avec la direction de sollicitation est importante, plus la durée de vie est grande. À noter aussi que les aiguilles orientées à 90° sont quant à elles plutôt néfastes.

Gourbesville a également montré l'influence de la texture de la phase β sur la durée de vie des éprouvettes. Il a ainsi constaté que des hétérogénéités de texture, que ce soit par leur nature ou par leur intensité, existaient entre les différents disques testés, ainsi qu'au sein d'un même disque. Il a mis en évidence qu'une orientation de type $\{110\}\langle 001\rangle$ associée à une fibre partielle $DL//\langle 100\rangle$ semble être favorable à l'augmentation de la durée de vie des éprouvettes. Des exemples de figures de pôles $\{110\}_\beta$ sont donnés figure I.6 avec le nombre de cycles à rupture des éprouvettes associées. Les axes correspondent au schéma ci-dessous représentant le disque après forgeage.

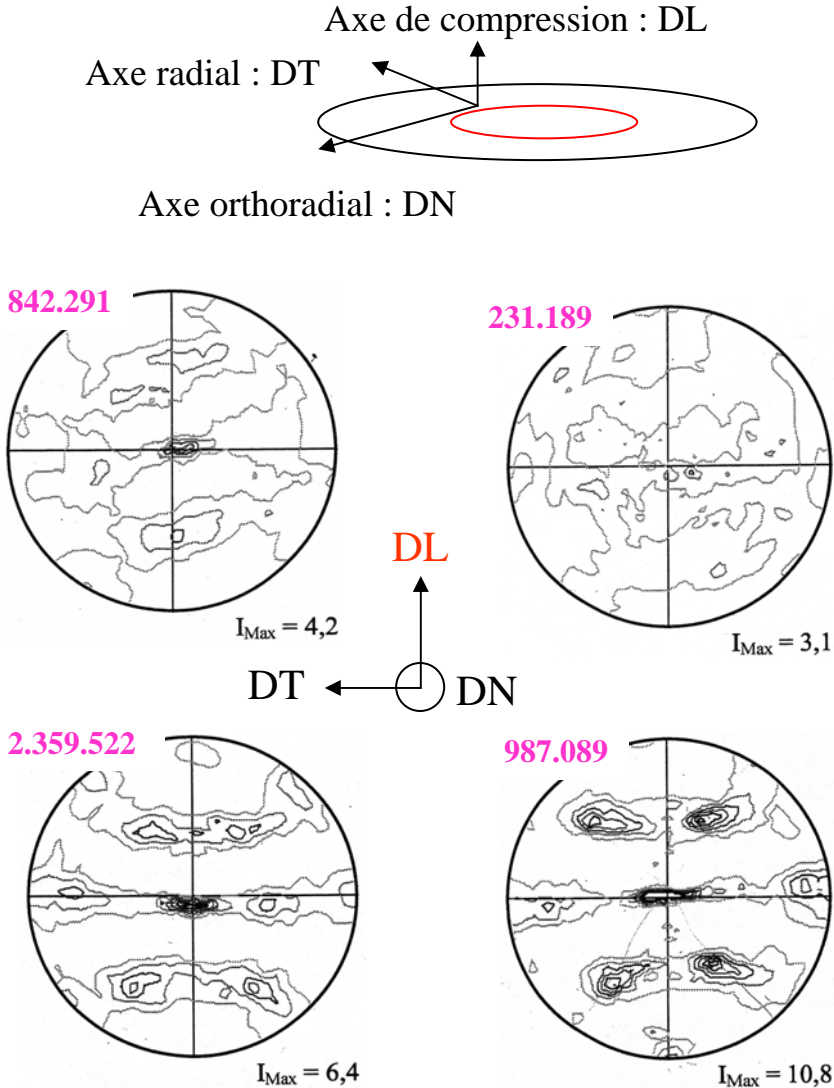


Figure I.6 : Figures de pôles $\{110\}_\beta$ et nombre de cycles à rupture d'éprouvettes issues de différents disques fabriqués en Ti17 [GOU00]

➤ *Les travaux de Le Biavant*

Kristell Le Biavant a étudié l'amorçage de fissures de fatigue dans le TA6V et a mis en évidence le rôle d'une sur-structure de taille millimétrique dénommée macrozone [LEB00]. En effet, les techniques de diffraction des rayons X (DRX) et de mesure locale de l'orientation cristallographique (EBSD) ont révélé l'existence de plages millimétriques dans lesquelles la phase α présente une orientation privilégiée (figure I.7).

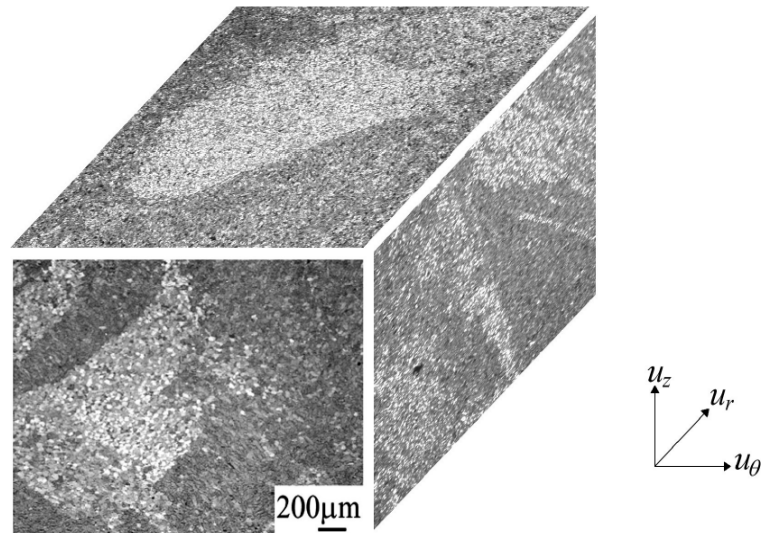


Figure I.7 : Exemple de morphologie des macrozones [LEB00]

Cette sur-structure n'était pas sans incidence sur la réponse mécanique du matériau, ainsi que sur les premiers stades de fissuration en fatigue. Le rôle de ces macrozones dans la dispersion des résultats en fatigue, réside dans la différence de densité d'amorçage des fissures. En effet, Le Biavant n'a pas noté d'influence de ces macrozones sur la phase de propagation. Ainsi selon l'orientation cristallographique des macrozones par rapport à la sollicitation, la densité d'amorçage des fissures est plus ou moins importante, ce qui se traduit par une différence de vitesse de coalescence. L'origine de ces macrozones n'a pas été clairement identifiée mais de fortes présomptions pèsent sur les anciens grains β .

➤ *Synthèse*

Ainsi dans ces deux études, l'ex grain β est mis en cause, sans pour autant avoir été étudié de façon approfondie. En effet, l'étude de la phase β après que le matériau ait subi toute la gamme de fabrication à Snecma Moteurs se révèle être fort complexe. Pour le TA6V la phase β résiduelle s'évalue à 3% et à 30% dans le cas du Ti17. Si dans le cas du Ti17 cela semble plus aisé, il faut se souvenir que la phase β présente après les traitements thermomécaniques est un mélange $\beta + \alpha^{S_{wi}}$ (figure I.5), qui complique l'indexation et donc limite la taille des zones analysées par la technique EBSD.

Les résultats obtenus ont conduit Snecma Moteurs à s'interroger sur le rôle du grain β et sur son évolution au cours des cycles thermomécaniques mis en jeu dans la fabrication des disques de compresseurs. Élaborer des pièces présentant une macrostructure et une microstructure homogènes, sans texture marquée est un objectif commun aux motoristes. La recherche du bon jeu de paramètres de mise en forme lors du forgeage unidirectionnel

(déformation, vitesse de déformation, température) est encore à l'étude afin de générer la combinaison des propriétés mécaniques telle que : bonne limite d'élasticité, performance en fatigue et en fluage. Mais étudier ces paramètres n'est plus le seul objet de recherche. Ainsi les moyens mis en œuvre pour l'obtention des pièces sont eux aussi remis en question. Bewlay et al. [BEW03] se sont intéressés tout particulièrement à un nouveau type de laminoir circulaire (figure I.8) qui permettrait de réaliser des pièces de géométrie complexe avec de très bonnes propriétés mécaniques. Par ce procédé, le chemin de déformation mécanique est adapté en chaque élément de la pièce.

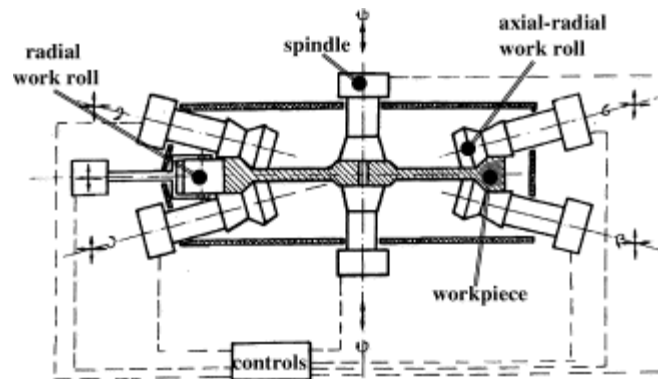


Figure I.8 : Schéma du laminoir SRD800 [BEW03]

II/ Problématique

Le problème posé est complexe, car la dispersion du nombre de cycles à rupture dépend de mécanismes se situant à différentes échelles et tous interdépendants. Ainsi lors du forgeage dans le domaine β les phénomènes suivants doivent être considérés :

- la sélection de variants qui peut induire une texture macroscopique de la phase α , nuisible selon Le Biavant,
- les phénomènes de restauration et/ou recristallisation de la phase β qui vont influencer sur la texture de la phase β mais aussi sur la taille de ces grains et donc sur la longueur des aiguilles α lors du passage $\beta \rightarrow \alpha$,
- le trajet de chargement qui modifie la texture de la phase β .

Notre étude est centrée sur l'évolution du grain β au cours du forgeage au dessus de la température de transus. Comme on l'a vu précédemment, étudier le matériau en fin de mise en forme ne permet pas de caractériser la phase β , c'est donc sur la dernière opération de forgeage que vont porter nos efforts.

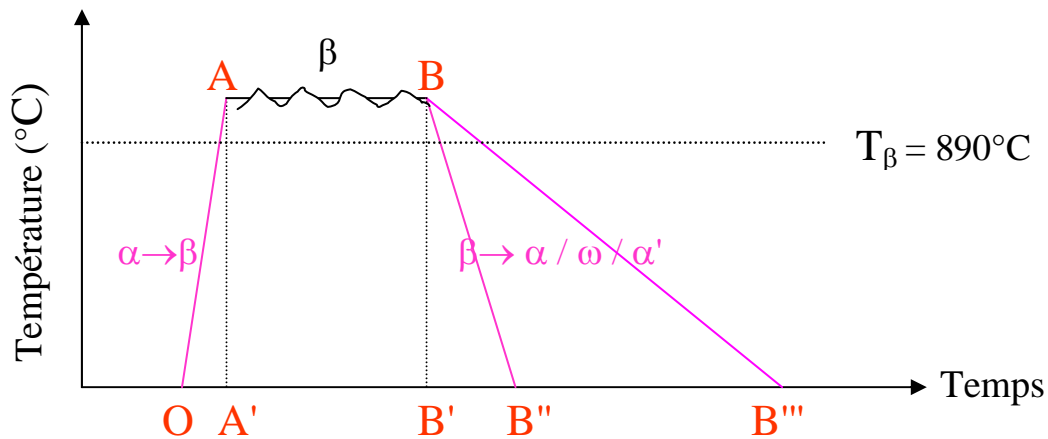


Figure I.9 : Représentation schématique du forgeage β

Notre objectif est de comprendre la formation des zones cristallographiques millimétriques afin de proposer d'éventuelles solutions en vue de leur réduction. Pour cela, il a été nécessaire de décomposer l'opération de forgeage β (figure I.9) comme suit :

- le matériau d'approvisionnement noté O
- la matière ayant subi uniquement un traitement thermique en β suivi d'une trempe notée A'
- la matière ayant subi un traitement thermomécanique dans le domaine β suivi d'une trempe notée B'

Chaque état précédemment cité a fait l'objet d'une caractérisation microstructurale et cristallographique par microscopie électronique à balayage, par EBSD, par diffraction des rayons X et des neutrons. Les résultats de cette caractérisation constituent le *Chapitre II*.

Afin de dégager des phénomènes non accessibles expérimentalement, un modèle polycristallin a été utilisé sur un agrégat 2D puis 3D, afin de simuler l'évolution cristallographique des grains β au cours de l'étape de déformation dans le domaine β . Le modèle, les hypothèses et les résultats sont présentés *Chapitre III*.

Les conséquences de l'orientation cristalline des grains β après forgeage et traitement thermique, sur les mécanismes d'endommagement lors d'une sollicitation en fatigue, sont étudiées au cours du *Chapitre IV*.

Les résultats précédents, associés à de nouvelles simulations, nous ont conduit à proposer, dans le *Chapitre V*, l'étude des conséquences, sur la tenue en fatigue, d'une modification des trajets de chargement.

Pour conclure ces différents travaux, une première tentative de modélisation de la plasticité cristalline de notre alliage biphasé, basée sur des microstructures issues des travaux entrepris dans le *Chapitre V*, est présentée dans le *Chapitre VI*.

Remarque : si notre travail porte sur le forgeage et ses conséquences en fatigue, il est impossible de ne pas réfléchir sur l'impact du matériau d'approvisionnement et les mécanismes mis en jeu lors de la montée en température. Ce dernier problème a été étudié avec soin dans la littérature. Une étude rapide a été menée, mais sans résultat notable, elle est reportée en *Annexe B*, ainsi que la bibliographie associée.

Chapitre II

Caractérisation expérimentale

Chapitre II

| | |
|---|-----------|
| <i>I/ Matériau d'approvisionnement</i> | 17 |
| 1) Observation des hétérogénéités micro et macrostructurale..... | 17 |
| 2) Hétérogénéités élastiques..... | 19 |
| 3) Hétérogénéités de déformation plastique..... | 20 |
| a. Essais de traction | 20 |
| b. Essai de flexion pure | 23 |
| 4) Texture | 23 |
| <i>II/ Matériau chauffé, trempé (matériau β)</i> | 24 |
| 1) Microstructure | 24 |
| 2) Texture | 25 |
| 3) Essais mécaniques | 26 |
| a. Essais de traction à l'ambiante | 26 |
| b. Essais de compression à $T > T_\beta$ | 27 |
| c. Essais instrumentés à $T > T_\beta$ | 28 |
| <i>III/ Matériau chauffé, forgé, trempé</i> | 29 |
| 1) Observations micro/macro | 30 |
| 2) Analyse DRX | 30 |
| 3) Analyse EBSD..... | 32 |
| 4) Analyse en microscopie en transmission..... | 33 |
| <i>IV/ Développement particulier : étude des textures par diffraction des neutrons</i> | 34 |
| 1) Intérêt des neutrons | 34 |
| 2) Présentation des échantillons | 34 |
| 3) Résultats..... | 34 |
| <i>Conclusion partielle</i> | 40 |

Introduction

Afin de mieux comprendre les mécanismes de déformation se produisant lors du forgeage et l'origine des macrozones, nous avons suivi l'évolution microstructurale et cristallographique se produisant entre le matériau d'origine et le matériau ayant subi un forgeage dans le domaine β .

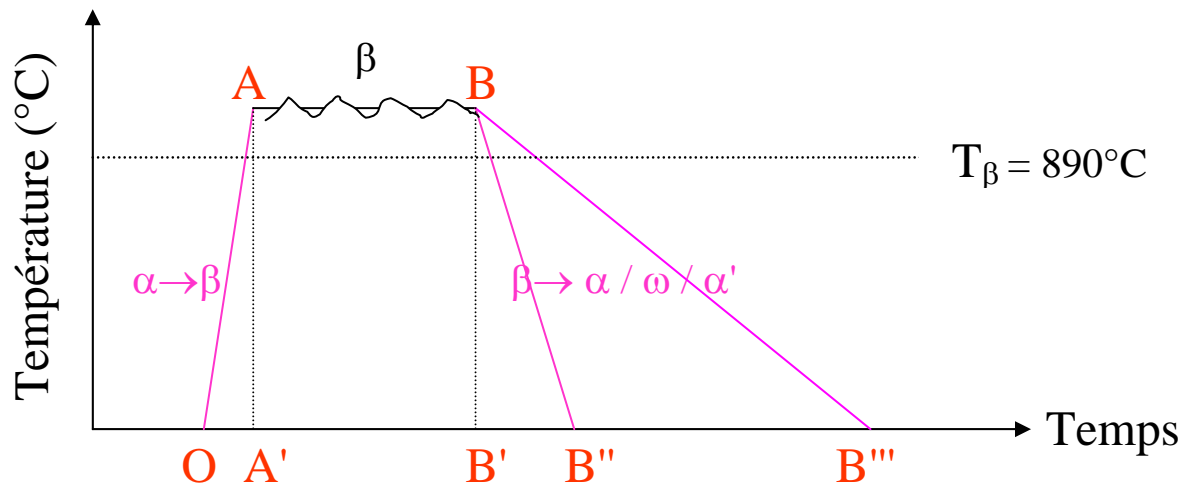


Figure II.1 : Schéma du cycle thermomécanique montrant les différents états de la matière étudiés

- Nous nous sommes, en premier lieu, intéressés au matériau d'approvisionnement, du point de vue des textures morphologique et cristallographique et du comportement mécanique.
- Afin de bien définir la microstructure avant la déformation par forgeage, nous nous sommes interrogés sur la matière chauffée. Cette matière est obtenue à partir du matériau d'approvisionnement par une mise au four à $T > T_\beta$ suivie d'une trempe à l'eau (le temps de maintien en température est adapté à la taille de l'échantillon).
- Enfin, les conséquences du forgeage sur le Ti17 ont été étudiées. Afin de caractériser la phase β , et donc de limiter l'apparition de la phase hexagonale, le matériau a été trempé à l'eau après forgeage. Les dimensions des pièces forgées conditionnent l'obtention d'un matériau uniquement β ou présentant les phases α , α' ou ω .

I/ Matériau d'approvisionnement

1) Observation des hétérogénéités micro et macrostructurale

La macrostructure, figure II.2, révélée par une attaque '15/15' (cf. *Annexe E*), met en évidence des zones millimétriques. Ces dimensions sont proches de celles obtenues par Le Biavant [LEB00] sur l'alliage TA6V ayant subi toute la gamme de forgeage.

Remarque : il faut cependant rester prudent sur l'interprétation de la photo II.2 qui a été réalisée en lumière rasante. En effet, une modification d'éclairage modifie les contrastes résultants et donc la taille des zones.

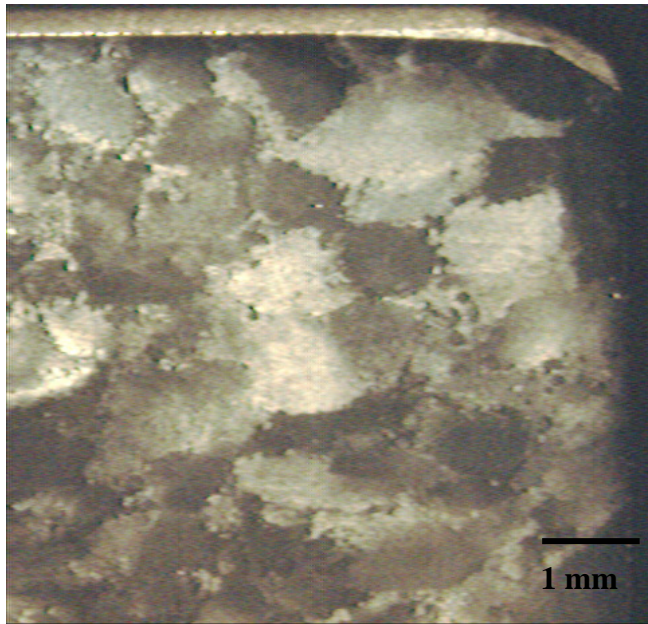


Figure II.2 : Contrastes millimétriques dans le matériau d'approvisionnement

La microstructure se présente sous forme de nodules α dans une matrice β , comme on peut le voir sur la figure II.3b. On observe des nodules de 2 à 5 μm avec localement des lamelles de α avoisinant les 30 μm . Un exemple de phase α_{GB} , surlignant les joints de grains β est indiqué sur la figure II.3a.

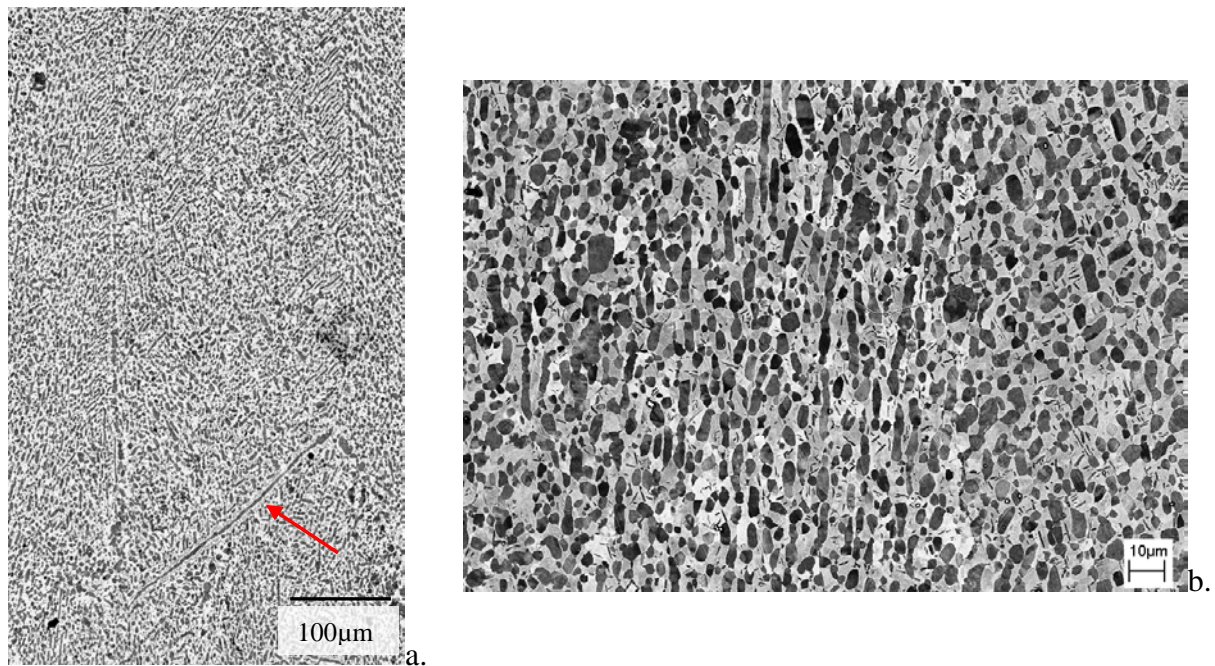


Figure II.3 : Hétérogénéités de la microstructure

2) Hétérogénéités élastiques

Afin de mettre en évidence d'éventuelles hétérogénéités locales de comportement mécanique dans le domaine élastique, un essai de photoélasticimétrie a été réalisé sur une éprouvette plate à Snecma Moteurs. Cette technique permet de visualiser les isocontraintes de Tresca du film ($\sigma_{II}-\sigma_I$) (figure II.4). Le film élastique isotrope déposé est solidaire de l'éprouvette et permet de visualiser la différence $\varepsilon_{II}-\varepsilon_I$ de l'éprouvette (figure II.5).

Remarque : une description plus détaillée de cette technique se trouve en *Annexe C*.

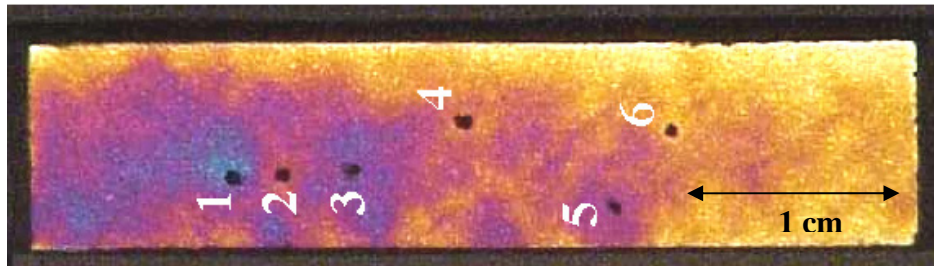


Figure II.4 : Analyse par photoélasticité des hétérogénéités d'une éprouvette en traction

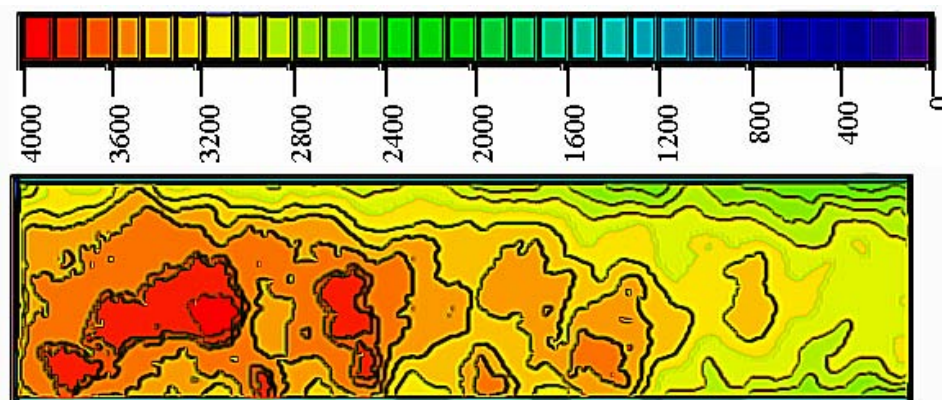


Figure II.5 : Cartographie des allongements relatifs $(\varepsilon_I - \varepsilon_{II}) \cdot 10^6$ obtenue par photoélasticimétrie digitalisée

L'essai de traction a permis de mettre en évidence des hétérogénéités millimétriques dans le domaine élastique. Les différences entre les extrémités de l'éprouvette (points 1 et 6) sont à mettre sur le compte d'un alignement imparfait lors de l'essai. En revanche, la comparaison des points 1, 2, et 3 est possible. Et on observe que le point 2 diffère de son voisinage. Le matériau d'origine présente donc une forte hétérogénéité de contrainte dans le domaine élastique. Des mesures de déformations axiales locales ont été effectuées en 6 points pour différentes valeurs de la contrainte appliquée, les résultats sont donnés en *Annexe C*.

On constate que les hétérogénéités de déformation entre les différentes zones testées peuvent atteindre près de 17 % dans le cas des points 1 et 2. Par conséquent, sous une même sollicitation, certaines zones peuvent être encore dans le domaine élastique alors que certaines plastifient.

Ces résultats sont à rapprocher de ceux de Le Biavant [LEB00] qui dans le TA6V a émis l'hypothèse qu'en fond d'entaille, ce type d'hétérogénéité pouvait être à l'origine des différences des durées de vie observées en fatigue.

3) Hétérogénéités de déformation plastique

Afin de révéler les entités cristallines de la matière d'approvisionnement dans le domaine plastique des essais de traction et de flexion pure ont été réalisés.

a. Essais de traction

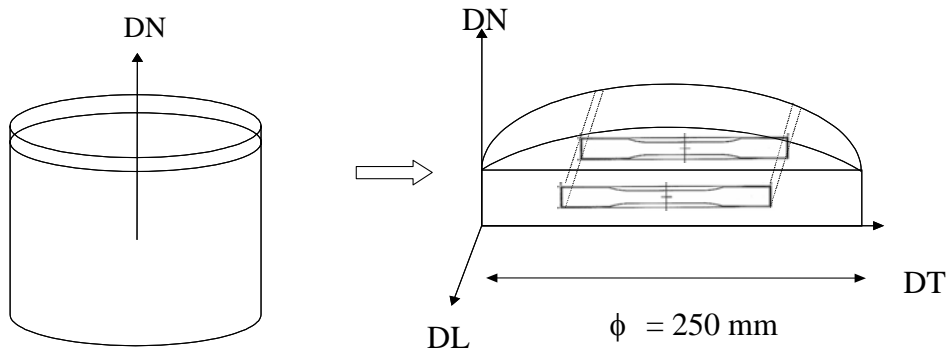


Figure II.6 : Schéma de prélèvement des éprouvettes

Deux sens de prélèvement dans la billette d'approvisionnement ont été sélectionnés. L'axe de sollicitation est, dans les deux cas, orthogonal à l'axe long de la billette (DN). Mais la surface observée correspond à une surface de normale parallèle à l'axe DN ou à l'axe DL (cas illustré figure II.6).

- Observation de la surface de normale DN

Sur la figure II.7, on observe une forte hétérogénéité de déformation après 6% de déformation plastique (éprouvette A1). En agrandissant la zone déformée, on constate de nouveau des zones millimétriques. Le relief lié à la déformation plastique révèle la présence de "grains".

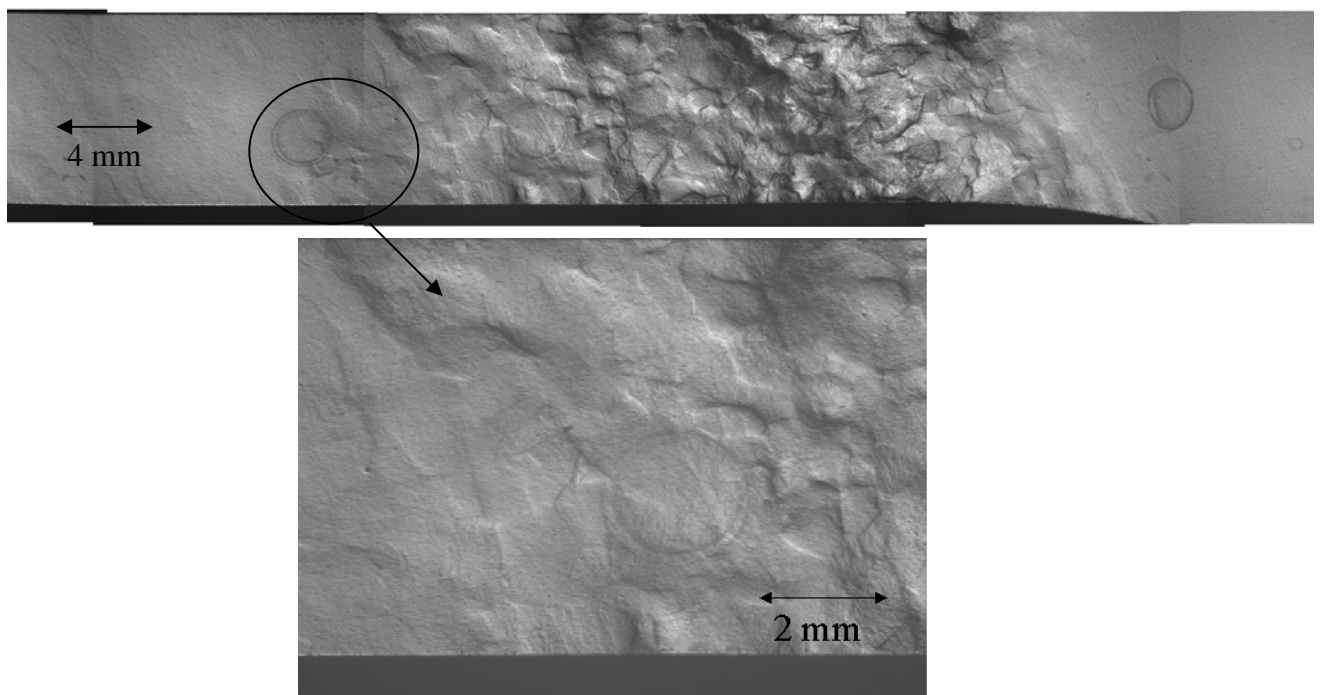


Figure II.7 : Hétérogénéités de déformation plastique (microscopie optique)

Cette éprouvette a ensuite été observée au MEB (figure II.8).

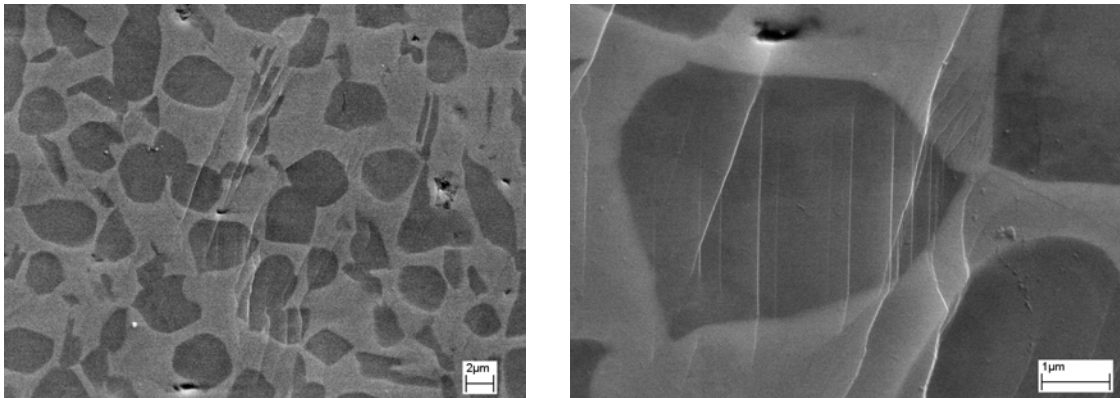


Figure II.8 : Observations de lignes de glissement

Les résultats montrent que les lignes de glissement sont peu sensibles au changement de phase puisque celles-ci traversent aussi bien la phase α que la phase β . Cela s'explique par la correspondance des plans cristallographiques entre les deux phases (règles de Burgers).

➤ Observation de la surface de normale DL

Après repérage et analyse EBSD, une déformation plastique de 1% a été appliquée à l'éprouvette. Cette déformation plastique a révélé la structure en « grain de riz », présentant une taille de grains morphologique de 3 mm en moyenne comme on peut le constater sur les images figure II.9 (résultats extraits des études en température présentées en *Annexe B*).

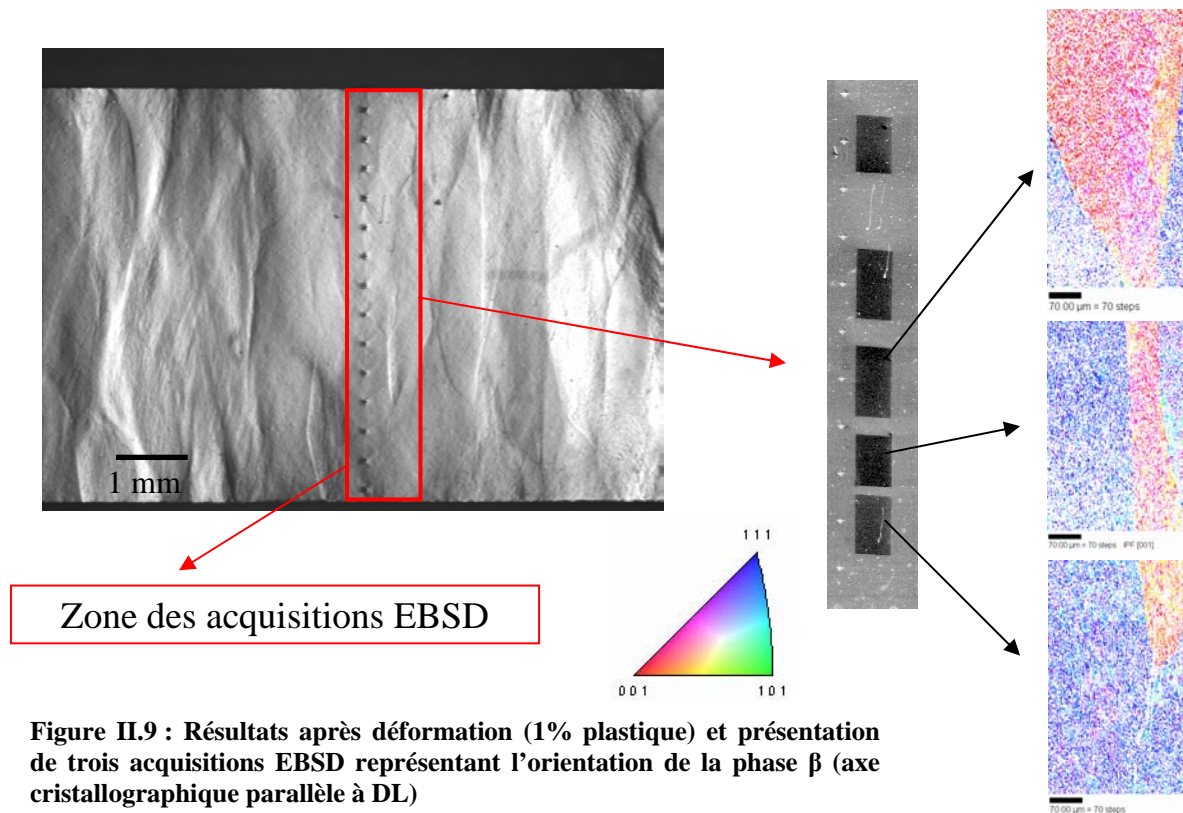
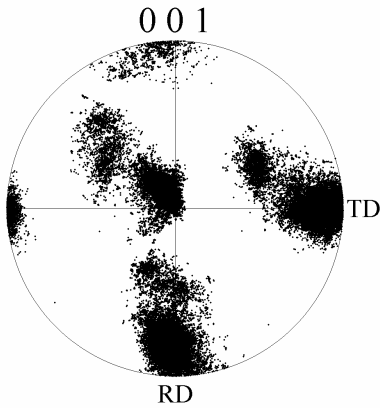


Figure II.9 : Résultats après déformation (1% plastique) et présentation de trois acquisitions EBSD représentant l'orientation de la phase β (axe cristallographique parallèle à DL)

Ces hétérogénéités macroscopiques sont à relier aux grains β . En effet, plusieurs analyses EBSD ont été conduites sur la largeur de l'éprouvette comme indiqué figure II.9. Ces analyses ont permis de déterminer que le relief apparent coïncidait avec les grains β qui atteignent donc des tailles millimétriques.



Toutefois, on peut noter que les grains mis en évidence par la déformation ne constituent pas des "monocristaux" du point de vue de l'orientation cristalline. En effet, on observe une variation de la cristallographie au sein des deux grains présents sur la 1^{ère} carte EBSD présentée figure II.9. Cette variation se retrouve sur la figure de pôles associée (figure II.10) où une forte dispersion des pôles s'observe pour les deux orientations cristallines.

Figure II.10 : Figure de pôles $\{100\}_\beta$ associée à la 1^{ère} carte EBSD de la figure II.9

Si au niveau macroscopique, on observe des hétérogénéités importantes, il en est de même au niveau microscopique. Ainsi sur la photo II.11, prise au MEB, on observe d'un côté une zone intensément déformée avec du glissement parallèle et traversant sans grande modification les phases α et β et de l'autre, une zone où plusieurs glissements existent mais de façon peu prononcée. La frontière entre les deux zones de déformation se révèle être un joint de grains séparant deux orientations cristallographiques (données EBSD). A noter donc que l'interface des grains β ne présente pas obligatoirement une phase α_{GB} continue.

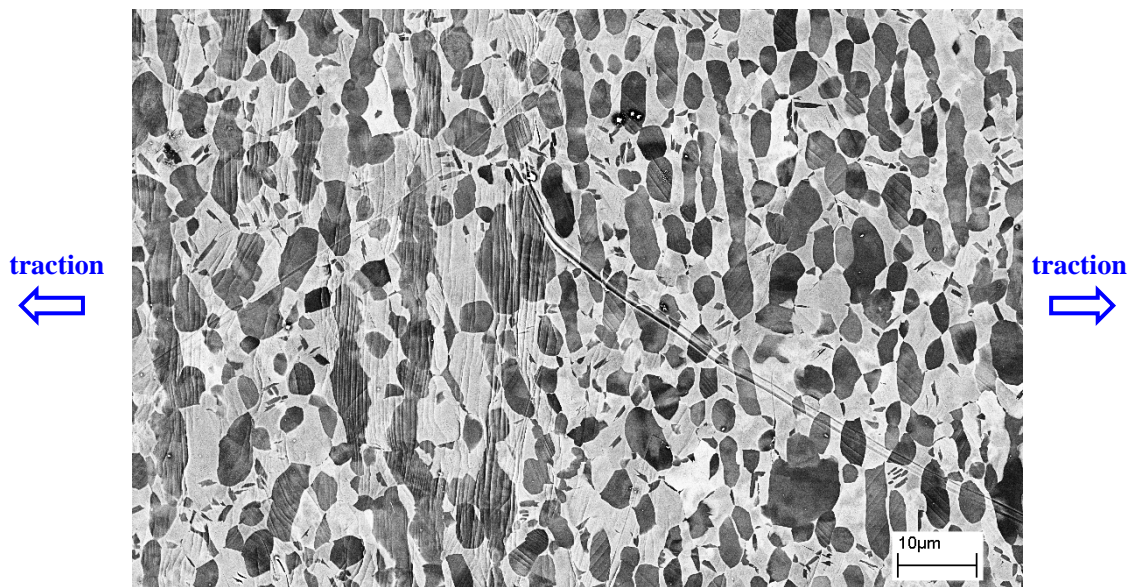


Figure II.11 : Illustration de la différence de comportement mécanique

b. Essai de flexion pure

Cet essai a été réalisé sur une machine de marque Schenck « PWON 326 », en vue d'observer le comportement en fatigue. L'éprouvette a été cyclée entre +/- 600 MPa jusqu'à rupture.

L'interface entre phases ne semble pas constituer un obstacle à la traversée des fissures et du glissement (figure II.12). Les résultats obtenus sur le matériau d'approvisionnement, sont en accord avec ceux de Le Biavant [LEB00] sur l'alliage TA6V forgé.

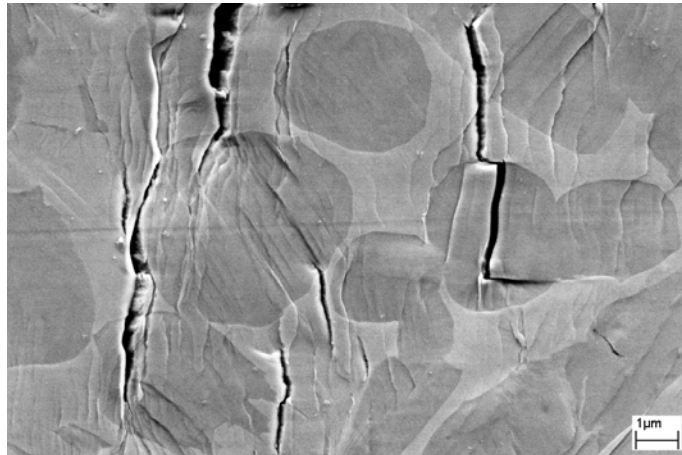


Figure II.12 : Fissures observées au MEB dans le matériau d'approvisionnement

4) Texture

La taille des grains β se révèle être trop importante vis-à-vis des dimensions des zones analysées par EBSD. Cette technique est donc inadéquate à la caractérisation de la texture de cette phase. Par conséquent, la texture de la billette d'approvisionnement a été déterminée par analyse DRX.

Les principales composantes de la texture sont données suivant l'axe long de la billette dans le tableau II.1. Les figures de pôles sont reportées en *Annexe F*.

| DRX | |
|----------------|------------------|
| Phase α | {00.2} et {10.1} |
| Phase β | {110} et {111} |

Tableau II.1 : Composantes de texture parallèles à l'axe long de la billette

La présence d'une légère texture est cohérente avec la mise en forme par martelage. À noter qu'il est difficile de parler de texture pour la phase β étant donné la taille des grains par rapport à la plage analysée en DRX.

La matière d'approvisionnement présente donc une légère texture cristallographique et une forte texture morphologique. Une déformation dans le domaine élastique puis plastique révèle des hétérogénéités de déformation, de tailles millimétriques, liées aux ex-grains β .

II/ Matériau chauffé, trempé (matériau β)

1) Microstructure

L'observation de la microstructure (figure II.13) met en évidence la présence de grains β de différentes tailles. En moyenne, ceux-ci avoisinent les 300 μm mais peuvent atteindre le millimètre.

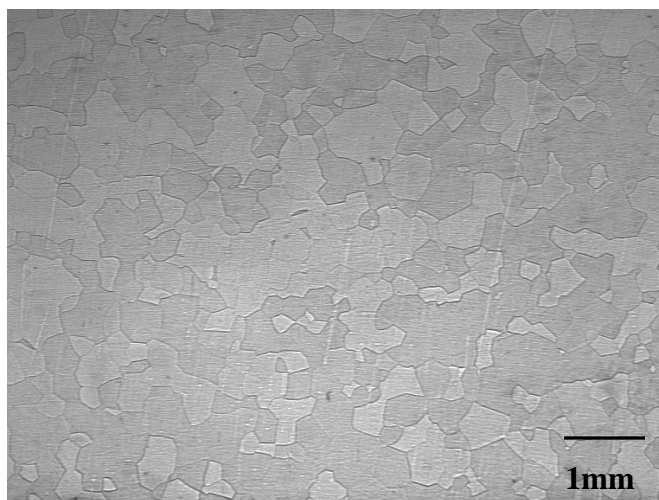
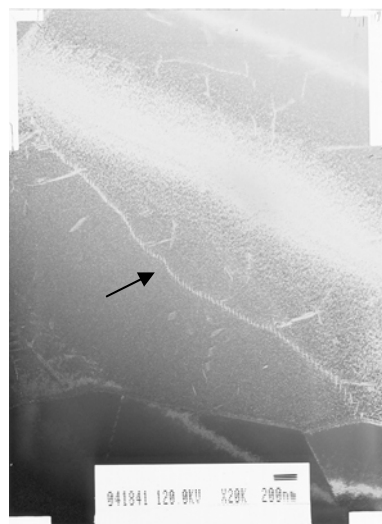


Figure II.13 : Microstructure du matériau chauffé (microscopie optique)

Des lames minces ont été préparées dans ce matériau afin de constater la présence éventuelle d'une structure particulière de dislocations et d'estimer la densité de dislocations. La préparation de ces lames, issues du matériau uniquement chauffé et trempé eau, s'est révélée assez difficile. En plus de la préparation par polissage électrolytique (cf. *Annexe E*), les lames ont dû être restaurées par bombardement ionique.



Plusieurs lames ont été observées sur un MET 120 kV par Michel Clavel. Aucune structure de dislocations n'a été observée.

Un exemple de cliché MET est donné figure II.14.

La densité de dislocations a été évaluée à 10^{12} m^{-2} .

Figure II.14 : Exemple de cliché au MET sur l'état chauffé, trempé. Probable précipitation au niveau d'un sous-joint au niveau de la flèche.

2) Texture

➤ L'analyse par DRX n'a pas permis de conclure sur la nature de la texture présente dans cette matière remise en température comme on peut le constater sur les figures de pôles figure II.15. Il semble que la taille des grains empêche une mesure quantitative des orientations cristallographiques.

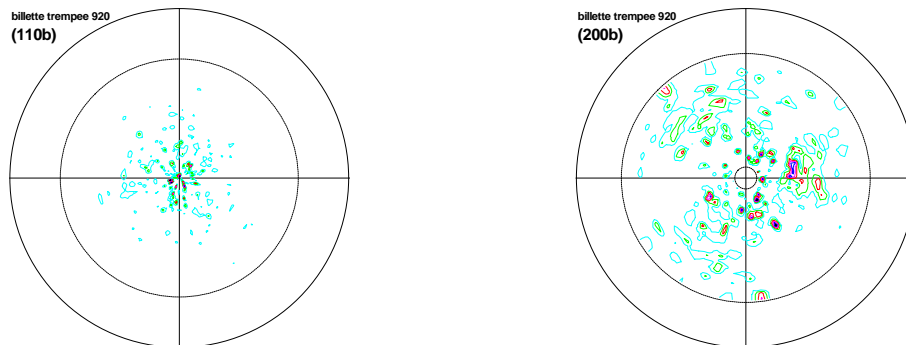


Figure II.15 : Figures de pôles $\{110\}_\beta$ et $\{200\}_\beta$ du matériau chauffé, trempé

➤ L'analyse par EBSD n'a pas permis de mettre en évidence une structure particulière. En effet, plusieurs échantillons analysés sur des plages aussi grandes que possible, compte tenu de notre appareillage, n'ont pas permis de déterminer une zone représentative de l'état haute température. Ainsi, on constate sur les cartes figure II.16, une plage présentant des grains moyens de $300\ \mu\text{m}$ dont la figure de pôles $\{200\}_\beta$ ne présente pas d'orientation particulière. En revanche, la présence d'amas millimétriques est observée sur les cartographies d'autres plages impliquant ainsi la présence "d'une texture" à l'échelle locale.

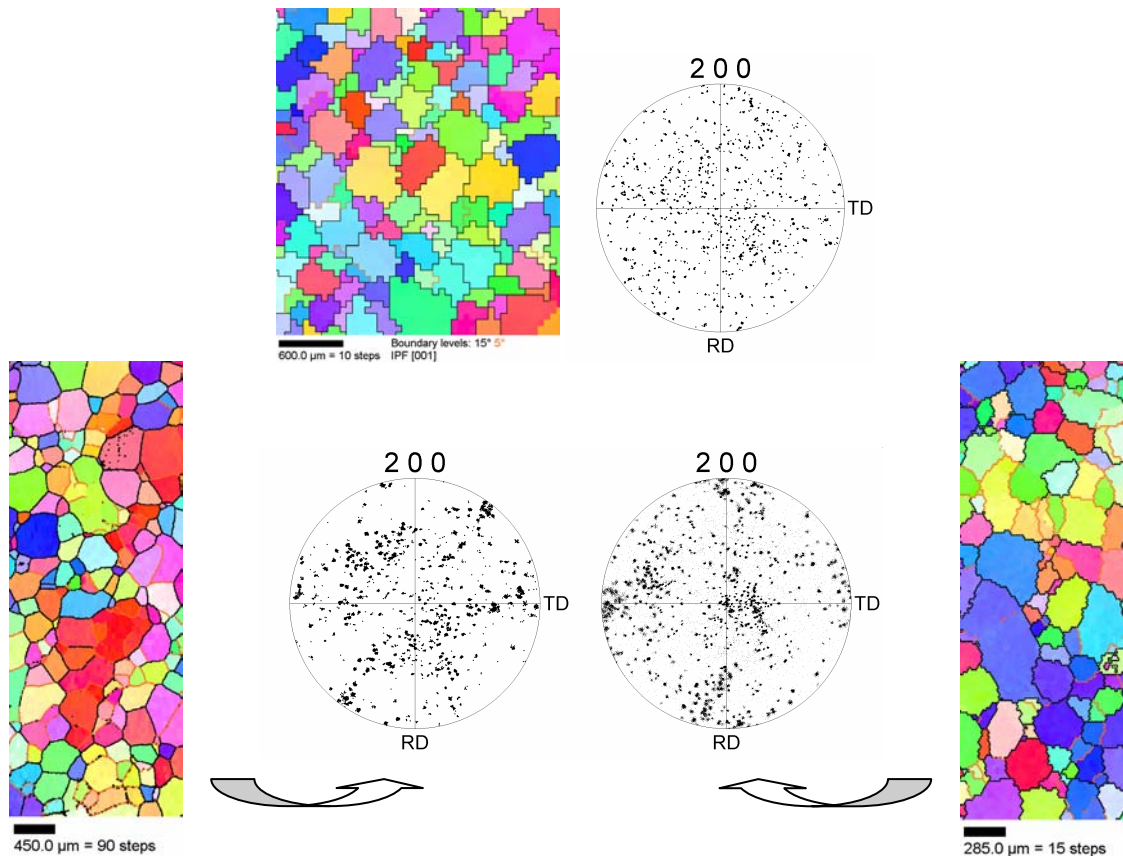


Figure II.16 : Analyse morphologique et texturale de 3 échantillons chauffés, trempés

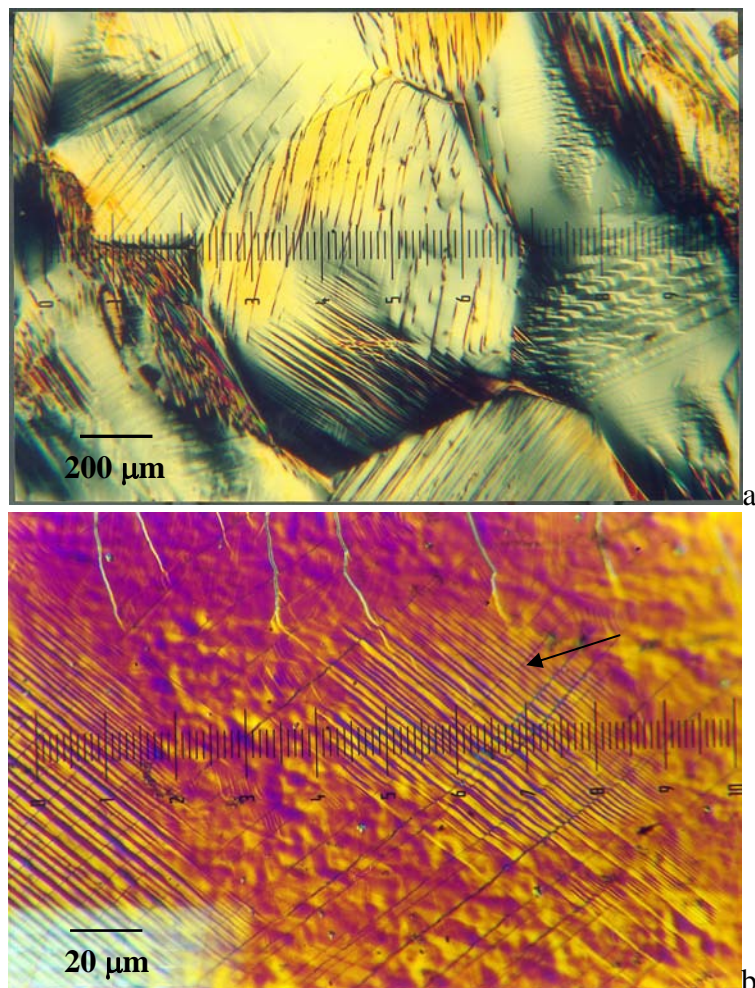
3) Essais mécaniques

Plusieurs types d'essais ont été réalisés afin de déterminer le comportement plastique d'une structure entièrement β et ainsi acquérir des données pour la simulation par éléments finis.

a. Essais de traction à l'ambiante

Les essais instrumentés de traction ont été réalisés à température ambiante, à une vitesse de 0.5 mm/min, sur des éprouvettes prélevées selon l'axe long de la billette. Le module d'Young calculé sur plusieurs essais est de l'ordre de 65000 MPa et la limite d'élasticité à 0.2 % de 700 MPa. Les courbes sont données en *Annexe H*.

Une de ces éprouvettes a été préalablement polie électrolytiquement et une analyse EBSD a été réalisée avant et après traction. Il a été possible de mesurer l'orientation des traces des plans de glissement et de déterminer les plans de glissement mis en jeu lors de la déformation (figures II.17). Les plans de glissement $\{110\}$ et $\{112\}$ ont été identifiés.



Figures II.17a et II.17b : Observations des lignes de glissement au microscope optique

La figure II.17a, révèle des hétérogénéités de glissement intragranulaires liées probablement à des incompatibilités de déformation plastique voire élastique au niveau des interfaces entre grains β . La sinuosité de certaines lignes de glissement rappelle le « pencil glide » observé dans les matériaux cubiques centrés.

La figure II.17b, révèle la présence d'un autre mode de déformation (indiqué par la flèche). En effet, des bandes plus épaisses existent. Pour confirmer qu'il ne s'agissait pas de lignes de glissement, l'échantillon a été repoli, sans que cela ne fasse disparaître ces zones. Selon M.J. Philippe [PHI00] qui a réalisé des essais de traction sur un alliage quasi β Ti20V, à l'ambiante, la déformation par maclage est possible et s'effectue, si l'alliage contient moins de 5 % d'aluminium. Si celui-ci en contient plus, alors il se déforme principalement par du glissement de type $\{112\}$. Mais des essais de traction réalisés par T.Grosdidier [GRO00], sur du β cez à l'état trempé, ce qui correspond à notre cas, ont montré qu'une transformation de phase de type $\beta \rightarrow \alpha'$ pouvait se produire sous l'effet de la contrainte. Cependant, la comparaison des courbes de traction obtenues sur le Ti17 et sur le β cez, ne permet pas actuellement d'envisager un tel phénomène. En effet, notre matériau ne présente pas d'effet de double chargement considéré par cet auteur, comme caractéristique de cette transformation de phase.

b. Essais de compression à $T > T_{\beta}$

Des essais de compression à chaud ont été menés sur une machine d'essai mécanique de type Instron et de capacité 100 kN.

Conditions d'essais :

- pions cylindriques de dimensions $l_0 = 18\text{mm}$, $\phi = 12\text{mm}$
- montée et maintien à $T > T_{\beta}$ par un four à lampe contrôlé via un thermocouple soudé au pion
- vitesse de déformation : 0.067 s^{-1}
- taux de déformation : 1

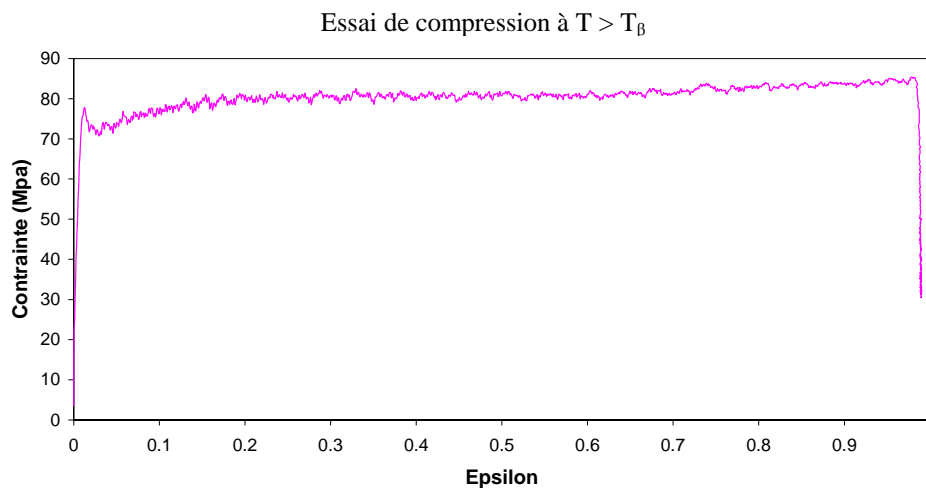


Figure II.18 : Courbe σ - ε

La courbe contrainte-déformation obtenue (figure II.18) permet de constater :

- une limite d'élasticité estimée à environ 20 MPa.
- un pic de contrainte très marqué, probablement dû à l'ancrage initial des dislocations sur les impuretés en solution. On a donc un durcissement fort avant que les dislocations ne se désancrent.
- un très faible durcissement du matériau qui peut s'expliquer par les phénomènes de restauration et de recristallisation.
- absence d'oscillations caractéristiques d'une recristallisation dynamique discontinue.

c. Essais instrumentés à $T > T_{\beta}$

Des essais cycliques instrumentés ont été entrepris afin de caractériser le comportement du Ti17 à $T > T_{\beta}$. Ces essais, de torsion et de traction-compression, ont été réalisés à l'UT de Compiègne.

La géométrie des éprouvettes et les conditions d'essais se sont révélées inadaptées au montage de torsion disponible et peu de résultats ont pu être extraits (figure II.19).

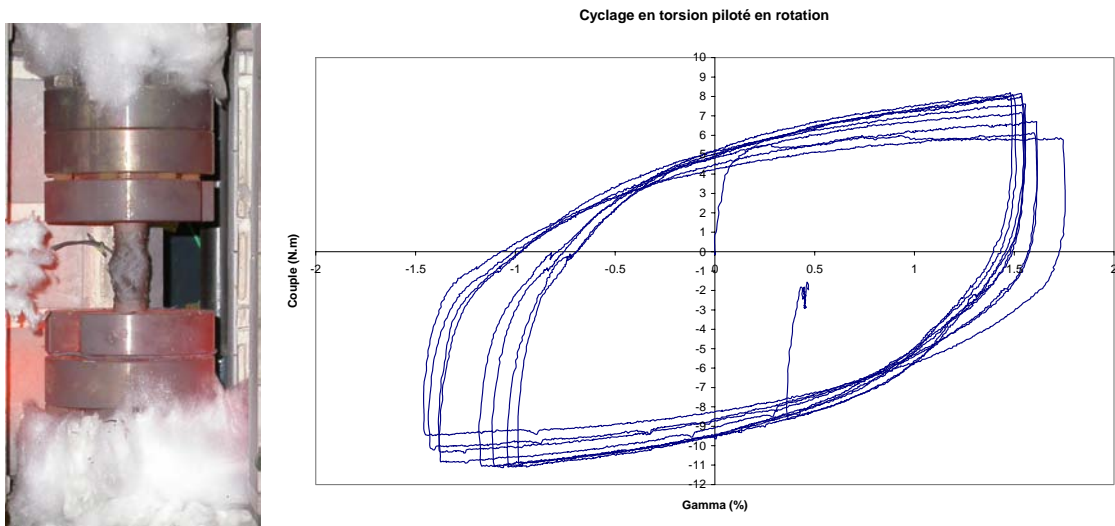


Figure II.19 : Courbe couple vs gamma à 10^{-3} s^{-1} à $T > T_{\beta}$

Les essais de traction-compression réalisés dans un four résistif ont, quant à eux, permis de tracer des courbes de comportement comme celles données figure II.20.

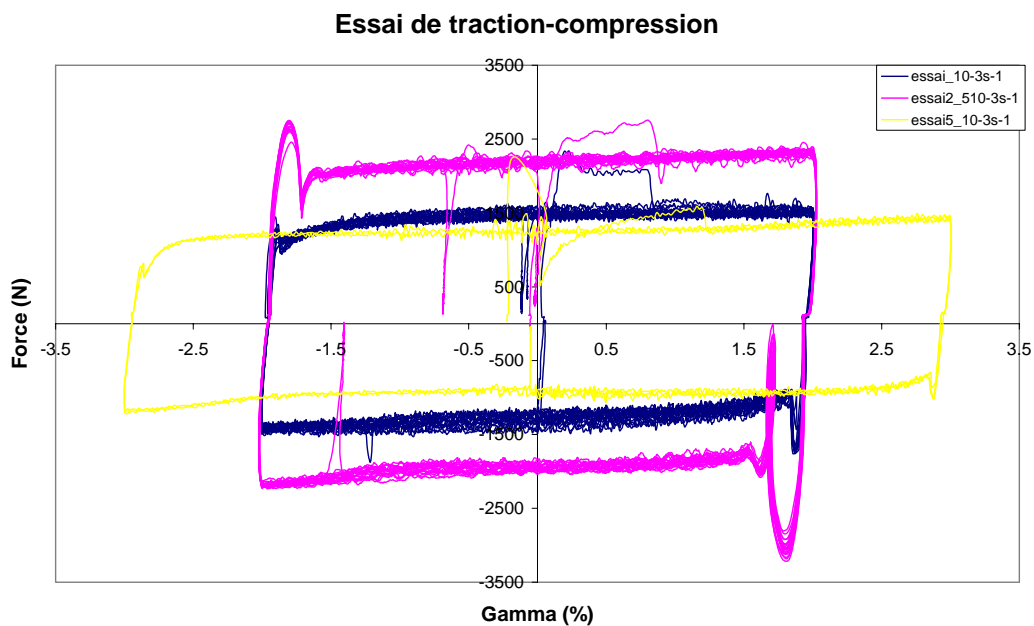


Figure II.20 : Courbe force vs gamma à $T > T_{\beta}$ à différentes vitesses

La courbe présente un très faible taux d'écrouissage et aucun déplacement notable de la surface de charge en traction-compression n'est observé. Le Ti17, à cette température, ne semble donc pas présenter d'écrouissage cinématique.

L'étude de la matière chauffée a donc permis de constater que la taille moyenne des grains est d'environ 300 μm avec quelques amas millimétriques, ces amas étant quant à eux divisés en sous-grains. L'étude de la déformation à froid a confirmé que la phase monophasée β se comportait comme un cubique centré classique avec les 24 systèmes de glissement possibles. Cette étude n'a pas permis de déterminer la texture présente à haute température.

III/ Matériau chauffé, forgé, trempé

Dans notre étude, la matière forgée a subi une trempe à l'eau, afin d'augmenter la proportion de phase β et de limiter la recristallisation au début du refroidissement.

Des lopins (diamètre : 90 mm, hauteur : 210 mm) ont été forgées à $T > T_{\beta}$, à 5mms^{-1} par Snecma Moteurs (sur des matrices relativement chaudes : 800°C et 870°C). Plusieurs expérimentations ont été menées en différents points d'un lopin déformé jusqu'à $\epsilon = 1$ (B1, B2 figure II.21) :

- des observations microscopiques et macroscopiques au microscope optique afin de caractériser la morphologie du matériau.
- des mesures de texture afin de déterminer l'influence du taux de déformation et de la température sur la texture.
- des essais mécaniques de caractérisation.

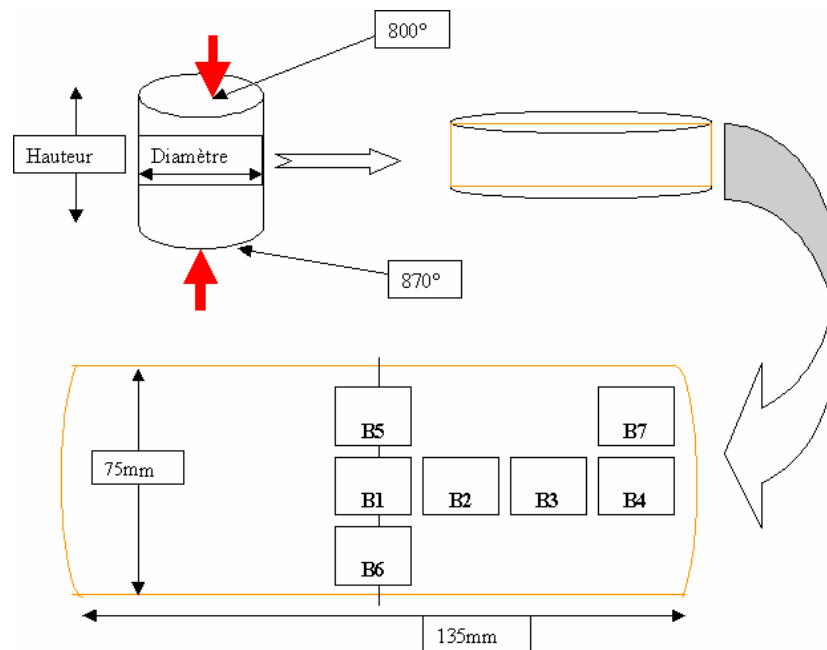


Figure II.21 : Schéma d'obtention des échantillons analysés

1) Observations micro/macro

La micrographie (figure II.22) montre :

- des grains très aplatis, de longueur maximale 2 mm et d'épaisseur 100 à 200 μm . Ces grains semblent regroupés en paquets,
- des petits grains équiaxes, preuve qu'une recristallisation a eu lieu.

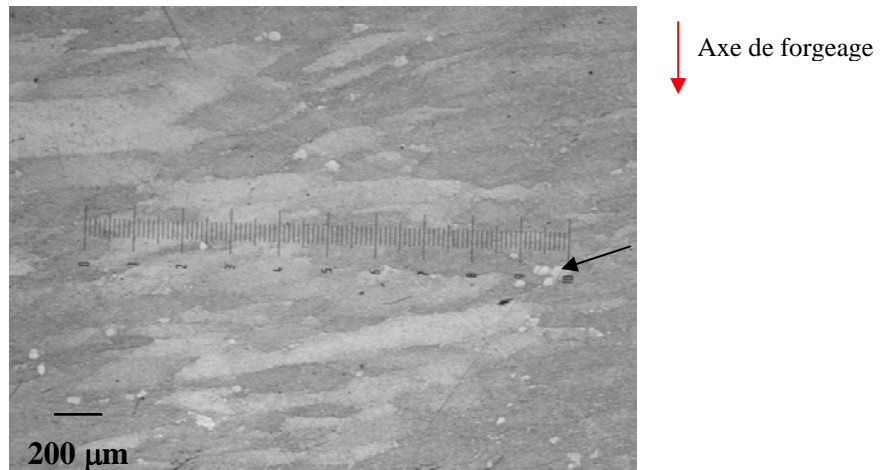


Figure II.22 : Échantillon B3

Remarque : la pièce étant massive, la trempe eau n'a pas permis de figer totalement la structure haute température. On distingue sur la figure II.23, présentant des grains recristallisés, la présence d'une structure fine aiguillée.

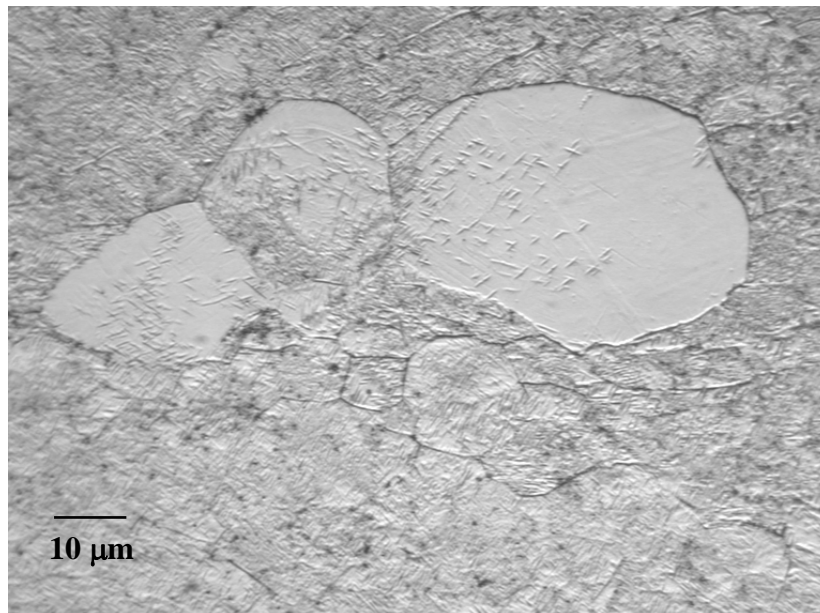


Figure II.23 : Échantillon B3 présentant des petits grains recristallisés

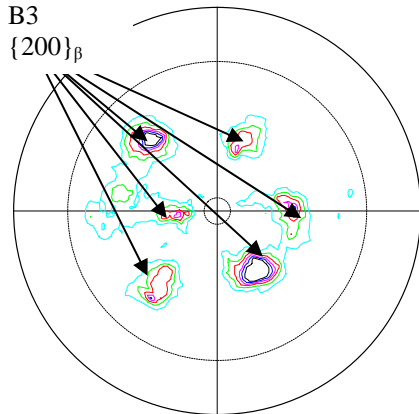
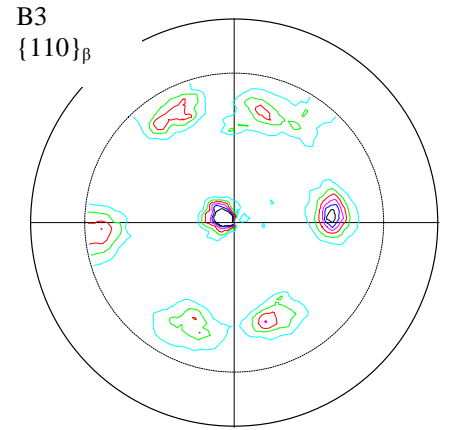
2) Analyse DRX

Les figures de pôles, acquises à Snecma Moteurs, sont données en *Annexe F*. On notera que l'axe normal à la surface analysée (au centre des figures) est orthogonal à l'axe de compression.

Nous ne donnons ici que les textures les plus représentatives :

Phase β :

On note la présence d'une texture de type $\{120\}$ sur quasiment tous les échantillons (sauf B5, B6 et B7). Cela correspond sur la figure de pôles $\{110\}_\beta$, à un pôle légèrement décalé par rapport au centre.

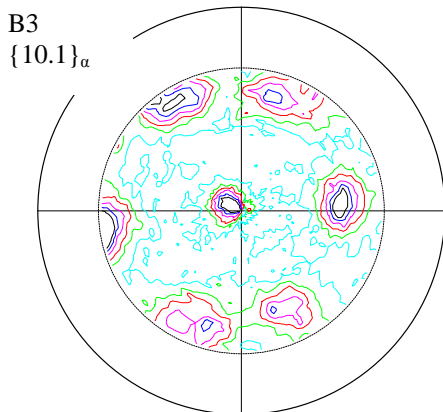
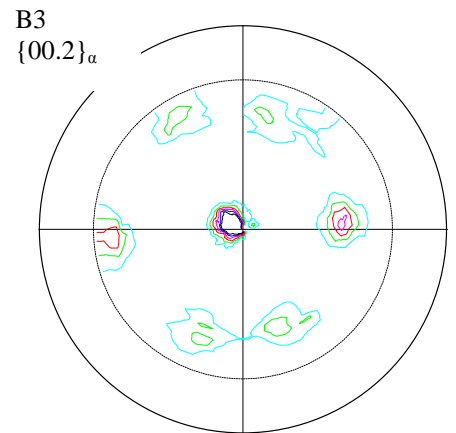


En revanche les figures de pôles $\{200\}_\beta$ ne sont pas nettes et il est difficile de comparer les différents échantillons. On note principalement une texture $\{111\}_\beta$ représentée par les pôles à 50° du centre sur la figure de pôles $\{002\}_\beta$ comme indiqué sur la figure ci-contre, mais aussi une texture de type $\{001\}_\beta$ représentée par un pôle au centre.

Phase α :

Présence d'une texture $\{00.2\}_\alpha$ représentée par les pôles, légèrement décalés, au centre de la figure de pôles de la famille $\{00.2\}_\alpha$.

L'axe \bar{c} de la maille hexagonale est quasi parallèle à la normale des échantillons, donc perpendiculaire à l'axe de compression.



Présence d'une texture $\{10.2\}_\alpha$. Ces plans sont très proches des plans $\{10.1\}_\alpha$ et sont représentés par le pôle légèrement décalé sur la figure ci-contre.

Remarque :

- on notera en comparant B3 $\{00.2\}_\alpha$ et B3 $\{110\}_\beta$ que les relations de Burgers sont bien vérifiées puisque les figures sont similaires. Ceci est valable pour les autres échantillons.

- pour pouvoir comparer à la littérature, les figures de pôles cubiques de B1 et B4 ont été ramenées suivant l'axe de compression (cf. *Annexe F*). Il s'avère que l'on trouve une texture de type $\langle 111 \rangle + \langle 100 \rangle$. Ceci est bien en accord avec les résultats de Chaussy sur le β cez [CHA96] et de George sur le Ti17 [GEO00].

3) Analyse EBSD

Des pions forgés à l'École Centrale ont aussi été analysés après forgeage. Les échantillons de petites tailles ($h = 18 \text{ mm}$, $\phi = 12 \text{ mm}$) présentent l'avantage de permettre de « figer » la structure haute température. Ainsi les grains β sont facilement indexables. La microstructure est classique, c'est-à-dire constituée de grains en forme de palets comme on peut le voir sur les microstructures et les cartographies EBSD (figures II.24&25).

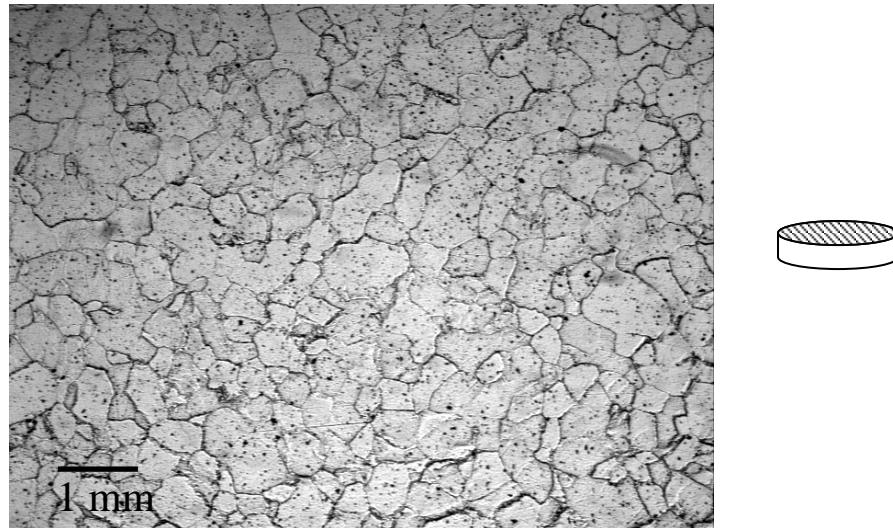


Figure II.24 : Microstructure après forgeage à $T > T_{\beta}$ de $\epsilon = 1$ à $6,7 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ et trempe eau, face normale à l'axe de compression

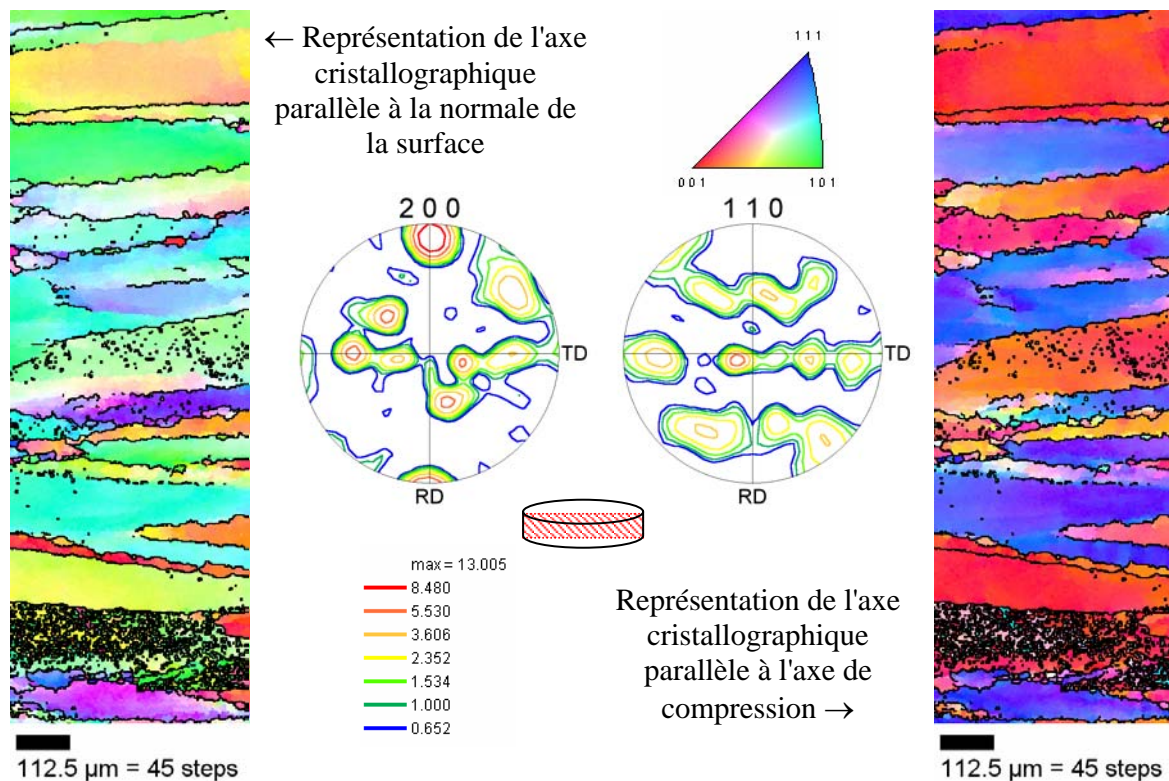


Figure II.25 : Résultats des mesures EBSD réalisées sur la tranche des pions forgés à l'ECP

Les résultats de l'EBSO sont conformes à ceux obtenus en DRX sur les échantillons forgés à Snecma Moteurs, c'est-à-dire $\langle 001 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ suivant l'axe de compression (figure II.25).

4) Analyse en microscopie en transmission

Afin de déterminer la présence ou non d'une structure de dislocations après déformation dans le domaine β , des pions ont été forgés après 10 minutes de maintien à $T > T_\beta$, à la vitesse de 5.10^{-2} s^{-1} à différents taux de déformation (figure II.26).



Figure II.26 : Pions forgés à $T > T_\beta$ à différents taux de déformation : 0, 0,3, 0,7 et 1

Une trempe eau a été réalisée afin de figer la structure en phase β du matériau. Par la suite, un carottage de diamètre 4 mm au cœur des pièces a été réalisé pour fournir des cylindres pour la préparation des lames.

Tout comme pour la matière uniquement chauffée ($\epsilon = 0$), les lames ont été difficiles à obtenir, des phénomènes d'arrachage de grains étant constatés. Les conditions de préparation sont données en *Annexe E*.

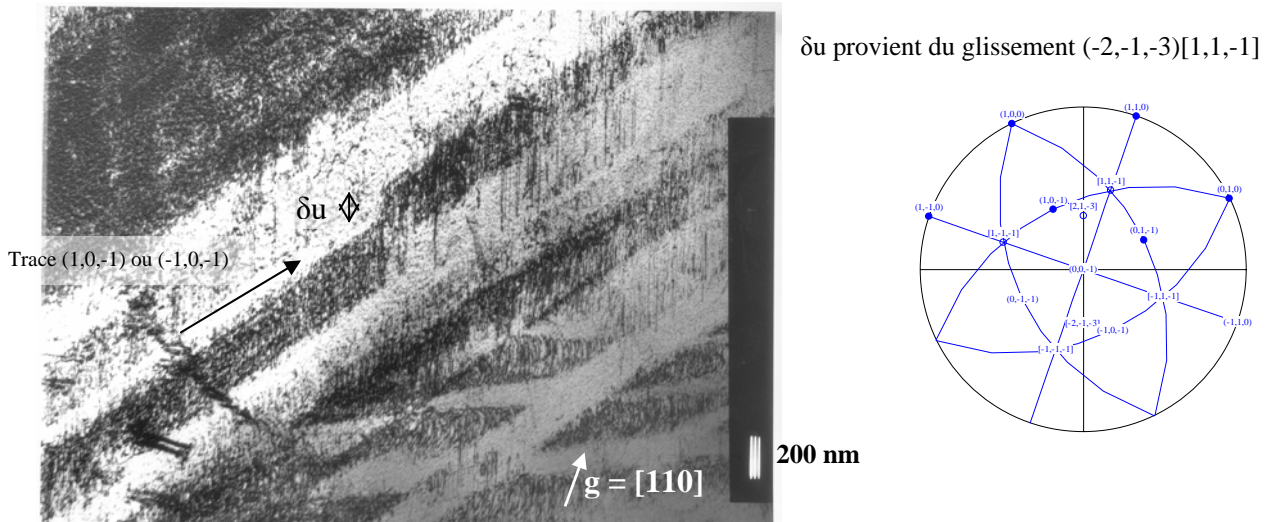


Figure II.27 : Exemple de cliché au MET et projection stéréographique associée

L'étude s'est principalement concentrée sur les lames issues du pion forgé à $\epsilon = 0,7$. Dans ces lames, la densité de dislocations a été évaluée à 10^{14} m^{-2} . Il a été constaté que le glissement était planaire et se localisait sur les plans de glissement $\{110\}$. Une déviation sur les plans $\{123\}$ est toutefois possible. En revanche, il n'a pas été observé de glissement de type $\langle 100 \rangle \{110\}$ parfois existant lors de déformation à chaud dans les cubiques centrés, ni de glissement sur les plans $\{112\}$.

L'analyse de la matière forgée a permis de constater l'existence de deux familles principales de grains très allongés, rassemblés en paquets présentant des orientations cristallographiques proches. Ces familles correspondent à une direction $\langle 100 \rangle$ ou $\langle 111 \rangle$ suivant l'axe de compression.

IV/ Développement particulier : étude des textures par diffraction des neutrons

1) Intérêt des neutrons

L'analyse en DRX et en EBSD n'ayant pas permis de déterminer la texture de la phase β après une hypertrempe depuis le domaine des hautes températures, une demande de travaux a été déposée au Laboratoire Léon Brillouin du CEA de Saclay pour le diffractomètre de texture « 6T1 » de type 4 cercles.

La méthode de diffraction des neutrons permet de faire non plus une analyse de texture en surface (EBSD) mais en volume, quantifiant ainsi la texture sur un volume de 1 cm^3 .

2) Présentation des échantillons

Les échantillons testés sont tous issus d'une tranche de la billette d'origine. Les traitements thermomécaniques subis sont indiqués tableau II.2.

| Référence échantillon | Traitement subi | Taille échantillon analysé | Phases analysées |
|-----------------------|---|----------------------------|------------------|
| Ti20 | Échantillon brut | $20*20*12 \text{ mm}^3$ | $\alpha + \beta$ |
| Ti20th | Ti20 + 30 min à $T > T_\beta$ + trempe eau | $20*20*11 \text{ mm}^3$ | β |
| Ti23 | Échantillon brut | $20*20*12 \text{ mm}^3$ | β |
| Ti23th | Ti23 + 1h à $T > T_\beta$ + trempe eau | $20*20*11 \text{ mm}^3$ | β |
| Ti16th | 20 min à $T > T_\beta$ puis trempe eau | $20*20*12 \text{ mm}^3$ | β |
| Ti29 | Échantillon forgé dans le domaine β ($\epsilon=0,7$) puis trempé eau | $15*15*8 \text{ mm}^3$ | β |
| Tidef | 1h à 1100°C + trempe eau + 1h à 500°C avec refroidissement lent | $20*20*10 \text{ mm}^3$ | β |

Tableau II.2 : Échantillons analysés

3) Résultats

Les figures de pôles acquises pour chaque échantillon, c'est-à-dire les figures des pôles $\{200\}$, $\{110\}$ et $\{112\}$, et la figure recalculée des pôles $\{111\}$ sont présentées en *Annexe G*. À fin de comparaison, les figures de pôles $\{110\}$ des différents échantillons sont rassemblées figure II.28. Les résultats sont aussi présentés dans le tableau II.3. Les principales orientations cristallines présentes dans chaque matériau avec la valeur de la fonction de distribution des orientations associée y sont regroupées.

Il est important de noter que seul l'axe long de la billette, qui correspond aussi dans notre cas à l'axe de forgeage, peut être rigoureusement pris en compte. Les échantillons ont été placés de telle façon que cet axe soit parallèle à ND.

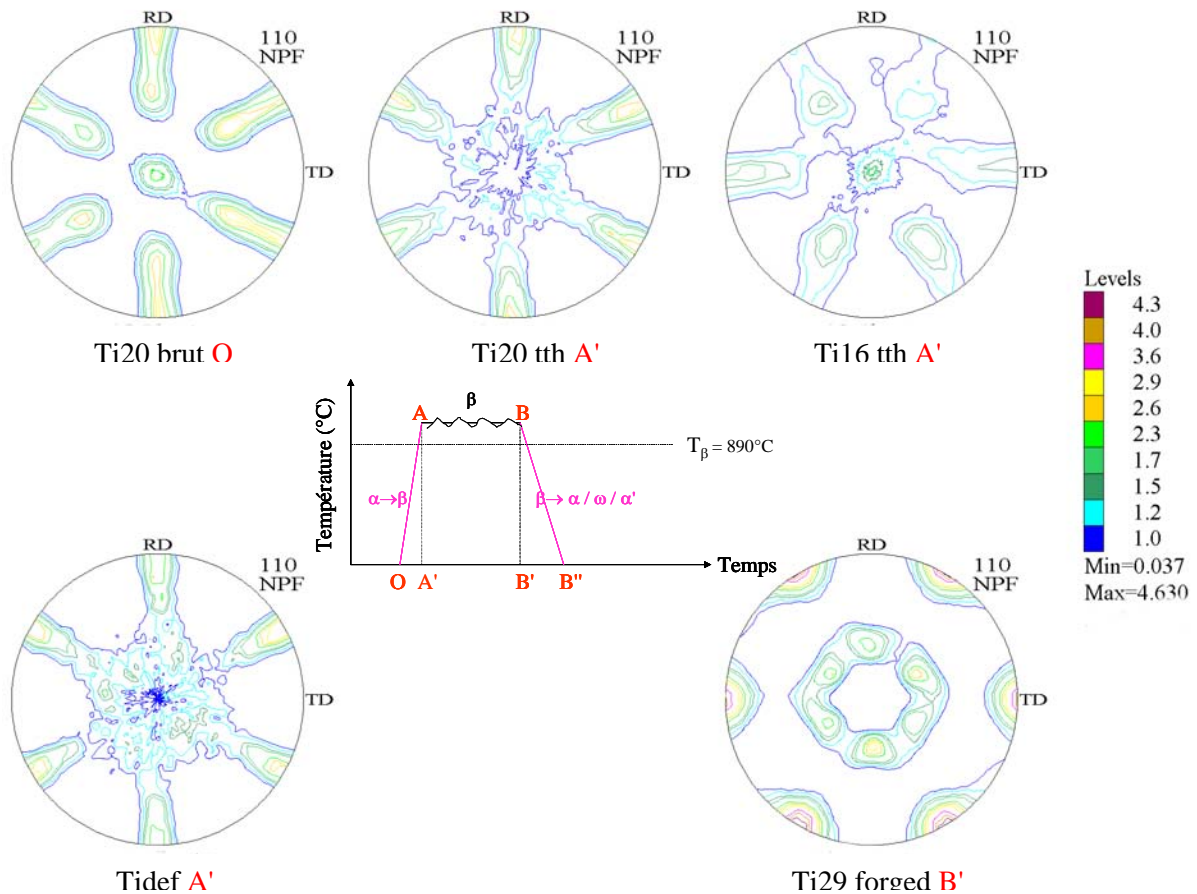


Figure II.28 : FPD {110} des différents échantillons

Les résultats de la matière d’approvisionnement Ti20 sont en accord avec les résultats obtenus en DRX et permettent ici de définir un état de référence.

Les résultats de la matière chauffée, trempée sont pour leur part assez hétérogènes.

Ainsi :

- Ti20tth montre une disparition des pôles situés à 50° du centre
- Ti16tth, par contre, indique une disparition des pôles sur la couronne extérieure
- Tided paraît assez proche de Ti20tth

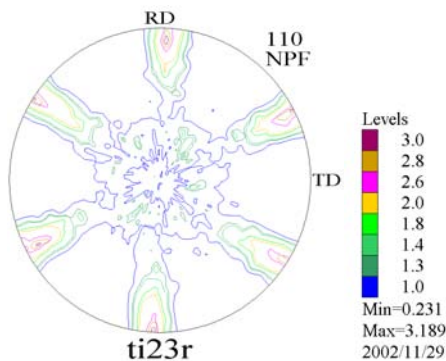


Figure II.29 : FPD {110} du Ti23 traité thermiquement

Ti23tth, réalisé par la suite (figure II.29), a permis de confirmer les résultats de Ti20tth

| orientation | Ti20 brut O | Ti20 tth A' | Ti23 tth A' | Ti16 tth A' | Tidef A' | Ti forged B' |
|--------------|----------------|----------------|----------------|----------------|-------------|-----------------|
| {110}<-1-12> | 4.814 | | | | | |
| {123}<-41-2> | 3.658 | 2.269 | 1.489 | | 2.975 | |
| {233}<-01-1> | 1.963 | 3.56 | 3.19 | | 3.923 | |
| {113}<-1-10> | 1.298 | 2.653 | 2.364 | | | |
| {001}<-110> | 1.256 | | | | | 7.072 |
| {231}<-34-6> | 1.186 | | | | | |
| {111}<-01-1> | | 2.975 | 5.775 | | 4.451 | |
| {112}<-1-10> | | 2.619 | 2.359 | | | |
| {132}<-6-43> | | | 1.301 | | 1.172 | |
| {110}<-001> | | | | 4.903 | | |
| {013}<-100> | | | | 3.669 | | 1.864 |
| {110}<-1-11> | | | | 1.837 | | |
| {001}<-100> | | | | 1.752 | | 7.544 |
| {111}<-1-12> | | | | 1.385 | | 22.83 |
| {323}<-1-31> | | | | | | 3.693 |
| {112}<-11-1> | | | | | | 1.662 |

Tableau II.3 : Récapitulatif de l'intensité des orientations cristallines sur les différents échantillons

Les résultats (tableau II.3) permettent de traiter plus finement l'évolution de l'orientation cristalline au cours des différentes étapes du forgeage β .

On constate que Ti20tth, Ti23tth et Tidef connaissent une même évolution lors de la montée en température. En effet, sur ces trois échantillons :

- les composantes {110} et {001} parallèles à DN disparaissent,
- une composante {111} parallèle à DN apparaît.

L'analyse de l'échantillon forgé Ti29 (noté Ti forged dans le tableau II.3), qui confirme les résultats obtenus précédemment en DRX et EBSD, permet de constater que :

- la composante {111}, déjà présente avant compression, est maintenant largement majoritaire,
- deux composantes {001} disparues lors de la montée en température, sont de nouveau présentes après compression.

Ti16tth, comme constaté sur la figure de pôles {110} (figure II.28), reste majoritairement avec {110} parallèle à DN.

Afin de caractériser de façon la plus complète possible ces différents états, nous avons analysé par EBSD deux des échantillons, le Ti16tth et le Ti20tth. Ces deux échantillons permettent d'étudier l'effet du temps de maintien.

Six plages de 2*2 mm² ont été analysées, figure II.30, sur le Ti16tth afin d'acquérir des données suffisantes pour avoir une représentation statistique. La direction cristallographique représentée (via le code de couleur) correspond à l'axe de compression.

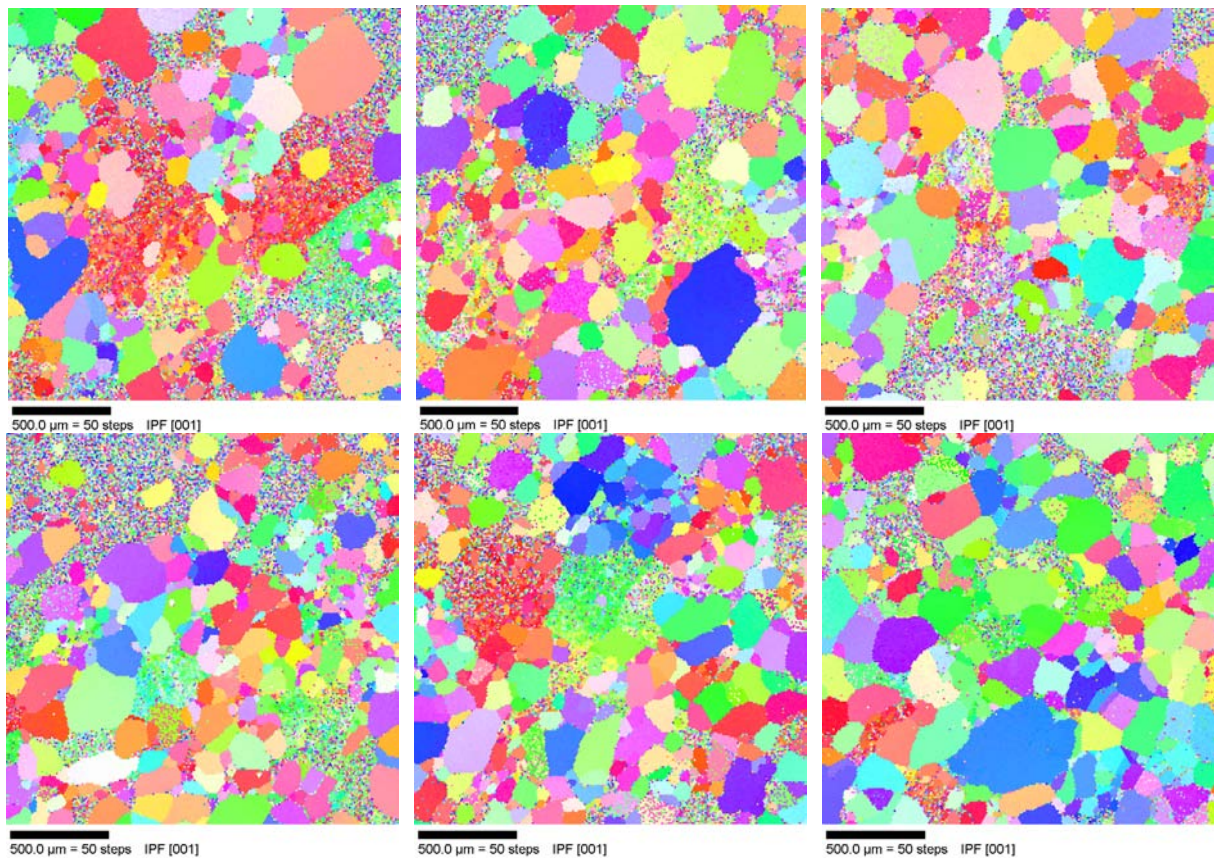


Figure II.30 : Cartographies IPF du Ti16tth après montée en température

Ces acquisitions mettent en évidence une hétérogénéité de la taille des grains et une fraction importante de zone non correctement indexée comme le montre la figure II.31 représentant l'indice qualité.

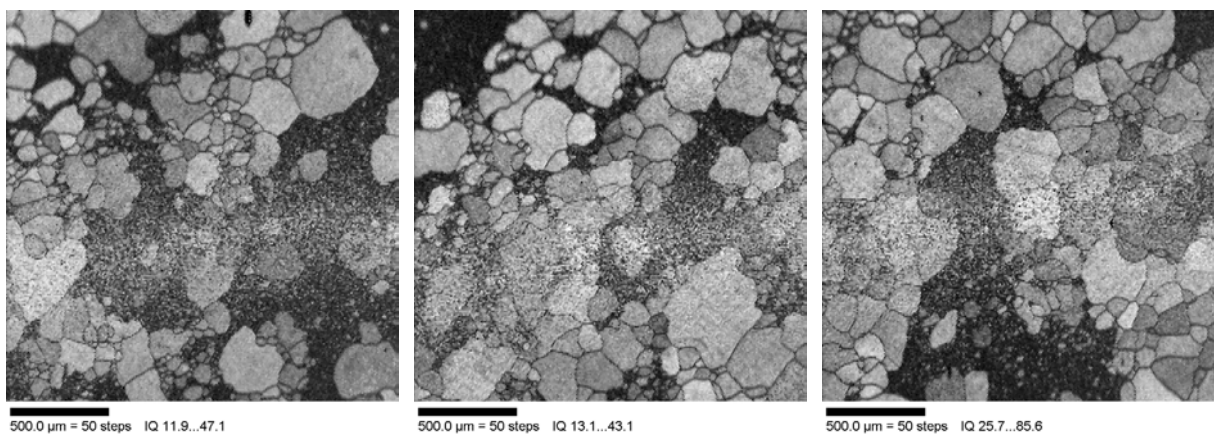


Figure II.31 : Cartographies en image qualité du Ti16tth

Ces cartes (figure II.31) mettent en évidence une population de grains bimodale composée de grains restaurés/recristallisés et de grains où la diffraction est mauvaise. Cette hétérogénéité peut être à l'origine de la différence de texture observée entre les échantillons Ti20tth, Ti23tth et Tidef.

Concernant l'échantillon Ti20th, 3 cartes d'orientations sont données figure II.32.

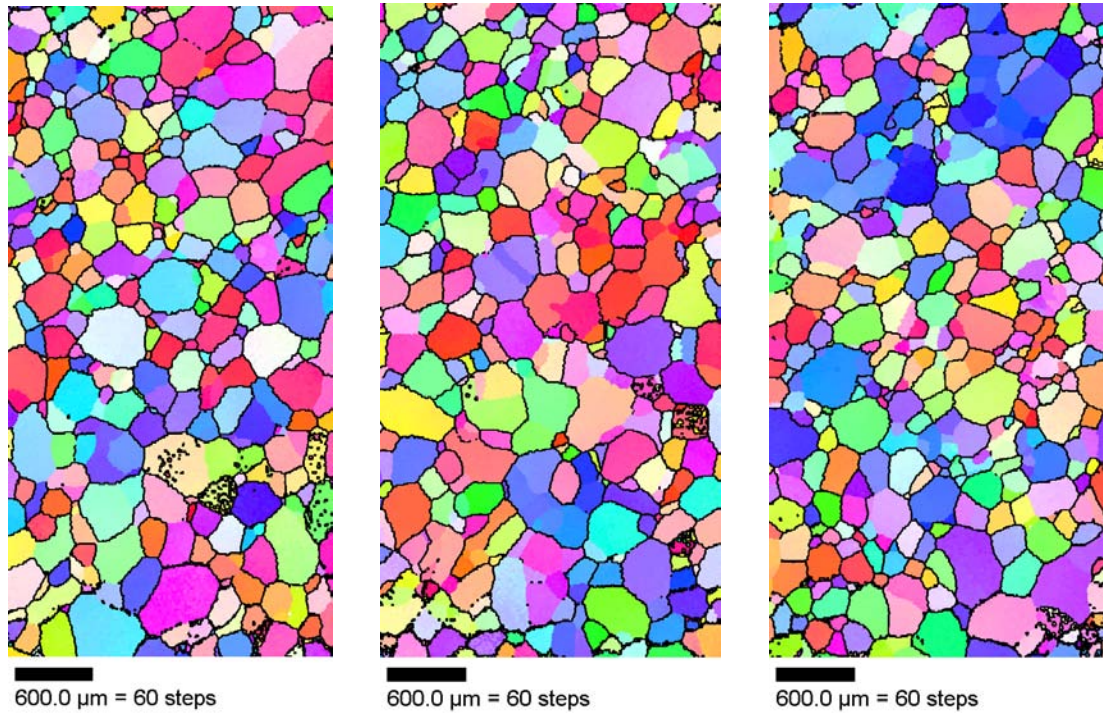


Figure II.32 : Cartographies IPF du Ti20th après montée en température

On constate une population hétérogène de grains mais sans répartition bimodale. De plus, aucune zone de non indexation n'est observée, comme on peut le vérifier sur les cartes d'indice qualité figure II.33. Ces résultats semblent cohérents avec un temps de maintien plus long en température.

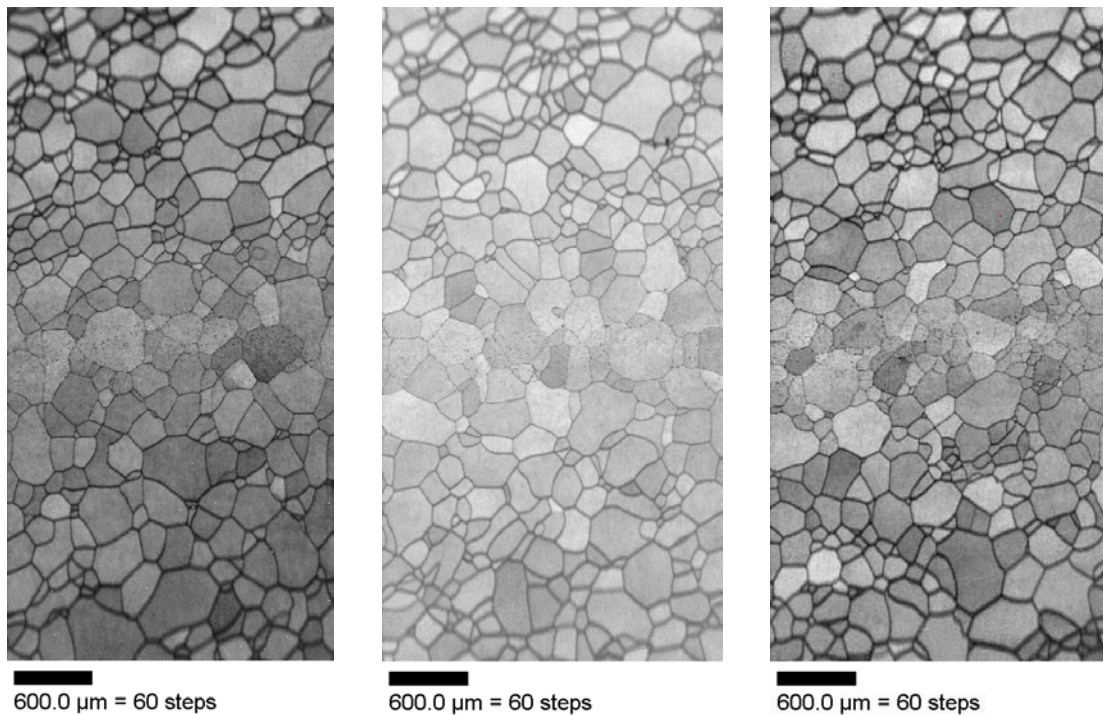


Figure II.33 : Cartographies en image qualité du Ti20th

Afin de conclure cette analyse, les figures de pôles reconstituées à partir des 6 acquisitions EBSD du Ti16th (figure II.30) et des 3 acquisitions sur Ti20th (figure II.32) sont présentées figure II.34 et comparées aux figures obtenues par diffraction des neutrons (figure II.35).

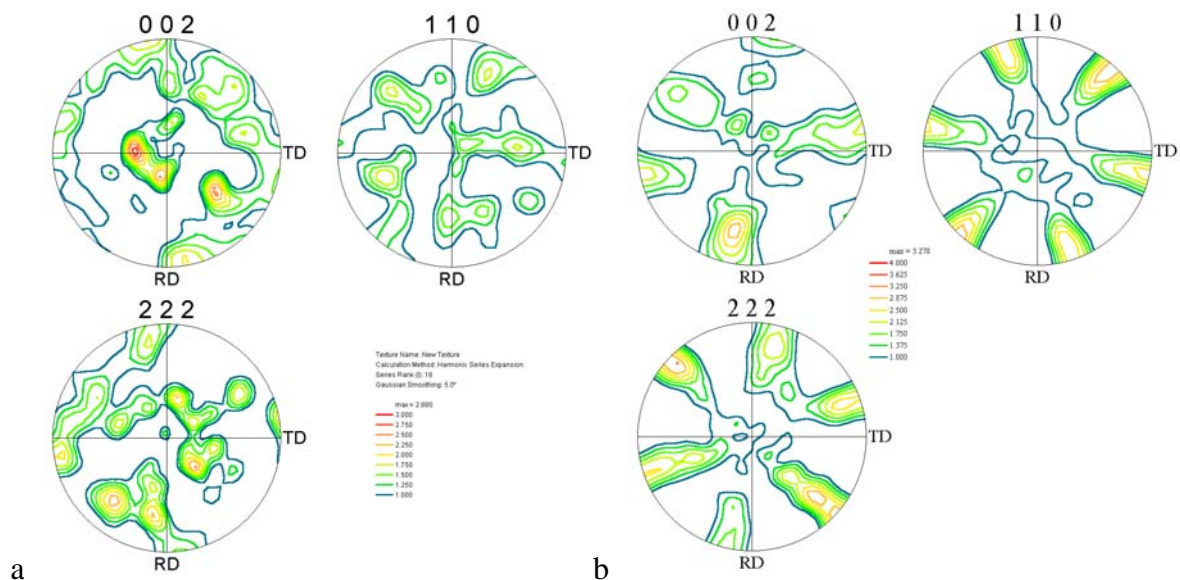


Figure II.34 : FDP des échantillons Ti16th (a) et Ti20th (b) obtenus par sommation des différentes acquisitions EBSD présentées précédemment

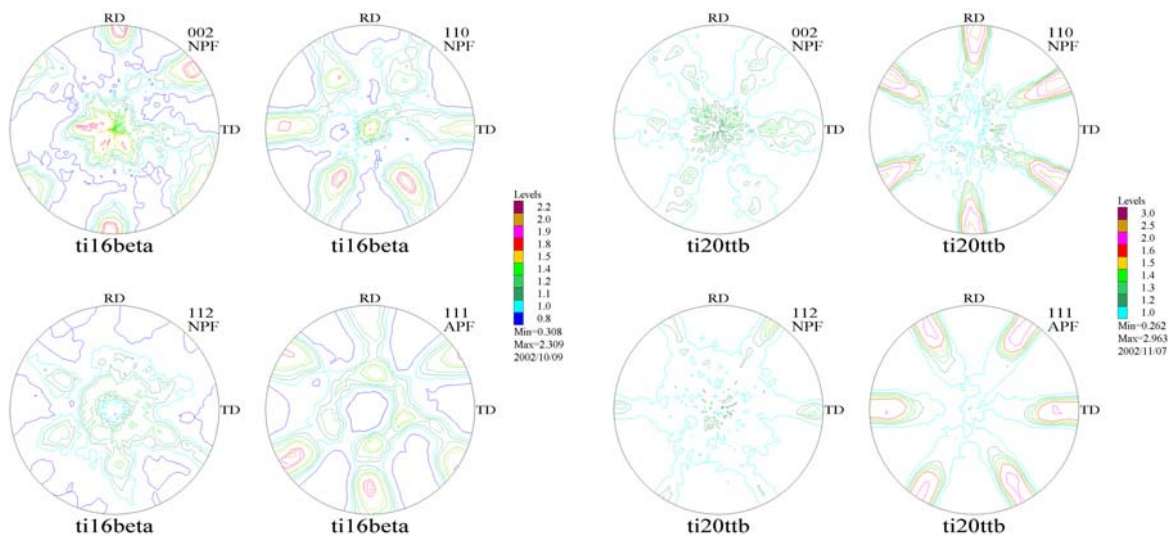


Figure II.35 : FDP des échantillons Ti16th et Ti20th obtenus par diffraction des neutrons

De cette comparaison, on retiendra que les 3 acquisitions réalisées en EBSD sur le Ti20th permettent de retrouver l'allure des figures de pôles $\{110\}$ et $\{111\}$. Par contre dans le cas du Ti16th, même si certaines similitudes existent, la surface totale analysée (24 mm² avec les 6 zones) n'est pas suffisante pour atteindre une certaine représentativité.

Ces analyses réalisées par diffraction neutronique ont permis d'obtenir des informations quantitatives sur l'évolution de la texture au cours du forgeage. Les résultats de l'état initial et de l'état forgé sont en bon accord avec les résultats de DRX et de l'EBSD. Les résultats de l'étude de la matière uniquement chauffée se sont révélés une nouvelle fois complexe mais l'apparition d'une composante $\{111\}$ a été mise en évidence.

Conclusion partielle

L'étude des caractéristiques microstructurales et cristallographiques de différents états de la matière représentatifs des états présents lors du forgeage a permis de dégager plusieurs points.

Tout d'abord, l'étude au microscope optique de la matière d'approvisionnement a permis de mettre en évidence la présence de grains morphologiques de taille millimétrique. Une campagne d'essais mécaniques (traction, fatigue, photoélasticimétrie) a permis de relier ces grains à l'existence d'hétérogénéités de comportement aussi bien élastique que plastique.

Ensuite, les essais sur la matière chauffée, trempée (monophasé β), nous ont renseignés sur les caractéristiques du matériau juste avant forgeage. Celui-ci se présente parfois sous la forme de grains β millimétriques, présentant toutefois une structure de sous grains (révélée par l'EBS). La taille des grains empêchant une caractérisation par EBSD et DRX, le recours à la diffraction neutronique a été nécessaire. Les résultats de cette dernière indiquent la disparition des pôles $\{100\}$ et $\{110\}$ et l'apparition d'une composante $\{111\}$ parallèle à l'axe long de la billette lors de la montée et du maintien à $T > T_{\beta}$. Les essais mécaniques réalisés (traction, compression) ont confirmé un comportement globalement identique à celui des matériaux cubiques centrés classiques avec ses 24 systèmes de glissement.

Enfin, la matière forgée a été étudiée via l'analyse des textures et l'analyse microstructurale. Cette dernière a permis de constater une inhomogénéité de morphologie au sein de la pièce forgée, en accord avec les taux de déformations inhomogènes au sein de la pièce prévus par FORGE2[®]. De plus, dans la zone déformée à cœur, il semblerait que les grains β très allongés se « regroupent » en paquets formant ainsi des « domaines cristallographiques » millimétriques. L'étude des textures a permis de retrouver les résultats classiques de la littérature pour la déformation en compression d'un cubique centré. L'étude au MET a révélé la présence des systèmes $\{110\}\langle 111 \rangle$ après déformation à chaud et une possible déviation sur les plans $\{123\}$.

L'étude par diffraction des neutrons n'a pas permis de conclure sur les mécanismes régissant l'évolution de la texture pendant la montée en température. Ce type d'étude est toujours d'actualité. En effet, les moyens techniques ont évolué et aujourd'hui des essais in situ de mesure de texture sont possibles au Laboratoire Léon Brillouin où un four sous gaz neutre peut être adapté au montage de diffraction.

Ces essais ne sont toutefois pas évidents à mettre en œuvre étant donné le matériau étudié et la température souhaitée. Une phase de mise au point a eu lieu et n'a pas permis de dégager des résultats satisfaisants.

Chapitre III

Simulation numérique

Chapitre III

| | | |
|-------------|--|-----------|
| I/ | <i>Le mésoscope</i> | 43 |
| 1) | Présentation générale du modèle | 43 |
| 2) | Loi d'écoulement | 44 |
| 3) | Loi d'écrouissage | 44 |
| II/ | <i>Hypothèses</i> | 46 |
| III/ | <i>Simulation 2D</i> | 47 |
| 1) | Maillage d'un agrégat cristallin | 47 |
| 2) | Conditions aux limites | 48 |
| 3) | Résultats | 49 |
| a. | <i>Courbe macroscopique</i> | 49 |
| b. | <i>Contraintes et déformations locales</i> | 49 |
| c. | <i>Orientation cristallographique</i> | 50 |
| 4) | Discussion | 51 |
| IV/ | <i>Simulation 3D</i> | 52 |
| 1) | Agrégat 3D Réel | 52 |
| a. | <i>Constitution de l'agrégat</i> | 52 |
| b. | <i>Résultats</i> | 54 |
| c. | <i>Discussion</i> | 57 |
| 2) | Agrégat 3D Isotrope | 57 |
| a. | <i>Constitution de l'agrégat</i> | 57 |
| b. | <i>Résultats</i> | 58 |
| c. | <i>Discussion</i> | 60 |
| | Conclusion partielle | 64 |

Le suivi, au cours de la déformation dans le domaine β , de l'évolution des grains est complexe à mettre en oeuvre d'un point de vue expérimental. Le recours à un modèle polycristallin, appliqué dans un premier temps à un agrégat 2D puis à des agrégats 3D, est donc nécessaire.

I/ Le mésoscope

1) Présentation générale du modèle

Cette approche polycristalline a pour objectif de décrire à l'échelle du grain ou des phases, les champs de contraintes et de déformations intra et intergranulaires. Elle a été implémentée dans le code éléments finis Abaqus par Hoc [HOC99, HOC01] selon les travaux de Smelser et Becker [SME89]. Le modèle s'inscrit dans le cadre développé par Asaro [ASA83], Pierce et al. [PIE83, PIE85] et modifié par Teodosiu et al. [TEO93].

Elle permet de calculer des grandeurs difficilement accessibles expérimentalement, comme les systèmes de glissement actifs dans les grains, les densités de dislocations sur les systèmes de glissement. L'agrégat cristallin est constitué d'une ou plusieurs couches de grains dont les orientations initiales sont déterminées par la technique d'EBSD. L'intérêt de cette approche est de prendre en compte la morphologie et l'orientation des grains du matériau et donc de décrire au mieux les interactions entre grains. Le maillage s'appuie sur l'acquisition EBSD, il est formé d'éléments à huit nœuds (C3D8R), chaque élément ayant l'orientation cristalline mesurée. La finesse du maillage par rapport à la taille de grains ainsi que le nombre de grains sont déterminés en fonction du problème à résoudre, mais aussi par le temps de calcul. *In fine*, l'agrégat doit être représentatif du comportement.

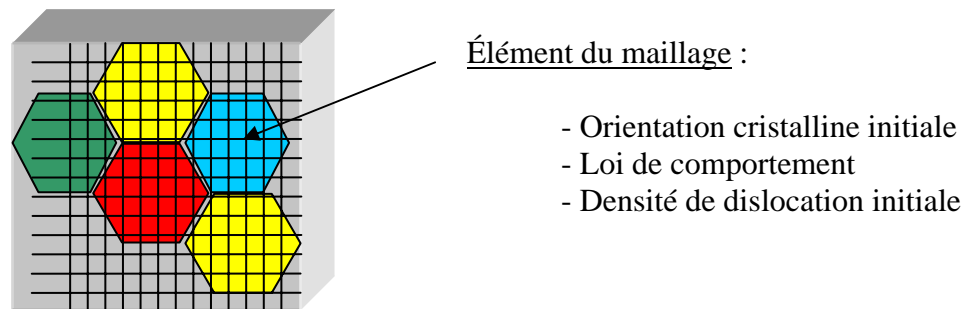


Figure III.1 : Schéma de la modélisation de l'agrégat

Le cadre utilisé est celui des grandes transformations (grandes rotations, grandes déformations plastiques, mais faibles déformations élastiques), basé sur la décomposition multiplicative du gradient de la transformation élastique et plastique.

Si on écarte les problèmes posés par le maillage, la limite imposée est celle de la connaissance des lois de comportement et des microstructures associées.

2) Loi d'écoulement

Dans les matériaux à structure cubique centrée, au-dessus de la température de transition, le mécanisme de déformation plastique le plus important est le glissement cristallographique sur les 24 systèmes $\{110\} \langle 111 \rangle$ et $\{112\} \langle 111 \rangle$. La condition d'activation d'un système de glissement (s) de la phase (g) est donnée par la loi de Schmid :

$$\tau^{sg} \geq \tau_c^{sg}$$

τ_c^{sg} est la cission critique qui dépend des variables structurales et de la température.

τ^{sg} est la cission résolue sur le système (s), donnée par :

$$\tau^{sg} = \sigma^g : (\vec{m}^{sg} \otimes \vec{n}^{sg})$$

Où \vec{m}^{sg} et \vec{n}^{sg} sont respectivement la direction de glissement et la normale du système (s).

La loi d'écoulement est liée aux mouvements des dislocations et la relation entre la cission sur le système de glissement (s) dans le grain (g) τ^{sg} et la vitesse de glissement associée $\dot{\gamma}^{sg}$ peut être décrite dans le cas d'un comportement viscoplastique par une loi puissance :

$$\dot{\gamma}^{sg} = \dot{\gamma}_0 \left| \frac{\tau^{sg}}{\tau_c^{sg}} \right|^n \text{sgn}(\tau^{sg}) \text{ si } \tau^{sg} > \tau_c^{sg}$$

$$\dot{\gamma}^{sg} = 0 \text{ dans le cas contraire.}$$

$1/n$ est le coefficient de sensibilité à la vitesse.

$\dot{\gamma}_0$ est une vitesse de référence qui dépend de la température.

3) Loi d'écrouissage

L'écrouissage dépend essentiellement de l'interaction entre les différents systèmes de glissement, des énergies de défaut d'empilement du matériau, de la densité de dislocations et du libre parcours moyen des dislocations mobiles, il est généralement décrit par l'évolution de la cission critique qui est donnée par :

$$\tau_c^s = \tau_0 + \mu b \sqrt{\sum_u a^{su} \rho^u}$$

Où τ_0 est la friction du réseau et a^{su} est une matrice qui caractérise les interactions entre deux familles de dislocations (s) et (u). C'est, pour les matériaux cubiques centrés, une matrice 24 x 24, en rapport avec les 24 systèmes de glissement mentionnés précédemment. Elle est constituée de termes différents décrivant les interactions entre des systèmes de glissements

identiques, colinéaires et non colinéaires. Dans les matériaux cubiques centrés, on distingue six termes différents, dont les composantes sont données dans le tableau III.1.

| Plans | $\{110\} \cap \{110\}$ | $\{110\} \cap \{112\}$ | $\{112\} \cap \{112\}$ |
|-----------------|------------------------|------------------------|------------------------|
| Identiques | a_0 | | $K_{S0}a_0$ |
| Colinéaires | K_1a_0 | $K_{P1}a_0$ | $K_{S0}K_1a_0$ |
| Non Colinéaires | $K_1K_2a_0$ | $K_{P1}K_{P2}a_0$ | $K_{S0}K_1K_2a_0$ |

Tableau III.1 : Coefficients de la matrice d'interaction

Ces coefficients doivent être identifiés par des essais d'érouissage latent sur monocristaux ou à défaut par identification sur des essais sur polycristaux.

La loi d'évolution des densités de dislocations, est basée sur la relation d'Orowan et sur celle du processus d'annihilation des dipôles de dislocations. L'évolution de la densité de dislocations est donnée par :

$$\dot{\rho}^{sg} = \frac{1}{b} \left(\frac{1}{L^{sg}} - G_c \rho^{sg} \right) |\dot{\gamma}^{sg}|$$

b est la norme du vecteur de Burgers

G_c est le paramètre lié au processus d'annihilation entre dipôles de dislocations.

L^{sg} est le libre parcours moyen du système (s) dans le grain (g). Il peut se mettre sous la forme :

$$L^{sg} = \frac{K}{\sqrt{\sum_{u \neq s} \rho^{gu}}}$$

K est un paramètre matériau

On peut également écrire que l'évolution de la cission critique est de la forme :

$$\dot{\tau}_c^{sg} = h^{su} \dot{\gamma}^{ug}$$

$$\text{où } h^{su} = \frac{\mu}{2} a^{su} \left(\sum_l a^{sl} \rho^l \right)^{-1/2} \left\{ \frac{1}{K} \left(\sum_{l \neq u} \rho^l \right)^{1/2} - G_c \rho^u \right\}$$

correspond à la matrice d'érouissage. Cette matrice d'érouissage est non symétrique, elle traduit l'évolution de l'anisotropie de la microstructure avec la déformation.

Ce modèle cristallin a été validé sur des matériaux cubiques centrés [HOC99, ERI04] et cubiques faces centrées, dans un domaine de température où leur comportement est peu visqueux et où la déformation a lieu par glissement des dislocations selon des plans et des directions cristallines. Le mésoscope ECP repose sur des paramètres physiques qu'il est nécessaire de déterminer à partir d'essais sur polycristaux et monocristaux. Dans notre cas, la compression s'effectue à chaud et donc la viscosité γ est importante. Aux mécanismes de déformation plastique devrait s'ajouter la montée des dislocations. Toutefois, nous avons utilisé le modèle sur notre matériau moyennant quelques rapides adaptations afin d'avoir une première idée du comportement à l'échelle du grain (hétérogénéités en contrainte ou en déformation et modélisation des textures). De plus, nous ne disposons à chaud que de très peu d'informations, il a donc été nécessaire de faire des hypothèses.

II/ Hypothèses

Les hypothèses prises sont :

- transposition de la loi de comportement macroscopique $\sigma = K \dot{\epsilon}^m$ en une loi microscopique sur chacun des systèmes de glissement (s) s'écrivant : $\frac{\dot{\gamma}^s}{\dot{\gamma}_0} = \left| \frac{\tau^s}{\tau_c} \right|^{\frac{1}{m}} \text{sgn}(\tau^s)$ avec $1/m = 3.57$.

- la loi de comportement est exprimée en fonction de densité de dislocations sur les systèmes de glissement. La loi d'évolution des densités de dislocations (Mecking et Kocks [MEC81]) a été remplacée par celle fournie par Snecma Moteurs qui était initialement une loi d'écrouissage-restauration pour l'INCO718 et qui a été adaptée par Karadjoff [KAR97] au Ti17. Cette loi s'écrit :

$$\frac{d\rho}{dt} = \rho_0 B_1 \left[\sqrt{\frac{\rho}{\rho_0}} \dot{\epsilon} - B_2 \left(\frac{\rho}{\rho_0} - 1 \right)^\beta \exp\left(-\frac{Q_r}{RT}\right) \right]$$

avec : ρ_0 : densité de dislocations dans le matériau avant déformation
 Q_r : énergie d'activation du phénomène de restauration
 β : décrit la sensibilité de la restauration à la densité de dislocations
 B_1 : permet d'ajuster la cinétique du phénomène
 B_2 : donne la valeur de l'écrouissage en régime stationnaire

- la déformation s'effectue par les systèmes de glissement $\{112\}\langle 111 \rangle$ et $\{110\}\langle 111 \rangle$ comme observé expérimentalement par Chaussy [CHA96], la montée des dislocations n'a pas été prise en compte.

- la matrice d'interaction (24*24) entre dislocations a été prise isotrope.

- concernant les constantes élastiques, plusieurs jeux de paramètres ont été tentés. Face à l'inexistence de données sur la matière β , nous avons réalisé une extrapolation à partir des données obtenues à l'ambiante. Nous avons obtenu $E = 29000 \text{ MPa}$ et $\mu = 11153 \text{ MPa}$

- $\tau_0 = 25 \text{ MPa}$

Remarque : par la suite, les constantes élastiques ont été identifiées sur les essais de compression réalisés à Centrale. Ces valeurs ont été utilisées pour les résultats qui vont suivre.

III/ Simulation 2D

1) Maillage d'un agrégat cristallin

Pour réaliser cette simulation, une plage de matière β de $2760 \mu\text{m} * 3180 \mu\text{m}$ contenant 145 grains, a été analysée par EBSD. La figure de pôles $\{100\}$ est donnée figure III.2b. Le maillage a été effectué à partir des orientations cristallines de cette couche (figure III.2a) et est constitué d'éléments cubiques à 8 nœuds. L'agrégat testé est constitué de trois couches identiques. On aboutit ainsi à une structure constituée de grains prismatiques (figure III.3) suivant la direction 3 (épaisseur = $270 \mu\text{m}$).

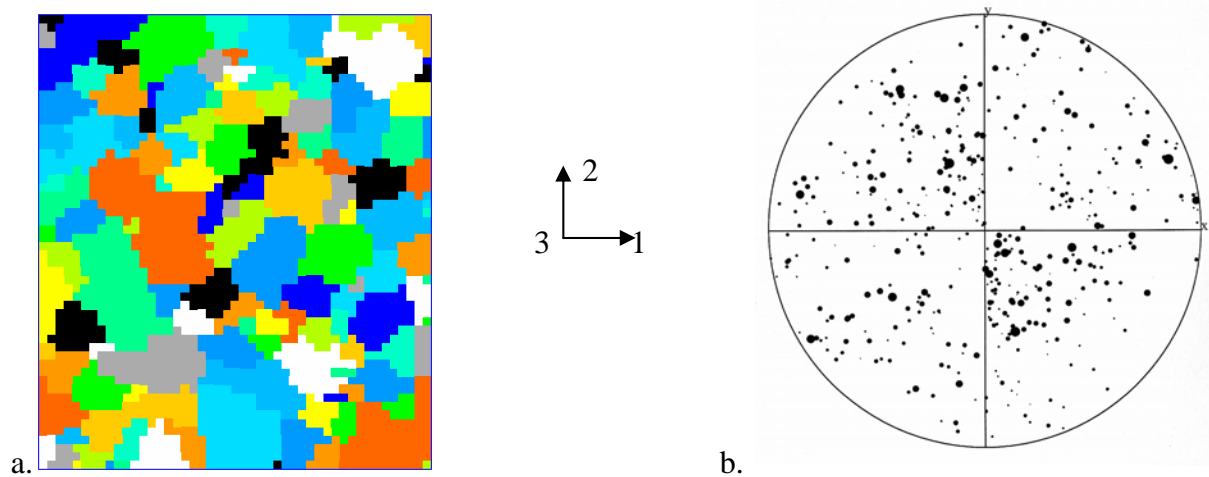


Figure III.2 : a. Cartographie des grains utilisés par la suite b. FDP $\{100\}$ associée

La simulation donne l'évolution de la texture cristallographique initiale et la texture morphologique dans le plan DN (3) mais ne permet pas d'obtenir, compte-tenu de la géométrie de l'agrégat, la texture morphologique dans la direction DT (1) (grains aplatis).

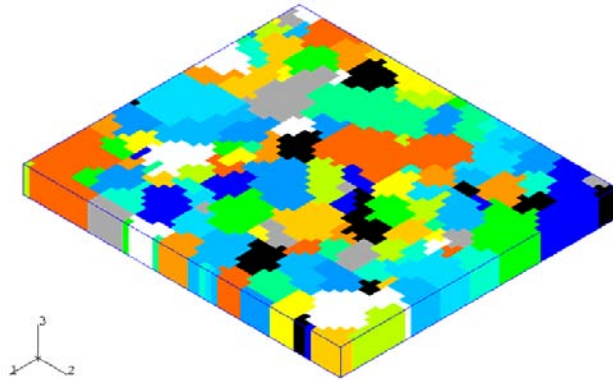


Figure III.3 : Cartographie en 3D des grains utilisés

2) Conditions aux limites

La compression s'effectuant suivant l'axe 3, les conditions aux limites suivantes ont été imposées :

- un déplacement suivant la direction 3 a été imposé à la surface supérieure, de sorte que $\varepsilon = 0.7$ au final.
- la surface inférieure a été bloquée suivant la direction 3.
- afin d'éviter les rotations de corps rigide, nous avons bloqué le point central de la surface inférieure suivant 1 et 2. De plus un point voisin a aussi été bloqué dans la direction 2.
- les effets de lubrification n'ont pas été pris en compte.

3) Résultats

a. Courbe macroscopique

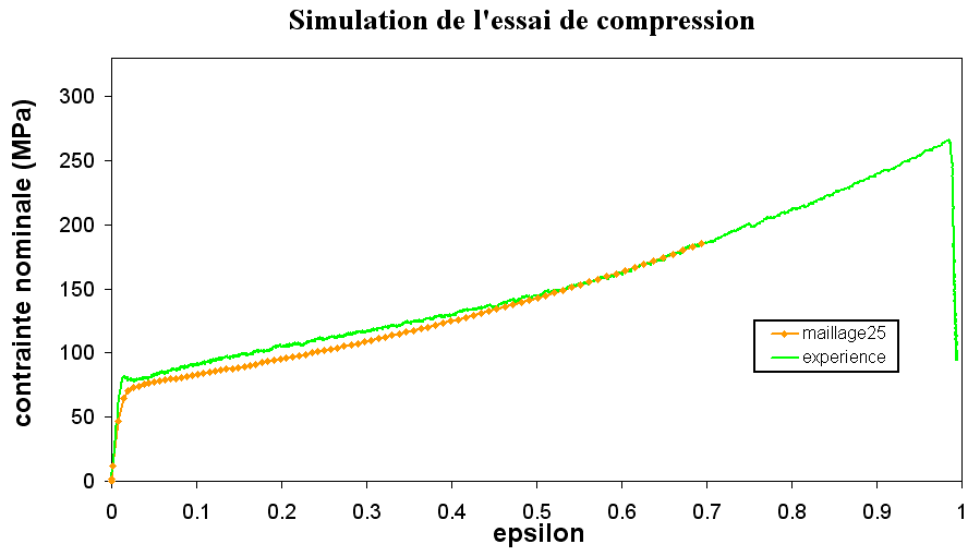


Figure III.4 : Comparaison des courbes simulée et expérimentale : contrainte nominale – déformation

Comme on peut le constater sur la figure III.4 la courbe simulée suit l'évolution de la courbe expérimentale. Ceci n'est pas surprenant étant donné que les constantes élastiques et autres paramètres ont été obtenus à partir des essais de compression.

b. Contraintes et déformations locales

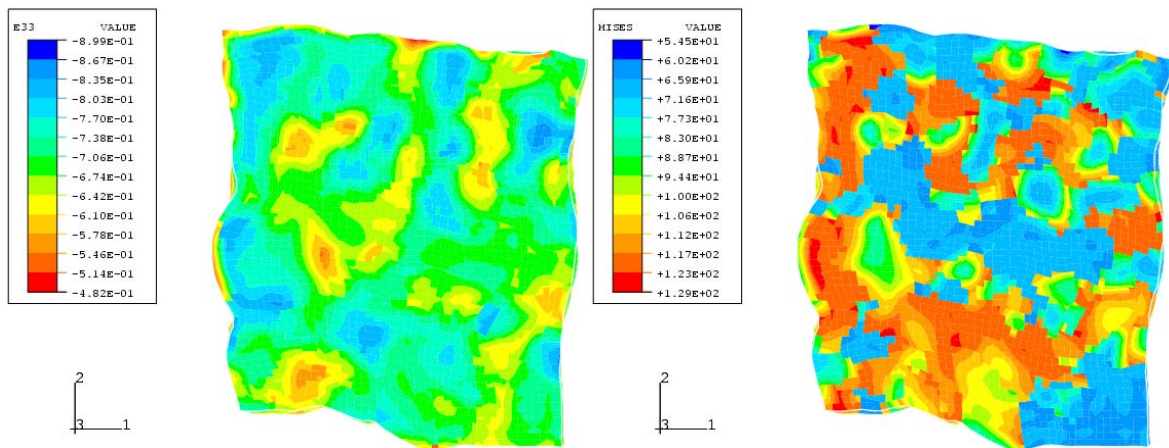


Figure III.5 : Cartographies de la déformation ϵ_{33} et de la contrainte de von Mises après une déformation macroscopique imposée de $\epsilon = 0,7$

L'observation des cartographies figure III.5 indique l'existence d'une hétérogénéité en contrainte et en déformation. Ainsi la contrainte équivalente au sens de von Mises évolue entre 54 et 130 MPa et la déformation ϵ_{33} évolue entre 0.48 et 0.9.

De plus, on peut constater que les hétérogénéités ne sont pas uniquement intergranulaires mais aussi intragranulaires.

c. Orientation cristallographique

a. Orientation macroscopique

Les figures de pôles {110} de l'état initial, de l'état déformé obtenu par la simulation numérique mais aussi expérimentalement en DRX et en neutrons sont données figure III.6.

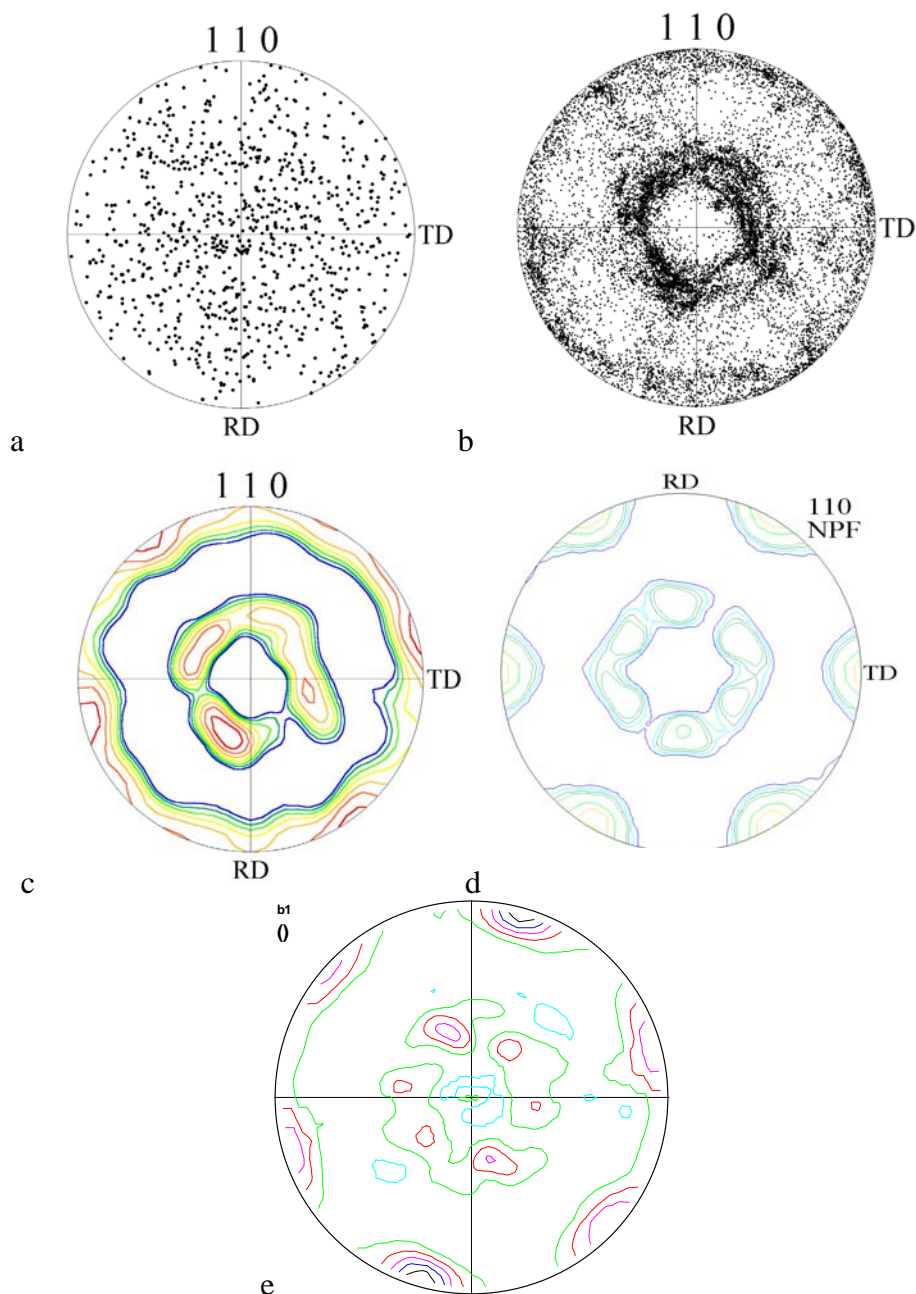


Figure III.6 : Comparaison qualitative des FDP {110} : a. état initial ; b. état simulé déformé (discret) ; c. état simulé déformé (niveau) ; d. obtenue expérimentalement par diffraction des neutrons ; e. obtenue expérimentalement par diffraction des rayons X

L'allure générale de la texture macroscopique est ici en bon accord avec les résultats expérimentaux obtenus en DRX mais aussi avec ceux obtenus par diffraction des neutrons (échantillon Ti29 *Chapitre II*).

β . Orientation locale

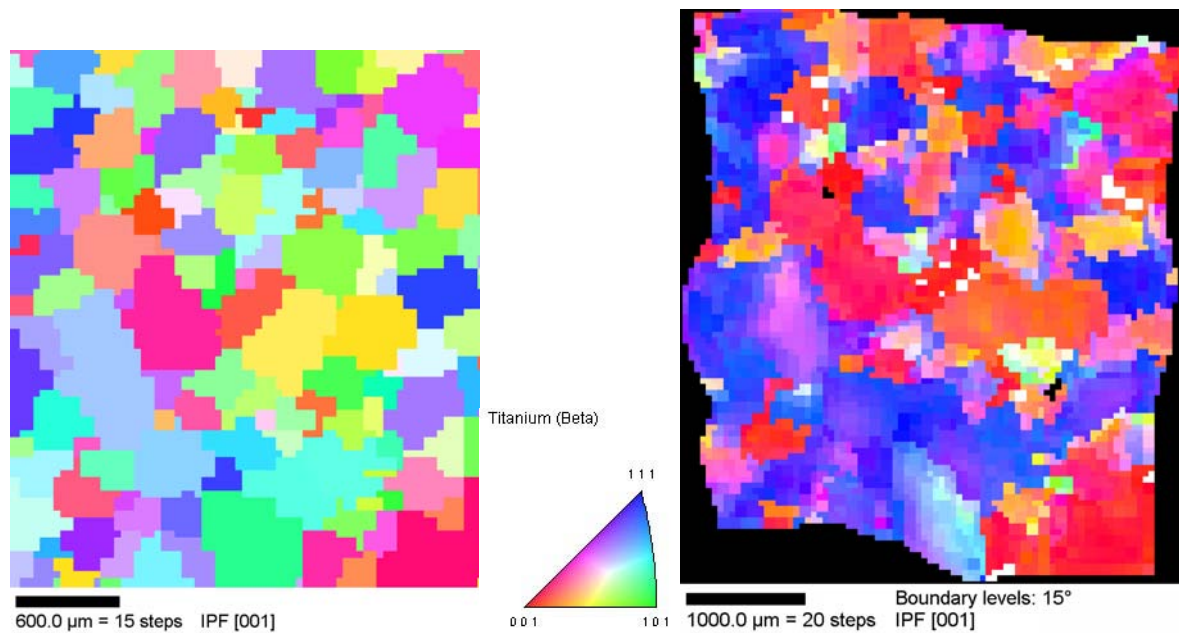


Figure III.7 : Cartographie des orientations cristallines initiale et après déformation ($\epsilon = 0,7$)

Sur les cartes figure III.7, l'orientation cristallographique suivant l'axe de compression est donnée. Si initialement aucune orientation cristallographique n'est privilégiée on constate qu'après déformation les grains se sont orientés tels que $\{100\}$ et $\{111\}$ soient parallèles à l'axe de compression, en accord avec les textures macroscopiques.

Un autre point important est la formation d'entités cristallographiques de taille millimétrique. En effet, les 3 grains centraux qui présentaient initialement 3 orientations différentes (rose, orange, jaune), présentent une orientation commune (tendant vers le rouge donc vers $\{100\}$) pour $\epsilon = 0,7$.

4) Discussion

Cette première tentative de simulation d'un essai de compression a porté sur un agrégat constitué de grains prismatiques peu représentatif de notre matériau. Les effets de frottement, les phénomènes d'échauffement adiabatique (important dans le cas du titane) n'ont pas été considérés dans notre calcul. De plus, la mesure des constantes élastiques doit être améliorée.

Toutefois, cette simulation numérique aura permis :

- de mettre en évidence des hétérogénéités intra et intergranulaire en contrainte et en déformation. Ces hétérogénéités proviennent des effets de structure mais aussi des incompatibilités de grain à grain. Ces hétérogénéités de contrainte, bien qu'un peu élevées ici, pourraient jouer un rôle important dans le changement de phase qui suit le forgeage.
- de retrouver, malgré le faible nombre de grains étudiés, une texture comparable à la texture expérimentale. Cependant une étude des niveaux est nécessaire pour conclure. Ce résultat traduit une hétérogénéité de rotation cristalline donc d'une formation de sous-joints voire de joints de grains.

La formation de la texture pendant le forgeage mérite une étude plus approfondie, sur un agrégat plus représentatif. L'amélioration des résultats passe par une optimisation des paramètres physiques et une meilleure maîtrise des temps de calcul.

IV/ Simulation 3D

1) Agrégat 3D Réel

a. Constitution de l'agrégat

Afin de mieux prendre en compte les effets entre grains et de retrouver les textures morphologique (grains aplatis après forgeage) et cristallographique (informations plus statistiques) nous avons décidé de constituer un véritable agrégat 3D.

La plage maximale accessible en EBSD étant de $3 \times 3 \text{ mm}^2$, nous avons choisi de constituer un cube de $3 \times 3 \times 3 \text{ mm}^3$. Considérant la microstructure, le travail à effectuer et la taille du maillage, nous avons décidé de réaliser 30 couches de $100 \text{ }\mu\text{m}$.

Le principe de la constitution d'un tel agrégat est simple (mais laborieuse) : déterminer les orientations en EBSD, polir, déterminer les orientations en EBSD, polir, etc.

Pour retrouver après chaque polissage la même zone, des perçages, réalisés par électroérosion, ont été utilisés (figure III.8). Afin de retirer précisément la quantité de matière voulue, un système équipé d'une vis micrométrique et d'une bague céramique a été retenu.

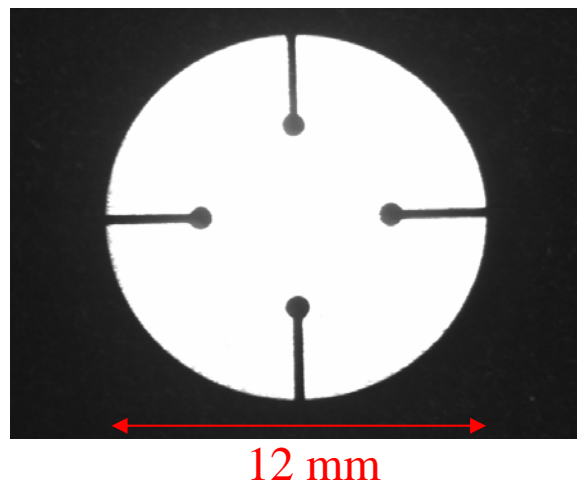


Figure III.8 : Perçage par électroérosion servant au repérage

La taille moyenne des grains étant de $300 \text{ }\mu\text{m}$, une épaisseur de $100 \text{ }\mu\text{m}$ fut retirée par chaque polissage. La texture de cet agrégat, fourni par la sommation des résultats EBSD des 30 couches (figure III.9), est donnée figure III.11.

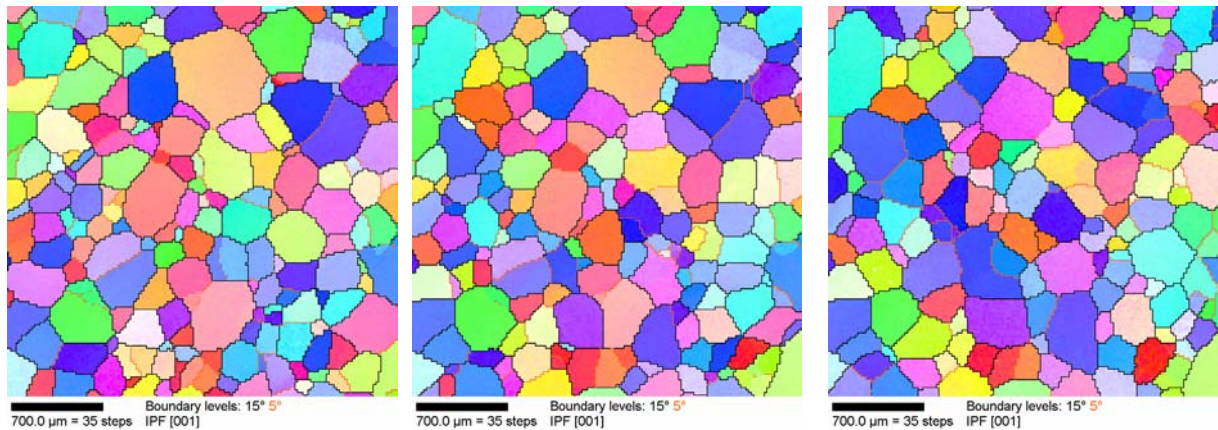
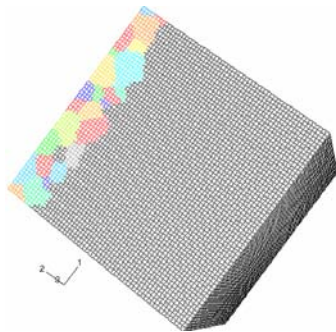


Figure III.9 : Exemple de trois couches successives acquises pour la constitution de l'agrégat 3D



Au final, l'agrégat reconstitué est de $3 \times 3 \times 3 \text{ mm}^3$ avec 111630 éléments de type C3D8R (figure III.10). L'avantage de cette méthode réside dans la description réaliste de la microstructure et donc des relations de grain à grain.

Figure III.10 : Maillage de l'agrégat 3D

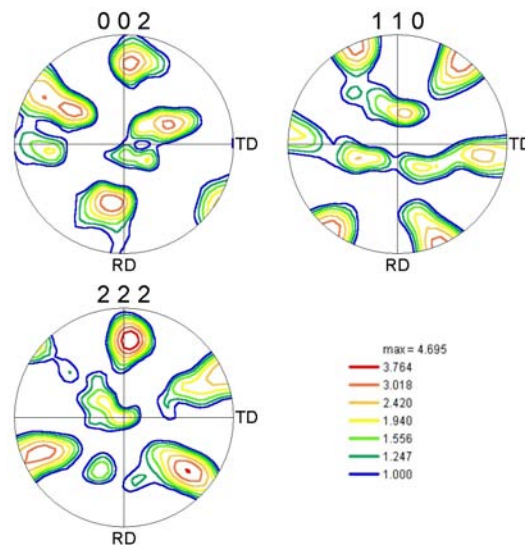


Figure III.11 : FDP initiales de l'agrégat réel (EBSD)

Remarque : les constantes élastiques ont été estimées à partir des essais de compression et d'autres furent ajustées à partir de la simulation de l'agrégat 1 couche. De plus un écrouissage initial isotrope a été considéré, en accord avec les résultats des essais instrumentés à $T > T_\beta$ de cette matière. Les conditions aux limites appliquées correspondent à une compression uniaxiale suivant l'axe 3. Aucun frottement n'est pris en compte.

b. Résultats

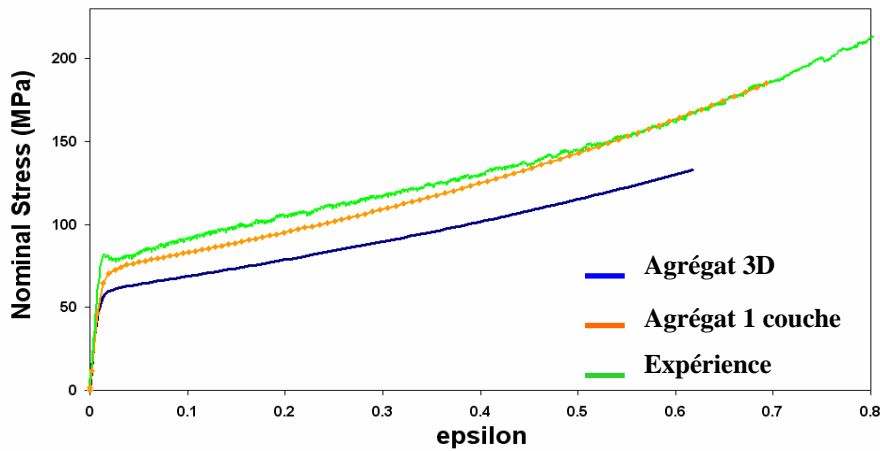


Figure III.12 : Comparaison des courbes σ_0 - ϵ

La figure III.12 présente les courbes de la contrainte nominale en fonction de la déformation. On constate que la courbe de comportement de l'agrégat 3D est inférieure aux deux autres. Ceci s'explique du fait des conditions aux limites qui conduisent à un comportement plus rigide du 2D par rapport au 3D. On peut toutefois noter que l'écroutissage est quant à lui, du même ordre de grandeur pour les différentes courbes. Des bandes de localisations ou bandes de cisaillement, proches des plans de cisaillement maximum, sont mises en évidence. Comme déjà observé sur l'agrégat 1 couche, des hétérogénéités intra et intergranulaires en contrainte et déformation sont observables sur les cartes présentées figure III.13.

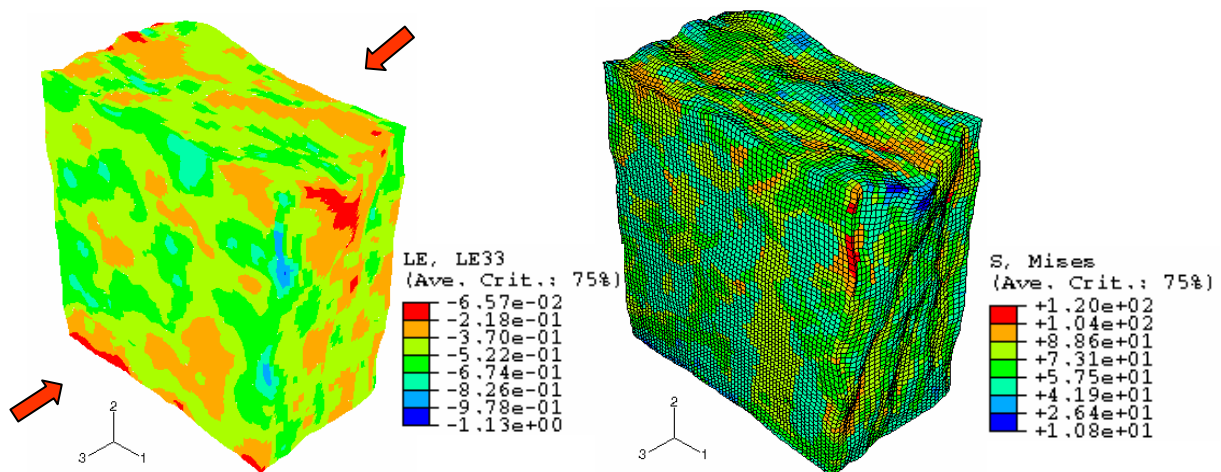


Figure III.13 : Déformation E_{33} et contrainte au sens de von Mises après déformation macroscopique de 0,5

L'observation de la 1^{ère} couche d'éléments permet de constater la formation de domaines cristallographiques importants, conduisant à des contraintes internes comme le montre la carte des contraintes au sens de von Mises (figure III.14). Les amas de grains formés par les hétérogénéités de rotation de réseau, induites par la déformation appliquée, sont proches des composantes {100} et {111}.

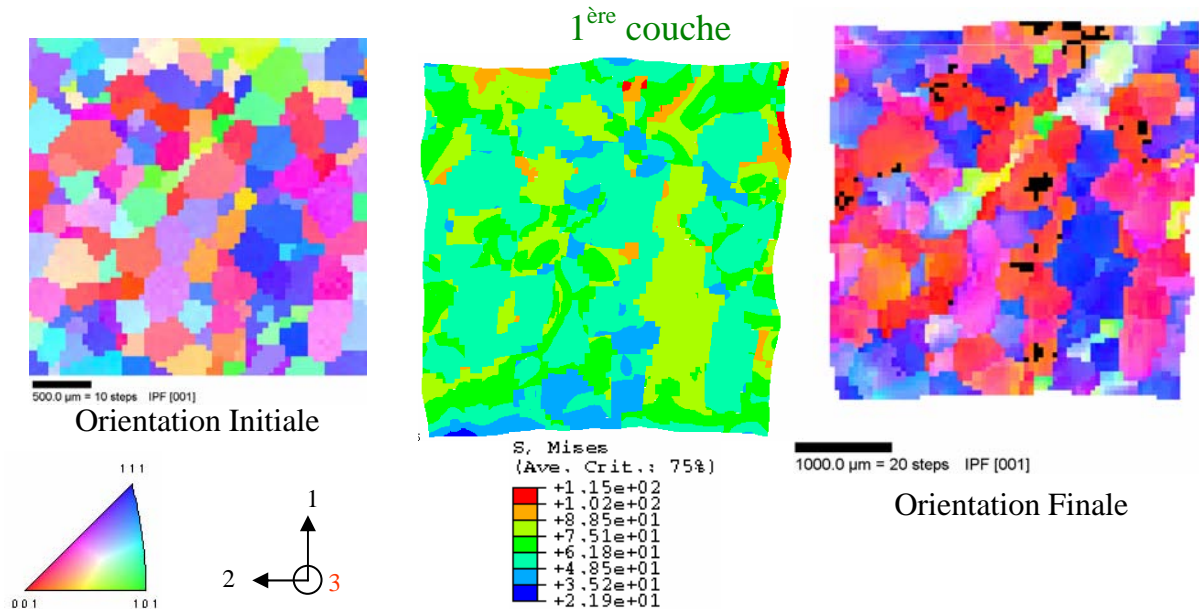


Figure III.14 : Cartographie d'orientation avant déformation (gauche), après déformation (droite) et carte des contraintes au sens de von Mises

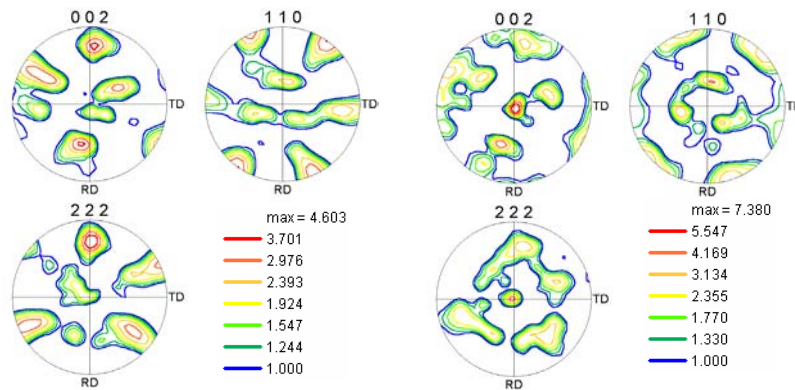


Figure III.15 : Figures de pôles de la couche n°1 avant (gauche) et après déformation (droite) de 0,5

La comparaison des "textures" de cette couche (figure III.15), avant et après déformation, indique une très forte rotation ; ainsi le maximum évolue de 4,6 à 7,3. L'analyse des résultats de la 15^{ème} couche (figure III.16), au centre de l'agrégat, confirme l'apparition des domaines cristallographiques mais l'amplitude des rotations est inférieure à celle de la première couche. Le résultat est en accord avec les résultats de texture globale obtenus par DRX et neutrons.

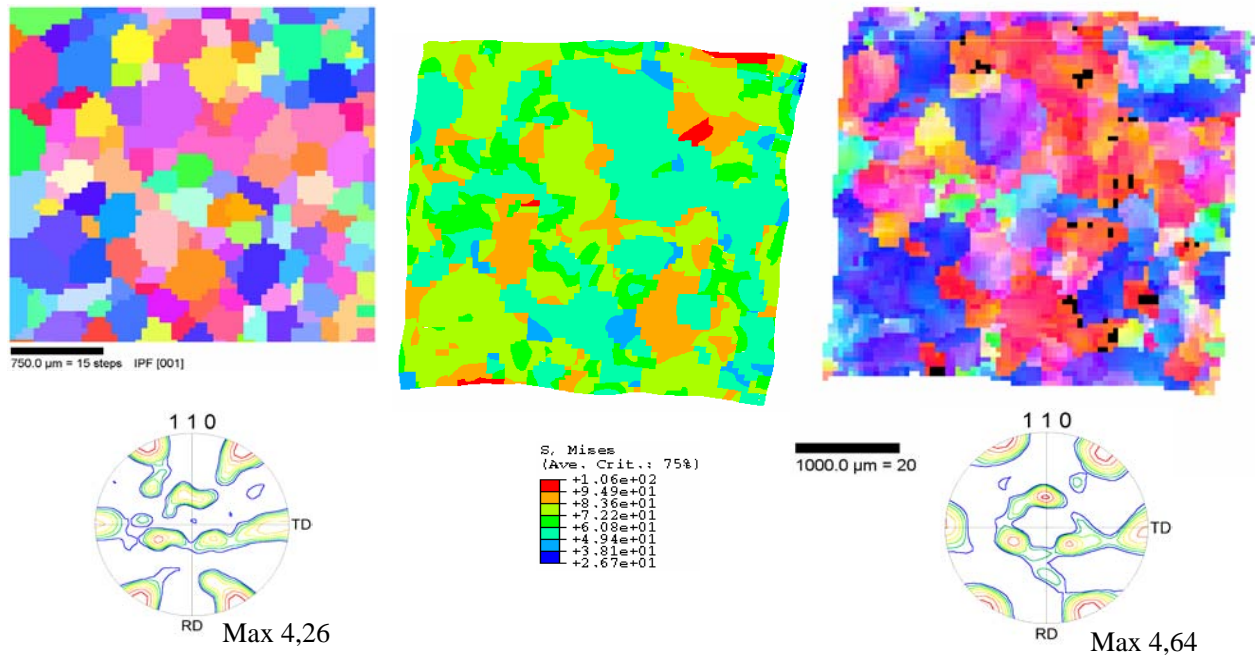


Figure III.16 : Couche n°15 : cartographies d'orientation avant (gauche) et après déformation (droite) et carte des contraintes au sens de von Mises (milieu)

L'évolution de la texture globale de l'agrégat 3D réel est donnée figure III.17. La réorientation macroscopique vers (100) et (111) y est visible.

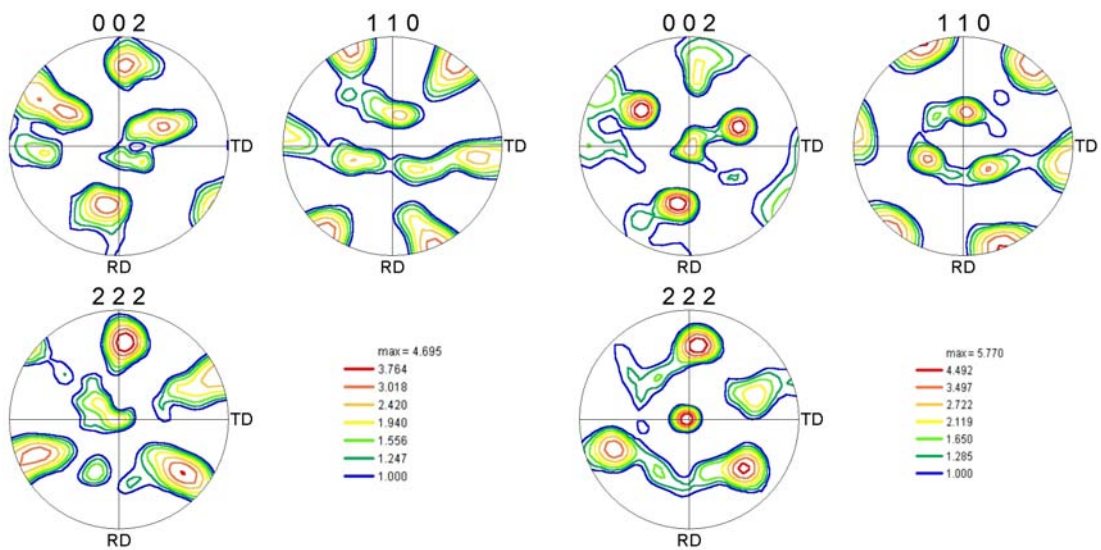


Figure III.17 : FDP de l'agrégat réel : à gauche état initial, à droite état déformé ($\epsilon \approx 0,5$)

c. Discussion

La formation des domaines cristallographiques de taille millimétrique, composés d'amas de grains présentant des désorientations faibles, a été mise en évidence au sein de l'agrégat 3D. D'après notre modélisation, cette macro-structure prend ses origines, pour une part importante, dans les rotations intragranulaires du réseau cristallin qui existent durant le forgeage en phase β . Une telle évolution est possible grâce à la fragmentation des grains qui semble être une caractéristique commune aux matériaux de maille cubique centrée.

L'alliage Ti17, comme beaucoup d'autres alliages de titane, présente de grandes hétérogénéités de texture, conséquence de l'existence de macro-structures. En conséquence, la détermination de la taille représentative pour un agrégat est difficile. En revanche, la loi d'érouissage choisie permet une bonne description de la pente d'érouissage expérimentale et la texture obtenue par la simulation est proche de celle de la phase β déterminée expérimentalement.

Afin d'estimer le rôle du voisinage, et donc celui de l'hérédité structurale, un autre agrégat isotrope à l'origine, a été modélisé. En effet, on peut s'interroger sur le rôle respectif de la plasticité cristalline et des effets de voisinage sur la formation de ces domaines cristallographiques.

2) Agrégat 3D Isotrope

a. Constitution de l'agrégat

La structure de l'agrégat réel a été conservée (donc même morphologie de grains) mais l'orientation des grains a été modifiée de telle sorte que l'on obtienne "globalement" un agrégat isotrope. 4814 orientations cristallographiques ont été générés et ont conduit à la formation de la texture globale présentée figure III.18, non parfaitement isotrope mais de très faible intensité (max = 1.5) par rapport à la texture de l'agrégat réel (max = 4,7).

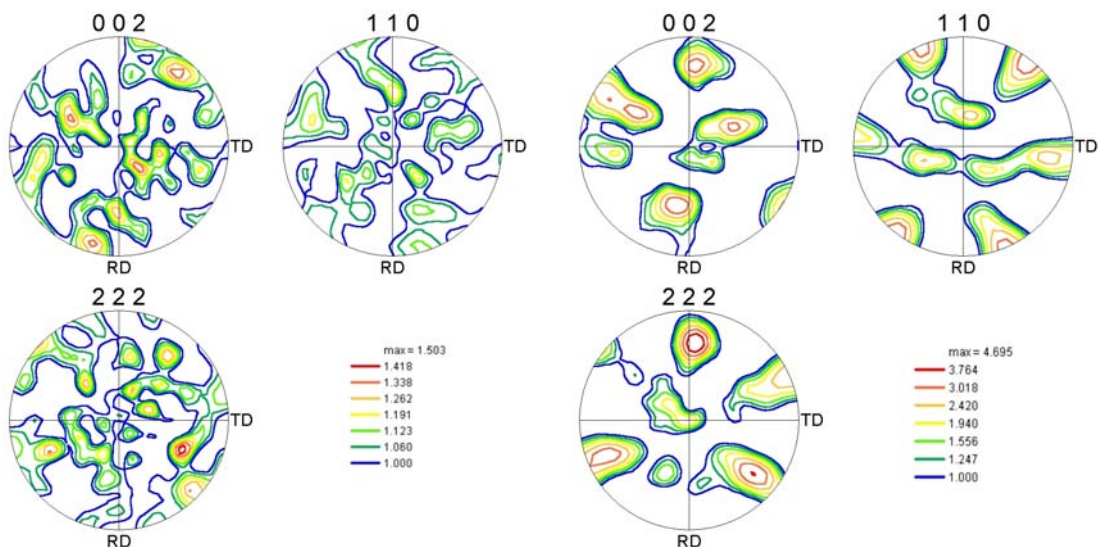


Figure III.18 : Comparaison des FDP initiales de l'agrégat isotrope (gauche) et réel (droite)

b. Résultats

Après 50% de déformation, la texture globale simulée de l'agrégat est classique du forgeage d'un cubique centré (figure III.19). Elle est très symétrisée par rapport à la texture de l'agrégat réel.

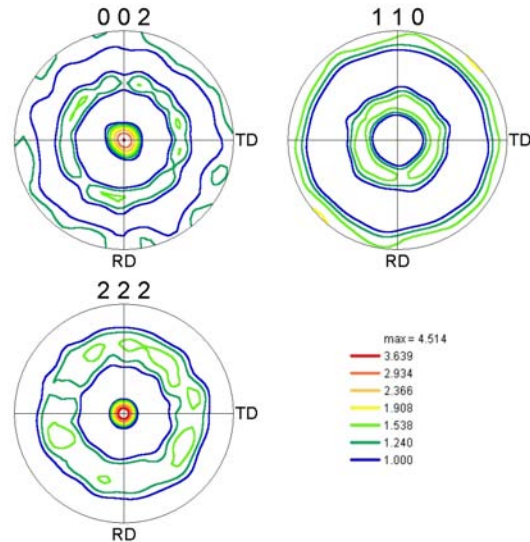


Figure III.19 : FDP de l'agrégat isotrope à $\varepsilon = 0,5$

L'orientation locale est plus difficile à étudier et surtout à comparer au cas de l'agrégat réel. En effet, la figure III.20 présente les résultats de la couche n°1 car c'est la seule couche qui, du fait des conditions aux limites, reste plane (figure III.21).

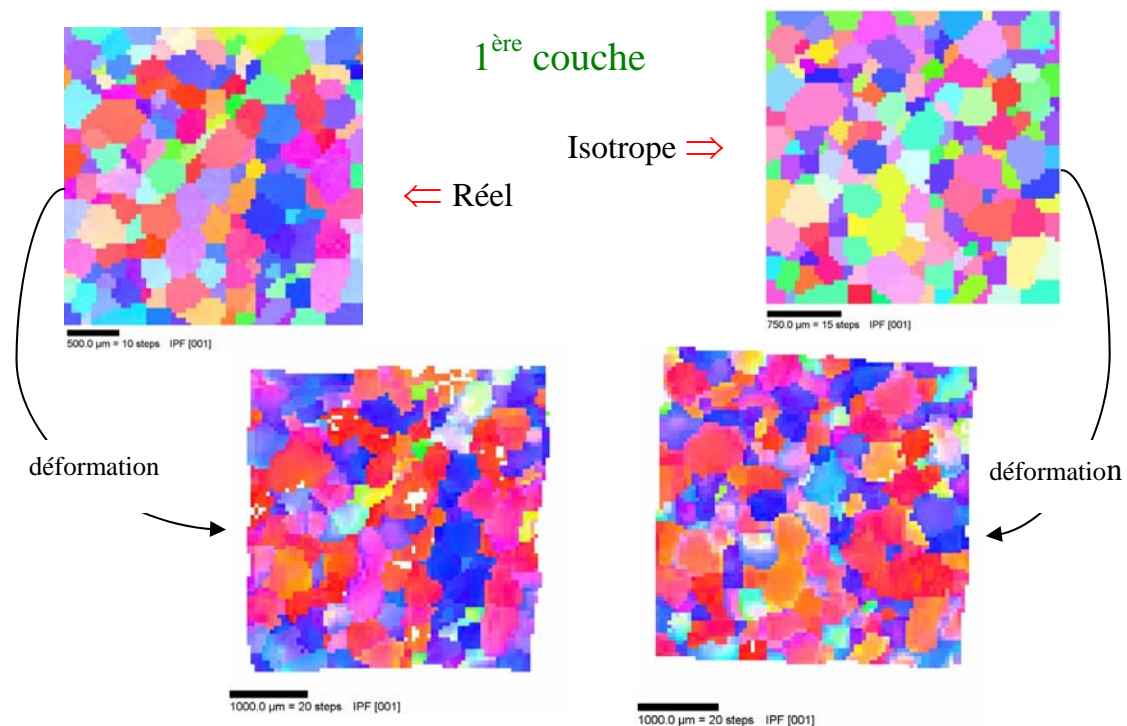


Figure III.20 : Comparaison des cartographies de la couche 1 de l'agrégat isotrope et de l'agrégat réel avant et après déformation

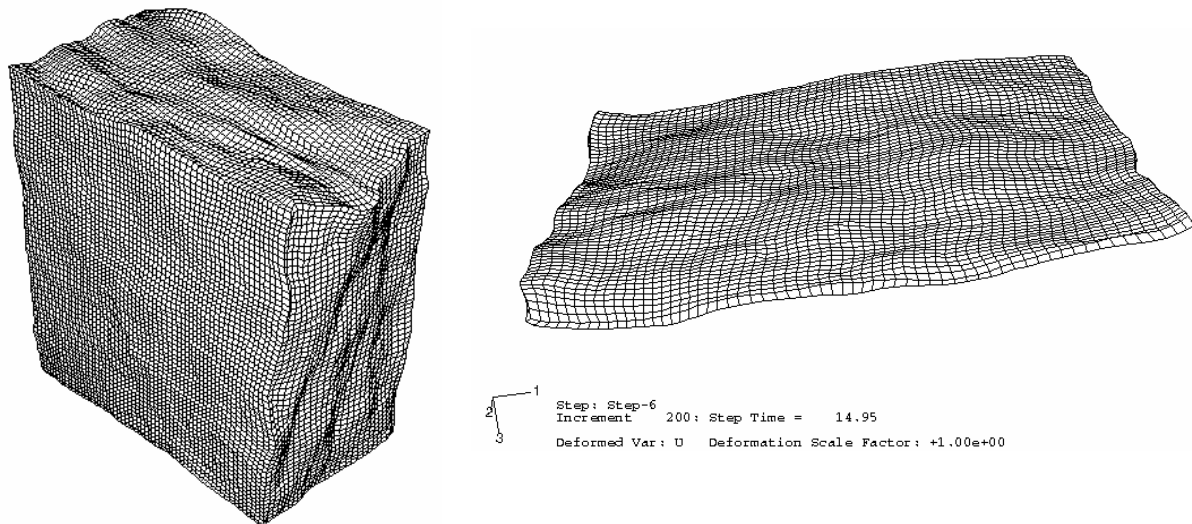


Figure III.21 : Déformée de l'agrégat et déformée de la couche n°15

La question du/des critère(s) d'évaluation et de comparaison quantitative entre agrégat réel et agrégat isotrope se pose.

En effet sur la figure III.22, une couche intermédiaire a été analysée, mais le mode de récupération des données soulève un problème majeur. En effet, la "couche" récupérée à z constant (axe 3), traverse dorénavant plusieurs couches initiales et par conséquent la comparaison initiale/finale se révèle difficile et a fortiori compliquée considérablement la comparaison agrégat réel vs agrégat isotrope (qui n'ont pas la même déformée puisque les grains sont d'orientations initiales différentes).

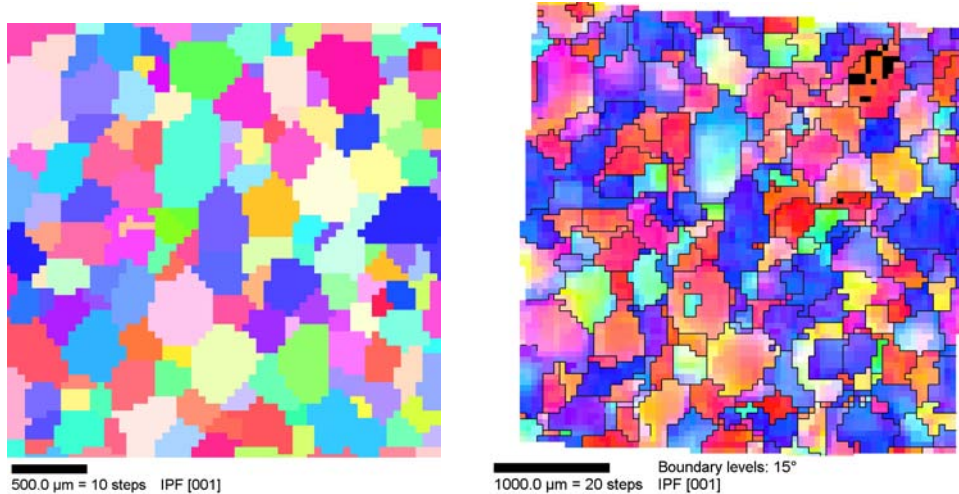


Figure III.22 : Couche n°15 de l'isotrope : à gauche carte initiale d'orientation, à droite carte d'orientation après déformation lors d'une récupération plane

La solution retenue est de rapporter l'orientation des grains dans la configuration initiale (figure III.23) avec l'avantage d'un meilleur suivi de l'évolution de l'orientation locale mais avec l'inconvénient d'une perte d'évolution de la morphologie et du couplage morphologie orientation locale.

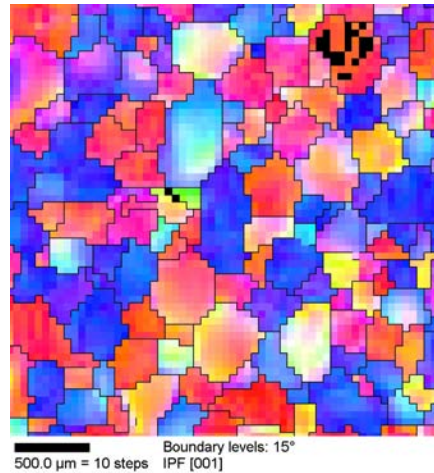
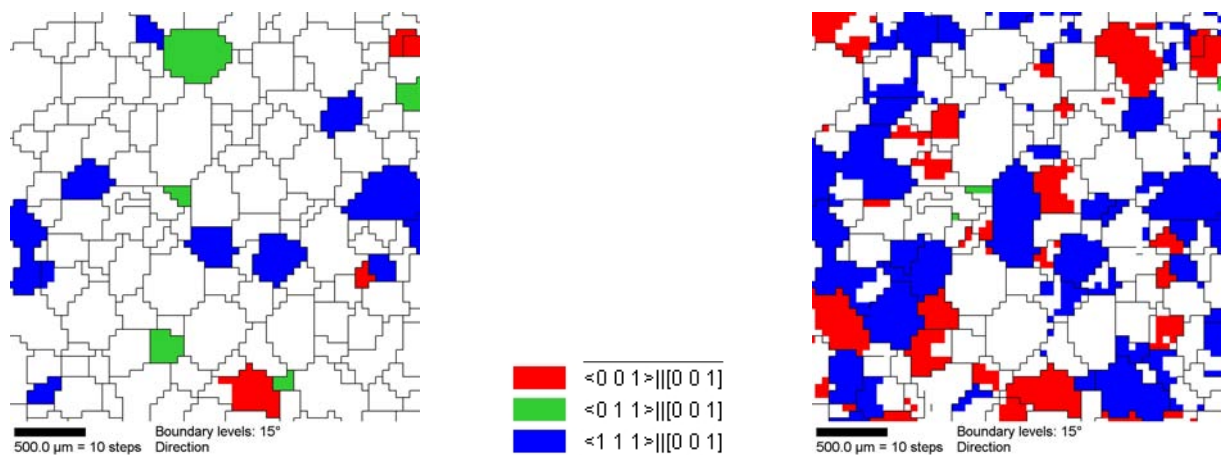


Figure III.23 : Couche n°15 de l'isotrope : carte d'orientation ramenée dans la configuration initiale

c. Discussion

Tout comme dans le cas de l'agrégat réel, on observe une réorientation des grains en faveur de l'alignement d'un axe $\langle 100 \rangle$ ou $\langle 111 \rangle$ suivant l'axe de compression. Ces réorientations conduisent à la formation de plages cristallographiques plus importantes que la taille de grains classique.

Cependant, le critère "visuel" ne peut être considéré comme objectif puisque trop dépendant de l'observateur. Par conséquent, une approche plus quantitative doit être déterminée. Considérant les domaines cristallographiques, il faut d'abord seuiller l'écart par rapport à une direction particulière (dans notre cas c'est la direction $\langle 100 \rangle$ (rouge) et la direction $\langle 111 \rangle$ (bleu) qui sont pertinentes). La valeur du seuil est discutable. Mais dans l'exemple suivant le seuil a été pris arbitrairement à 10° pour 0 et 0,5 de déformation (figures III.24a&b).



Agrégat isotrope $\varepsilon = 0$

Agrégat isotrope $\varepsilon \approx 0.5$

Figure III.24a : Couche n°15 de l'agrégat isotrope : sélection des "grains" présentant une direction $\langle 001 \rangle$ ou $\langle 011 \rangle$ ou $\langle 111 \rangle$ alignée suivant l'axe de compression $DN=[001]$ à 10° près, avant et après déformation

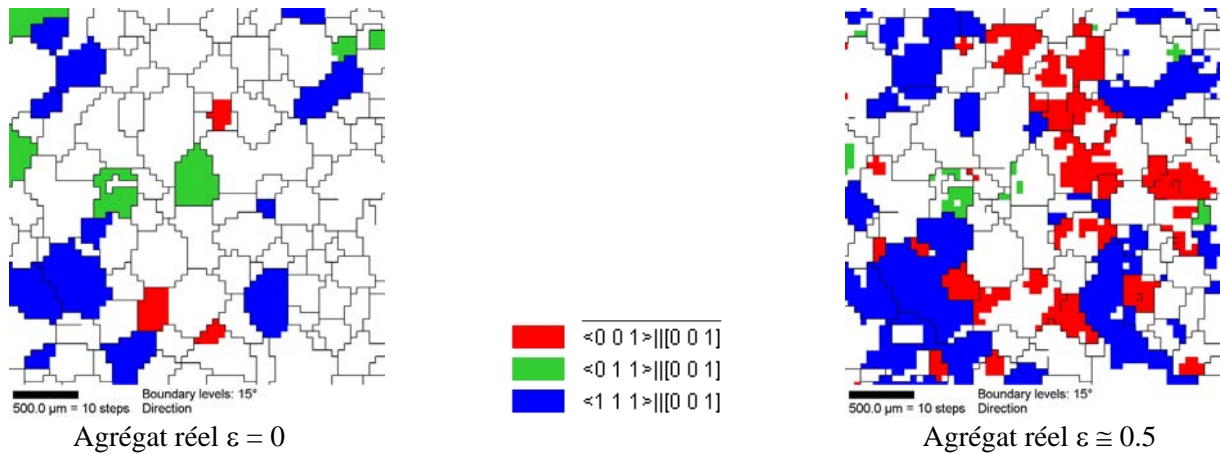


Figure III.24b : Couche n°15 de l'agrégat réel : sélection des "grains" présentant une direction $\langle 001 \rangle$ ou $\langle 011 \rangle$ ou $\langle 111 \rangle$ alignée suivant l'axe de compression $DN=[001]$ à 10° près, avant et après déformation

Le tableau III.2 permet de quantifier l'évolution des composantes mais ne satisfait pas à la détermination des dimensions des domaines cristallographiques. A noter que l'évolution de la densité de joints de grains de désorientation supérieure à 15° , tableau III.3, traduit bien la fragmentation des grains au cours de l'essai. De plus, on constate, en comparant ce taux entre les deux agrégats, réel et isotrope, que l'agrégat réel présente initialement un plus faible taux de joints de grains supérieurs à 15° .

| | Ag_réel_ε=0 | Ag_réel_ε≈0,5 | Ag_isotrope_ε=0 | Ag_isotrope_ε≈0,5 |
|--------------------------------|-------------|---------------|-----------------|-------------------|
| $\langle 001 \rangle // [001]$ | 1.6 | 13.6 | 1.8 | 13.4 |
| $\langle 011 \rangle // [001]$ | 4.9 | 1.5 | 3.2 | 0.2 |
| $\langle 111 \rangle // [001]$ | 12.8 | 25.3 | 8.8 | 27.3 |

Tableau III.2 : % d'axe $\langle X \rangle$ aligné suivant l'axe de compression $DN=[001]$ à 10° près

| | Ag_réel_ini | Ag_réel_0,5 | Ag_iso_ini | Ag_iso_0,5 |
|-------------------------------|-------------|-------------|------------|------------|
| % Joint de grains $>15^\circ$ | 85.9 | 25.2 | 98.2 | 27.7 |

Tableau III.3 : % de joints de grains de désorientation supérieure à 15°

Ensuite, via l'utilisation d'un logiciel de traitement d'image (Visilog), un diamètre équivalent peut être obtenu pour les différents domaines cristallographiques. Ainsi, la répartition des entités cristallographiques selon leur taille et leur orientation est accessible. Un exemple est donné par la figure III.25.

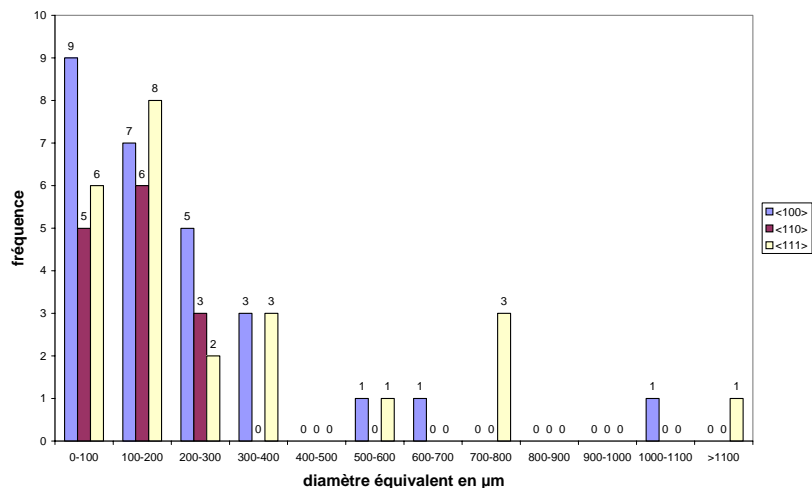


Figure III.25 : Exemple de résultats accessibles sur une couche via le traitement proposé

Ce traitement a été appliqué aux 30 couches de chaque agrégat où une valeur moyenne est donnée par couche pour les 3 orientations retenues (figures III. 26&27). L'hétérogénéité des résultats illustre une nouvelle fois la nécessité de travailler sur un agrégat 3D.

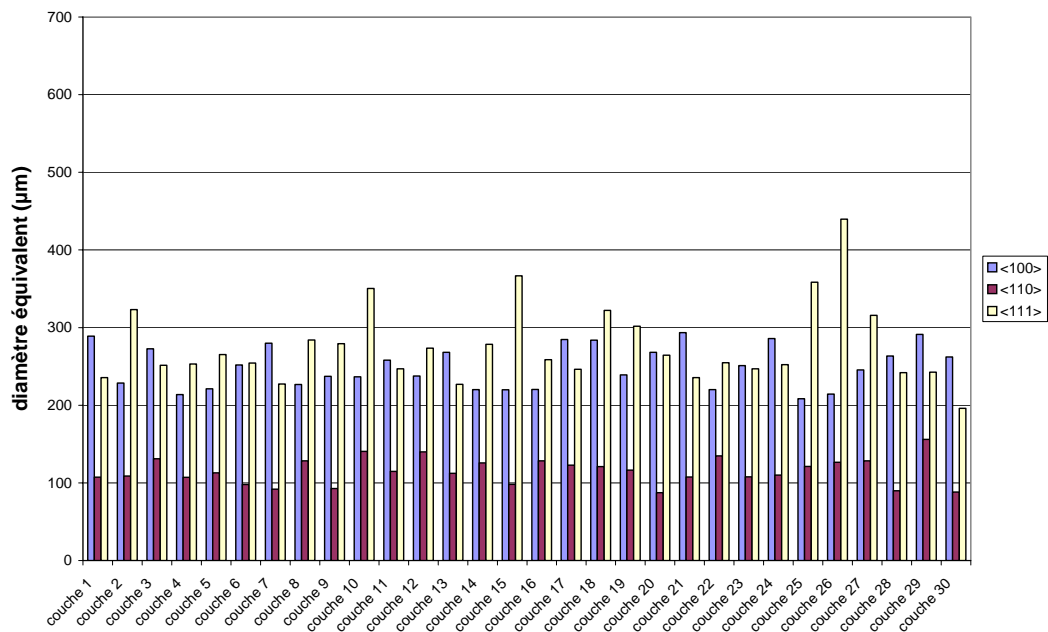


Figure III.26 : Diamètre équivalent moyen par direction et par couche de l'agrégat isotrope, seuillage de 15° à 0,6 de déformation

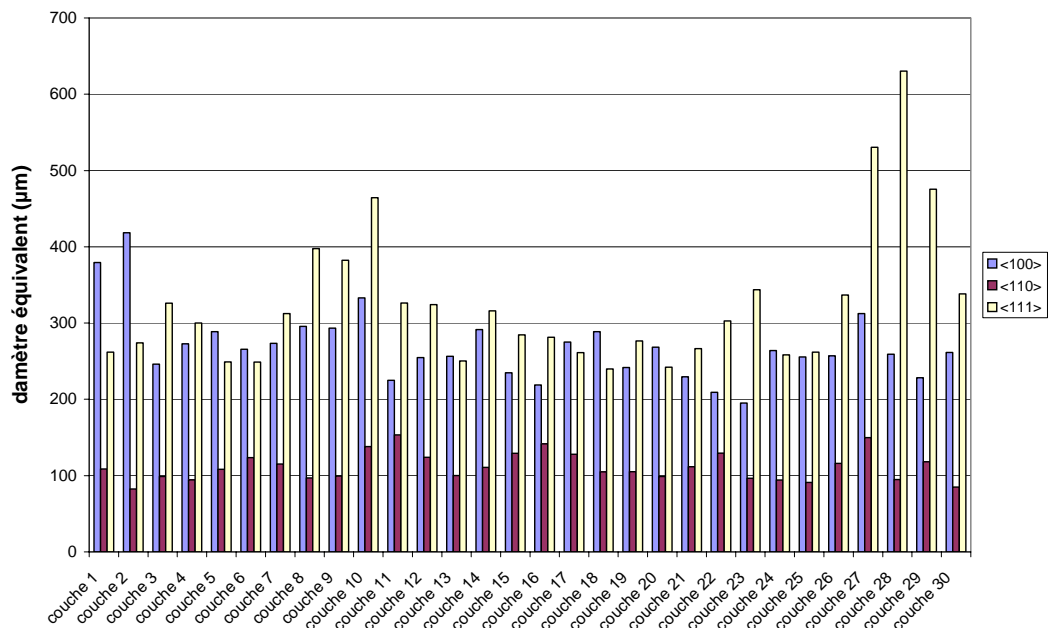


Figure III.27 : Diamètre équivalent moyen par direction et par couche de l'agrégat réel, seuillage de 15° à 0,6 de déformation

De même, le maximum du diamètre équivalent est donné, figures III.28&29, pour chacune des trois directions sélectionnées pour les 30 couches des deux agrégats.

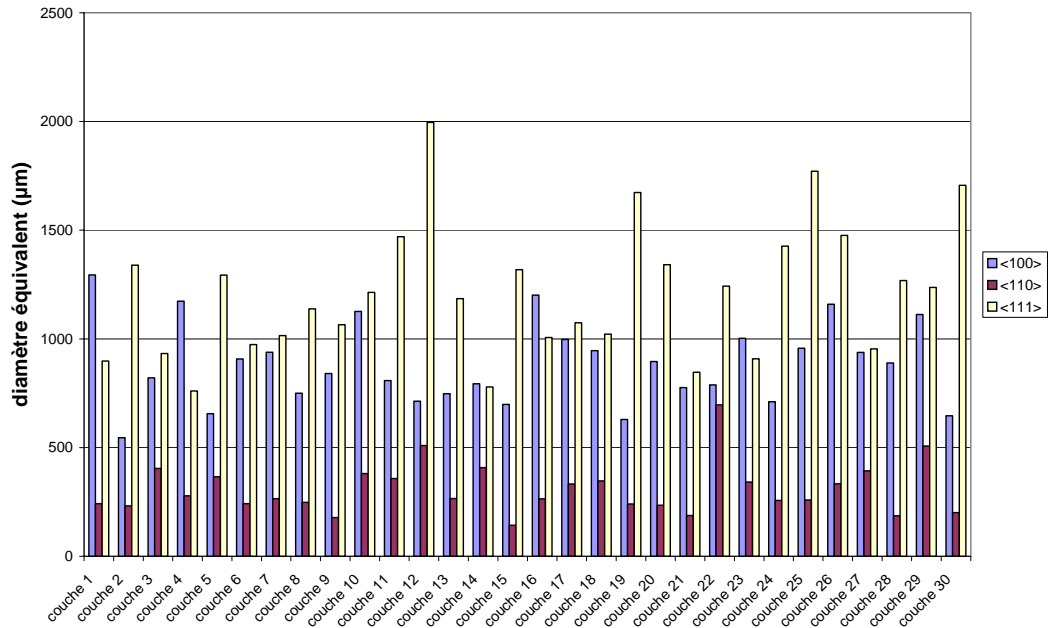


Figure III.28 : Maximum du diamètre équivalent par direction et par couche de l'agrégat isotrope, seuillage de 15° à 0,6 de déformation

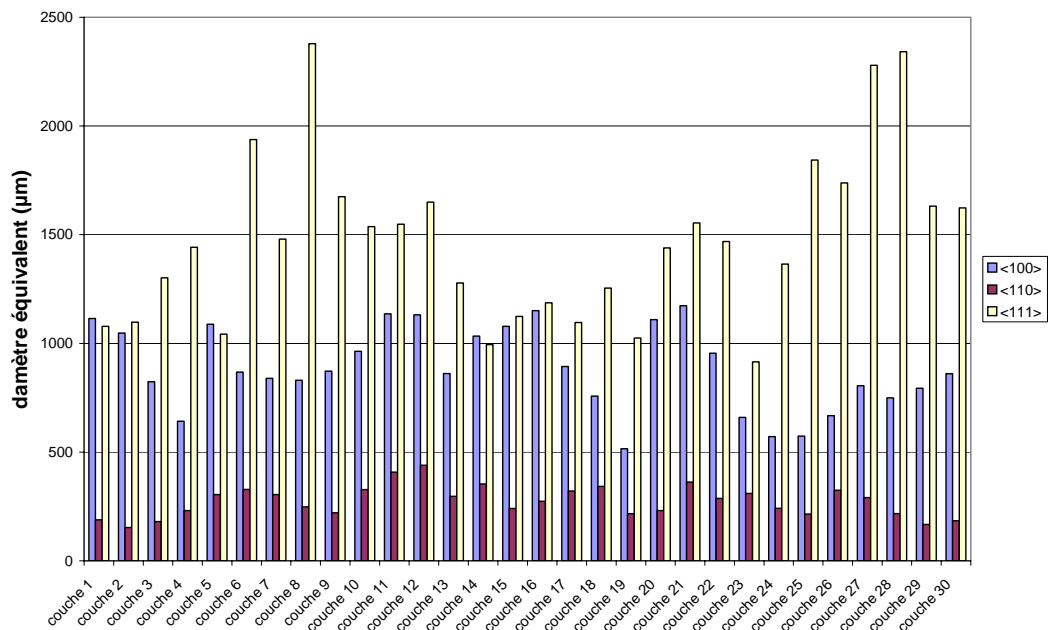


Figure III.29 : Maximum du diamètre équivalent par direction et par couche de l'agrégat réel, seuillage de 15° à 0,6 de déformation

Ces résultats ne constituent pas des valeurs exactes, ils dépendent des critères utilisés pour les différents traitements. Cependant, l'application du même traitement à l'ensemble des données, permet un traitement objectif et rend possible la comparaison des résultats des différentes simulations. Ainsi, par cette approche semi quantitative, on peut s'affranchir de la vision subjective des cartes de couleur.

Du traitement des 30 couches des 2 agrégats dans l'état initial et déformé, on retiendra :

- la présence majoritaire de domaine de type <111>,
- des domaines plus grands dans le cas réel que dans le cas isotrope.

Conclusion partielle

La modélisation du comportement plastique du Ti17 lors du forgeage en phase β est nécessaire en l'absence d'un suivi expérimental facilement réalisable, afin de comprendre l'origine et la formation des textures globales et locales.

Une première simulation sur un agrégat 2D, dont la microstructure correspond à un échantillon monté en température à $T > T_\beta$ puis trempé, a donné une information concernant la formation de domaines millimétriques présentant une direction soit $\langle 100 \rangle$, soit $\langle 111 \rangle$ parallèle à l'axe de forgeage.

Afin d'augmenter la statistique du nombre de grains et de mieux prendre en compte l'effet de voisinage dans le volume, la construction d'un agrégat 3D ($3 \times 3 \times 3 \text{ mm}^3$), dit réel, a été entreprise. Si des questions subsistent sur la texture initiale de cet agrégat comparée à l'ensemble de celles obtenues par diffraction des neutrons, la texture finale est quant à elle en excellent accord avec l'expérience.

La formation des domaines cristallographiques de taille millimétrique, composés d'amas de grains présentant des désorientations faibles, a été retrouvée au sein de l'agrégat 3D. D'après notre modélisation, cette macro-structure prend ses origines, pour une part importante, dans les rotations intragranulaires du réseau cristallin qui existent durant le forgeage en phase β . Une telle évolution s'explique par les rotations cristallines qui conduisent à la convergence de deux directions cristallographiques des grains, ceci semble être une caractéristique commune aux matériaux de maille cubique centrée.

Le rôle respectif de la plasticité cristalline et des effets de voisinage sur la formation des domaines cristallographiques a été étudié par comparaison des résultats de l'agrégat réel avec un même agrégat dont les orientations cristallographiques ont été modifiées afin de constituer un agrégat dit isotrope.

Les résultats de cet agrégat 3D isotrope montrent que la formation des domaines cristallographiques, pour de grandes déformations, est proche de celle de l'agrégat 3D réel. La texture finale de cet agrégat présente une évolution similaire mais néanmoins plus éloignée de l'expérimentale comparée à celle obtenue via l'agrégat réel. Le traitement des résultats 3D, de façon objective, indique une taille de domaines cristallographiques plus importante dans le cas réel que dans le cas isotrope. Par conséquent, les textures morphologique et cristallographique du matériau d'approvisionnement et leur évolution lors de la montée en température semblent jouer un rôle non négligeable. En revanche, les deux cas tendent à mettre en évidence la formation privilégiée de domaine de type $\langle 111 \rangle$.

Les points à améliorer concernent essentiellement :

- l'identification des paramètres du modèle. Ce point suppose de nombreuses expériences à chaud, qui sont difficiles à mettre en œuvre.
- le raffinement du maillage. Ceci permettrait d'avoir une bonne description de l'énergie stockée et des contraintes internes donc des informations pouvant être utilisées pour décrire la recristallisation en fin de cycle [ERI03], et les changements de phase lors du refroidissement. Ces deux points sont, dans le cadre de notre étude, hors sujet.

Chapitre IV

Caractérisation en fatigue du matériau forgé

Chapitre IV

| | | |
|------------|--|-----------|
| I/ | Éléments de bibliographie | 67 |
| II/ | Études expérimentales | 72 |
| 1) | Essais conventionnels "Snecma Moteur" | 72 |
| a. | Éprouvettes et conditions d'essais..... | 72 |
| b. | Résultats des essais de fatigue | 73 |
| c. | Conclusion..... | 82 |
| 2) | Essais de fatigue en flexion plane..... | 83 |
| a. | Éprouvettes et conditions d'essais..... | 83 |
| b. | Résultats macroscopiques | 84 |
| c. | Rôle de l'orientation cristallographique locale..... | 87 |
| d. | Conclusion..... | 96 |

La modélisation du forgeage en phase β nous a permis de comprendre l'évolution de l'orientation des grains β au cours de la déformation. Cette évolution se caractérise par la réorientation progressive des grains β vers deux orientations particulières. Ainsi majoritairement deux types de domaines, composés de plusieurs grains β , sont observés : ceux où les grains β présentent un axe $\langle 100 \rangle$ suivant l'axe de forgeage et ceux où l'axe $\langle 111 \rangle$ des grains β s'aligne avec l'axe de forgeage.

Ce résultat n'est pas sans conséquence sur la morphologie et surtout sur l'orientation de la phase α qui croît lors du refroidissement après forgeage ainsi que lors des traitements thermiques appliqués par la suite. La vitesse de refroidissement conditionne fortement la morphologie et les proportions des différentes phases α pouvant apparaître. Les phases α en présence et leur proportion respective en fonction de la vitesse de refroidissement, de la température initiale et autres paramètres des traitements thermiques dans le Ti17 font l'objet d'une thèse réalisée au LSG2M des Mines de Nancy par Julien Da Costa [COS05] et ne sont, en conséquence, pas abordés dans ce travail. Pour notre étude, le même traitement thermique, constitué d'une mise en solution et d'un revenu, a été appliqué à toutes les pièces. Celui-ci réalisé sous Argon a été établi de telle sorte qu'il reproduise le traitement thermique appliqué sur les pièces en production.

Quelques travaux relatifs aux rôles de la morphologie et de l'orientation cristalline des aiguilles sur la tenue en fatigue sont rapportés dans le paragraphe I. Nos résultats en fatigue obtenus sur des éprouvettes cylindriques selon un standard Snecma Moteurs et sur des éprouvettes plates sont donnés dans le paragraphe II. Les essais sur éprouvettes plates ont pour objectif d'étudier l'impact des orientations cristallographiques des phases α et β sur les propriétés mécaniques en fatigue.

I/ Éléments de bibliographie

La littérature recouvre une grande variété d'alliages de titane, de traitements thermomécaniques et de types d'essai en fatigue, mais est relativement peu fournie concernant le Ti17. Toutefois, une étude relativement complète sur le comportement en fatigue du Ti17 est présentée par Funkenbusch et Coffin [FUN78]. En effet, ces auteurs ont étudié en 1978 l'amorçage et les premiers stades de propagation en fatigue à faible nombre de cycles à température ambiante de trois microstructures de Ti17 obtenues respectivement par :

- forgeage dans le domaine β à 913°C puis traitement de 4h à 802°C (trempe eau) et 8h à 635°C (refroidissement air) ;
- forgeage dans le domaine $\alpha+\beta$ à 844°C puis traitement de 4h à 857°C (air soufflé), 4h à 802°C (trempe eau) et 8h à 621°C (refroidissement air) ;
- forgeage dans le domaine $\alpha+\beta$ à 816°C puis traitement de 4h à 861°C (air soufflé), 4h à 802°C (trempe eau) et 8h à 635°C (refroidissement air).

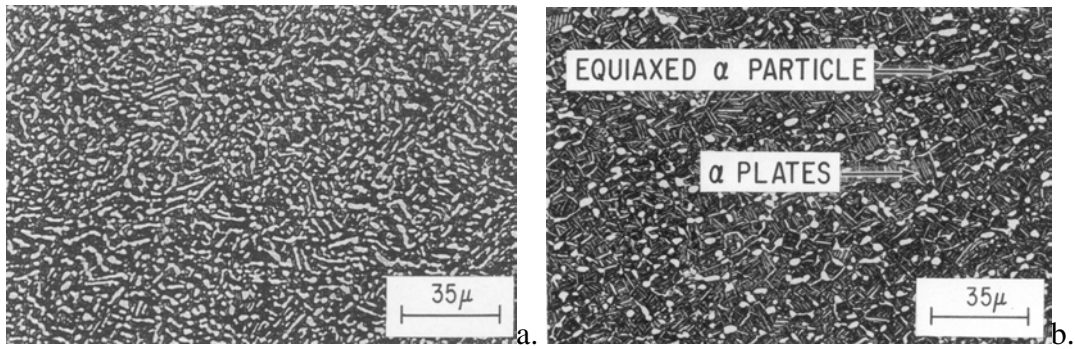


Figure IV.1 : Micrographies des échantillons forgés dans le domaine $\alpha+\beta$ à : a. 816°C b. 844°C

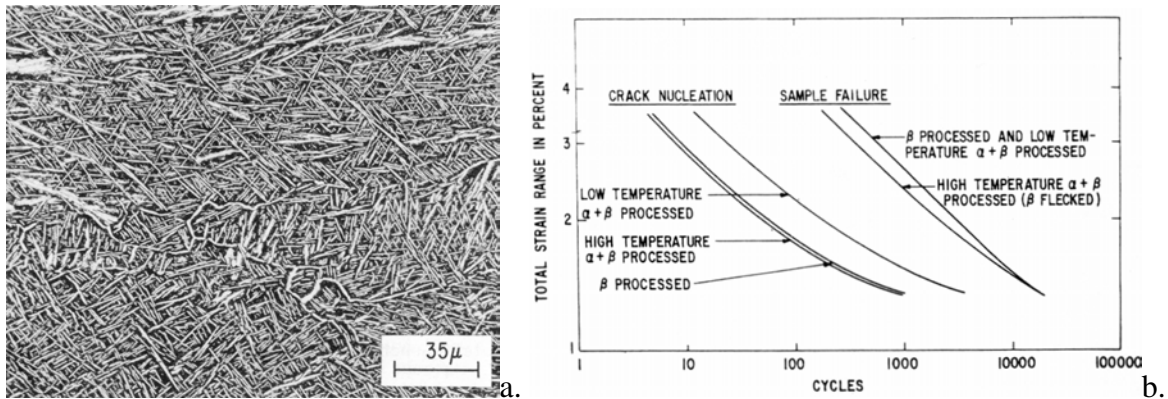


Figure IV.2 : a. Micrographie des échantillons forgés dans le domaine β à 913°C
b. Résultats des essais de fatigue [FUN78]

Les trois microstructures obtenues, figures IV.1 et IV.2a, testées en fatigue à faible nombre de cycles, sur éprouvettes plates en déformation totale imposée, présentent une multifissuration (figure IV.3). Celle-ci apparaît entre 3% et 5% de la durée de vie selon le niveau de déformation pour le forgé β . La croissance des différentes fissures conduit à la coalescence de ces dernières pour former une macrofissure aux environs de 70% de la durée de vie de l'éprouvette. L'amorçage apparaît le long de l'interface α_{wi}^P/β précédé par la formation d'extrusion. La croissance des fissures après amorçage est dépendante de la microstructure. Ainsi, il a été observé que si l'angle entre la fissure et une aiguille était inférieur à 45° alors la fissure suivait l'interface de cette aiguille.

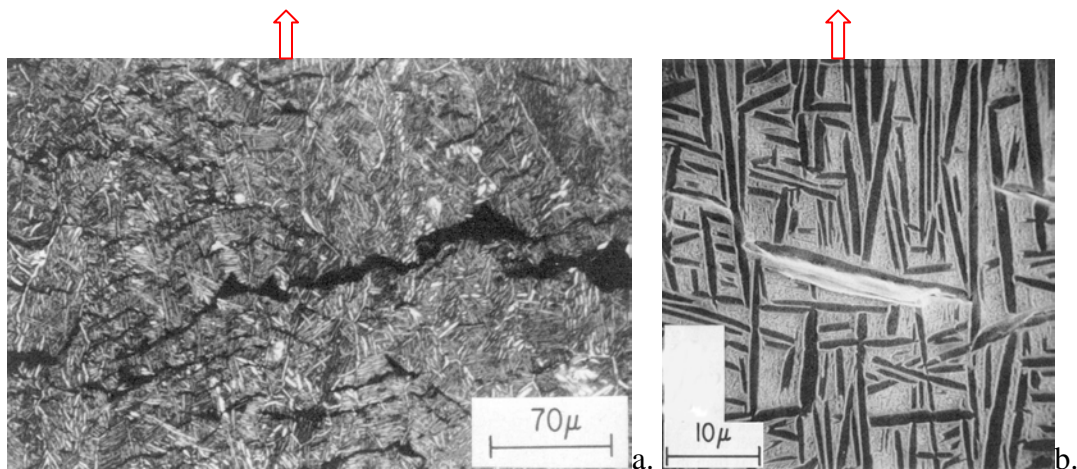


Figure IV.3 : a. Multifissuration et coalescence des fissures à 70% de la durée de vie pour le forgé β
b. Formation d'extrusion à l'interface d'une aiguille α et de la matrice dans le forgé β (axe de sollicitation vertical) [FUN78]

Ce résultat diffère pour le forgé $\alpha+\beta$ "basse température" où la fissuration apparaît soit à l'interface des nodules α soit sur des bandes de glissement à l'intérieur des nodules α (figure IV.4). Le chemin de propagation est relativement indépendant de la microstructure puisqu'il est constaté que la fissure traverse les différents nodules présents.

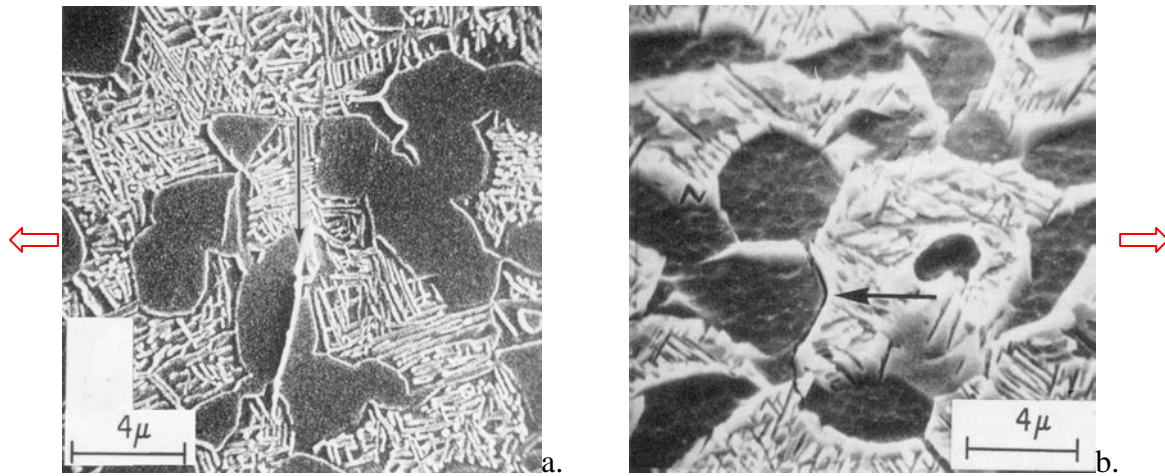


Figure IV.4 : Amorçage de fissures dans le forgé $\alpha+\beta$ à 816°C [FUN78]
a. sur une bande de glissement à l'intérieur d'un nodule α
b. à l'interface α/β

Ces auteurs attribuent ces résultats à la localisation de la déformation plastique. Dans le cas de l'endommagement à l'interface $\alpha^{P_{wi}}/\beta$, plusieurs hypothèses sont mentionnées concernant la localisation de la déformation. Ainsi malgré l'existence de relation d'orientation, les deux phases présentent peu de plans cohérents de part et d'autre de l'interface. Une autre source pourrait être la présence d'une phase intermédiaire entre les phases $\alpha^{P_{wi}}$ et β . Enfin l'éventualité du glissement de la phase β n'est pas écartée, celle-ci présente en effet un plan $\{112\}$ à moins de 12° du plan d'habitat de la phase $\alpha^{P_{wi}}$.

D'autres facteurs peuvent intervenir, en particulier l'environnement. Ainsi Demulsant et Mendez [DEM96] ont eux aussi comparé une microstructure lamellaire (Ti6246 forgé β) et une microstructure de type globulaire (TA6V forgé $\alpha+\beta$) en fatigue ($\Delta\sigma/2=+/-750\text{MPa}$) à l'ambiante mais aussi sous vide. Ils observent une différence de comportement selon l'environnement. En particulier pour le Ti6246 forgé β , ils proposent les schémas d'endommagement donnés figure IV.5.

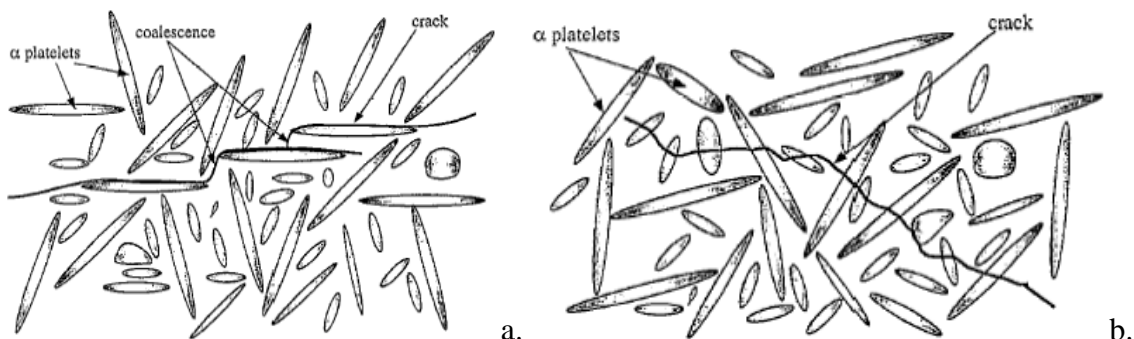


Figure IV.5 : Schémas d'endommagement pour le Ti6246 forgé β [DEM96]
a. dans l'air : multifissuration à l'interface α/β
b. sous vide : amorçage dans les aiguilles α

Dans le cadre de notre étude, le niveau de vide n'est pas un paramètre puisque les essais sont réalisés uniquement sous air soit à température ambiante soit à 200°C. On retiendra, des nombreux résultats présentés par Demulsant et Mendez [DEM96], qu'à température ambiante pour le Ti6246 forgé β , les auteurs relèvent la présence d'une multifissuration à l'interface α^P_{wi}/β favorisant par coalescence, la croissance des fissures. De plus, les auteurs constatent que ce type d'endommagement est fortement concentré dans certains ex-grains β .

L'amorçage par multifissuration et la propagation ont été au cœur de l'étude de Le Biavant [LEB00] portant sur du TA6V ayant subi toute la gamme de fabrication à Snecma Moteurs. Au cours de sa thèse, elle a mis en évidence, comme mentionné *Chapitre I*, le rôle notable d'une sur-structure où la phase α présente une orientation privilégiée, influençant la réponse mécanique locale du matériau. Selon la macrozone considérée, une fissuration plus ou moins intense est notée. Les fissures présentes après des essais réalisés à 800 MPa avec un rapport de charge $R = -1$, sont localement parallèles entre elles et la direction commune varie d'une macrozone à l'autre. D'après ses observations, les premiers stades de fissuration sont liés à l'activation et à la localisation du glissement basal ou prismatique. Comme pour les études précédemment citées, la coalescence des fissures est observée. À noter que si la coalescence n'était pas présente, la propagation s'apparenterait à un régime de fissure courte.

Des résultats équivalents ont été mis en évidence pour d'autres alliages. Ainsi Luquiau [LUQ96], sur l'alliage β -métastable Ti10.2.3, a constaté lors d'essais de fatigue oligocylique à $R = -1$ que l'interface α^P_{wi}/β des aiguilles s'endommageait d'autant plus que leur élancement était prononcé. Ce facteur, élancement des aiguilles, avait été observé par Awadé [AWA95] sur l'alliage β cez. Comme Le Biavant [LEB00] ou Demulsant [DEM96] mentionnés précédemment, une densité d'amorces plus élevée dans certains grains β est observée. Mais Luquiau [LUQ96] rapporte aussi que les aiguilles présentant leur plus grand axe géométrique orthogonal à la sollicitation s'endommagent les premières. Par la modélisation d'une particule α , de différentes morphologies et en tenant compte de l'anisotropie de la maille hexagonale, dans une matrice β , il est montré que la nature des sites d'amorçage est à relier aux incompatibilités locales de déformation et que l'amorçage est favorisé lorsque l'axe \bar{c} de la maille hexagonale est orthogonal à la direction de sollicitation. En effet, dans ce cas, les plans prismatiques sont orientés favorablement pour le glissement et donc créent une incompatibilité de déformation à l'interface.

Cet effet local de l'orientation des aiguilles, a été confirmé au niveau macroscopique par Bache et al. [BAC01] sur des éprouvettes de TA6V prélevées dans 2 directions dans une plaque laminée (figure IV.6) positionnant ainsi le plan basal parallèlement ou perpendiculairement à l'axe de sollicitation. Les résultats en fatigue et en flexion sont donnés figure IV.7. Les différences constatées sont attribuées à l'anisotropie du comportement de la maille hexagonale et son aptitude à la déformation selon l'angle fait entre la sollicitation et l'axe \bar{c} .

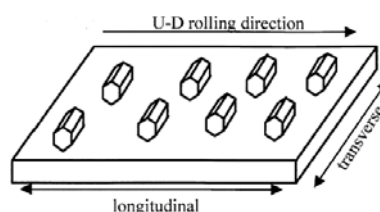


Figure IV.6 : Orientation de la maille hexagonale dans la tôle testée [BAC01]

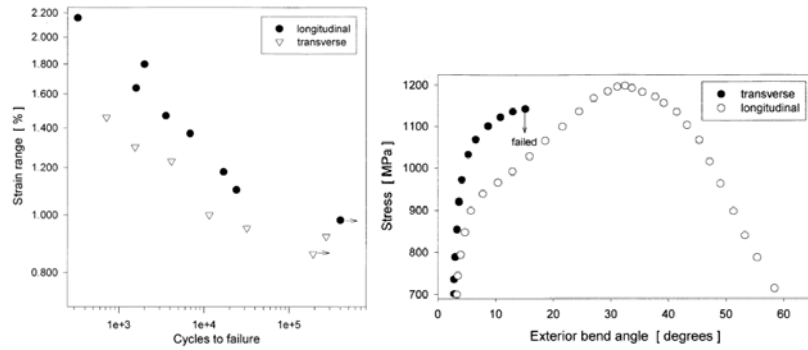


Figure IV.7 : Comparaison du comportement en fatigue (déformation imposée, $R = 0$) et en flexion d'un TA6V laminé selon le sens de prélèvement dans la tôle figure IV.6 [BAC01]

L'anisotropie plastique, s'ajoute à celle déjà présente au niveau élastique. Pour se convaincre de l'importance de l'anisotropie élastique, la variation du module d'Young de la maille hexagonale est fournie figure IV.8.

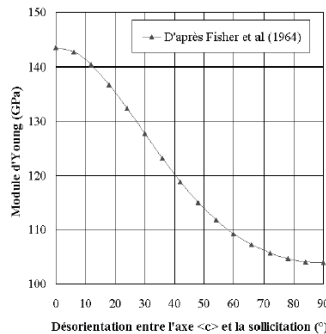


Figure IV.8 : Variation du module d'Young selon l'angle fait entre l'axe \bar{c} et l'axe de sollicitation [FIS64]

Concernant le Ti17, Gourbesville [GOU00], a retrouvé l'effet néfaste des aiguilles de fort élanement et de celles dont l'axe longitudinal est orthogonal à l'axe de sollicitation. Mais il a aussi établi qu'une augmentation de la fraction volumique des aiguilles α_{W1}^P dont l'axe forme un angle de 60° avec l'axe de sollicitation est particulièrement favorable à la durée de vie. Ce dernier point s'ajoute à la corrélation établie entre la durée de vie et l'orientation de la phase β présentée Chapitre I.

Ces différentes observations et hypothèses participent à la compréhension des mécanismes d'amorçage. D'autres études se sont intéressées à corréler un paramètre ou plusieurs paramètres à la durée de vie des éprouvettes en fatigue. Des différentes études conduites sur des alliages de titane forgés et du savoir-faire Snecma Moteurs, il ressort que lors de la mise en forme du Ti17, il est recommandé d'obtenir une microstructure fine présentant :

- une recristallisation en collier de la phase β avec des petits grains recristallisés
- une morphologie de la phase α_{GB} non continue et non rectiligne pour ne pas favoriser la propagation
- des aiguilles α_{W1}^P courtes, fortement enchevêtrées et désorientées les unes par rapport aux autres

L'objet n'est pas ici de réaliser une étude exhaustive des paramètres affectant la fatigue mais d'essayer de faire un lien entre les résultats constatés en fatigue, qui pour la plupart sont corrélés avec la phase α , et l'orientation des grains β issus du forgeage à $T > T_\beta$. En d'autres termes, les entités cristallographiques particulières de la phase β étudiées précédemment ont elles directement ou indirectement un rôle sur les propriétés mécaniques des éprouvettes lors d'essais de fatigue ?

II/ Études expérimentales

Deux types d'essais ont été retenus afin d'étudier les mécanismes d'amorçage. D'une part, des essais de fatigue tels que pratiqués à Snecma Moteurs lors des contrôles qualité en fabrication, c'est-à-dire à 200°C sur éprouvettes axisymétriques lisses. D'autre part, des essais de fatigue en flexion plane à l'ambiante sur éprouvettes plates dans l'objectif de corrélérer la zone d'amorçage avec la microstructure, l'orientation locale ou tout autre paramètre pertinent.

1) Essais conventionnels "Snecma Moteur"

a. Éprouvettes et conditions d'essais

Afin d'avoir une référence pour les essais type Snecma Moteurs sur des pièces forgées et traitées thermiquement, des éprouvettes issues d'un disque fan pour gros moteur m'ont été confiées pour analyse. Les éprouvettes ont été prélevées dans 5 zones différentes dans le disque comme indiqué sur la figure IV.9.

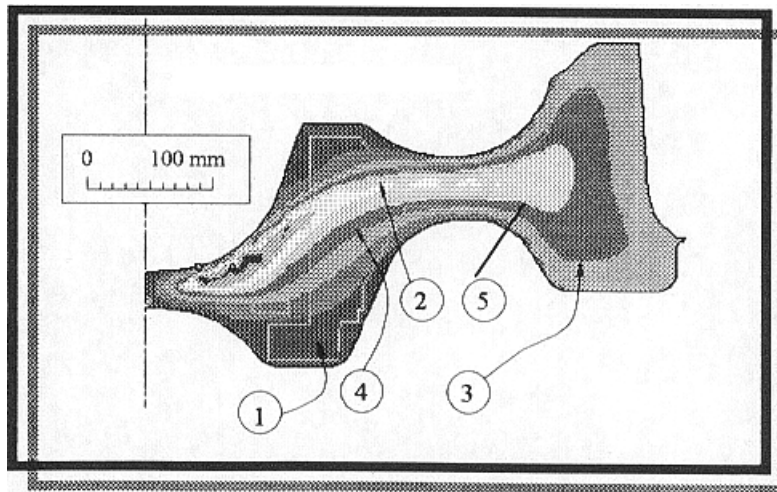


Figure IV.9 : Emplacement des zones de prélèvement des éprouvettes

Dans chacune des zones, 3 éprouvettes cylindriques ont été usinées. La géométrie des éprouvettes est présentée sur la figure IV.10. La rectification finale est effectuée à faible taux de contraintes résiduelles et le polissage s'effectue dans le sens longitudinal. Ceci afin d'éviter les sites d'amorçage qui seraient dus à un défaut de surface, lié à l'usinage.

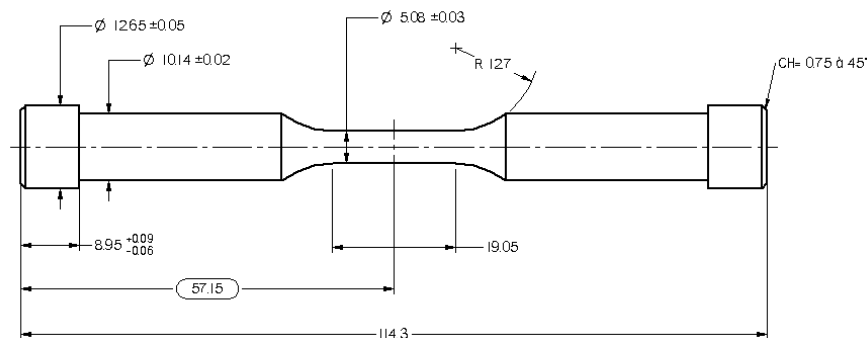


Figure IV.10 : Schéma des éprouvettes de fatigue

Comme on peut le constater sur le schéma de prélèvement, les 5 zones sont hétérogènes du point de vue de la déformation et donc de la microstructure. L'objectif de ce prélèvement était de définir l'effet conjoint de l'allongement de la fibre tangentielle ($R=\phi_2/\phi_1$) et de la vitesse de refroidissement sur la tenue en fatigue et de le confronter au modèle de prédiction développé par Gourbesville [GOU00].

Le rapport R (ϕ_2/ϕ_1) correspond au rapport du rayon d'un point matériel après la 2^{ème} étape de forgeage sur celui de ce même point avant la 2^{ème} étape de forgeage (figure IV.11). Ce rapport, qui décrit le fibrage de la pièce, correspond en 1^{ère} approximation à une déformation cumulée.

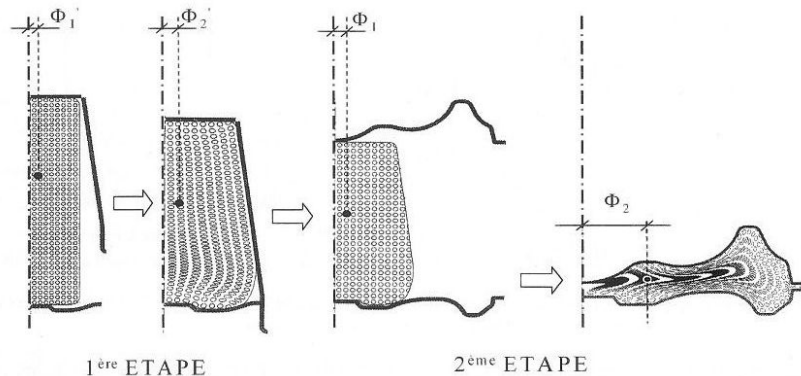


Figure IV.11 : Écoulement d'un point matériel au cours du forgeage (disque HP2, [GOU00])

La vitesse maximale de refroidissement pendant la trempe après forgeage et le rapport R ont été calculés par Snecma Moteurs, via le Post Processeur Métallurgique de Forge2[®], pour les éprouvettes de notre étude. Les résultats pour les différentes zones sont donnés dans le tableau IV.1.

| N° de zone | $R=\phi_2/\phi_1$ | Vitesse de refroidissement |
|------------|-------------------|----------------------------|
| 1 | <2 | 30 °Cmin ⁻¹ |
| 2 | >6 | 30 °Cmin ⁻¹ |
| 3 | 4 | 30 °Cmin ⁻¹ |
| 4 | 4 | <15 °Cmin ⁻¹ |
| 5 | 4 | >50 °Cmin ⁻¹ |

Tableau IV.1 : Caractéristiques des zones de prélèvement

Les résultats des essais de fatigue présentés dans ce rapport proviennent d'essais réalisés à 200°C (chauffage par induction) à rapport d'amplitude nul ($R_\epsilon = 0$). L'essai débute en déformation sinusoïdale totale imposée ($\Delta\epsilon = 0,78\%$) avec une fréquence de 1Hz. À partir de 85000 cycles, l'essai est piloté en mode force à la valeur de la contrainte stabilisée avec une fréquence de 10Hz jusqu'à rupture. Ces essais ont été sous-traités par Snecma Moteurs chez METCUT.

b. Résultats des essais de fatigue

L'enregistrement des données en cours d'essai, nous a permis de constater que les éprouvettes testées présentent toutes un adoucissement cyclique. Cet adoucissement cyclique est relativement faible et s'évalue entre 1 et 85000 cycles à 20 MPa en moyenne sur l'ensemble des éprouvettes.

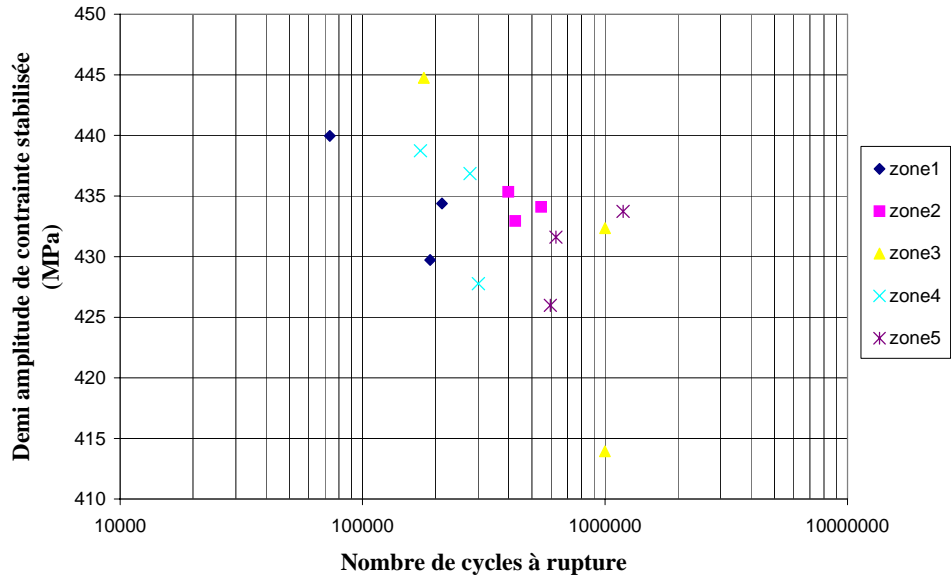


Figure IV.12 : Valeur de la demi-amplitude de la contrainte stabilisée $\Delta\sigma_s/2$ en fonction du nombre de cycles à rupture (3 éprouvettes par zone)

La figure IV.12 permet de constater l'hétérogénéité des résultats de durée de vie en fatigue. Le nombre de cycles à rupture varie de 73 304 à 1 187 486 pour l'ensemble des 15 éprouvettes testées. Ces résultats sont voisins de ceux obtenus sur 36 autres éprouvettes, issues de différents disques en Ti17, testées dans les mêmes conditions par Gourbesville (figure IV.13).

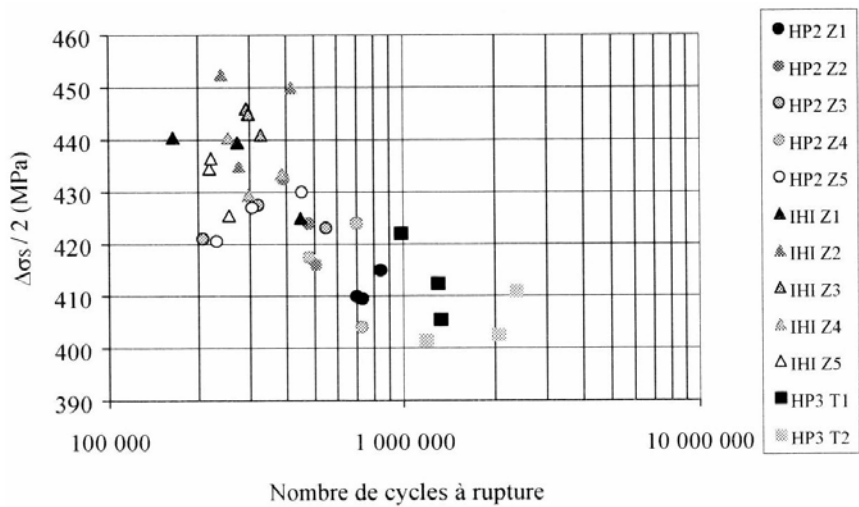
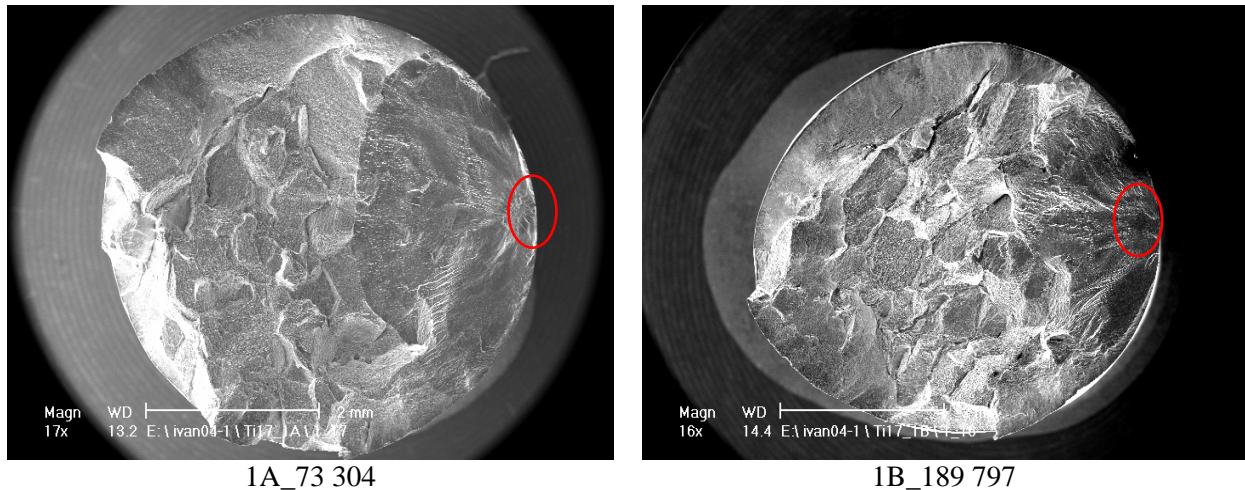


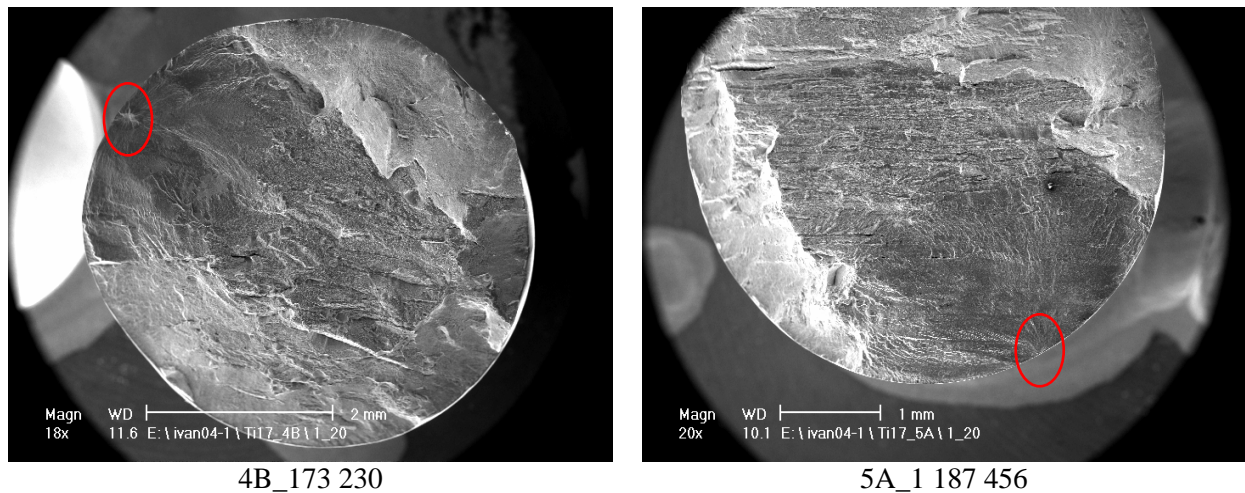
Figure IV.13 : Valeur de la demi-amplitude de la contrainte stabilisée $\Delta\sigma_s/2$ en fonction du nombre de cycles à rupture [GOU00]

De nos 15 éprouvettes testées, 4 ont fait l'objet d'une étude approfondie : 3 de faible durée de vie ainsi que celle de plus grande durée de vie.

La morphologie des grains β visibles sur les faciès de rupture (figures IV.14&15) est en adéquation avec les zones de prélèvement (bonne correspondance avec l'écoulement de matière). L'hétérogénéité du nombre de cycles à rupture se retrouve dans l'hétérogénéité des microstructures testées avec des ex-grains β plutôt équiaxes ayant subi assez peu de déformation (1A et 1B : zone de plus faible rapport ϕ_2/ϕ_1) et une microstructure 5A où les grains β ont subi une plus forte déformation et sont étirés orthogonalement à la sollicitation.



**Figure IV.14 : Faciès de rupture de deux des éprouvettes de la zone 1 et nombre de cycles à rupture
Repérage du site d'amorçage**



**Figure IV.15 : Faciès de rupture de deux éprouvettes (zones 4 et 5) et nombre de cycles à rupture
Repérage du site d'amorçage**

Pour se convaincre de la corrélation entre l'aspect général du faciès de rupture et la morphologie des grains, l'observation des macrographies figure IV.16 suffit. En effet, des tranches des éprouvettes ont été prélevées à 3mm environ en dessous du faciès de rupture, afin de pouvoir mieux corréler les observations du faciès et du site d'amorçage avec la macro/micro-structure.

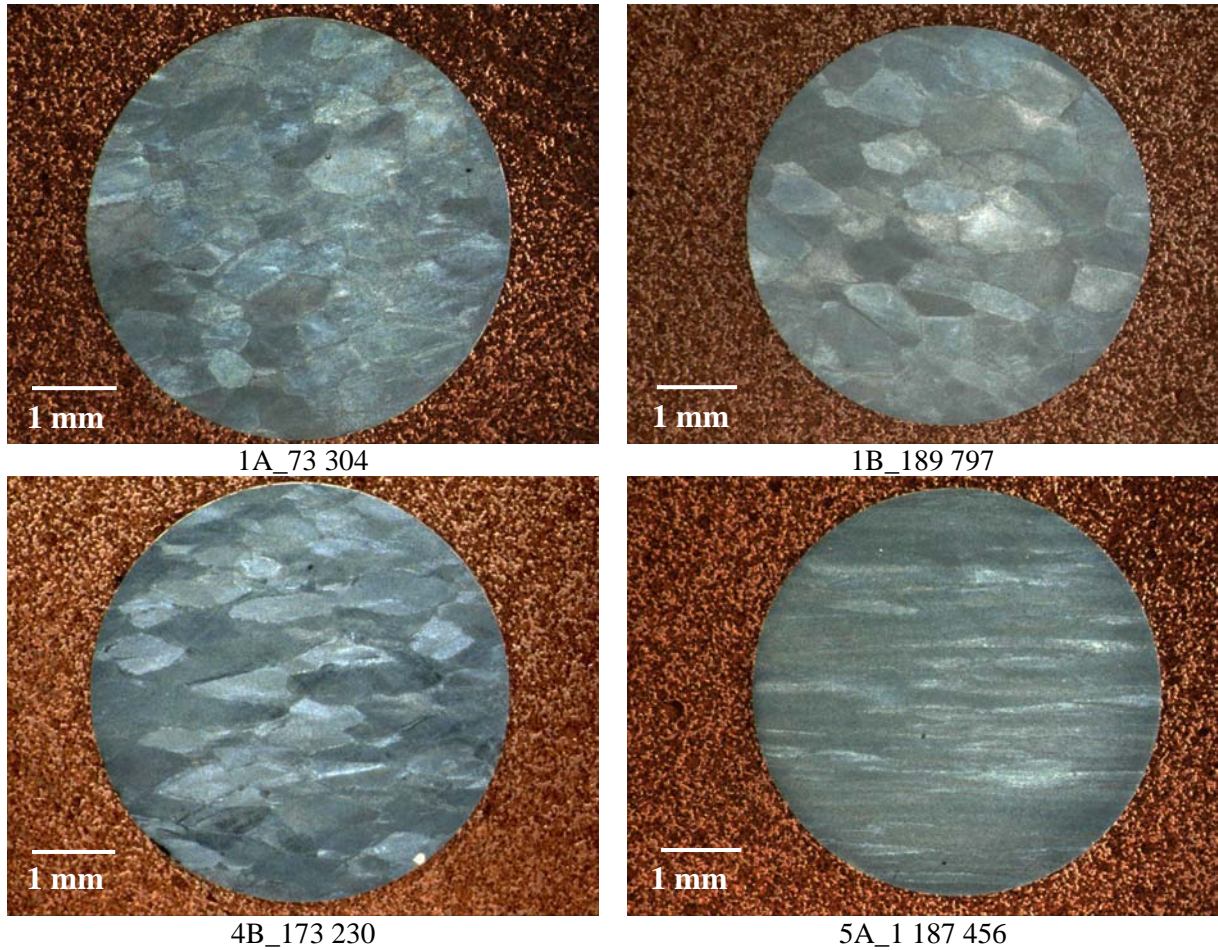


Figure IV.16 : Macrographies à 3 mm en dessous des faciès de rupture des figures IV.14&15 et nombre de cycles à rupture associé

➤ Aspect des faciès de rupture

Si la morphologie des ex-grains β est clairement apparente et différencie les faciès à première vue, les effets de la sollicitation, eux, semblent similaires. En effet, on constate sur les faciès de rupture un seul et unique site d'amorçage surfacique ou sub-surfacique qui affecte une zone "en fatigue", dite lunule, de taille avoisinant 1,5-2 mm dans les quatre cas.

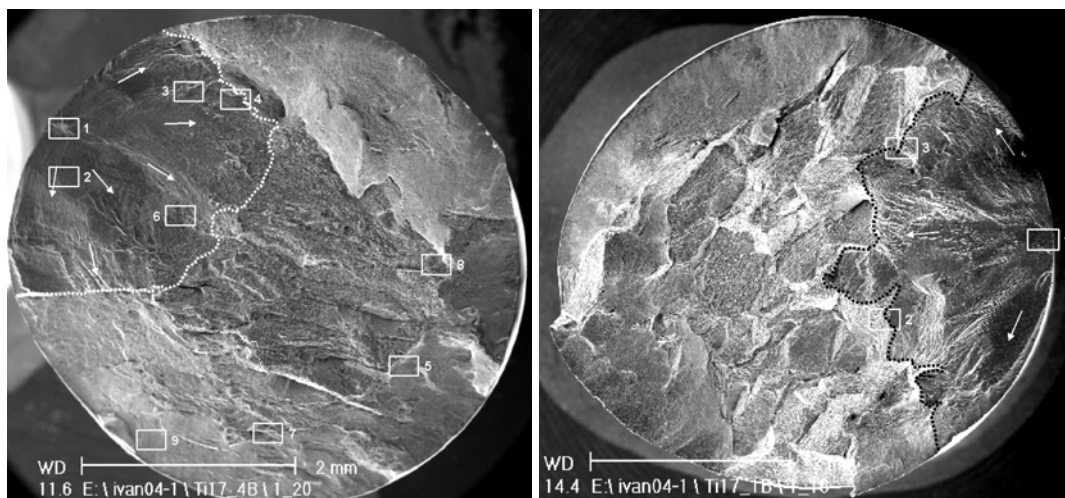


Figure IV.17 : Éprouvettes 4B et 1B : identification en pointillé de la zone de transition fatigue/rupture finale, les flèches représentent les lignes de convergence qui "conduisent" au site d'amorçage

Le site d'amorçage est d'autant plus identifiable que les lignes de convergence sont facilement observables. Afin d'identifier le domaine de transition, de nombreuses observations au MEB ont été faites. Elles ont permis de délimiter la zone de transition fatigue/rupture finale comme indiqué sur les micrographies de la figure IV.17. Un exemple de micrographie, correspondant à la zone 4 de l'éprouvette 4B, de part et d'autre de la "ligne de transition" est donné en figure IV.18.

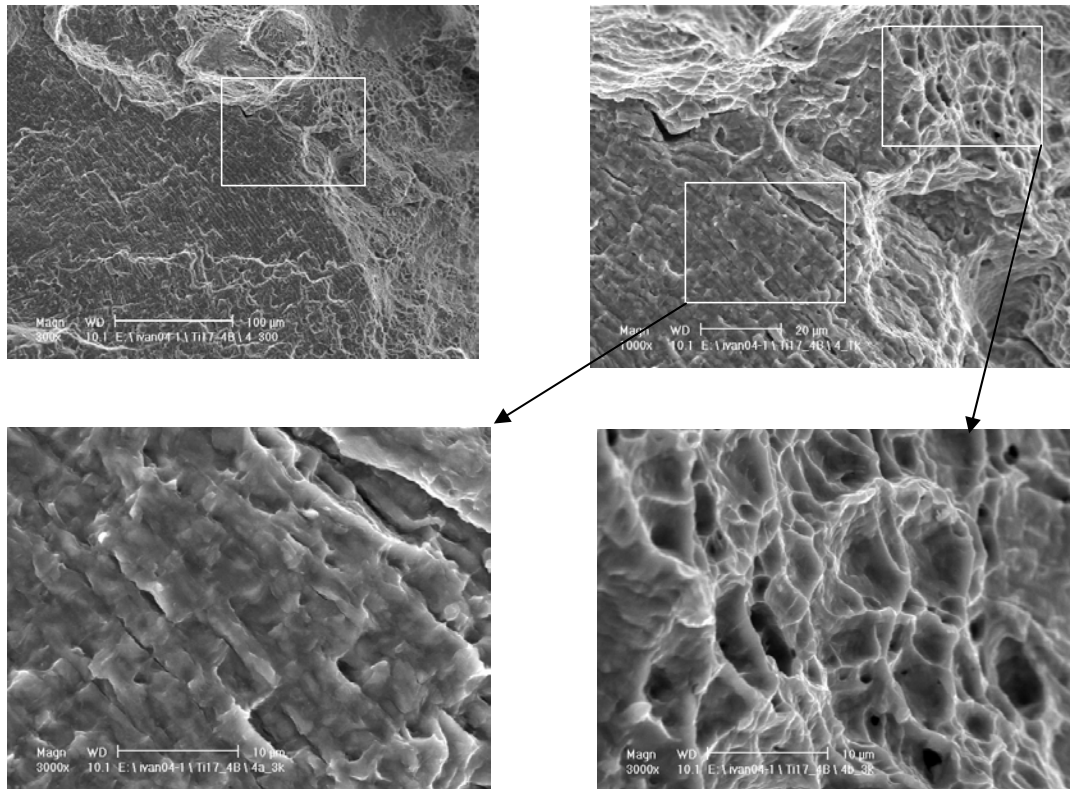


Figure IV.18 : Micrographies de la zone de transition fatigue/rupture finale à différents grossissements de la zone 4 de l'éprouvette 4B repérée figure IV.17

Par ailleurs, dans la zone de fatigue, plusieurs constats ont pu être faits. Ainsi, la zone 2 (figure IV.19a) présente une fissuration "secondaire" très importante, orthogonale aux lignes de convergence. Les fissures sont, dans le domaine concerné, toutes parallèles entre elles.

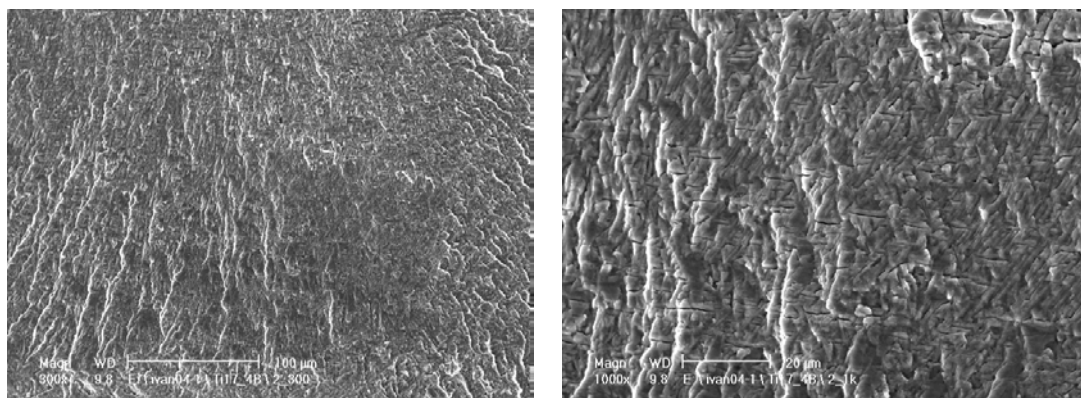


Figure IV.19a : Fissures "secondaires" observées en zone 2 de l'éprouvette 4B repérée figure IV.17

L'attaque chimique (0,5% HF) pratiquée sur le faciès de rupture a permis de mettre en évidence, ce qui est pressenti sur les clichés avant attaque, c'est-à-dire la coïncidence des fissures avec une famille d'aiguilles α^P_{wi} (figure IV.19b). Il est très difficile d'identifier le mécanisme responsable. Les aiguilles étaient-elles déjà endommagées indépendamment de la propagation de la fissure principale ? Se sont-elles endommagées lors de la propagation sous l'effet de la forte concentration de contraintes existant en front de fissuration ? La littérature les attribue souvent aux mécanismes de propagation.

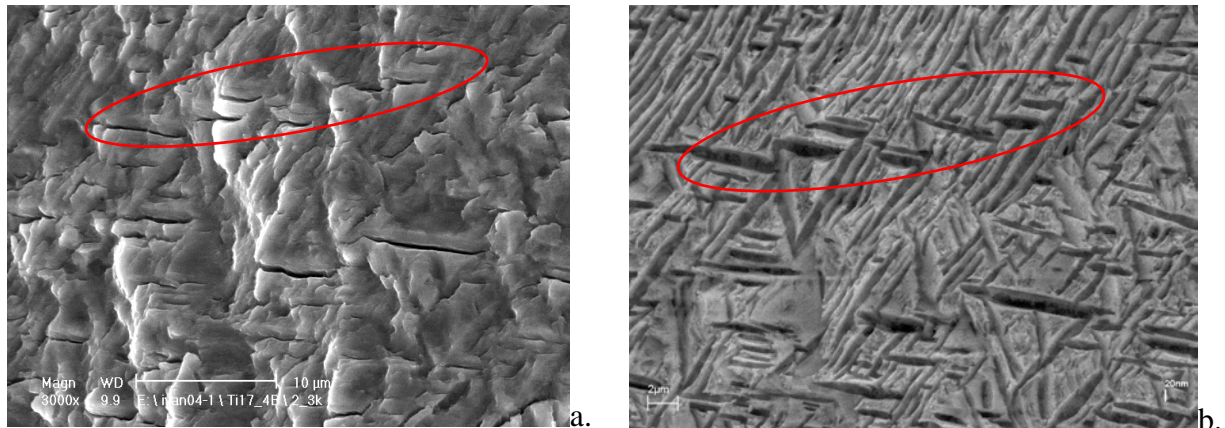


Figure IV.19b : Mise en évidence de la relation entre l'emplacement des fissures et la présence d'aiguilles α^P_{wi} (a. avant attaque b. après attaque)

En zone 6, aucune fissure secondaire n'a été observée, la présence de stries de fatigue a, par contre, été constatée (figure IV.20 a&b). Des stries de fatigue sont aussi observables sur les autres éprouvettes comme dans le domaine de fatigue de l'éprouvette 1A (figure IV.20 c&d).

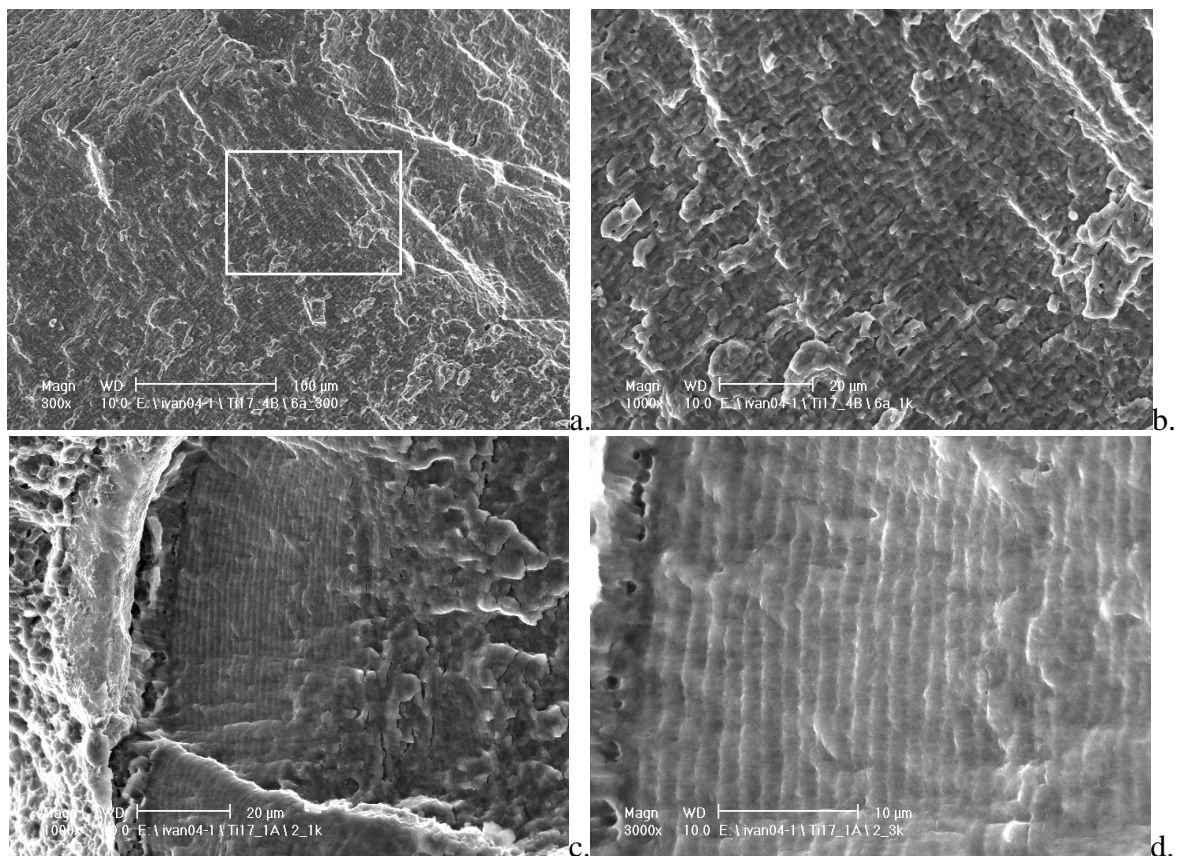


Figure IV.20 : Stries de fatigue observées dans a&b. la zone 6 de l'éprouvette 4B repérée figure IV.17 c&d. la zone de transition de l'éprouvette 1A

La zone de rupture finale correspond à une rupture intergranulaire de type ductile puisque l'on peut observer de fines cupules sur l'ensemble de cette zone pour les 4 éprouvettes. La zone 9 de l'éprouvette 4B sert d'illustration figure IV.21.

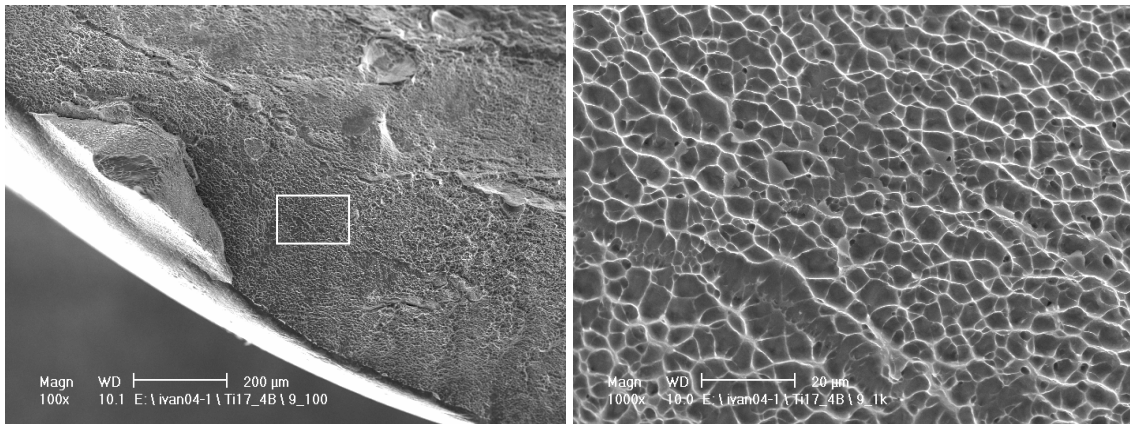
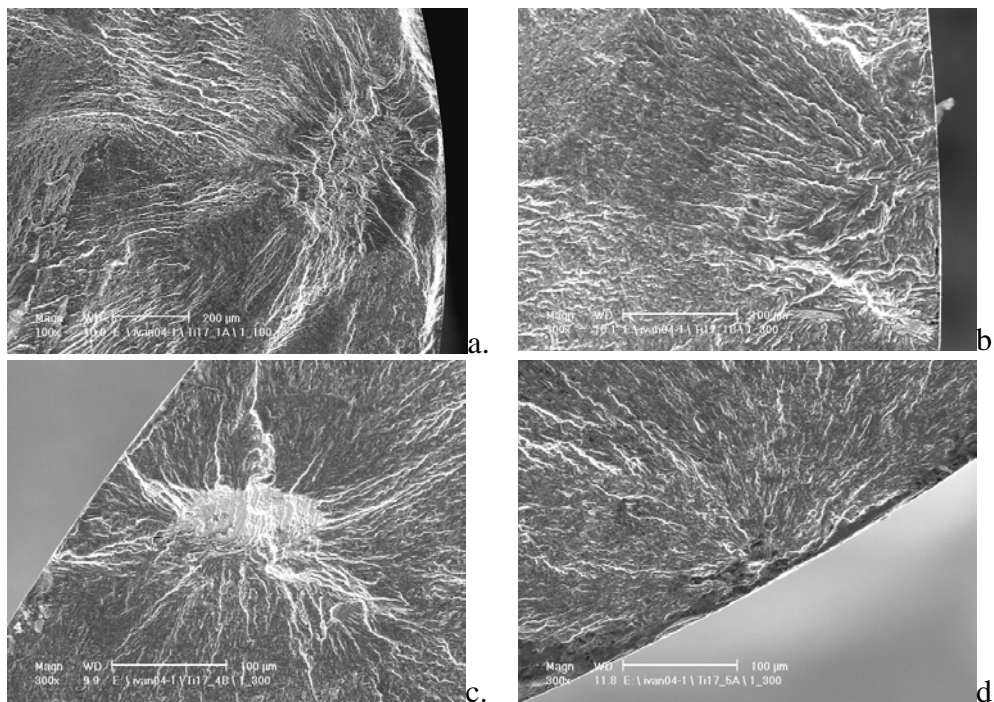


Figure IV.21 : Cupules observées dans la zone 9 de l'éprouvette 4B repérée figure IV.17

➤ Sites d'amorçage

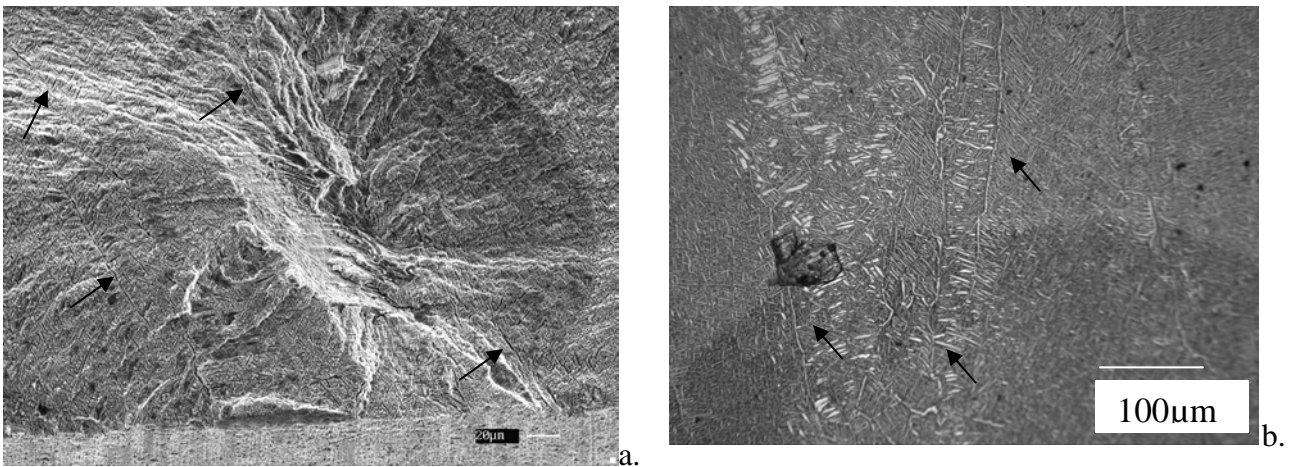
L'étude du faciès de rupture et de la localisation du site d'amorçage a été entreprise sur les éprouvettes brutes de tout traitement. Les différents sites d'amorçage sont donnés figure IV.22, leur morphologie et leurs dimensions diffèrent d'une éprouvette à l'autre. En effet, on peut constater que la zone d'amorçage avoisine 100 μm pour les éprouvettes 1A et 4B, et 20 μm pour l'éprouvette 5A. L'éprouvette 4B présente un site "relativement" plan qui pourrait faire penser à une rupture par pseudo-clivage de la phase hexagonale. Toutefois, les observations menées à fort grandissement n'ont pas révélé la présence de rivière.



**Figure IV.22 :
Site d'amorçage
des 4
éprouvettes
observées au
MEB avant
attaque
chimique
a. 1A
b. 1B
c. 4B
d. 5A**

Une fois le site d'amorçage localisé, une attaque au 0,5% HF pendant 2 minutes a été pratiquée. En effet, l'attaque est nécessaire pour révéler la microstructure, d'autant plus que l'essai étant réalisé à 200°C, il se produit une oxydation en surface qui nuit à l'observation.

Les tranches, prélevées sous le faciès, ont permis de mieux identifier les sites d'amorçage, essentiellement par comparaison entre la microstructure et la morphologie du site.



**Figure IV.23 : a. Site d'amorçage de l'éprouvette 4B ($N_R = 173\ 230$ cycles) ; les flèches indiquent, de façon non exhaustive, la présence de la phase α_{GB}
b. Micrographie sous le faciès de rupture pouvant correspondre à la zone d'amorçage**

L'analyse du site de l'éprouvette 4B reflète la méthodologie employée. En effet, sur le faciès attaqué, il faut tout d'abord positionner la phase α_{GB} afin de délimiter les ex-joints de grains de la phase β et ainsi recomposer la microstructure. À partir des éléments retrouvés, on compare avec les différentes microstructures obtenues sous le faciès de rupture. Concernant l'éprouvette 4B, l'amorçage semble s'être produit à l'interface d'un ex-joint de grains β (phase α_{GB}) et d'une zone de phase α épaisse. Le site d'amorçage devait correspondre à la microstructure observable figure IV.23b où la présence d'une phase α épaisse (en blanc sur la photo) est clairement mise en évidence.

Concernant les deux autres éprouvettes à faible durée de vie et issues de la zone 1, l'identification, même après attaque chimique, reste difficile (figure IV.24). Par la même méthode d'analyse que celle exposée pour l'éprouvette 4B, il semblerait qu'une microstructure α épaisse (parfois appelée navette) au niveau de joints d'ex-grains β soit également en cause. En effet, on peut constater sur les micrographies optiques (figure IV.25), la présence d'une hétérogénéité de microstructure dans ces 2 éprouvettes. La présence de cette phase α conduit à un abaissement de la tenue en fatigue.

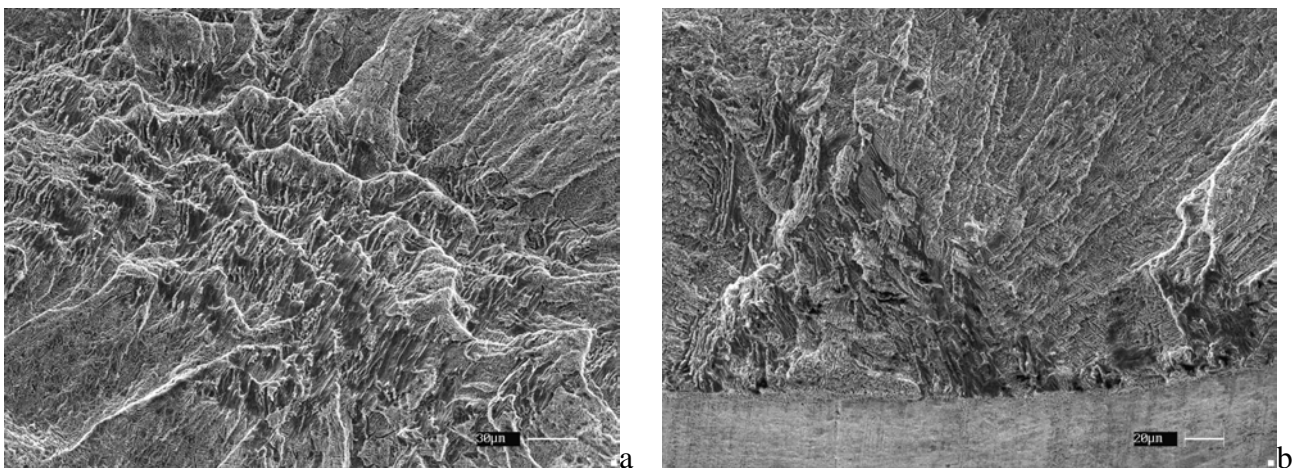


Figure IV.24 : Site d'amorçage des éprouvettes 1A ($N_R = 73\ 304$ cycles) et 1B ($N_R = 189\ 797$ cycles)

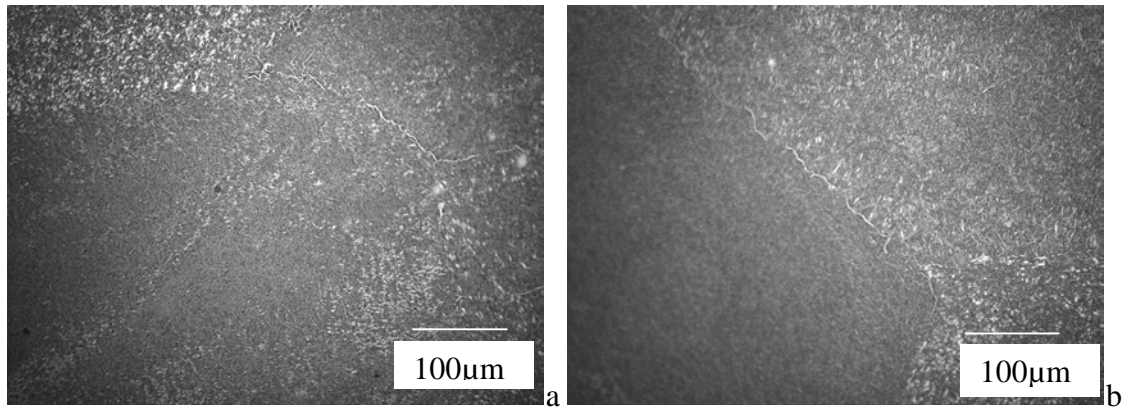


Figure IV.25 : Micrographie optique des éprouvettes a.1A et b. 1B

Le site d'amorçage de l'éprouvette 5A (figure IV.26), ayant subi le plus grand nombre de cycles avant rupture, consiste en un petit grain β recristallisé situé dans un large couloir de recristallisation en accord avec les microstructures observées en microscopie optique. Dans ce cas, il semblerait qu'il y ait une décohésion entre le grain β recristallisé et son environnement et selon Gourbesville, dans ce cas l'interface $\alpha_{w/\beta}^P$ serait mise en cause.

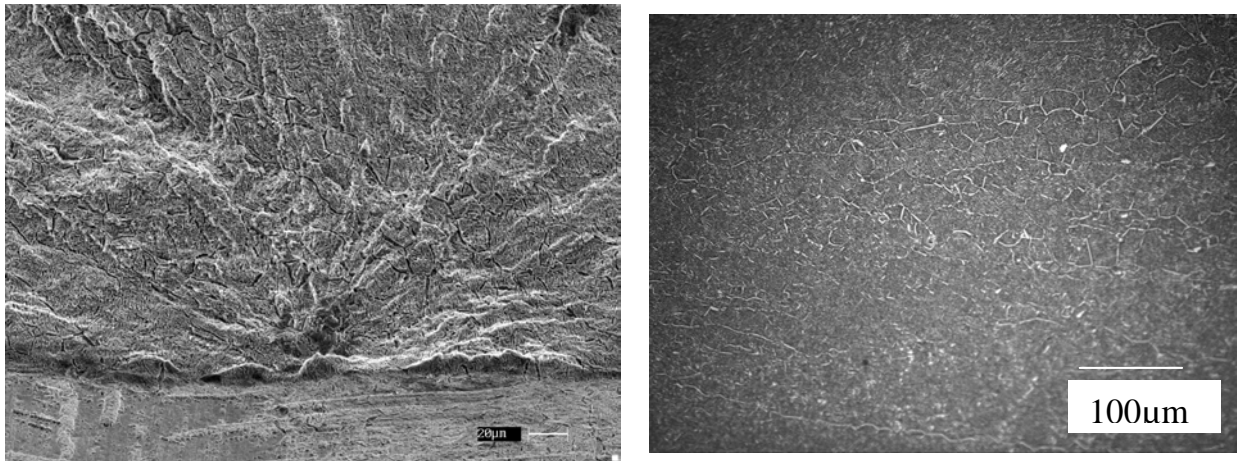


Figure IV.26 : a. Site d'amorçage de l'éprouvette 5A ($N_R=1\ 187\ 456$ cycles) b. Microstructure associée

c. Conclusion

Cette étude des sites d'amorçage, sur un nombre relativement réduit d'éprouvettes, confirme l'hétérogénéité des sites et aussi la difficulté d'une détermination précise de ceux-ci. Le rôle des différentes phases en présence n'est donc pas clairement identifié. La présence d'une phase α épaisse est préjudiciable à la bonne tenue des éprouvettes lors des essais de fatigue.

La difficulté d'identification de l'origine de la fissuration rencontrée dans cette étude rejoint les résultats de Rakotonoélina [RAK99] et de Gourbesville [GOU00] sur une cinquantaine d'éprouvettes de Ti17, testées en fatigue dans des conditions similaires, issues de disques type HP2, HP3 et arbre disque. En effet, dans 50% des cas l'identification est restée incertaine avec parfois des plans de clivage, des zones plutôt recristallisées et pour les 50% restants l'implication soit d'un grain recristallisé soit d'un feston (=ex-grain β allongé avec une forte proportion de phase α_{GB} et α_{WGB}). Il est important ici de souligner qu'aucune corrélation entre la localisation et la nature du site d'amorçage et la durée de vie n'a pu être mise en évidence au cours de ces deux études.

La compréhension des mécanismes d'amorçage nécessite de pouvoir "assister" aux premières étapes de l'endommagement et justifie le recours aux essais de fatigue en flexion plane.

2) Essais de fatigue en flexion plane

a. Éprouvettes et conditions d'essais

Cette étude s'appuie sur des essais utilisant une machine de fatigue en flexion pure de marque Schenck qui permet de réaliser des essais à différents niveaux de contraintes pour différents rapports de charge. L'avantage de ce type d'essai est que le maximum de charge est appliqué en surface et que ce chargement est constant sur toute cette surface. De plus, la propagation peut être suivie.

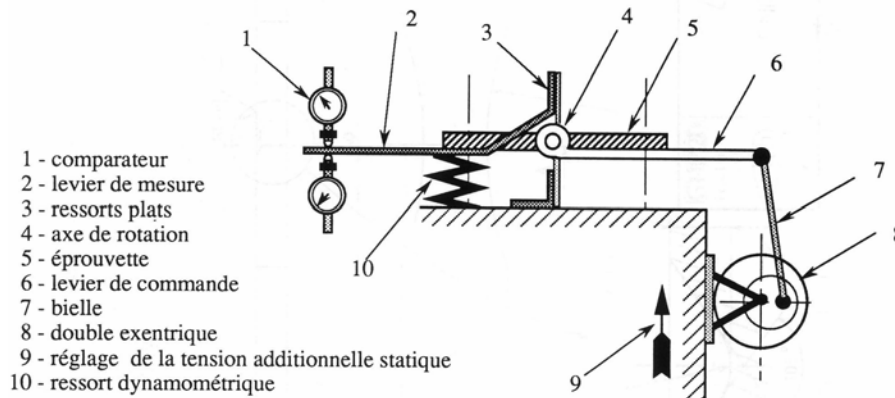


Figure IV.27 : Schéma de la machine de fatigue

Dans notre cas, des essais à ± 800 MPa à 5Hz, sur des éprouvettes plates, ont été réalisés avec comme technique de suivi, un appareil photo numérique monté sur une binoculaire. Les éprouvettes sont polies jusqu'à obtenir une surface type miroir. Aucun polissage électrolytique ni aucune attaque chimique n'a été effectué afin de préserver la surface de tout endommagement (attaque irrégulière, création de relief...). Pour éviter les concentrations de contrainte, les angles droits des éprouvettes ont été érodés. Cependant la rupture est toujours survenue dans les congés.

Plusieurs éprouvettes issues du centre d'un lopin forgé sur la presse hydraulique de 4000t (Sneema Moteurs, Gennevilliers) ont été testées en fatigue en flexion plane (cf. schéma de prélèvement en *Annexe I*). La surface observée a sa normale parallèle à l'axe de forgeage et l'axe long des éprouvettes est donc orthogonal à celui-ci.

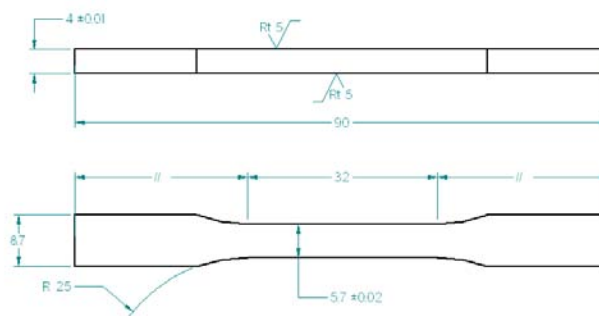


Figure IV.28 : Plan des éprouvettes de fatigue en flexion plane

Sur la face opposée à celle observée en cours d'essai, une jauge est collée et un essai de traction dans le domaine élastique est réalisé. Cet essai permet de connaître pour quel niveau de déformation de la jauge les 800 MPa sont obtenus et donc de réajuster les réglages de la machine si besoin est. Le suivi en cours d'essai par prises de vue permet de reconstituer

l'historique de la fissuration et de localiser les zones d'amorçage. Une photo est prise tous les 1000 cycles, afin, l'essai terminé, de localiser les zones d'amorçage. Cela est d'autant plus nécessaire lorsque des fissures "longues" sont visibles en fin d'essai. Un exemple du suivi de la fissuration est donné figure IV.29.

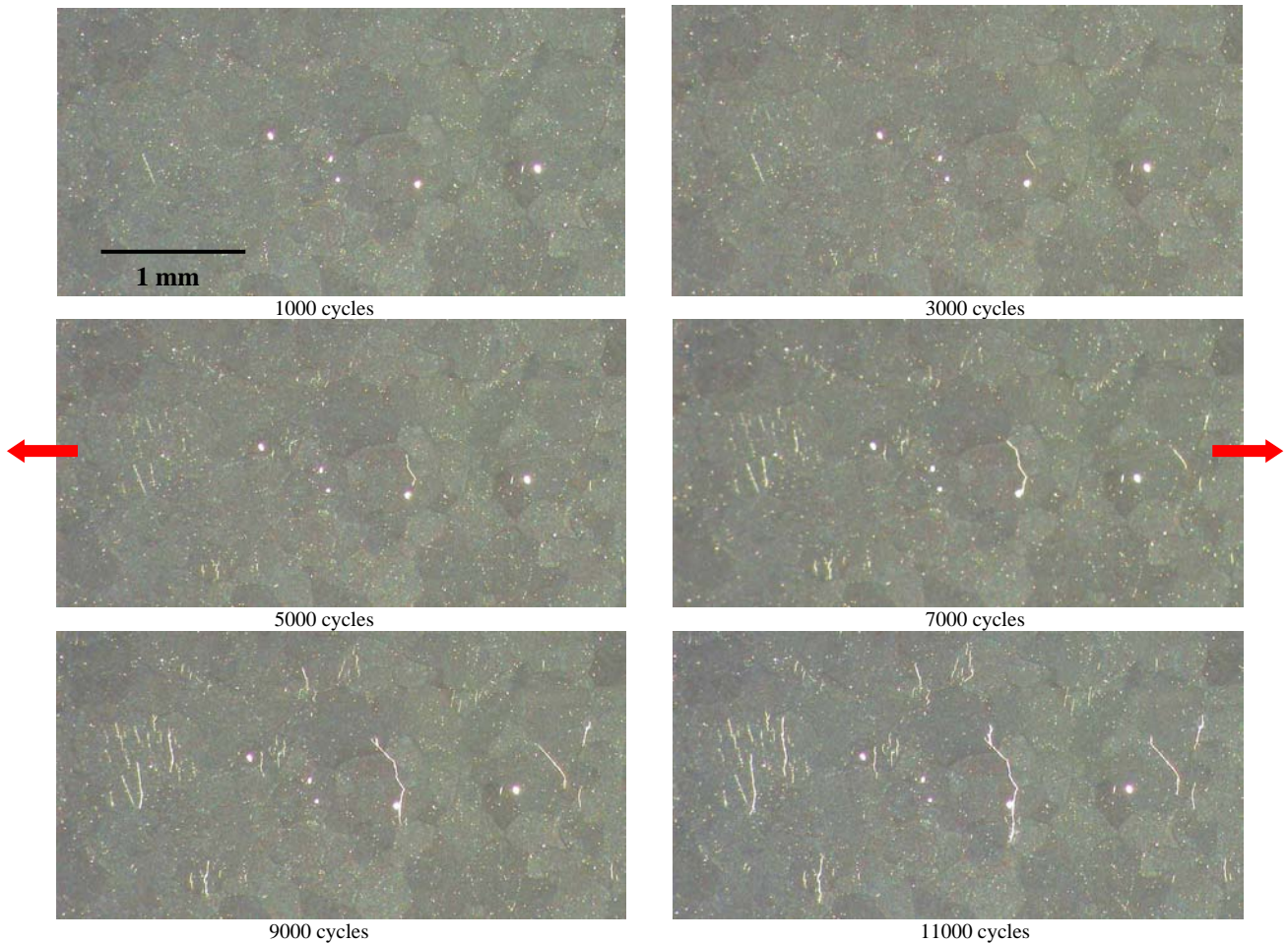


Figure IV.29 : Exemple de suivi de la fissuration en cours d'essai (éprouvette AM4f)

b. Résultats macroscopiques

Les micrographies en fin d'essai de deux des éprouvettes testées sont fournies figure IV.30.

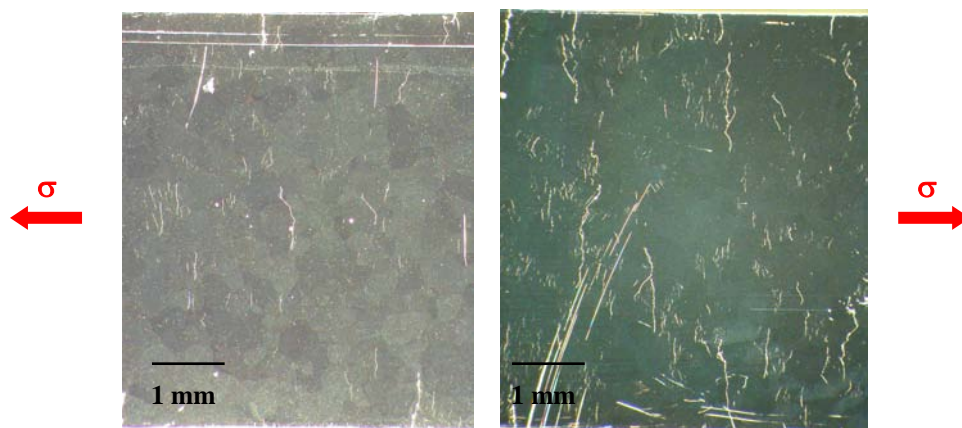


Figure IV.30 : Illustration des plages observées (AM4f et AM5f)

Les différentes éprouvettes présentent toutes un comportement similaire vis-à-vis de la sollicitation. En effet, on retrouve dans tous les cas une forte hétérogénéité au niveau de la fissuration. Ainsi, on peut observer des zones :

- vierges de fissures,
- multifissurées,
- où une seule fissure apparaît.

Le suivi en cours d'essai permet de différencier les fissures longues consécutives d'une seule amorce (figure IV.31b) de celles résultant d'une coalescence (figure IV.31a).

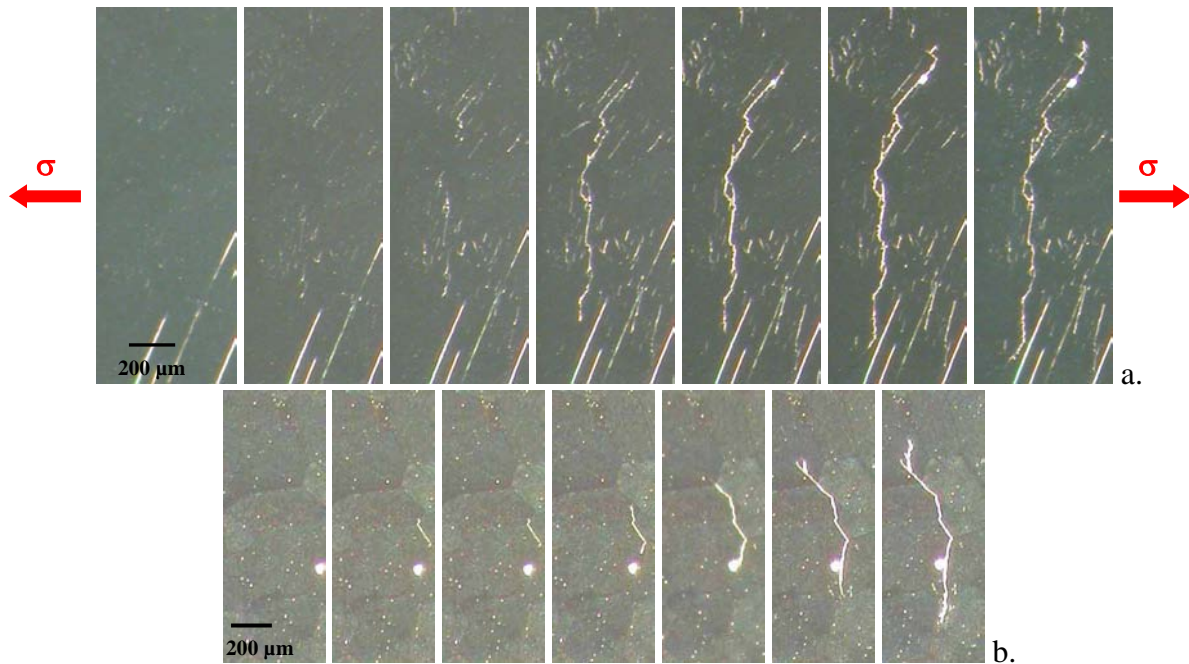


Figure IV.31 : a. Amorçage multiple et coalescence de plusieurs fissures
b. Amorçage d'une fissure et propagation

Les résultats sur l'hétérogénéité de fissuration sont à rapprocher des résultats rapportés par Le Biavant sur du TA6V [LEB00] ou Luquiau sur du Ti10.2.3 [LUQ96]. En effet, on peut observer, figures IV.32-34, que la densité de fissuration n'est pas homogène même dans les zones où la multifissuration existe et qu'au sein de ces zones les fissures sont globalement orientées de façon similaire.

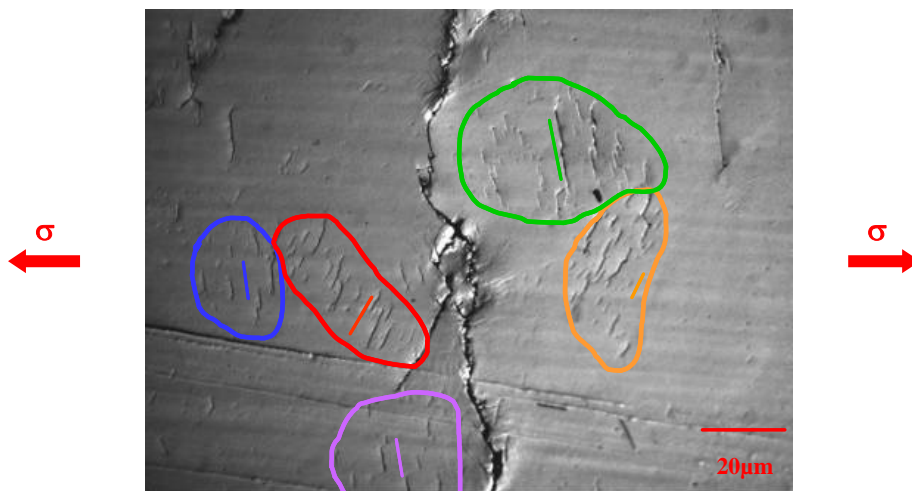


Figure IV.32 : Hétérogénéité de densité et de morphologie de la multifissuration

La relation entre densité d'amorces et grains β se retrouve dans le Ti17 comme pour le Ti10.2.3 étudié par D. Luquiau. Une autre similitude de ces deux alliages, forgés tous deux en phase β et présentant une structure aiguillée, est que l'endommagement, qui se produit au sein d'une même zone de fissuration, se situe très souvent du même côté de l'aiguille.

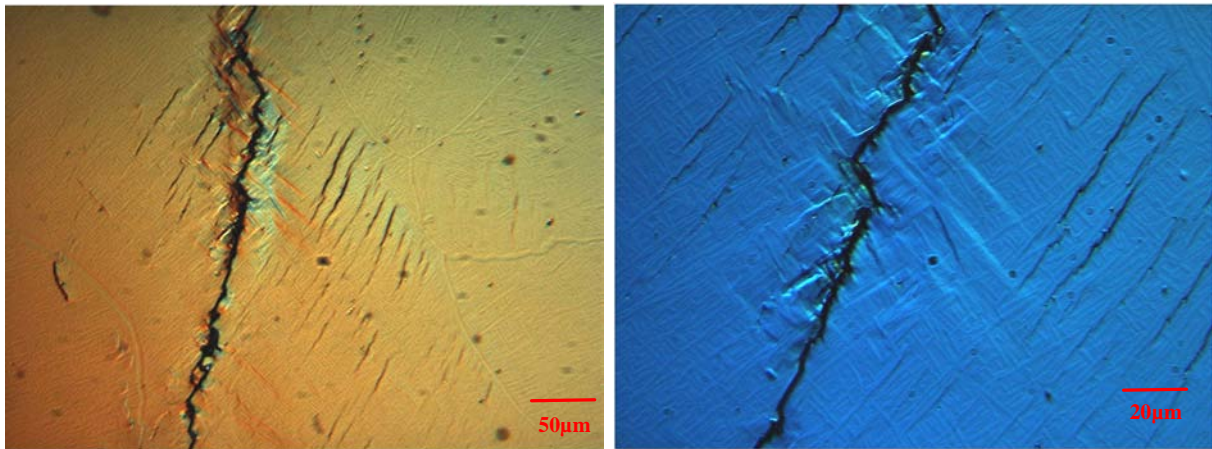


Figure IV.33 : Délimitation de la multifissuration par les ex-joints des grains β

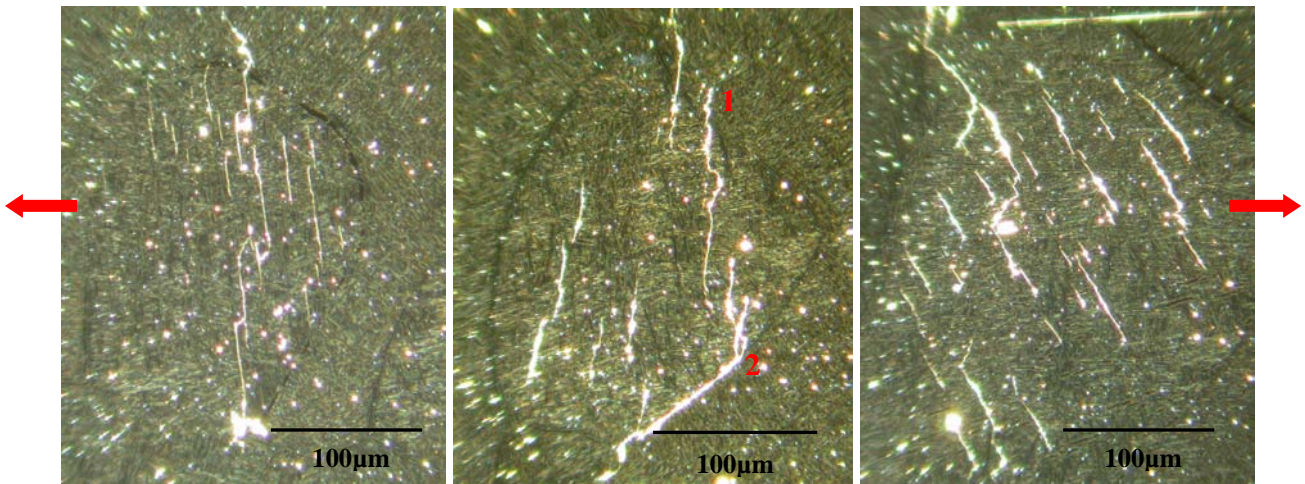


Figure IV.34 : Différentes orientations des fissures par rapport à la sollicitation

Sur la photo du milieu, figure IV.34, on peut constater que la fissure longue et ne traverse pas immédiatement le joint de grain inférieur (2) alors que le joint de grain supérieur (1) est franchi directement. Le joint de grain ne constitue donc pas obligatoirement une barrière du point de vue morphologique puisque sur l'exemple donné, la configuration des deux joints est identique (angles très proches entre axe du joint / axe de sollicitation et axe de la fissure / axe du joint).

Le rôle de l'orientation cristallographique locale semble être un élément essentiel pour la compréhension des différents mécanismes présentés : fissures parallèles entre elles dans un même grain, franchissement ou non de joints de grain morphologiquement identiques. Afin d'approfondir ce sujet, le recours à l'EBSD nous a paru indispensable.

c. Rôle de l'orientation cristallographique locale

L'analyse de l'orientation locale a été entreprise sur la plupart des éprouvettes de fatigue. Afin d'illustrer la démarche et présenter les principaux résultats, une seule éprouvette est présentée dans la section suivante.

La figure IV.35 identifie globalement les zones analysées par la technique de l'EBS. Deux correspondent à l'apparition d'une fissure qui se propage (zones 1&2), les autres à l'apparition d'un multi-endommagement.

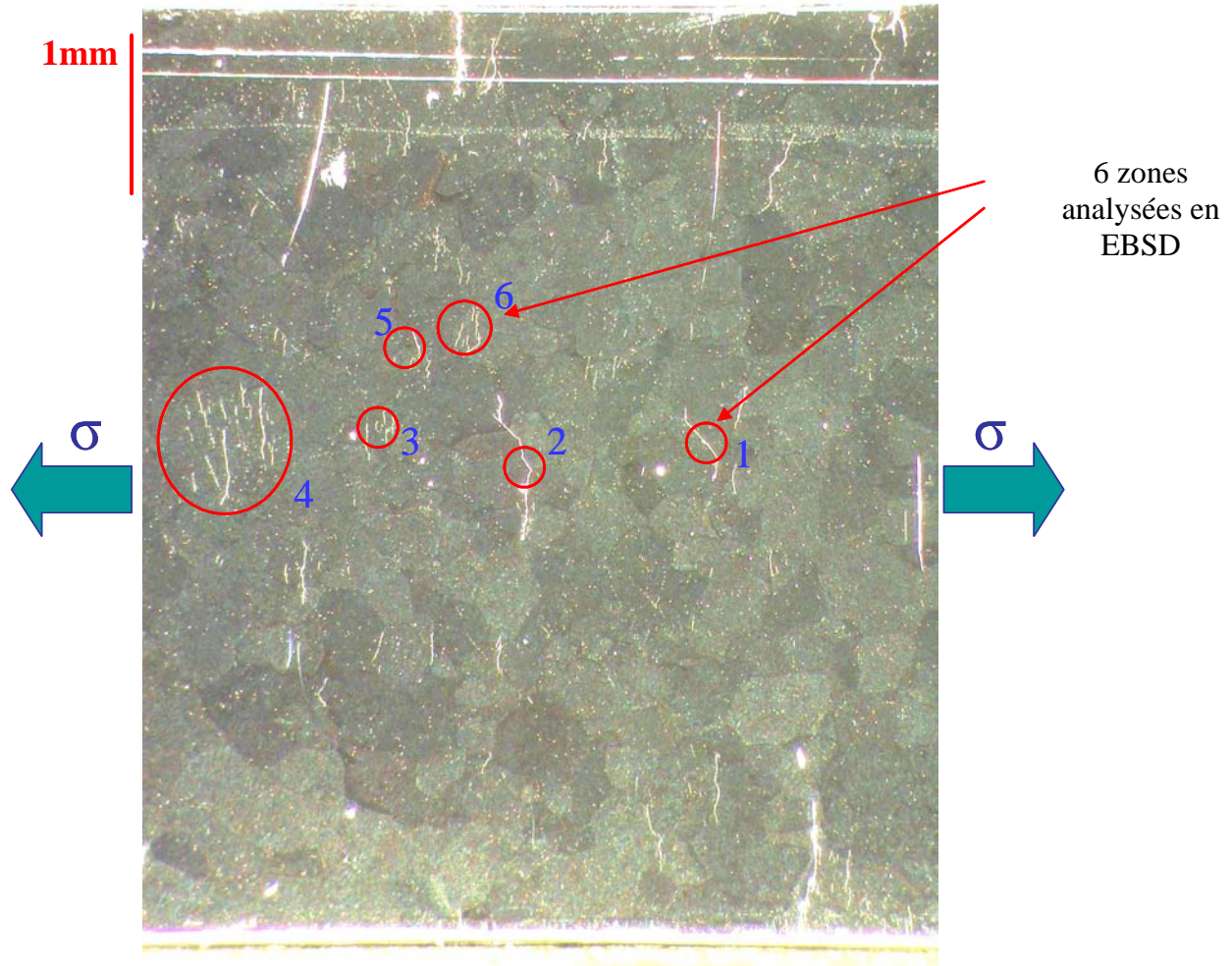


Figure IV.35 : Repérage des zones étudiées par EBSD

Pour chaque zone repérée figure IV.35, une analyse EBSD est menée pour déterminer les différentes orientations par rapport aux axes macroscopiques de l'éprouvette (figure IV.36).

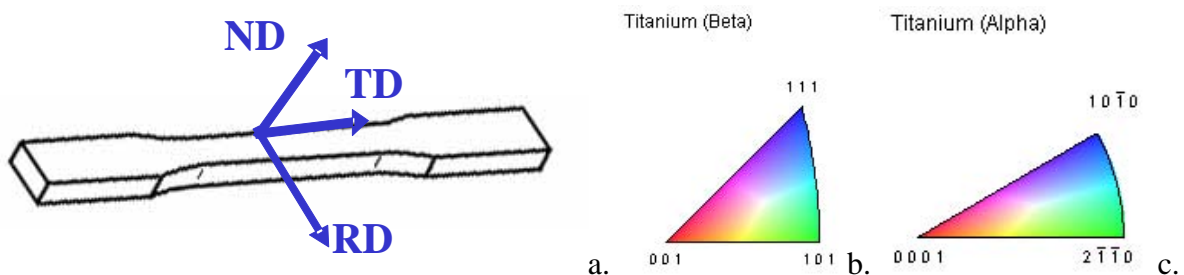


Figure IV.36 : a. Positionnement de l'éprouvette vis-à-vis des axes macroscopiques
b.&c. Code de couleur associé aux triangles stéréographiques

α. Fissurations intergranulaires

➤ Les résultats de la zone 1 sont présentés figure IV.37. Cette zone correspond à l'apparition vers 5000 cycles d'une fissure orientée à 45° de la sollicitation macroscopique avec une propagation qui devient orthogonale à la sollicitation.

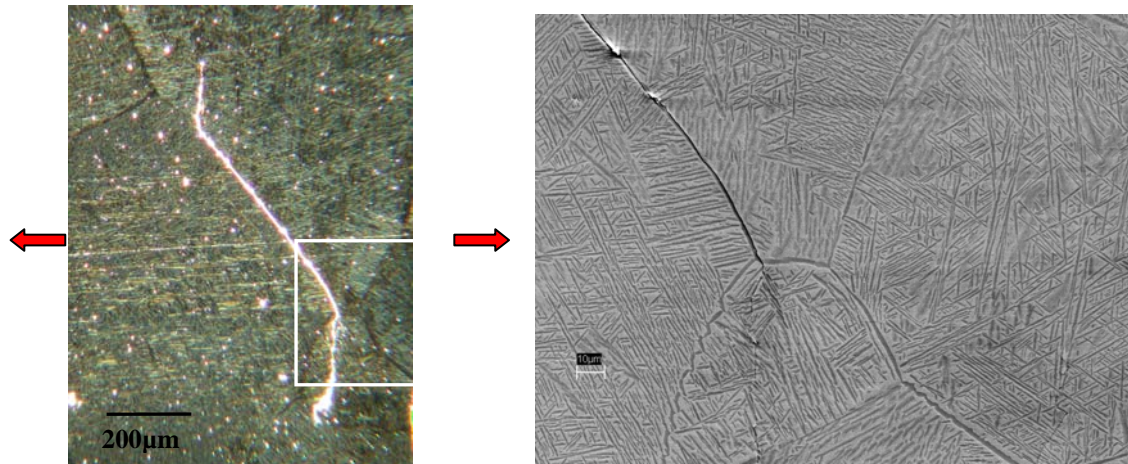


Figure IV.37 : Micrographie optique de la zone 1 et agrandissement sur une partie au MEB

Ce changement d'orientation correspond à la fin de la phase α_{GB} surlignant l'ex-joint de grain β . L'amorçage est ici apparu à l'interface de deux ex-grains β . Il s'est produit dans une zone particulière avec une microstructure en épi des phases α_{GB} et α_{WGB} , comme l'indiquent les cartographies d'orientation figure IV.38. Cette configuration particulière trouve son origine dans l'axe $\langle 110 \rangle$ commun aux 2 grains β adjacents. En effet, les travaux de Bhattacharya et al. sur le 6246 tendent à démontrer que l'énergie d'interface est minimisée si la phase α_{GB} s'oriente tel que le plan basal $\{00.1\}_\alpha$ soit parallèle au plan $\{110\}_\beta$ quand les deux grains β adjacents partagent cet axe [BHA03]. Stanford et Bate sur le TA6V [STA04] confirment le résultat précédent et affirment que cette sélection de la phase α_{GB} à l'interface, dans le cas de grains β possédant un plan $\{110\}$ proche, conditionne aussi la phase α_{WGB} qui croît à partir de cette dernière. Ce phénomène expliquerait en partie la sélection de variants généralement rapportée dans la littérature concernant les alliages de titane.

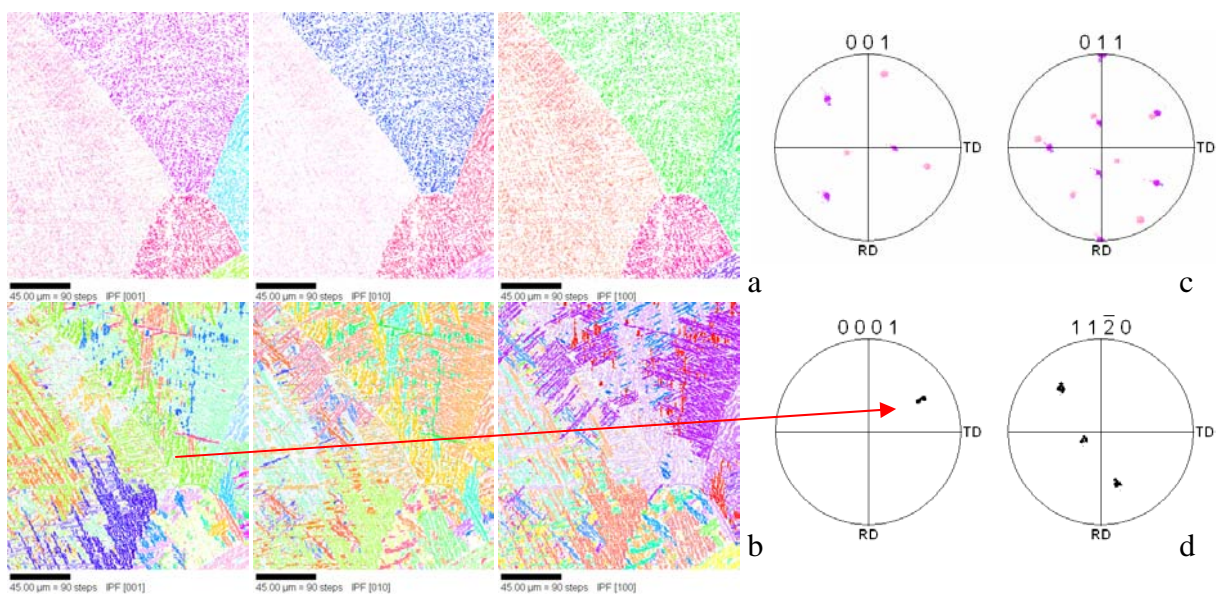


Figure IV.38 : Cartes d'orientation des phases a. β et b. α . c. Figures de pôles des grains β adjacents au joint endommagé d. Figures de pôles du joint endommagé

L'observation à fort grandissement au MEB a permis de constater que c'est l'interface de la phase α_{GB} avec un des grains β qui s'endommage. De plus, à l'intérieur de cette phase α_{GB} des lignes de glissement sont présentes.

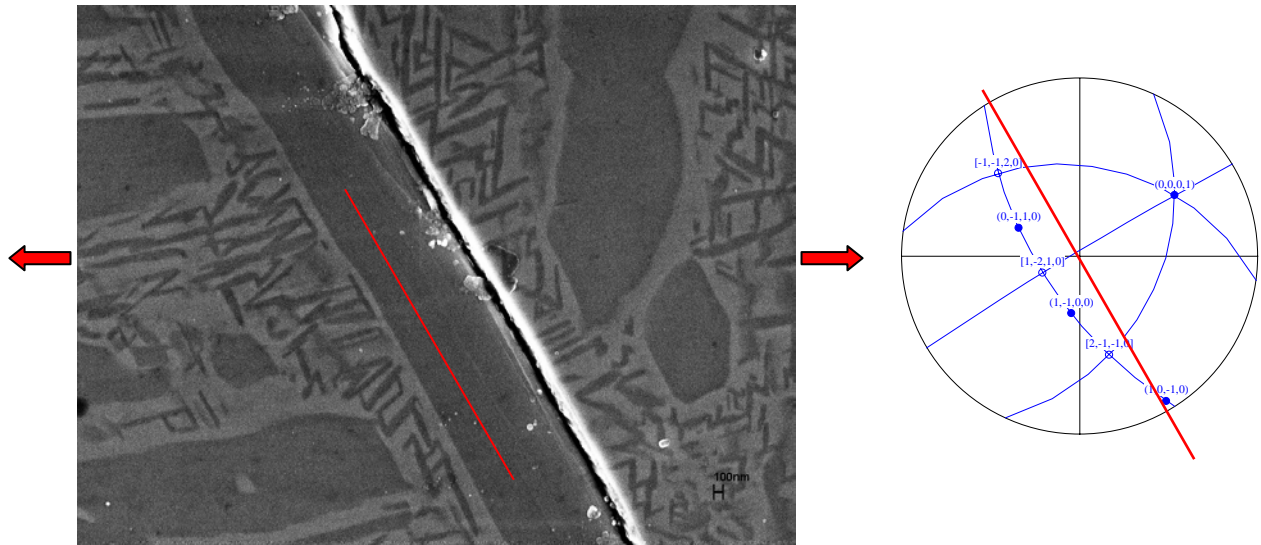


Figure IV.39 : Endommagement à l'interface de la phase α_{GB} et de la matrice β . Des lignes de glissement sont observées à l'intérieur de la phase α_{GB} et l'axe de ces lignes est reporté sur la projection stéréographique associé à cette phase

La projection stéréographique tracée sous Carine, grâce aux mesures de l'orientation locale de la phase α_{GB} surlignant le joint de grain de l'ex-grain β , permet d'identifier l'axe de l'endommagement observable à la surface de l'échantillon comme étant la trace du plan basal de la maille hexagonale. Ce résultat est en plein accord avec les facteurs de Schmid calculés, en sollicitation uniaxiale sans prendre en compte les contraintes internes, pour le glissement basal et prismatique.

| Angles d'Euler | | | Facteurs de Schmid | |
|----------------|--------|-------------|--------------------|---------------------|
| φ_1 | ϕ | φ_2 | Basal maximal | Prismatique maximal |
| 212 | 64 | 266 | 0.49 | 0.2 |

Tableau IV.2 : Calcul des facteurs de Schmid de la phase α_{GB}

➤ La seconde zone où une amorce apparaît à l'interface d'ex-grains β est la zone référencée 2. Comme précédemment, après avoir suivi le joint (1), la fissure se propage de façon orthogonale (2) à la sollicitation, exception faite pour un joint rectiligne rencontré (3).

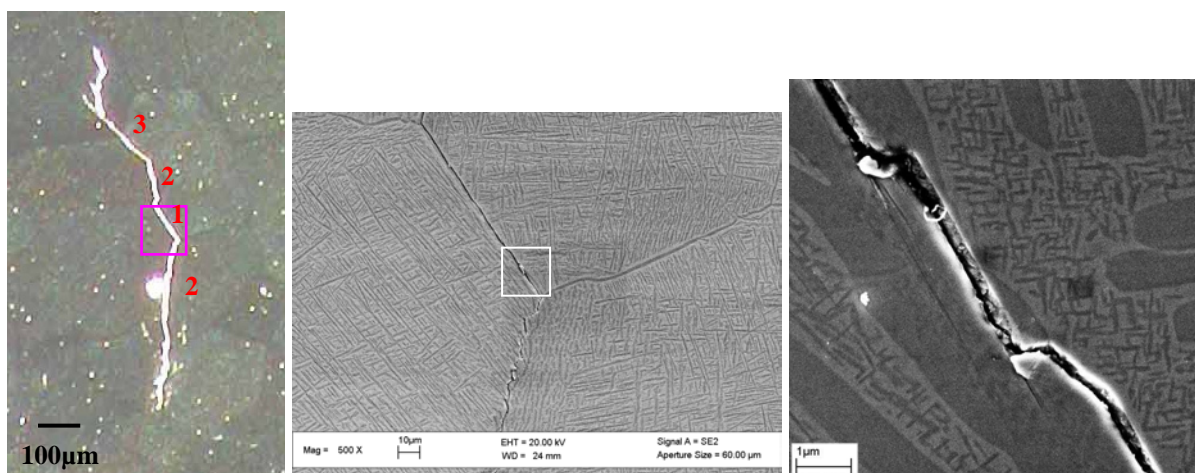


Figure IV.40 : Fissuration intergranulaire de la zone 2 à différentes échelles

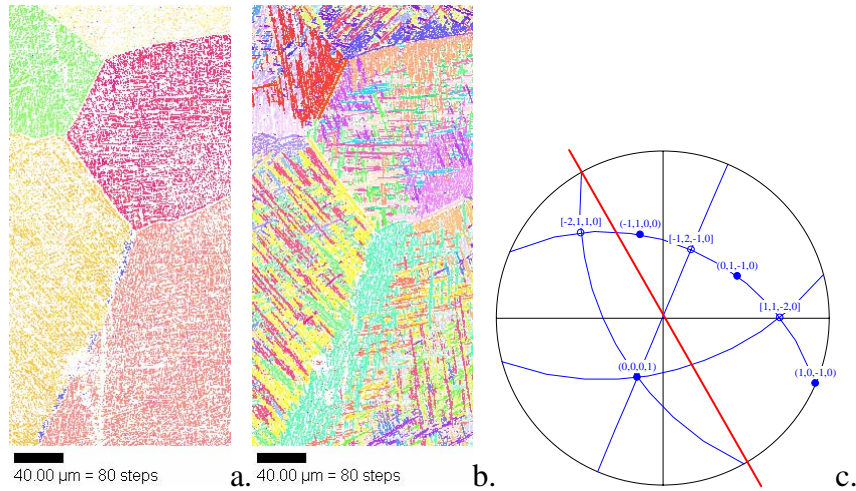


Figure IV.41 : Cartes d'orientation des phases β et α . c. Report de l'axe d'endommagement sur la projection stéréographique associée à la phase α_{GB} présentant la fissuration.

Le joint de grain où apparaît l'endommagement est présenté figure IV.40. On peut observer sur cette photo que la propagation n'est pas strictement rectiligne. Il est impossible de déterminer si la plasticité observée est la conséquence ou la cause de cet endommagement. L'analyse cristallographique des traces correspond à des traces de plans de glissement de type prismatique (figure IV.41), comme attendu selon le critère de Schmid.

| Angles d'Euler | | | Facteurs de Schmid | |
|----------------|--------|-------------|--------------------|---------------------|
| φ_1 | ϕ | φ_2 | Basal maximal | Prismatique maximal |
| 66.2 | 45.4 | 331.5 | 0.26 | 0.45 |

Tableau IV.3 : Calcul des facteurs de Schmid de la phase α_{GB}

Enfin, on peut constater (figure IV.42) que la propagation vers la partie supérieure n'est plus rectiligne, des bifurcations se produisent après l'entrée de la fissure dans un nouveau grain β . Ce grain correspond à une orientation voisine d'une direction $\langle 111 \rangle$ parallèle à l'axe de forgeage.

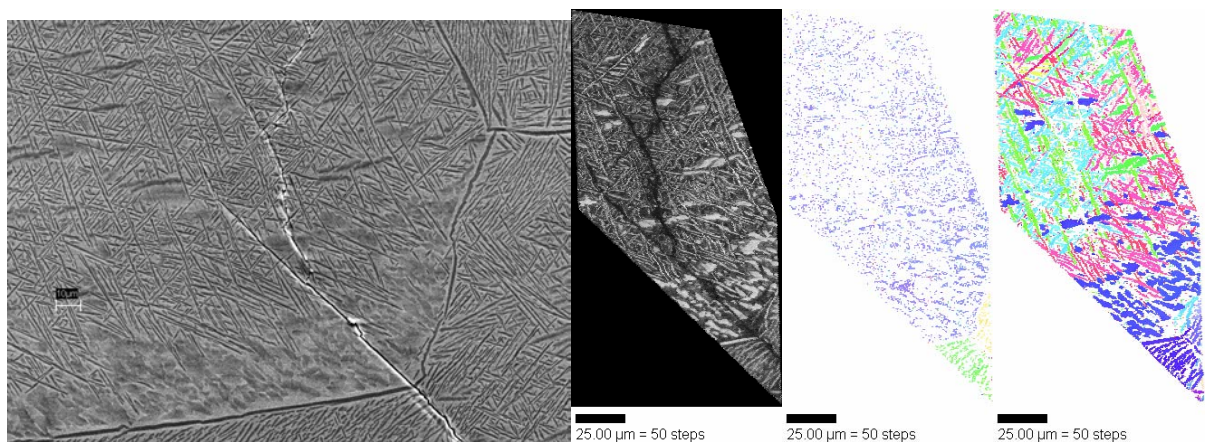


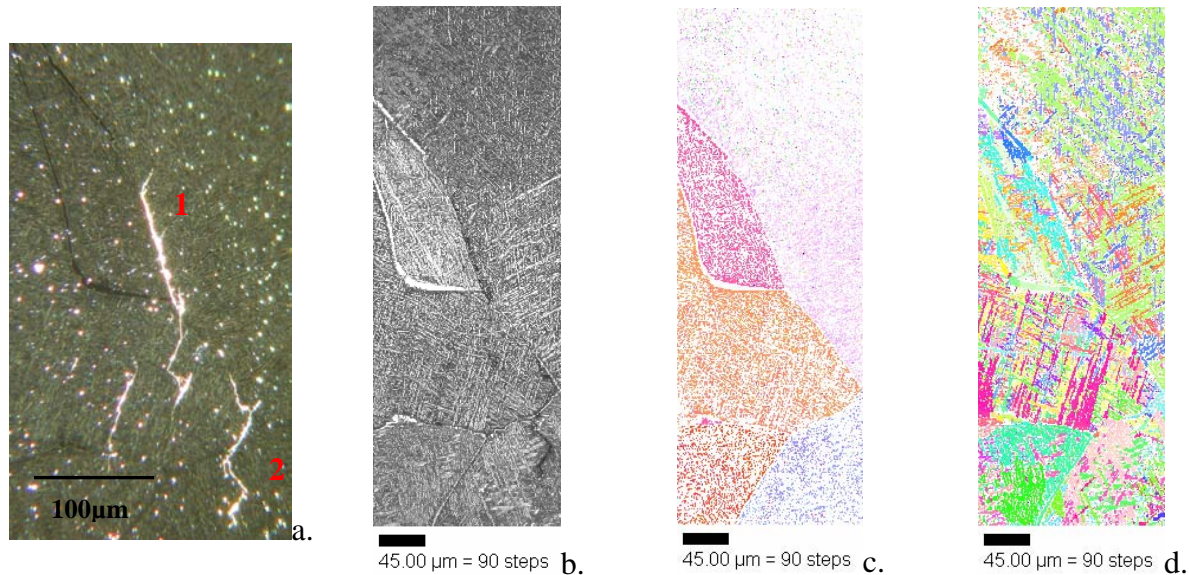
Figure IV.42 : Bifurcation de la fissure à l'entrée d'un ex-grain β

L'endommagement intergranulaire intervient sur des joints de grains rectilignes inclinés d'environ 45° par rapport à la sollicitation. Le calcul de la désorientation entre les 2 grains adjacents aux joints s'endommageant n'a pas permis de conclure sur un rôle éventuel de cette désorientation. Les traces de glissement plastique observables et l'orientation de l'amorce de la fissure correspondent aux plans de plus grand facteur de Schmid.

β . Fissurations intragranulaires

Les zones 3, 4, 5 et 6 ont la particularité de présenter des cas de multi-endommagement. Plusieurs fissures apparaissent simultanément dans ces zones. L'observation au MEB a permis de relever que l'endommagement se situait à l'interface des aiguilles α^P_{Wi} et de la matrice. Les zones de délimitations correspondent très souvent aux ex-grains β .

➤ La zone 5, figure IV.43, se caractérise par une multifissuration qui se propage, d'une part suivant un joint de grain (1), pour l'autre à l'intérieur d'un grain (2). Le dépouillement présenté par la suite s'est principalement concentré sur l'amorçage.



**Figure IV.43 : a. Micrographie optique b. Image qualité
Cartes d'orientation suivant la normale à la surface analysée pour les phases c. β et d. α**

Comme rapporté précédemment, les zones multifissurées sont très souvent caractérisées par l'apparition de fissures parallèles entre elles et dont l'axe long est orthogonal à la sollicitation (cas des alliages de titane à microstructure aiguillée). De ce point de vue, le résultat de la zone 5 ne diffère pas.

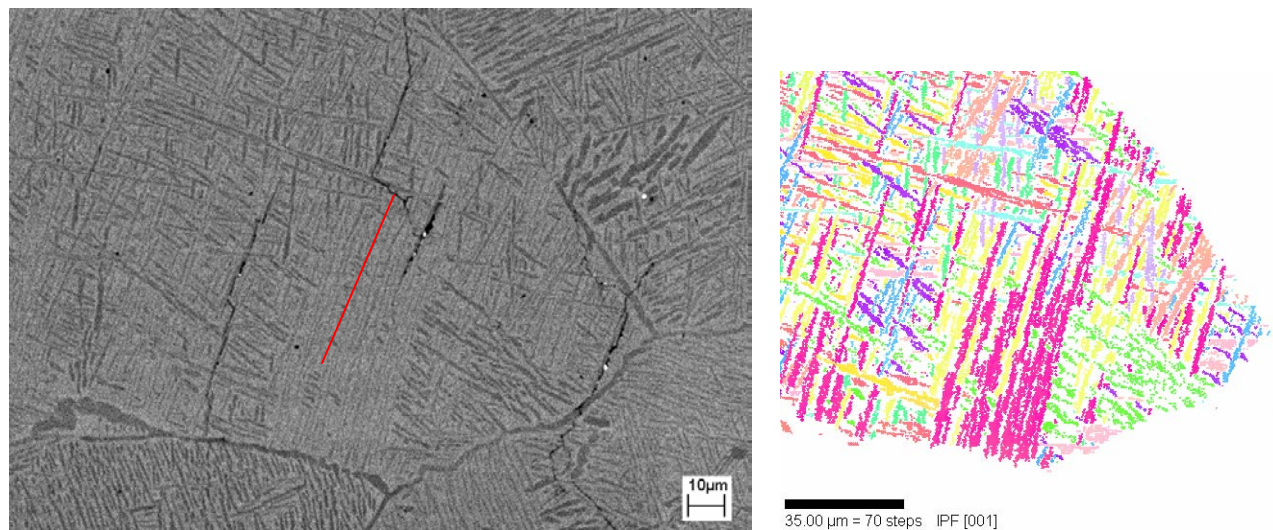


Figure IV.44 : Zone 5 multifissurée et carte d'orientation de la phase α associée

L'apport ici est une nouvelle fois fourni par l'EBSD qui a permis de relever que les aiguilles incriminées par l'endommagement appartiennent à une seule orientation cristallographique (figure IV.45).

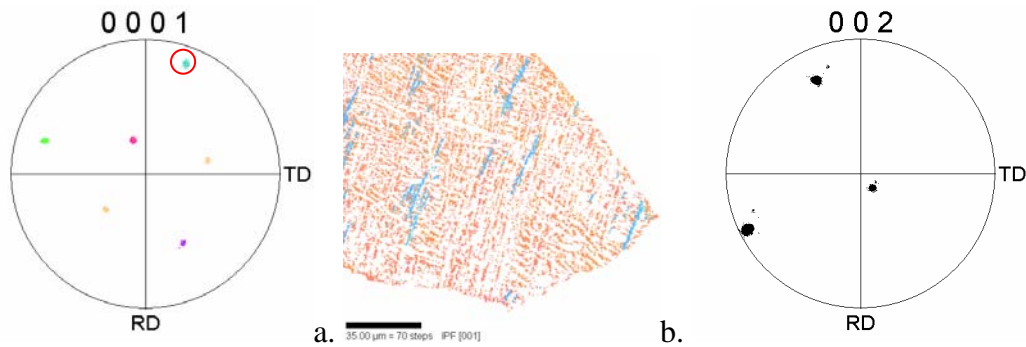


Figure IV.45 : a. FDP $\{00.1\}_\alpha$ de la phase α contenue dans le grain β multifissuré, dont la FDP $\{002\}_\beta$ est donnée en c. En b. les aiguilles α^P_{wi} appartenant à l'orientation incriminée sont représentées associées au grain β les contenant.

Cette orientation présente "globalement" un axe \bar{c} à la fois orthogonal à la sollicitation et contenu dans le plan d'observation. Il est observable sur la carte d'orientation de la phase hexagonale figure IV.44 que plusieurs aiguilles sont morphologiquement "bien orientées" selon les critères établis dans de précédentes études. Les résultats du calcul des facteurs de Schmid des 3 types d'aiguilles, *a priori* bien orientées morphologiquement, sont donnés tableau IV.4.

| Aiguille | Angles d'Euler | | | Facteurs de Schmid | |
|----------|----------------|--------|-------------|--------------------|---------------------|
| | φ_1 | ϕ | φ_2 | Basal maximal | Prismatique maximal |
| bleu | 71 | 97 | 11 | 0.30 | 0.45 |
| rose | 289 | 31 | 183 | 0.16 | 0.48 |
| jaune | 193 | 51 | 264 | 0.48 | 0.21 |

Tableau IV.4 : Calcul des facteurs de Schmid de différentes aiguilles α^P_{wi}

Les résultats du calcul ne corroborent pas les constatations expérimentales. Il devient nécessaire ici d'examiner, comme Le Biavant l'a proposé, le facteur "effet de surface" [LEB00]. En effet, l'angle entre la normale de l'échantillon et le vecteur de Burgers a un rôle non négligeable sur l'amorçage de fatigue selon Brown et Miller [BRO73] (figure IV.46). Le raisonnement est qu'un glissement dans le plan de l'éprouvette est moins favorable à l'amorçage qu'un glissement créant une marche en surface (phénomène d'intrusion-extrusion, plus forte interaction avec l'environnement). Ainsi, le facteur de Schmid conventionnel sera multiplié par le cosinus de l'angle entre la normale de l'échantillon et le vecteur de Burgers.

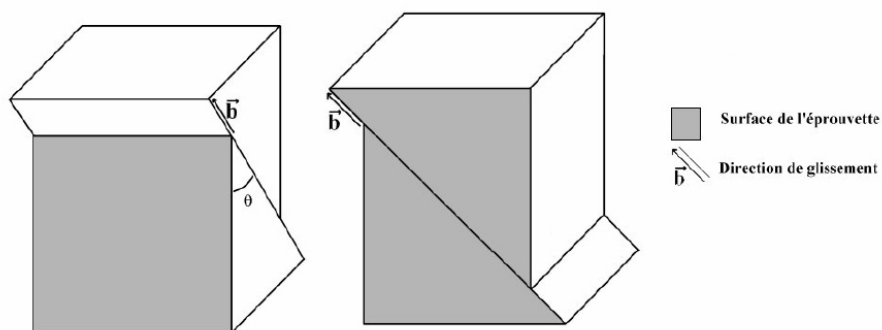


Figure IV.46 : Effet de l'orientation du vecteur de Burgers du glissement actif vis-à-vis de la surface de l'échantillon sur l'amorçage d'une fissure selon Brown et Miller [BRO73]

| Aiguille | Angles d'Euler | | | Facteurs de Schmid corrigés | |
|----------|----------------|--------|-------------|-----------------------------|---------------------|
| | φ_1 | ϕ | φ_2 | Basal maximal | Prismatique maximal |
| bleu | 71 | 97 | 11 | 0.16 | 0.33 |
| rose | 289 | 31 | 183 | 0.05 | 0.2 |
| jaune | 193 | 51 | 264 | 0.37 | 0.08 |

Tableau IV.5 : Calcul des facteurs de Schmid de différentes aiguilles α_{wi}^P

Les résultats du calcul des facteurs de Schmid ainsi modifiés sont donnés dans le tableau IV.5. Le facteur de Schmid du glissement prismatique des aiguilles "bleu" apparaît prépondérant par rapport au facteur calculé pour le glissement prismatique des autres aiguilles. Ceci est en accord avec la trace de glissement observable en surface.

Remarque : on rappellera, à toutes fins utiles, que le raisonnement sur la classification des systèmes actifs selon le facteur de Schmid n'est correct que dans l'hypothèse où tous les systèmes de glissement possèdent la même cission critique d'activation. Or, la maille hexagonale, à l'ambiante, n'est pas reconnue pour être un excellent exemple de ce type de propriété. Pour du Ti α pur, un rapport de cission critique $\tau_c^{\text{basal}}/\tau_c^{\text{prismatique}}$ supérieur à 1,4 a été déterminé [CON81, CHE96]. Ceci explique pourquoi, dans le paragraphe précédent, l'accord entre la trace de glissement et le calcul du facteur de Schmid est validé même si le facteur de Schmid du glissement basal de l'aiguille "jaune" est supérieur à celui du glissement prismatique de l'aiguille "bleue".

➤ La zone 6, dépouillée de façon similaire à la précédente, confirme que la longueur des aiguilles n'est pas le seul paramètre à considérer. En effet, sur la photo de la figure IV.47, on constate que de longues aiguilles existent mais ne présentent pas d'endommagement. Les aiguilles dont l'interface s'endommage sont dans une configuration cristallographique proche de la zone précédente, c'est-à-dire un axe \bar{c} à la fois orthogonal à la sollicitation et contenu dans le plan d'observation. La recherche du plan cristallographique s'approchant de l'endommagement visible conduit à l'identification du plan prismatique

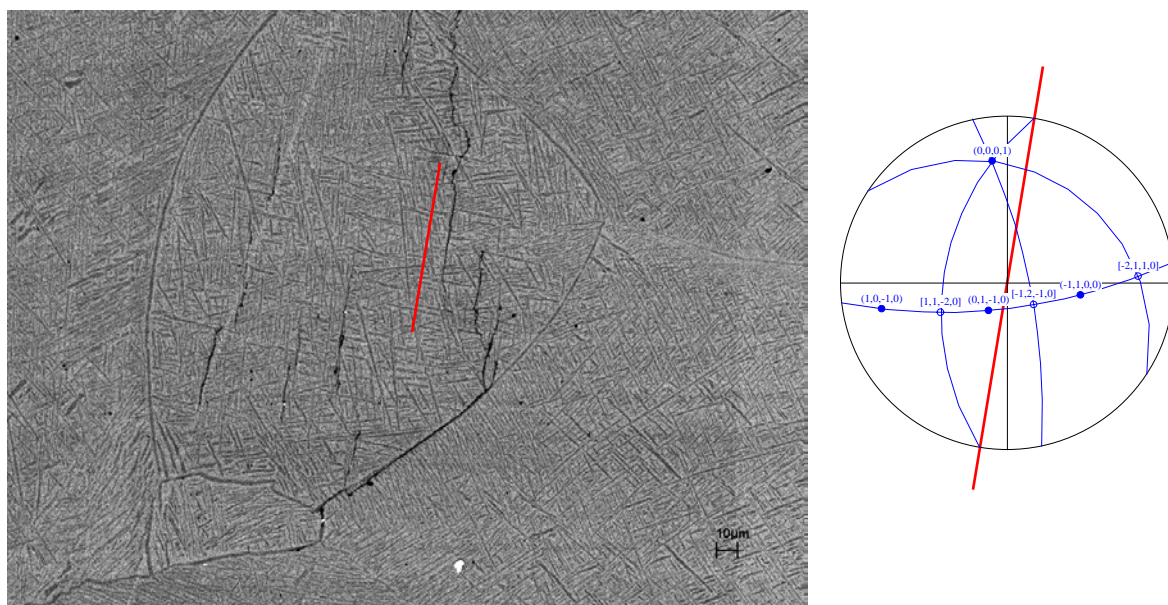


Figure IV.47 : Microstructure de la zone 6 multifissurée et report de l'axe d'endommagement sur la projection stéréographique associée à la phase α_{GB} présentant la fissuration.

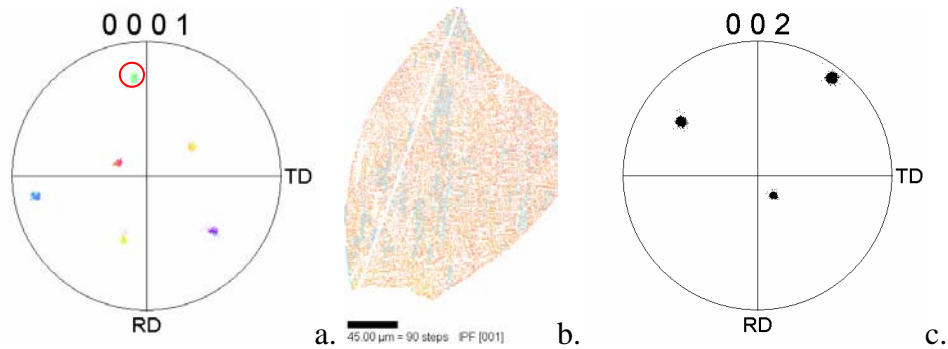


Figure IV.48 : a. FDP {00.1}α de la phase α contenue dans le grain β multifissuré, dont la FDP {002}β est donnée en c. En b. les aiguilles α^{P_{wi}} appartenant à l'orientation incriminée sont représentées associées au grain β les contenant.

La différence de comportement lors de la propagation aux grains voisins ne s'explique pas par une désorientation particulière des grains β. En effet, on constate qu'ils présentent tous les trois une direction [100] parallèle à la normale de la surface, mais le grain (1) présentant l'endommagement diffère de ses deux voisins (2&3) qui sont eux très proches cristallographiquement, comme les figures de pôles de la figure IV.49 le montrent.

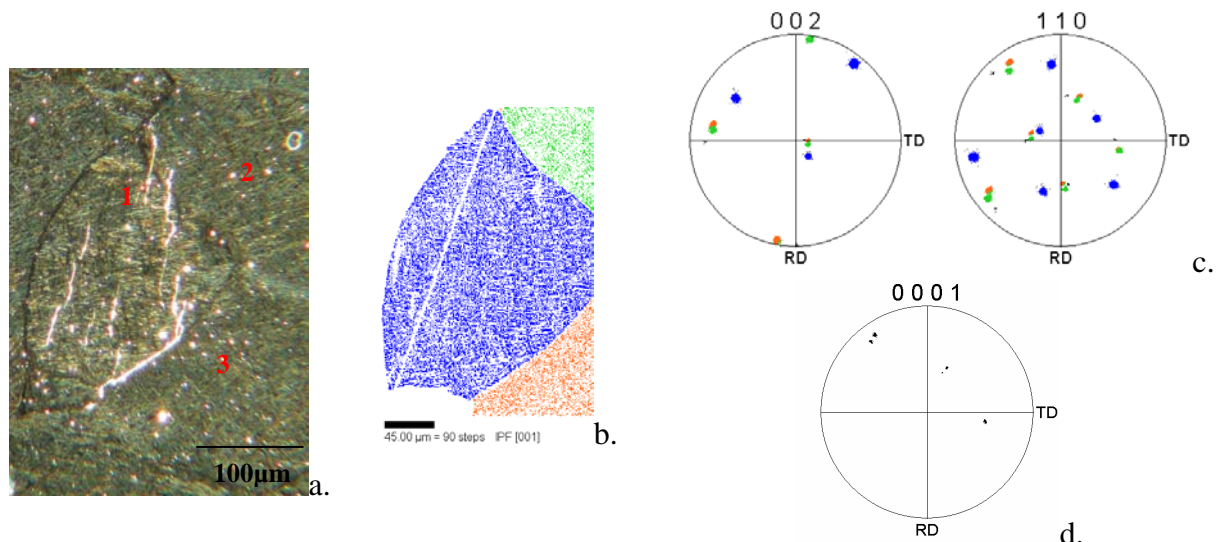


Figure IV.49 : a. Micrographie optique de la zone 6 b. Repérage des grains β et c. FDP associées (les couleurs ne servent qu'au repérage) d. FDP {00.2} de la phase α_{GB} présente entre les grains "bleu-vert" et "bleu-orange"

L'étude de l'orientation de la phase α_{GB}, dans la zone de propagation, ne donne aucune information. Cette phase est systématiquement en relation d'épitaxie avec les grains non endommagés (coïncidence des plans de base de la maille hexagonale avec les plans {110} des grains vert et orange) et non en relation avec les deux grains comme l'aurait permis le plan {110} partagé. La seule différence constatée est la continuité cristallographique du joint à l'interface des grains "bleu-orange" contrairement au joint adjacent aux grains "bleu-vert". La fissure se propageant vers le joint "bleu-orange" rencontre et longe finalement une phase α_{GB} continue morphologiquement et cristallographiquement.

Remarque : pour se convaincre des discontinuités cristallographiques du joint, on pourra utilement se reporter à la figure V.28.

➤ Afin de ne pas alourdir inutilement le texte, seules les figures de pôles du grain β contenant la multi fissuration et de la phase α_{wi}^P dont l'interface s'endommage sont données pour les zones 3 et 4 (figures IV.50&51). Dans le cas de la zone 4, seule l'orientation du grain β est disponible. On constate immédiatement une grande similitude avec les cas précédents au niveau de l'axe \vec{c} et de l'orientation des grains β .

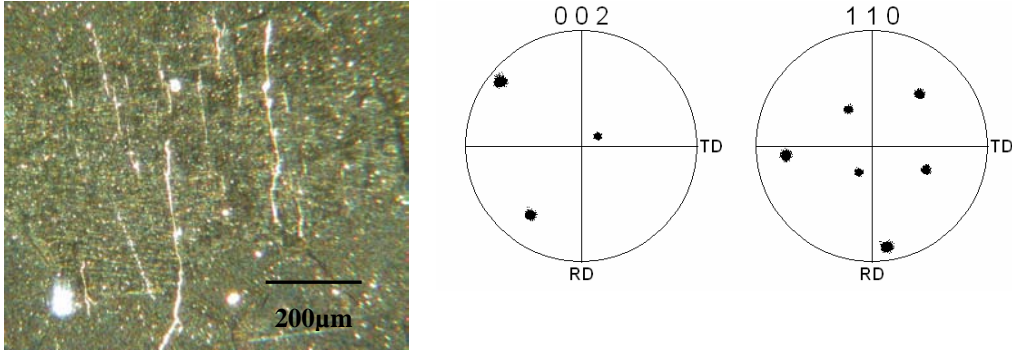


Figure IV.50 : Micrographie optique de la zone 4 et FDP de la phase β où apparaît une multifissuration

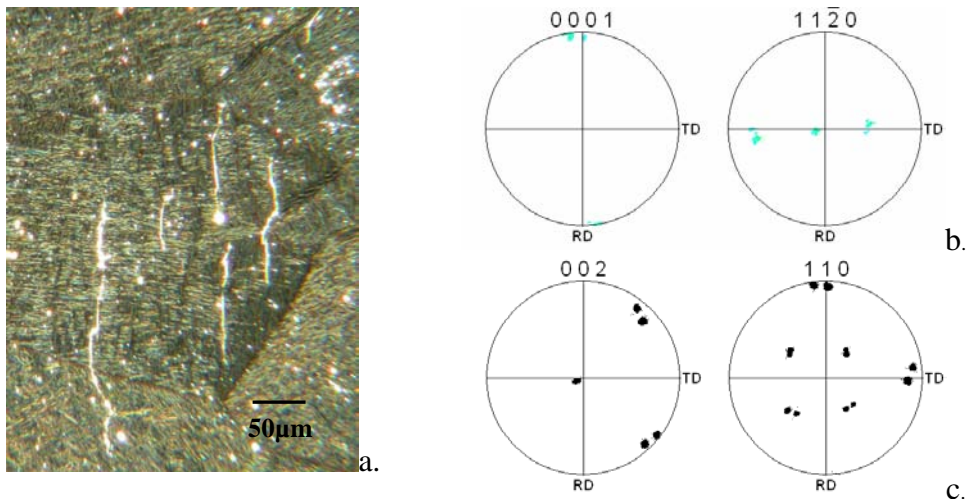


Figure IV.51 : a. Micrographie optique de la zone 3 b. FDP des aiguilles α_{wi}^P s'endommageant c. FDP du grain β contenant ces aiguilles

d. Conclusion

L'étude de l'amorçage de fissures lors d'essais de fatigue en flexion plane à +/- 800 MPa sur éprouvettes plates a permis de relever une forte hétérogénéité de comportement en endommagement du matériau. Ainsi il a pu être constaté des zones :

- vierges de fissure (fissures non détectables avec les moyens mis en œuvre)
- où une seule fissure apparaît à l'interface de deux grains
- multifissurées

Dans les cas où une seule fissure apparaît, l'amorce et la propagation correspondent à un endommagement de la phase α_{GB} . L'orientation de la fissure correspond à la trace d'un plan de glissement. Ce glissement peut survenir aussi bien sur les plans prismatiques que sur le plan basal de la maille hexagonale. Cet endommagement survient essentiellement lorsque la phase α_{GB} est rectiligne, continue et orientée à environ 45° par rapport à la sollicitation.

L'étude des zones présentant une multifissuration a permis de constater que :

- les fissures sont parallèles entre elles dans une zone de multifissuration
- la zone de multifissuration correspond à un ex-grain β
- l'interface de certaines aiguilles $\alpha_{w_i}^P$ avec la matrice β est le lieu de cet endommagement
- les aiguilles endommagées sont le plus souvent morphologiquement identiques

L'étude plus complète au MEB a révélé le lien entre les différentes multifissures et l'interface de certaines aiguilles. L'étude par EBSD a mis en évidence que ces aiguilles présentaient le plus souvent une même orientation cristallographique. Une corrélation entre le glissement et l'amorçage de la fissuration est établie. Dans la majorité des cas, la trace d'un plan prismatique concorde avec l'endommagement.

Les zones de multifissuration résultent de l'endommagement par du glissement intense et des phénomènes d'intrusion-extrusion à l'interface des aiguilles $\alpha_{w_i}^P$ et de la matrice β . Les aiguilles impliquées sont dans la majorité des cas, mais pas obligatoirement, morphologiquement allongées dans la direction orthogonale à la sollicitation. Il semble donc qu'une composante de l'orientation de la phase α soit favorable à l'apparition de cet endommagement. Il ressort aussi, des différentes analyses EBSD conduites sur les différentes zones, que l'orientation du grain β contenant les aiguilles endommagées n'est pas aléatoire, en accord avec les relations d'orientation existantes entre ces deux phases. Ainsi, les grains β impliqués présentent une orientation cristallographique particulière : une direction $\langle 100 \rangle$ parallèle à la normale à l'échantillon et une direction $\langle 110 \rangle$ proche de l'axe de sollicitation. Cette orientation du grain β , en particulier l'axe $\langle 100 \rangle$ parallèle à la normale à la surface de l'échantillon, est le résultat du forgeage en phase β préalablement étudié. L'interrogation sur l'impact de la texture de la phase β était donc justifiée. Il convient dorénavant de déterminer comment modifier la texture héritée du forgeage en phase β .

Chapitre V

Caractérisation du contreforgeage et conséquences en fatigue

Chapitre V

| | |
|---|------------|
| <i>I/ Contreforgeage numérique.....</i> | <i>99</i> |
| <i>II/ Contreforgeage expérimental.....</i> | <i>102</i> |
| <i>III/ Essais conventionnels "Snecma Moteurs".....</i> | <i>106</i> |
| 1) Éprouvettes et conditions d'essais | 106 |
| 2) Résultats..... | 106 |
| <i>IV/ Essai de fatigue en flexion plane</i> | <i>112</i> |
| 1) Résultats macroscopiques | 112 |
| 2) Rôle de l'orientation cristallographique locale..... | 112 |
| a. Fissurations intergranulaires | 113 |
| b. Fissurations intragranulaires | 114 |
| <i>Conclusion partielle sur le comportement en fatigue du Ti17 forgé et contreforgé</i> | <i>122</i> |

Les résultats des essais de fatigue sur le matériau forgé ont mis en évidence le rôle non négligeable de l'orientation du grain β . La formation des domaines cristallographiques étudiée précédemment peut engendrer de grandes plages favorables à un multi-endommagement. Ces plages critiques ont un axe $\langle 100 \rangle$ parallèle à l'axe de compression. Par conséquent, le contreforgeage, en modifiant la texture globale, pourrait être une solution pour diminuer la taille des domaines cristallographiques. Une étude à la fois numérique et expérimentale du contreforgeage a été entreprise.

I/ Contreforgeage numérique

Les paramètres pouvant être modifiés sur un essai de forgeage sont relativement nombreux, en particulier : la température, le taux de déformation, la vitesse de déformation. Afin de limiter le nombre d'essais, coûteux et pas uniquement en temps, une simulation du contreforgeage sur les agrégats constitués lors de la modélisation du forgeage en phase β (*Chapitre III*) a été réalisée.

L'agrégat réel et l'agrégat isotrope ont été traités de façon identique : le contreforgeage est effectué sur les agrégats ayant subi $\varepsilon \cong 0,6$ de déformation lors du premier trajet. Ces agrégats ne peuvent être utilisés directement pour le contreforgeage. Une "découpe numérique" est nécessaire. En effet, les bords sont trop irréguliers et surtout les éléments sont déjà fortement déformés et ne peuvent subir une déformation supplémentaire. Les orientations cristallines et la morphologie des entités cristallines contenues dans un parallélépipède de dimension $2*2*1.5 \text{ mm}^3$, pris au centre de l'agrégat déformé, ont été récupérées (figures V.1&2) par pas de $50 \mu\text{m}$. Le pas et les informations recueillies ont permis de générer un nouveau maillage régulier constitué d'éléments cubiques (C3D8R) de $50 \mu\text{m}$ d'arête.

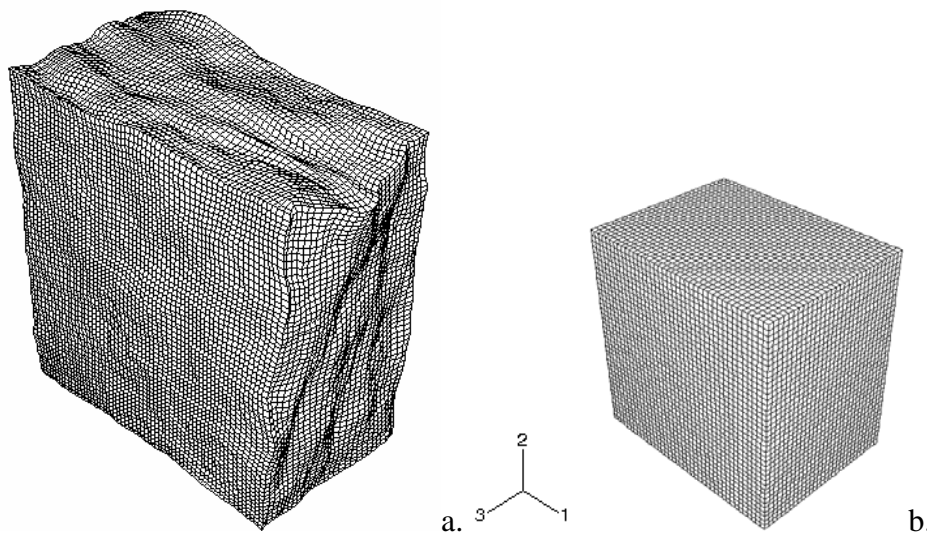


Figure V.1 : a. Maillage de l'agrégat 3D après 0,6 de déformation lors du 1er trajet de chargement suivant l'axe 3 b. Nouveau maillage, extrait du précédent

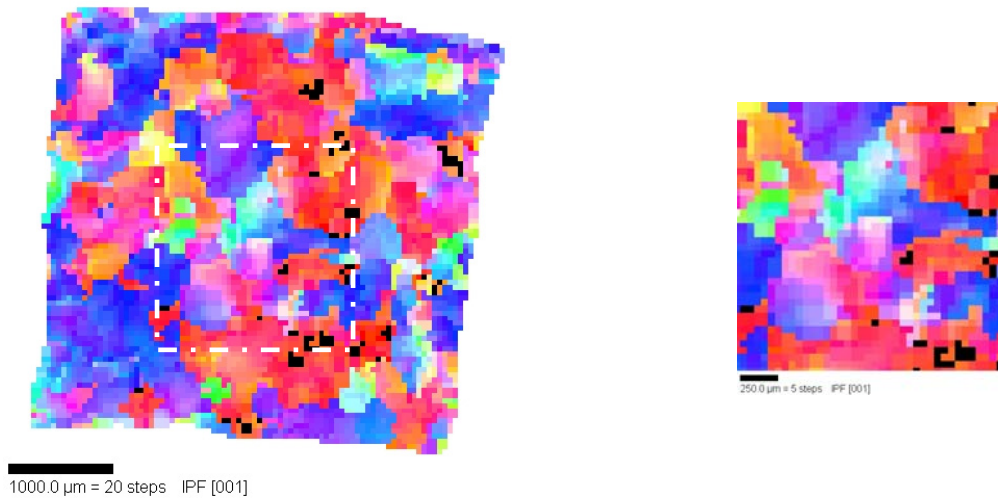


Figure V.2 : Récupération des orientations cristallines dans un carré de 2*2 mm²

Toutes les hétérogénéités intra et intergranulaires de rotation, liées au 1^{er} forgeage sont prises en compte dans le second maillage. Cependant, cette description reste grossière. En effet, la densité de dislocations finale sur les différents systèmes de glissement est un paramètre important mais non intégré dans la présente modélisation. Ce choix résulte du compromis nécessaire entre un temps acceptable de calcul et le nombre de paramètres.

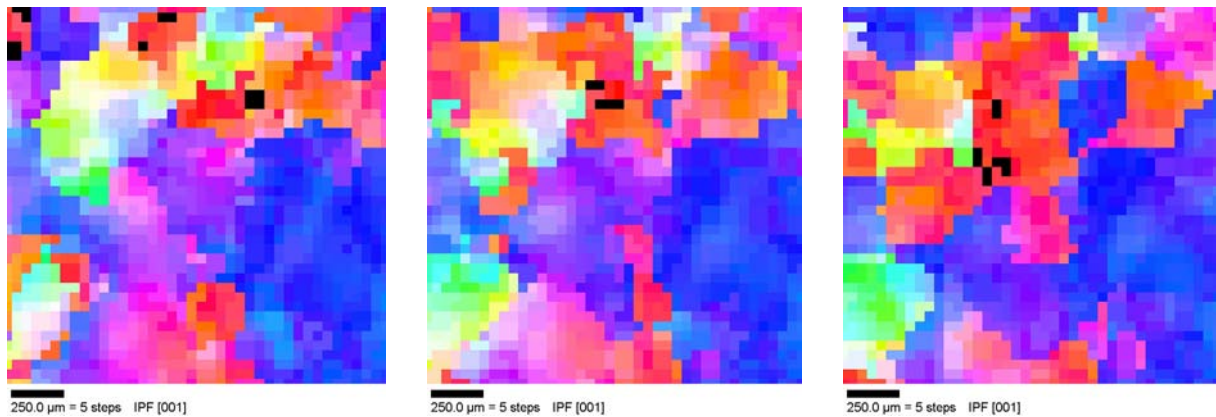


Figure V.3 : Exemple de couches successives avant contreforgeage

L'axe de sollicitation est pris à 90° du précédent, dans le cas présent suivant l'axe 1 (figure V.1). Les lois et les paramètres, présentés et utilisés *Chapitre III*, ont servi à cette modélisation. La morphologie et les orientations initiales correspondent à celles calculées à la fin du premier trajet.

Les calculs sur les deux agrégats, qui avant le premier trajet étaient pour l'un isotrope pour l'autre avec la texture du matériau d'approvisionnement (figure V.4), ont été conduits jusqu'à $\varepsilon \cong \varepsilon_f$.

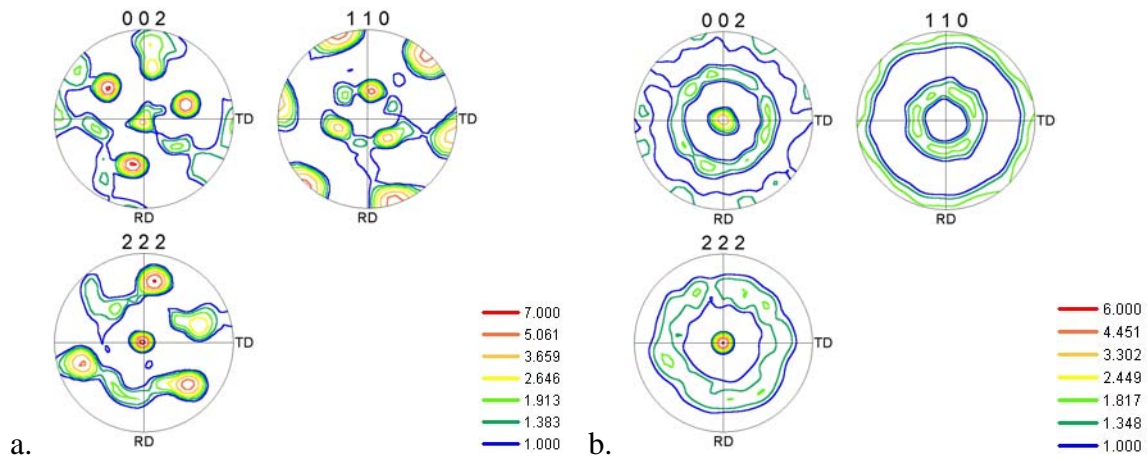


Figure V.4 : FDP des deux agrégats (a. réel, b. isotrope) avant contreforgeage

L'évolution des textures globales pour les deux agrégats est donnée figure V.5 où RD est l'axe de contreforgeage. On constate sur les figures de pôles une même évolution, classique, vers l'alignement des pôles $\{100\}$ et $\{111\}$ suivant l'axe de sollicitation (RD). Les FDP à différents taux de déformation sont en *Annexe J*. De cette étude, c'est l'évolution du maximum de ces FDP qui est intéressante.

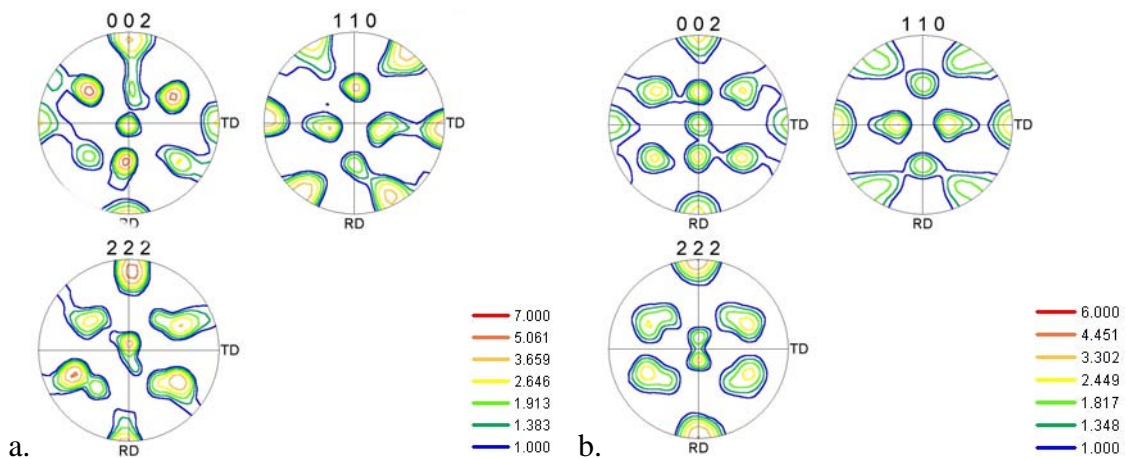


Figure V.5 : FDP après $\varepsilon \cong \varepsilon_f$ de déformation lors du 2nd trajet de déformation suivant l'axe RD. Résultats obtenus par contreforgeage des agrégats issus des orientations : a. réelles (matériau d'approvisionnement) b. tirées aléatoirement (isotrope)

| | $\varepsilon = 0$ | $\varepsilon \cong \varepsilon_b$ | $\varepsilon \cong \varepsilon_c$ | $\varepsilon \cong \varepsilon_d$ | $\varepsilon \cong \varepsilon_e$ | $\varepsilon \cong \varepsilon_f$ |
|-------------------------|-------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|
| Contreforgeage_réel | 7.688 | 7.698 | 7.00 | 6.52 | x | 8.889 |
| Contreforgeage_isotrope | 6.257 | 5.656 | 3.594 | 3.07 | 3.859 | 4.53 |

Tableau V.1 : Maximum des FDP à différents taux de contreforgeage pour les 2 agrégats

Dans le tableau V.1, le maximum des FDP est donné pour différents taux de compression. L'évolution indique que la courbe des maxima passe par une valeur minimale, qui se situe entre ε_c et ε_e . Ainsi, réaliser un contreforgeage à ce taux de déformation optimisé, noté ε_{opt} , ne permet certes pas de modifier l'allure générale de la texture mais constitue un niveau pour lequel la dispersion des orientations est la plus forte.

II/ Contreforgeage expérimental

Les contreforgeages expérimentaux ont été réalisés en laboratoire. Après un premier forgeage à $T > T_\beta$, 5.10^{-2} s^{-1} et $\varepsilon = 0,7$, les pions ont été découpés afin d'obtenir des pions forgeables à 90° du précédent axe de forgeage.

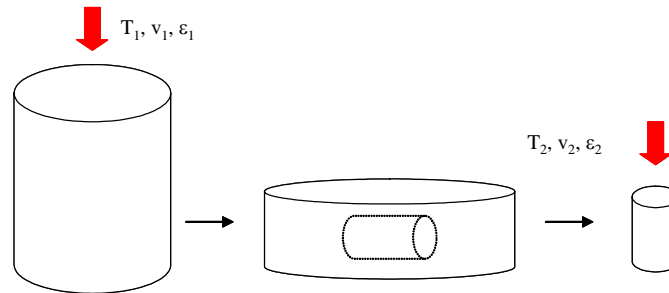


Figure V.6 : Schématisation de la démarche appliquée pour le forgeage-contreforgeage

La température et le taux de déformation sont inchangés et égaux à $T > T_\beta$ et ε_{opt} respectivement pour tous les contreforgeages. Les essais ont été réalisés sur une MTS 500kN permettant d'accéder aux grandes vitesses de déformation (jusqu'à 1 ms^{-1}). La gamme de vitesse testée, sur des pions parallélépipédiques (hauteur : 20 mm, section : 100 mm^2), est comprise entre 5.10^{-4} s^{-1} et 5 s^{-1} .

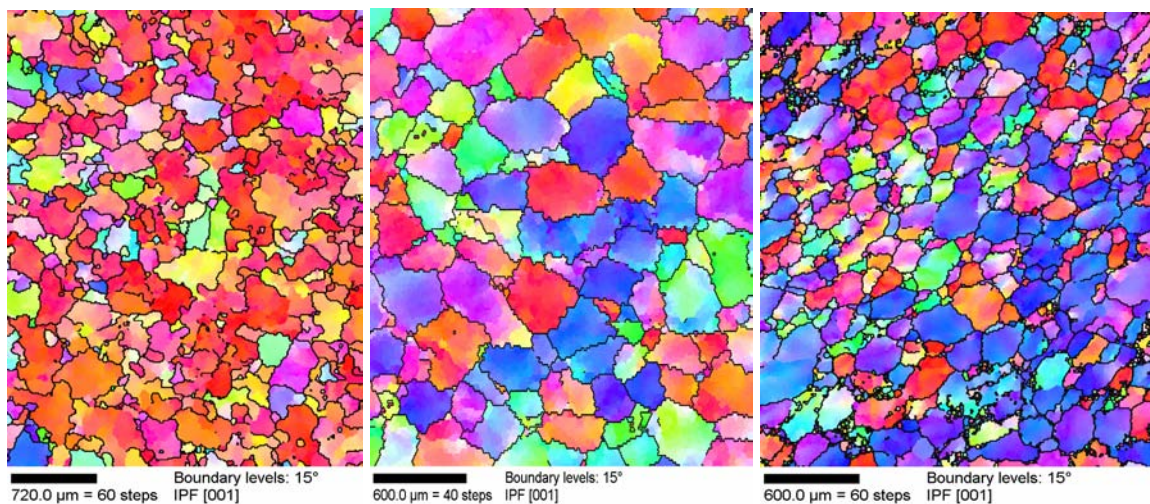


Figure V.7 : Direction cristallographique parallèle à la normale à la surface pour trois vitesses de contreforgeage (de gauche à droite de 5.10^{-4} s^{-1} à 5 s^{-1})

Des cartographies EBSD, réalisées au centre des pions contreforgés, sont données figure V.7. À faible vitesse, une orientation privilégiant l'axe $\langle 100 \rangle$ suivant l'axe de forgeage est constatée alors qu'à forte vitesse c'est l'axe $\langle 111 \rangle$.

Ces cartes permettent de confirmer l'effet de la vitesse de déformation sur la texture, observé par Chaussy sur le β_{cez} [CHA96]. En effet, plus la vitesse de déformation est importante plus la composante $\langle 111 \rangle$ suivant l'axe de forgeage est renforcée. D'autre part, il semblerait que les échantillons contreforgés à grande vitesse présentent une taille moyenne de grains inférieure aux autres échantillons. La recristallisation/restauration est probablement responsable de ce résultat. Ainsi, Chaussy rapporte que la taille des nouveaux grains et des sous-grains est d'autant plus fine que la vitesse est élevée. L'autre effet observé par Chaussy et déjà noté par Audrerie [AUD93], est que plus la vitesse de déformation est grande plus la recristallisation continue survient à des taux de déformation importants.

Les échantillons précédents étant de dimensions réduites, une seconde campagne sur des échantillons plus massifs, a été réalisée. Pour limiter le nombre d'essais répétitifs, la première étape de forge a été effectuée à Gennevilliers sur la presse hydraulique de 150 tonnes sur un lopin ($\phi = 90$ mm, $h = 210$ mm) jusqu'à $\epsilon = 0,7$ à une vitesse de déformation imposée représentative des vitesses imposées industriellement. De ce lopin, 24 pions ($\phi = 25$ mm, $h = 30$ mm) ont été usinés (plan de découpe en *Annexe I*) et testés en compression à différentes vitesses à $T > T_{\beta}$ et ϵ_{opt} .

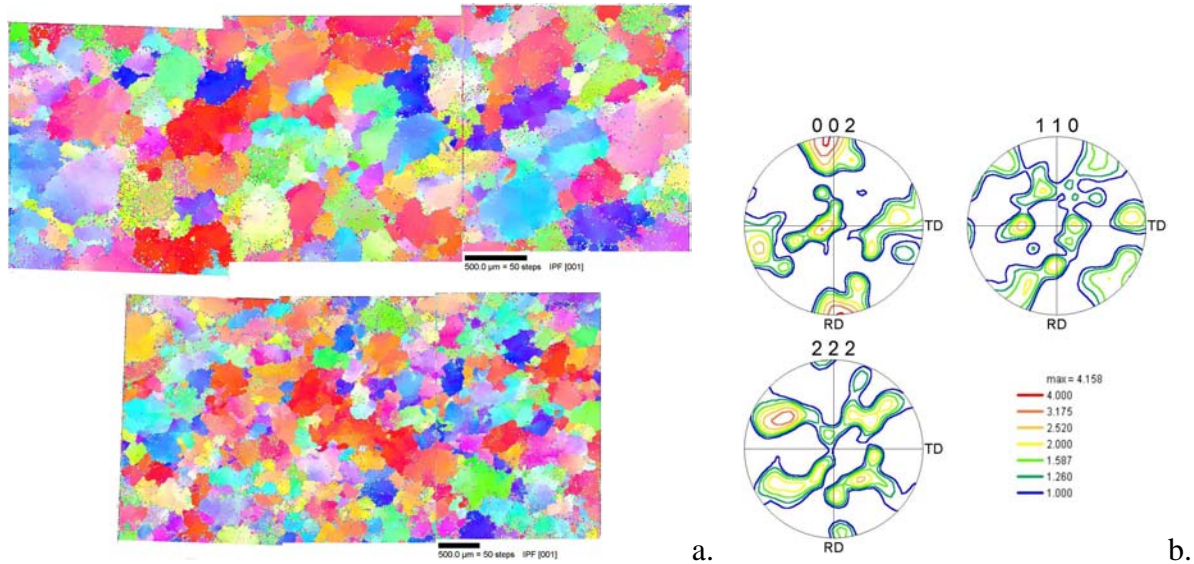


Figure V.8 : a. Carte d'orientation positionnant l'axe DN dans le triangle stéréographique pour l'échantillon contreforgé à $5.10^{-4} s^{-1}$ et ϵ_{opt} b. Figures de pôles associées

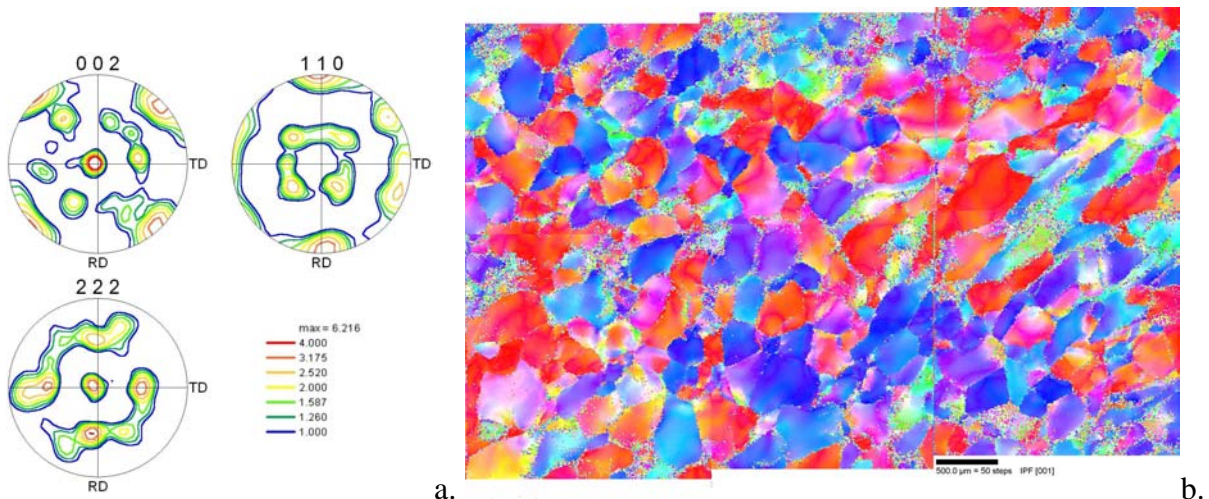


Figure V.9 : b. Carte d'orientation positionnant l'axe DN dans le triangle stéréographique pour l'échantillon contreforgé à $5 s^{-1}$ et ϵ_{opt} a. Figures de pôles associées

Les dimensions des échantillons ont permis d'analyser des zones plus importantes (figure V.8&9).

- À faible vitesse de déformation, $10^{-4} s^{-1}$, on constate une importante dentelure des joints de grains. Le diamètre des grains avoisine $500 \mu m$ avec une désorientation présente à l'intérieur de la plupart des grains. Quelques petits grains sont également visibles (Les cartes ont volontairement été laissée vierges de toutes corrections afin d'éviter la création artificielle de petits grains).

- À forte vitesse, 5 s^{-1} , le diamètre des grains avoisine $350 \mu\text{m}$ mais les plages cristallographiques ("bleu" et "rouge") atteignent facilement le millimètre. Les dimensions des zones analysées permettent de tracer les figures de pôles associées. Les résultats obtenus confirment ceux précédemment établis sur l'impact de la vitesse de déformation sur la formation de la texture [CHA96] [AUD93].

Ces résultats obtenus en laboratoire, nécessitent d'être confirmés sur pièce massive pour être validés. De surcroît, une pièce initiale massive est nécessaire si l'on souhaite pouvoir usiner des éprouvettes afin de caractériser le comportement en fatigue des pièces contreforgées.

Afin de pouvoir tester en fatigue les effets des différents chemins mécaniques étudiés, un lopin ($\phi = 260 \text{ mm}$, $h = 530 \text{ mm}$) de 129 kg a été forgé sur une presse hydraulique 4000 tonnes disponible en production à Gennevilliers.

Après homogénéisation de la température du lopin à $T > T_{\beta}$, celui-ci est forgé sur tas chaud (860°C) à une vitesse standard utilisée pour les disques forgés en Ti17, jusqu'à $0,7$ de déformation. La température des tas ne correspond pas aux standards de fabrication, mais permet dans notre cas de limiter fortement le domaine des peaux mortes. Le refroidissement est effectué à l'air.



**Figure V.10 : a. Forgeage d'un lopin sur la presse 4000t à Snecma Moteurs Gennevilliers
b. Découpe de nouvelles pièces dans le lopin forgé**

Dans ce lopin forgé, 8 pions ont été découpés ($\phi = 100 \text{ mm}$, $h = 150 \text{ mm}$) à 90° du premier forgeage. Quatre ont été contreforgés à $\epsilon = \epsilon_{\text{opt}}$ de déformation sur une presse hydraulique de 150 tonnes selon les conditions particulières données tableau V.2. Le refroidissement s'est effectué à l'air.

| | 1 | 2 | 3 | 4 |
|------------------------------------|-----------------|-----------------|-----------------|---------------------|
| Température ($^{\circ}\text{C}$) | $T > T_{\beta}$ | $T > T_{\beta}$ | $T > T_{\beta}$ | $T \cong T_{\beta}$ |
| Vitesse (s^{-1}) | V_1 | V_2 | V_3 | V_3 |

Tableau V.2 : Caractéristiques des différents contreforgeages

De ces 4 lopins contreforgés, différentes éprouvettes ont été usinées :

- des éprouvettes de fatigue selon des standards Snecma Moteurs afin d'avoir une confrontation avec les données déjà existantes.
- des éprouvettes plates de fatigue en flexion pure afin de caractériser l'influence sur les domaines cristallographiques et donc sur la fatigue des trajets thermomécaniques proposés.
- une tranche à cœur afin de réaliser une attaque Blue Etch (attaque macroscopique permettant de révéler des ségrégations).

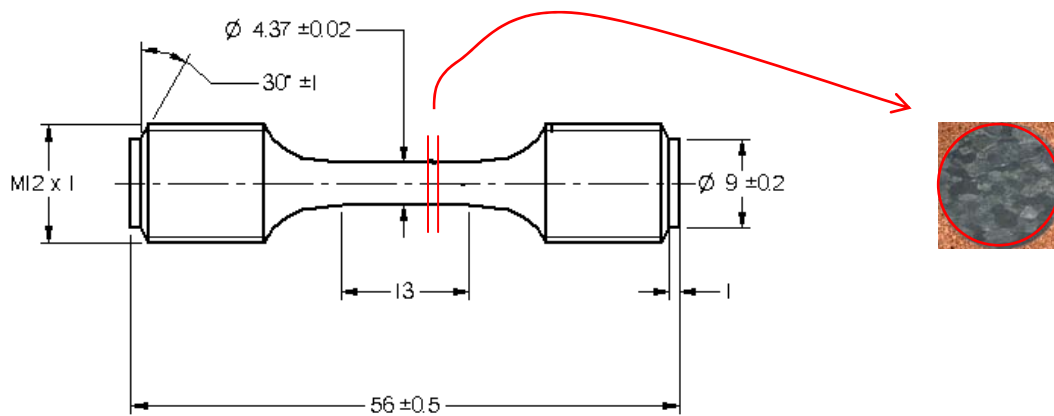
Les résultats de l'attaque Blue Etch, sur les différentes tranches, n'ont pas mis en avant d'importantes ségrégations ou d'autres défauts qui auraient conduit au rebut des pièces associées à cette tranche.

Avant usinage des éprouvettes, les pièces ont toutes subi un traitement thermique visant à reproduire celui des pièces en fabrication. Ce traitement a été effectué à Snecma Moteurs Villaroche sous atmosphère contrôlée.

III/ Essais conventionnels "Snecma Moteurs"

1) Éprouvettes et conditions d'essais

Dans chacune des pièces contreforgées (n° 1 à 4), deux éprouvettes (A et B) de fatigue ont été prélevées. Les conditions de préparation sont les mêmes que pour les éprouvettes forgées, seule la géométrie des éprouvettes diffère. Le sens de prélèvement des éprouvettes, orthogonal à l'axe de forgeage et non orthoradial, était le seul possible compte tenu de la quantité de matière disponible après contreforgeage. Les essais ont été réalisés par la société Centech dans les mêmes conditions que ceux réalisés chez METCUT, c'est-à-dire à 200°C à rapport d'amplitude nul ($R_\sigma = 0$). L'essai débute en déformation sinusoïdale totale imposée ($\Delta\varepsilon = 0,78\%$) avec une fréquence de 1Hz. À partir de 85000 cycles, l'essai est piloté en mode effort à la valeur de la contrainte stabilisée avec une fréquence de 10Hz jusqu'à rupture. À 3 mm à l'arrière du faciès de rupture, une tranche est prélevée afin de caractériser la microstructure.



2) Résultats

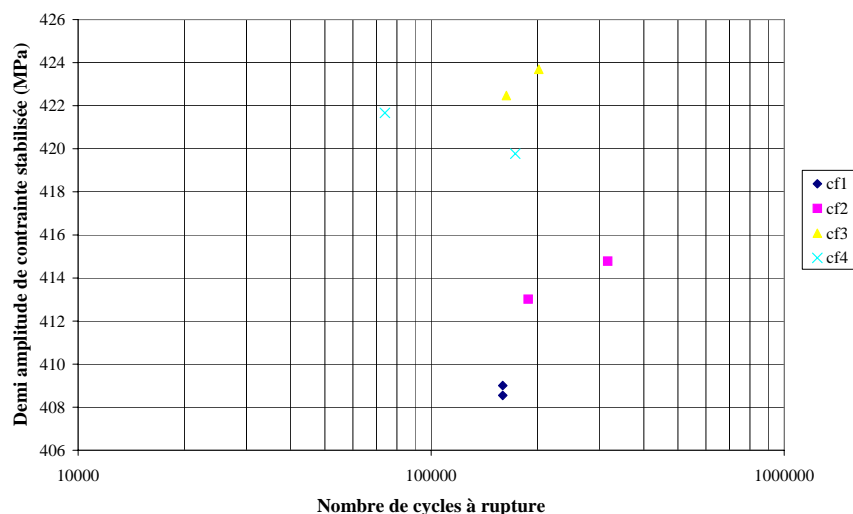


Figure V.12 : Valeur de la demi-amplitude de la contrainte stabilisée $\Delta\sigma_s/2$ en fonction du nombre de cycles à rupture

L'ensemble des résultats est présenté sur la figure V.12. Une assez faible dispersion des durées de vie mais centrée sur une valeur relativement faible est observée. Le sens de prélèvement, non conventionnel, peut en partie expliquer ces résultats. Les microstructures résultantes des 4 conditions de contreforgeage (figure V.13), correspondent à des ex-grains β plutôt équiaxes de taille semblable excepté pour l'éprouvette 4B qui macroscopiquement semble présenter une assez forte hétérogénéité.

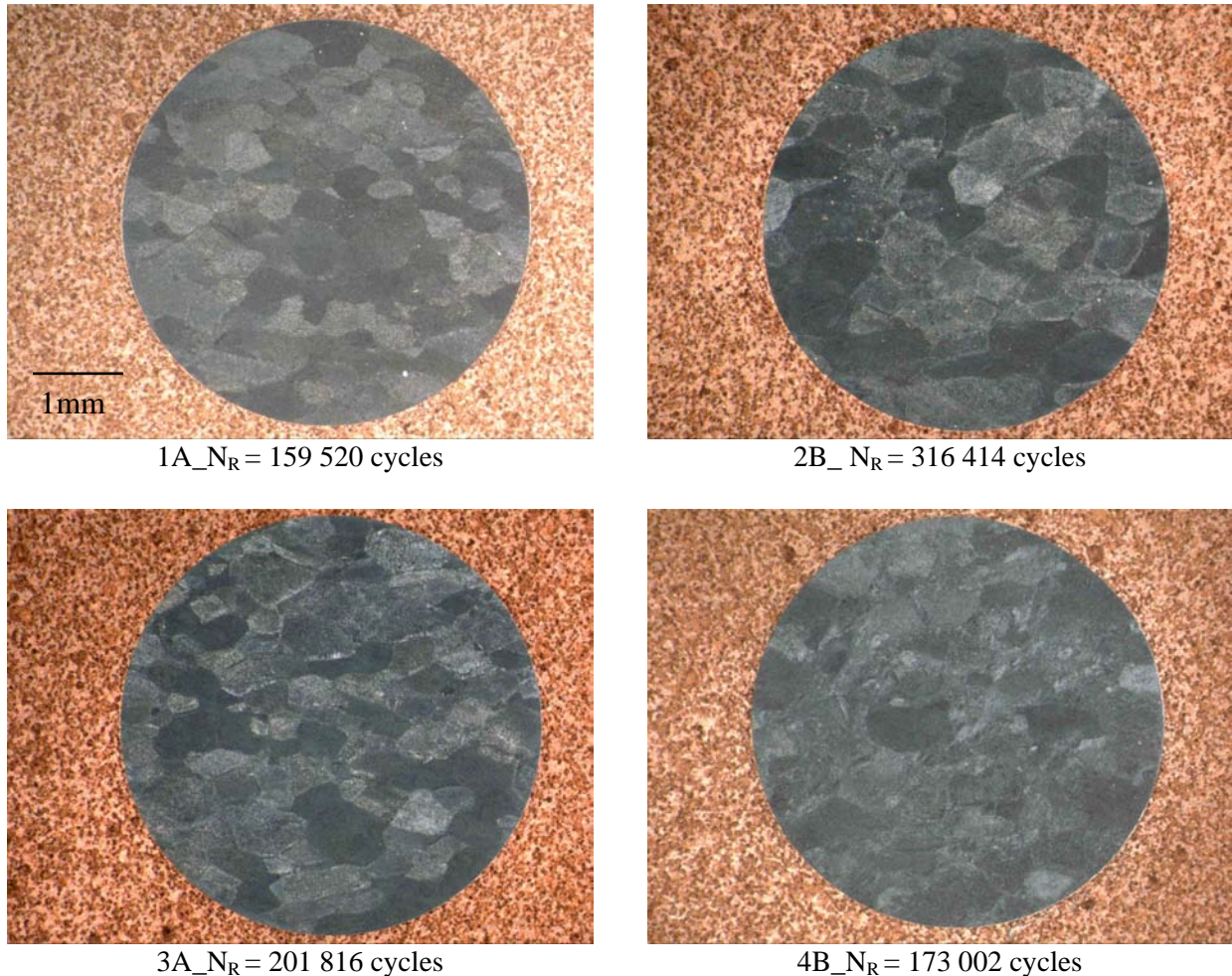


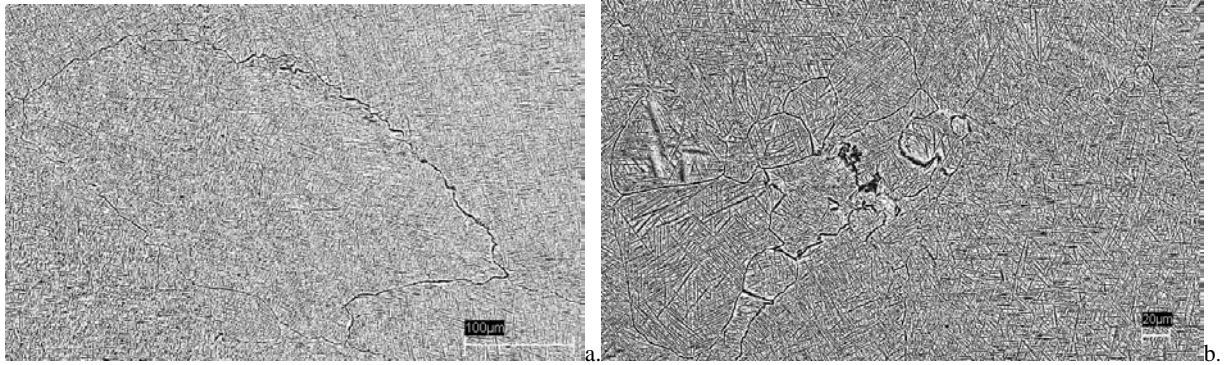
Figure V.13 : Macrographies à 3 mm en dessous des faciès de rupture et conditions de contreforgeage

Le même protocole que pour les éprouvettes forgées, issues du disque fan pour gros moteur (*Chapitre IV*), a été appliqué :

- observation du faciès et localisation du site
- étude du site d'amorçage après une attaque chimique au 0,5HF
- comparaison avec la microstructure obtenue à 3 mm sous la surface de rupture

Quelques microstructures obtenues au MEB sont données dans les figures V.14 à V.17.

Les grains β déformés peuvent atteindre 500 μm dans leur plus grande dimension mais la moyenne s'évalue à 300 μm . La phase α_{GB} est, dans la très grande majorité des cas, discontinue (figure V.14a) et peu de situations propices à une propagation rapide le long de cette phase, comme constatées dans le chapitre précédent, sont observées. Seuls les grains β recristallisés présentent des joints surlignés d'une phase α_{GB} rectiligne (figure V.14b).



**Figure V.14 : a. Grain β et phase α_{GB} non rectiligne (épreuve 3A)
b. Grains recristallisés (épreuve 2B)**

Ces grains recristallisés sont présents au niveau des joints de grains (figure V.14b) mais de façon plus localisée. Globalement la taille des grains recristallisés apparaît plus importante que dans le cas de la recristallisation en collier observée sur pièce forgée (épreuve 5A *chapitre IV*). Selon les éprouvettes, il est aussi observé que la microstructure α_{wi}^P n'est pas totalement en vannerie, et apparaît dans ce cas plus épaisse.

Cette microstructure non aiguillée est très importante dans le cas 4B où la température de forgeage était voisine de celle du transus β . On retrouve dans ce dernier cas, une microstructure duplex présentant à la fois des nodules et des aiguilles (figure V.17).

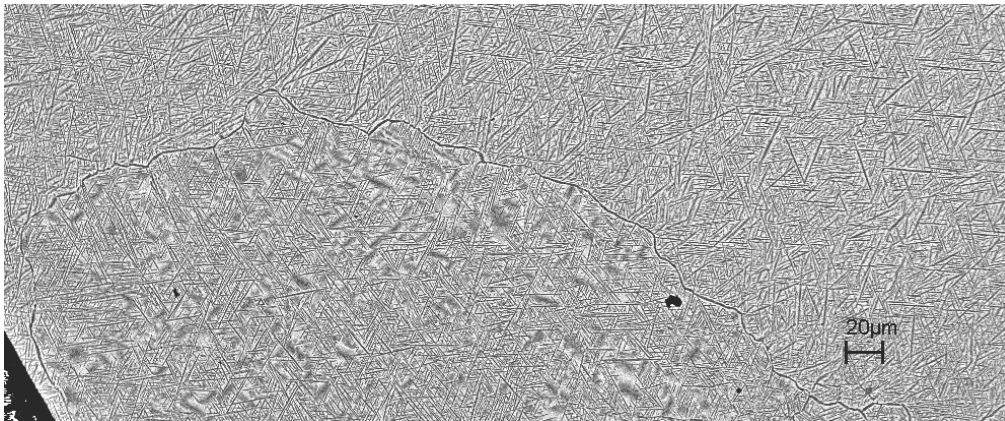


Figure V.15 : Hétérogénéité de microstructure de la phase α (épreuve 1A)

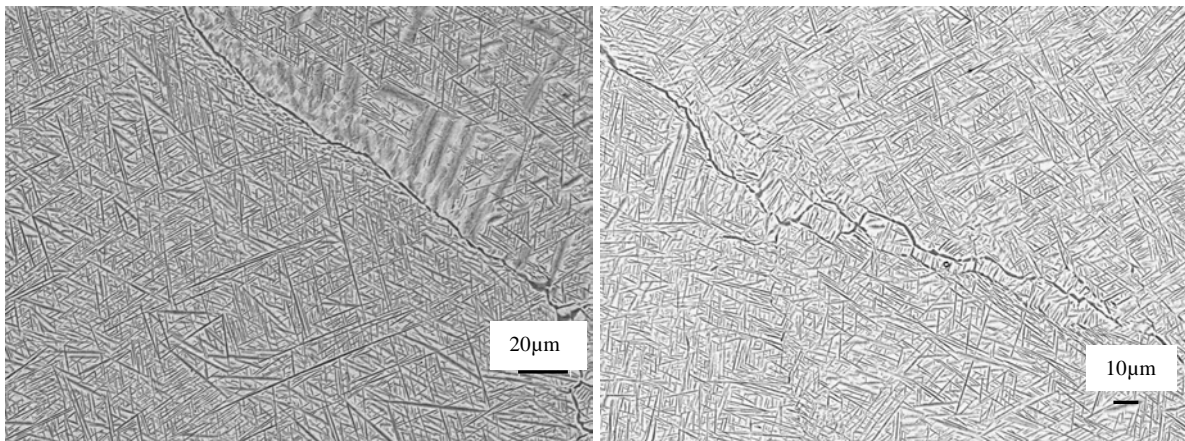


Figure V.16 : Hétérogénéité de microstructure de la phase α et première trace de recristallisation à l'interface de deux ex-grains β (épreuve 3A)

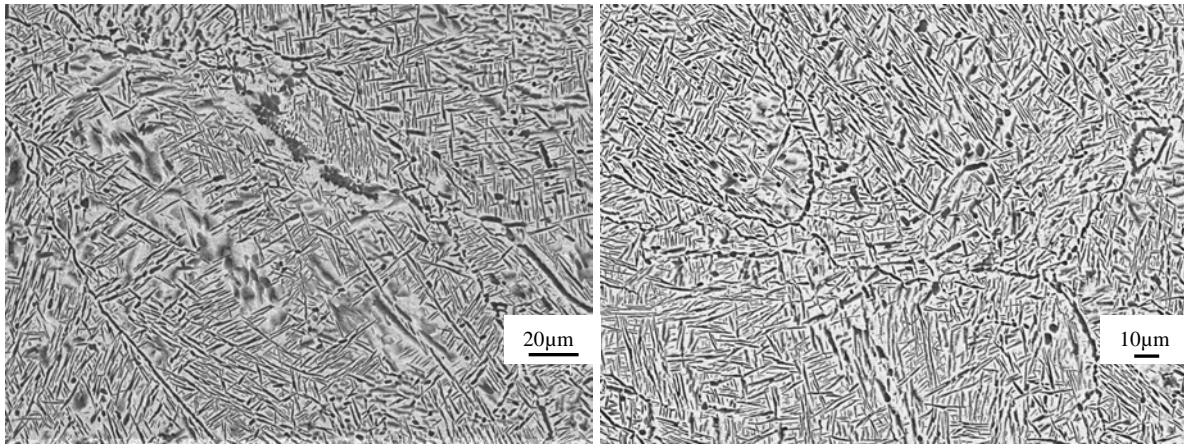


Figure V.17 : Microstructures aiguillées et nodulaires de l'éprouvette 4B

Aspect des faciès de rupture

Afin de ne pas alourdir le document principal, les photos des faciès de rupture des 4 éprouvettes, dont les macrographies sont présentées figure V.13, sont reportées en *Annexe K*.

Les différents faciès présentent un relief conséquent, en relation avec les dimensions des ex-grains β . Pour toutes les éprouvettes, on retrouve dans la zone de fatigue des lignes de convergence (toujours très utiles pour remonter au site d'amorçage), des stries de fatigue et par endroit des fissures secondaires (figure V.18).

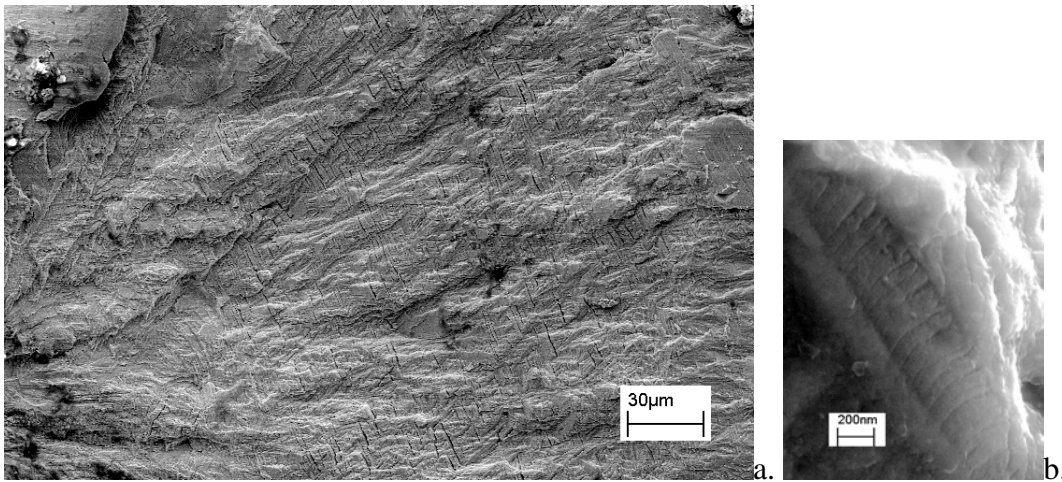


Figure V.18 : a. Lignes de convergences et fissures "secondaires" (éprouvette 1A) b. Stries de fatigue à l'intérieur d'une aiguille α_{wi}^P (éprouvette 3A)

Les fissures "secondaires" sont constatées une nouvelle fois à l'interface des aiguilles α_{wi}^P et de la matrice. L'utilisation des électrons rétrodiffusés permet de s'en assurer, sans avoir à dégrader la surface par attaque chimique (figure V.19).

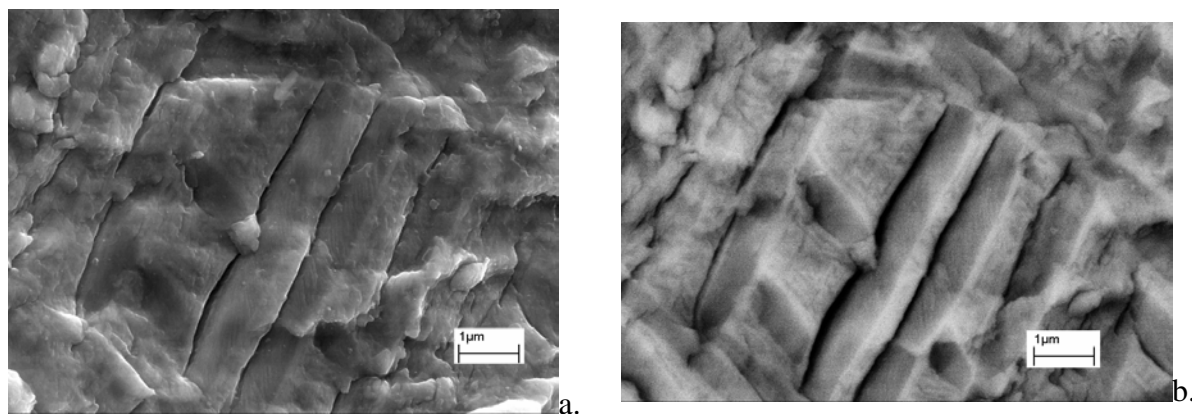


Figure V.19 : Endommagement présent à l'interface des aiguilles α^P_{wi} et de la matrice β observé par :
a. électrons secondaires (observation du relief et de stries à l'intérieur des aiguilles)
b. électrons rétrodiffusés (observation sans attaque chimique des phases)

Sites d'amorçage

Les sites d'amorçage visualisés au MEB, des 8 éprouvettes testées, sont reportés dans l'*Annexe K*. Deux sites d'amorçage, après attaque chimique, sont présentés à seule fin d'illustration figure V.20&21.

L'étude des 8 faciès confirme la présence d'un seul et unique site d'amorçage. Les zones d'amorçage peuvent être internes, sub-surfacique ou surfaciques. Le tableau V.3 récapitule les différents sites. La majorité des sites semble correspondre à une interface entre grains déformés et grains issus de la recristallisation.

| Éprouvette | Localisation du site | Identification |
|------------|----------------------|--|
| 1A | sub-surfacique | probablement grain recristallisé |
| 1B | surfactive | probablement grain recristallisé |
| 2A | interne | dans un plan de joint de grain recristallisé |
| 2B | interne | dans une bande de grains recristallisés |
| 3A | surfactive | interface grain recristallisé/gros grain |
| 3B | surfactive | plans de lattes α |
| 4A | surfactive | indéterminé |
| 4B | interne | peut-être une zone recristallisée |

Tableau V.3 : Identification des sites d'amorçage pour les 8 éprouvettes

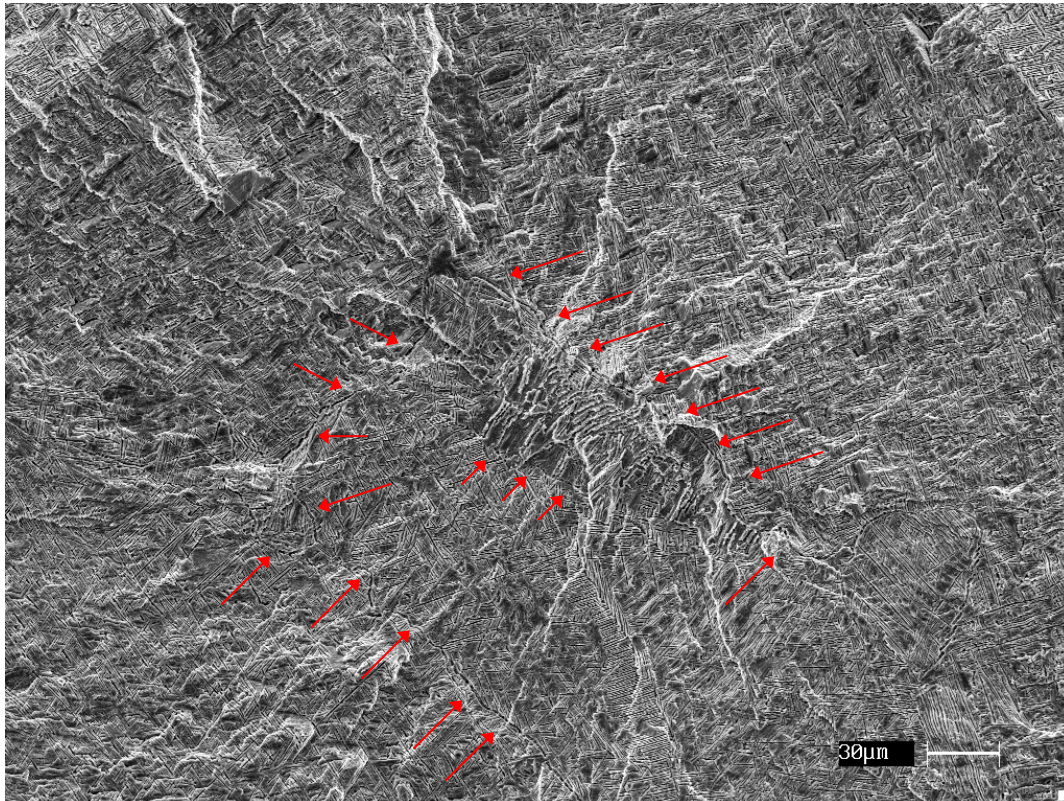


Figure V.20 : Site d'amorçage de l'éprouvette 2B, la rupture s'est probablement amorcée dans une zone recristallisée (1 voire 2 grains). Les flèches repèrent la phase α_{GB} .

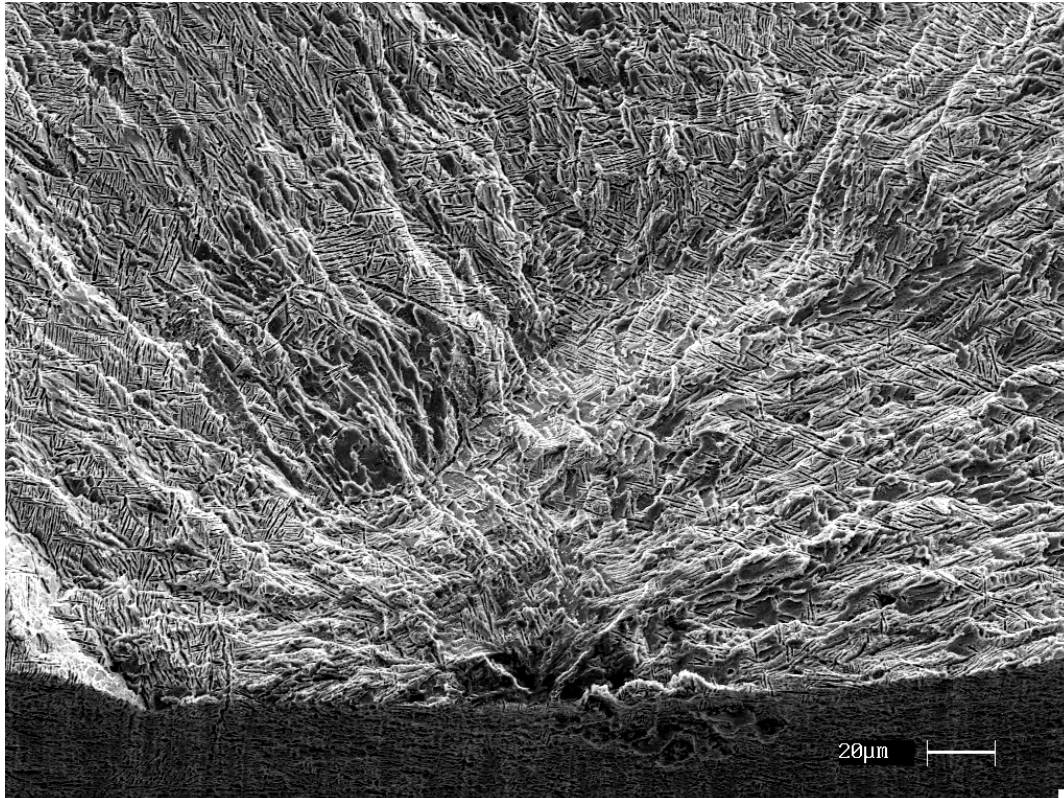


Figure V.21 : Site d'amorçage de l'éprouvette 4A, l'origine de la rupture n'est pas clairement établie

IV/ Essai de fatigue en flexion plane

Seules les éprouvettes issues des lopins contreforgés, référencés n°2 et n°3, ont été testées en fatigue plane. En effet, la microstructure des éprouvettes associées au lopin n°4 n'est pas conforme aux spécifications industrielles.

Les essais ainsi que la géométrie des éprouvettes sont identiques à ceux présentés au *Chapitre IV*. C'est-à-dire réalisés à l'ambiante, à +/- 800 MPa et à 5 Hz sur éprouvettes plates.

1) Résultats macroscopiques

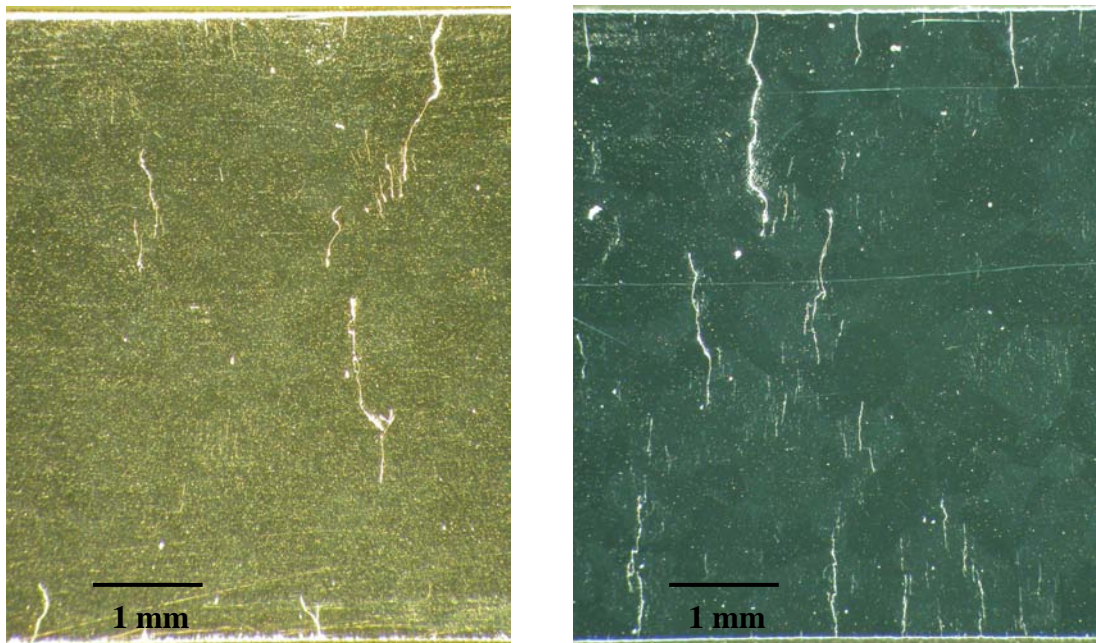


Figure V.22 : Exemples d'observation à la binoculaire

Les éprouvettes issues des contreforgeages et référencées 2 et 3 présentent les mêmes hétérogénéités que les éprouvettes forgées. On retrouve dans le cas de ces éprouvettes des zones vierges de fissuration, des zones multifissurées et dans une moindre mesure des amorçages à l'interface de 2 ex-grains β . Ce dernier point s'explique certainement par la plus faible proportion de joints de grains rectilignes dans les échantillons contreforgés.

2) Rôle de l'orientation cristallographique locale

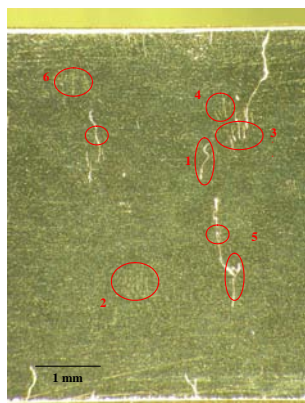
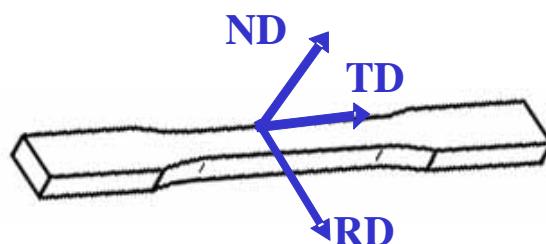


Figure V.23 : Repérage des zones étudiées par EBSD et positionnement de l'éprouvette vis-à-vis des axes macroscopiques



a. Fissurations intergranulaires

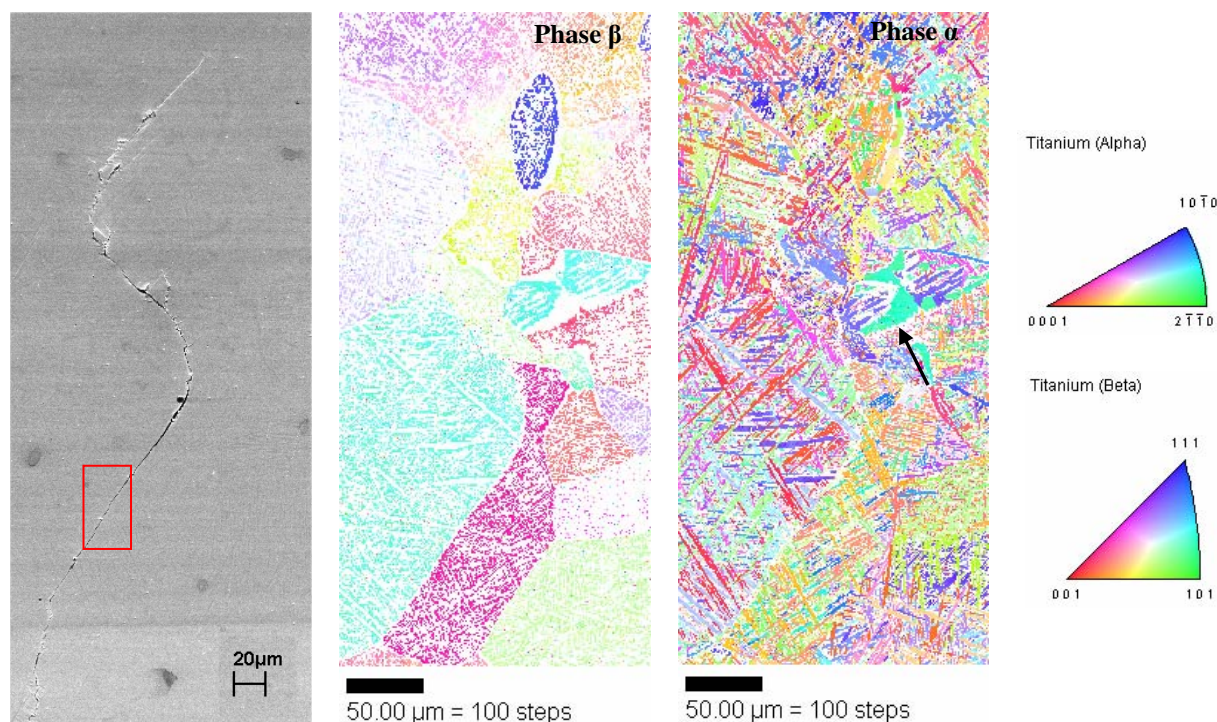


Figure V.24 : Cartes d'orientation positionnant l'axe DN dans le triangle stéréographique

L'amorce se situe à l'interface de deux ex-grains β , repérée par le rectangle rouge figure V.24. L'analyse EBSD sur une plage relativement importante $200 \times 400 \mu\text{m}^2$ permet de retrouver la morphologie des grains β présentée précédemment. Les zones de phase α épaisse sont facilement identifiables sur la figure V.24 et correspondent à la phase α_{GB} .

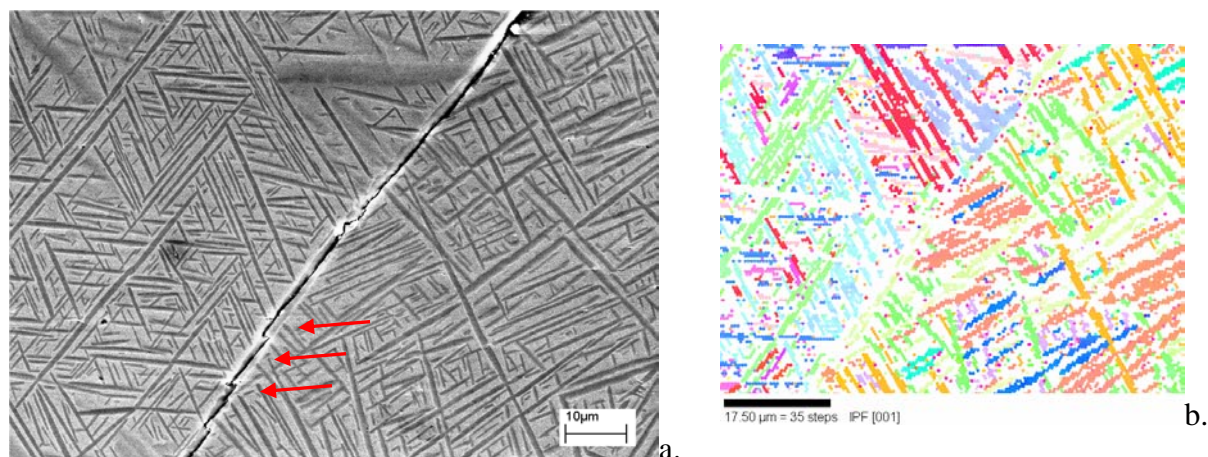
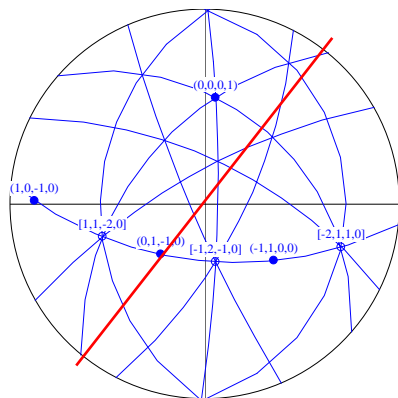


Figure V.25 : a. Fissure le long et à l'intérieur de la phase α_{GB} b. Carte d'orientation de la phase hexagonale positionnant l'axe DN dans le triangle stéréographique

Une observation plus précise de la zone d'amorçage, figure V.25, révèle que le joint qui s'endommage n'est pas continu du point de vue cristallographique. Ceci explique pourquoi la fissure continue devient une fissure discontinue à l'intérieur du joint. Dans ce deuxième cas, le glissement identifié à partir de sa trace est le glissement prismatique, comme le montre la projection stéréographique de la figure V.26. Les traces du plan basal, des plans prismatiques et pyramidaux y sont présentées.

À toutes fins utiles, on rappelle que l'on distingue la trace des plans prismatiques de celle des plans pyramidaux par le fait que les premiers "contiennent" à la fois le pôle $\{00.1\}$ et une direction $\langle 11.0 \rangle$.



| Angles d'Euler | | | Facteurs de Schmid classiques et corrigés | |
|----------------|--------|-------------|---|---------------------|
| φ_1 | ϕ | φ_2 | Basal maximal | Prismatique maximal |
| 264.2 | 58.2 | 159.5 | 0.06/0.04 | 0.47/0.26 |

Figure V.26 : Report de l'axe de la fissure sur la projection stéréographique associé à la phase α_{GB} endommagée et facteurs de Schmid associés.

b. Fissurations intragranulaires

➤ Zone 6. Elle correspond à une des zones de multifissuration. On peut constater figure V.27, que les fissures sont parallèles entre elles et situées à l'interface des aiguilles α_{wi}^P et de la matrice β . La mesure de l'orientation locale confirme que les aiguilles impliquées appartiennent à la même famille cristallographique (aiguilles turquoises) c'est-à-dire présentant un axe \bar{c} suivant la direction RD sur la figure de pôle $\{00.2\}$. On notera figure V.28, que l'interface endommagée se situe toujours du même côté de l'aiguille.

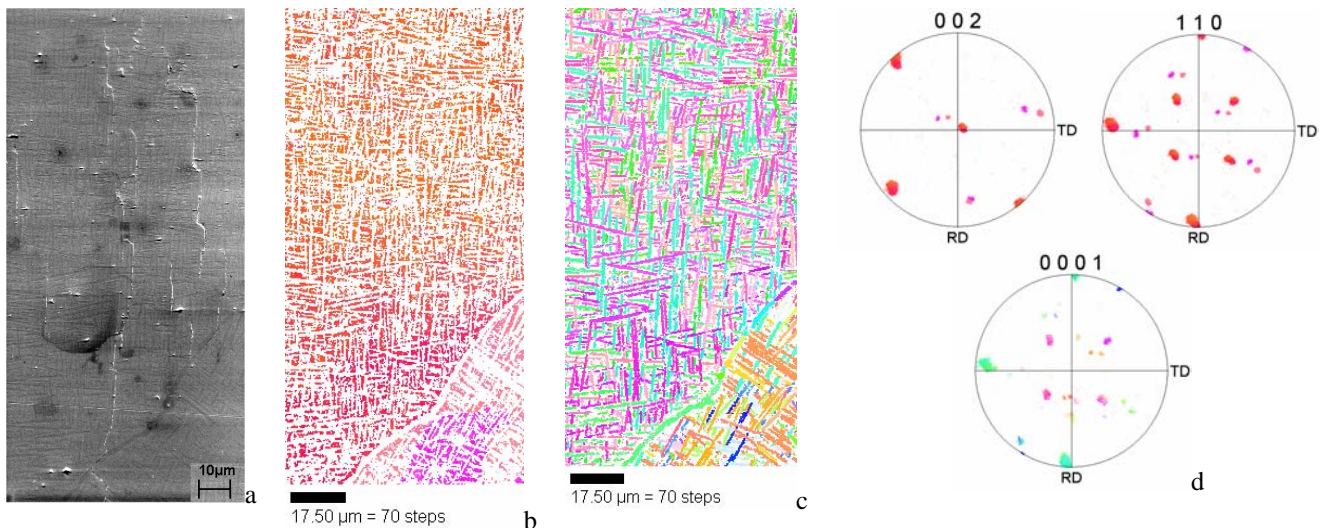


Figure V.27 : Zone 6 multifissurée : cartes d'orientation et figures de pôles des phases β et α associées

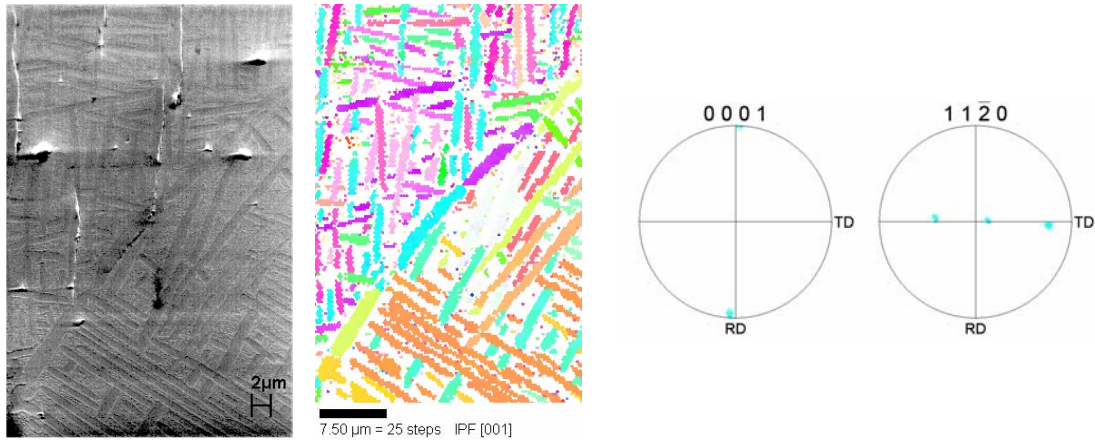


Figure V.28 : Détail de la zone 6 et FDP $\{00.2\}$ et $\{11.0\}$ des aiguilles présentant l'endommagement

Les résultats présentés figure V.28 permettent d'identifier clairement le rôle des aiguilles "turquoises". Ces aiguilles sont orientées de façon similaire à celles étudiées dans le *Chapitre IV*. On retrouve donc le couple d'orientation α/β mis en évidence précédemment. L'endommagement à l'interface n'est toutefois pas l'unique phénomène observé. Du glissement est observé dans bon nombre d'aiguilles mais celui-ci est difficile à mettre en évidence car très fin (d'autant plus que les conditions propices à la technique de l'EBSO ne sont pas celles d'une observation fine de surface). Dans le cas présenté figure V.29, l'observation plus en détail d'une portion de la phase α_{GB} (en violet sur la carte d'orientation figure V.28) révèle la présence de traces de glissement sur toute la longueur. La précision des mesures et du repérage des angles ne permet pas de déterminer quel système est activé. Comme on peut le constater sur la projection stéréographique, la plupart des systèmes de glissement ont un plan susceptible de fournir une trace semblable. D'autre part, le calcul des facteurs de Schmid classiques ou corrigés ne permet pas de départager les différentes possibilités.

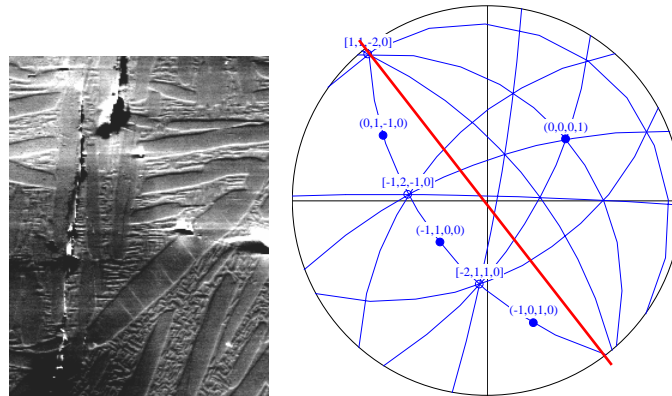


Figure V.29 : Glissement homogène à l'intérieur de la phase α_{GB} "violette" de la figure V.28

➤ Zone 7. La présence d'une plasticité homogène en marge des phénomènes survenant à l'interface des aiguilles n'est pas restreinte à la zone précédente. Elle est rencontrée régulièrement. Ainsi, dans une zone de multifissuration où de l'endommagement à l'interface est observé pour une orientation cristalline de la phase α_{Wi}^P (figure V.30), des traces de glissement, non accompagnées d'endommagement, sont aussi observées dans d'autres aiguilles.

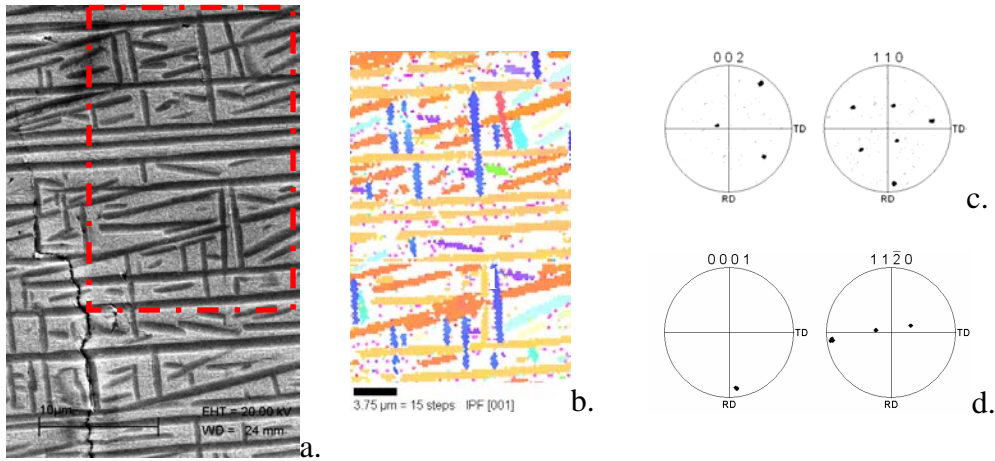


Figure V.30 : Microstructure de la zone 7 et carte d'orientation de la phase α associée

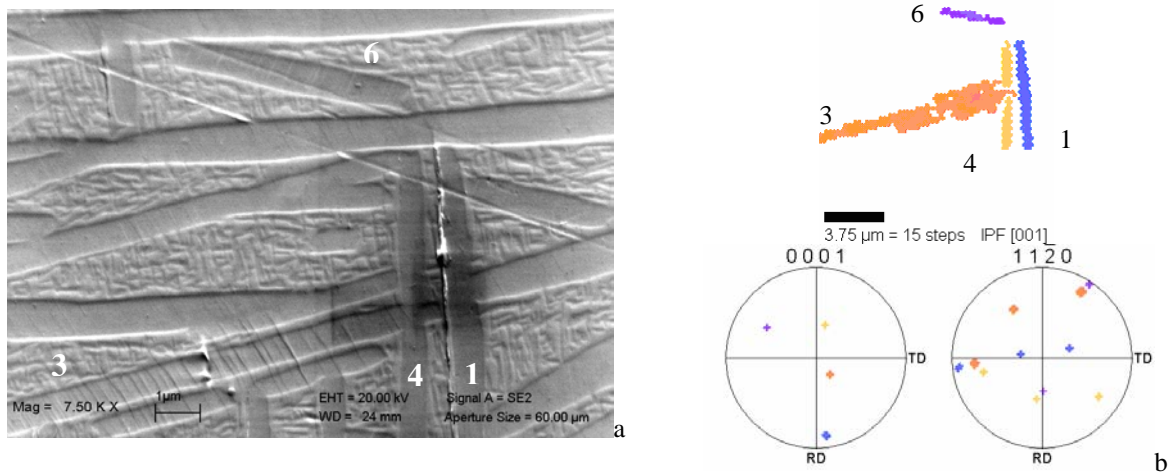


Figure V.31 : a. Détail de la microstructure de la figure V.30. Des lignes de glissement uniformément réparties sont observées dans certaines aiguilles (3&6) en marge de la localisation importante au niveau de l'interface de l'aiguille 1. b. Figures de pôles $\{00.2\}$ et $\{11.0\}$ des 4 aiguilles repérées

L'analyse des traces de plans de glissement permet de déterminer que le glissement basal est certainement responsable des traces visibles dans l'aiguille 6 tout comme le glissement prismatique l'est dans l'aiguille 3 (figure V.31).

La phase α^P_{wi} présentant une localisation à l'interface correspond à une orientation où l'axe \bar{c} voisine RD (aiguille 1). Les facteurs de Schmid corrigés de l'effet de surface sont donnés tableau V.4.

| | Angles d'Euler | | | Facteurs de Schmid classiques et corrigés | |
|------------|----------------|--------|-------------|---|---------------------|
| | φ_1 | ϕ | φ_2 | Basal maximal | Prismatique maximal |
| Aiguille 1 | 98.5 | 81.8 | 353.4 | 0.14/0.07 | 0.46/0.36 |
| Aiguille 4 | 255.8 | 41.3 | 215.1 | 0.14/0.06 | 0.46/0.14 |
| Aiguille 6 | 328.4 | 65.4 | 117 | 0.43/0.35 | 0.18/0.14 |

Tableau V.4 : Calcul des facteurs de Schmid des aiguilles α^P_{wi}

➤ Zone 2. Les résultats de la zone 2 sont donnés figure V.32. On notera la très forte similitude des figures de pôles de cette zone avec les précédentes.

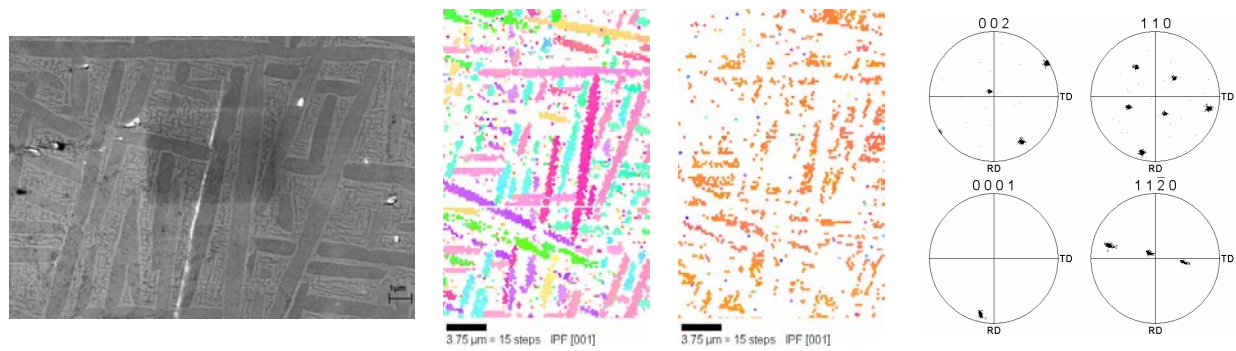
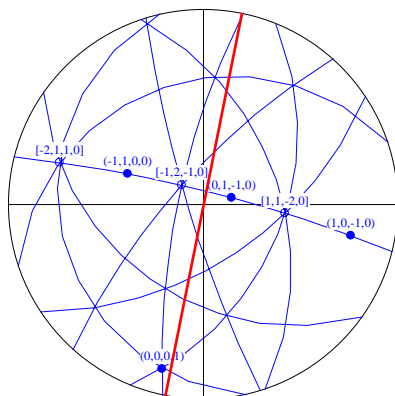


Figure V.32 : Détail de la zone multifissurée n°2 et cartes d'orientation et FDP des phases β et α associées

L'aiguille s'endommageant présente des facteurs de Schmid (classiques et corrigés) très voisins pour un plan prismatique et des plans pyramidaux. La projection stéréographique ne laisse aucun doute quant au système impliqué. La trace du plan prismatique est parallèle à l'endommagement.



| Facteurs de Schmid classiques et corrigés | | |
|---|---------------------|-------------------|
| Basal maximal | Prismatique maximal | Pyramidal maximal |
| 0.22/0.06 | 0.47/0.32 | 0.49/0.33 |

Figure V.33 : Report de l'axe d'endommagement sur la projection stéréographique de l'aiguille α^P_{wi} endommagée et facteurs de Schmid associés

Remarque : afin de compléter l'observation, nous avons utilisé la lentille InLens du MEB. Celle-ci située au niveau de la zone d'émission des électrons permet d'approcher l'échantillon de la source (et donc du capteur) et ainsi de diminuer la tension d'accélération des électrons (donc leur énergie). L'information reçue est donc très surfacique et permet d'observer des "détails" en surface. Cette technique a été utilisée pour analyser la zone située autour de l'aiguille endommagée de la zone 2, figure V.34.



Figure V.34 : Traces de glissement parallèles à l'interface, observables dans la zone 2

Sur la figure V.34, on constate la présence de traces de glissement parallèles à l'interface des aiguilles. Dans la zone centrale, ce glissement semble prendre place au niveau de l'interface, avec toutefois quelques écarts, probablement liés à l'interaction avec les autres aiguilles. Mais on peut constater sur l'aiguille de droite que la ligne visible n'est pas strictement à l'interface, mais est parallèle à cette dernière. L'origine de ce glissement n'est pas clairement établie.

Mahajan et al. [MAH82], lors de l'étude du comportement en fatigue du Ti6.2.4.6, évoquent plusieurs possibilités quant à l'origine des phénomènes d'intrusion-extrusion :

- l'existence d'un gradient d'éléments chimiques à l'interface α/β . La phase β , au niveau de l'interface ne serait pas durcie par la phase α^S , et au cours d'un essai de fatigue une transformation de phase de type $\beta \rightarrow \alpha'$ ou α'' pourrait survenir. A noter que l'existence et les conséquences d'une zone molle de phase β au niveau de la phase α_{GB} ont été clairement établis sur du β_{cez} par Benedetti et al. [BEN04]
- la proximité du plan $\{112\}$ de la phase β avec le plan d'habitat de la phase α dans le β rend possible le glissement de ce plan qui apparaîtrait parallèle à l'interface.
- la plus grande aptitude de la phase α à se déformer du fait de sa faible limite d'élasticité comparée à celle de la phase β .

Dans une zone voisine, on peut aussi observer le comportement de la phase α^S_{wi} . Les moyens mis en œuvre pour le suivi de la fissuration, ne permettent en aucun cas de distinguer si l'aiguille α^S_{wi} s'endommage du fait d'une propagation de fissure ou est au contraire le site de l'amorçage. Sa morphologie correspond aux aiguilles α^P_{wi} susceptibles de s'endommager, mais les dimensions de la phase α^S_{wi} ne permettent pas de réaliser la mesure de son orientation cristalline par EBSD. Le comportement de cette phase s'étudie plus "facilement" au MET. D'ailleurs, Feugas [FEA94], dans le cas de l'alliage Ti6.2.4.6, a confirmé la possibilité qu'a cette dernière de se déformer. Il note en effet, la présence de dislocations au niveau de cette phase lors d'essais de fatigue oligocyclique. Mais la déformation plastique observée dans celle-ci est bien moindre que celle qu'il a pu observer dans la phase α^P_{wi} .

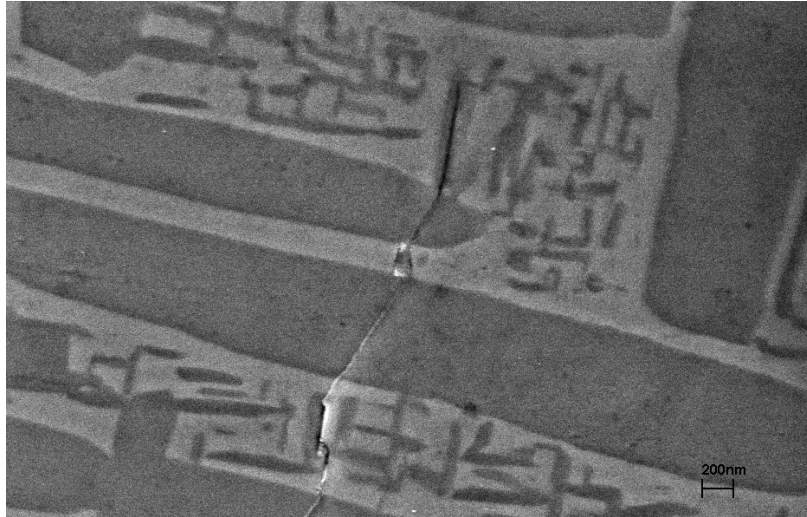


Figure V.35 : Continuité de l'endommagement entre les phases α^P_{wi} et α^S_{wi} (zone 2)

➤ Zone 4. L'endommagement à l'interface, très fréquemment rencontré, n'est pas l'unique mode observé. En effet, la zone 4 a permis d'identifier un autre type d'endommagement (figure V.36). Celui-ci se situe au travers de l'aiguille. Les traces observables correspondent aux plans prismatiques. L'originalité de ce cas réside aussi dans l'orientation de la phase β avec un pôle $\{111\}$ suivant la normale à l'échantillon et un pôle $\{110\}$ parallèle à l'axe de sollicitation (TD). La phase α^P_{wi} impliquée ne présente pas, contrairement au cas précédent, son axe \bar{c} contenu dans le plan de surface.

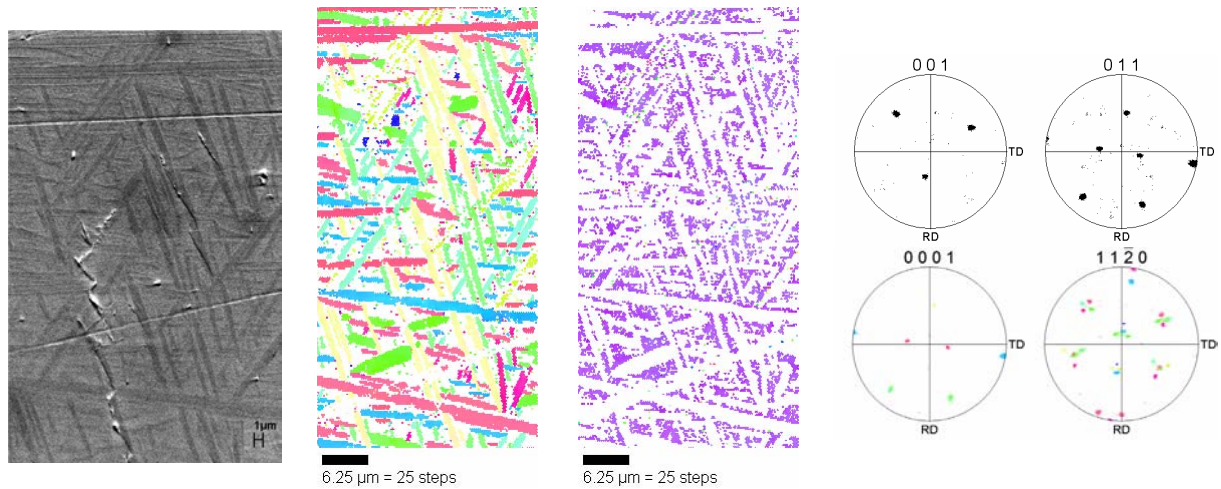


Figure V.36 : Détail de la zone multifissurée n°4, cartes d'orientation et FDP des phases β et α associées

➤ Zone 5. Au début de l'essai de fatigue les fissures de cette zone se propagent perpendiculairement à la sollicitation. Au cours de l'essai, on constate que les fissures dévient et présentent une assez forte tendance au changement de trajet (figure V.37).

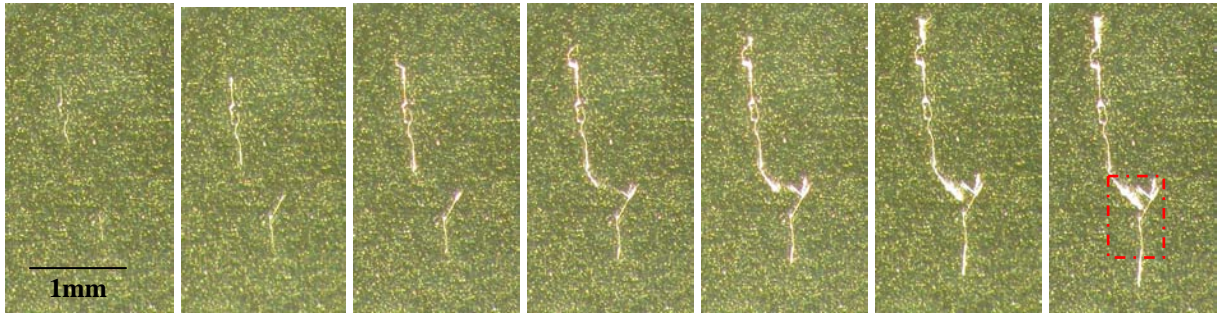


Figure V.37 : Amorçage et propagation de fissures dans la zone 5

L'analyse EBSD révèle que la zone de changement de trajet correspond à une orientation présentant une direction $\langle 111 \rangle$ normale à la surface. On peut aussi noter que les joints de grains entre les 3 grains d'orientations différentes sont traversés par la fissure sans difficulté.

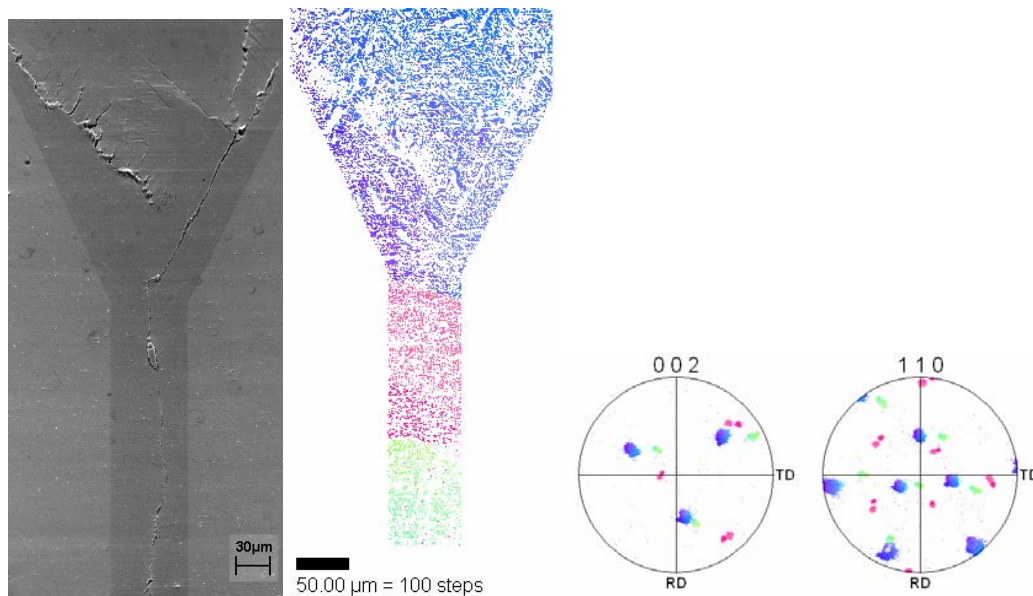


Figure V.38 : Observation au MEB de la zone repérée figure V.37, carte d'orientation de la phase β et figures de pôles associées

La figure V.39 illustre la complexification de la propagation de la fissure. Il est vraisemblable que ce phénomène de bifurcation et de plastification relativement importante autour de la fissure principale conduise à un ralentissement de cette dernière [MAH82].

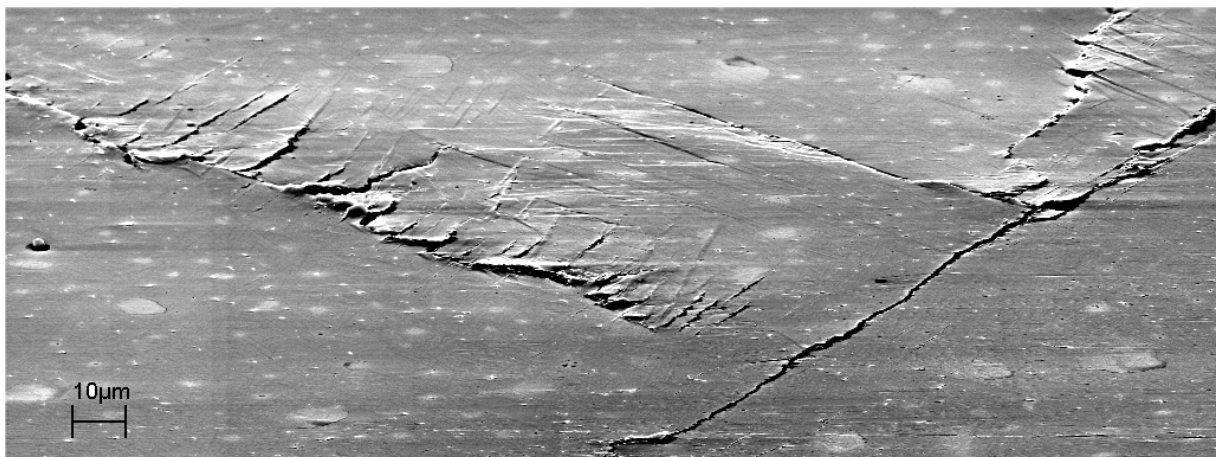


Figure V.39 : Plastification intense dans la zone de propagation au niveau du grain bleu

Une observation plus précise de la zone de transition montre que l'endommagement est présent le long de l'interface de certaines aiguilles α . Cet endommagement est orienté de façon similaire aux bifurcations macroscopiques constatées. Le mode de suivi ne permet pas de relever à quel instant l'endommagement s'amorce à l'interface des aiguilles.

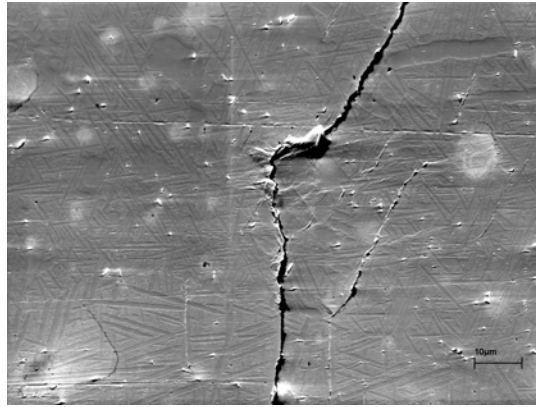


Figure V.40 : Observation au MEB de la zone de transition entre les grains "rouge" et "bleu"

En conclusion, si on traite l'information des zones multifissurées du point de vue de la phase β "contenant" cette multifissuration et les aiguilles dont l'interface s'endommage, on remarque qu'une orientation de la phase β (pôle $\{001\}$ proche de DN et pôle $\{110\}$ proche de RD) et qu'une orientation de la phase α^P_{wi} (axe \bar{c} orthogonal à la sollicitation correspondant souvent à la morphologie de l'aiguille) sont favorables à la fissuration. Ce cas est le plus répandu mais ne constitue pas l'unique schéma de l'endommagement.

En revanche, une phase β d'orientation avec un pôle $\{111\}$ proche de DN, quand elle s'endommage, ce qui est peu fréquent, ne semble pas favorable à la propagation.

Conclusion sur le comportement en fatigue du Ti17 forgé et contreforgé

L'étude des éprouvettes forgées et contreforgées met en évidence une similitude de comportement local concernant la fatigue. Dans les deux cas, la fissuration est hétérogène car l'amorçage, qu'il est parfois difficile de distinguer à l'échelle de nos observations, apparaît :

- dans la phase α_{GB} , surlignant les joints de grains β , continue et rectiligne qui constitue un lieu privilégié de l'endommagement ainsi qu'une zone très favorable à la propagation des fissures.
- dans les ex-grains β d'orientation $\langle 100 \rangle // DN$, sous forme de multifissuration aux interfaces de familles d'aiguilles α_{wi}^P et de la matrice. Les familles concernées ont un axe \vec{c} perpendiculaire à la sollicitation et à DN. Lorsque la densité de micro-endommagement est suffisante, on observe une coalescence plus ou moins rapide.

Les relations d'orientation entre les phases α et β mettent en évidence l'orientation critique $\langle 100 \rangle // DN$. Ces zones critiques de grande taille sont le résultat du forgeage en phase β comme l'ont montré les résultats de la simulation numérique.

Les zones d'orientation $\langle 111 \rangle // DN$ peuvent être le site d'amorçage de fissure mais dans une proportion plus faible comparée aux zones $\langle 100 \rangle // DN$.

Il faut noter que la vitesse de contreforgeage est un paramètre important. À grande vitesse la proportion de pôles $\{111\}$ augmente. Bien que ces études ne soient pas statistiques, on peut émettre l'hypothèse qu'un contreforgeage à grande vitesse diminue la probabilité d'avoir de la multifissuration.

Il faut également noter que la recristallisation en collier, en rendant les joints sinueux, retarde la propagation intergranulaire.

Il n'a pas été possible dans ce travail d'estimer si la rupture finale est d'origine intergranulaire ou intragranulaire ou si la multifissuration est réellement dangereuse.

Cette étude montre le rôle primordial de la cristallographie. En effet, les fissures ou tout du moins les prémices de l'endommagement sont corrélées à la plasticité cristalline de la phase hexagonale.

Dans une dernière partie, une modélisation élémentaire prenant en compte l'orientation de la phase α est exploitée. Est-on, avec un modèle multi-cristallin, en mesure de retrouver l'endommagement constaté à l'interface des aiguilles identifiées expérimentalement ?

Chapitre VI

Modélisation et interprétation des sites d'amorçage

Chapitre VI

| | |
|---|-------------------|
| <i>I/ Quelques rappels bibliographiques.....</i> | <i>125</i> |
| <i>II/ Le modèle cristallin</i> | <i>129</i> |
| 1) <i>Présentation du modèle.....</i> | <i>129</i> |
| 2) <i>Choix des constantes du modèle.....</i> | <i>129</i> |
| <i>III/ Application</i> | <i>131</i> |
| 1) <i>Zones modélisées</i> | <i>131</i> |
| 2) <i>Hypothèses sur le comportement</i> | <i>132</i> |
| 3) <i>Maillage</i> | <i>132</i> |
| 4) <i>Conditions aux limites.....</i> | <i>133</i> |
| <i>IV/ Résultats</i> | <i>134</i> |
| 1) <i>Résultats de la zone 2</i> | <i>134</i> |
| a. <i>Contrainte et déformation</i> | <i>134</i> |
| b. <i>Rôle de la plasticité</i> | <i>136</i> |
| 2) <i>Résultats de la zone 7</i> | <i>137</i> |
| a. <i>Contrainte et déformation</i> | <i>137</i> |
| b. <i>Rôle de la plasticité</i> | <i>138</i> |
| <i>Conclusion partielle.....</i> | <i>140</i> |

I/ Quelques rappels bibliographiques

L'interface entre les aiguilles α^P_{wi} et la matrice β est le lieu privilégié de l'endommagement. Cet endommagement se produit essentiellement le long d'aiguilles morphologiquement perpendiculaires à l'axe de sollicitation. Ce résultat, présenté par Funkenbusch pour le Ti17 [FUN78], a été constaté pour de nombreux alliages de titane biphasés présentant une structure aiguillée. Le rôle de l'orientation cristallographique a été étudié par Luquiau qui, au cours de son étude sur l'alliage Ti10.2.3, a aussi observé ce type d'endommagement [LUQ96]. En l'absence de mesure locale de l'orientation cristallographique, une modélisation du comportement des deux phases a été entreprise pour un comportement élastoplastique, sur la base du problème de l'inclusion d'Eshelby

Dans un premier temps, l'effet de la morphologie a été étudié. En effet, sur le Ti10.2.3, Luquiau a relevé que sous une sollicitation cyclique de $\Delta\varepsilon_p=0,08\%$, les particules α^P présentant le plus grand facteur d'éclatement s'endommageaient prioritairement. L'axe d'éclatement étant dans ce cas incliné d'un angle proche de 90° vis-à-vis de l'axe de sollicitation. Ces résultats ont depuis été confirmés sur d'autres alliages et en particulier sur le Ti17. Gourbesville a en effet corrélé l'augmentation de la longueur apparente des aiguilles α^P_{wi} avec la diminution du nombre de cycles à rupture [GOU00]. Sans avoir directement étudié les phénomènes d'amorçage, ses mesures des différentes populations d'aiguilles par DRX, ont montré l'impact négatif d'un axe \bar{c} de la maille hexagonale à 90° de la sollicitation. Les travaux présentés dans ce manuscrit vont dans ce sens puisque l'endommagement observé, survient majoritairement à l'interface des aiguilles α^P_{wi} et de la matrice β . Les aiguilles α^P_{wi} impliquées présentant dans la majorité des cas un axe \bar{c} à 90° de la sollicitation.

L'effet de l'éclatement a donc été étudié par Luquiau en comparant les résultats des simulations d'une particule α de forme soit circulaire, soit oblongue, soit elliptique, dans une matrice β et en appliquant une traction jusqu'à une déformation totale de 2%. Le code de calcul utilisé était Zébulon. Le comportement des deux phases, supposé élasto-plastique et les coefficients associés sont présentés figure VI.1.

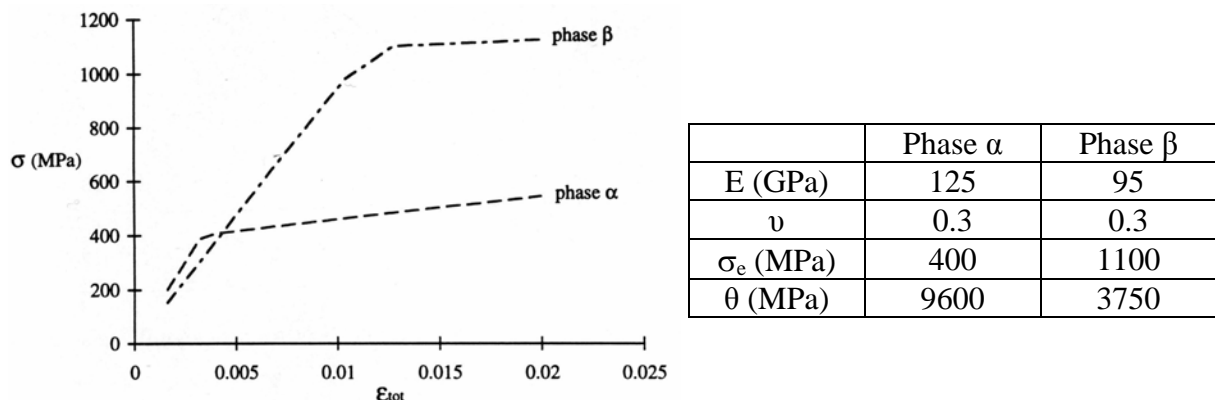


Figure VI.1 : Courbes de comportement en traction des deux phases et paramètres associés [LUQ96]

De cette étude, il ressort que, quelle que soit la forme de la particule de phase α , le plus fort gradient de déformation plastique est obtenu à l'interface matrice/particule suivant l'axe de chargement. Pour les cas d'une particule oblongue ou elliptique, ce gradient est maximum si cette dernière est perpendiculaire à la sollicitation (figure VI.2a).

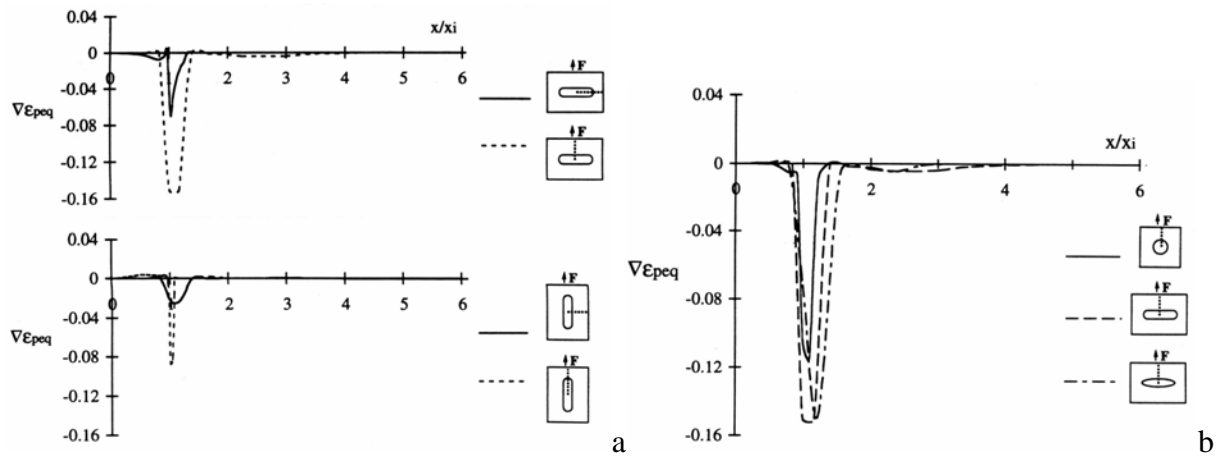


Figure VI.2 : Profils de gradient de déformation plastique équivalente [LUQ96]

L'incompatibilité locale de déformation plastique à l'interface des deux phases est donc maximale dans le cas d'une particule élançée perpendiculairement à la sollicitation (figure VI.2b). Sous l'hypothèse de l'existence d'un seuil critique du gradient, la déformation s'accumulant au cours des cycles, l'amorçage d'une fissure interviendra prioritairement sur ce type de particule.

Le rôle de l'orientation cristallographique de la maille hexagonale, et plus précisément de l'anisotropie plastique engendrée par cette dernière, a été introduit par Luquiau par l'utilisation du critère de Hill. En effet, comme mentionné précédemment, le rôle de l'angle θ entre l'axe \bar{c} et l'axe de sollicitation est essentiel pour la compréhension des mécanismes d'endommagement. Les systèmes de glissement susceptibles de s'activer dépendent donc de θ . Schématiquement si θ est égal à :

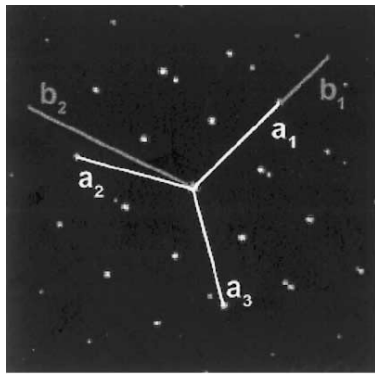
- 90° , le glissement survient sur les plans prismatiques $\{10.0\}$ et $\{11.0\}$ dans la direction de glissement $\bar{a} \langle 11.0 \rangle$
- 0° , le glissement survient sur les plans pyramidaux $\{10.1\}$ dans la direction de glissement $\bar{c} + \bar{a} \langle 11.3 \rangle$
- un autre angle, les systèmes précédents ainsi que d'autres peuvent s'activer

Mais ce critère géométrique définissant le système pouvant s'activer est à coupler aux cisssions critiques. Ces cisssions critiques sont variables selon les éléments d'alliages et la quantité d'oxygène [JON81], [NAK83], [ZAE03]. Pour la structure hexagonale du titane, le glissement prismatique est souvent rapporté comme étant le glissement "facile". Cependant, les travaux de Zaefferer [ZAE03] présentent le glissement basal comme étant le système de plus faible cisssion critique pour le TA6V étudié.

| Matériau | Cission critique | Référence |
|--|--|-----------|
| TA6V | $\tau_c^{\text{prismatique}\langle a \rangle} = 376 \text{ MPa (traction)}$ $\tau_c^{\text{prismatique}\langle a \rangle} = 392 \text{ MPa (compression)}$ $\tau_c^{\text{basal}\langle a \rangle} = 444 \text{ MPa (compression)}$ $\tau_c^{\text{pyramidal}\langle a \rangle} = 404 \text{ MPa (compression)}$ $\tau_c^{\text{pyramidal}\langle c+a \rangle} = 441 \text{ MPa (traction)}$ $\tau_c^{\text{pyramidal}\langle c+a \rangle} = 631 \text{ MPa (compression)}$ | [JON81] |
| Ti α [O _{eq}]=1530ppm Ti α [O _{eq}]=3270ppm Ti α [O _{eq}]=6960ppm | $\tau_c^{\text{prismatique}\langle a \rangle} = 35 \text{ MPa}$ $\tau_c^{\text{prismatique}\langle a \rangle} = 50 \text{ MPa}$ $\tau_c^{\text{prismatique}\langle a \rangle} = 115 \text{ MPa}$ | [NAK83] |

Tableau VI.1 : Exemples de cissions critiques

Les valeurs de cission critique, rapportées tableau VI.1, ne distinguent pas, par exemple, les trois plans possibles pour le système prismatique. Or, les valeurs de cission pour ces systèmes sont présentées comme différentes dans la littérature pour différents alliages biphasés [SUR99][SAV01]. Dans ces études, la relation de Burgers, liant les phases α et β , est mise en cause. Celle-ci assure en effet d'une part, une coïncidence entre une direction \vec{a} de la phase hexagonale et une direction de glissement $\langle 111 \rangle$ de la phase β , et d'autre part une désorientation de 11.1° entre deux autres directions de glissement des deux phases (figure VI.3). Ainsi pour le Ti6.2.4.2.Si, Savage rapporte les valeurs fournies dans le tableau de la figure VI.3, obtenues par essais de traction sur micro-éprouvettes [SAV01].



| | $\tau_c^{\text{prismatique}}$ (MPa) | τ_c^{basal} (MPa) |
|----------------|-------------------------------------|-------------------------------|
| a ₁ | 208 | 242 |
| a ₂ | 215 | 285 |
| a ₃ | 230 | 220 |

b.

Figure VI.3 : a. Cliché de diffraction au MET réalisé à l'interface α/β (axe de zone $[0001]_\alpha/[101]_\beta$) mettant en évidence les relations entre les 3 directions $\langle 11.0 \rangle_\alpha$ et les 2 directions $\langle 111 \rangle_\beta$

b. Valeurs de cission critique pour les plans prismatiques et basal selon les 3 directions \vec{a} [SAV01]

Ces travaux illustrent la diversité des résultats de cissions critiques rencontrés dans la littérature, cette diversité étant le plus souvent liée à la diversité des alliages de titane.

Pour la modélisation de l'anisotropie de la maille hexagonale du Ti10.2.3, la distinction entre les différents plans de glissement n'a pas été faite par Luquiau qui a considéré le système prismatique et le système pyramidal, en accord avec ses observations expérimentales, avec les valeurs suivantes :

- $\tau_c^{\text{pyramidal}\langle c+a \rangle} = 350 \text{ MPa}$
- $\tau_c^{\text{prismatique}\langle a \rangle} = 200 \text{ MPa}$

Ainsi, deux limites d'élasticité sont définies selon que l'axe de sollicitation est parallèle à \vec{c} ($\sigma_e = 1050 \text{ MPa}$) ou orthogonal à \vec{c} ($\sigma_e = 600 \text{ MPa}$).

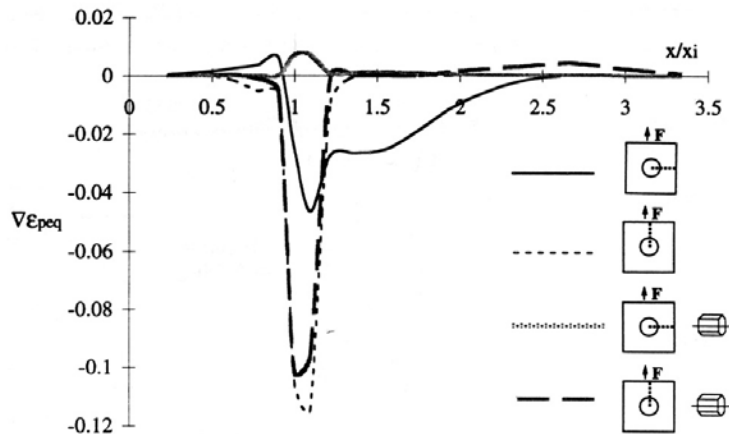


Figure VI.4 : Profils de gradient de déformation plastique équivalente [LUQ96]

Les résultats de la simulation à partir de ces hypothèses sur les limites d'élasticité permettent de constater l'accroissement des écarts de gradient de déformation plastique équivalente dans le cas anisotrope par rapport au cas isotrope (figure VI.4). Ainsi, Luquiau conclut que l'amorçage à l'interface des particules α et de la matrice β s'explique par les incompatibilités de déformation plastique survenant à l'interface.

La modélisation présentée par Luquiau est intéressante puisqu'elle permet de retrouver l'impact néfaste des aiguilles dont l'axe est orthogonal à la sollicitation. Cependant, cette situation ne représente qu'une partie des cas existants. En particulier, la corrélation établie sur le Ti17, par Gourbesville, entre l'accroissement du nombre de cycles à rupture et la proportion des aiguilles α présentant un axe \vec{c} à 60° de l'axe de sollicitation, reflète la nécessité de décrire plus précisément la morphologie et la texture de la phase α .

La modélisation du comportement macroscopique d'alliages de titane biphasé a été entreprise par de nombreux auteurs [ANK82], [FEA94], [CHAN04]. L'évolution des moyens de calcul a permis de décrire de plus en plus précisément les propriétés et le comportement des deux phases. En particulier, pour les alliages de zirconium utilisés par l'industrie nucléaire. Ainsi, des modèles voisins de celui présenté *Chapitre III*, impliquant une approche de type polycristalline ont été développés et utilisés pour décrire le comportement du Zircaloy-4 [GEYE99] [FAN01]. Nous nous proposons donc d'utiliser le modèle polycristallin déjà présenté dans cette étude, auquel la plasticité cristalline de la maille hexagonale a été ajoutée, et de l'adapter au cas de l'alliage Ti17.

Cette démarche correspond à celle proposée par Magnin et al. [MAG84] lors de leur synthèse sur la déformation cyclique des matériaux c.c. et c.f.c. : "Afin de comprendre et de prévoir l'endommagement (et la durée de vie) d'un métal ou d'un alliage métallique dans ces conditions, il apparaît indispensable de connaître les mécanismes microstructuraux de la déformation plastique cyclique. Une telle démarche ne peut que bénéficier des résultats obtenus lors d'études de plasticité en déformation unidirectionnelle car si les conditions de sollicitation sont alors différentes les propriétés fondamentales des dislocations restent nécessairement les mêmes."

II/ Le modèle cristallin

1) Présentation du modèle

Afin d'étudier la déformation plastique de la maille hexagonale, les systèmes de glissement référencés au cours des diverses études expérimentales ont été ajoutés à la version "classique" du modèle. Ils sont répertoriés dans le tableau VI.2. Le mode de déformation par maclage, rapporté pour les phases hexagonales du titane ou du zirconium, n'a jamais été observé au cours de cette étude et n'est, par conséquent, pas pris en considération pour la présente modélisation.

| Plans | Directions | Nombre de systèmes |
|--------------------|--|--------------------|
| Basal (00.1) | $\bar{a} \langle 11.0 \rangle$ | 3 |
| Prismatique {10.0} | $\bar{a} \langle 11.0 \rangle$ | 3 |
| Pyramidal {10.1} | $\bar{a} \langle 11.0 \rangle$ | 6 |
| Pyramidal {10.1} | $\bar{c} + \bar{a} \langle 12.0 \rangle$ | 12 |

Tableau VI.2 : Systèmes de glissement introduits dans le modèle

La modification des systèmes de glissement faite, les autres éléments du modèle restent inchangés. La cission critique nécessaire à l'activation évolue au cours de la déformation par la prise en compte de l'évolution des densités de dislocation sur chaque système de glissement.

Cependant, ce modèle nécessite la connaissance de nombreux paramètres physiques, qui pour le Ti17 ne sont pas précisément déterminés. Par conséquent, certaines valeurs utilisées ont été extraites de la littérature sur le titane mais aussi de celle sur le zirconium.

2) Choix des constantes du modèle

Les paramètres introduits dans différentes modélisations physiques du comportement de quatre alliages sont répertoriés dans le tableau VI.3.

| | Chan, Ti-8Al-1Mo-1V [CHAN04] | Luquiau, Ti10.2.3 [LUQ96] | Feugas et al., Ti6246 [FEA97] | Geyer, Zircaloy-4 [GEYE99] |
|--|------------------------------------|---------------------------------|-------------------------------------|----------------------------------|
| E_α (GPa) | 117.3 | 125 | 114.8 | |
| ν_α | 0.3 | 0.3 | 0.36 | |
| σ_e^α (MPa) | x | 600 à 1050 | | |
| E_β (GPa) | 96.53 | 95 | 114.8 | |
| ν_β | 0.3 | 0.3 | 0.36 | |
| σ_e^β (MPa) | 800 à 1200 | 1100 | | |
| $\tau_c^{\text{prismatique}\langle a \rangle}$ (MPa) | 206.9 | 200 | 380 | 65.6 |
| $\tau_c^{\text{basal}\langle a \rangle}$ (MPa) | 275.8 | x | | 132.5 |
| $\tau_c^{\text{pyramidal}\langle a \rangle}$ (MPa) | 248.2 | x | | 84.6 |
| $\tau_c^{\text{pyramidal}\langle c+a \rangle}$ (MPa) | x | 350 | 615 | 191 |

Tableau VI.3 : Constantes utilisées dans la modélisation du comportement d'alliages de titane ou de zirconium

La détermination expérimentale des constantes élastiques des deux phases d'un alliage biphasé n'est pas chose aisée. C'est pourquoi le recours à une combinaison de données expérimentales et de modélisations est nécessaire. S. Fréour, qui a opté pour une telle démarche, a pu déterminer, moyennant quelques hypothèses, les constantes élastiques de la phase β du Ti17 [FRE04]. Les valeurs obtenues pour les deux phases sont données tableau VI.4. À noter que les constantes macroscopiques de la phase α ont été déterminées à partir des constantes de cette phase dans le titane pur, au travers d'un modèle de transition d'échelle autocohérent à 1 site. Les valeurs proposées par Fréour ont été retenues pour la présente modélisation.

| | C_{11} [GPa] | C_{12} [GPa] | E [GPa] | ν |
|----------------|----------------|----------------|---------|-------|
| Ti17 | 169,4 | 87,4 | 110,0 | 0,340 |
| Phase α | 165,1 | 78,4 | 114,6 | 0,322 |
| Phase β | 183,0 | 111,0 | 99,3 | 0,377 |

Tableau VI.4 : Constantes élastiques proposées pour le Ti17 [FRE04]

Ces valeurs sont cohérentes avec celles utilisées par Luquiau pour le Ti10.2.3 ou par Chan pour le Ti-8Al-1Mo-1V.

➤ Les cissions critiques associées à chaque système nécessaires à la modélisation sont fonction des éléments d'alliages, donc très variables (tableau VI.3). Quant à la matrice d'interaction traduisant l'auto-écrouissage et l'écrouissage latent elle n'est pas clairement définie. La littérature contient peu d'informations quantitatives sur cette dernière et Geyer pour le Zircaloy-4 se limite à l'introduction de trois coefficients traduisant les interactions entre les systèmes de glissement de vecteur de Burgers \vec{a}/\vec{a} , $\vec{c} + \vec{a}/\vec{c} + \vec{a}$, $\vec{c} + \vec{a}/\vec{a}$. Pour notre modélisation, n'ayant pas plus d'information pour le titane que pour le zirconium, les trois constantes de Geyer ont été introduites et prises égales à 0,25. Concernant les valeurs de cissions critiques, les valeurs de τ_0 retenues sont présentées tableau VI.5. Le glissement prismatique est pris, comme référence, à 200 MPa et les autres valeurs en ont été déduites par application des rapports entre cissions établis par Geyer.

| $\tau_0^{\text{prismatique}<a>}$ | $\tau_0^{\text{basal}<a>}$ | $\tau_0^{\text{pyramidal}<a>}$ | $\tau_0^{\text{pyramidal}<c+a>}$ |
|----------------------------------|----------------------------|--------------------------------|----------------------------------|
| 200 | 400 | 260 | 582 |

Tableau VI.5 : Cissions initiales retenues pour la présente modélisation de la phase α (MPa)

➤ La densité de dislocation initialement présente a été fixée à 10^{12} m^{-2} en relation avec les travaux de Picu et Majorell [PIC02] sur la modélisation du comportement macroscopique du TA6V.

Les paramètres régissant les termes de création et d'annihilation ont été repris des travaux de Langlade sur le Zircaloy-4 [LAN03].

➤ Les autres paramètres sont donnés dans le tableau VI.6.

| b (nm) | n | $\dot{\gamma}_0$ (s^{-1}) | K | Gc (nm) | ρ_0 (mm^{-2}) |
|--------|-----|--------------------------------------|----|---------|-------------------------------|
| 0.295 | 100 | 1.10^{-11} | 40 | 4 | 41666 |

Tableau VI.6 : Valeurs des paramètres introduits dans le modèle pour la phase α

➤ La phase β est supposée élastique pour des déformations macroscopiques inférieures à 1%.

III/ Application

Afin de mieux comprendre l'effet de l'orientation cristalline et de la plasticité de la phase α par le biais des champs mécaniques locaux de déformation et de contrainte, deux cas avec les mêmes conditions aux limites ont été modélisés. D'une part pour retrouver la localisation de la déformation plastique au niveau d'une "famille" d'aiguilles par rapport à l'ensemble des aiguilles présentes et d'autre part pour retrouver le comportement plastique, non localisé, de certaines aiguilles.

Pour ce faire, les zones 2 et 7, présentées *Chapitre V*, sont simplifiées et une seule aiguille α^P_{wi} de quelques familles est représentée.

1) Zones modélisées

Contrairement aux études précédemment présentées impliquant le modèle multi-cristallin (*Chapitre III*), le maillage n'a pas pour origine la microstructure réelle caractérisée par EBSD.

Pour cette première tentative de simulation du comportement de la maille hexagonale, des aiguilles de forme oblongue ont été "introduites" dans une matrice. L'orientation cristalline des aiguilles n'est toutefois pas quelconque et correspond aux orientations mesurées des aiguilles α^P_{wi} des zones 2 et 7.

➤ La zone 2, dont la microstructure et le maillage associé sont présentés figure VI.5, correspond à l'apparition d'un endommagement à l'interface d'une population d'aiguilles. Dans la modélisation, une aiguille de cette famille est représentée par l'aiguille bleue. Sa voisine, morphologiquement proche, est intégrée à la modélisation (aiguille verte) ainsi qu'une aiguille horizontale (aiguille rouge). On rappelle que ces deux dernières ne présentaient, à la fin des essais, aucun signe de plasticité ou d'endommagement.

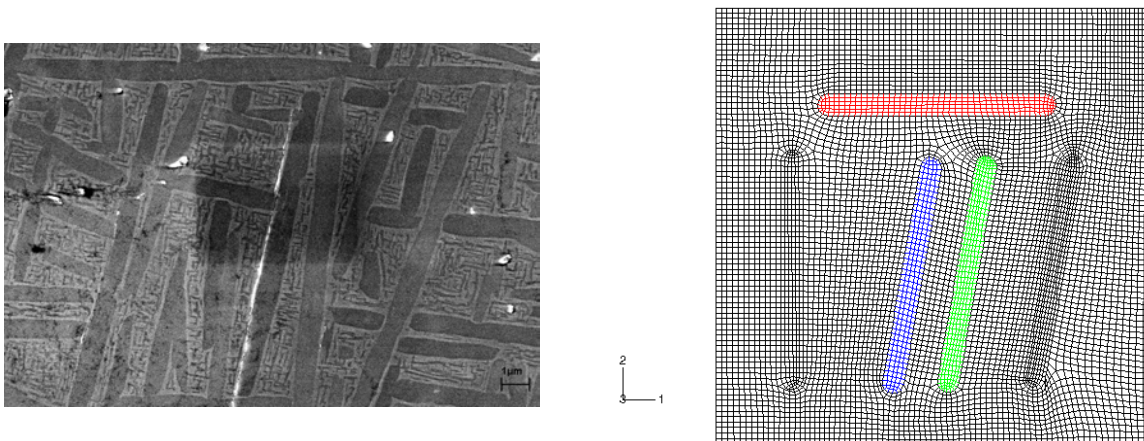


Figure VI.5 : Endommagement visible sur une aiguille α^P_{wi} de la zone 2 et maillage associé

➤ La zone 7, dont la microstructure et le maillage associé sont présentés figure VI.6, correspond à l'apparition de plusieurs phénomènes :

- un endommagement à l'interface de l'aiguille 1, en rouge sur le maillage
- un glissement homogène dans les aiguilles 3, non représentées dans cette simulation
- un glissement homogène, identifié comme résultant d'un système basal, dans l'aiguille 6, en bleu sur le maillage
- une absence de glissement ou d'endommagement dans l'aiguille 4, en vert sur le maillage

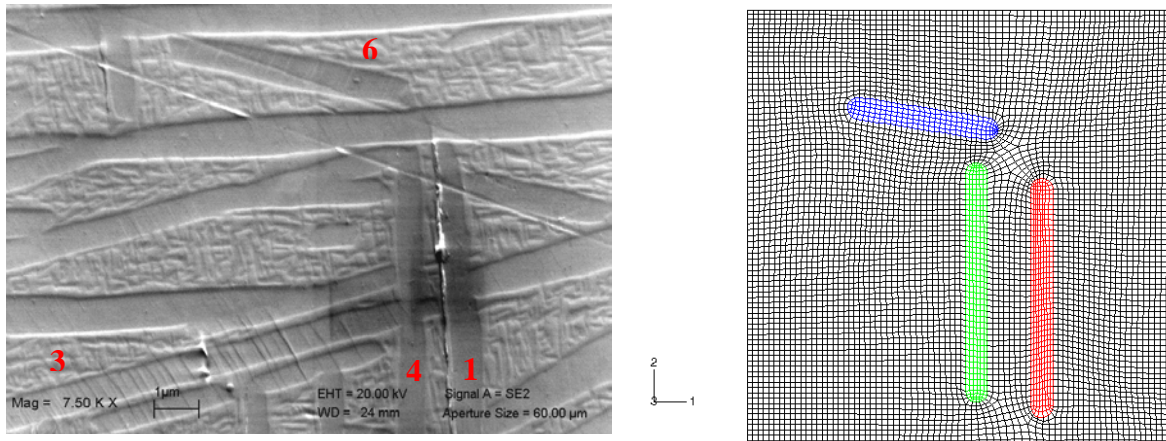


Figure VI.6 : Endommagement visible sur une aiguille α^P_{wi} de la zone 7 et maillage associé

2) Hypothèses sur le comportement

Pour simuler le comportement du matériau au cours d'un essai de déformation dans le domaine élastique (d'un point de vue macroscopique), les hypothèses suivantes ont été faites :

- le comportement de la phase β est assimilé à un comportement élastoplastique. Les constantes élastiques sont celles déterminées par Fréour et les coefficients d'écroutissage sont pris égaux à ceux utilisés par Luquiau. La plasticité cristalline n'est pas introduite.
- la phase α^S n'est pas prise en considération, le comportement de la matrice est assimilée à celui de la phase β .
- le comportement des aiguilles α^P_{wi} est simulé via le modèle présenté précédemment.

3) Maillage

Les deux zones présentées ont été modélisées par un maillage de $20 \times 20 \times 1 \mu\text{m}^3$, discrétisé par pas de $0,25 \mu\text{m}$, ce qui représente 29000 éléments environ. Toutes les aiguilles ont des dimensions identiques : $10 \mu\text{m}$ suivant l'axe long et $1 \mu\text{m}$ en largeur et en épaisseur, exception faite de la longueur de l'aiguille bleue de la zone 7 fixée à $7 \mu\text{m}$.

Le maillage a été généré automatiquement par Abaqus avec des éléments de type C3D8R.

4) Conditions aux limites

Un déplacement est imposé suivant la direction 1, et correspond à une déformation macroscopique de 0,75%, en accord avec les essais expérimentaux en fatigue plane. La face opposée est quant à elle bloquée (figure VI.7).

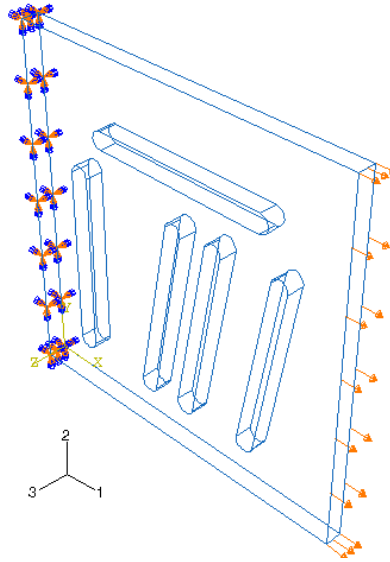


Figure VI.7 : Conditions aux limites appliquées sur les deux maillages : traction suivant l'axe 1 et encastrement de la face opposée

IV/ Résultats

1) Résultats de la zone 2

a. Contrainte et déformation

L'observation de la carte de la contrainte équivalente au sens de von Mises révèle la présence d'un gradient important au voisinage de l'aiguille centrale (figure VI.8). L'aiguille, voisine, morphologiquement identique, ne présente pas un tel gradient comme le confirme le profil de la contrainte, obtenu suivant l'axe horizontal représenté sur la carte voisine.

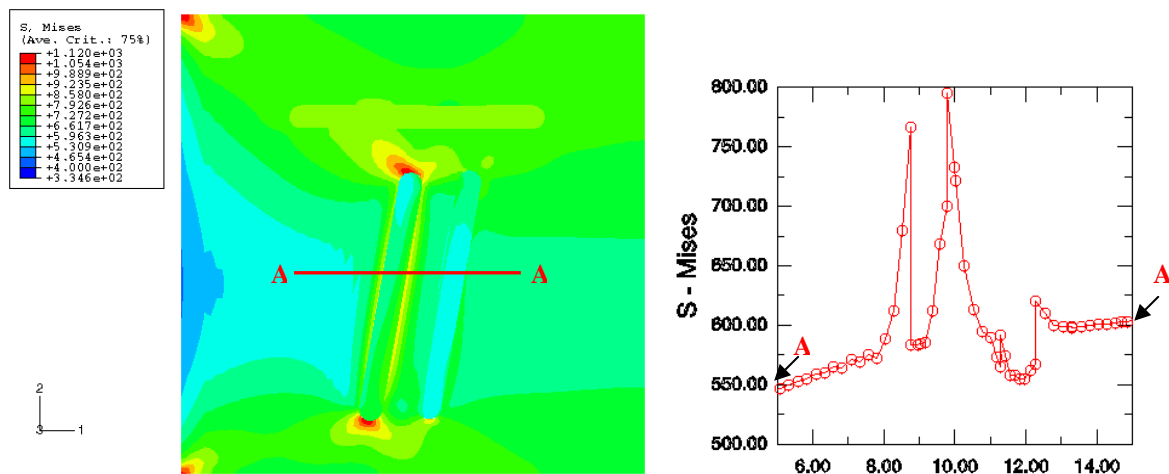


Figure VI.8 : Carte de la contrainte équivalente de von Mises et profil de cette contrainte suivant le liséré rouge tracé sur la carte en MPa.

La déformation ϵ_{11} est localisée au niveau d'une seule aiguille (figure VI.9). La déformation au niveau local atteint 3 % pour une déformation macroscopique de 0,75 %. La déformation n'est pas homogène au sein de cette aiguille, elle se trouve concentrée au niveau des interfaces et on peut constater sur le profil obtenu suivant le liséré rouge que le comportement des interfaces de l'aiguille n'est pas symétrique.

Ce résultat est en plein accord avec l'observation expérimentale de l'endommagement qui résulte d'une localisation de la déformation au niveau de l'interface.

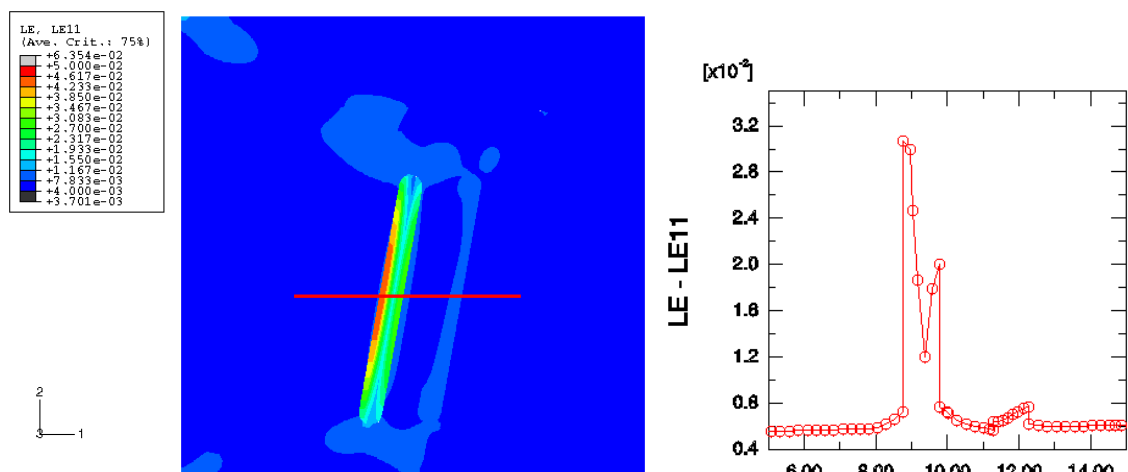


Figure VI.9 : Carte de la déformation ϵ_{11} et profil de cette déformation suivant le liséré rouge tracé sur la carte

Remarque : Afin de vérifier que le positionnement des aiguilles dans la matrice vis-à-vis des conditions aux limites n'est pas à l'origine des résultats précédents, les orientations cristallines des aiguilles verte et bleue ont été échangées. Tous les autres paramètres de la modélisation et les conditions aux limites sont restés inchangés. Cette simulation a confirmé le rôle de l'orientation cristalline puisque les résultats sont quasiment identiques à ceux présentés précédemment, si ce n'est bien entendu leur localisation. La carte de la contrainte équivalente de von Mises est donnée à titre d'illustration.

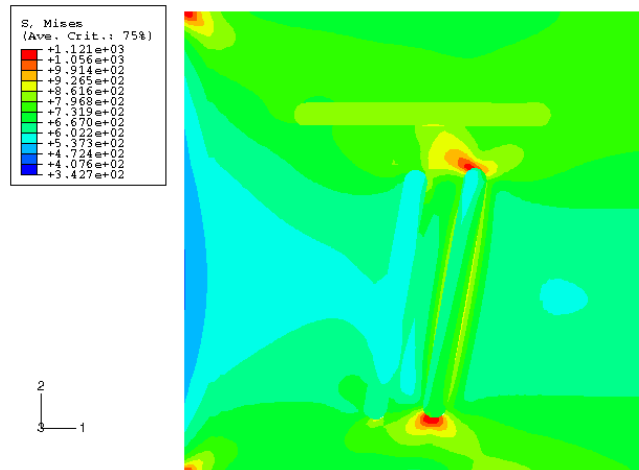


Figure VI.10 : Carte de la contrainte équivalente de von Mises (MPa). L'orientation cristalline des deux aiguilles, morphologiquement identiques, a été échangée

Si on compare plus en détail les deux aiguilles morphologiquement identiques mais cristallographiquement différentes (aiguilles bleue et verte), on retrouve l'hétérogénéité de comportement (figure VI.11). Trois éléments, dans les deux aiguilles, ont été sélectionnés comme indiqué figure VI.11. L'étude de ces points permet de comparer les comportements des interfaces et du cœur.

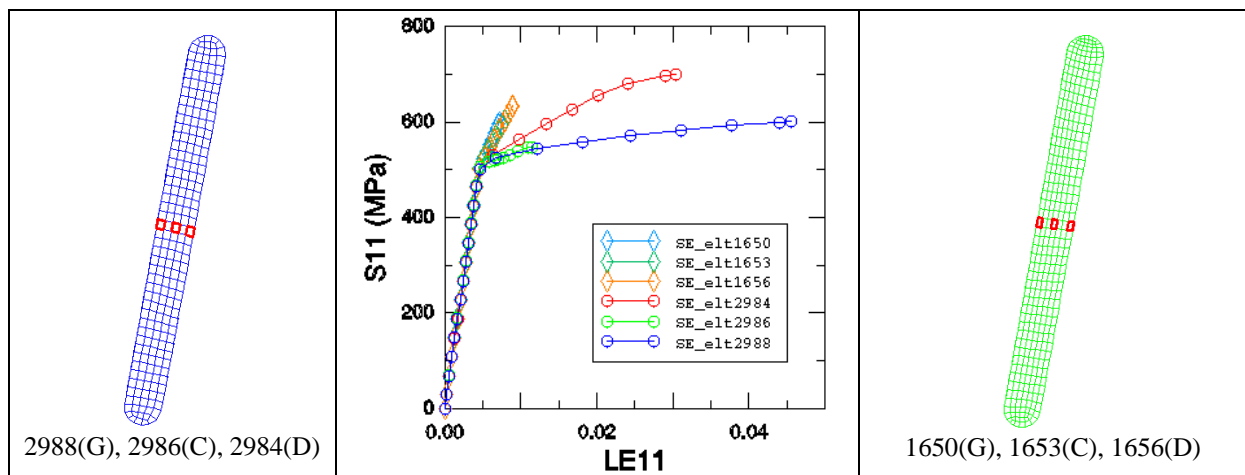


Figure VI.11 : Courbes contrainte-déformation en 3 éléments pris à gauche (G), au centre (C) et à droite (D) dans les deux aiguilles

Les courbes contrainte-déformation, tracées pour ces éléments, permettent de retrouver la part plus importante de déformation dans l'aiguille bleue (éléments 2988, 2986, 2984) vis-à-vis de l'autre aiguille (éléments 1650, 1653, 1656), ainsi que l'hétérogénéité de comportement des deux interfaces de l'aiguille bleue où se concentre l'essentiel de la déformation. On note que les contraintes dans l'aiguille verte sont fortes mais que son orientation ne permet pas une

relaxation rapide de ces contraintes. On retrouve ici l'effet de l'anisotropie de comportement plastique de la maille hexagonale.

b. Rôle de la plasticité

Plusieurs systèmes se sont activés au cours de la modélisation. Les cartes de répartition de la densité de dislocations pour ces systèmes sont données figure VI.12. Les SDV1 et SDV3 correspondent à l'activation de deux des trois systèmes prismatiques. La SDV10 correspond à l'activation d'un système pyramidal <a>.

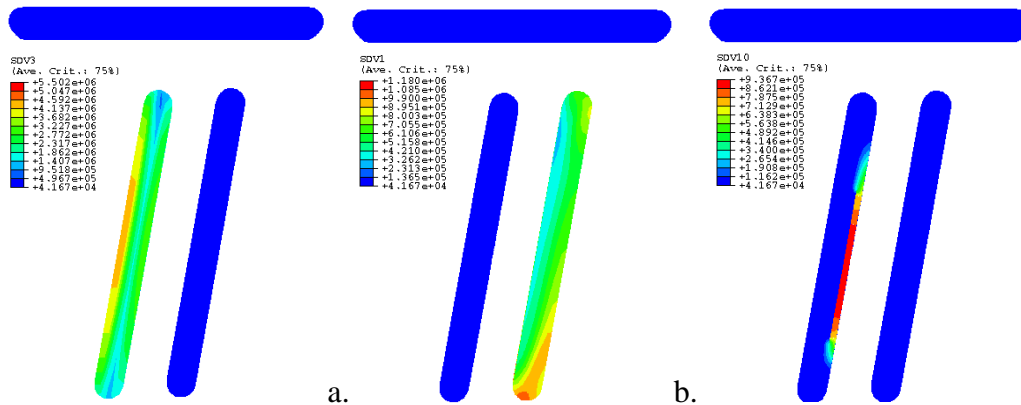


Figure VI.12 : Cartographies de la densité de dislocations (en mm^{-2}) présentes pour 0,75% de déformation macroscopique sur différents systèmes de glissement : a.&b. prismatique, c. pyramidal

En fin de calcul, au niveau des deux aiguilles morphologiquement identiques, les valeurs des densités de dislocations et des quantités de glissement sont tracées. Les résultats de la quantité de glissement sur les différents systèmes permettent de retrouver le rôle et l'importance de la localisation du glissement prismatique dans l'aiguille bleue. A noter que le glissement pyramidal (SDV10) présente une quantité de glissement peu prononcée. Ceci s'explique par l'activation tardive de ce système par rapport aux autres. Ce dernier point est vérifié par l'observation de la figure VI.13 qui donne la densité de dislocations, sur les trois systèmes mentionnées précédemment, à deux instants du calcul : 0,70 % et 0,75 % de déformation macroscopique. Entre ces deux incréments, peu d'évolution est observée pour les systèmes prismatiques (SDV1 et SDV3) comparés au système pyramidal (SDV10).

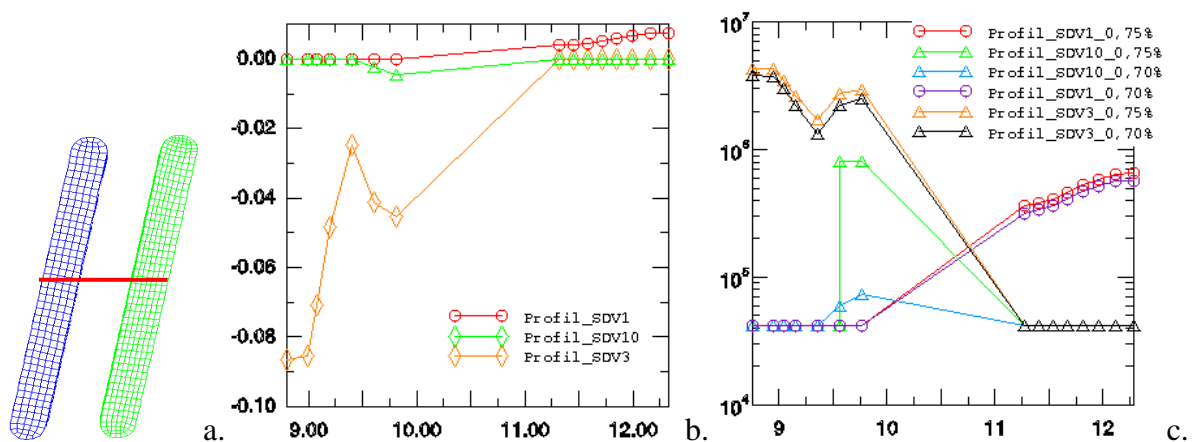


Figure VI.13 : a. Liseré servant d'abscisse au graphe représentant en ordonnée : b. la quantité de glissement pour trois systèmes de glissement c. la densité de dislocations (en mm^{-2}) sur ces mêmes systèmes à deux incréments de déformation macroscopique 0,70 % et 0,75 % ($\rho_0 = 4 \cdot 10^4 \text{ mm}^{-2}$)

La modélisation de la zone 2 a permis de retrouver la différence de comportement entre deux aiguilles, morphologiquement identiques, observée expérimentalement. L'existence du glissement prismatique, mis en évidence par l'analyse des traces observables en surface de l'éprouvette, est aussi retrouvée.

Ainsi, lors d'une sollicitation à faible niveau de déformation, le modèle prévoit une forte activité d'un des trois systèmes prismatiques. Le glissement associé est fortement localisé à l'une des interfaces de l'aiguille.

2) Résultats de la zone 7

a. Contrainte et déformation

Les résultats de cette zone (figures VI.14&15) sont relativement similaires à ceux de la zone précédente. La déformation se trouve localisée dans l'aiguille rouge, celle qui expérimentalement présente un endommagement à l'interface. La déformation au sein de cette aiguille n'est pas homogène et une plus forte déformation est observée sur une des interfaces de l'aiguille.

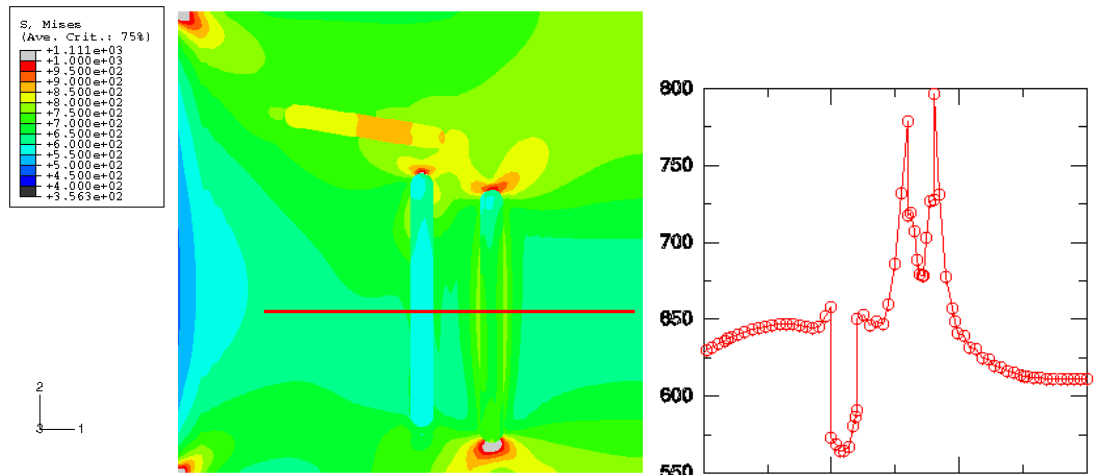


Figure VI.14 : Carte de la contrainte équivalente de von Mises et profil de cette contrainte suivant le liséré rouge tracé sur la carte (en MPa).

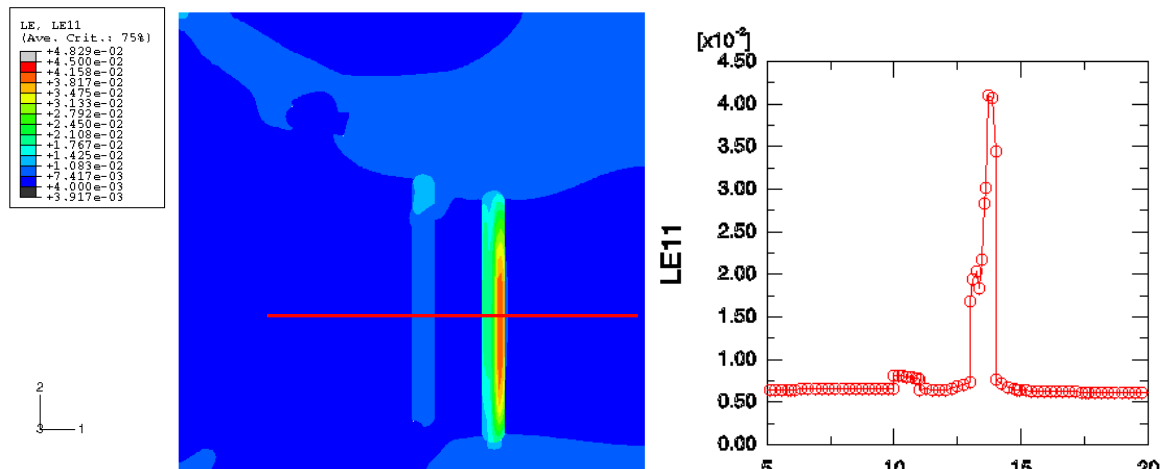


Figure VI.15 : Carte de la déformation ϵ_{11} et profil de cette déformation suivant le liséré rouge tracé sur la carte.

Cependant, l'interface prédite par le modèle n'est pas celle constatée expérimentalement. L'origine de cette différence de résultat est peut être la conséquence des mesures correctes mais non parfaites de l'orientation cristallographique. En effet, si on observe les figures de pôles {00.1} et {10.0} associées à cette aiguille (figure VI.16), on constate que deux des plans prismatiques jouent des rôles similaires et qu'une petite variation angulaire pourrait selon le cas favoriser l'une ou l'autre des interfaces. Nos mesures d'orientation après essais permettent de déterminer laquelle des aiguilles s'endommage dans une population, mais ne sont pas suffisamment précise pour déterminer dans des cas limites, le côté qui s'endommage. Une autre explication pourrait être la non prise en compte des différences de cissions critiques initiales pour un même système, comme le rapportent les travaux de Savage [SAV01].

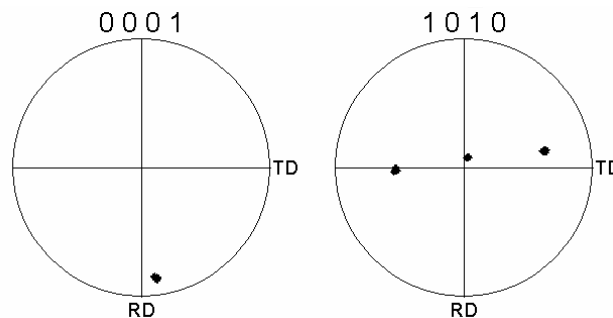


Figure VI.16 : Figures de pôles {00.1} et {10.0} de l'aiguille s'endommageant dans la zone 7

b. Rôle de la plasticité

Le glissement sur les systèmes prismatiques est mis en avant dans l'aiguille où se localise la déformation. Ce point corrobore les résultats expérimentaux obtenus sur cette aiguille. Cependant, l'analyse de l'aiguille bleue, qui expérimentalement présente des traces de glissement du système basal, ne révèle aucune activité du plan basal. La contrainte nécessaire à l'activation n'est pas atteinte.

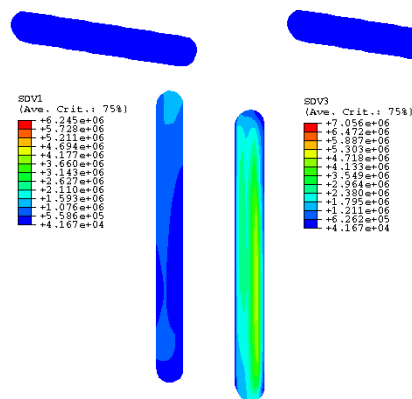


Figure VI.17 : Cartographies de la densité de dislocations (en mm^{-2}) présentes pour 0,75% de déformation macroscopique sur deux systèmes de glissement prismatiques

La valeur de la cission critique initiale a été choisie par corrélation avec les travaux de Geyer [GEYE99]. Il semblerait que dans notre cas, le système basal puisse s'activer plus facilement. En effet, ce type de glissement est observé pour des essais réalisés à 800 MPa, par conséquent si un facteur de Taylor est appliqué pour déterminer la cission, on obtient environ 260 MPa. Cette valeur est relativement éloignée de celle introduite initialement mais de l'ordre de grandeur de celle proposée par Savage [SAV01] pour le Ti6.2.4.2Si.

Une nouvelle simulation avec les valeurs de cisssions initiales reportés dans le tableau VI.7, tous les autres paramètres inchangés par ailleurs, a été réalisée.

| $\tau_0^{\text{prismatique}\langle a \rangle}$ | $\tau_0^{\text{basal}\langle a \rangle}$ | $\tau_0^{\text{pyramidal}\langle a \rangle}$ |
|--|--|--|
| 200 | 250 | 240 |

Tableau VI.7 : Cissions initiales (MPa)

Les résultats diffèrent peu (figure VI.18), la localisation au sein de l'aiguille rouge est toujours présente. L'aiguille bleue, quant à elle, présente dorénavant un glissement homogène dans l'aiguille avec un accroissement de la densité de dislocations (figure VI.19).

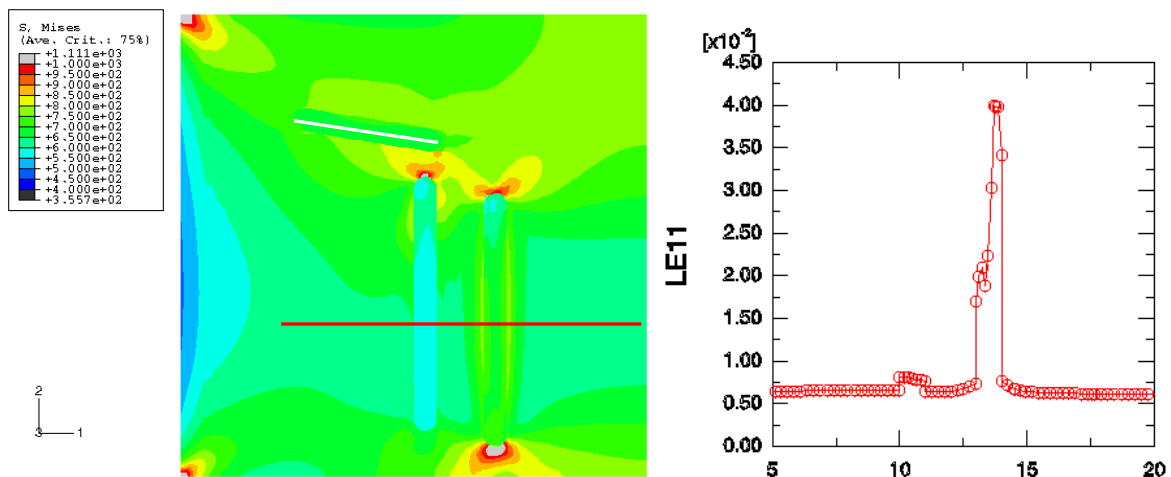


Figure VI.18 : Carte de la contrainte équivalente de von Mises (en MPa) et profil de la déformation ε_{11} suivant le liseré rouge tracé sur la carte.

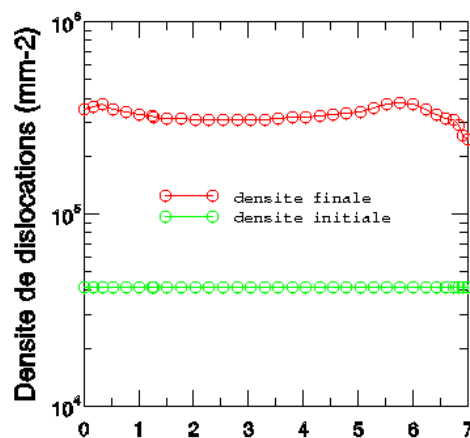


Figure VI.19 : Densité de dislocations initiale et après 0,75% de déformation sur le système basal au travers de l'aiguille bleue (liseré blanc sur la carte figure VI.18)

Ce cas illustre la nécessité de déterminer plus précisément certains paramètres. Des essais de traction in situ devraient permettre d'augmenter la statistique de l'étude des systèmes actifs et de mieux déterminer pour quel niveau de contrainte ces différents systèmes s'activent.

Conclusion partielle

Les résultats expérimentaux de fatigue en flexion plane, nous ont permis de constater :

- une forte implication du comportement plastique de la phase hexagonale,
- une localisation de la déformation plastique qui survient au cours du cyclage.

Ces résultats rejoignent les propos de Magnin et al. [MAG84] : "l'endommagement des matériaux métalliques sollicités en fatigue résulte essentiellement de leur déformation plastique cyclique. Cette déformation peut être homogène, soit hétérogène à l'échelle macroscopique ou à l'échelle microscopique. Ce sont l'amplitude et la répartition des déformations plastiques qui régissent l'écrouissage cyclique, l'amorçage et à un degré moindre, la propagation des fissures de fatigue".

La compréhension des mécanismes microstructuraux de la déformation plastique cyclique apparaît indispensable afin de mieux appréhender la localisation de la déformation plastique et de prévoir l'endommagement d'un matériau. C'est pourquoi, bien qu'imparfaite, cette première tentative de modélisation du comportement plastique de la maille hexagonale en traction simple du Ti17 est nécessaire. Elle constitue une première étape vers la modélisation des comportements cycliques.

Ainsi nos deux études réalisées en traction monotone ont permis de tester la validité du modèle de comportement proposé. La plasticité est, avec les paramètres considérés, relativement bien prise en compte. La localisation est retrouvée dans l'aiguille présentant expérimentalement un endommagement lors des essais de fatigue.

Cependant, si le critère de Schmid se révèle satisfaisant dans une majorité des cas pour déterminer quel système va être actif parmi le basal, le prismatique ou le pyramidal, il atteint parfois ses limites. Ainsi, dans le cas de la zone 2, le glissement prismatique identifié numériquement n'est pas celui déterminé expérimentalement. La question de l'introduction de l'effet de surface se pose donc. De surcroît, certains auteurs [LAI78], [MAH82] évoquent la longueur de glissement des dislocations pour expliquer qu'un amorçage ne se produise pas obligatoirement sur le glissement ayant le plus grand facteur de Schmid. Enfin, nous n'avons pas étudié l'effet de l'irréversibilité du glissement, ni le rôle de l'asymétrie de comportement en traction et compression découlant des effets de structure de cœur des dislocations [MAG84], [NAK83].

D'un point de vue pragmatique, le modèle est satisfaisant puisqu'il est en mesure de déterminer quelles aiguilles vont présenter une forte localisation de la déformation plastique et dans l'hypothèse que cette déformation se cumule au cours des cycles en fatigue, prédire les aiguilles susceptibles de présenter un endommagement.

Conclusion Perspectives

Conclusion

L'objectif de cette thèse était :

- de comprendre et de modéliser l'évolution de l'orientation cristalline de la phase β de l'alliage Ti17 au cours de la dernière étape de mise en forme qu'est le forgeage β ,
- d'étudier l'impact de l'orientation cristallographique des grains β et des aiguilles α , les deux étant liés, sur la fatigue,
- d'analyser les conséquences d'un changement de trajet de déformation sur la texture responsable en partie de la dispersion des durées de vie.

➤ L'étude de l'évolution morphologique et cristallographique de la phase β au cours de l'étape de forgeage β par des trempes figeant la structure haute température donne les résultats suivants :

- la matière d'approvisionnement présente une texture cristallographique (EBSD, DRX) mais aussi morphologique avec des grains β en forme de "grains de riz" de plusieurs millimètres,
- la matière chauffée et hypertrempée est constituée de grains d'environ 300 μm et de quelques amas de tailles millimétriques. Ces derniers rendent difficile la détermination de la texture (EBSD, DRX, neutrons),
- la matière chauffée, forgée et hypertrempée présente une texture classique de forgeage et une morphologie constituée de grains regroupés en paquets d'orientation proche ainsi que de petits grains recristallisés.

➤ Ces résultats ont pu être comparés aux résultats de la modélisation 2D de l'étape de déformation plastique par une approche cristalline. La texture simulée est en bon accord avec celles obtenues expérimentalement. La formation de domaines cristallographiques de taille millimétrique, composés d'amas de grains présentant une direction $\langle 100 \rangle$ ou $\langle 111 \rangle$ parallèle à la direction de forgeage a été mise en évidence.

➤ La difficulté d'une détermination de la texture de l'état haute température avant forgeage nous a conduit lors de la modélisation d'un agrégat 3D, plus représentatif, à avoir recours en plus de l'agrégat de texture réel à un agrégat de texture isotrope. On retiendra concernant les textures :

- une évolution similaire des deux agrégats vers les composantes classiques du forgeage,
- un meilleur accord de la texture simulée de l'agrégat réel avec l'expérience,
- une présence majoritaire dans les deux agrégats des domaines de types $\langle 111 \rangle$, mais de taille plus importante dans l'agrégat réel.

L'effet de voisinage des grains β initiaux, après montée en température et avant déformation, n'est donc pas négligeable et pose la question de l'origine de la texture locale avant forgeage. Cette question fait l'objet de nombreux travaux.

➤ Un changement de trajet de chargement, en modifiant la texture globale, pourrait être une solution pour diminuer la taille des domaines cristallographiques. N'ayant pas les moyens expérimentaux d'un laminage circulaire, le forgeage croisé par sa simplicité, au niveau expérimental et numérique, a été retenu comme première approche. La modélisation de ce contreforgeage sur un agrégat constitué des grains préalablement forgés, nous a permis de mettre en évidence le passage par un minimum de texture globale au cours de la déformation. Cette analyse correspond au cas d'un changement de trajet appliqué industriellement de façon continue puisqu'il ne prend pas en compte les phénomènes de descente et de remontée en température qui existent si les étapes sont découplées. Ce travail s'applique donc plus au cas du laminage circulaire. Cependant expérimentalement, pour les raisons précédemment mentionnées, les expériences ont été conduites par étape. Le taux de déformation correspondant au minimum de texture globale calculé numériquement a été appliqué lors du second forgeage pour différentes vitesses de déformation. Les résultats en fatigue conventionnelle n'ont pas permis de dégager une amélioration notable sur les durées de vie, avec cependant une assez faible dispersion.

➤ L'étude des éprouvettes forgées et contreforgées, lors des essais de fatigue en flexion plane, met en évidence une similitude de comportement. Sur toutes les éprouvettes, on observe que :

- certaines zones sont vierges de fissure,
- la phase α_{GB} , surlignant les joints de grains β , continue et rectiligne constitue un lieu privilégié de l'endommagement lorsque celle-ci est à 45° . Elle constitue une zone très favorable à la propagation des fissures,
- la multifissuration, par micro endommagement, survient essentiellement à l'interface des aiguilles $\alpha_{w_i}^P$ et de la matrice. Cette multifissuration conduit selon la densité d'amorçage présente, à une coalescence plus ou moins rapide.

Il a été mis en évidence le rôle particulier des aiguilles $\alpha_{w_i}^P$ ayant un axe \bar{c} perpendiculaire à la sollicitation (axe TD) et contenu dans le plan de la surface étudiée (c'est-à-dire suivant RD). Ce type d'aiguille est la principale source, mais non la seule, de l'endommagement.

Les relations unissant les deux phases de cet alliage conduisent naturellement à rencontrer une orientation préférentielle du grain β propice à cette multifissuration. Ces grains β présentent le plus souvent une orientation telle qu'un pôle $\{100\}$ soit parallèle à la normale à la surface (ancien axe de forgeage, ND) et un pôle $\{110\}$ proche de RD. Le pôle $\{100\}$ parallèle à ND n'est pas quelconque, il fait partie des orientations résultantes du forgeage en phase β .

Dans les rares cas où est mis en avant l'autre orientation (pôle $\{111\}$ parallèle à ND), l'endommagement au niveau des aiguilles n'est pas forcément de type interfacial et il est constaté des modifications dans la propagation des fissures. Le nombre de cas rencontré est cependant trop faible pour associer ce type de comportement à cette orientation. À noter que ce sont les éprouvettes contreforgées à grande vitesse qui présentent une plus grande proportion de pôles $\{111\}$ suivant l'axe de forgeage. Les résultats de fatigue apparaissent donc cohérents avec ceux issus des études de forgeage et de l'impact de la vitesse sur celui-ci.

Perspectives

➤ La modélisation du comportement local du matériau biphasé, pour des contraintes inférieures à la limite d'élasticité macroscopique, révèle que les premiers systèmes actifs aux interfaces correspondent aux endommagements observés. Bien sûr une modélisation de plusieurs cycles, intégrant l'effet de surface, est nécessaire pour confirmer ces résultats. D'autre part, une étude en microscopie en transmission de lames issues d'éprouvettes "fatiguées" permettrait d'identifier les structures de dislocations présentes et ainsi améliorer les paramètres de la modélisation.

➤ Les pièces forgées présentent des hétérogénéités de morphologie et de texture consécutives à l'hétérogénéité locale des conditions d'essais (température, vitesse locale de déformation...). L'effet de ces hétérogénéités pourrait être étudiée dans notre modélisation. En effet, Forge3[®] permet de déterminer les champs de déplacement des différents éléments d'une pièce, informations utilisables comme conditions aux limites. Ainsi, il pourrait être modélisé les différences de texture des grains β au sein d'une pièce et déduit les orientations de la phase hexagonale par les relations de Burgers qui ont toujours été vérifiées dans notre étude. Et de là, le comportement moyen en fatigue.

Il ne s'agit pas, bien sûr, d'optimiser localement toutes les zones de la pièce. Cela est irréaliste vis-à-vis du process "simple" qu'est le forgeage mais peut être pas vis-à-vis des laminoirs circulaires comme celui présenté par Bewlay et al. [BEW03]. Il serait donc particulièrement intéressant d'étudier l'impact d'une variation d'un des paramètres, tel que la vitesse ou le taux de déformation, sur l'ensemble de la pièce. Une pièce forgée présente toujours des "bonnes" zones et des zones moins performantes. Mais la variation appliquée ne permettrait-elle pas d'améliorer les moins bonnes zones sans trop affecter les bonnes ? Y'a-t-il, en somme, moyen d'optimiser globalement la pièce ? Pour répondre à cette question la modélisation semble être la voie à privilégier, le coût d'une telle étude expérimentale étant rédhibitoire.

➤ Cette optimisation passe probablement aussi par une meilleure prise en compte dans la modélisation de la recristallisation en fin de forgeage. Celle-ci n'est pas sans influence, comme on a pu le constater lors de l'étude des sites d'amorçages en fatigue conventionnelle.

ANNEXES

ANNEXE A

Bibliographie Générale

| | |
|---|------------|
| <i>I/ Le titane et ses alliages</i> | 146 |
| 1) Le titane non allié | 146 |
| 2) Les éléments d'alliages | 147 |
| 3) La classification des alliages de titane..... | 148 |
| <i>II/ Les microstructures</i> | 151 |
| 1) Les différentes phases..... | 151 |
| a. La phase α | 151 |
| b. La phase β | 152 |
| 2) Les différentes microstructures..... | 152 |
| a. La structure aciculaire..... | 154 |
| b. La structure équiaxe | 154 |
| <i>III/ La mise en forme du Ti17</i> | 156 |
| 1) Composition | 156 |
| 2) Propriétés et microstructures recherchées..... | 156 |
| 3) Cycle thermomécanique du Ti17..... | 157 |
| a. Le forgeage | 157 |
| b. La mise en solution | 158 |
| c. Le revenu..... | 158 |
| <i>IV/ La mise en forme à chaud des titanes</i> | 159 |
| 1) Principes généraux et terminologie..... | 159 |
| a. Les mécanismes dynamiques..... | 159 |
| α . Restauration dynamique et recristallisation dynamique continue | 159 |
| β . Recristallisation dynamique discontinue..... | 160 |
| b. Les mécanismes statiques | 162 |
| α . La restauration statique | 162 |
| β . Les recristallisations statique et métadynamique..... | 162 |
| 2) Déformation dans le domaine β des alliages de titane..... | 162 |
| a. Études expérimentales | 162 |
| b. Exemples de simulation..... | 166 |
| α Simulation du comportement mécanique | 166 |
| β Modélisation de la recristallisation en collier | 169 |
| Principaux résultats expérimentaux..... | 169 |
| Résultats de la simulation | 170 |
| 3) Cas du Ti17..... | 172 |
| a. Les phénomènes à chaud | 172 |
| b. Conséquences de la mise en forme à chaud sur la texture | 173 |
| α . Textures de compression uniaxiale | 173 |
| β . Textures de recristallisation..... | 173 |

I/ Le titane et ses alliages

1) Le titane non allié

| Propriété | Valeur | Unité |
|--|-----------------------|--|
| Numéro atomique | 22 | – |
| Masse atomique | 47,9 | g |
| Masse volumique | 4,507 | $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ |
| Température de transformation allotropique | 882 | $^{\circ}\text{C}$ |
| Température de fusion | 1 670 | $^{\circ}\text{C}$ |
| Température d'ébullition | 3 535 | $^{\circ}\text{C}$ |
| Capacité thermique massique | 522,5 | $\text{J} \cdot \text{kg} \cdot \text{K}^{-1}$ |
| Conductivité thermique | 16,7 | $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ |
| Résistivité électrique à 20 $^{\circ}\text{C}$ | $47,8 \times 10^{-8}$ | $\Omega \cdot \text{m}$ |
| Coefficient de dilatation linéaire à 25 $^{\circ}\text{C}$ | $8,5 \times 10^{-5}$ | K^{-1} |
| Susceptibilité magnétique | $3,2 \times 10^{-6}$ | $\text{cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$ |
| Module d'élasticité | 110 000 | MPa |
| Coefficient de Poisson | 0,33 | – |

Tableau A.1 : Propriétés du titane pur (Combres [COM#1])

On retiendra essentiellement du tableau A.1 que le titane pur présente deux variétés allotropiques stables selon que l'on se trouve au-dessus ou en dessous de la température de transition appelée transus bêta, notée T_{β} par la suite et égale à 882°C :

- pour $T < T_{\beta}$, la structure est hexagonale de paramètres $a=0.295 \text{ nm}$ et $c=0.468 \text{ nm}$.
- pour $T > T_{\beta}$, la structure est cubique centrée de paramètre $a=0.332 \text{ nm}$

Cette transformation de la phase β à la phase α se fait par déplacement des atomes et par réarrangement de ceux-ci : ce mécanisme est caractéristique des réactions sans diffusion. Il correspond donc à un cisaillement et vérifie les relations de Burgers suivantes :

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

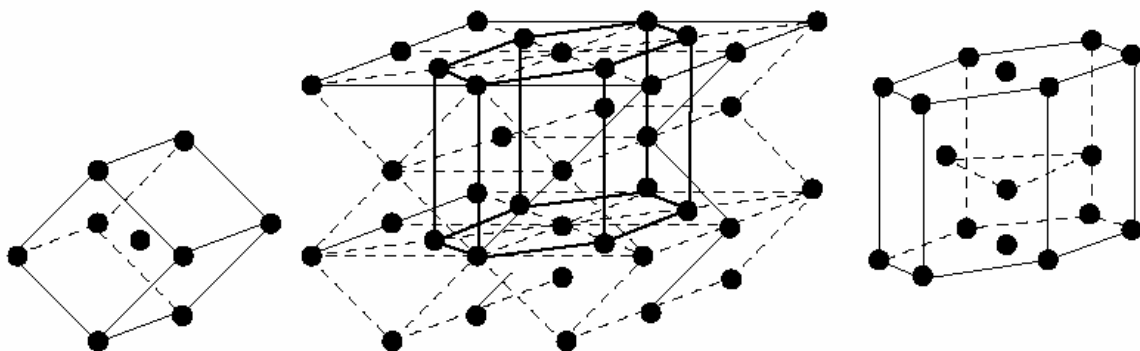


Figure A.1 : Schéma des relations de Burgers

Ces relations de Burgers permettent d'établir qu'un cristal β peut donner naissance à douze variants α différents. Ces phases α , issues d'un même ex-grain β , auront donc des axes \bar{c} qui ne pourront faire entre eux que trois angles différents : 0° , 60° et 90° .

2) Les éléments d'alliages

L'addition d'éléments au titane pur, fait apparaître un domaine de phase $\alpha+\beta$ stable, dépendant de la température et de la concentration des éléments ajoutés.

Ces éléments sont regroupés en trois classes principales :

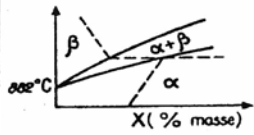
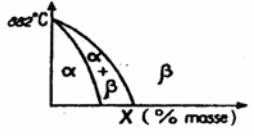
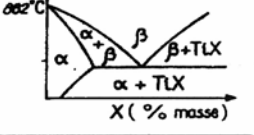
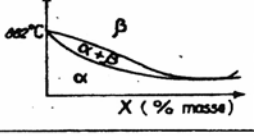
- les alphagènes : ils se dissolvent préférentiellement dans la phase α et la stabilisent en augmentant la température du transus β , on trouve essentiellement : Al, O, C, N.

- les bêtagènes : ils se dissolvent préférentiellement dans la phase β et la stabilisent en diminuant la température du transus β , ils se divisent en deux catégories :

- les isomorphes : Mo, V, Nb, Ta en solution solide

- les eutectoïdes : Fe, Mn, Cr, Co, Cu susceptibles de donner des composés eutectoïdes

- les neutres : ce sont des éléments durcissants de la solution solide, ils se dissolvent préférentiellement dans la phase α mais n'élèvent pas $T\beta$.

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

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

Tableau A.2 : Les éléments d'addition (Gelas [GEL])

Ces éléments d'alliages influent sur les propriétés mécaniques du matériau.

Les principaux éléments d'alliages dans le Ti17 sont :

- l'aluminium, élément alphagène, stabilise la phase hexagonale en augmentant le rapport c/a de la maille. Il s'ensuit une diminution de la plasticité qui se traduit par une augmentation de la résistance mécanique en traction et en fluage, tant à chaud qu'à température ambiante.

- l'étain et le zirconium sont des éléments durcissants pour la phase α , le premier par une interaction chimique avec les atomes de la structure hexagonale qui réduit la mobilité de ces derniers, le second par la stabilisation des défauts d'empilement. Ils améliorent la tenue au fluage à chaud et la résistance mécanique.

- le molybdène et le chrome, éléments bêtagènes, stabilisent la phase β . Le molybdène en particulier, évite la précipitation grossière de Ti_3Al et retarde la fine précipitation généralisée de ce composé. Il améliore aussi la résistance à haute température. Quant au chrome, il permet d'améliorer la trempabilité et permet d'obtenir une combinaison intéressante de résistance et de ténacité après vieillissement. Toutefois, ces deux éléments étant relativement lourds, leur proportion doit être limitée afin de garder un bon rapport densité/propriétés mécaniques.

| β -Stabilizer | Type | β_c (wt.%) ^a | β_t Suppression (°C) ^b |
|---------------------|-------------|-------------------------------|---|
| Mo | Isomorphous | 10.0 | -8.3 |
| V | | 15.0 | -5.5 |
| W | | 22.5 | -13.8 |
| Nb | | 36.0 | -10.6 |
| Ta | | 45.0 | -15.6 |
| Fe | Eutectoid | 3.5 | 0.0 |
| Cr | | 6.5 | -2.8 |
| Cu | | 13.0 | -5.6 |
| Ni | | 9.0 | 4.4 |
| Co | | 7.0 | 3.3 |
| Mn | | — | 21.1 |

^a Approximate wt.% needed to retain 100% beta upon quenching.

^b Approximate amount of beta transus reduction per wt.% of addition.

Tableau A.3 : Effets des éléments d'addition sur la température de transus (Weiss & Semiatin [WEI98])

3) La classification des alliages de titane

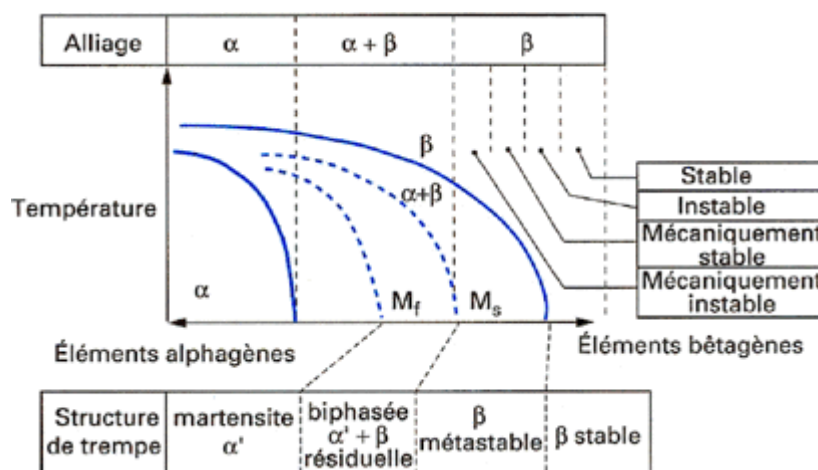


Figure A.2 : Diagramme pseudo-binaire applicable aux alliages de titane, Combres & Champin [COM#2]

Cette classification repose essentiellement sur les proportions des différents éléments d'addition. Différentes formules permettent d'estimer la quantité d'éléments alphas et de bêtas.

Pour estimer la quantité d'alphagène, on calcule un équivalent en aluminium par la formule suivante :

$$[Al]_{eq} = [Al] + \frac{[Zr]}{6} + \frac{[Sn]}{3} + 10[O_2]$$

De même, on calcule un équivalent en Mo pour les éléments bêtagènes comme suit :

$$[Mo]_{eq} = [Mo] + \frac{[V]}{1.5} + \frac{[Cr]}{0.6} + \frac{[Fe]}{0.35} + \frac{[Cu]}{1.3} + \frac{[Nb]}{3.6}$$

A partir de ces deux équivalents, on calcule le rapport $x = \frac{[Mo]_{eq}}{[Al]_{eq}}$ qui permet de distinguer 5 types d'alliages de titane :

- pour $x \approx 0$, les alliages α

Leur composition est telle, qu'à l'ambiante la phase β ne peut exister. Ils sont faiblement alliés, même en éléments alphagènes, pour éviter la précipitation de phases comme par exemple le Ti_3Al qui diminue la ductilité.

Propriétés : -faible ou moyenne résistance en traction
 -une bonne ductilité
 -bonne soudabilité car monophasé à l'ambiante
 -très résistants au fluage jusqu'à 550°C
 -peu forgeable.

Exemples : -T 40 : Ti 0.2Fe
 -TA5E : Ti 5Al 2.5Sn

- pour $0 < x < 0.3$, les alliages quasi- α

Ils contiennent un faible pourcentage d'éléments bêtagènes qui améliorent les propriétés de résistance en traction des alliages α tout en conservant de bonnes caractéristiques à haute température.

Exemples : -Ti 6242 : Ti 6Al 2Sn 4Zr 2Mo
 -IMI 685 : Ti 6Al 5Zr 0.5Mo 0.25Si

- pour $0.3 < x < 1.5$, les alliages α/β

Ils présentent de bonnes caractéristiques en traction et sont stables jusqu'à 450°C. De plus ils répondent bien aux traitements thermiques.

Exemples : -TA6V : Ti 6Al 4V
 -Ti 6246 : Ti 6Al 2Sn 4Zr 6Mo

- pour $1.5 < x < 3$, les alliages quasi β

Ils possèdent une quantité suffisante d'éléments bêtagènes pour que la phase β puisse être métastable à l'ambiante. On peut donc réussir à maintenir une phase β à l'ambiante, la proportion de cette phase dépendant du traitement thermique qui lui est appliqué.

Propriétés : -bonne résistance à l'ambiante
 -aptitude aux traitements thermiques
 -bonne mise en forme
 -excellente forgeabilité

Exemples : -Ti 17 : Ti 5Al 4Mo 4Cr 2Sn 2Zr
 - β cez : Ti 5Al 4Mo 4Zr 2Sn 2Cr

-pour $x > 3$, les alliages β

Dans ces alliages, la phase β est thermodynamiquement stable et donc on ne peut obtenir de durcissement lié à la présence de la phase α , ceci réduisant considérablement les propriétés mécaniques. Ces alliages sont donc à proscrire si on souhaite travailler à haute température et avoir une bonne tenue en fatigue.

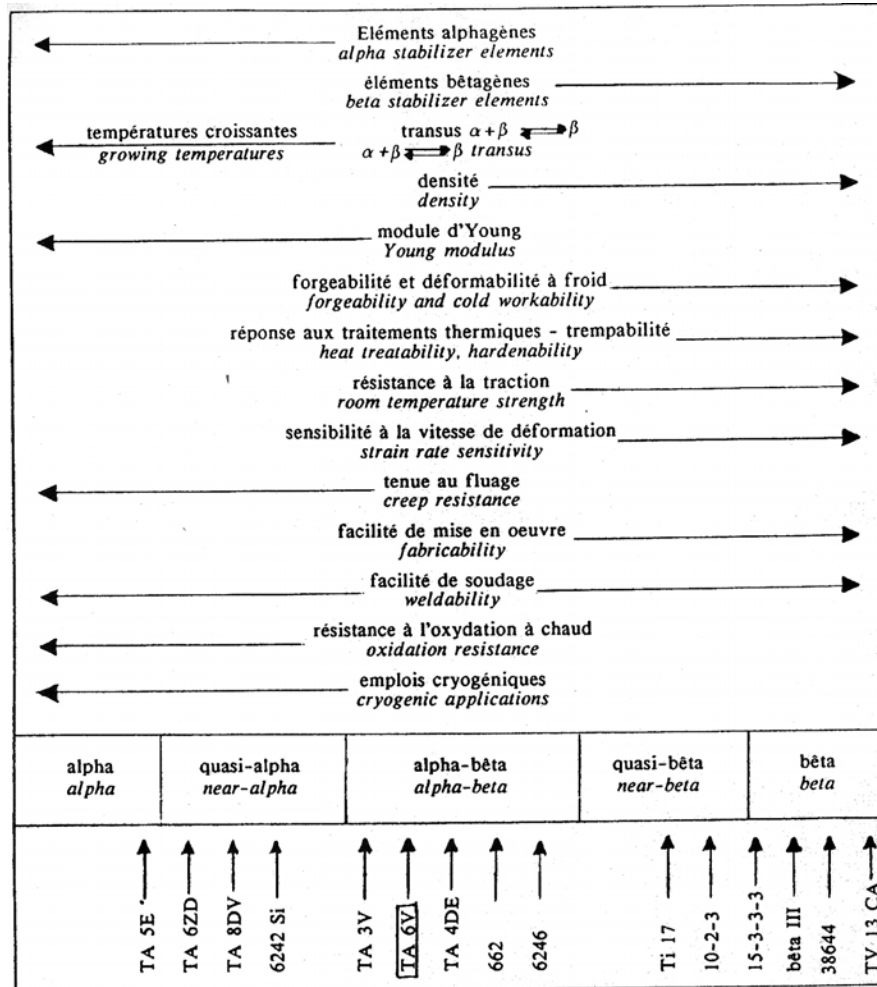


Figure A.3 : Tableau de synthèse (Tricot [TRI88])

II/ Les microstructures

Les caractéristiques mécaniques des alliages de titane sont étroitement liées à la microstructure. Les principales propriétés recherchées sont la résistance, la ductilité, la ténacité et de bonnes tenues en fatigue et en fluage. Ces propriétés sont principalement la conséquence de plusieurs paramètres tels que la proportion des différentes phases, la texture morphologique et la texture cristallographique. Ces paramètres étant fonction eux même de l'histoire thermomécanique du matériau comme nous le verrons par la suite.

Toutefois, on distingue généralement deux classes de microstructures constituées de phases assez différentes.

1) Les différentes phases

a. La phase α

Pour la phase α , on distingue principalement :

- α_{GB}^P : phase alpha primaire qui précipite sous forme de liserés assez épais aux ex-joints de grains β lors du refroidissement à partir du domaine $T > T_\beta$. Cette phase vérifie les relations de Burgers avec un des ex-grains β adjacents.

- α_{WGB}^P : phase alpha primaire qui précipite à l'aplomb de la phase α_{GB}^P avec un angle de 90° ou de 120° sous forme de colonies constituées d'aiguilles parallèles entre elles. Dans le TA6V, Le Biavant [LEB00] a montré que les aiguilles d'une même colonie possédaient la même orientation cristallographique et que la colonie correspondait à l'un des douze variants de Burgers. Cette constatation a aussi été faite sur le β cez alliage très proche du Ti17 par Chaussy [CHA96].

- α_{Wi}^P : phase alpha primaire intragranulaire de Widmanstätten, elle apparaît lors de la trempe après forgeage ou pendant les opérations de traitement thermique. Elle se présente sous la forme d'aiguilles enchevêtrées.

- α_{Wi}^S : phase alpha secondaire intragranulaire de Widmanstätten, elle se forme lors des traitements thermiques, elle résulte de la décomposition de la phase β métastable. Elle se présente sous la forme d'aiguilles très fines.

- α' : phase martensitique de structure intermédiaire entre la phase β et la phase α est de type orthorhombique avec une forte teneur en éléments bêtagènes et donc une composition proche de la phase β . La transformation $\beta \rightarrow \alpha'$ s'effectue par distorsion du réseau cristallin et par cisaillement $\{112\}\langle 111 \rangle$.

- ω : cette phase existe sous deux variantes, l'une athermique apparaissant lors de trempe rapide à partir de la température de transus, l'autre isotherme pouvant apparaître par décomposition isotherme de la phase β de certains alliages. Cette phase, durcissante tout autant que fragilisante, est une phase transitoire avant l'apparition de la phase α et est invisible en microscopie optique.

- Ti_3Al : cette phase apparaît lors de maintiens prolongés dans un domaine de températures intermédiaire (450 à 700°C). Elle est hexagonale, extrêmement durcissante, mais aussi très fragilisante.

b. La phase β

Pour la phase β , après un refroidissement depuis le domaine β , on distingue :

- β_s : phase retenue à l'ambiante et stabilisée qu'il est impossible de transformer par traitement thermique.
- β_m : phase β métastable, retenue à l'ambiante mais avec sa composition chimique haute température qui sous l'effet des traitements thermiques évolue en phase α .
- β_t : phase β transformée issue de la décomposition de β par refroidissement lent en structure lamellaire $\alpha+\beta$.

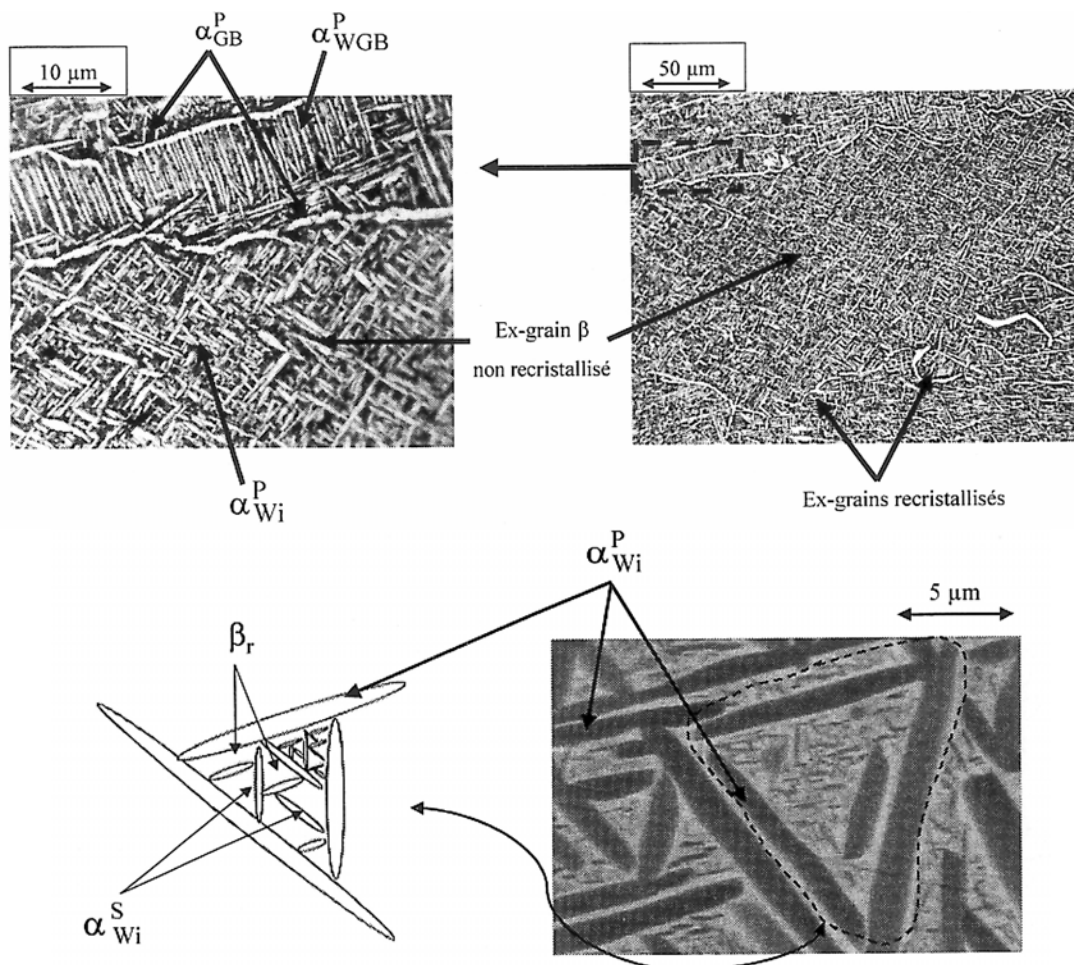


Figure A.4 : Exemples de microstructures dans le Ti17 (Gourbesville [GOU00])

2) Les différentes microstructures

L'obtention des différentes phases est régie essentiellement par la température initiale de changement de phase et la vitesse à laquelle celui-ci s'effectue. Pour prévoir la morphologie de la phase α lors de la transformation $\beta \rightarrow \alpha+\beta$ on utilise les diagrammes TTT (Température, Temps, taux de Transformation) et TRC (Transformation en Refroidissement Continu). Ces diagrammes n'existent pas dans le cas de notre alliage mais on pourra avoir recours à ceux de Bein [BEI96]).

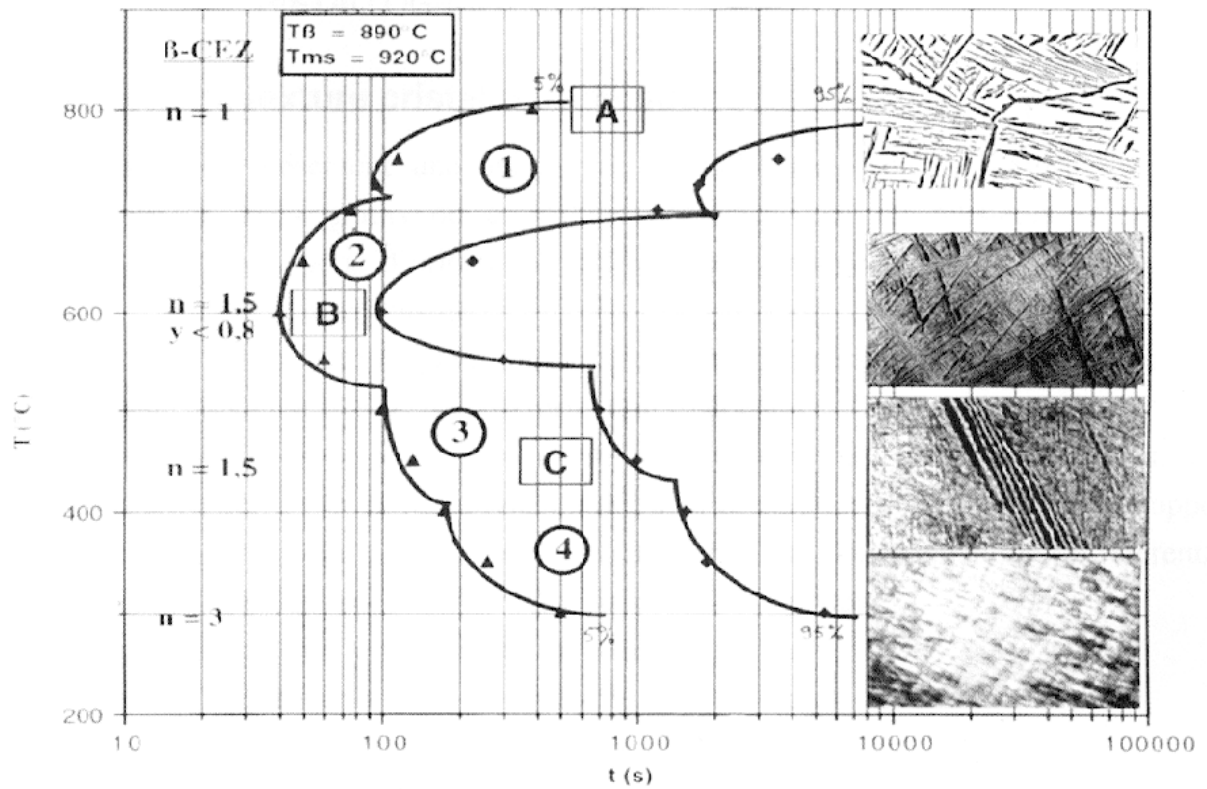


Figure A.5 : Diagramme TTT du β cez [BEI96]

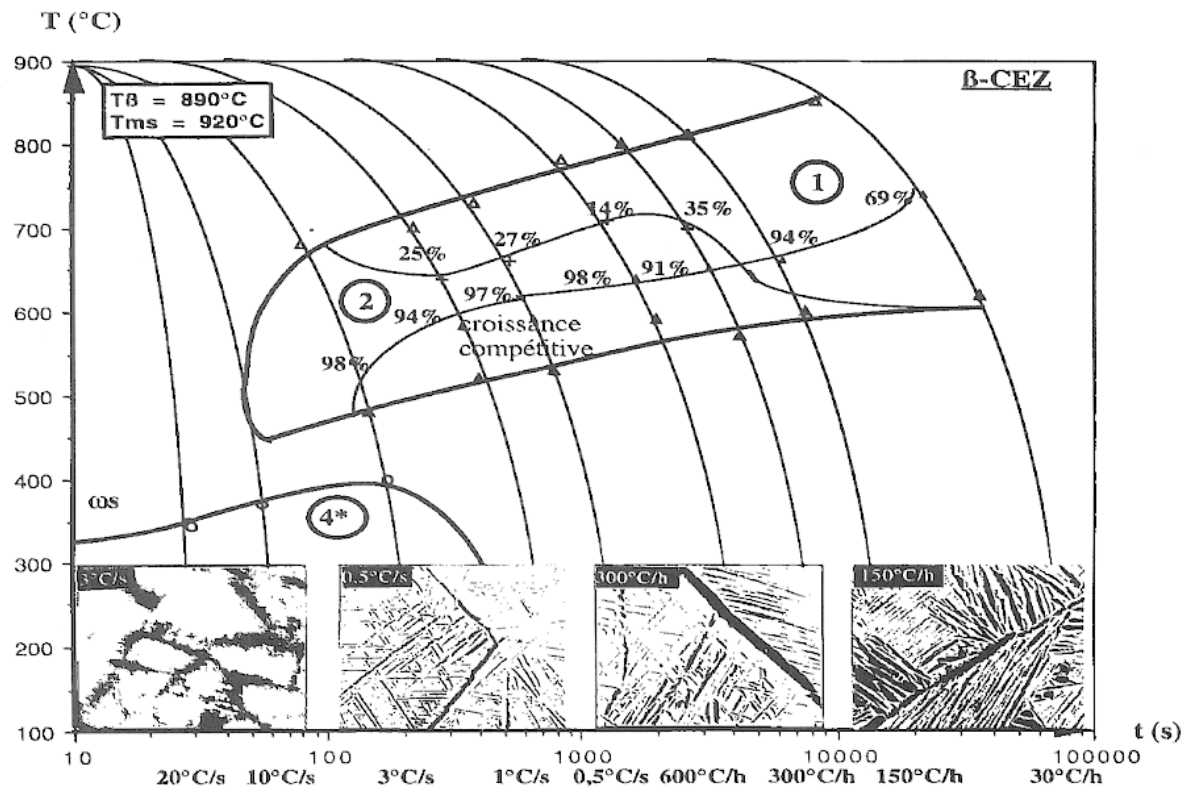


Figure A.6 : Diagramme TRC du β cez [BEI96]

a. La structure aciculaire

Cette structure ne requiert qu'un traitement thermique. Elle s'obtient lors d'un refroidissement commencé dans le domaine $T > T_{\beta}$ et se caractérise par la présence d'aiguilles dont l'épaisseur est fonction de la vitesse de refroidissement. Selon cette vitesse on distingue deux cas :

- la structure martensitique α' , structure fine, obtenue dans le cas d'une trempe à l'eau énergétique.



Figure A.7 : Structure martensitique x1400



Figure A.8 : Structure de Widmanstätten x85

- la structure de Widmanstätten (ou en vannerie) produite par un refroidissement plus lent permettant à la transformation d'équilibre $\beta \rightarrow \alpha$ de s'effectuer. La phase α se développe sous forme de lamelles d'autant plus épaisses que la vitesse de refroidissement est lente.

b. La structure équiaxe

Cette structure nécessite l'utilisation d'un traitement thermomécanique. A partir de la structure lamellaire, on réalise un corroyage dans le domaine biphasé $\alpha+\beta$ puis un recuit. Comme schématisé figure A.9 par Dumanoski [DUM97] au cours de sa thèse.

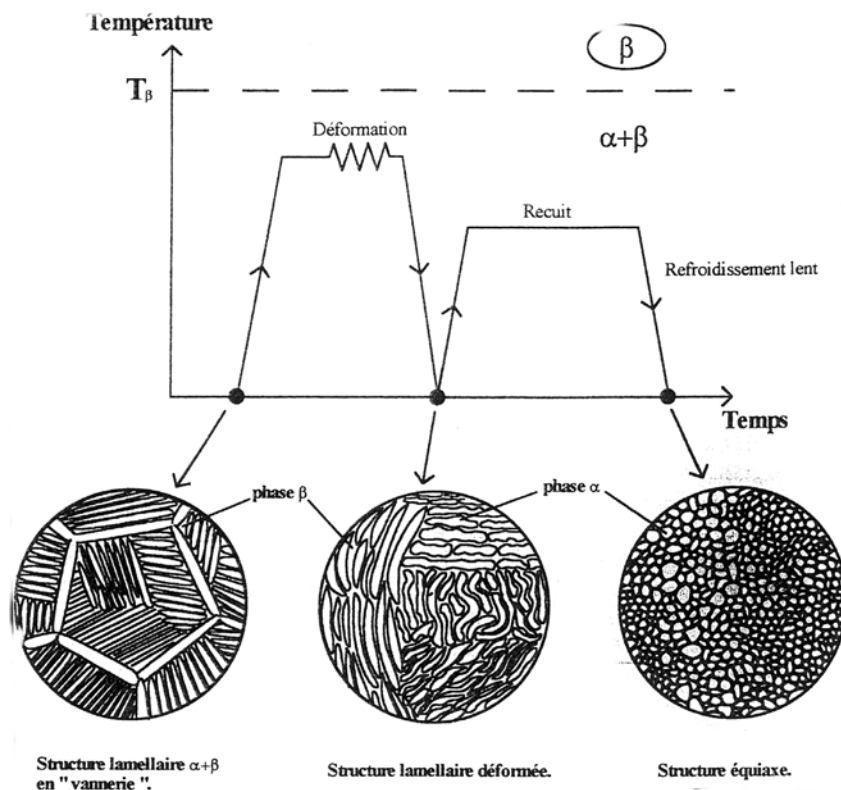


Figure A.9 : Schéma de l'obtention d'une structure équiaxe [DUM97]

On obtient ainsi des nodules α équiaxes dans une matrice β .

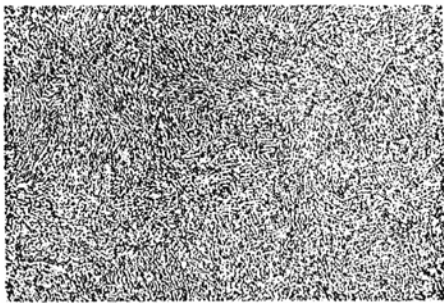


Figure A.10 : Structure équiaxe x85

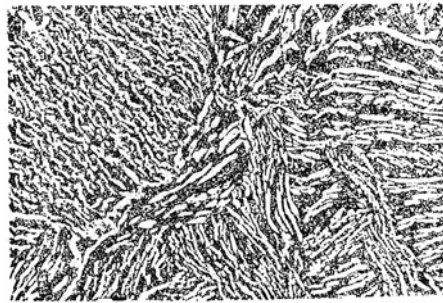


Figure A.11 : Structure insuffisamment globulisée x85

Cependant, il semblerait que la structure globulaire qui nécessite un corroyage dans le domaine $\alpha+\beta$ puisse être directement obtenue à partir de la phase β . En effet, Seshacharyulu et Dutta [SES02], lors de leur étude sur l'influence de la vitesse de déformation sur la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha + \beta$ dans le TA6V, ont forgé à la température de transus et à $\varepsilon=0,7$ des échantillons dans la gamme de vitesse $10^{-3} - 100 \text{ s}^{-1}$ toutes choses égales par ailleurs. Leurs expériences ont ainsi mis en évidence l'existence d'une vitesse de déformation seuil (aux environs de 10^{-1} s^{-1}) qui change la morphologie de la phase α de lamellaire à équiaxe pour des taux supérieurs à 1 s^{-1} .

Cette différence de morphologie de la phase n'est pas sans conséquence sur les propriétés mécaniques. Ainsi une phase α lenticulaire entraîne :

- une faible ductilité en traction (zone plastique réduite)
- une haute résistance au fluage
- une haute ténacité (parcours de propagation sinueux)
- une faible tenue en fatigue oligocyclique

Ces caractéristiques s'inversent pour une phase nodulaire.

Il est à noter que certains alliages, comme le TA6V, subissent un traitement thermomécanique qui induit la présence de ces deux microstructures : on parle de structure duplex ou bimodale.

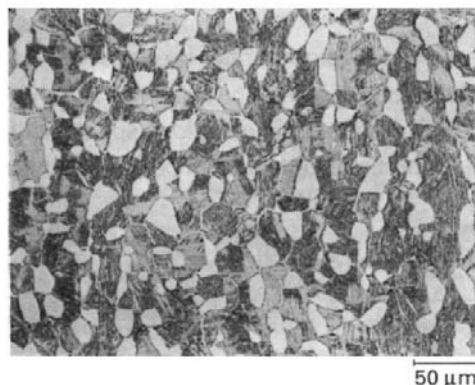


Figure A.12 : Structure bimodale dans le TA6V

En conséquence, à une température déterminée, la vitesse de refroidissement détermine l'évolution de la morphologie en modifiant les mécanismes dominants : soit la diffusion pour les faibles vitesses de refroidissement (croissance des phases en présence) soit la précipitation (apparition de nouvelles phases) pour les fortes vitesses de refroidissement.

III/ La mise en forme du Ti17

1) Composition

L'alliage de titane Ti 17 (TA5CD4pq AFNOR) a été développé par GENERAL ELECTRIC et TIMET. La composition chimique et quelques caractéristiques mécaniques du matériau étudié, élaboré par TIMET Savoie, sont données dans le tableau A.4. Cette composition le classe parmi les alliages de type quasi- β et détermine sa température de transus β qui dans le cas présent a été évaluée à 890 +/- 5°C.

Ils possèdent une quantité suffisante d'éléments bêtagènes pour que la phase β puisse être métastable à l'ambiante. Il est donc possible de maintenir une phase β à l'ambiante, la proportion de cette phase dépendant du traitement thermique qui lui est appliqué.

| Élément | Ti | Al | Mo | Cr | Zr | Sn | O ₂ |
|---------|----|----|----|----|-----|----|----------------|
| % poids | 83 | 5 | 4 | 4 | 1.9 | 2 | 0.1 |

| Densité (gcm ⁻³) | Tf (°C) | E (MPa) | R _m (MPa) | R _E ^{0.2%} (MPa) |
|---------------------------------|------------|------------|-------------------------|---|
| ≈ 4.65 | ≈ 1670 | ≈ 110000 | ≈ 1125 | ≈ 1055 |

Tableau A.4 : Quelques propriétés du Ti17 [GOU00]

2) Propriétés et microstructures recherchées

Les propriétés générales du Ti17 sont :

- une bonne résistance à l'ambiante
- une aptitude aux traitements thermiques
- une excellente forgeabilité

Le Ti17, tout comme le β cez ou le 6242, a la particularité d'être forgé dans le domaine β .

Son cycle de mise en forme à Snecma est constitué de 3 étapes :

- forgeages dans le domaine α/β
- forgeage dans le domaine β
- traitements thermiques dans le domaine α/β

L'objectif du forgeage dans le domaine β , est de produire des grains β déformés ne présentant pas de liseré α continu au joint de grain. On cherche à obtenir une structure partiellement recristallisée en collier au pourtour, car sans cette recristallisation, les grains β très allongés après forgeage, ont une ductilité sens travers faible.

Les conditions actuellement utilisées, consistent en un temps de chauffe pas trop important afin d'éviter une croissance exagérée du grain β , un corroyage minimal ($\epsilon=0.7$), une vitesse de forgeage telle, qu'une structure α/β n'apparaisse pas en peau, ni qu'un échauffement adiabatique n'apparaisse à cœur.

Selon le type de pièce, ces différents paramètres ainsi que le mode de refroidissement sont ajustés.

3) Cycle thermomécanique du Ti17

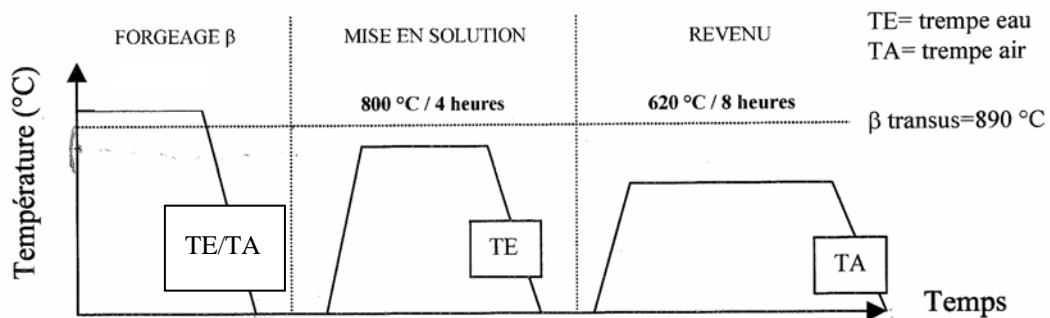


Figure A.13 : Schéma de la fin du cycle thermomécanique pour le Ti17 [GOU00]

Le parcours thermomécanique présenté figure A.13 correspond à la fin du cycle thermomécanique et est modifié selon le type de pièce. Il se décompose en trois étapes :

- le forgeage, décomposable en chauffage, maintien, corroyage, trempe
- la mise en solution, décomposable en chauffage, maintien et trempe
- le revenu, décomposable en chauffage, maintien et trempe

a. Le forgeage

Le forgeage s'effectue à une température supérieure à celle du transus β , car la phase β présente une meilleure déformabilité par rapport au matériau α/β .

Chauffage et maintien

Lors du chauffage, on a transformation de la phase α en phase β . Une fois à la température T ($T > T_{\beta}$), une structure homogène constituée uniquement de grains β est présente. Il est important ici de noter que le temps de maintien de la pièce en température ne doit pas être trop grand pour éviter la croissance exagérée des grains β et donc la diminution des propriétés mécaniques de la pièce comme la diminution de la résistance à la traction.

Déformation

L'inhomogénéité de la déformation au sein de la pièce, entraîne des différences de textures morphologique et cristallographique. Cette étape conditionne l'énergie qui va être disponible pour les phénomènes de restauration et de recristallisation.

Trempe

Selon le type de trempe (eau, huile, air) on obtient différentes microstructures (cf. paragraphe II.2).

Les traitements thermiques permettent d'obtenir la microstructure choisie et donc les propriétés mécaniques souhaitées.

b. La mise en solution

Elle est de 800°C pendant 4h.

Chauffage et maintien

Lors de la montée en température, les aiguilles d' α primaire grossissent. En revanche, les très fines aiguilles d' α secondaire sont remises en solution.

La croissance est thermiquement activée et dépendante du temps de maintien à haute température.

Trempe

Au cours de la trempe eau, il y a précipitation de fines aiguilles d' α secondaire à partir de la phase β , les aiguilles d' α primaire, elles, restent inchangées.

c. Le revenu

Il est de 620°C pendant 8h

Chauffage et maintien

La montée en température à 620°C et le maintien pendant 8h permettent de faire croître les aiguilles d' α secondaire, précipitées lors de la trempe après la mise en solution. La croissance des germes d' α secondaire entraîne la minimisation de l'énergie interne de l'alliage. L' α primaire reste inchangé et la proportion de β métastable est diminuée.

A ce stade, la structure présente une matrice β , des aiguilles d' α secondaire grossies, des aiguilles d' α primaire.

Trempe

Elle s'effectue par refroidissement à l'air, il y a peu d'énergie fournie et donc la microstructure évolue faiblement. Celle-ci est constituée d'aiguilles d' α primaire et secondaire et d'une matrice β vieillie. La proportion de phase β est estimée à environ 30% à l'ambiante. Cette étape vise essentiellement à relâcher les contraintes résiduelles emmagasinées par le matériau lors de la déformation et de la mise en solution.

Les étapes importantes lors du trajet thermomécanique du point de vue de la microstructure et donc des propriétés, sont donc la déformation (écrouissage des ex-grains β) et la vitesse de refroidissement. Dans le Ti17 on peut représenter l'influence de ces deux paramètres par le schéma suivant :

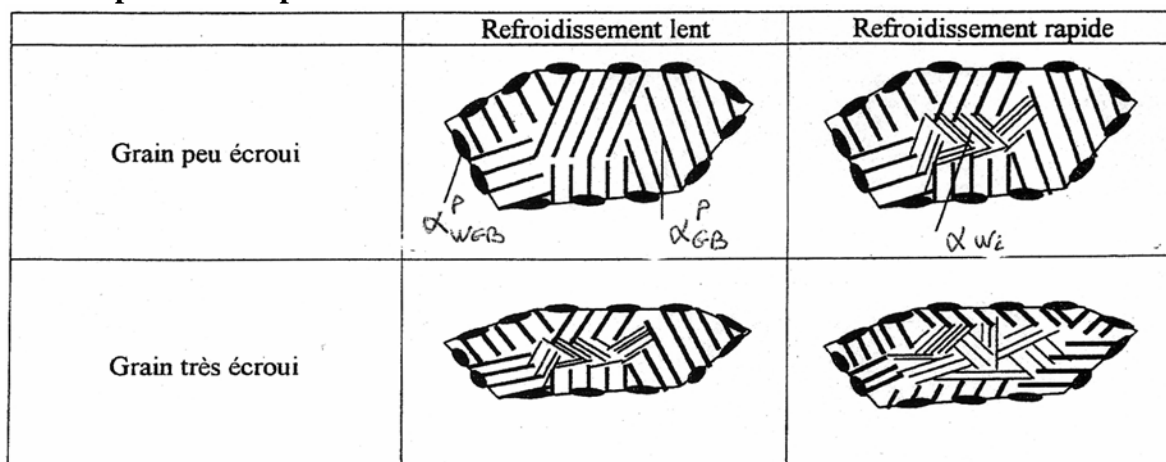


Figure A.14 : Influence de la déformation et de la trempe sur la microstructure

IV/ La mise en forme à chaud des titanes

Le forgeage β des alliages de titane est réalisé à une température supérieure au transus et donc le plus souvent à une température supérieure à $0,5 T_f$. Par conséquent, on parle de mise en forme à chaud. Durant cette mise en forme il y a compétition entre les phénomènes d'écroutissage et d'adoucissement.

L'origine de l'écroutissage est l'augmentation de la densité de dislocations avec la déformation. Le phénomène d'adoucissement est plus complexe et peut être attribué soit à la restauration (statique ou dynamique) soit à la recristallisation (statique ou dynamique) voire les deux.

Le phénomène d'adoucissement qui prend place au cours d'un trajet thermomécanique est fonction des conditions de l'essai, donc de la température, de la vitesse de déformation, de la quantité de déformation, mais aussi des propriétés du matériau via sa microstructure et surtout son énergie de défaut d'empilement notée γ .

L'énergie de faute d'empilement influe sur la capacité de dissociation des dislocations et donc sur leur mobilité :

Si celle-ci est forte, γ de l'ordre de 0.1 Jm^{-2} , les dislocations sont peu dissociées et donc mobiles. Lors de la déformation, les dislocations s'arrangent en cellules qui présentent entre elles de faibles désorientations cristallographiques.

Si celle-ci est faible, γ de l'ordre de 0.01 Jm^{-2} , la dissociation est préférable du point de vue énergétique, la mobilité des dislocations se trouve réduite.

1) Principes généraux et terminologie

Ce paragraphe s'appuie sur l'article de Montheillet et Jonas [MON96]

a. Les mécanismes dynamiques

Lors de la mise en forme à chaud l'adoucissement du matériau s'explique :

- par germination de nouveaux grains et croissance de ceux-ci, au détriment des grains voisins plus écrouis : on parle dans ce cas de recristallisation dynamique discontinue.
- par réarrangement des dislocations en cellules formant ainsi des sous-joints aux faibles déformations et évoluant en joint à plus forte déformation : on parle ici de restauration dynamique et de recristallisation dynamique continue.

a. Restauration dynamique et recristallisation dynamique continue

La restauration dynamique vient de l'annihilation des dislocations de signes opposées et du réarrangement des dislocations en cellules avec pour résultat la formation d'une sous structure à l'intérieur d'un grain. Ces sous grains, sous l'effet de la déformation, vont progressivement se désorienter les uns par rapport aux autres jusqu'à devenir des grains (désorientation supérieure à 15°) (figure A.15).

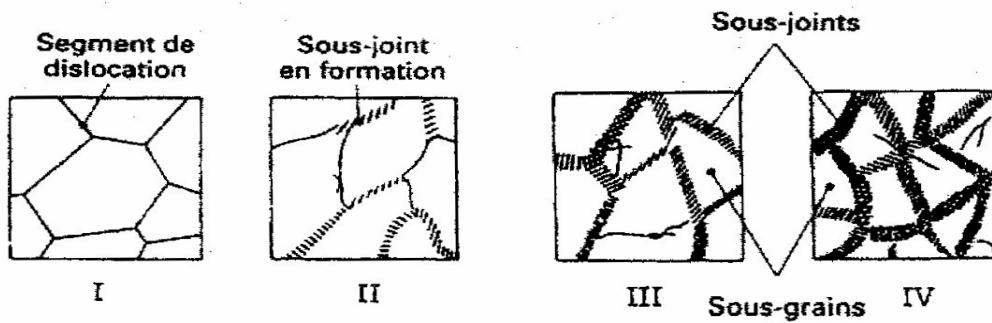


Figure A.15 : Schéma de la restauration dynamique

Ce phénomène nécessite une grande capacité de mobilité des dislocations et donc est présent dans les matériaux possédant une forte énergie de défaut d'empilement. C'est le cas de l'aluminium, le fer α , le titane β . Dans ce cas, la courbe contrainte déformation peut être schématisée comme suit :

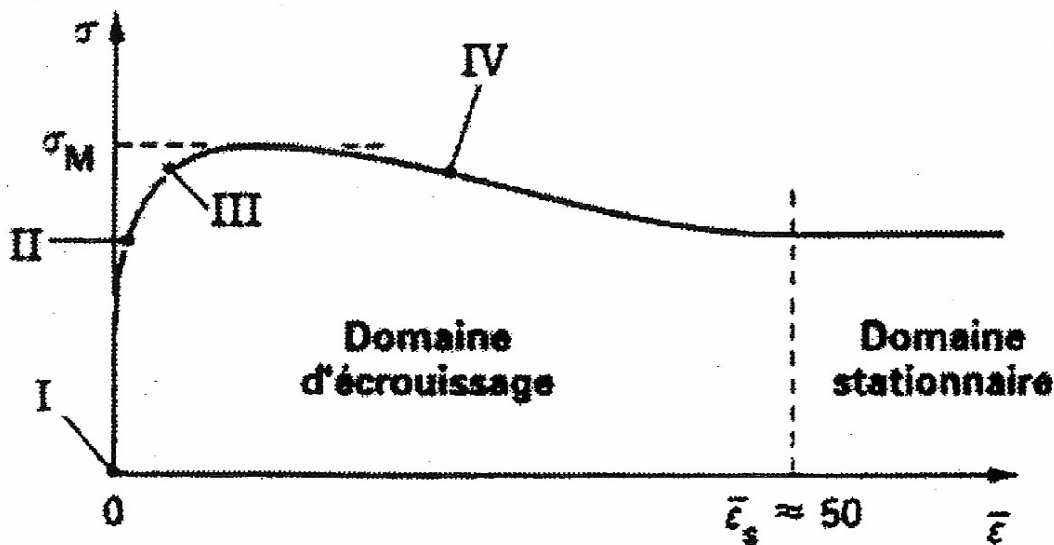


Figure A.16 : Courbe σ - ϵ d'un matériau subissant une restauration dynamique

β . Recristallisation dynamique discontinue

Ce phénomène de germination-croissance est présent dans les matériaux à faible énergie de défaut d'empilement comme le cuivre, le fer γ , le nickel. Dans ces matériaux, les dislocations sont peu mobiles et les hétérogénéités de la déformation s'accompagnent de gradients de densité de dislocations au niveau des joints de grains, points triples, bandes de cisaillement. La germination au niveau de ces défauts devient alors possible. La croissance de ces germes s'effectue au détriment de la matrice écrouie.

Ce phénomène peut être cyclique car si la déformation continue d'augmenter, les dislocations se recréent et de nouveaux germes vont apparaître et ainsi de suite.

La recristallisation dynamique discontinue peut conduire à deux types de comportement se traduisant sur les courbes contrainte-déformation (figure A.17) : après une phase d'écrouissage soit à un état stationnaire (recristallisation à pic unique) correspondant à une recristallisation en collier (figure A.18), soit par des ondulations amorties (recristallisation cyclique) correspondant à une recristallisation synchronisée (figure A.19).

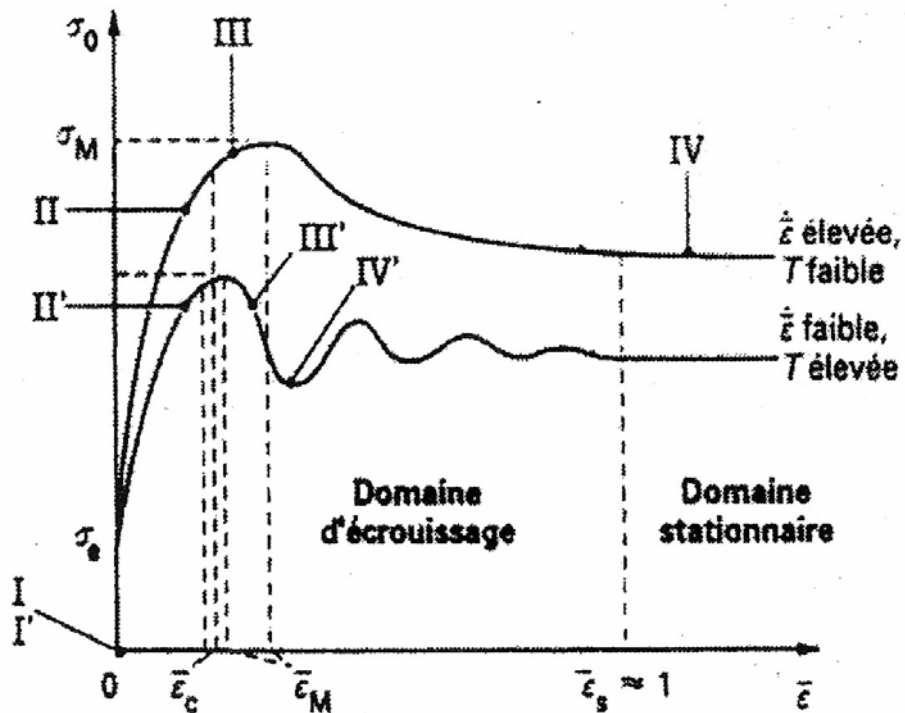


Figure A.17 : Courbe σ - ε d'un matériau subissant une recristallisation dynamique discontinue

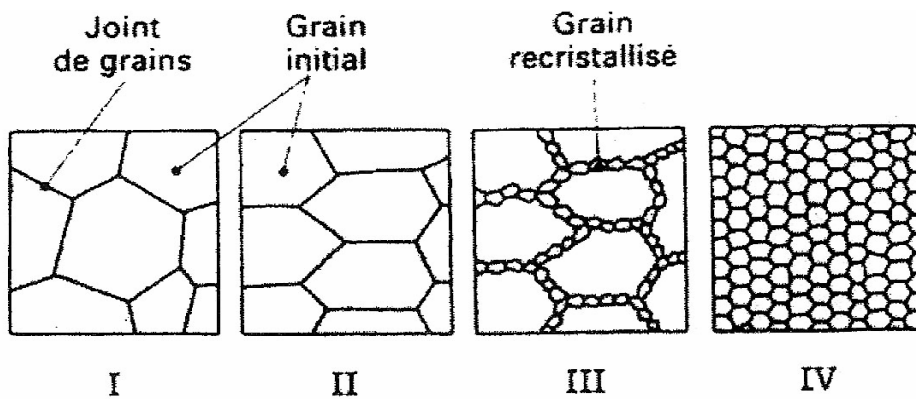


Figure A.18 : Schéma d'une recristallisation en collier

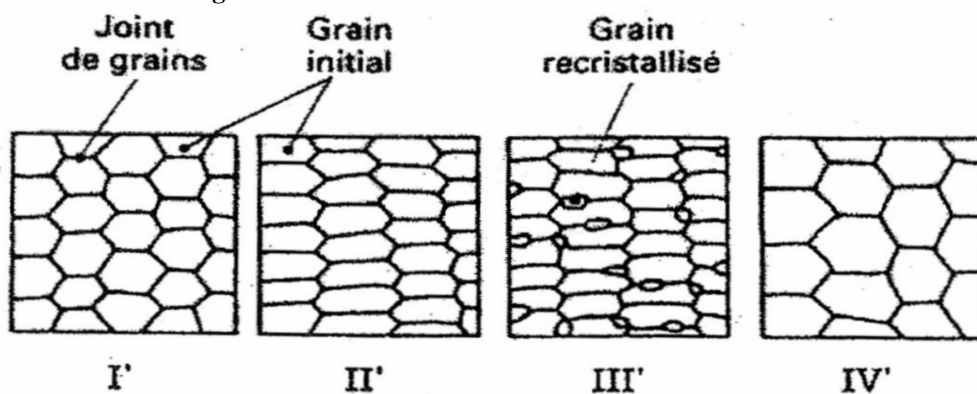


Figure A.19 : Schéma d'une recristallisation synchronisée

b. Les mécanismes statiques

a. La restauration statique

Elle prend place à la fin de la déformation par les mêmes mécanismes que ceux de la restauration dynamique.

β. Les recristallisations statique et métadynamique

Ces mécanismes sont identiques à ceux rencontrés en dynamique, ils reposent sur le principe de la germination-croissance. La différence essentielle entre ces deux mécanismes est le temps d'incubation. En effet, dans le cas de la recristallisation statique la nécessité d'une germination implique un certain temps d'incubation. Alors que la recristallisation métadynamique (appelée parfois post-dynamique) se produit par croissance de germes déjà existants car créés au cours d'une recristallisation dynamique.

D'après Audrierie [AUD93] cette recristallisation métadynamique évolue selon :

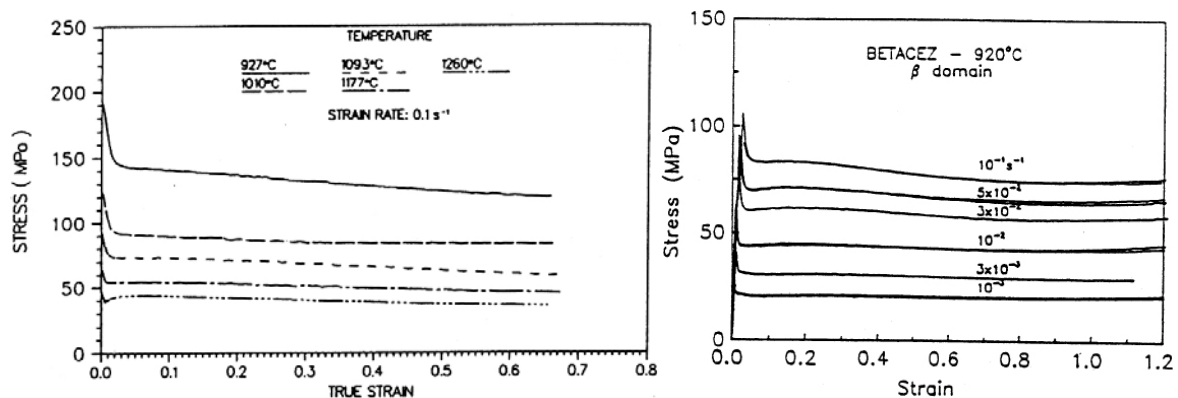
- la déformation : plus elle augmente, plus la vitesse de recristallisation est grande
- la vitesse de déformation : plus elle augmente, plus la vitesse de recristallisation est grande
- le temps de maintien : plus il augmente, plus la fraction recristallisée est importante

2) Déformation dans le domaine β des alliages de titane

a. Études expérimentales

Beaucoup d'études ont porté sur l'influence des paramètres de forgeage (vitesse et taux de déformation, température de déformation), cependant on ne présentera ici que les résultats concernant le forgeage dans le domaine β.

Les courbes de déformation dans le domaine β du Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al et du βcez sont représentées figures A.20&21 respectivement [WEI98]. On peut observer sur ces courbes, la présence d'un pic initial de contrainte suivi d'une contrainte d'écoulement variant peu lors de la déformation.



Figures A.20&21 : Courbes σ - ϵ pour le Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al et le β cez [WEI98]

L'amplitude du pic de contrainte décroît lors de l'augmentation de la température, de la taille des grains ou lors de la diminution de la vitesse de déformation. À la suite de ce pic de contrainte, un régime d'écoulement stable est le plus souvent observé. La valeur de cette contrainte d'écoulement varie comme la vitesse de déformation et en sens inverse de la température. La comparaison de différents alliages de titane par Vandecastelle [VAN88] (figure A.22), montre que le TA6V présente la plus forte contrainte d'écoulement. Mais si l'étude s'effectue par rapport au transus β de ces matériaux, on constate plutôt l'influence de la concentration en éléments d'alliage sur ce pic de contrainte.

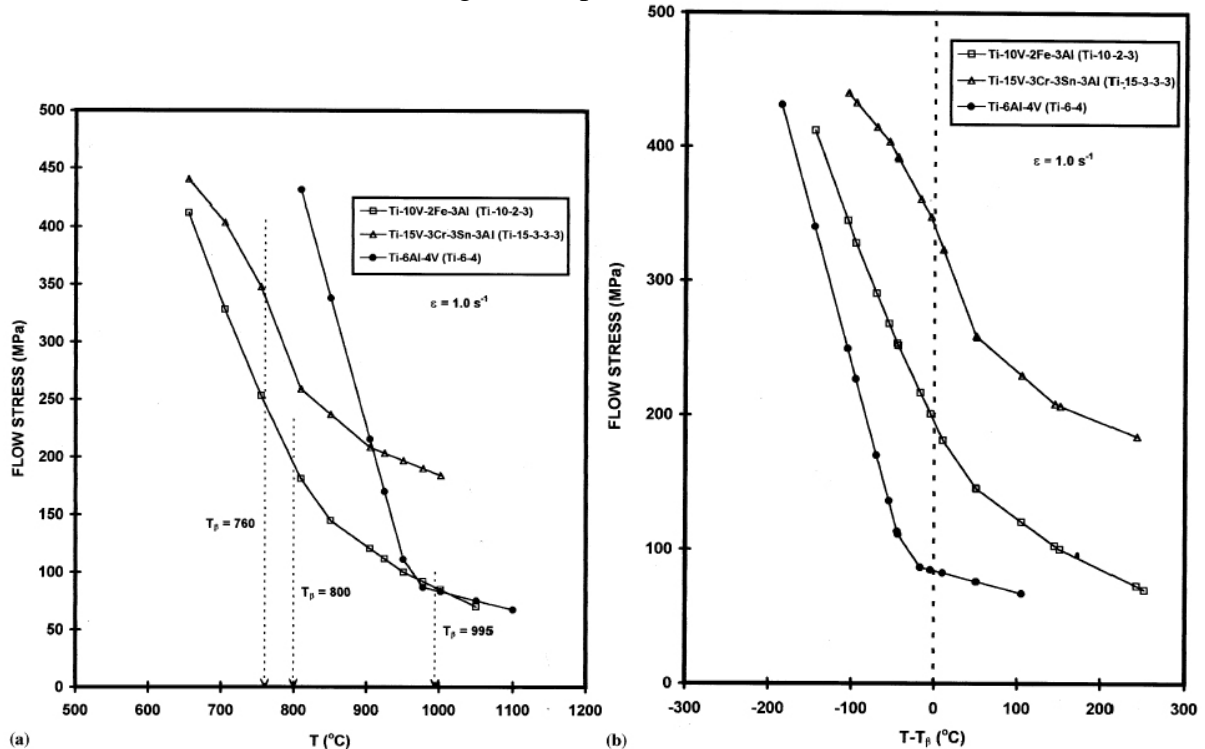


Figure A.22 : Pour différents alliages déformés à 1s^{-1} : a. Courbes $\sigma=f(T)$, b. Courbes $\sigma=f(T-T_\beta)$ [VAN88]

L'état quasi-stationnaire qui prévaut par la suite, résulte de la compétition entre les phénomènes d'écrouissage et d'adoucissement.

Comme déjà présentée dans le chapitre précédent, l'origine de l'écrouissage est l'augmentation de la densité de dislocations avec la déformation. Le phénomène d'adoucissement est plus complexe et peut être attribué soit à la restauration soit à la recristallisation. Le phénomène d'adoucissement qui prend place au cours d'un trajet thermomécanique est fonction des conditions de l'essai, donc de la température, de la vitesse de déformation, de la quantité de déformation, mais aussi des propriétés du matériau via sa microstructure et son énergie de défaut d'empilement notée γ .

Lors de la mise en forme à chaud l'adoucissement du matériau s'explique soit :

- par germination de nouveaux grains et croissance de ceux ci au détriment des grains voisins plus écrouis : on parle dans ce cas de recristallisation dynamique discontinue.
- par réarrangement des dislocations en cellules formant ainsi des sous-joints au faible déformation et évoluant en joint à plus forte déformation : on parle alors de restauration dynamique et de recristallisation dynamique continue.

Pour la plupart des alliages de titane, la microstructure à haute température présente des grains β dont les joints de grains sont très dentelés et aussi de petits grains recrystallisés qui apparaissent au niveau de ces joints. Un même constat est fait pour la plupart des alliages β en particulier sur le β cez par Malcor [MAL83], Chaussy [CHA96], Combres et Champin [COM92], sur le Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5Al par Philippart et Rack [PHI98] mais aussi pour des alliages $\alpha+\beta$ déformés dans le domaine β comme le constate Gey et al. [GEY96] sur du TA6V. Ces grains sont pour la plupart attribués à de la recrystallisation continue. Ce type de recrystallisation est aussi considéré comme un cas particulier de recrystallisation dynamique et est appelé recrystallisation en collier.

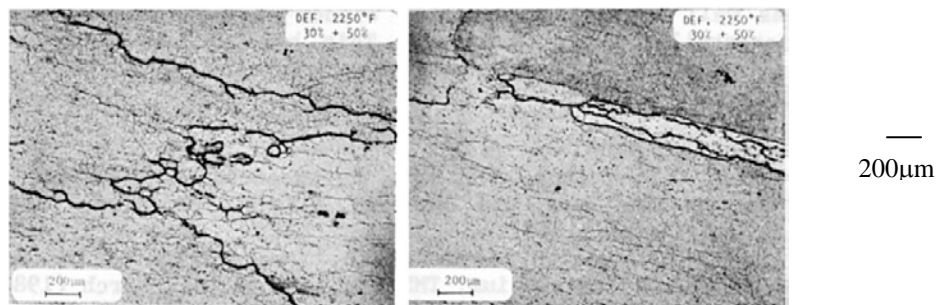


Figure A.23 : Ti-10V-2Fe-3Al : a. Sous-structure après 65% de réduction à 1230°C, b. Germination et croissance après traitement thermique rapide à 1035°C [WEI98]

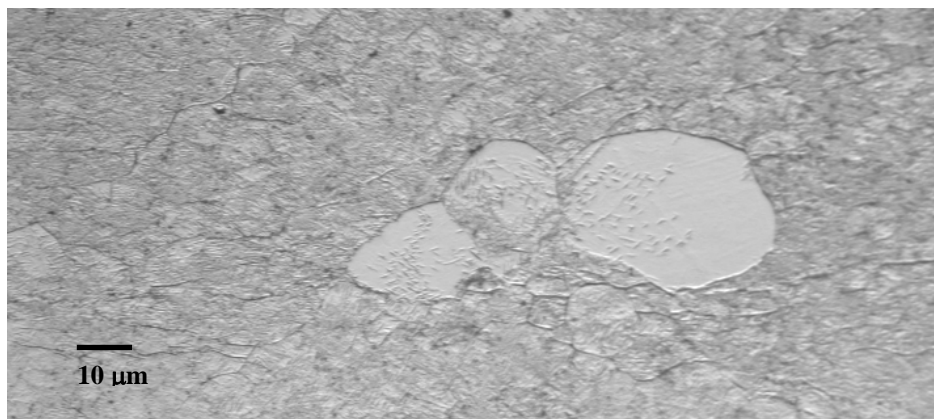


Figure A.24 : Petits grains recrystallisés dans du Ti17 forgé de $\epsilon=1$

L'évolution de la sous-structure présente dans un grain β lors de la déformation a été particulièrement bien étudiée lors de la thèse de Chaussy [CHA96] pour des taux de déformation de 0,25 et 1, grâce à l'utilisation de la mesure locale des orientations cristallines via l'EBSD. Son étude a notamment mis en avant que pour de faibles déformations, une large population de sous-joints de faible désorientation sont produit par restauration dynamique (jusqu'à 97% à $\epsilon=0,25$). A plus fort taux de déformation, des désorientations moyennes et fortes sont présentes. L'étude de ces deux situations révèle que cette évolution est en fait continue et le schéma retenu s'apparente donc à la restauration dynamique.

Le taux de déformation n'est pas le seul paramètre, l'influence de la température est toute aussi grande. Ainsi, Philippart et Rack [PHI98] ont étudié le comportement à chaud de l'alliage de titane β Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5Al. Dans la gamme de vitesse 10^{-2} - 1 s $^{-1}$, la contrainte d'écoulement stable est associée à la restauration dynamique pour des températures comprises entre 840 et 940 °C (où de petits grains recrystallisés sont observés le long des joints de grains et aux nœuds triples (figure A.25a)) et à une recrystallisation dynamique à plus haute température 940°C à 1290°C. Dans ce dernier domaine, une population bimodale (figure A.25b) de taille de grains est observée distinguant en fait de gros grains issus de la recrystallisation discontinue et de petits grains issus de la recrystallisation continue. Les

premiers sont associés à une germination proche des joints de grains, à faible déformation, alors que les seconds apparaissent à l'intérieur des grains. Ces auteurs proposent le schéma de recristallisation donné en figure A.26.

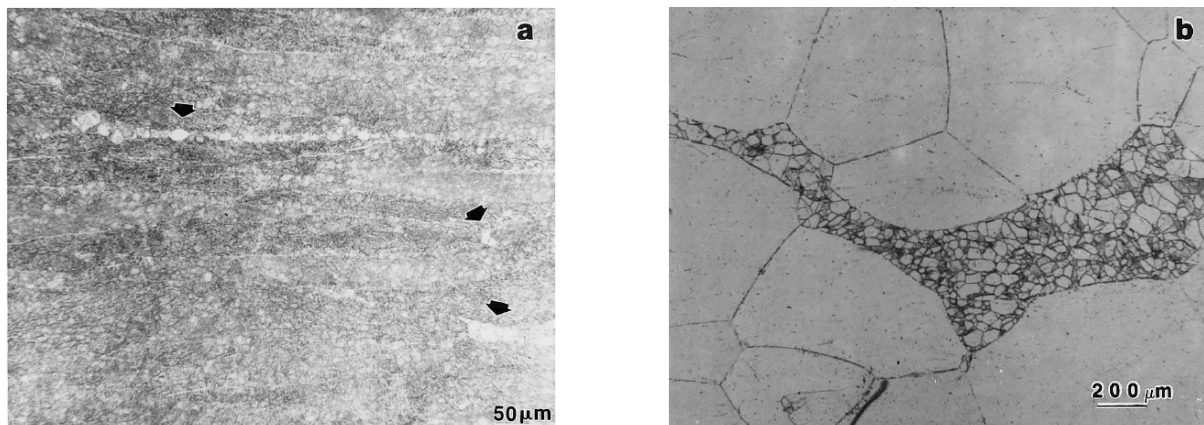


Figure A.25 : Exemples de microstructures obtenues avec le Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5Al ;
a. Microstructure déformée de $\epsilon = 0,7$ à $1s^{-1}$ à $840^{\circ}C$ présence de petits grains recristallisés
b. Microstructure déformée de $\epsilon = 0,7$ à $1s^{-1}$ à $1290^{\circ}C$

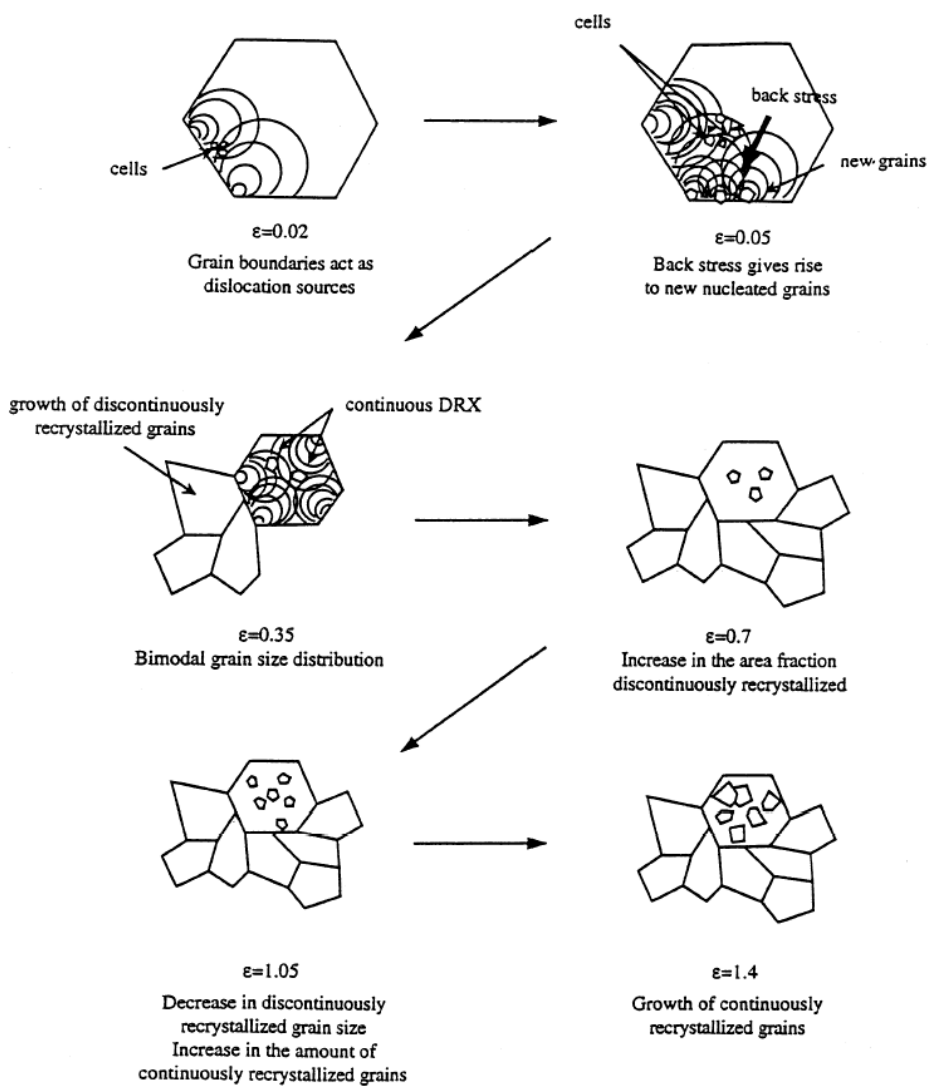


Figure A.26 : Schéma de recristallisation proposé par Philippart et Rack [PHI98]

b. Exemples de simulation

L'objectif de cette partie n'est pas une synthèse des tentatives de simulation numérique. Seuls deux travaux sont présentés dans cette section. Ces travaux sont associés à des études expérimentales approfondies.

a Simulation du comportement mécanique

Picu et al. [PIC02] ont proposé une modélisation de l'évolution de la contrainte d'écoulement du TA6V en fonction de la température. Pour cette étude, des essais mécaniques ont préalablement été réalisés [MAJ02] dans le domaine de température compris entre 650 K et 1340 K (377°C-1067°C), pour des vitesses de déformation allant de 10^{-3} s^{-1} à 10 s^{-1} . Les conclusions de cette étude sont :

- la contrainte d'écoulement de cet alliage est fortement dépendante de la température et de la vitesse de déformation avec toutefois, l'effet de la température qui devient négligeable dans le domaine des hautes températures (figure A.27a).
- de même, l'effet de la texture cristalline, n'existe quasiment plus dans le domaine des hautes températures (figure A.27b).
- il existe pour une large gamme d'alliages, un brutal changement de comportement vers 800K qui se manifeste par une discontinuité de la contrainte (figure A.28).
- la discontinuité proviendrait d'une part de la dissolution des précipités de Ti_3Al et d'autre part de l'égalisation des cisssions critiques correspondant à l'activation des plans de glissement de la phase hexagonale (basal, prismatique, pyramidal). Ces deux phénomènes étant eux-mêmes reliés.
- la température de la discontinuité augmente avec la vitesse de déformation.

Les auteurs considèrent que dans le domaine des hautes températures (1100K-1350K) le matériau a un comportement plastique parfait isotrope.

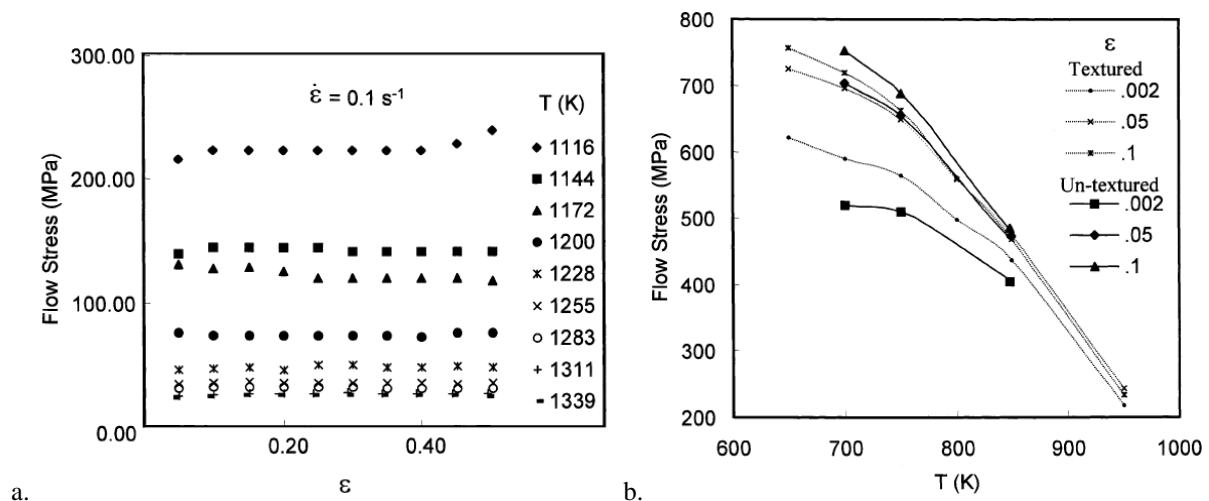


Figure A.27 : a. Courbes σ - ϵ classiques d'un TA6V non texturé [MAJ02]

Figure A.27 : b. Comparaison des matériaux texturé et non texturé pour différents taux de déformation [MAJ02]

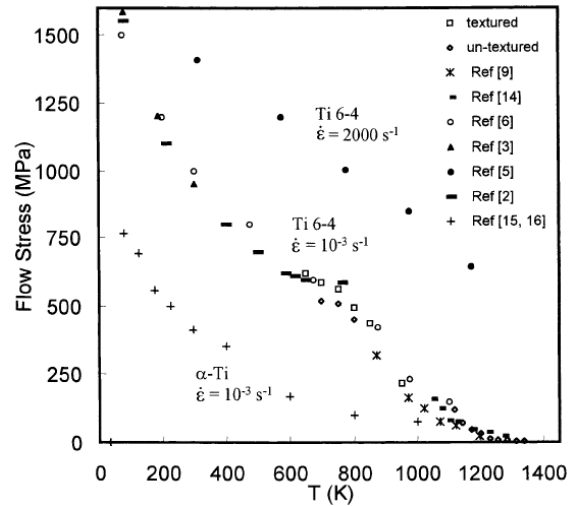


Figure A.28 : Dépendance de la limite d'élasticité à la température à faible vitesse de déformation (10^{-3} s^{-1}) et comparaison avec d'autres études [MAJ02]

Les résultats précédents ont servi de base à la proposition d'un modèle physique. La mise en place d'un nouveau modèle s'est avérée nécessaire car les modèles antérieurs (Johnson-Cook, Zerilli-Armstrong, Follansbee-Gray, Kocks-Mecking) avaient comme points communs de considérer le matériau comme homogène, ne tenant ainsi pas compte des différences de comportement mécanique entre la phase α et la phase β . De plus, la plupart des modèles ne permettaient pas la compétition de différents mécanismes de déformation.

Dans le modèle proposé, incluant une loi des mélanges, la déformation plastique est un phénomène activé thermiquement où les mécanismes mis en jeu sont :

- les interactions entre les dislocations et les impuretés (O,H,N,C)
- les interactions entre les dislocations et les atomes d'aluminium
- les effets des forces de Peierls

La contrainte totale se décompose en une contrainte d'activation thermique τ^* et une contrainte athermique τ_μ .

$$\tau = \tau^* + \tau_\mu.$$

La contrainte τ^* s'écrit selon Kocks-Mecking [MEC81] :

$$\tau^* = \tau_{Co_{eq}}^0 \left[1 - \left(\frac{kT}{\Delta G_{O_{eq}}} \ln \frac{\dot{\gamma}_0}{\dot{\gamma}} \right)^{\frac{1}{q_{O_{eq}}}} \right]^{\frac{1}{p_{O_{eq}}}} + \tau_{C_{Al}}^0 \left[1 - \left(\frac{kT}{\Delta G_{Al}} \ln \frac{\dot{\gamma}_0}{\dot{\gamma}} \right)^{\frac{1}{q_{Al}}} \right]^{\frac{1}{p_{Al}}}$$

- ΔG représente l'énergie d'activation du phénomène considéré
- τ^0 la contrainte seuil, $\dot{\gamma}$ la vitesse de glissement
- k la constante de Boltzmann
- $p, q, \dot{\gamma}_0$ sont des constantes déterminées par l'expérience

où le premier terme représente l'interaction des dislocations avec les impuretés (O, N, H, C) et le second, le passage des vallées de Peierls ainsi que l'interaction des dislocations avec les atomes d'aluminium.

L'effet de l'aluminium ou plus exactement celui des précipités de Ti_3Al est pris en compte par le ΔG_{Al} qui décroît à partir de 800K.

Dans ce modèle la variable interne est la densité de dislocation totale ρ et ainsi la composante athermique s'écrit :

$$\tau_{\mu} = \zeta \mu(T) b \sqrt{\rho} + \kappa D^{-1/2}$$

- $\mu(T)$ le module de cisaillement
- b la norme du vecteur de Burgers
- κ et ζ des constantes matériaux
- D le diamètre des grains (le second terme correspond à la loi de Hall-Petch).

L'évolution de ρ , en l'absence de recristallisation et de croissance de grains à haute température, est décrite pour des essais isothermes, par la relation suivante :

$$\frac{d\rho}{d\gamma} = \frac{d\rho}{d\gamma} \Big|_{pr} + \frac{d\rho}{d\gamma} \Big|_{re}$$

$\frac{d\rho}{d\gamma} \Big|_{pr} = a_1 \sqrt{\rho}$ est le terme de production de dislocations qui traduit le fait que le libre parcours moyens est proportionnel à $\rho^{-1/2}$.

$\frac{d\rho}{d\gamma} \Big|_{re} = -a_2 \frac{\dot{\gamma}_0^{ath}}{\dot{\gamma}} \rho (1 - e^{-0.7 R_c^A \rho^2}) e^{-\frac{Q}{RT}}$ est le terme d'annihilation des dislocations qui traduit les phénomènes de la restauration. Le premier membre est conforme à la loi de Kocks-Mecking. Le second prend en compte le fait que la restauration est moins importante pour les faibles densités de dislocations.

D'après les résultats expérimentaux, la phase β n'a d'effet significatif qu'à partir de 1230K et la contrainte correspondante n'est considérée alors que comme provenant de l'interaction avec l'aluminium.

La contrainte totale s'écrit alors :

$$\tau = (1 - C_\beta(T))^w (\tau_\alpha^* + \tau_{\mu\alpha}) + C_\beta(T)^w \tau_\beta^*$$

avec C_β représentant la fraction de β à T.

Afin de simplifier les calculs, $\tau_{\mu\alpha}$ est simplifié : le second membre du terme d'annihilation est considéré petit par rapport à 1.

Après quelques autres adaptations mineures, visant à prendre en compte les résultats expérimentaux, les auteurs estiment que l'essentiel du comportement mécanique présenté par le matériau a été modélisé avec un bon accord expérimental.

β Modélisation de la recristallisation en collier

Un modèle de recristallisation dynamique utilisant un automate cellulaire a été proposé par Ding et Guo [DIN02#1]. Les données utilisées et la validation du modèle ont été réalisées sur la base expérimentale établie pour le TA6V par Ding et al. [DIN02#2].

Principaux résultats expérimentaux

Cette base expérimentale s'appuie sur les observations des microstructures (taille de grain, taux de recristallisation) lors d'essais de compression réalisés entre 850°C et 1050°C et suivi d'une trempe eau pour des vitesses de 0,05/0,1/0,5/1 s⁻¹.

Les courbes contrainte-déformation sont données ci-dessous (figure A.29).

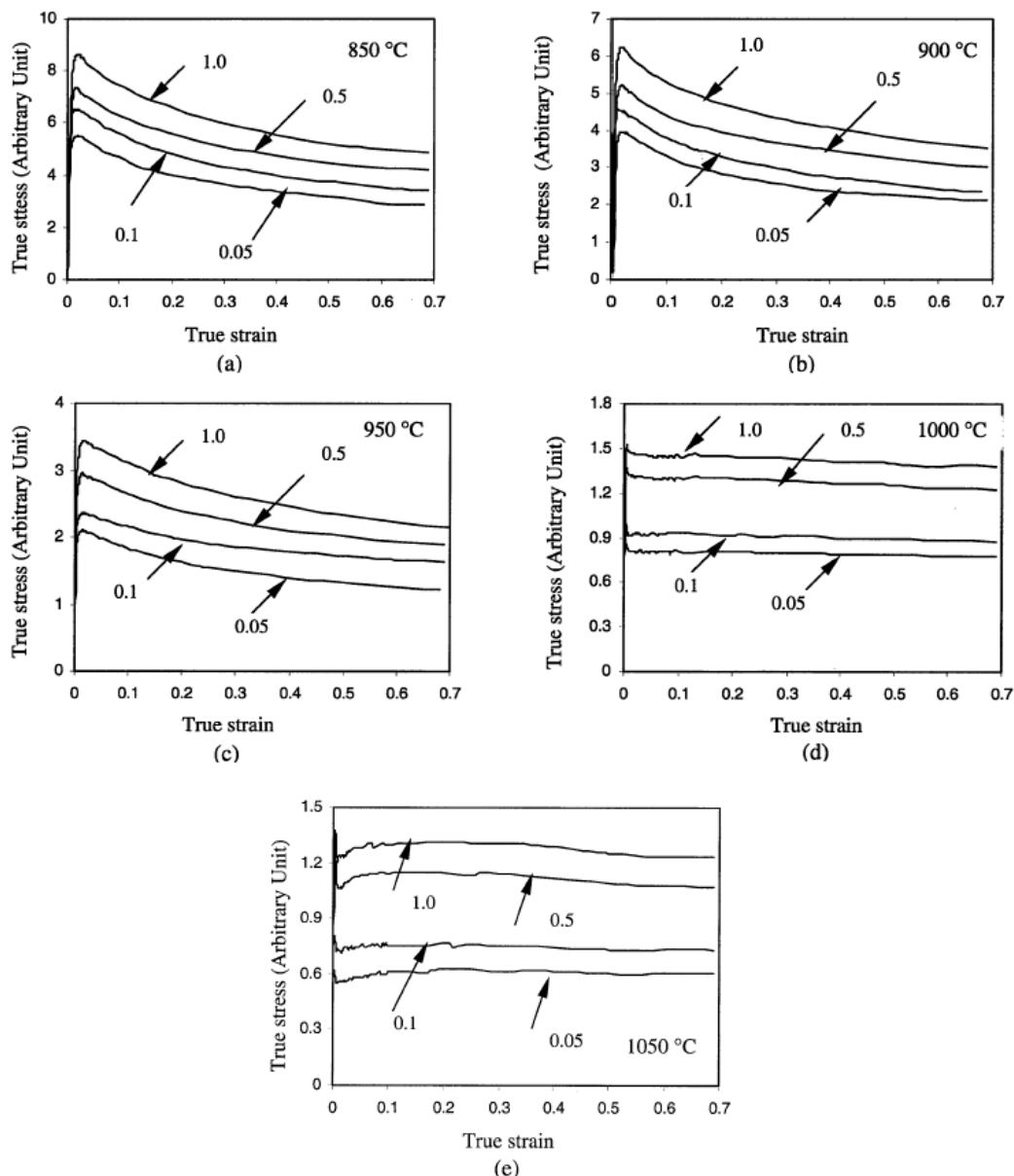


Figure A.29 : Courbes σ - ϵ pour différentes températures et vitesses de déformation [DIN02#2]

Les résultats obtenus sont classiques :

$$\begin{aligned} \sigma &\uparrow \text{ quand } \dot{\epsilon} \uparrow \text{ à } T \text{ constante} \\ \sigma &\downarrow \text{ quand } T \uparrow \text{ à } \dot{\epsilon} \text{ constante} \end{aligned}$$

Pour $T < T\beta$, l'adoucissement est lié à l'échauffement adiabatique et donc à l'augmentation de la proportion de la phase β .

Pour $T > T\beta$, la restauration et/ou la recristallisation sont mises en cause.

La taille des grains recristallisés montre l'importance de la recristallisation métadynamique qui prend place après la déformation. En effet, alors qu'une taille moyenne de 53 μm et 42 μm est attendue à 1050°C pour 0,5 et 1 s^{-1} dans le cas d'une recristallisation dynamique, les auteurs relèvent des tailles de 336 et 320 μm .

| T (°C) | Strain rate $\dot{\epsilon}$ (s^{-1}) | | | |
|--------|--|------|-------|-------|
| | 0.05 | 0.1 | 0.5 | 1.0 |
| 1000 | 0.14 | 0.21 | 5.25 | – |
| 1050 | 0.32 | 0.46 | 12.37 | 29.77 |

Tableau A.5 : Pourcentage de recristallisation (dynamique et métadynamique) pour les échantillons déformés de $\epsilon = 0,7$ dans le domaine β (%volume) [DIN02#2]

Le taux de recristallisation augmente avec la température et la vitesse de déformation (tableau A.5).

Résultats de la simulation

Un automate cellulaire a été utilisé afin de simuler la croissance de nouveaux grains équiaxes recristallisés à partir d'une structure de grains millimétriques. Le calcul du taux de germination, de la variation de la densité de dislocations et de la cinétique de croissance des nouveaux grains s'appuie sur les principes théoriques de la recristallisation.

Pour cette simulation, les auteurs s'appuient sur les résultats généralement admis pour la recristallisation dynamique qui sont :

- l'existence d'une densité critique de dislocations pour la germination,
- les grains issus de la recristallisation dynamique sont équiaxes et de tailles constantes durant la déformation,
- la taille des grains est fortement dépendante de la contrainte d'écoulement et dans une moindre mesure de la température de déformation,
- pour des fortes vitesses de déformation et/ou faible température, un seul « pic » apparaît sur la courbe σ - ϵ ,
- les germes apparaissent préférentiellement aux joints de grains ou sur des défauts de fortes énergies.

L'automate cellulaire est un algorithme décrivant l'évolution discrète spatiale et/ou temporelle d'un système physique en appliquant des règles de transformation déterministe ou probabiliste.

Dans un cas à 2 dimensions, le réseau est constitué d'éléments carrés, et la valeur d'une variable en (i,j) à l'instant $t+dt$ s'écrit en fonction de sa valeur à l'instant t et de celle de ces 4 voisins :

$$\xi_{i,j}^{t+dt} = f(\xi_{i-1,j}^t, \xi_{i,j-1}^t, \xi_{i,j}^t, \xi_{i+1,j}^t, \xi_{i,j+1}^t)$$

Chaque élément dépend de :

- l'orientation cristallographique (donc implicitement de l'énergie des joints de grains)
- l'état du grain : recristallisé ou non
- la densité de dislocations (donc implicitement de l'énergie disponible)
- une couleur représentant chaque grain

Pour f , une loi de transformation probabiliste a été retenue : $P_{(i,j)} = N_i/N$, avec N_i nombre de voisins transformés à $t-dt$ et N le nombre de grains voisins.

A chaque incrément de déformation $\Delta\varepsilon$, sont calculées :

- la vitesse de germination
- la densité de dislocation (modèle de Kocks-Mecking)
- la cinétique de croissance des grains recristallisés

Un exemple de résultats est donné figure A.30.

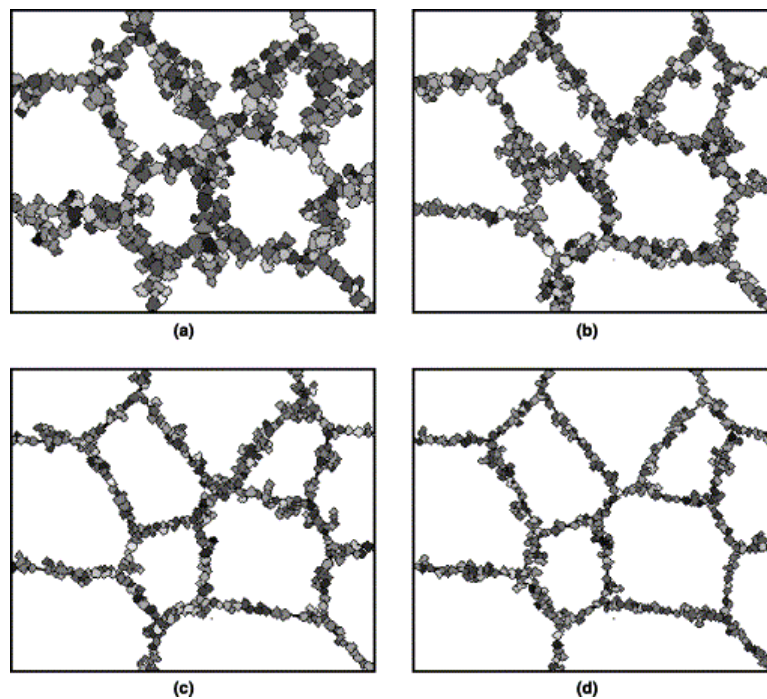


Figure A.30 : Microstructure simulée du Ti-6Al-4V dans le domaine β à 1050°C de $\varepsilon = 10$ pour des vitesses de déformation de : (a) 0.3 s^{-1} ; (b) 1.0 s^{-1} ; (c) 2.0 s^{-1} ; (d) 3.0 s^{-1} [DIN02#1]

Selon les auteurs, cette simulation a permis de retrouver les taux de recristallisation obtenus sur le TA6V. Elle nécessite cependant de travailler avec des gros grains monophasés.

3) Cas du Ti17

a. Les phénomènes à chaud

Comme déjà vu précédemment, dans le cas de l'alliage Ti17, la dernière étape du forgeage à chaud se déroule au-dessus du transus β donc dans le domaine monophasé β . La phase β ayant une forte énergie de défaut d'empilement, il est probable que les phénomènes de restauration dynamique sont privilégiés pendant la déformation, comme dans les autres alliages cités dans le paragraphe précédent.

La bibliographie, peu abondante, dans le cas du Ti17 mais plus fournie dans celui du β cez semble indiquer que la compétition entre les deux mécanismes de restauration et de recristallisation dépend des paramètres de l'essai (température, déformation, vitesse de déformation). Néanmoins, selon Audrierie [AUD93] ou Chaussy [CHA96], les résultats expérimentaux tels que l'apparition de nouveaux petits grains aux anciens joints de grains et l'absence d'oscillations sur la courbe σ - ϵ laisse supposer, d'une part, que la restauration dynamique est bien présente et d'autre part, que pour de grandes déformations, la désorientation progressive des sous-joints conduit à une recristallisation dynamique continue.

Le tableau A.6 ci-dessous, établi par M. Rakotonoelina [RAK99], à partir d'études sur les phénomènes de recristallisation sur des pièces réalisées en Ti17, indique quels phénomènes prennent place selon les différents paramètres de forge.

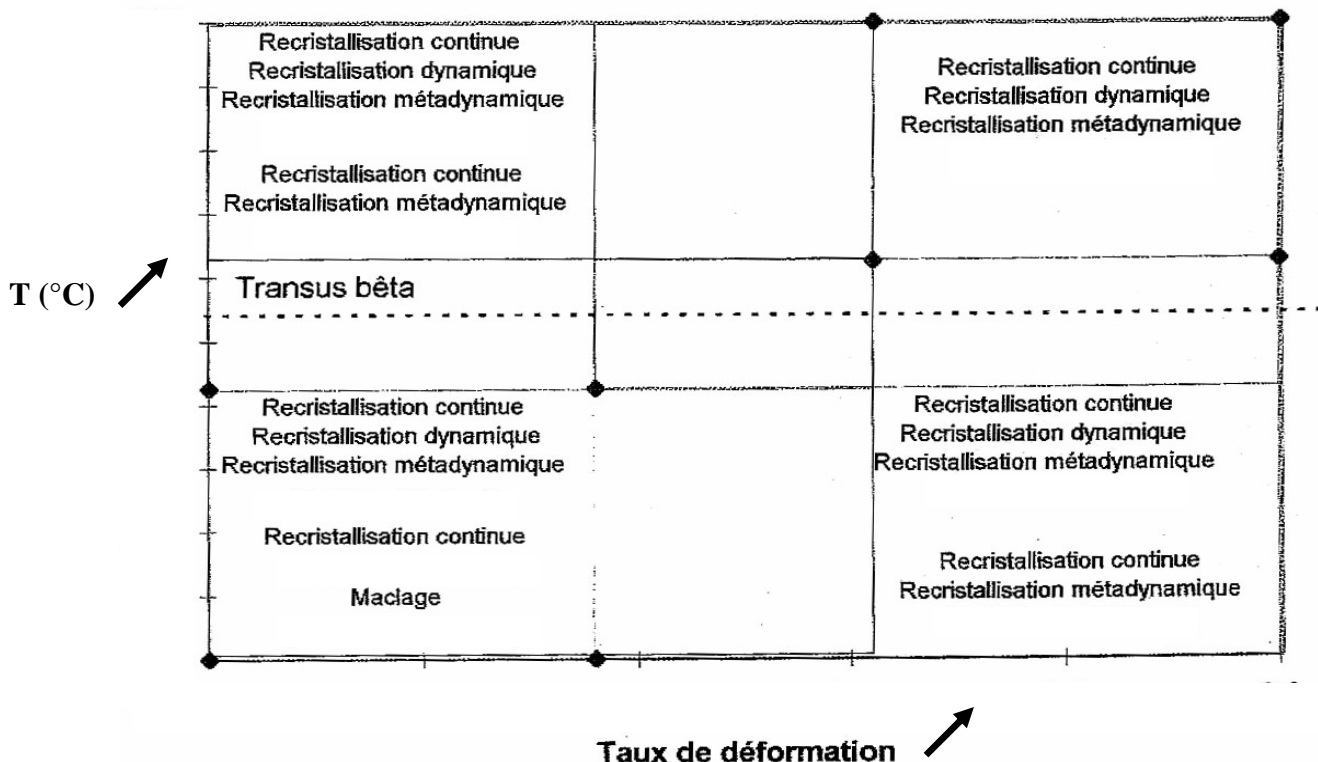


Tableau A.6 : Récapitulatif des phénomènes mis en jeu lors d'une mise en forme à chaud [RAK99]

Notons que ces résultats sont cohérents avec ceux obtenus à $T > T_\beta$ par Satger [SAT95]. En effet, selon cet auteur, on distingue 3 classes de phénomènes en fonction de la vitesse de déformation :

$\dot{\varepsilon} < 10^{-2} \text{s}^{-1}$: la recristallisation dynamique continue prédomine

$\dot{\varepsilon} > 2 \text{s}^{-1}$: la recristallisation dynamique discontinue prédomine

$10^{-2} \text{s}^{-1} < \dot{\varepsilon} < 2 \text{s}^{-1}$: compétition des 2 phénomènes précédents

b. Conséquences de la mise en forme à chaud sur la texture

a. Textures de compression uniaxiale

Selon les travaux de Schmid et Boas, concernant les matériaux cubiques centrés, il existe une texture de compression $\langle 111 \rangle$ lorsque les seuls plans actifs sont les plans $\{110\}$ et une texture double $\langle 111 \rangle + \langle 100 \rangle$ lorsque les plans $\{112\}$ sont aussi actifs.

Concernant le Ti17, la présence de cette texture duplex a été confirmée par le stage de George [GEO00] sur des échantillons comprimés à $T > T_\beta$ à 0.05 s^{-1} , pour une déformation de 1.

Expérimentalement, Chaussy [CHA96] a observé lors de la compression du β cez, la présence des deux fibres $\langle 111 \rangle + \langle 100 \rangle$. Elle note que la fibre $\langle 111 \rangle$ est d'autant plus marquée que la vitesse de déformation est grande. Par conséquent, la déformation à chaud de cet alliage se ferait essentiellement par glissement sur les systèmes $\{112\} \langle 111 \rangle$ à basses vitesses et par glissement sur les systèmes $\{112\} \langle 111 \rangle$ et $\{110\} \langle 111 \rangle$ à fortes vitesses.

β . Textures de recristallisation

La compétition entre restauration et recristallisation influe sur la texture. En effet, les grains recristallisés sont de forme polygonale et leurs orientations cristallographiques sont aléatoires. En revanche, les grains restaurés gardent une hérédité de l'orientation cristallographique des grains d'origine.

Expérimentalement, Chaussy [CHA96] a constaté qu'un maintien en température après déformation, fait disparaître la texture $\langle 111 \rangle$ et affaiblit la texture $\langle 100 \rangle$ et cela pour différentes vitesses de déformation. Cet auteur conclut que la composante $\langle 111 \rangle$ est moins stable en recristallisation que la composante $\langle 100 \rangle$. Notons que la disparition de la fibre $\langle 111 \rangle$ a aussi été notée par George [GEO00] sur le Ti17.

ANNEXE B

TENTATIVE D'ÉTUDE DE CYCLES THERMIQUES

| | | |
|-------------|---|------------|
| <i>I/</i> | <i>Éléments de bibliographie</i> | <i>175</i> |
| <i>II/</i> | <i>Analyse d'un échantillon à gros grains</i> | <i>178</i> |
| 1) | Objectif..... | 178 |
| 2) | Protocole..... | 178 |
| 3) | Résultats | 178 |
| a. | Traitement à 1100°C..... | 178 |
| b. | Traitement à 500°C..... | 180 |
| <i>III/</i> | <i>Analyse de la microstructure initiale</i> | <i>182</i> |
| 1) | Objectif..... | 182 |
| 2) | Protocole..... | 182 |
| 3) | Repérage et analyse EBSD | 182 |
| 4) | Déformation plastique..... | 186 |
| 5) | Mise en solution à $T > T_{\beta}$ | 187 |

Si les traitements thermomécaniques appliqués par les constructeurs influent sur les caractéristiques du matériau (taille de grains, texture, microstructures,...) la forte hérédité structurale des alliages de titane, oblige à connaître les caractéristiques initiales de la billette. Ainsi Bewlay [BEW03] reconnaît que les bonnes caractéristiques obtenues par le laminage circulaire présenté *Chapitre I*, sont aussi le résultat de l'utilisation d'une billette uniforme. Donc, comme l'affirme Salishchev [SAL99], l'obtention de billettes présentant des macrostructures et des microstructures homogènes est possible en utilisant du forgeage quasi-isotherme dans un process comportant des forgeages multiples et multiaxes aussi bien dans le domaine $\alpha+\beta$ que dans le domaine β . Ceci permet de casser la structure de solidification inhérente à la mise en forme qui crée des grains β allongés, tel que $\langle 100 \rangle$ soit parallèle à cet axe de croissance, vers une zone à cœur plutôt isotrope [GLA03].

Cette hérédité structurale est liée aux relations de Burgers qui existent entre les deux phases α et β lors de la traversée du transus. Beaucoup d'études ont porté sur la compréhension de la texture α présente après un passage $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$. Ces études sont intéressantes car si, à la base, l'étude de la phase β n'était pas essentielle, il est rapidement apparu que ne pas la prendre en compte était source d'erreur.

Après une présentation succincte des questions posées et des résultats fournis par la littérature et afin de comprendre l'origine de la microstructure et de l'orientation cristalline lors de la montée en température précédant le forgeage, des essais de cycles thermiques ont été réalisés.

Deux études sont présentées dans cette annexe :

- l'étude d'un cycle $\beta \rightarrow \alpha \rightarrow \beta$
- l'étude d'un cycle $\alpha + \beta \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$

I/ Éléments de bibliographie

➤ L'étude réalisée par Shang [SHA02] sur l'alliage Ti-Al-Mo-V-Fe-B traite des conséquences de la température de traitement thermique, sur la texture de la phase α après un laminage à froid. Cette étude a permis de constater que :

- si la température de traitement T_{trait} est inférieure à la température de transus T_{β} alors il n'y a pas de modification texturale, la texture reste majoritairement (111)[1-21] avec la présence secondaire de (001)[1-11], (112)[1-10] et (111)[1-10].
- si la température de traitement T_{trait} est supérieure à T_{β} , on trouve l'orientation (112)[1-10] majoritaire et la présence secondaire de (001)[1-10] et (111)[1-21].

Pour réussir à simuler les conséquences du passage par le transus, la texture de la phase β à haute température a été considérée comme étant résultante du changement $\alpha \rightarrow \beta$ suivant les règles de Burgers mais aussi en tenant compte de la texture initialement présente dans la phase β .

➤ Cependant, estimer la température de traitement par rapport au transus n'est pas suffisant. En effet, Singh [SIN99], qui a étudié l'influence du taux de déformation et de la température de traitement thermique sur l'alliage de type β Ti-10V-4.5Fe-1.5Al, a pu constater qu'augmenter le taux de laminage ne faisait que renforcer la texture présente. Mais selon qu'il applique un traitement thermique à $T_\beta + 70^\circ\text{C}$ ou $T_\beta + 110^\circ\text{C}$ il n'obtient pas le même résultat. Deux textures sont présentes avec le développement d'une fibre $\{100\}$ et d'une fibre γ (fibre telle que $\{111\} //$ axe de compression). Cependant pour :

- $T_\beta + 70^\circ\text{C}$, $\{100\}\langle 110\rangle$ prédomine avec γ faible
- $T_\beta + 110^\circ\text{C}$, $\{100\}$ existe et γ domine.

➤ Cette étude n'est pas la seule à noter des évolutions particulières de la texture. Ainsi Ivasishin [IVA02] s'intéressant au grossissement des grains β (figure B.0) et à l'évolution de texture β du TA6V durant le traitement en phase β sous condition isotherme constate que :

- la cinétique de croissance des grains β est très dépendante de la texture pouvant ainsi conduire à des différences de taille conséquentes entre deux matériaux microstructuralement et chimiquement identiques mais texturalement différents.
- durant la montée continue en température, la texture peut subir une évolution cyclique conduisant alternativement à des phases de croissance des grains rapides et lentes.

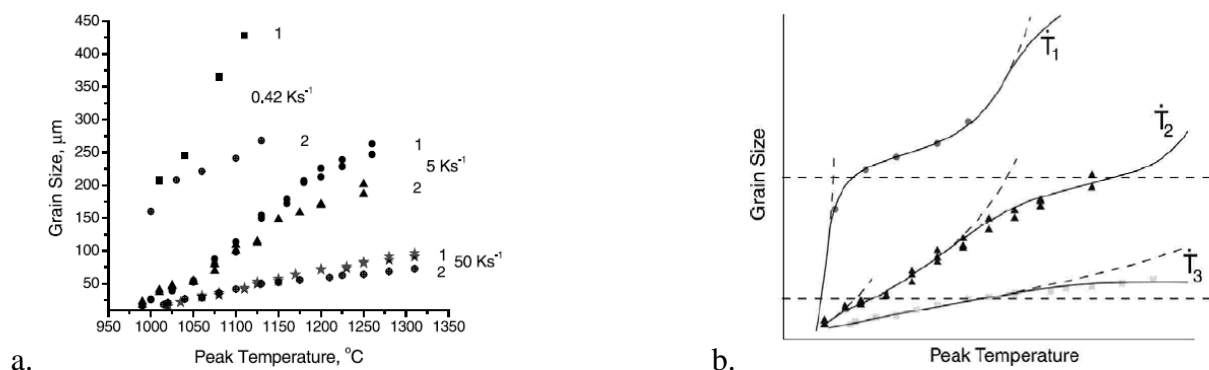


Figure B.0 : a. Comparaison des mesures de taille des grains β en fonction du pic de température et de la vitesse de montée pour deux échantillons texturalement différents.

Figure B.0 : b. Illustration schématique de l'effet de la vitesse de montée et de la valeur de température atteinte ($\dot{T}_1 = 0,42 \text{ Ks}^{-1}, \dot{T}_2 = 5 \text{ Ks}^{-1}, \dot{T}_3 = 50 \text{ Ks}^{-1}$)

Dans cette étude, on notera surtout le « striking effect » résumé ci-dessous, à :

- 1000°C (fin de la transformation $\alpha + \beta \rightarrow \beta$) la texture présente les mêmes pics que la texture initiale mais avec une atténuation
- 1050°C et 1100°C la texture s'isotropise
- 1150°C une forte texture est présente
- 1200°C aucune texture n'est présente

Ce résultat proviendrait d'une compétition de croissance entre deux populations de grains de texture différente en accord avec les calculs théoriques de Eichelkraut [EIC88].

➤ L'étude de Gey et al. [GEY00] s'intègre à cette analyse. En effet, ces auteurs ont étudié la transformation $\alpha \rightarrow \beta$ sur du TA6V précédemment laminé, de telle sorte que les deux phases ne soient pas en relation d'orientation, afin de mieux déterminer si la texture de la phase β à haute température résultait de la croissance de la phase β initialement présente ou de la transformation de phase selon les règles de Burgers. L'utilisation d'un modèle numérique pour remonter à la texture β présente à haute température, leur a permis de conclure que la texture marquée à haute température de la phase β trouve son origine dans la croissance de la phase β initialement présente.

Une autre étude sur la sélection des variants durant la transformation $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ pour du titane presque pur a été présentée par les mêmes auteurs en 2002 [GEY02]. L'influence du laminage à froid a été étudiée via la comparaison de deux échantillons, le premier brut (de type recristallisé) et le second équivalent mais laminé de 90%, auxquels le même traitement thermique en β a été appliqué. Les conclusions sont les suivantes :

- pratiquer un LAF avant la transformation $\alpha \rightarrow \beta$ entraîne un renforcement textural, en particulier autour de $\{112\}/\{11-2\}\langle 111 \rangle$ pour la phase β à haute température.
- sans LAF, aucune orientation spécifique n'est relevée pour la phase β .
- pratiquer un LAF avant la transformation $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ entraîne un renforcement textural de la phase α .

Il semblerait que deux grains β voisins, d'orientation cristallographique proche (cas avéré dans le laminage) favorisent la précipitation des même variants dans chacun des grains de part et d'autre du joint.

➤ Ce renforcement textural lors d'un passage par le transus après un laminage à froid a aussi été observé par Marchat [MAR01] sur l'alliage β cez. En effet, suite au LAF, le β cez présentait deux orientations majoritaires $\{001\}\langle 110 \rangle + \{111\}\langle 2-1-1 \rangle$. Le traitement thermique à 920°C qui a suivi, a entraîné le maintien des deux composantes précédentes mais aussi l'apparition de l'orientation $\{112\}\langle 1-10 \rangle$.

Si les études précédentes montrent bien l'importance de la température de traitement thermique à la suite d'un laminage à froid, l'influence de la déformation sur l'évolution texturale a aussi été étudiée.

➤ Ainsi Gey et al. [GEY97] se sont intéressés à la texture de la phase α et à celle des grains β parents, lors de la compression d'échantillon de TA6V dans le domaine β . Lors de cette étude la texture de la phase β évolue de $\langle 100 \rangle // DN$ et $\langle 111 \rangle // DN$ pour 30% de déformation à une texture où $\langle 111 \rangle // DN$ et $\langle 100 \rangle // DN$ se renforce. Les mesures de texture de la phase α indiquent qu'à 30% de déformation peu de sélection existe ainsi au sein des grains il n'est pas rare de trouver les 12 variants possibles. Par contre, pour 75% de déformation, la texture indique qu'une sélection des variants s'opère. Afin de comprendre cette sélection de variants, les auteurs ont fait l'hypothèse que la nature des systèmes de glissement actifs pouvait favoriser la croissance de certains variants. Ainsi un modèle de prévision de la phase α reposant sur le lien fait entre les systèmes actifs et les variants leur a permis de retrouver les résultats expérimentaux cités précédemment.

Par conséquent notre étude s'inscrit dans le cadre de la compréhension de ces phénomènes. En particulier pour les alliages de titane qui sont forgés au dessus de leur température de transus T_{β} où toute la microstructure est constituée de grains uniquement β . En effet, on peut s'interroger sur l'évolution de la structure initiale, biphasée, au regard des règles de changement de phase $\alpha \rightarrow \beta$ présents dans le titane.

II/ Analyse d'un échantillon à gros grains

1) Objectif

Obtenir des grains de taille importante afin de réaliser une cartographie EBSD et utiliser des traitements thermiques pour analyser l'apparition des variants et leurs conséquences sur l'évolution du grain β .

L'obtention de gros grains β est nécessaire car lors d'un refroidissement à partir de la température de transus β , la taille de la phase α résultante dépend d'une part de la vitesse de refroidissement et d'autre part de la taille de grain β initiale. Donc pour obtenir une phase α indexable à l'EBSD, il nous a semblé nécessaire de partir de grains β de taille millimétrique.

2) Protocole

Afin d'atteindre notre objectif, le protocole suivant a été retenu :

1. échantillon porté à 1100°C pendant 1h sous vide
2. marquage d'une zone de 5*5 mm² avec des empreintes de dureté
3. analyse EBSD en quatre zones de 2.5*2.5 mm² de la zone marquée
4. échantillon traité à 500°C sous vide pendant 1 heure
5. de nouveau, analyse EBSD de la zone marquée
6. traitement à $T > T_{\beta}$ sous vide et trempe rapide afin de bloquer la phase β pour analyse EBSD.

3) Résultats

a. Traitement à 1100°C

Le traitement à 1100°C a permis d'obtenir une population hétérogène de grains allant de 300 μm à 1 mm. Si les tailles sont hétérogènes (figure B.1), cristallographiquement les grains sont homogènes comme on peut le constater sur la cartographie présentée figure B.2. Le faible nombre de grains ne permet pas de parler de texture, on note simplement sur les figures de pôles (figure B.3) des orientations non complètement aléatoires.

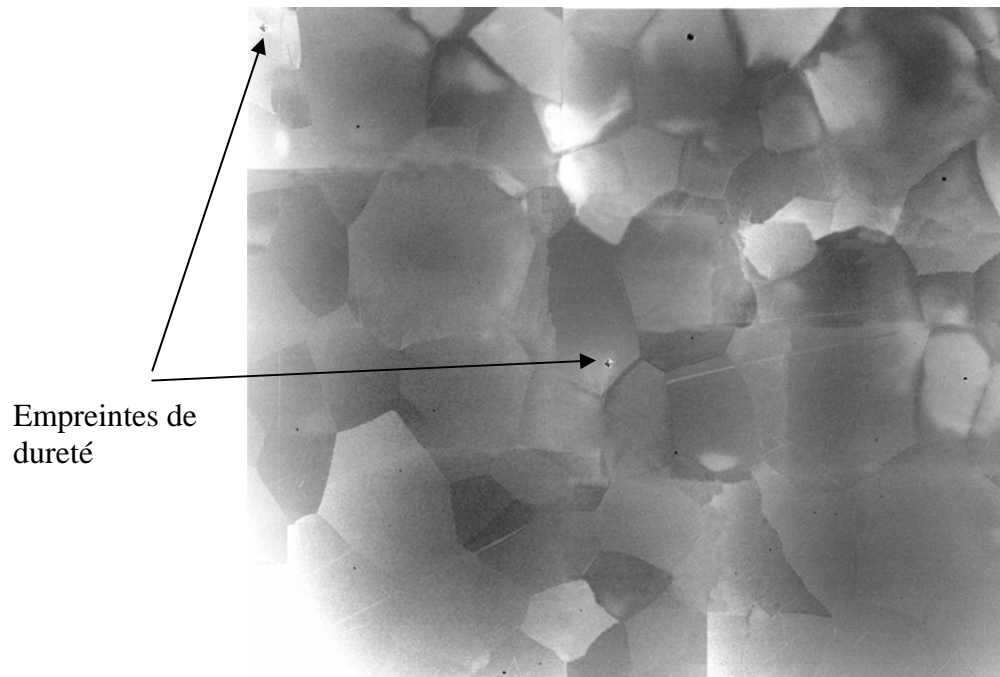


Figure B.1 : Reconstitution de l'image à partir de photos réalisées en électrons retro-diffusés

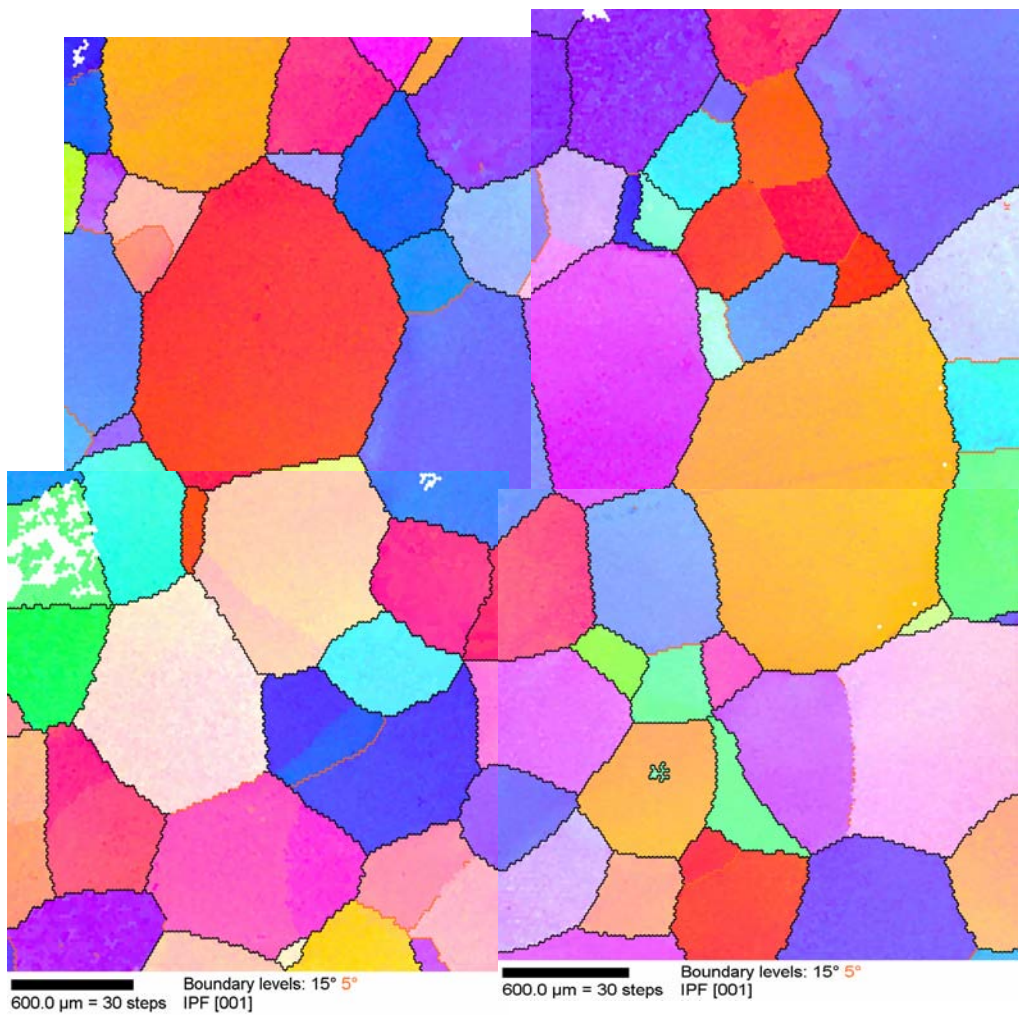


Figure B.2 : Assemblage des 4 analyses EBSD

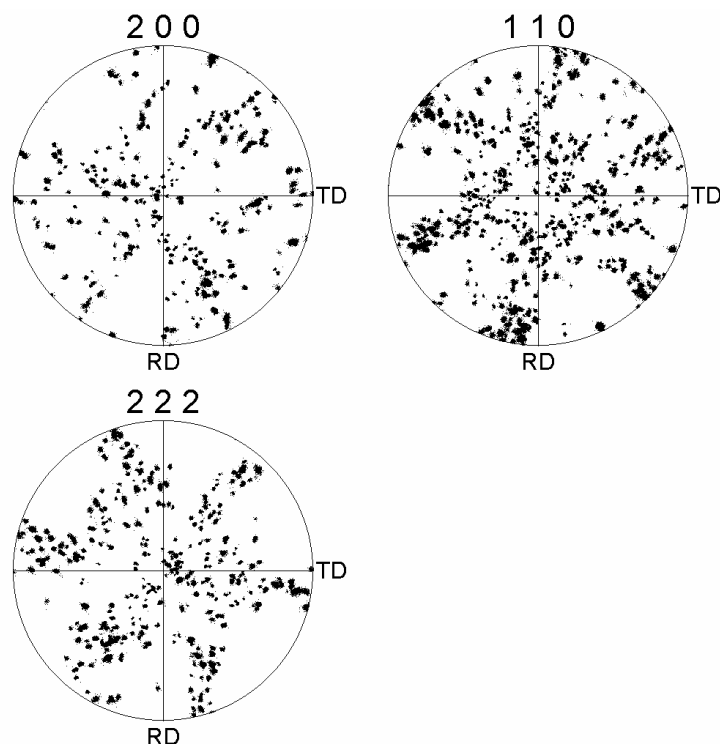


Figure B.3 : Figures de pôles reconstituées à partir des analyses réalisées

Après avoir cartographié la zone marquée, l'échantillon a été replacé au four sous vide à 500°C afin de faire « précipiter » la phase α . Le retour à l'ambiante a été effectué par arrêt du four afin d'obtenir une faible vitesse de descente en température.

b. Traitement à 500°C

A la sortie du four, l'échantillon présentait toujours une surface brillante (signe d'une absence d'oxydation) mais totalement « froissée » comme on peut le constater sur la micrographie figure B.4. Cet aspect peut être consécutif d'une relaxation des contraintes internes liées aux contraintes d'origine thermique et/ou au changement de phase. Cette relaxation s'effectue en partie par déformation plastique (figure B.5). Notons que si aucune trace de phase α n'a été décelée au MEB et en EBSD, l'analyse par diffraction des neutrons (*Chapitre II*) a révélé la présence de cette phase.

Ainsi, il s'est avéré impossible de poursuivre l'étude commencée. De plus, ce problème ne peut a priori pas être résolu puisqu'il est inhérent à l'hypertrempe réalisée qui fige la phase β mais dans un état très instable.

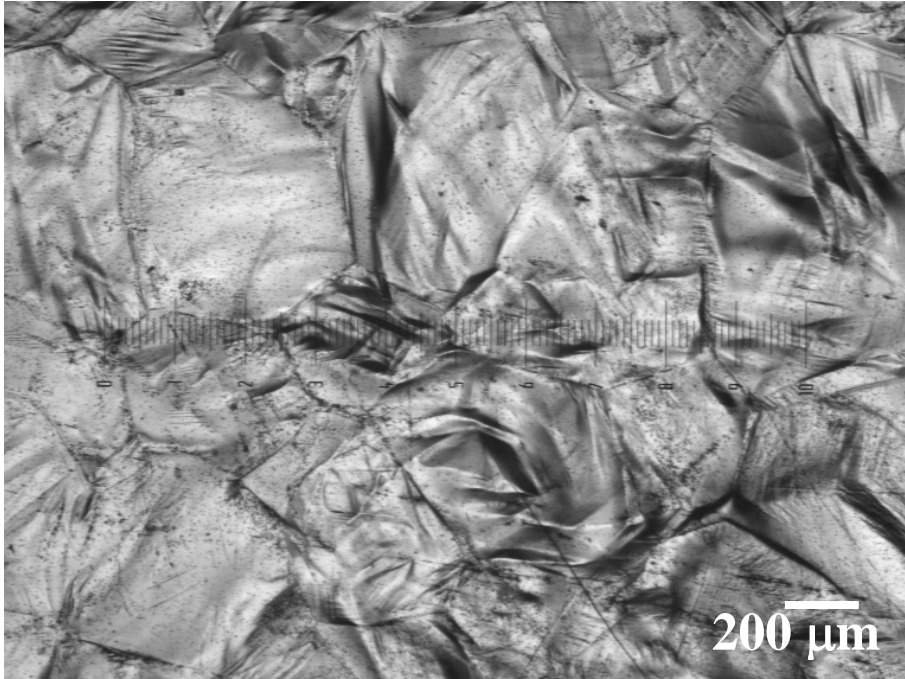


Figure B.4 : Échantillon « froissé »

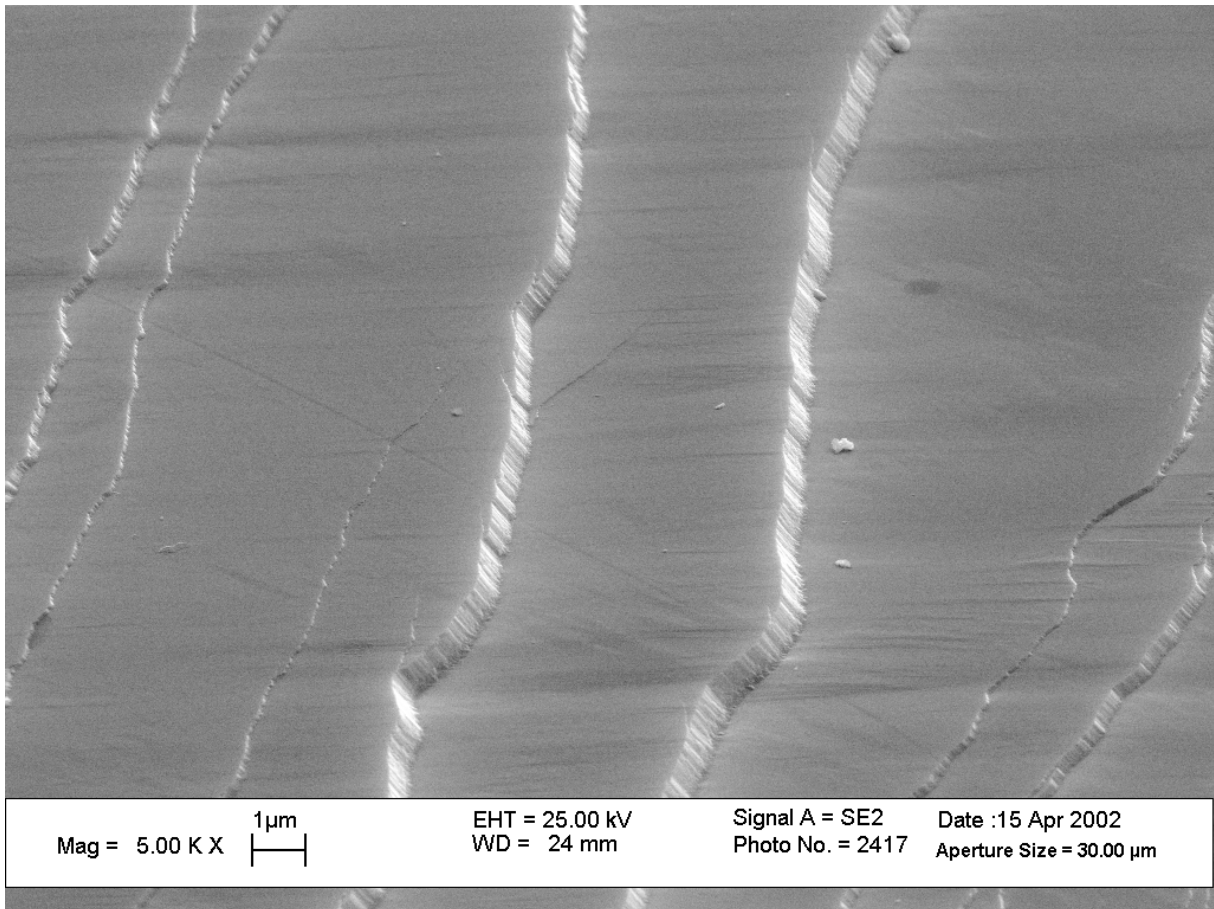


Figure B.5 : Traces de plans de glissement observables au MEB à la surface de l'échantillon

III/ Analyse de la microstructure initiale

1) Objectif

L'objectif est ici double. Tout d'abord mettre en évidence le lien entre la structure « grain de riz » observé lors des essais de traction sur le matériau d'approvisionnement (*Chapitre II*) et le grain β . Ensuite suivre cette structure $\alpha+\beta$ lors du passage par le transus β .

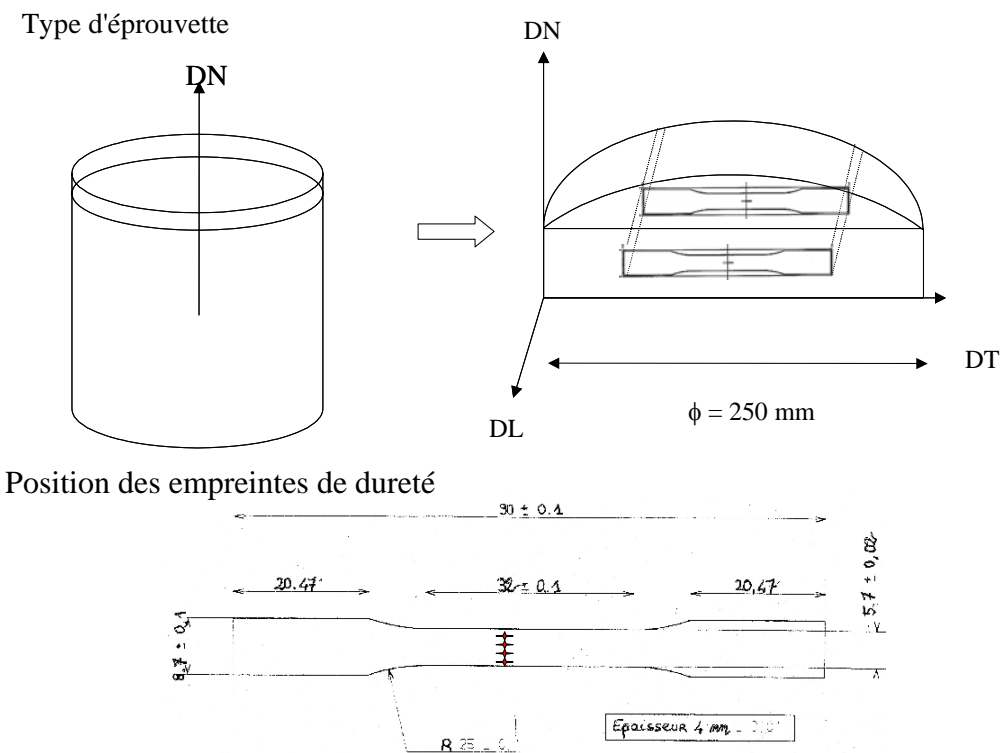
2) Protocole

Afin d'atteindre les objectifs présentés ci-dessus, il a été prévu de réaliser les étapes suivantes :

1. repérage par des empreintes de dureté et analyse EBSD des phases α et β présentes
2. mise en évidence de la structure « grain de riz » par une déformation plastique faible d'environ 1%.
3. observation de la déformation (MO, MEB)
4. mise en solution à $T > T_{\beta}$

3) Repérage et analyse EBSD

Les empreintes de dureté ont été réalisées le long d'une éprouvette de traction plate prélevée comme indiqué sur la figure B.6 ci-dessous.



L'éprouvette a ensuite été observée au MEB et des photos en électrons retro-diffusés, réalisées en haute définition ont permis de repérer la phase α très précisément suivant l'axe des empreintes de dureté (figure B.7).

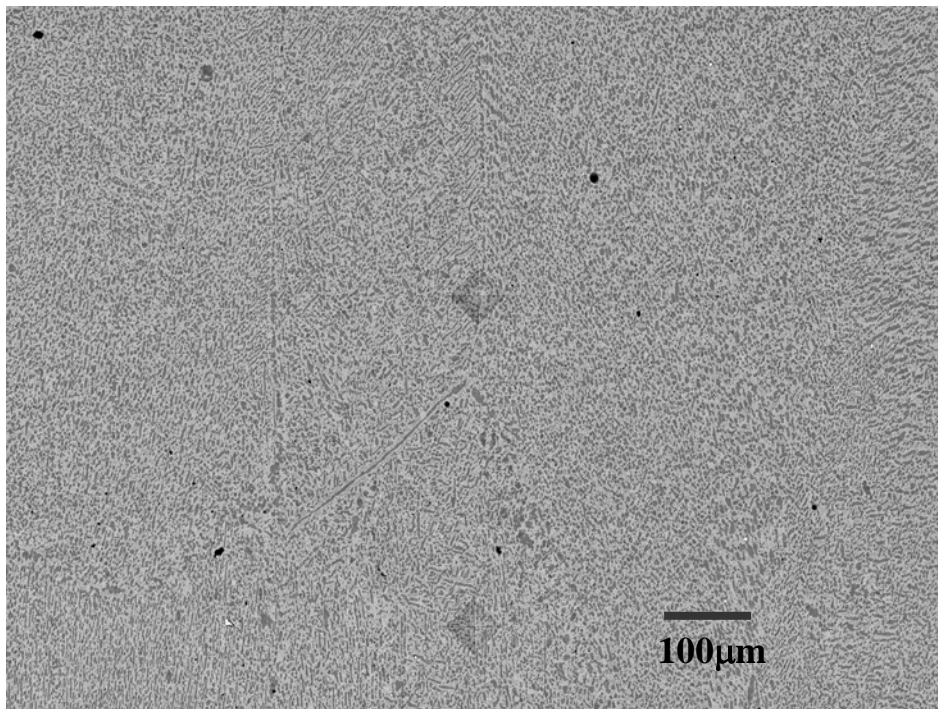


Figure B.7 : Microstructure en électrons retro-diffusés

Plusieurs analyses EBSD ont été réalisées suivant une ligne parallèle à l'axe formé par les empreintes de dureté, afin de déterminer l'orientation de la phase α et de la phase β . La figure B.8 présente une image en électrons secondaires où l'on peut observer l'emplacement des analyses EBSD (pollution en surface). Deux résultats sont donnés figures B.9&10.

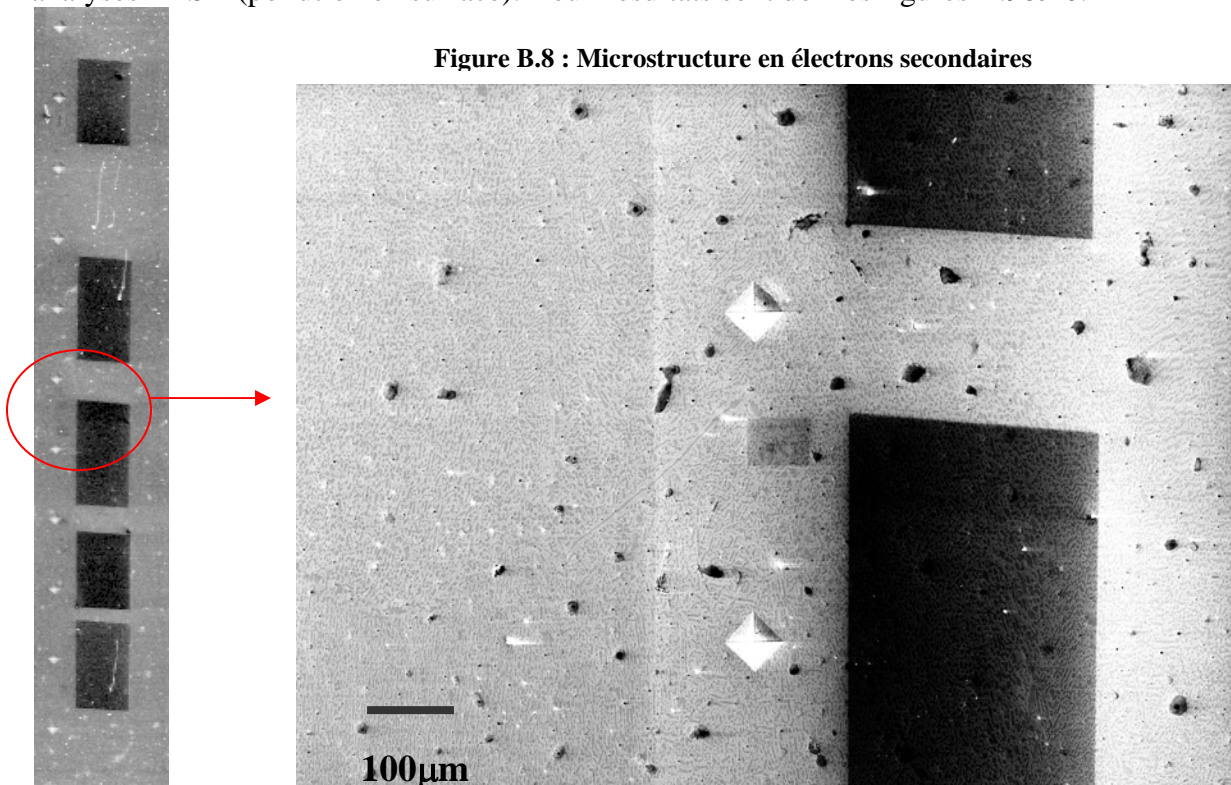
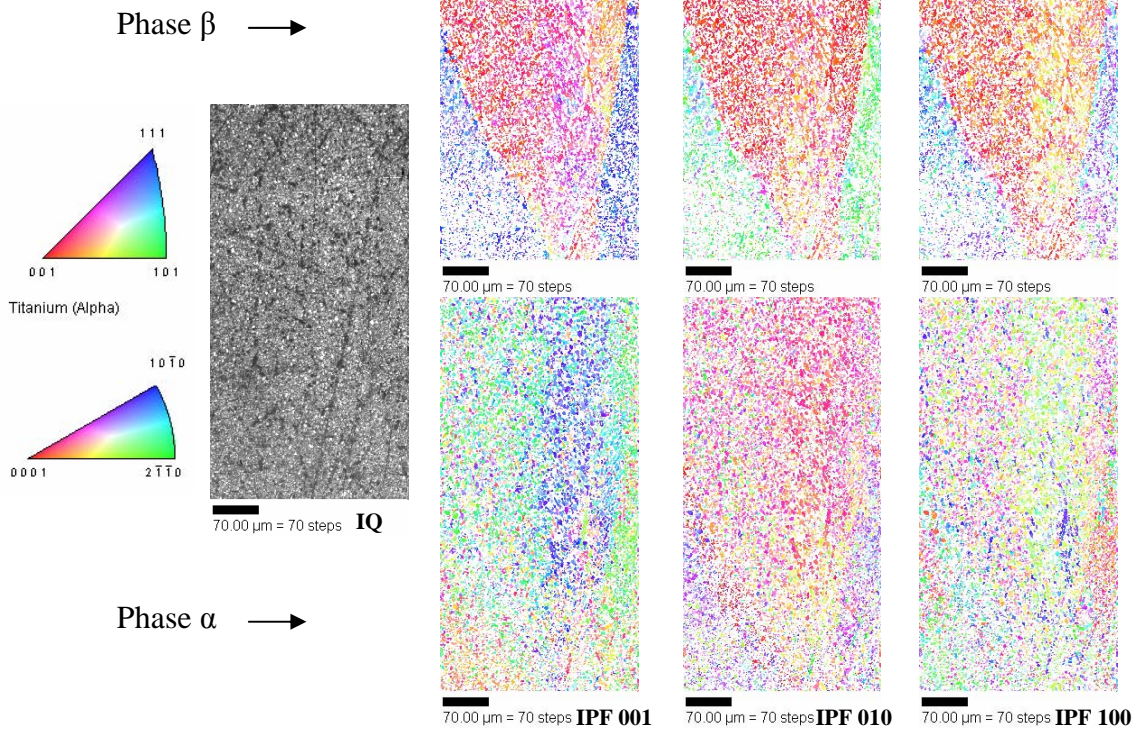


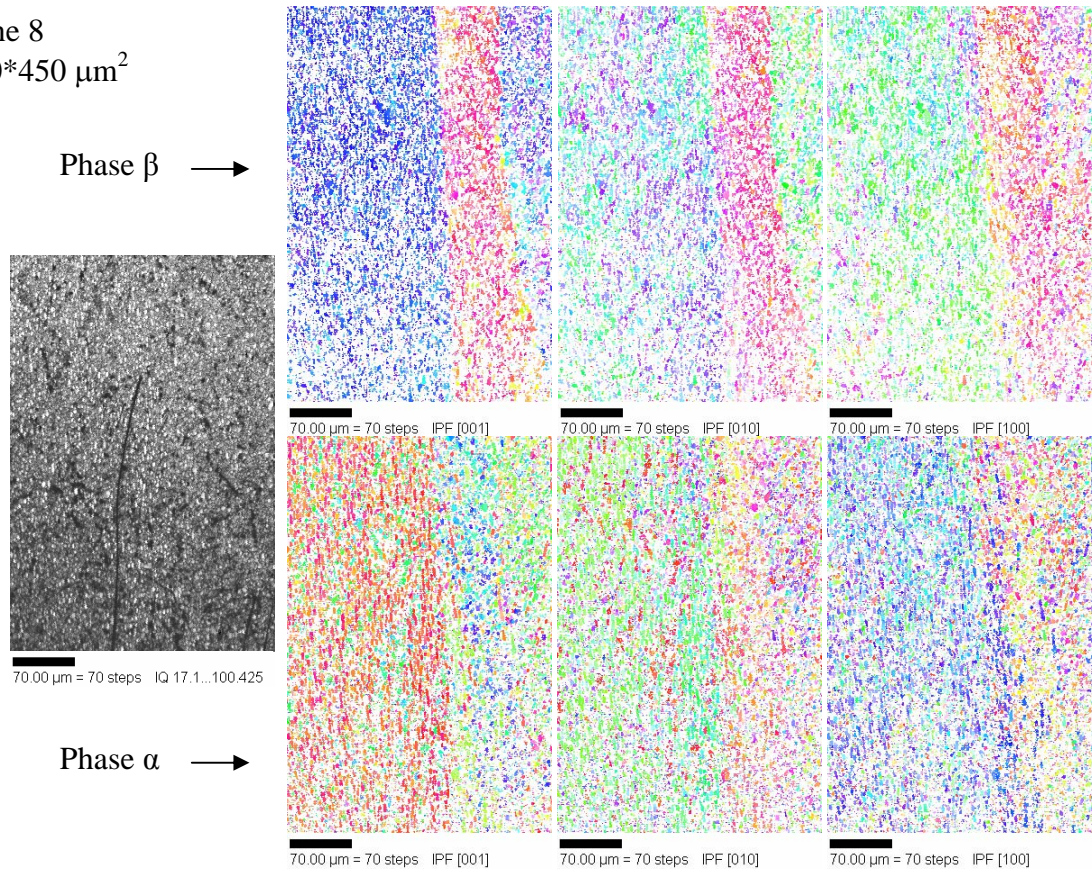
Figure B.8 : Microstructure en électrons secondaires

Zone 6
300*600 μm^2

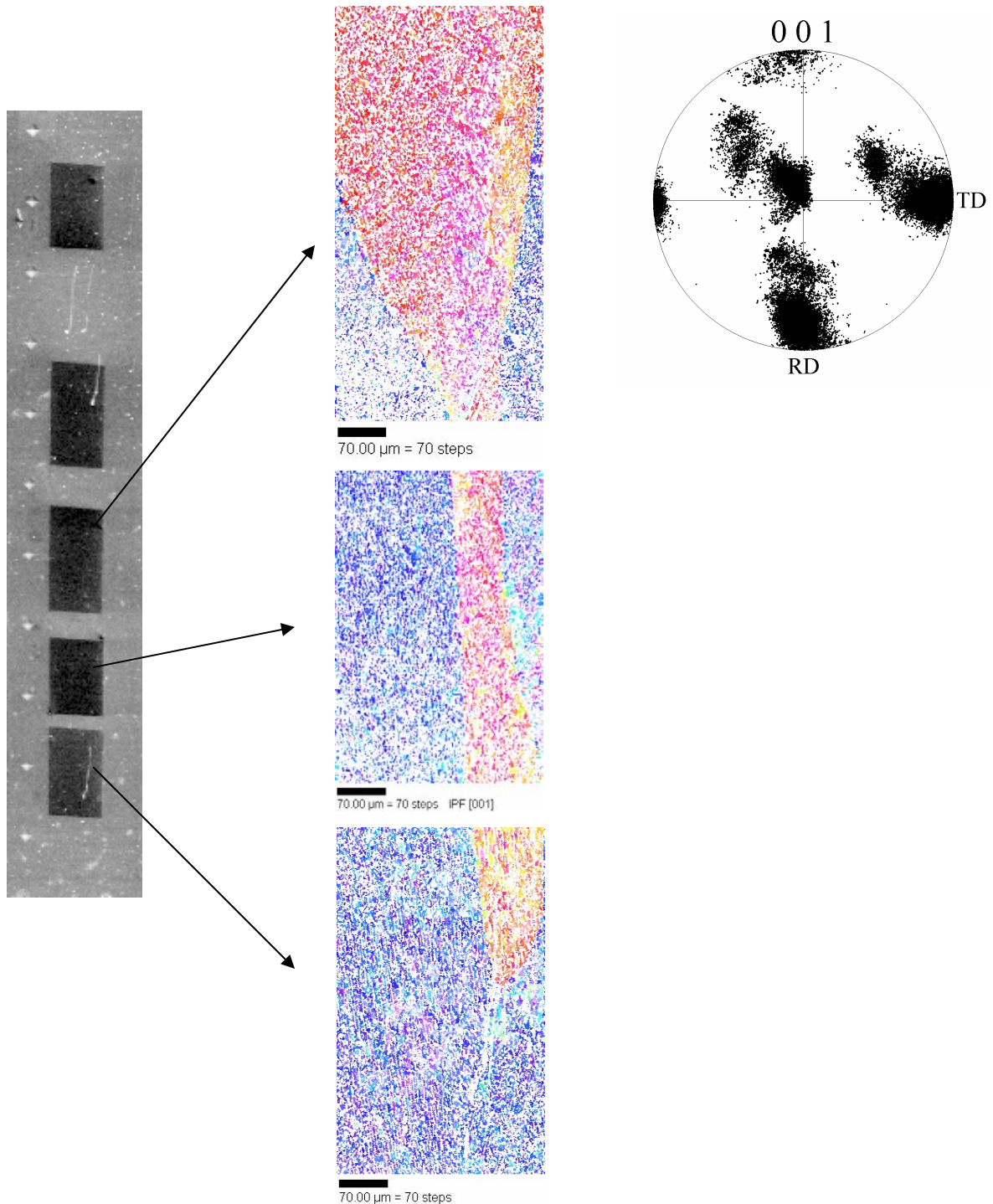


Figures B.9&10 : Exemples de deux zones analysées par EBSD

Zone 8
300*450 μm^2



La taille cristallographique des grains β est importante. Comme on peut le constater sur la figure B.11, il semblerait que cristallographiquement, la phase β atteigne des tailles millimétriques. On peut toutefois noter que la phase β de la zone 6 (figure B.9) n'est pas un monocristal. En effet, on observe une variation de la cristallographie au sein des deux grains présents qui se retrouve sur la figure de pôles associée où une forte dispersion des pôles s'observe pour ces deux grains.



**Figure B.11 : Présentation de trois acquisitions EBSD représentant l'orientation de la phase β (IPF [001])
La figure de pôles (100) de la zone 6 est donnée**

4) Déformation plastique

Après repérage et analyse EBSD, une déformation plastique de 1% a été appliquée à l'éprouvette. Cette déformation plastique a révélé la structure en « grain de riz », présentant une taille de grains morphologique de 3 mm en moyenne comme on peut le constater sur les images figure B.12.

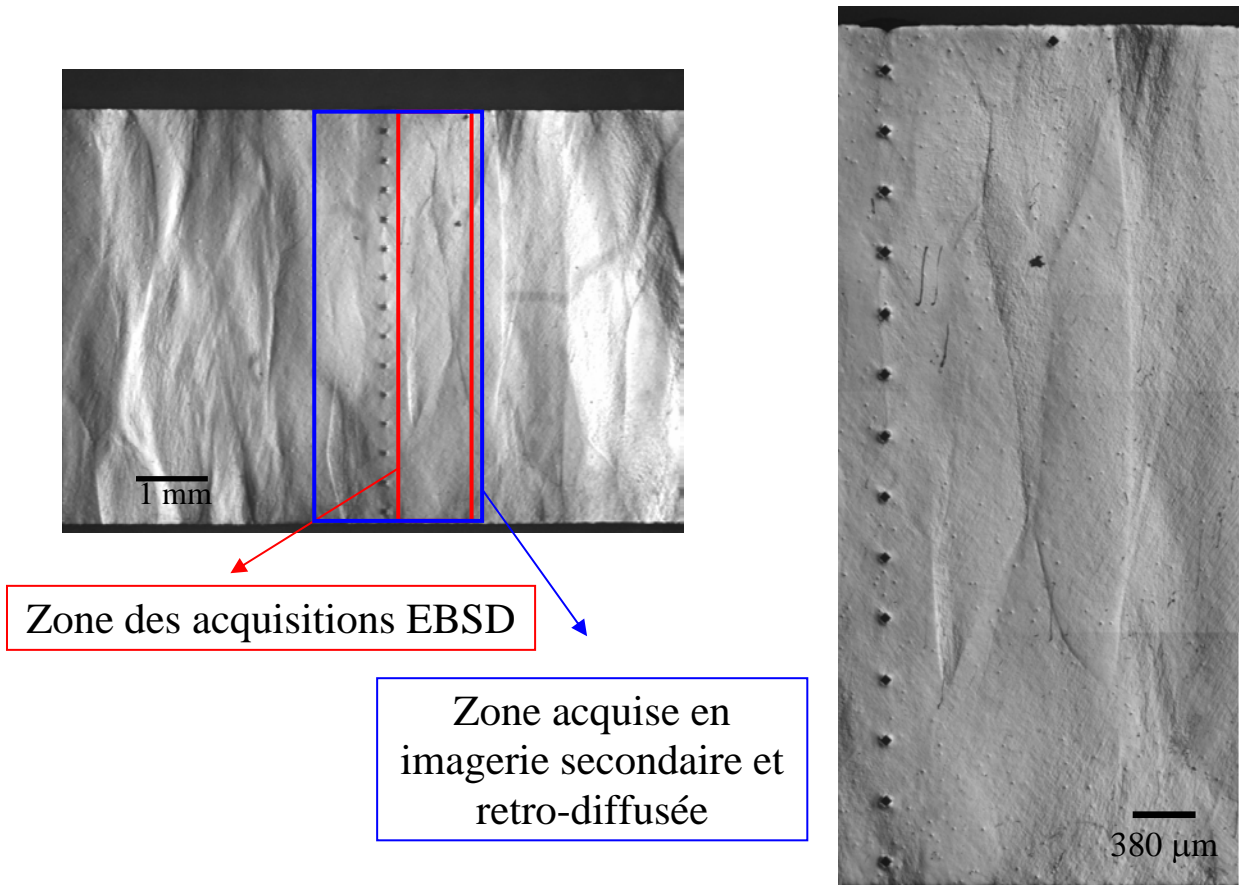


Figure B.12 : Résultats après déformation (1% plastique)

Si au niveau macroscopique, on observe des hétérogénéités importantes, il en est de même au niveau microscopique. Ainsi sur la photo B.13, prise au MEB, on observe d'un côté une zone intensément déformée avec du glissement parallèle et traversant sans grande modification les phases α et β et de l'autre, une zone où plusieurs glissements existent mais de façon peu prononcés. La frontière entre les deux zones de déformation se révèle être un joint de grains séparant deux orientations cristallographiques. L'axe normal à la surface est indiqué en dessous.

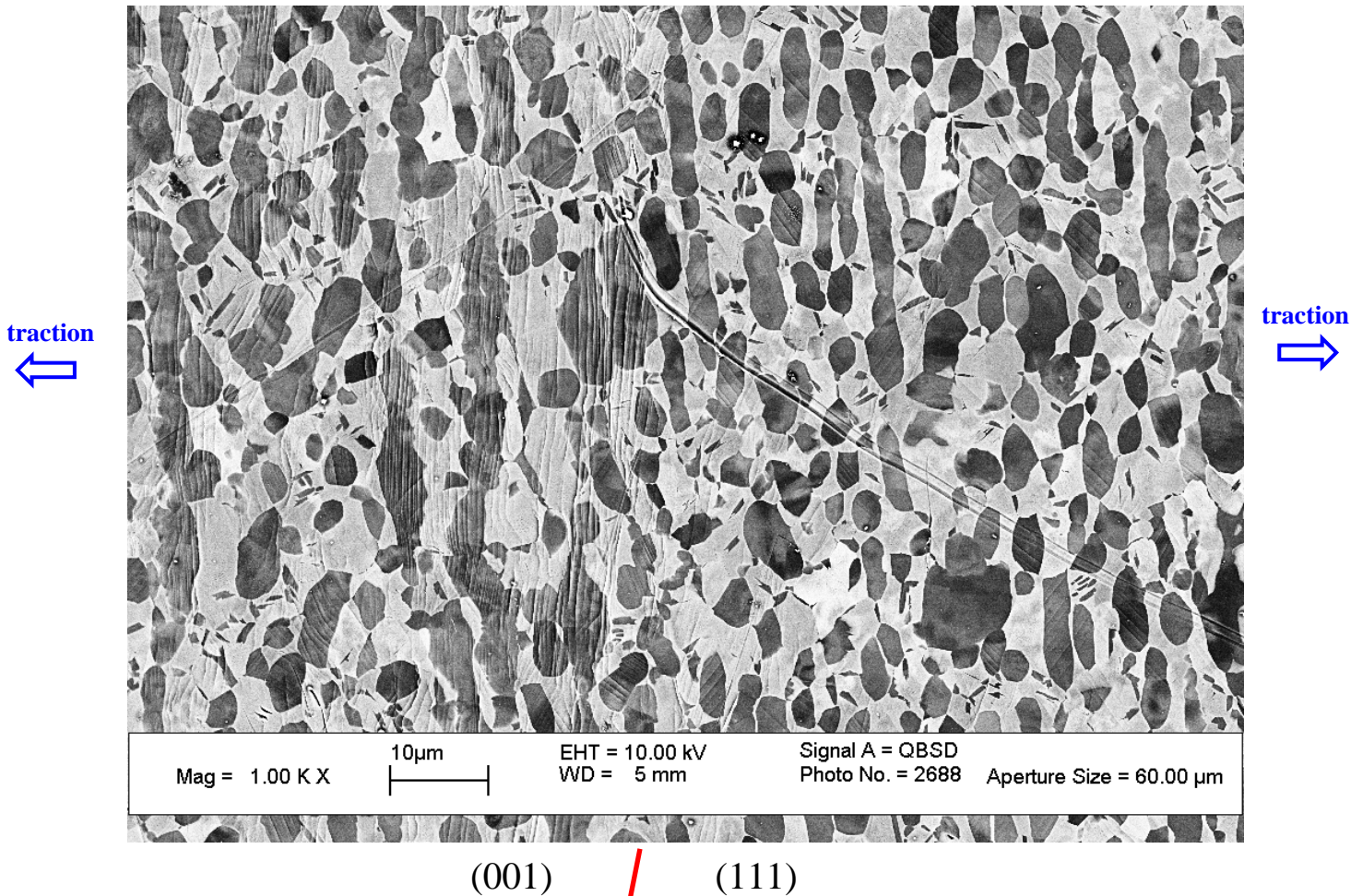


Figure B.13 : Illustration de la différence de comportement mécanique

5) Mise en solution à $T > T_{\beta}$

L'objectif étant de suivre l'évolution des grains millimétriques avec la température, l'éprouvette a été chauffée à $T > T_{\beta}$ durant 1h sous vide. Théoriquement, connaissant l'orientation et la position des nodules de phase α , il est possible de déterminer si les variants sont à l'origine des nouveaux grains β ou si un phénomène de croissance de la phase β , initialement présente, est actif.

Malheureusement, à la sortie du four, l'échantillon présente une structure en feuillet qui laisse cependant apparaître une structure composée de grains équiaxes de 300 à 400 μm (figure B.14).

La présence de ces feuillets (figure B.15) a empêché toute indexation EBSD et l'étude a été interrompue. Une amélioration du four est en cours afin d'éviter ce problème d'oxydation.

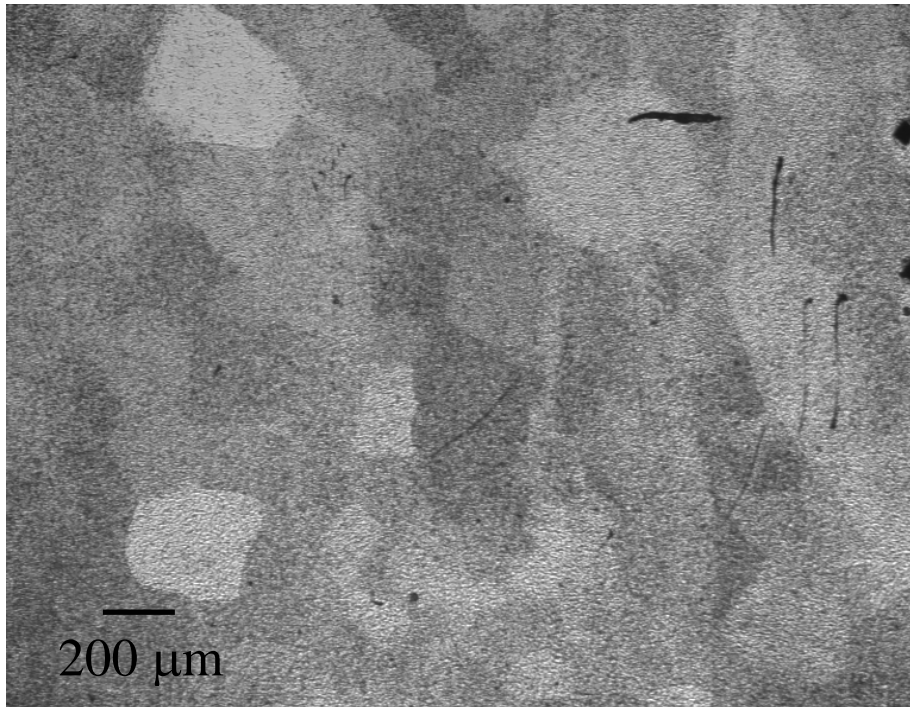


Figure B.14 : Résultats après déformation (1% plastique) et traitement thermique, observation de contrastes (grains ?) de 300μm environ au microscope optique

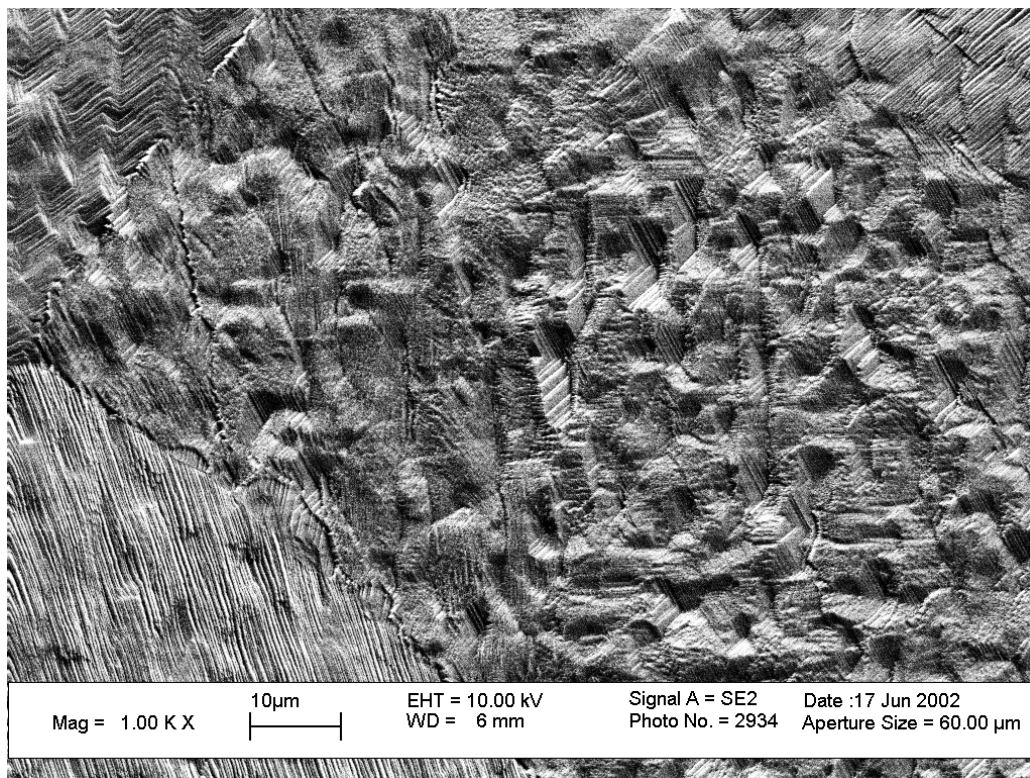


Figure B.15 : Observation au MEB de la structure présentée figure B.13, observation d'une structure en feuillet

Les précédents essais thermiques n'ont pas permis de suivre l'évolution de la microstructure et de l'orientation locale avec la température. En effet, des phénomènes parasites, de déformation plastique liée à l'hypertrempe et/ou d'oxydation de surface ont été rencontrés. De plus, le système utilisé ne permettait pas un contrôle précis de la température de l'échantillon.

ANNEXE C

LA PHOTOÉLASTICIMÉTRIE

La technique de photoélasticimétrie consiste à utiliser les propriétés de biréfringence de certains matériaux tels que les polyuréthanes ou les araldites.

Le phénomène de biréfringence peut se caractériser de la manière suivante : une lumière plane se présentant suivant une direction de polarisation quelconque par rapport aux axes du corps biréfringent se décompose en deux composantes parallèles à ces axes, chacune d'entre elles se comportant comme une onde plane autonome progressant à une vitesse propre à sa direction. Les deux vibrations rectangulaires transmises ont donc une différence de phase définie et ne pourraient interférer que si elles étaient parallèles. Un analyseur, ne laissant passer de chacune d'elles que la composante parallèle à sa direction principale, permet d'obtenir deux vibrations parallèles qui interfèrent. La plupart des corps transparents isotropes deviennent biréfringents lorsqu'ils sont soumis à des contraintes; cette biréfringence accidentelle est telle que les axes de biréfringence coïncident avec les directions principales des contraintes.

La photoélasticimétrie peut être réalisée par transmission ou bien par réflexion. Dans ce dernier cas, on recouvre la surface du matériau avec une mince couche de produit photoélastique. On rend la surface de la structure réfléchissante à l'aide d'une colle chargée de poudre métallique. Ainsi la lumière traverse le revêtement, est réfléchi et le retransmet.

Que ce soit en transmission ou en réflexion, la traversée du matériau biréfringent fait apparaître un retard optique δ proportionnel à l'épaisseur e de matière et à la différence des contraintes principales selon la loi de Maxwell :

$$\delta = Ce(\sigma_I - \sigma_{II})$$

où C est une constante caractéristique du matériau étudié s'exprimant en Pa^{-1} .

De là on tire la valeur du déphasage Φ par :

$$\Phi = 2\pi \frac{\delta}{\lambda}$$

où λ représente la longueur d'onde.

Lors de la traversée par la lumière monochromatique du polariseur, du matériau biréfringent et de l'analyseur, l'intensité lumineuse qui subsiste est nulle dans les cas suivant :

- les directions des 2 filtres polarisants sont parallèles aux directions principales des contraintes. Les lignes d'extinction formées sont appelées isoclines.
- le retard optique est un multiple de la longueur d'onde. Les lignes d'extinction formées sont appelées isochromes.

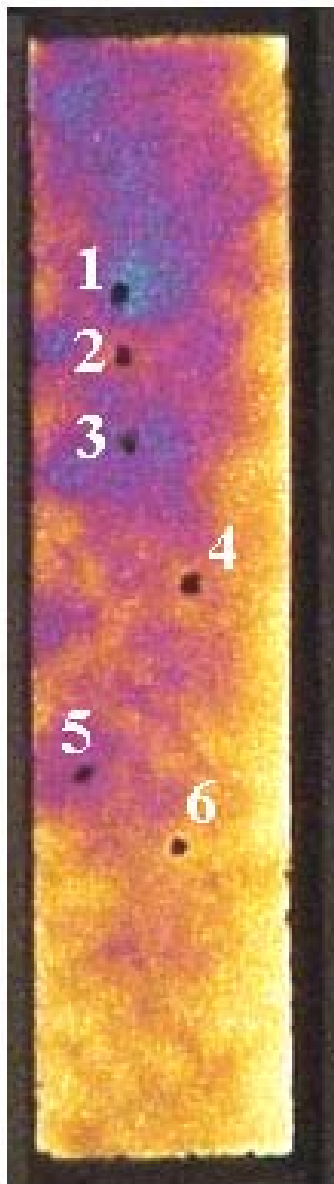
Les isoclines permettent de repérer les directions principales des contraintes, mais leur présence gêne l'observation des autres franges. Un dispositif insérant des lames quart d'onde après le polariseur et avant l'analyseur, permet de supprimer les isoclines. Il est alors possible de repérer les franges correspondant aux isochromes et de connaître $\sigma_I - \sigma_{II}$ en fonction de la

longueur d'onde et de l'ordre de grandeur de la frange : $\sigma_I - \sigma_{II} = n \frac{\lambda}{Ce}$.

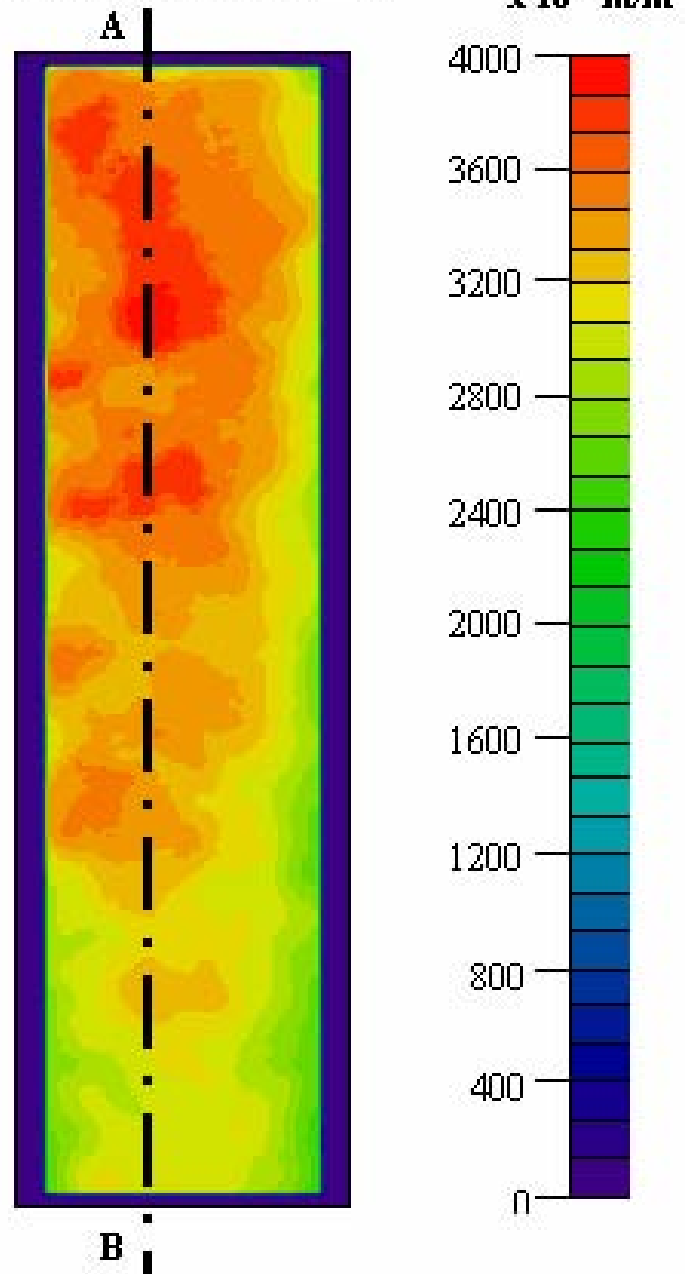
Résultats

$$F/S = 300 \text{ MPa}$$

Réseau d'isochromatiques
d'ordres entiers visualisés
en lumière polarisée



Cartographie des allongements
relatifs ($\epsilon_1 - \epsilon_2$) obtenue par
photoélasticimétrie digitalisée



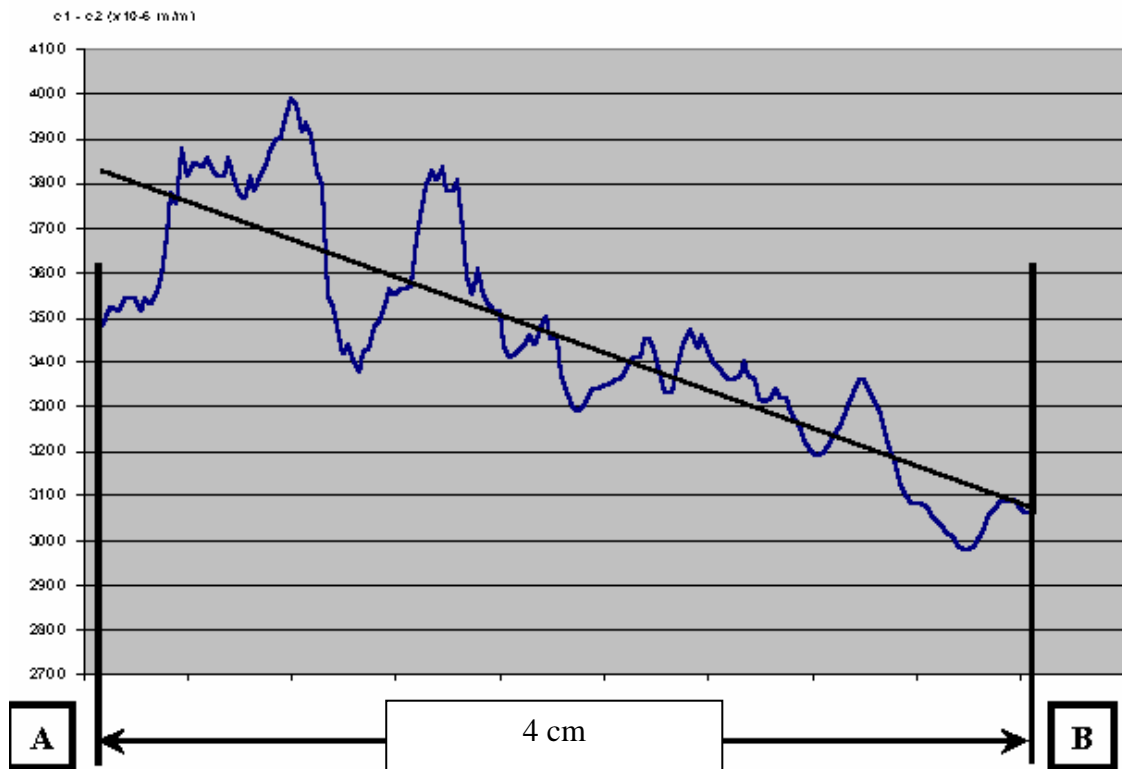
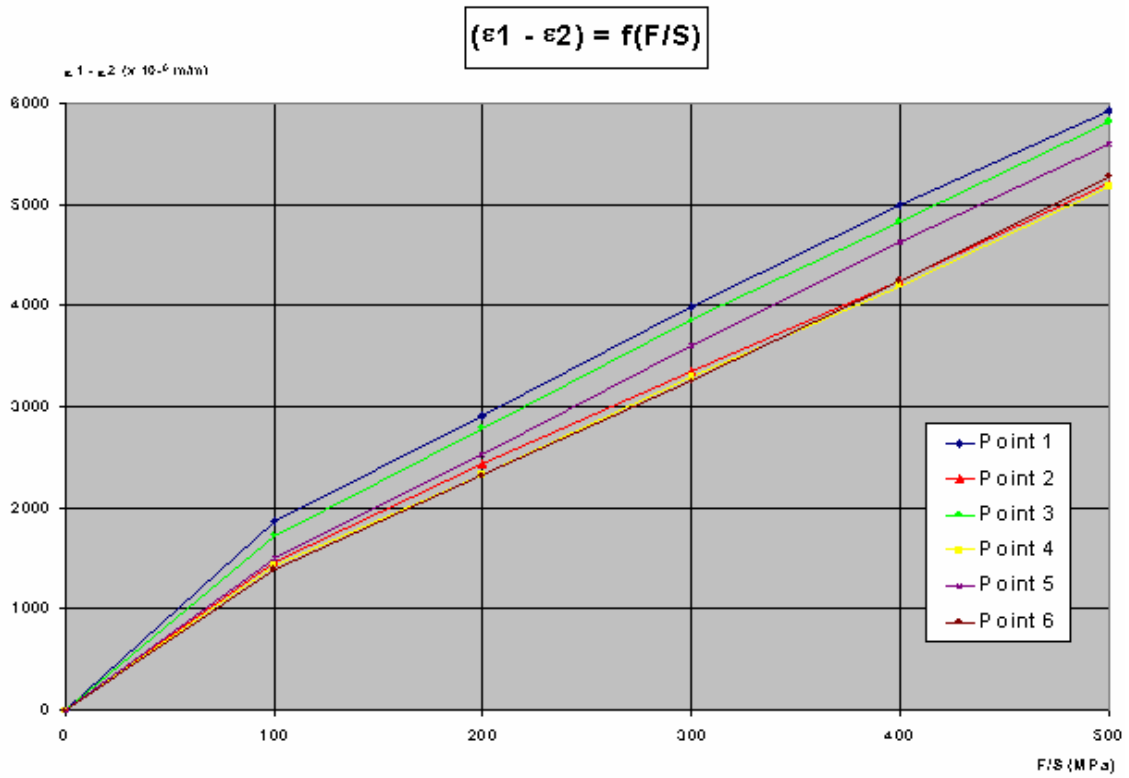
RESULTATS DE MESURES:

| Points de mesure | F/S = 100 MP a | F/S = 200 MP a | F/S = 300 MP a | F/S = 400 MP a | F/S = 500 MP a |
|------------------|---|---|---|---|---|
| | ($\epsilon_1 - \epsilon_2$) (x 10 ⁻⁶ m /m) | ($\epsilon_1 - \epsilon_2$) (x 10 ⁻⁶ m /m) | ($\epsilon_1 - \epsilon_2$) (x 10 ⁻⁶ m /m) | ($\epsilon_1 - \epsilon_2$) (x 10 ⁻⁶ m /m) | ($\epsilon_1 - \epsilon_2$) (x 10 ⁻⁶ m /m) |
| 1 | 1859 | 2916 | 3988 | 4996 | 5933 |
| 2 | 1466 | 2445 | 3345 | 4246 | 5213 |
| 3 | 1730 | 2788 | 3860 | 4832 | 5817 |
| 4 | 1444 | 2330 | 3302 | 4203 | 5175 |
| 5 | 1501 | 2537 | 3602 | 4632 | 5607 |
| 6 | 1398 | 2316 | 3259 | 4246 | 5275 |

DETERMINATION DE K α POUR F/S=300MPa:

Calcul de σ_1 et σ_2 pour E= 117000MPa et $\mu=0,30$ (μ valeur considérée par défaut)

| Points de mesure | ($\epsilon_1 - \epsilon_2$) (x 10 ⁻⁶ m /m) | ϵ_1 (x 10 ⁻⁶ m /m) | ϵ_2 (x 10 ⁻⁶ m /m) | σ_1 (MP a) | K α σ_1 local / (F/S) |
|------------------|---|--|--|----------------------|--|
| | 1 | 3988 | 3068 | -920 | 359 |
| 2 | 3345 | 2573 | -772 | 301 | 1.00 |
| 3 | 3860 | 2969 | -891 | 347 | 1.16 |
| 4 | 3302 | 2540 | -762 | 297 | 0.99 |
| 5 | 3602 | 2771 | -831 | 324 | 1.08 |
| 6 | 3259 | 2507 | -752 | 293 | 0.98 |



ANNEXE D

CRISTALLOGRAPHIE DE LA MAILLE HEXAGONALE

Dans le cas de la maille hexagonale, il est courant de rencontrer deux systèmes d'indices.

- Système à 3 indices

Il repose sur la maille primitive de la maille hexagonale et est défini par les vecteurs : \vec{a}_1 , \vec{a}_2 et \vec{c} .

Dans ce repère une direction s'écrit : $\vec{d} = U\vec{a}_1 + V\vec{a}_2 + W\vec{c}$

L'inconvénient de ce système est que les directions équivalentes d'un point de vue cristallographique, n'ont pas la même forme mathématique. Par exemple, les directions du plan de base sont notées [100], [110] et [010].

- Système à 4 indices

Pour remédier à cet inconvénient le système à 4 indices de Miller Bravais est utilisé. Ce système est basé sur les vecteurs : \vec{a}_1 , \vec{a}_2 , \vec{a}_3 et \vec{c} où \vec{a}_3 est un vecteur redondant car il est défini par $\vec{a}_3 = -(\vec{a}_1 + \vec{a}_2)$.

Dans ce système une direction s'écrit : $\vec{d} = u\vec{a}_1 + v\vec{a}_2 + t\vec{a}_3 + w\vec{c}$ avec $u+v+t=0$.

Ainsi les directions du plan de base précédemment citées, s'écrivent $[2\bar{1}\bar{1}0]$, $[11\bar{2}0]$, $[\bar{1}2\bar{1}0]$.

Pour simplifier l'écriture il est d'usage de ne pas noter le 3^{ème} indice et de le remplacer par un point $[2\bar{1}.0]$, $[11.0]$, $[\bar{1}2.0]$.

- Relation de passage entre les deux systèmes :

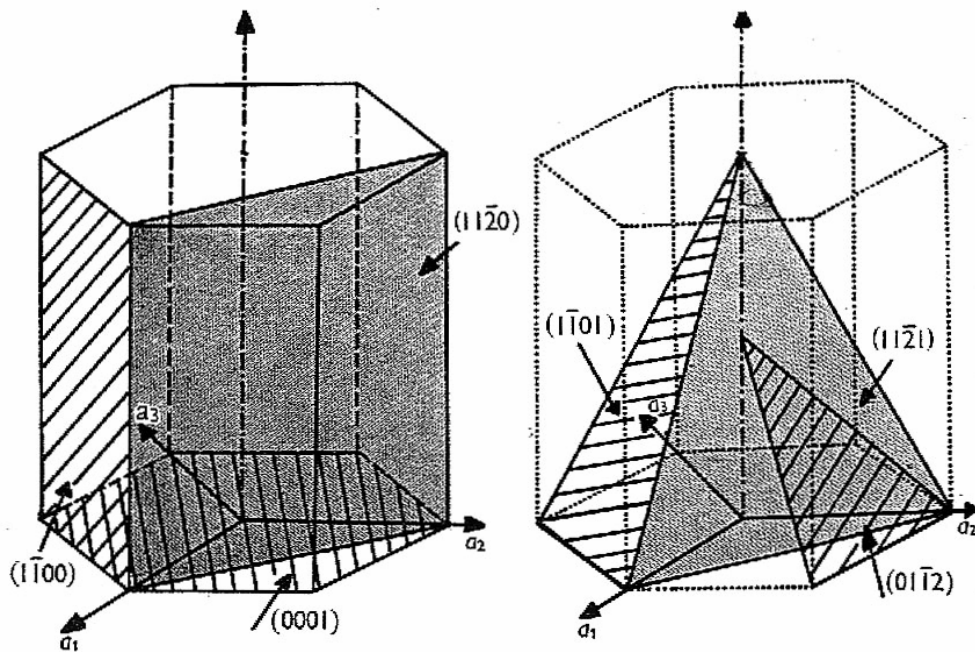
$$U=u-t, V=v-t, W=w$$

$$U = \frac{1}{3}(2U-V), v = \frac{1}{3}(2V-U), w=W$$

Il est important de noter que dans le système à 4 indices, les normales aux plans n'ont pas les mêmes indices que ceux ci, exception faite du plan de base et des plans de type $\langle hki0 \rangle$.

Pour les autres plans les indices d'une normale au plan (hkil) sont $[hki \frac{3}{2}(\frac{a}{c})^{\frac{2}{3}}l]$

- Nomenclature des plans dans la notation à 4 indices



Plans principaux du système hexagonale (plans repérés par leur indices de Miller) Jaoul [JAO65]

$\{00.1\}$: plan de base

$\{10.0\}$: plan prismatique de première espèce

$\{11.0\}$: plan prismatique de deuxième espèce

$\{10.1\}$: plan pyramidal de première espèce

$\{11.2\}$: plan pyramidal de deuxième espèce

ANNEXE E

PRÉPARATIONS METALLOGRAPHIQUES

1) Polissage mécanique

Papiers abrasifs de 125 µm à 8 µm
Pâtes diamantées de 6 µm
Solution OPS sur feutre (attaque mécanique par la suspension de silice colloïdale et légère attaque chimique par le H₂O₂ présent)

2) Polissage électrolytique

Electrolyte composé: d'acide perchlorique (10%)
 de méthanol (70%)
 de butanol (20%)

Conditions expérimentales : tension : 20 V
 température : -40°C
 temps : 30 à 35 s

3) Attaque chimique

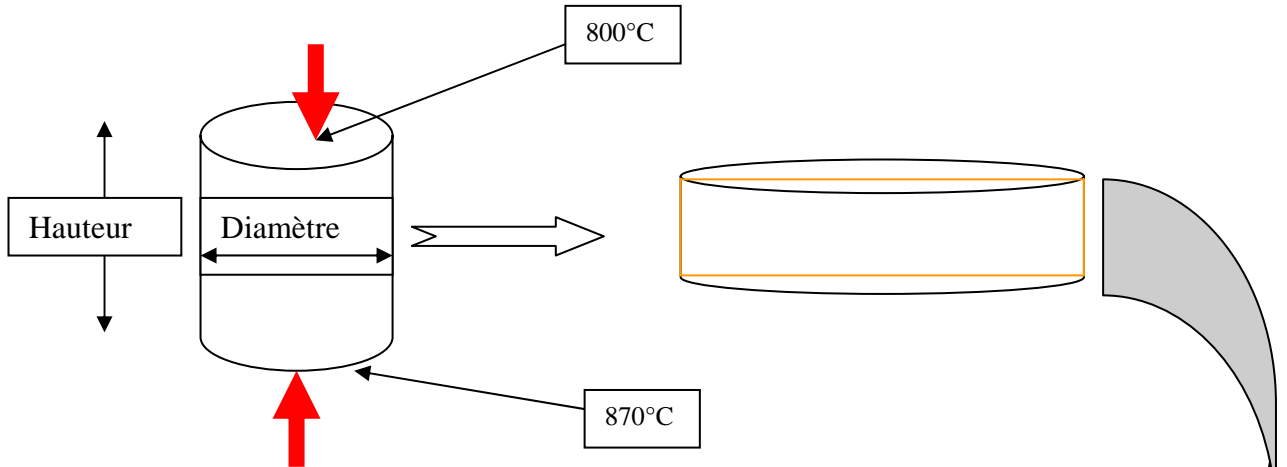
Solution '0.5HF' : 0.5 ml d'acide fluorhydrique à 40 %
 99.5 ml d'eau distillée

Solution '15/15' : 15 ml d'acide fluorhydrique à 40 %
 15 ml d'acide nitrique à 60 %
 70 ml d'eau distillée

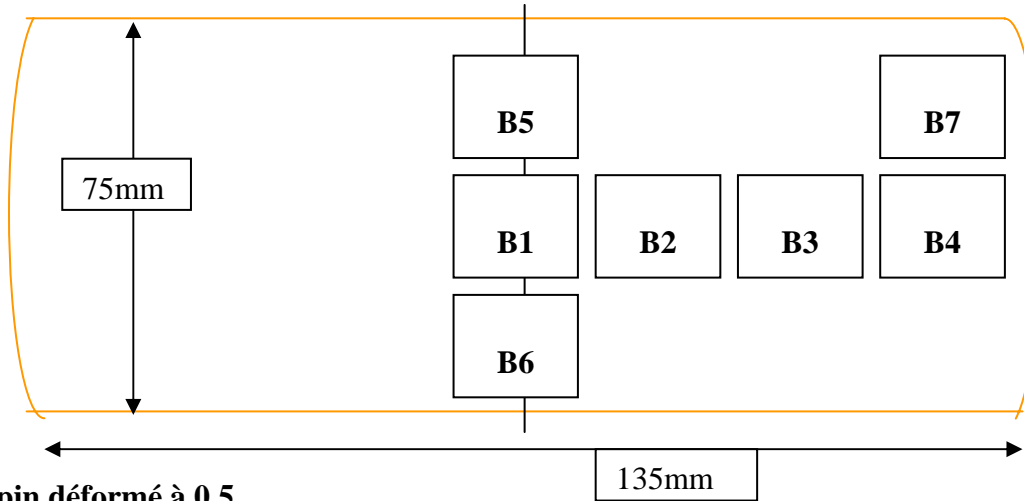
ANNEXE F

TEXTURES PAR DIFFRACTION DES RAYONS X

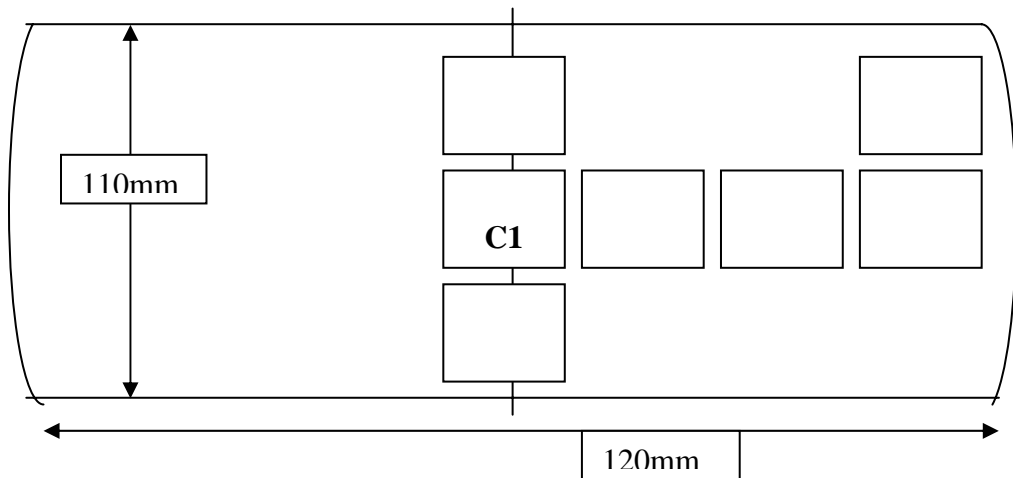
1) Historique des pièces



Lopin déformé à $\epsilon=1$



Lopin déformé à 0.5



2) Conditions d'analyses

a) Identification des phases

L'identification des phases par diffraction des rayons X a été réalisée directement

- Sur une rondelle prélevée dans la barre
- Sur les éprouvettes Bx

Ces échantillons ont été polis mécaniquement par le laboratoire qualité de Gennevilliers.

Les conditions d'acquisition des spectres sont les suivantes :

| | |
|---------------------------|---------------------------|
| Goniomètre | SEIFERT |
| Rayonnement | K α du Cu linéaire |
| Intensité, Tension | 40 mA, 40 kV |
| Domaine angulaire analysé | 20 à 80° |
| Collimateur | D = 6 mm |
| Pas | 0.02 |
| Temps de comptage par pas | 15 s |

Une photographie de l'appareillage est présentée dans cette annexe Photo F1

b) Acquisition des figures de pôles

Pour l'identification des textures par diffraction des rayons X, l'acquisition de figures de pôles est nécessaire. L'acquisition de figures de pôles a été réalisée sur les mêmes éprouvettes Bx polies.

Les conditions d'acquisition des spectres sont les suivantes :

| | |
|-------------------------------|--|
| Goniomètre | INEL |
| Rayonnement | K α du Cu |
| Intensité, Tension | 30 mA, 40 kV |
| Plans analysés phase β | (110), (200) |
| Plans analysés phase α | (10 $\bar{1}$ 0), (0002), (10 $\bar{1}$ 1), (11 $\bar{2}$ 0) |
| Collimateur | D = 1 x1 mm |
| Pas en déclinaison | 2.5 ° |
| Pas en phi | 5° |
| Temps de comptage par pas | 25 s |

Une photographie de l'appareillage est présentée dans cette annexe Photo F2

Photo F1 : Goniomètre SEIFERT

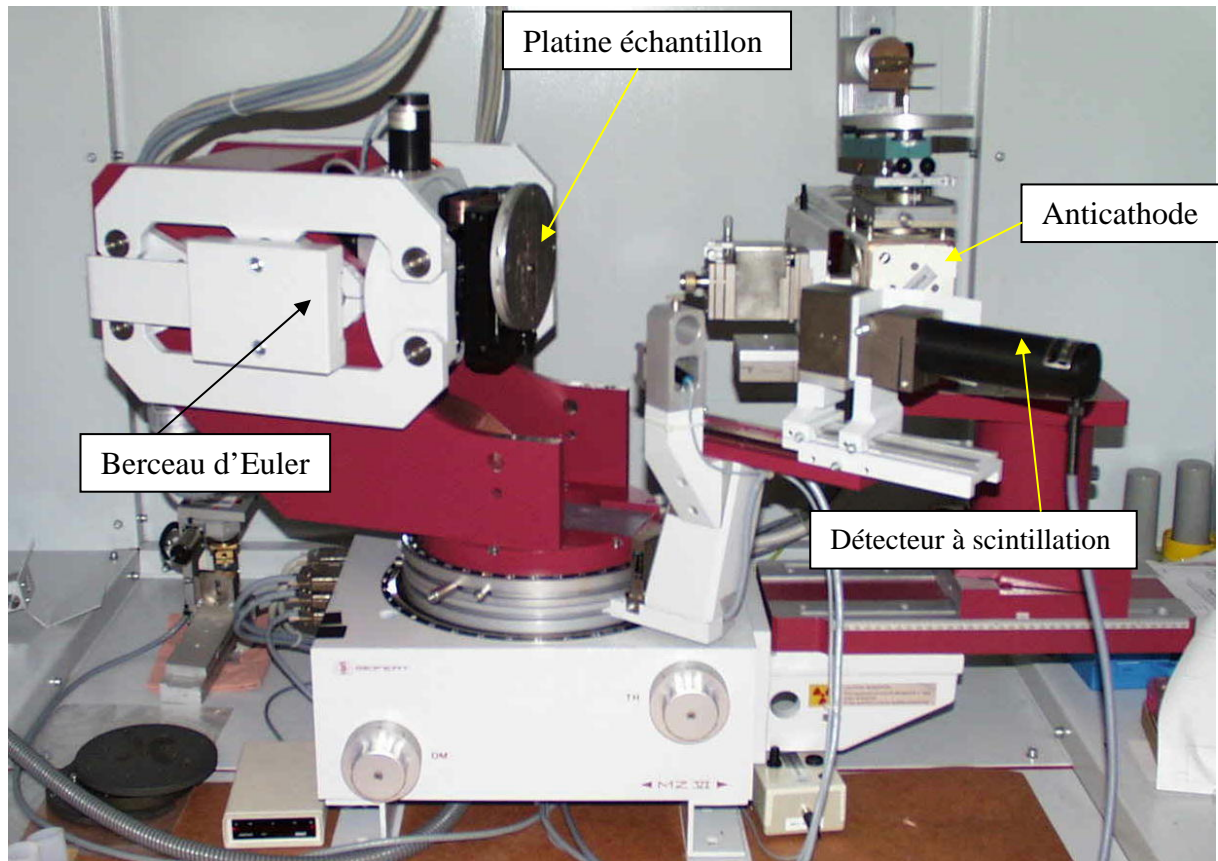
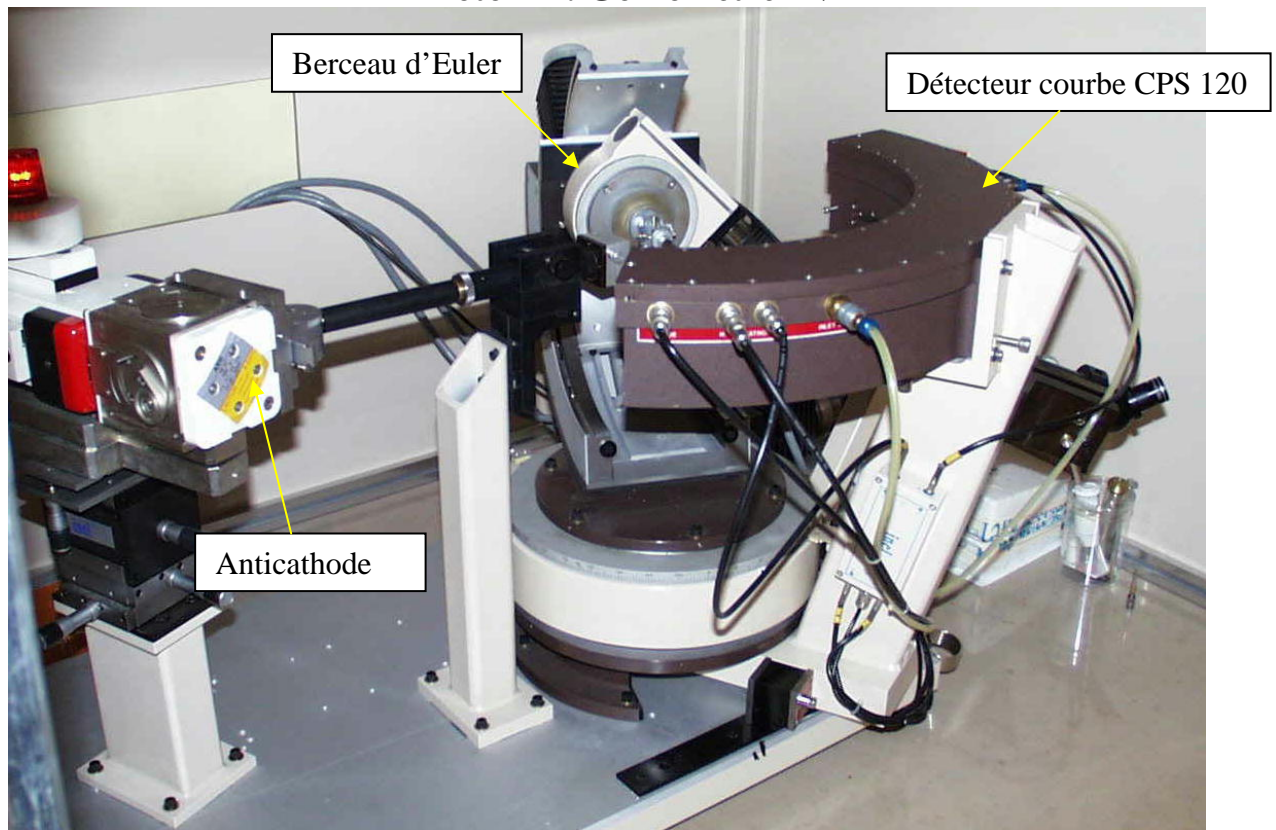


Photo F2 : Goniomètre INEL



3) Analyse de la texture

a) Définition de la figure de pôles

L'étude des orientations préférentielles des cristaux appelées textures, nécessite la définition d'un repère macroscopique lié à l'échantillon (DL, DT, DN), où DL représente la direction de laminage, DT la direction transverse, DN la normale de l'échantillon (figure F1). DL et DT définissent le plan parallèle à la surface de l'échantillon et DN la normale à ce plan.

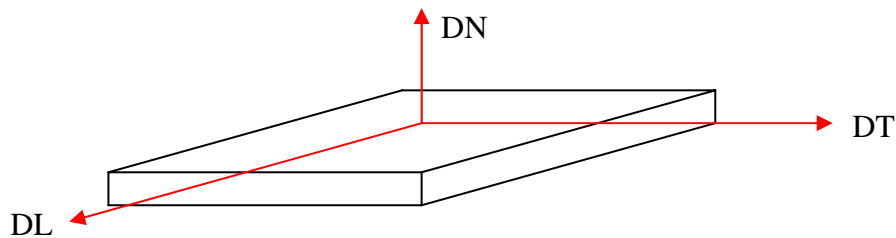


Figure F1 : Définition du repère échantillon

Dans ce repère macroscopique, la position d'un plan (hkl) peut être définie par les coordonnées angulaires (φ, ψ) de sa normale. La première étape d'une analyse de texture consiste donc à déterminer pour chaque famille de plans {hkl} la position (φ, ψ) de toutes les normales des plans et leur nombre (on parle aussi souvent de densité de plans {hkl}). La projection stéréographique, sur le plan (DL, DT) de l'échantillon, de ces normales de coordonnées (φ, ψ) est alors appelée figure de pôles directe (figure F2)

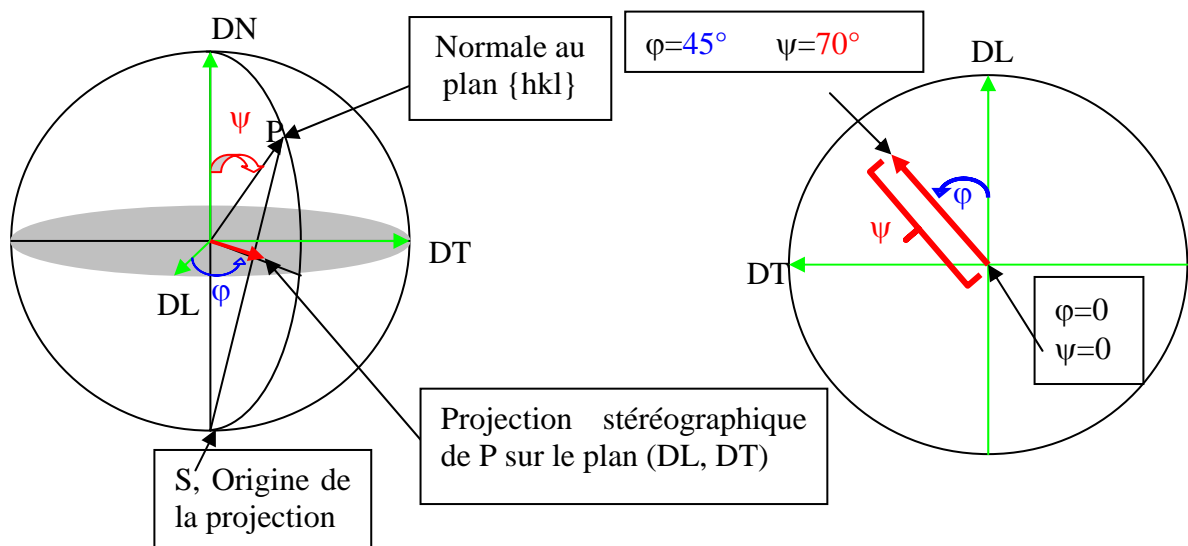


Figure F2 : Projection stéréographique et figure de pôles

b) Acquisition des figures de pôles

L'acquisition d'une figure de pôles pour une famille de plan $\{hkl\}$ consiste donc à mettre en position de diffraction tous les plans de cette famille. Pour cela, on commence par faire l'acquisition d'un diffractogramme. Sur celui-ci, on sélectionne quelques pics (deux à quatre par phase). Ils sont en général intenses et séparés les uns des autres. Pendant la mesure de la figure de pôles, l'échantillon est monté sur le goniomètre équipé d'un berceau d'Euler (Figure F3) fixé en position θ , tandis que le détecteur est fixé à la position 2θ de la famille de plans dont on veut faire l'acquisition de la figure de pôles.

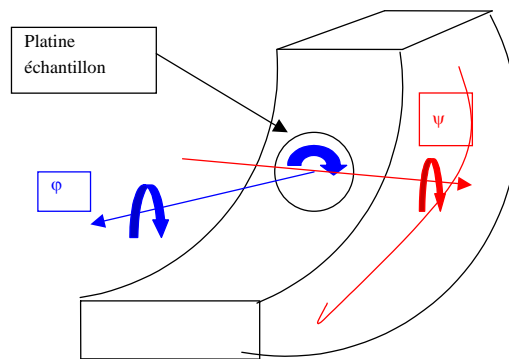


Figure F3 : Berceau d'Euler

L'échantillon est alors soumis à une rotation azimutale (φ) et à une déclinaison (ψ) (figure F3). Il commence par faire une rotation azimutale avec un pas défini (un tour complet) puis décline d'un pas ψ donné et recommence une nouvelle rotation azimutale et ainsi de suite jusqu'au dernier ψ choisi. A chaque fois qu'un plan de la famille $\{hkl\}$ est mis en position de diffraction, le détecteur recueille le signal et on obtient alors la figure pôles de la famille $\{hkl\}$ (Figure F4).

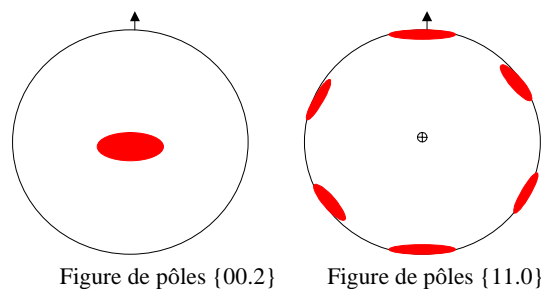


Figure F4 : Exemple de figures de pôles pour une maille hexagonale

c) Interprétation des figures de pôles

Pour déterminer la texture d'un échantillon, plusieurs figures sont nécessaires. Cela permet de vérifier la compatibilité entre elles, d'avoir plus d'informations car les figures sont incomplètes. Les orientations préférentielles sont notées $\{hkl\}\langle uvw \rangle$. $\{hkl\}$ représente la famille de plans parallèle à la surface, appelé plan de laminage. $\langle uvw \rangle$ est appelée direction de laminage. Cette direction est contenue dans le plan $\{hkl\}$ et est parallèle à DL. Dans l'exemple de la figure F5, la texture est notée $\{00.2\}\langle 11.0 \rangle$. Ce qui signifie qu'un plan $\{00.2\}$ est parallèle à la surface de l'échantillon. Le plan $\{11.0\}$ est perpendiculaire au plan $\{00.2\}$ et sa normale est parallèle à la DL.

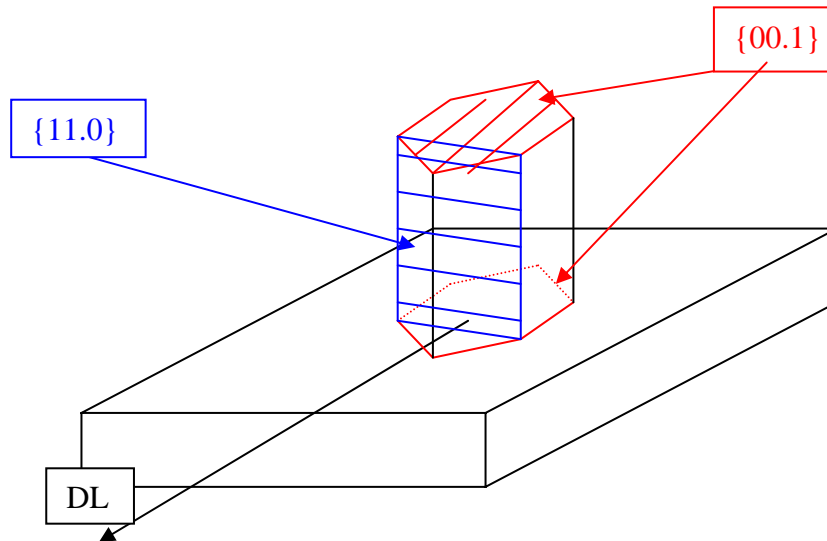


Figure F5 : Orientation de la maille HC pour une texture $\{00.2\}\langle 11.0 \rangle$

La configuration de la figure F5 donne les figures de pôles de la figure F4. En effet, sur la figure de pôles $\{00.2\}$, il y a un pôle au centre. Il correspond à la projection de la normale du plan $\{00.2\}$ sur le plan (DL, DT). Sur la figure de pôles $\{11.0\}$, il y a six pôles en périphérie. Ils correspondent à la projection des normales des six plans $\{11.0\}$ existant dans une maille hexagonale sur le plan (DL, DT).

d) Acquisition des figures de pôles

Le système d'acquisition retenu est le système INEL. La Figure F6 présente schématiquement le diffractomètre de la photo F2. Ce système est équipé d'un détecteur courbe de 120° . Il permet l'acquisition simultanée de six figures de pôles et offre donc un gain de temps appréciable. Au lieu de positionner un détecteur ponctuel à l'angle 2θ , on choisit à l'aide du logiciel d'acquisition, six zones sur le détecteur courbe. On prend ainsi en compte l'intégralité des six raies dans la mesure où il n'y a pas superposition avec d'autres pics. L'acquisition du bruit de fond est aussi réalisée de part et d'autre de chaque raie. Pour l'acquisition des figures de pôles du Ti17, la figure F7 montre les zones choisies. Pendant l'acquisition, les figures de pôles sont découpées en secteurs, couronnes et cases. Généralement, le pas de la rotation azimutale (φ) est de 5° , découpant la figure de pôles en 72 secteurs. Pour notre étude, le pas de la déclinaison (ψ) est de 3° , ce qui fait 30 couronnes de 0 à 90° . On ne fait jamais l'acquisition jusqu'à 90° car le faisceau devient trop rasant et les résultats ne sont plus fiables. On s'arrête à 69° , les figures auront donc 24 couronnes. L'intersection des secteurs et des couronnes forme les cases (figure F8).

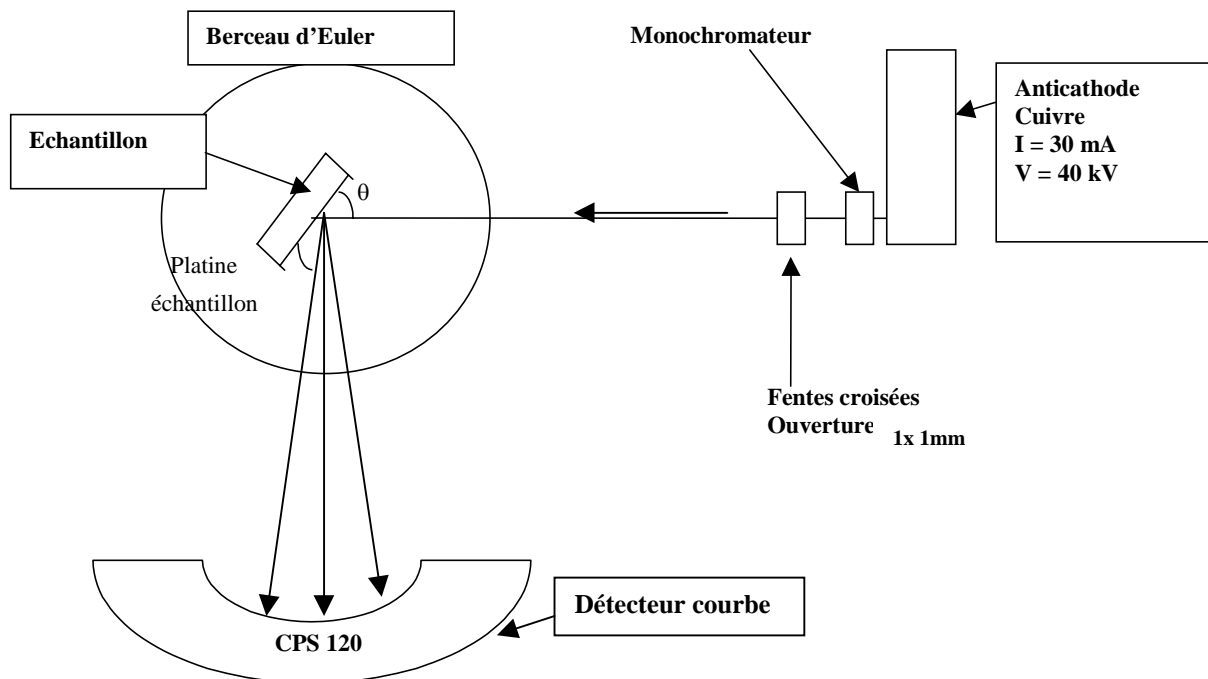


Figure F6 : Dispositif expérimental pour l'acquisition des figures de pôles

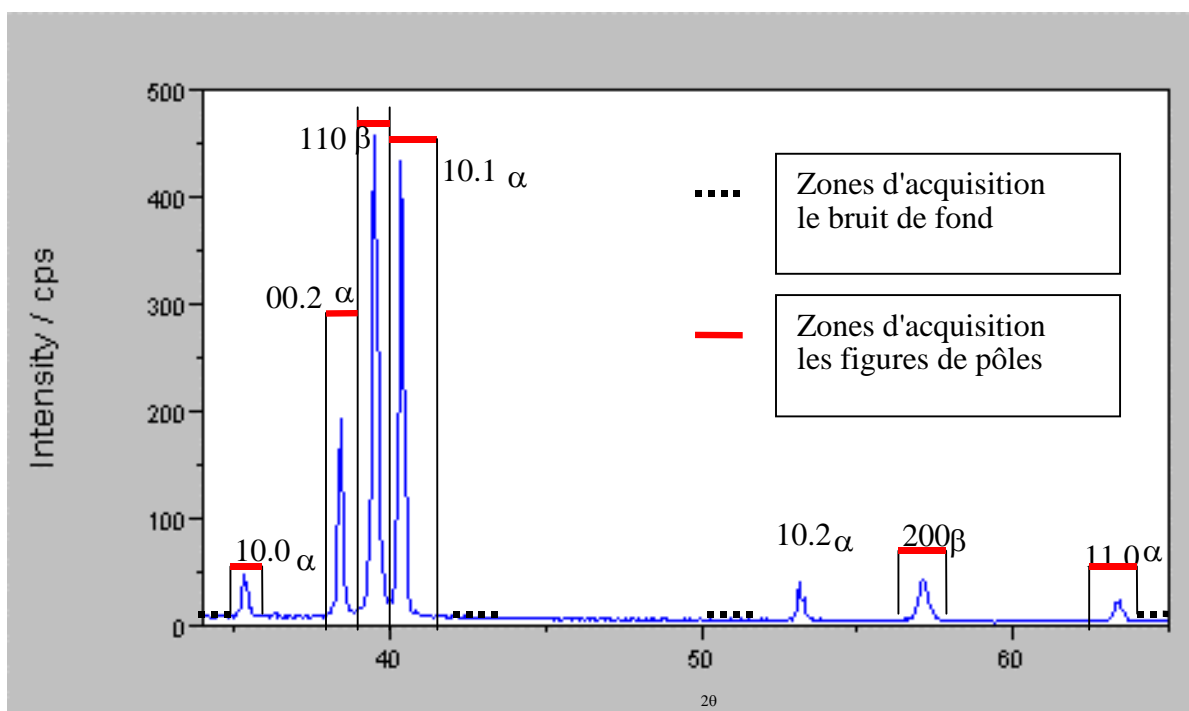


Figure F7: Choix des plans {hkl}

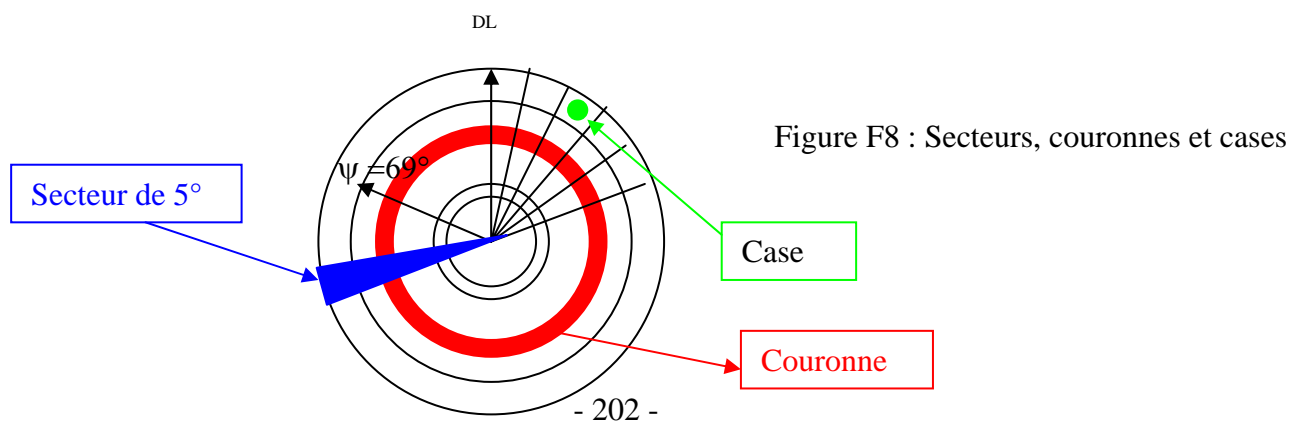
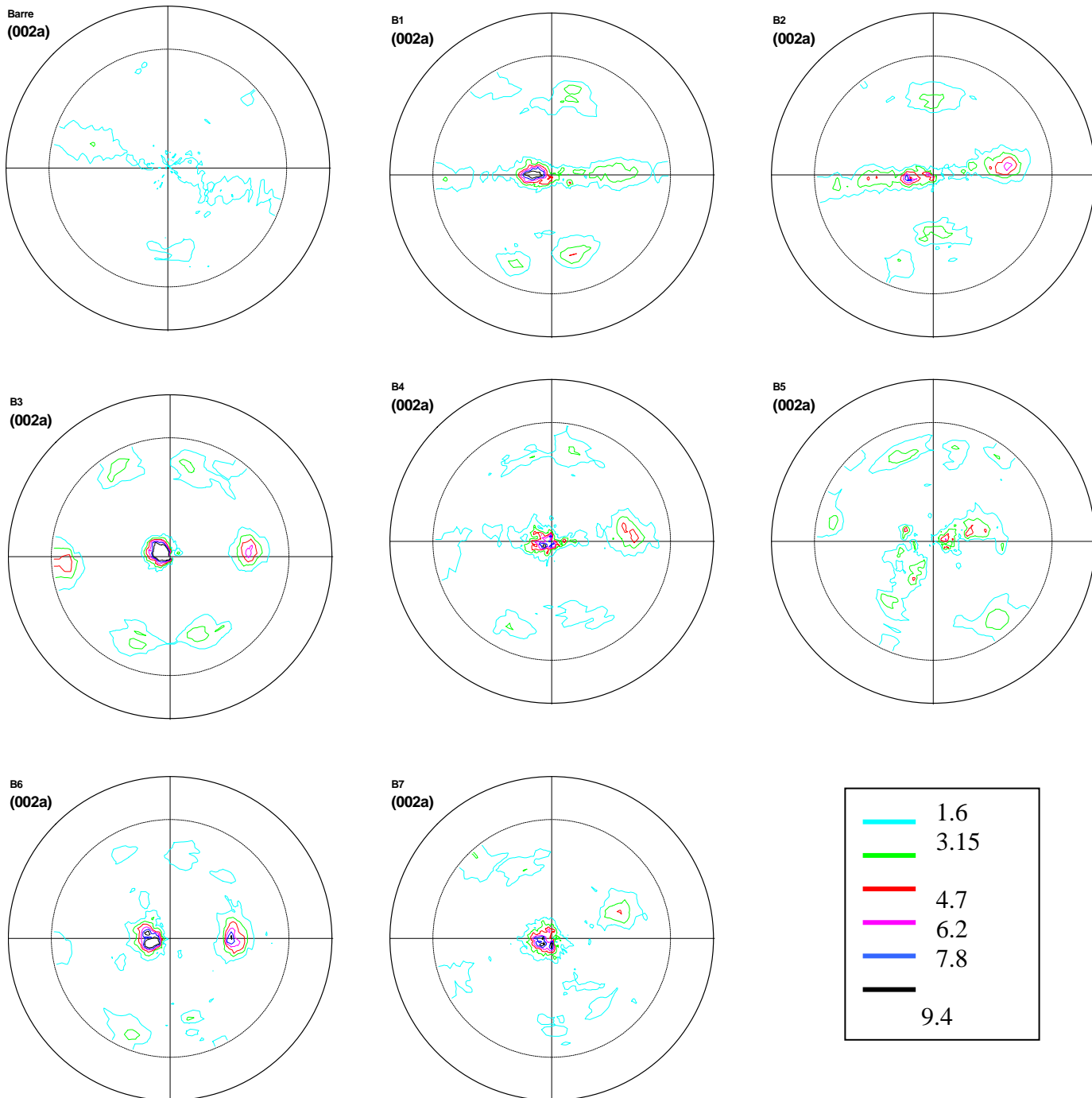


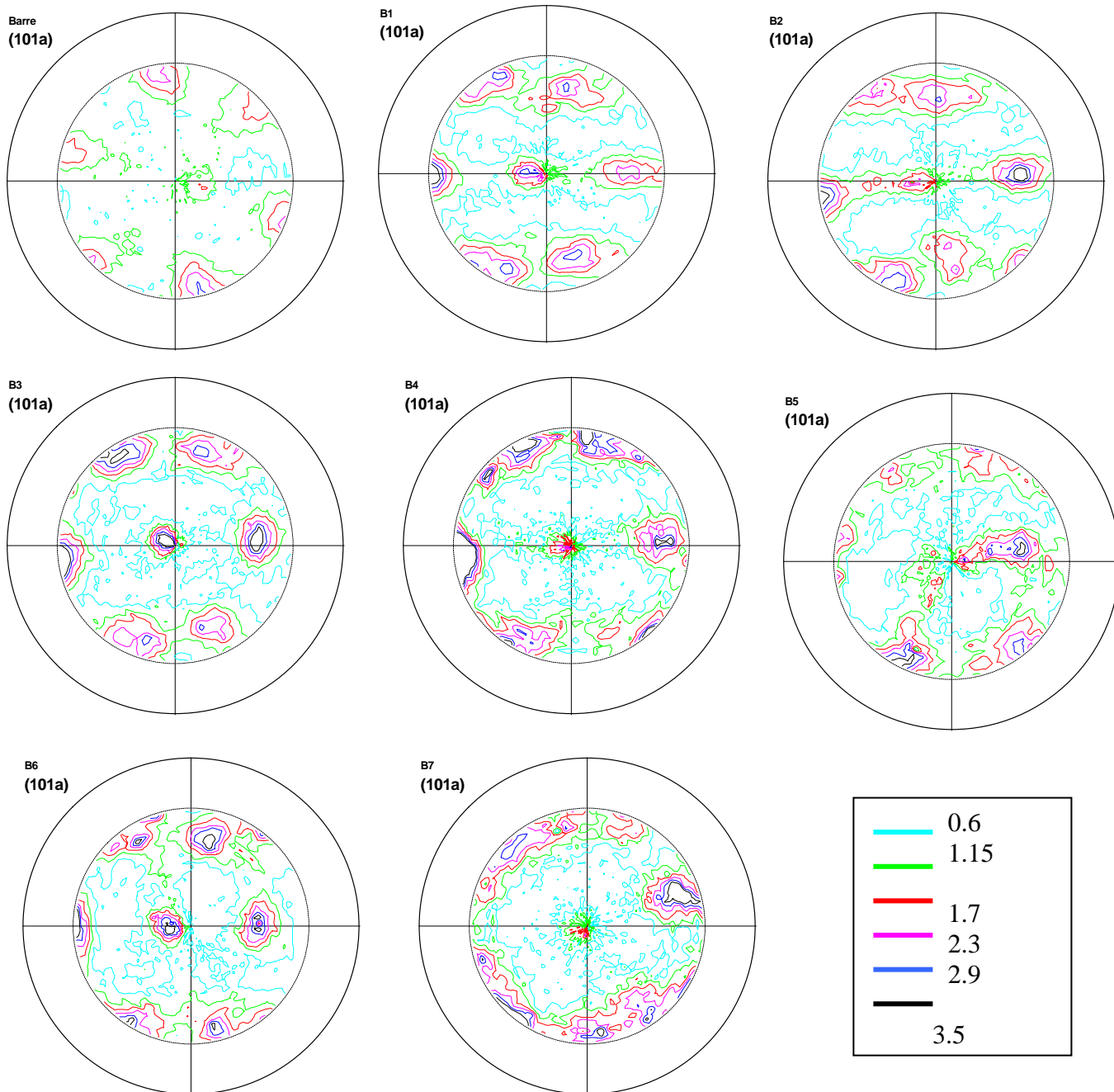
Figure F8 : Secteurs, couronnes et cases

4) Résultats

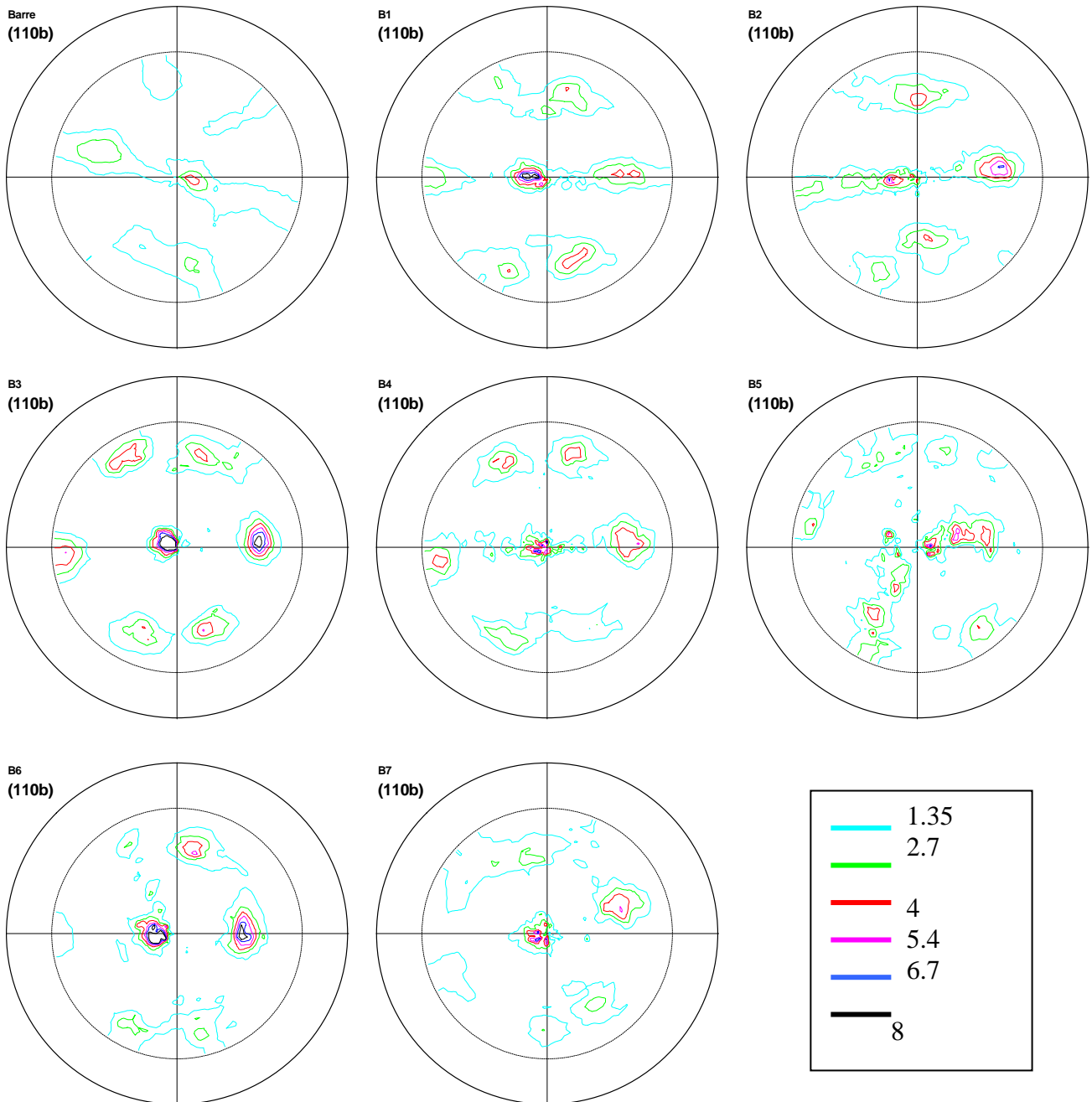
Figures de pôles de la famille de plans {0002} de la phase α



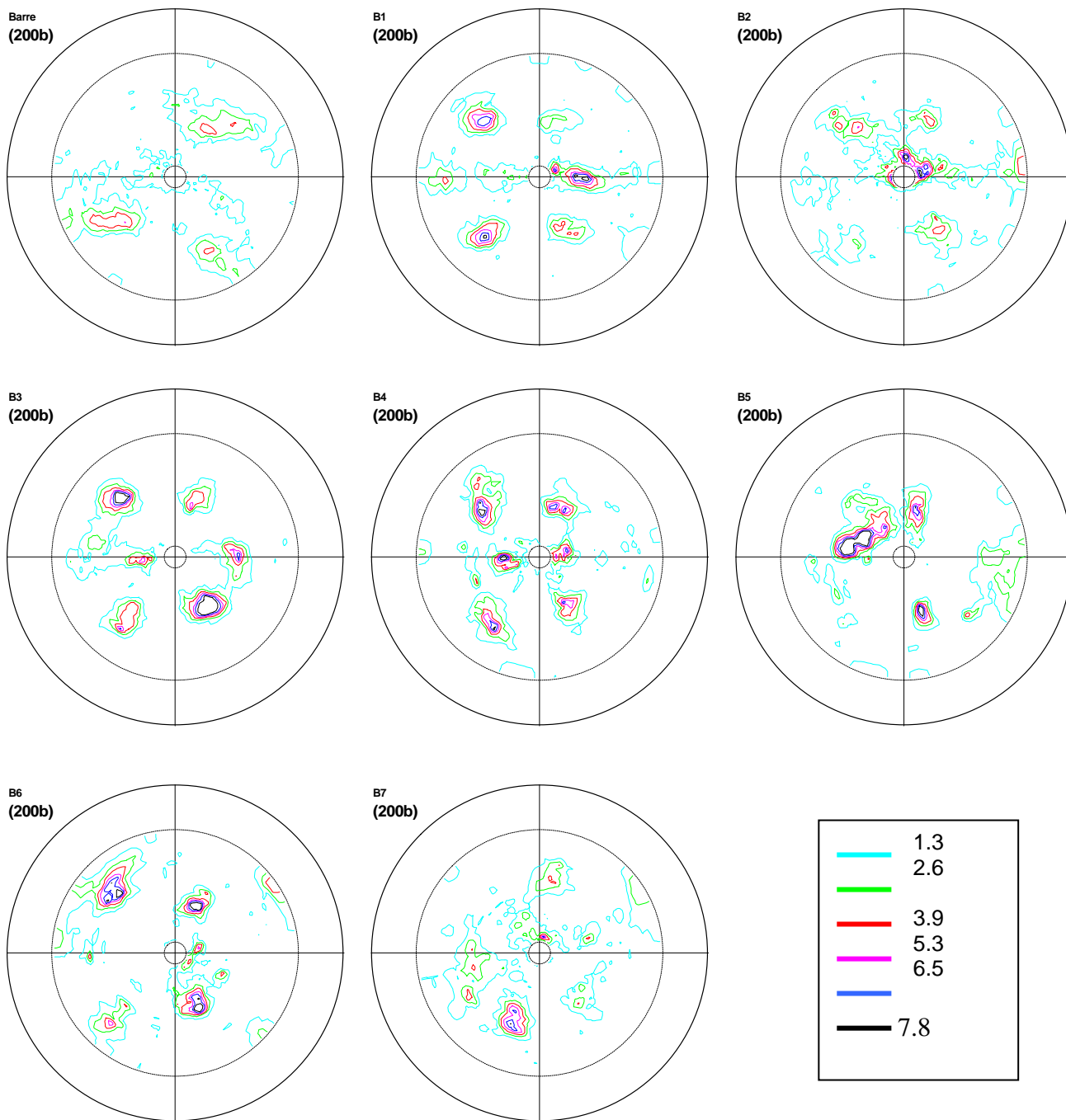
Figures de pôles de la famille de plans {10.1} de la phase α



Figures de pôles de la famille de plans {110} de la phase β



Figures de pôles de la famille de plans {200} de la phase β



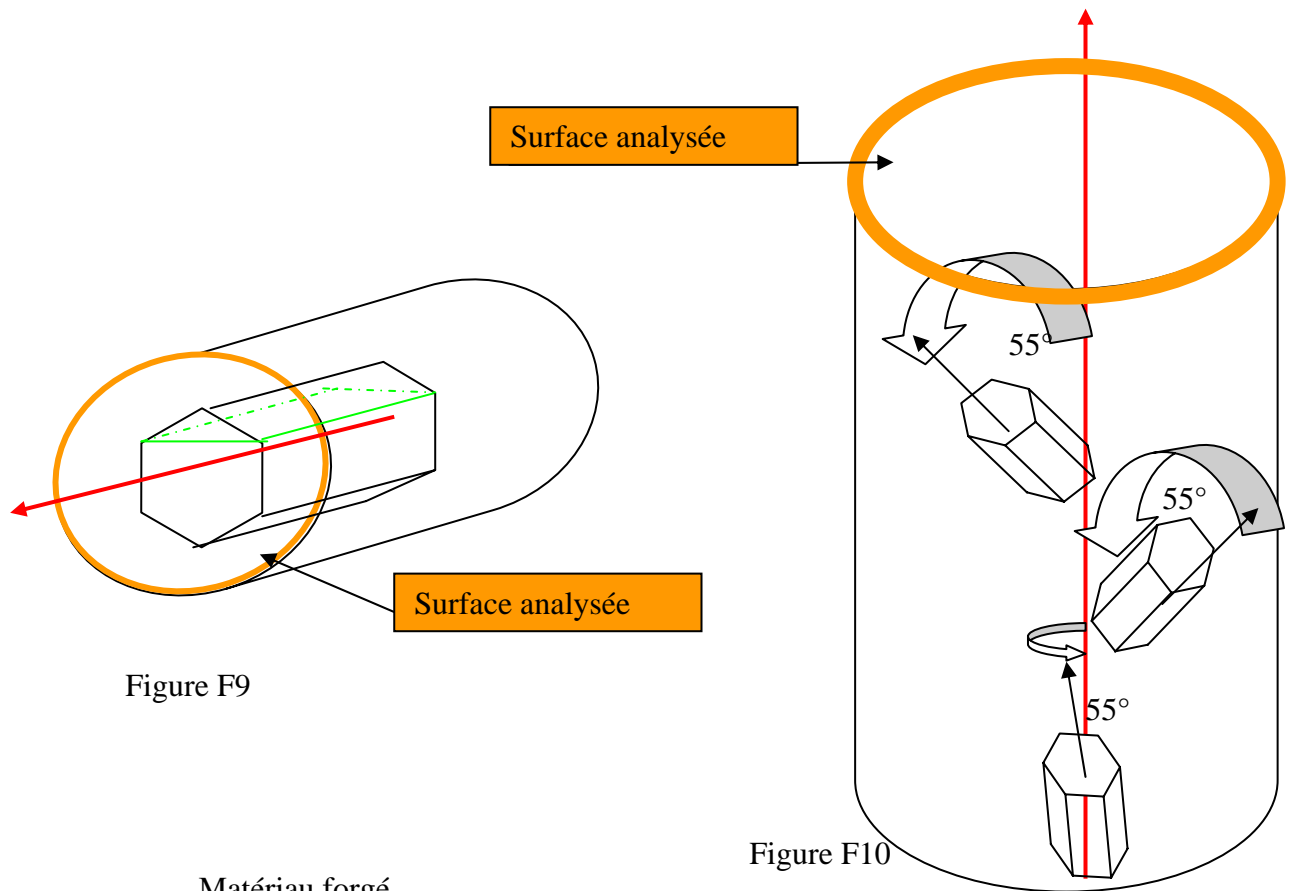
5) Interprétations

Phase α

Matériau d'approvisionnement

Texture $\{0002\}\langle uv.w \rangle$ faible : L'axe \bar{c} de la maille hexagonale est parallèle à l'axe de la barre et donc suivant l'axe de compression (figure F9). Les plans $\{0002\}$ sont donc parallèles à la surface analysée (Pôles au centre légèrement décalés sur les figures de pôles $\{0002\}$). La direction est arbitraire car elle dépend du positionnement de la rondelle sur le goniomètre. Donc dans notre cas, elle est de $\langle 11 \bar{2}0 \rangle$.

Texture proche $\{10 \bar{1}1\}\langle 10 \bar{1}2 \rangle$: Les mailles hexagonales sont inclinées de 55° (figure F10) rapport à l'axe de la barre présentant des plans $\{10 \bar{1}1\}$ quasiment parallèles à la surface (Pôles au centre sur les figures de pôles $\{10 \bar{1}1\}$). On a ainsi quatre séries de mailles hexagonales. Sur le schéma, trois des quatre séries de mailles sont représentées.



Matériau forgé

Texture $\{0002\}\langle 11 \bar{2}0 \rangle$: plus forte que précédemment. Les axes \bar{c} sont maintenant orthogonaux à l'axe de compression (figure F11).

La direction dite de laminage est $\langle 11 \bar{2}0 \rangle$. Les $\{11 \bar{2}0\}$ sont perpendiculaires à l'axe de forgeage.

Texture $\{10 \bar{1}2\}$: les axes \bar{c} des mailles hexagonales sont inclinés de 40° par rapport à la normale des échantillons présentant des plans du type $\{10 \bar{1}2\}$ parallèles à la surface des échantillons (figure F12).

Ces plans sont très proches des plans $\{10 \bar{1}1\}$ ce qui explique les pôles légèrement décalés au centre des figures de pôles $\{10 \bar{1}1\}$.

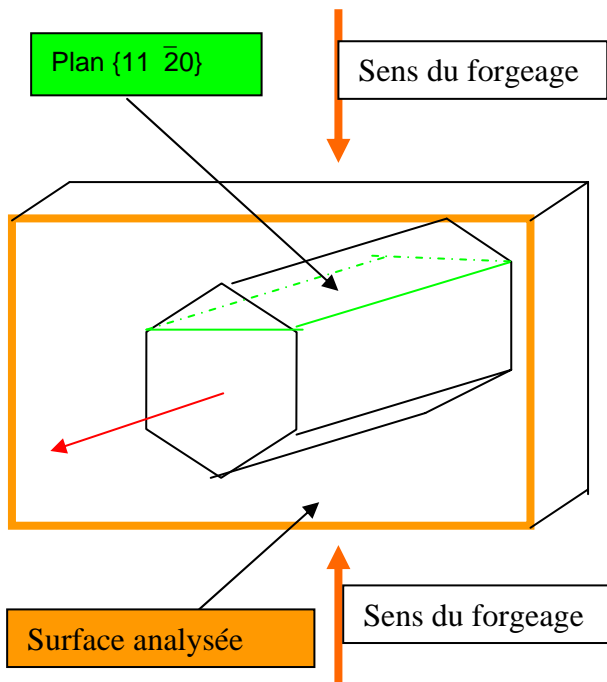


Figure F11

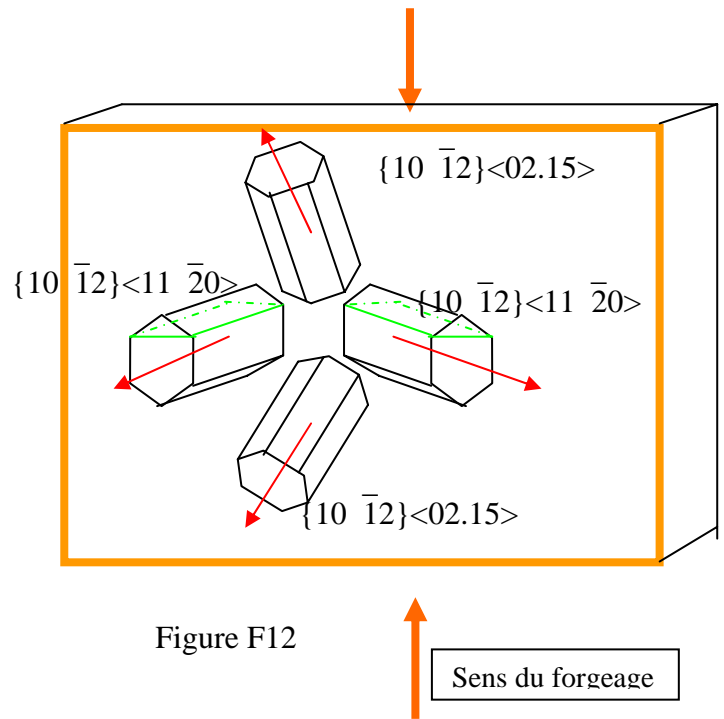
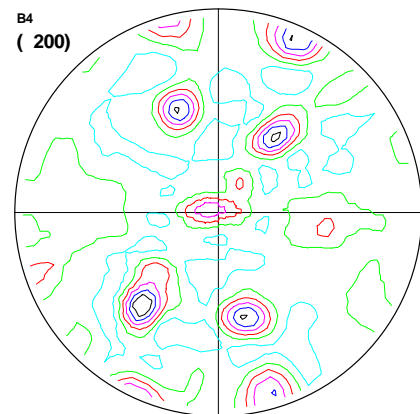
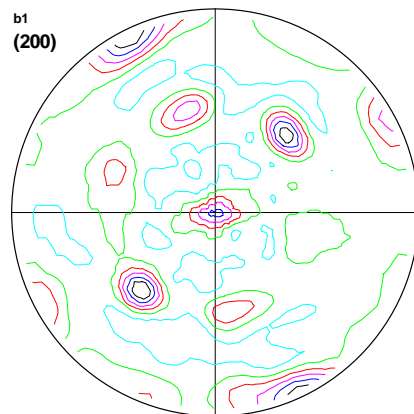
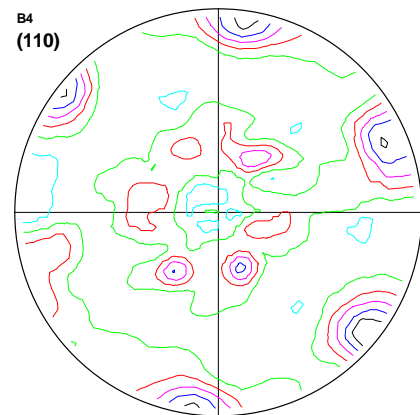
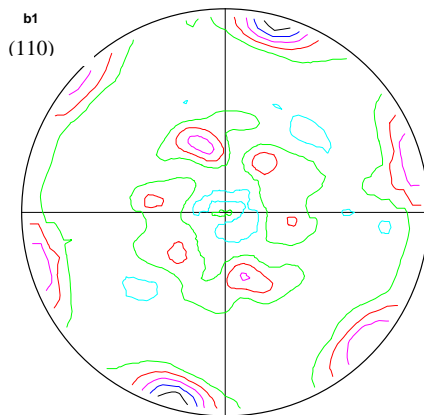


Figure F12

Phase β

Les figures de pôles des échantillons B1 et B4 ont été tournées de telle sorte que l'axe DN correspondent avec l'axe de compression. L'échelle des intensités n'est pas donnée par manque de fiabilité.



ANNEXE G

TEXTURES PAR DIFFRACTION DES NEUTRONS

Intérêt des neutrons

Des mesures de texture par DRX, et des mesures locales par EBSD, ont été menées à différents stades du traitement thermomécanique (figure G.1) :

Les résultats en O, B' et B'' ont été exploités et correspondent aux textures attendues lors du forgeage. Mais la mesure par DRX en A' est inexploitable. En effet, comme on l'a vu précédemment, une taille de grains moyenne de 300 μm avec parfois des amas atteignant le millimètre ne permet pas la mesure de texture par DRX, même avec une large ouverture de faisceau qui s'accompagne de tous les problèmes géométriques inhérents à cet élargissement. De surcroît, la profondeur de pénétration étant petite (15 μm maximum), le volume de matière analysé est faible et donc pose le problème de la représentativité de la mesure.

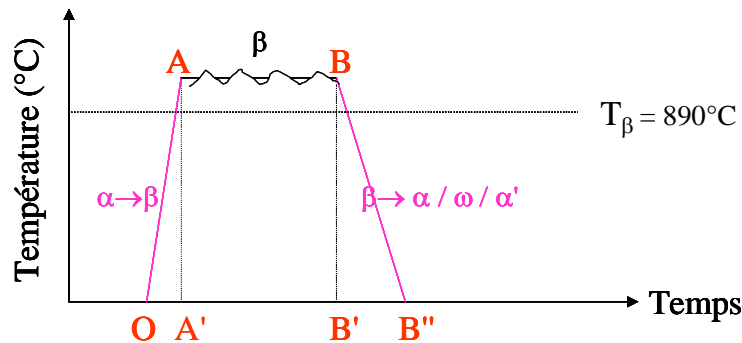


Figure G.1 : Schéma du cycle thermomécanique indiquant les différents états étudiés

Remarque : la détermination de la texture cristallographique en A' est d'autant plus importante, que pour simuler des changements de trajets, nous avons dû créer un agrégat 3D par acquisitions de multiples et successives (après polissage) plages en EBSD. La validation de la représentativité de la texture ainsi obtenue avec celle déterminée par diffraction des neutrons était nécessaire.

La méthode de diffraction des neutrons permet de faire non plus une analyse de texture en surface (EBSD) mais en volume, quantifiant ainsi la texture sur un volume de 1 cm^3 au lieu de 1 mm^3 par DRX et s'affranchissant ainsi du problème des gros grains.

Présentation de la technique expérimentale

Le LLB est un laboratoire national mixte CEA-CNRS qui en marge de ces activités propres de recherche, accueille et assiste les expérimentateurs qui souhaitent utiliser l'un des 25 instruments utilisant les neutrons produits par le réacteur Orphée.

C'est un de ces instruments, le 6T1 que nous avons utilisé. Le principe de la méthode, comme en DRX, est d'obtenir des figures de pôles de différents plans cristallographiques par l'intermédiaire de l'intensité diffractée par les plans {hkl} mis en position de diffraction.

Un monochromateur de cuivre a été utilisé permettant ainsi de sélectionner la longueur d'onde de 0,1158 nanomètre. Le faisceau incident peut être collimaté avec une divergence horizontale de 55', 15' ou 10' selon les besoins.

Le compteur est de type 3He devant lequel sont fixés des fentes verticales et horizontales réglables. Il est également possible d'utiliser des fentes de Soller.

Le tableau ci-dessous illustre la capacité d'analyse des neutrons.

| | Neutrons | Rayons X | |
|---|----------|----------|------------------|
| Coefficient d'absorption linéaire (cm ⁻¹) | 0.407 | 125.76 | |
| Épaisseurs d'Al ₂ O ₃ (cm) | 1 | 1 | 10 ⁻² |
| Taux de transmission (%) | 66.5 | 0 | 28 |

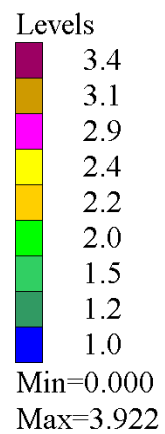
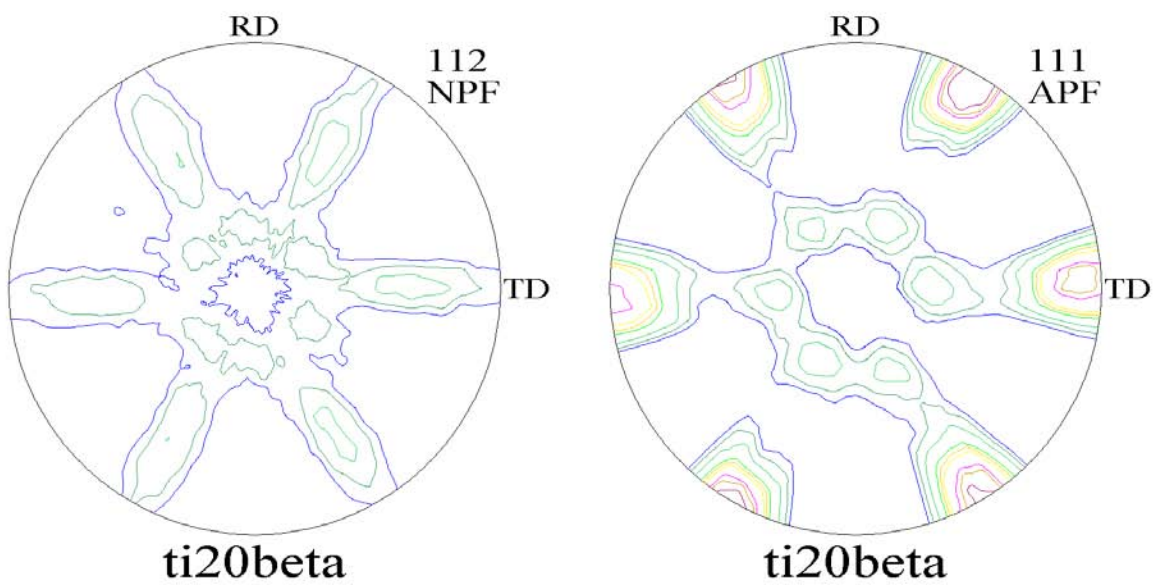
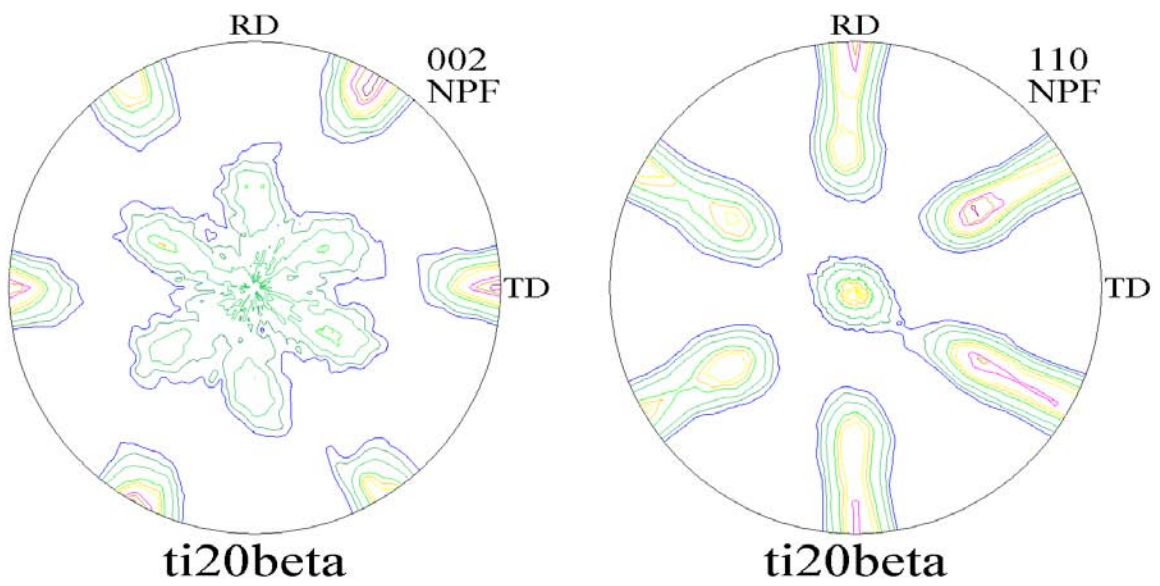
Dans le cadre de notre étude, plusieurs échantillons, présentés dans le tableau ci-dessous, ont été analysés.

| Référence échantillon | Traitement subi | Taille échantillon analysé | Phases analysées |
|-----------------------|---|--|------------------|
| Ti20 | Échantillon brut | 20*20*12 mm ³ | $\alpha + \beta$ |
| Ti20th | Ti20 + 30 min à T > T _{β} + trempe eau | 20*20*11 mm ³ | β |
| Ti23 | Échantillon brut | 20*20*12 mm ³ | β |
| Ti23th | Ti23 + 1h à T > T _{β} + trempe eau | 20*20*11 mm ³ | β |
| Ti16th | 20 min à T > T _{β} puis trempe eau | 20*20*12 mm ³ | β |
| Ti29 | Échantillon forgé dans le domaine β puis trempé eau | 15*15*8 mm ³ | β |
| Z21 | 1 heure à T > T _{β} il y a presque 1 an | 3.14*10 ² *13 mm ³ | β |
| Tidef | 1h à 1100°C + trempe eau + 1h à 500°C et refroidissement lent | 20*20*10 mm ³ | β |

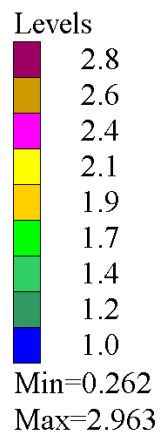
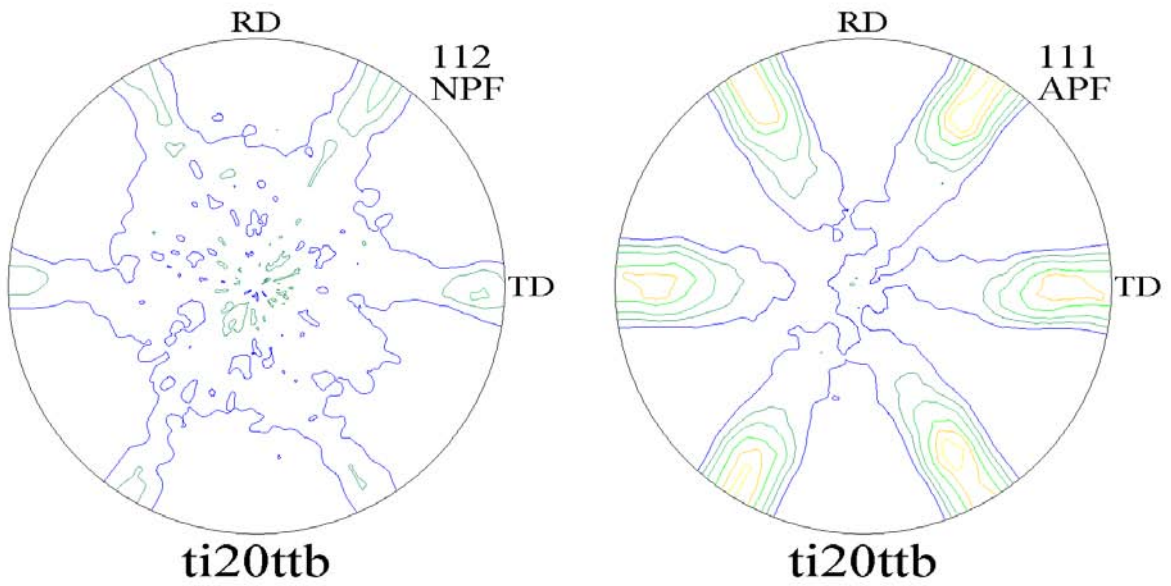
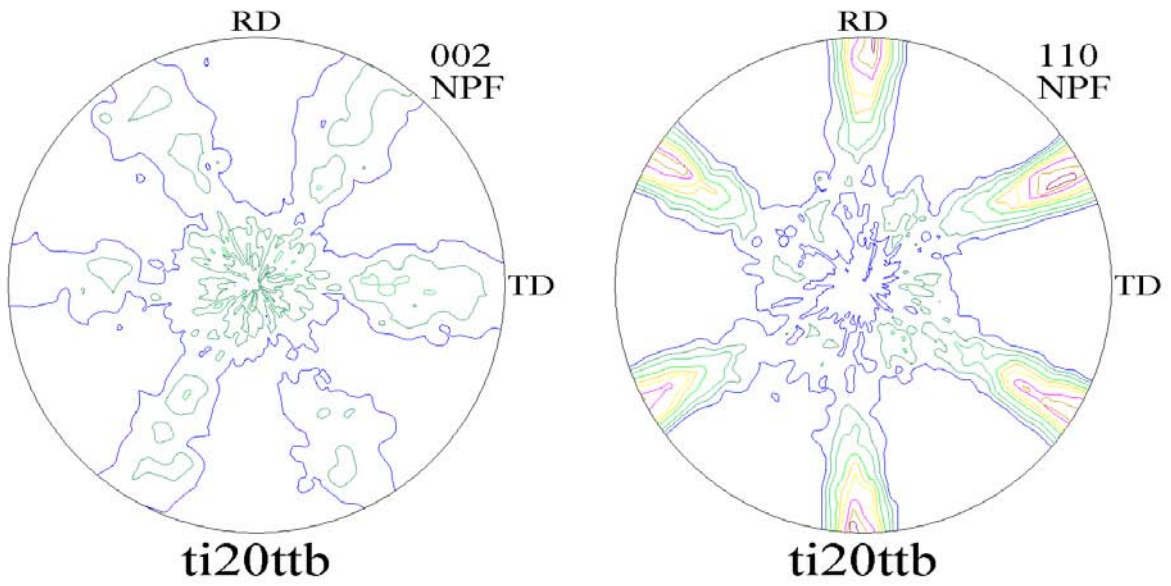
Les figures de pôles acquises pour chaque échantillon, c'est-à-dire les figures des pôles {200}, {110} et {112}, et la figure recalculée des pôles {111} sont fournies.

Le traitement des données, afin d'obtenir les FDP et la fonction de distribution des orientations, a été fait à l'aide du logiciel Labotex[®] qui est basé sur le principe de la méthode vectorielle. Ce logiciel utilise les angles d'Euler et assure le traitement mathématique des FDP (soustraction du bruit de fond, normalisation).

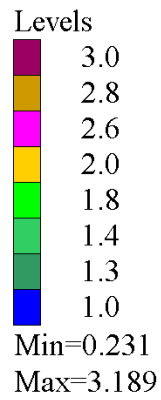
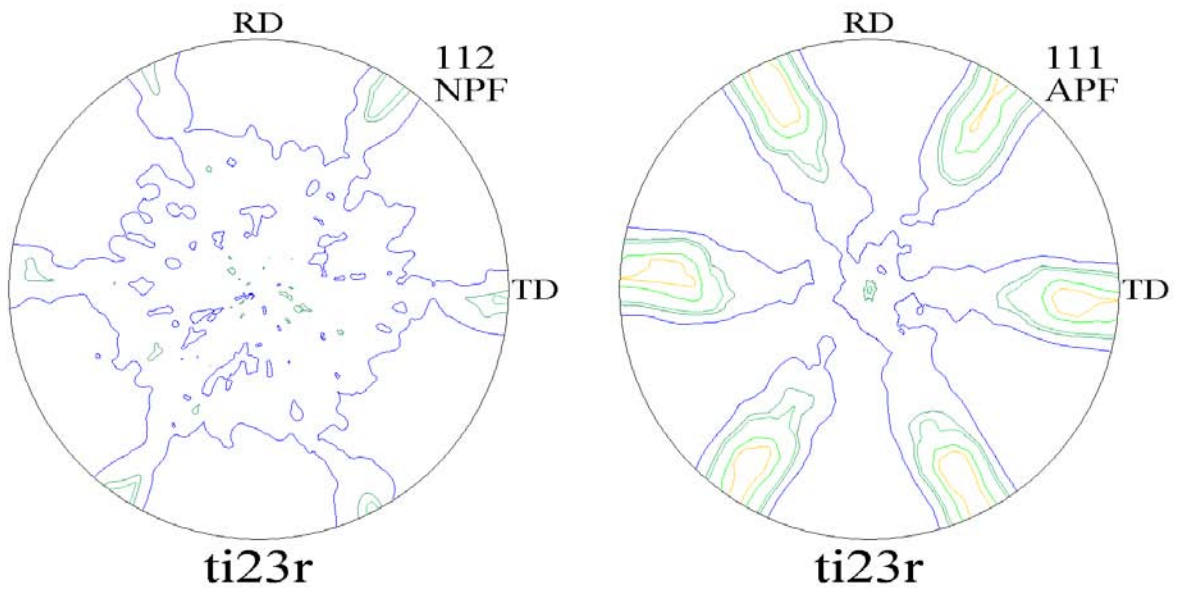
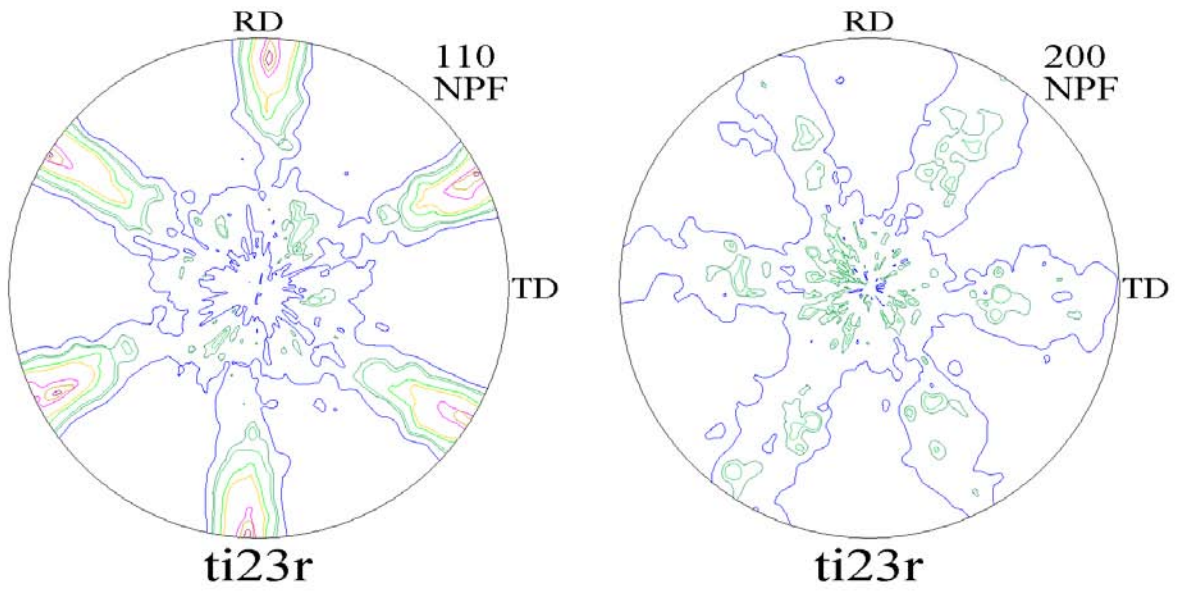
Figures de pôles de la phase β de l'échantillon Ti20



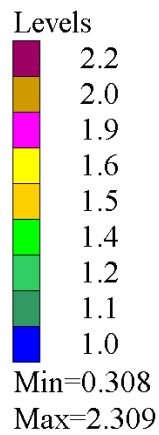
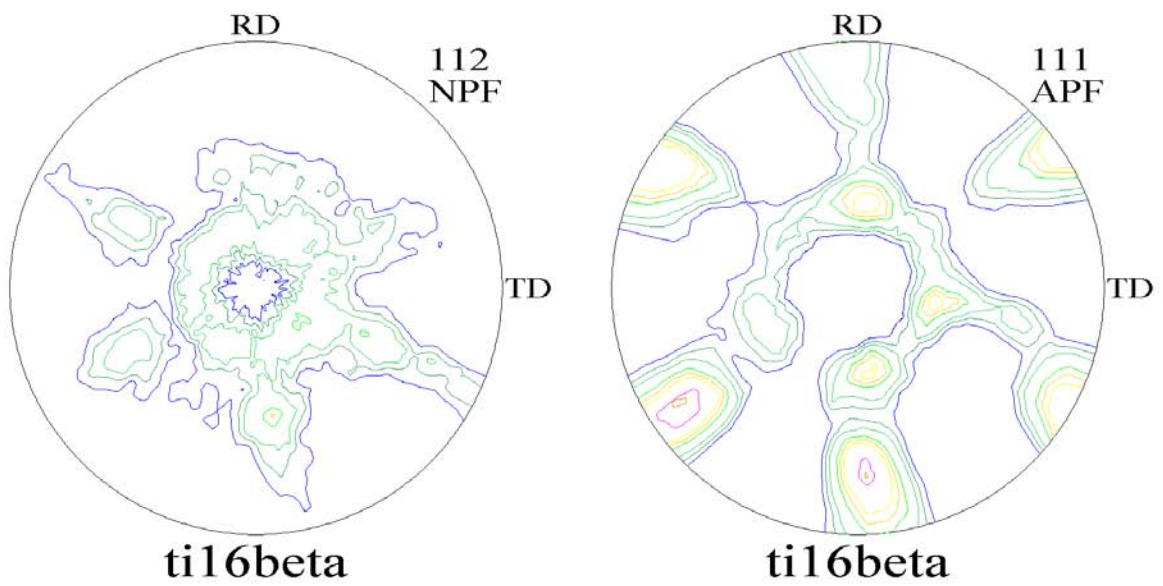
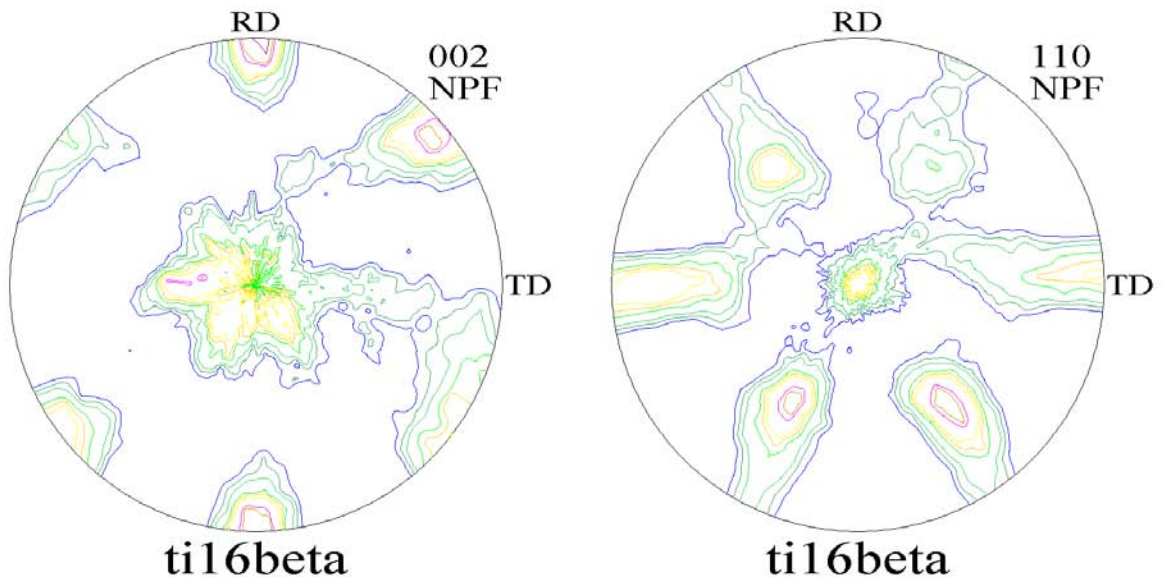
Figures de pôles de la phase β de l'échantillon Ti20ttb



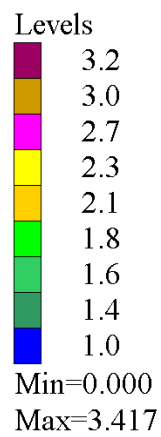
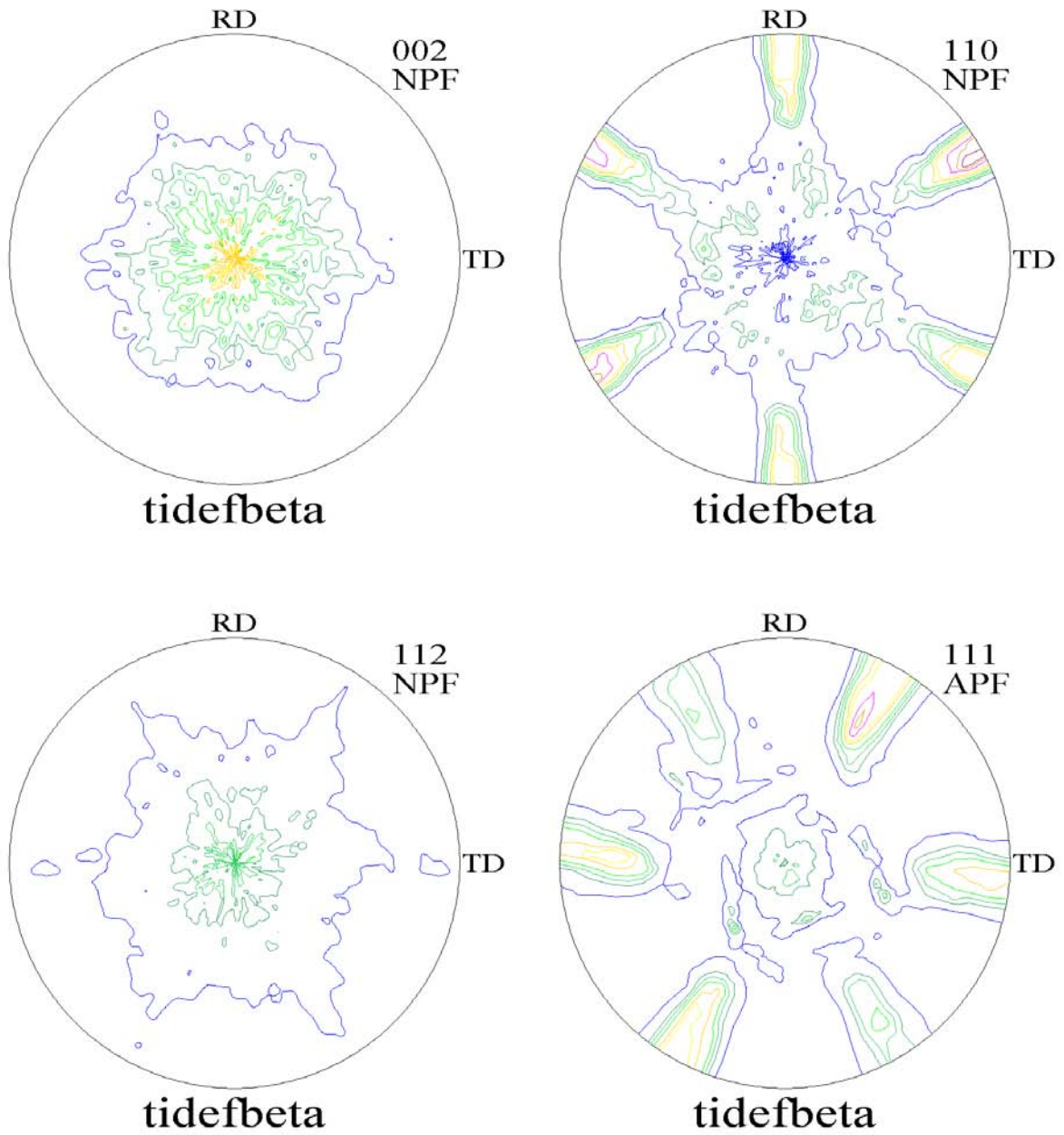
Figures de pôles de la phase β de l'échantillon Ti23th



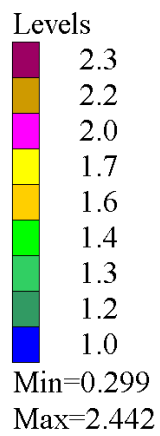
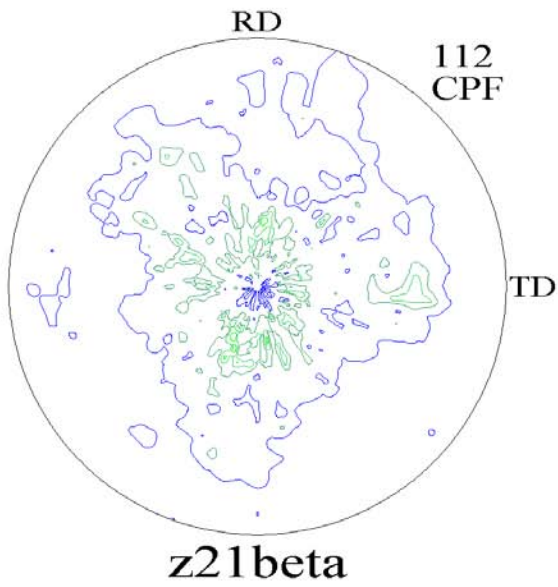
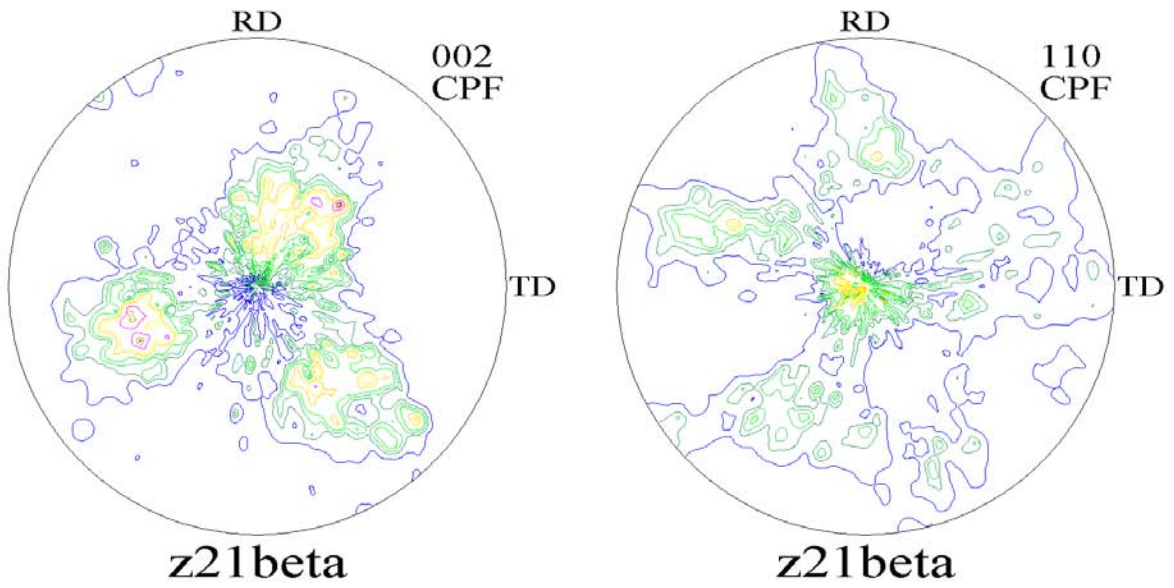
Figures de pôles de la phase β de l'échantillon Ti16



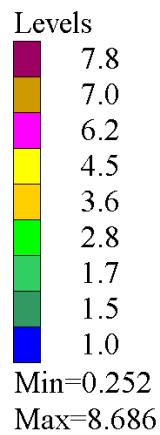
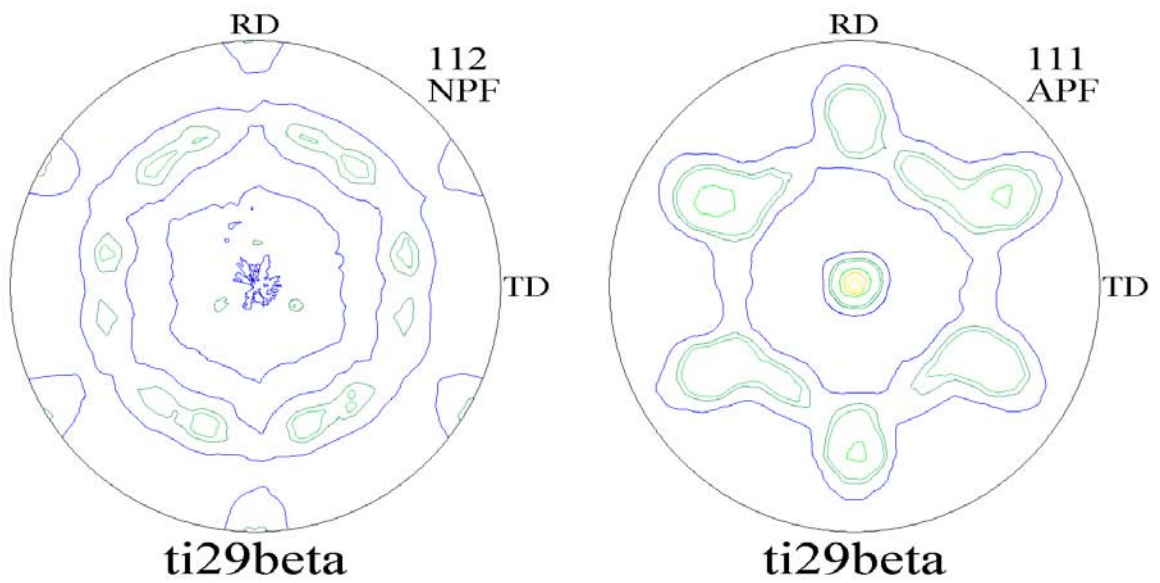
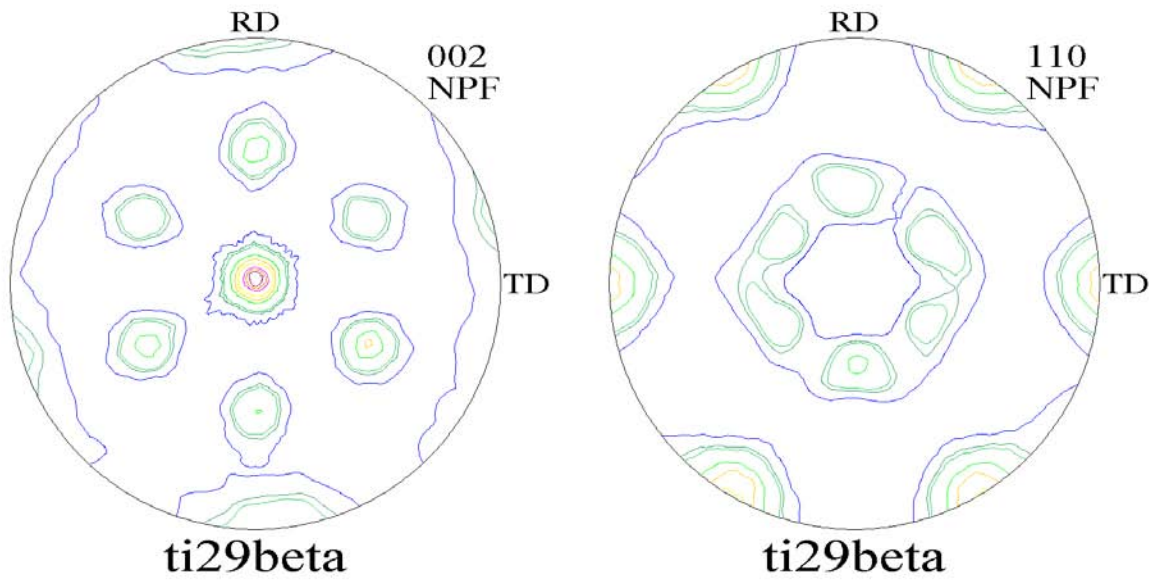
Figures de pôles de la phase β de l'échantillon Tidedf



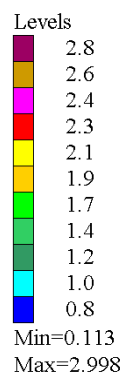
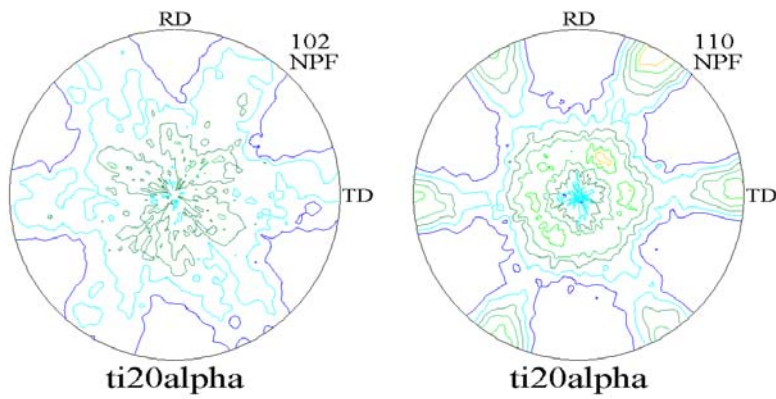
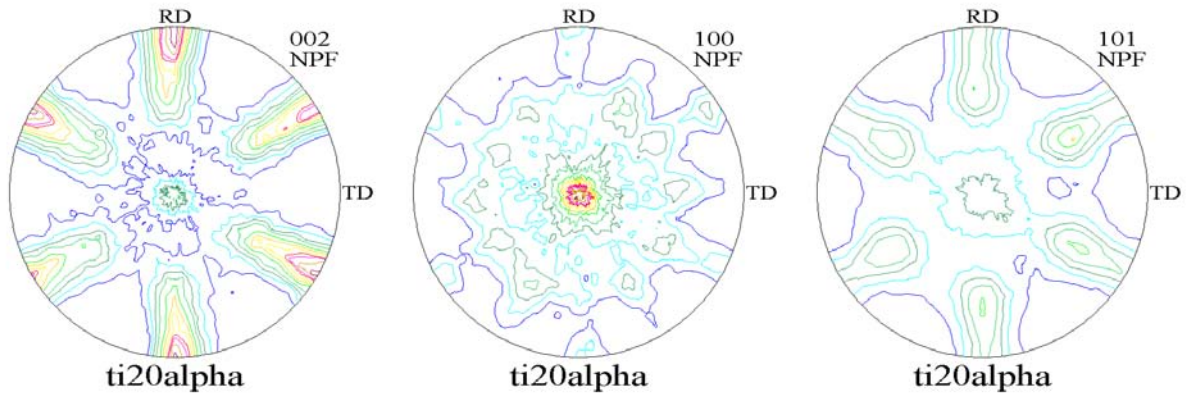
Figures de pôles de la phase β de l'échantillon Z21



Figures de pôles de la phase β de l'échantillon Ti29



Figures de pôles de la phase α de l'échantillon Ti20



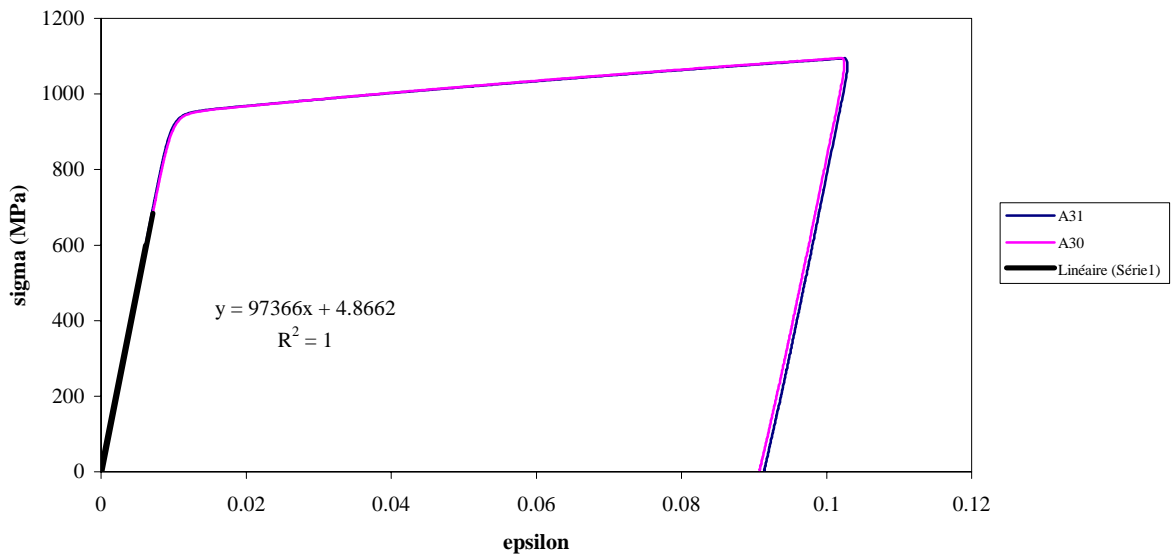
ANNEXE H

ESSAIS DE TRACTION

1) Matière d'approvisionnement

Essais de traction suivant l'axe long de la billette (non conduit à rupture)

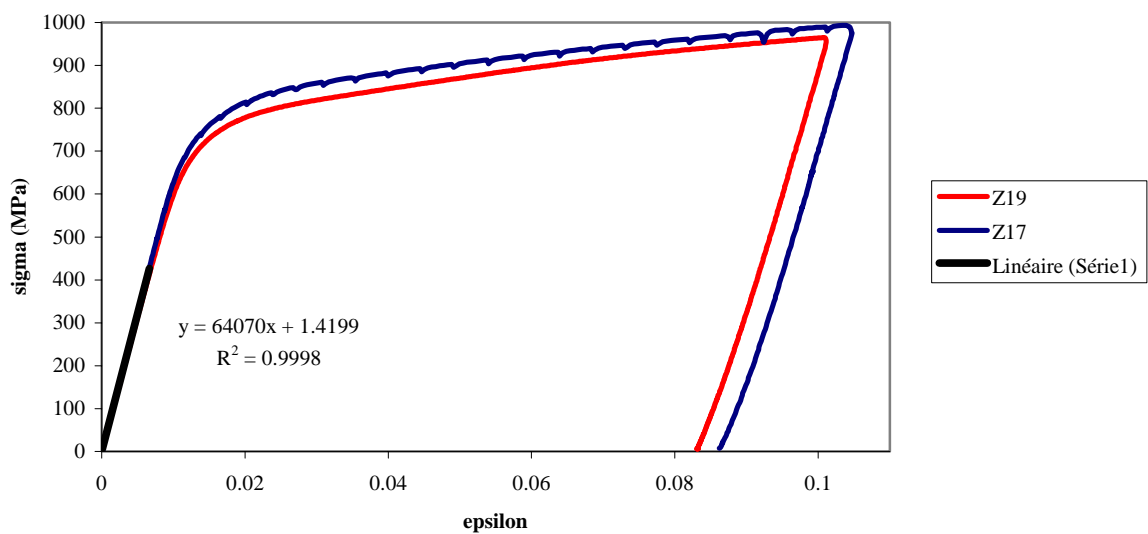
Essai de traction sur la matière d'approvisionnement à 0.5mm/min



2) Matière chauffée

Essais de traction suivant l'axe long de la billette (non conduit à rupture)

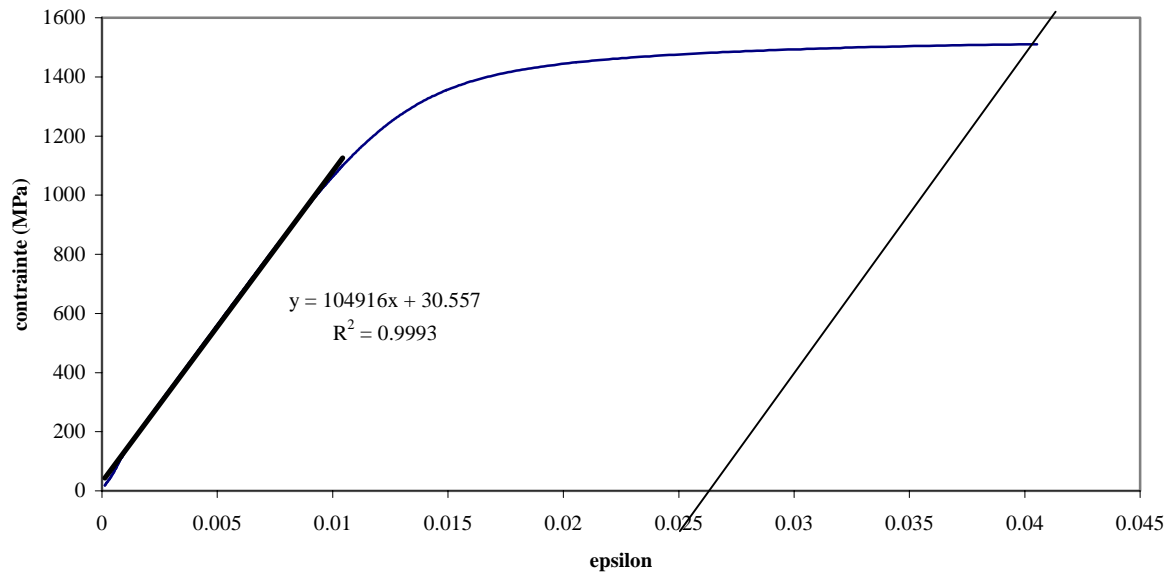
Essai de traction sur Z17 à 0.5 mm/min



3) Matière forgée

Cette éprouvette a été conduite à rupture.

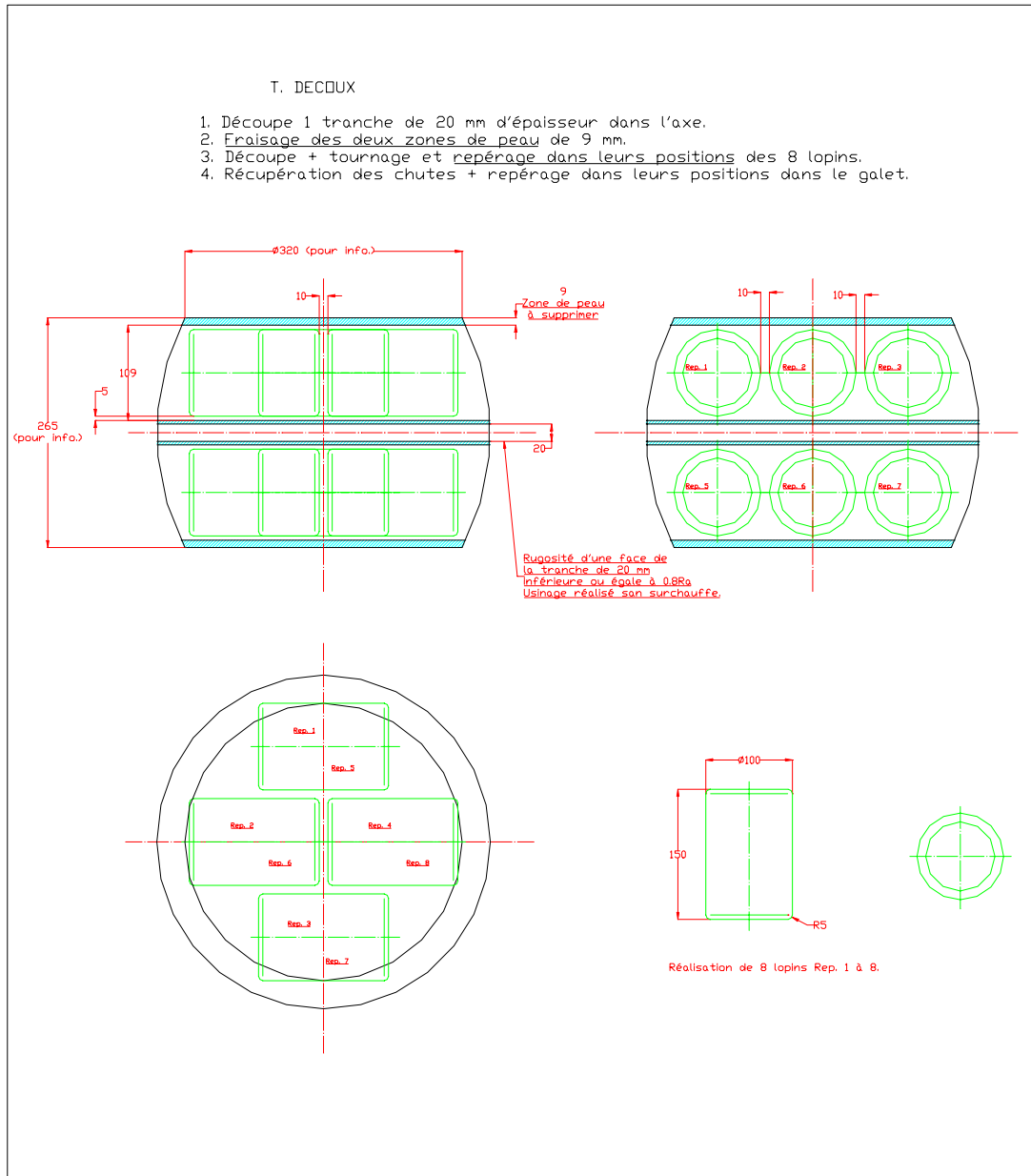
Essai de traction sur B11 à 0.5mm/min



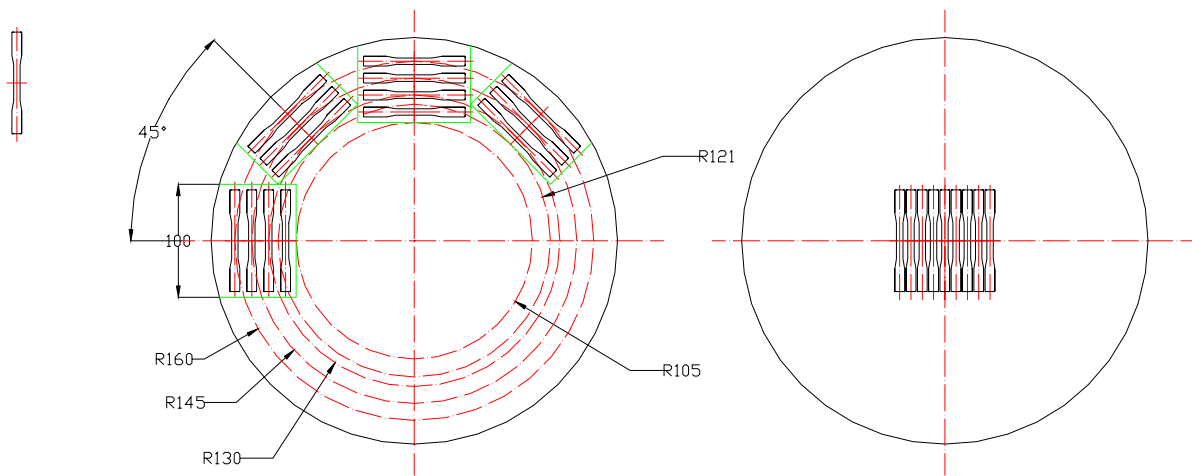
ANNEXE I

PLANS DE DÉCOUPE

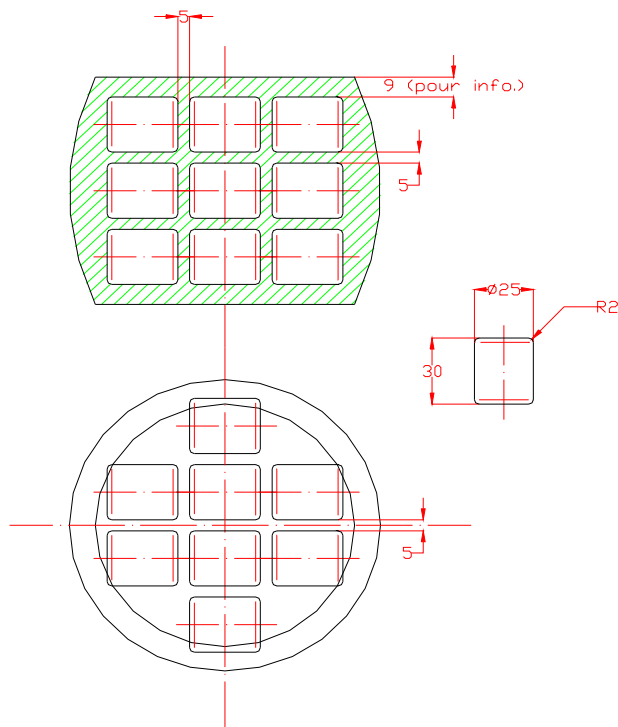
1) Plans de découpe du lopin ($\phi=260\text{mm}$, $h=530\text{mm}$ avant forgeage)



Prélèvement dans la tranche centrale des éprouvettes plates de fatigue :



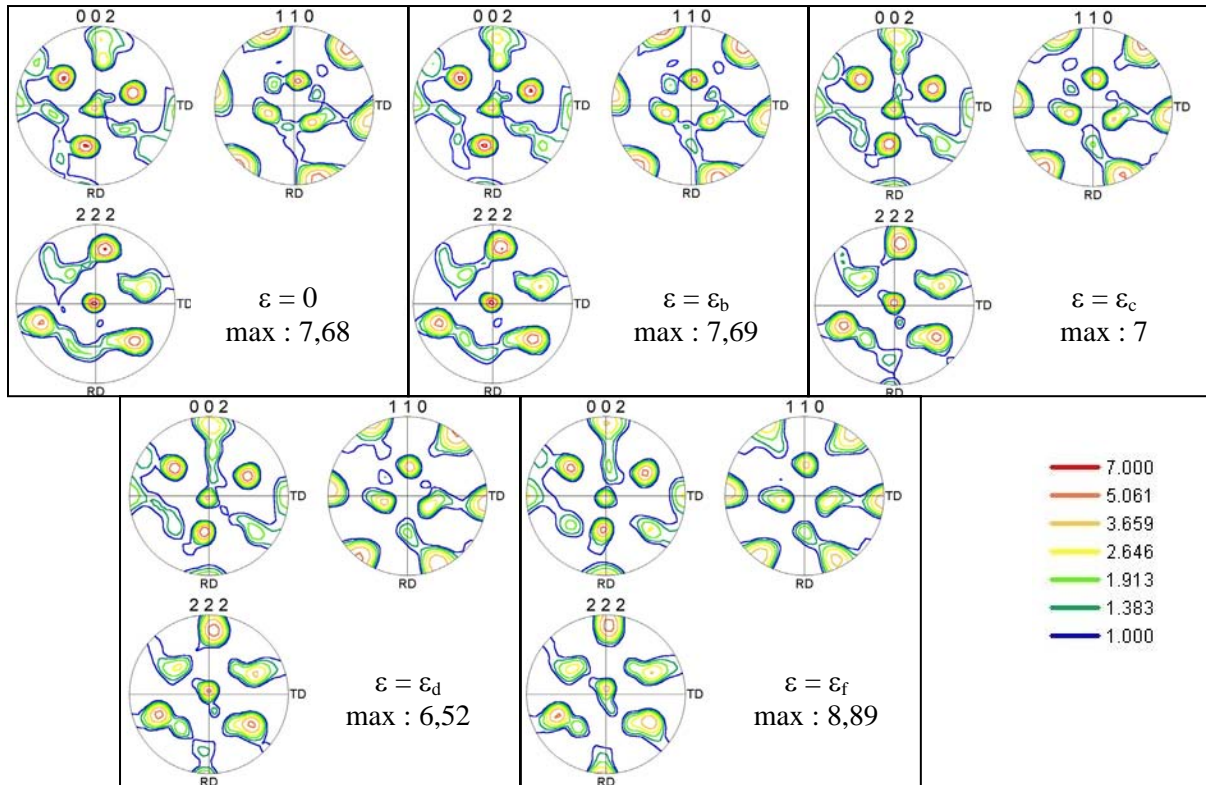
2) Plans de découpe du lopin ($\phi=90\text{mm}$, $h=210\text{mm}$ avant forgeage)



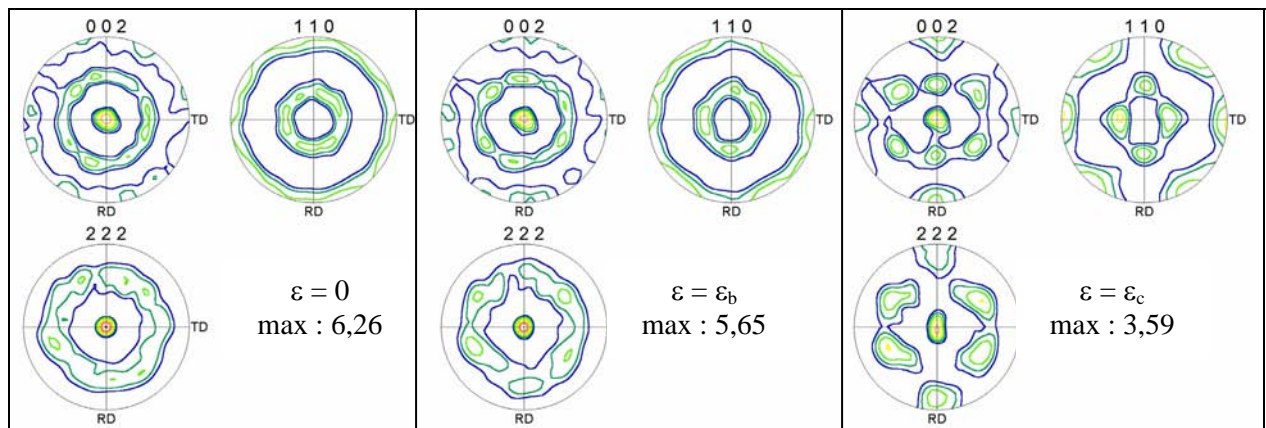
ANNEXE J

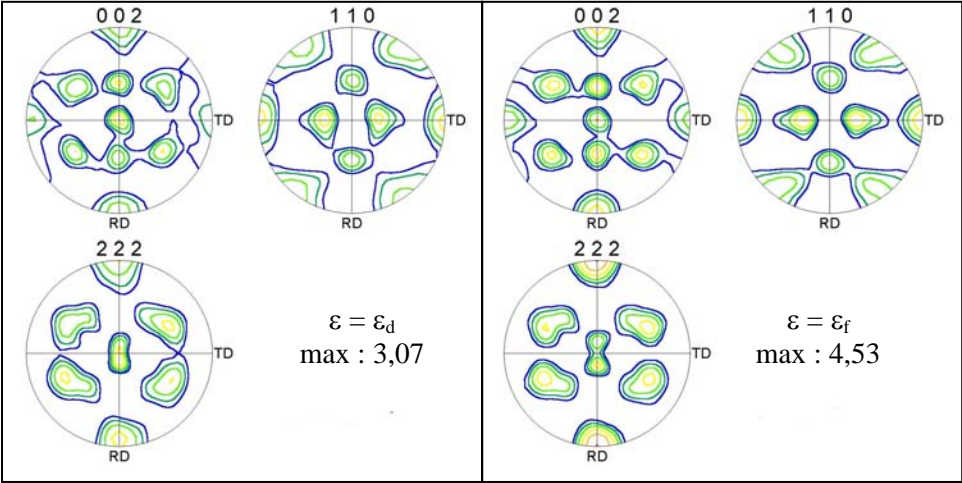
FIGURES DE PÔLES SIMULÉES DU CONTREFORGEAGE

1) Évolution de la texture lors de l'étape de contreforgeage de l'agrégat réel



2) Évolution de la texture lors de l'étape de contreforgeage de l'agrégat isotrope

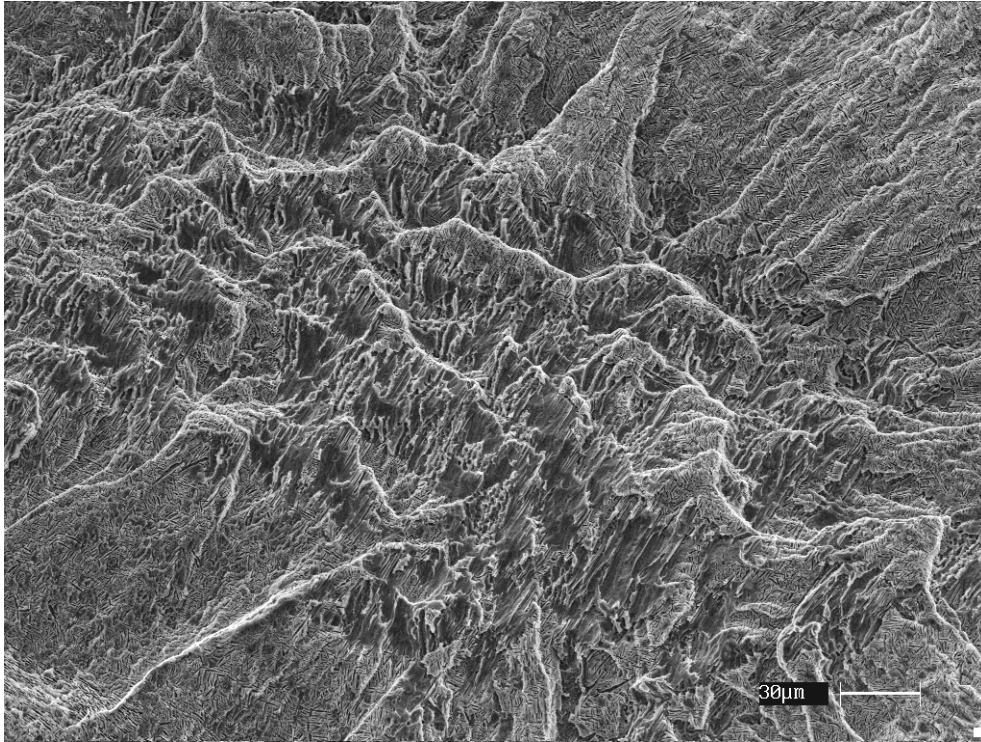




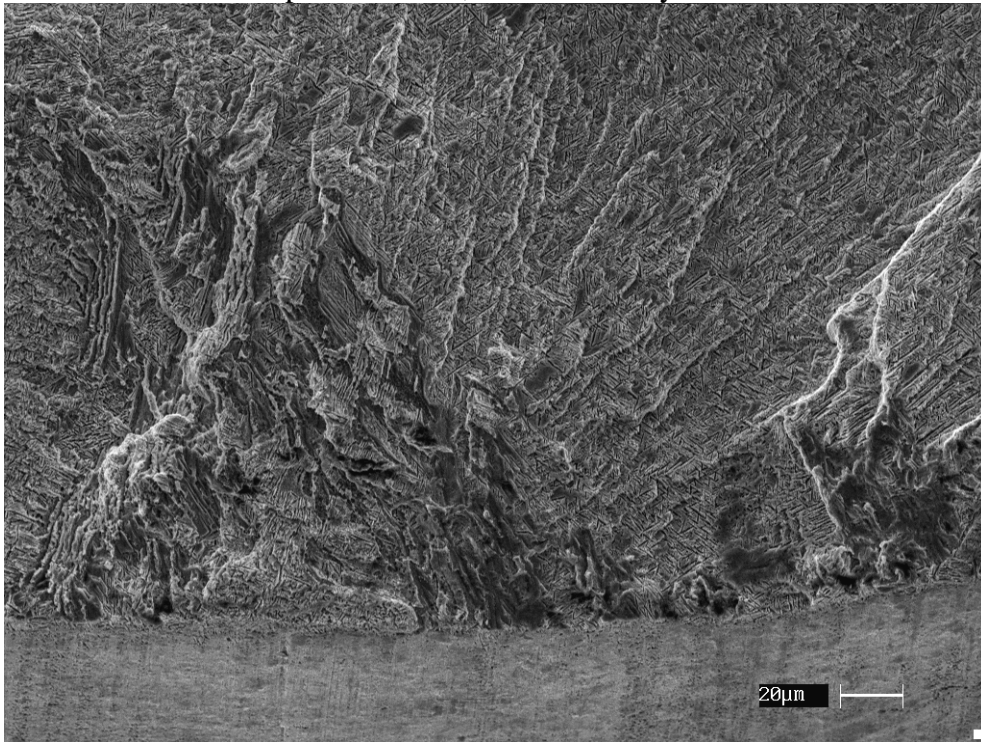
ANNEXE K

SITE D'AMORÇAGE

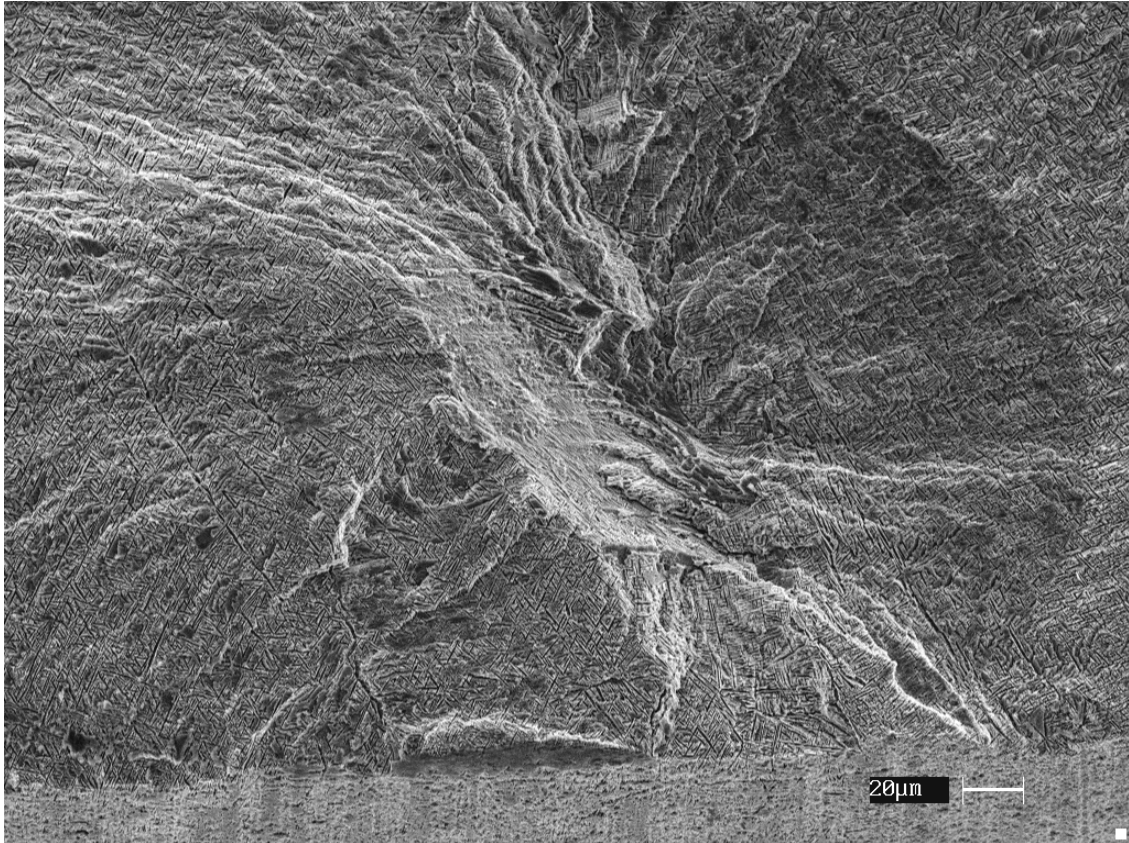
1) Éprouvettes forgées issues du disque fan



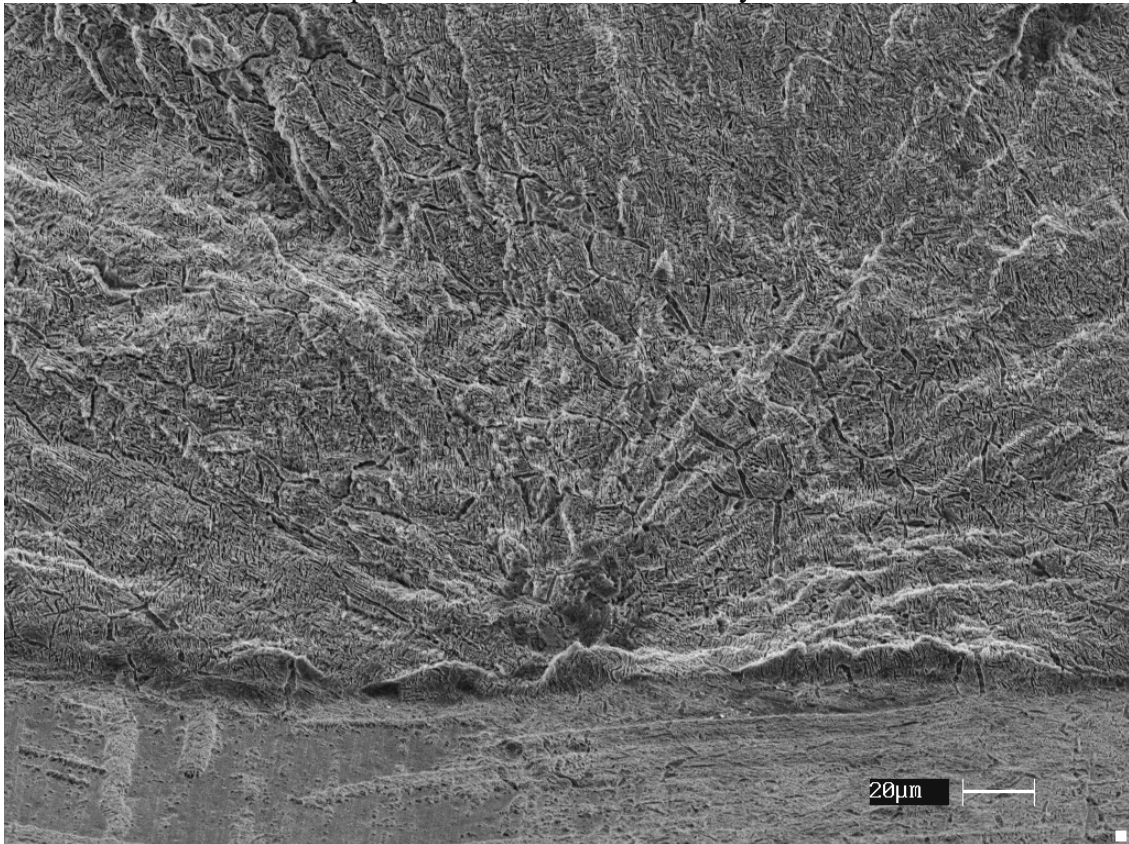
Éprouvette 1A ; $N_R = 73\,304$ cycles



Éprouvette 1B ; $N_R = 189\,797$ cycles

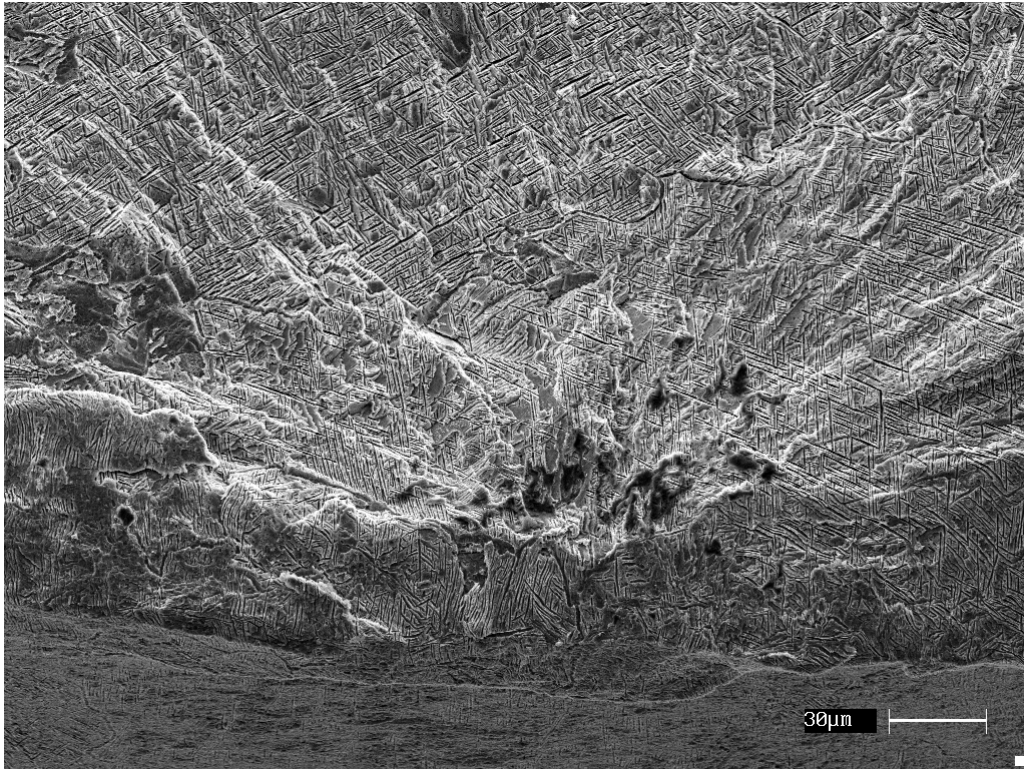


Éprouvette 4B ; $N_R = 173\,230$ cycles

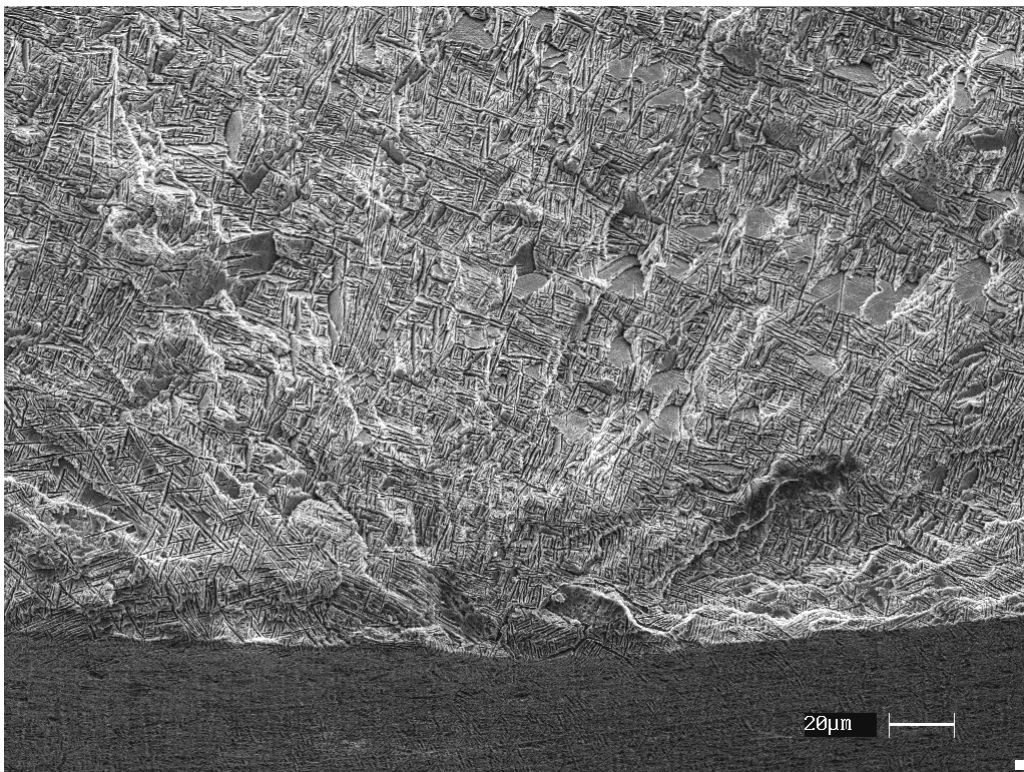


Éprouvette 5A ; $N_R = 1\,187\,456$ cycles

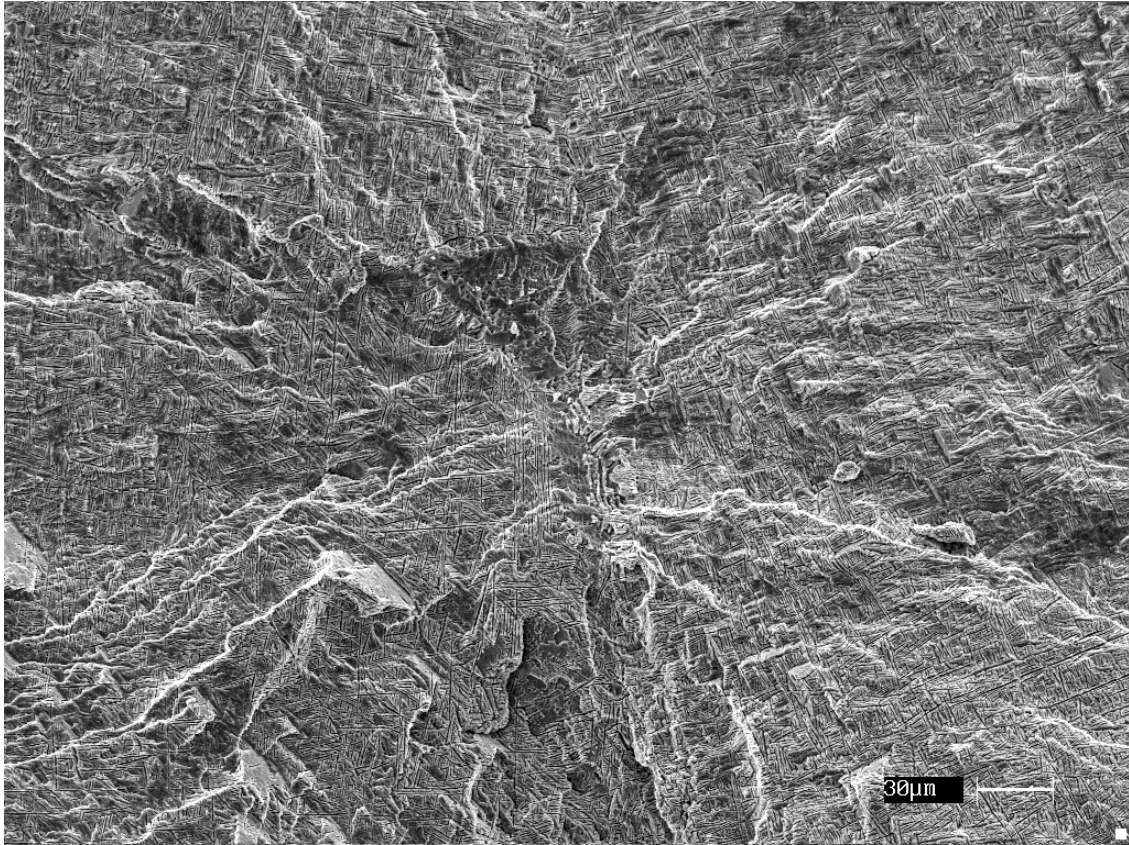
2) Éprouvettes contreforgées



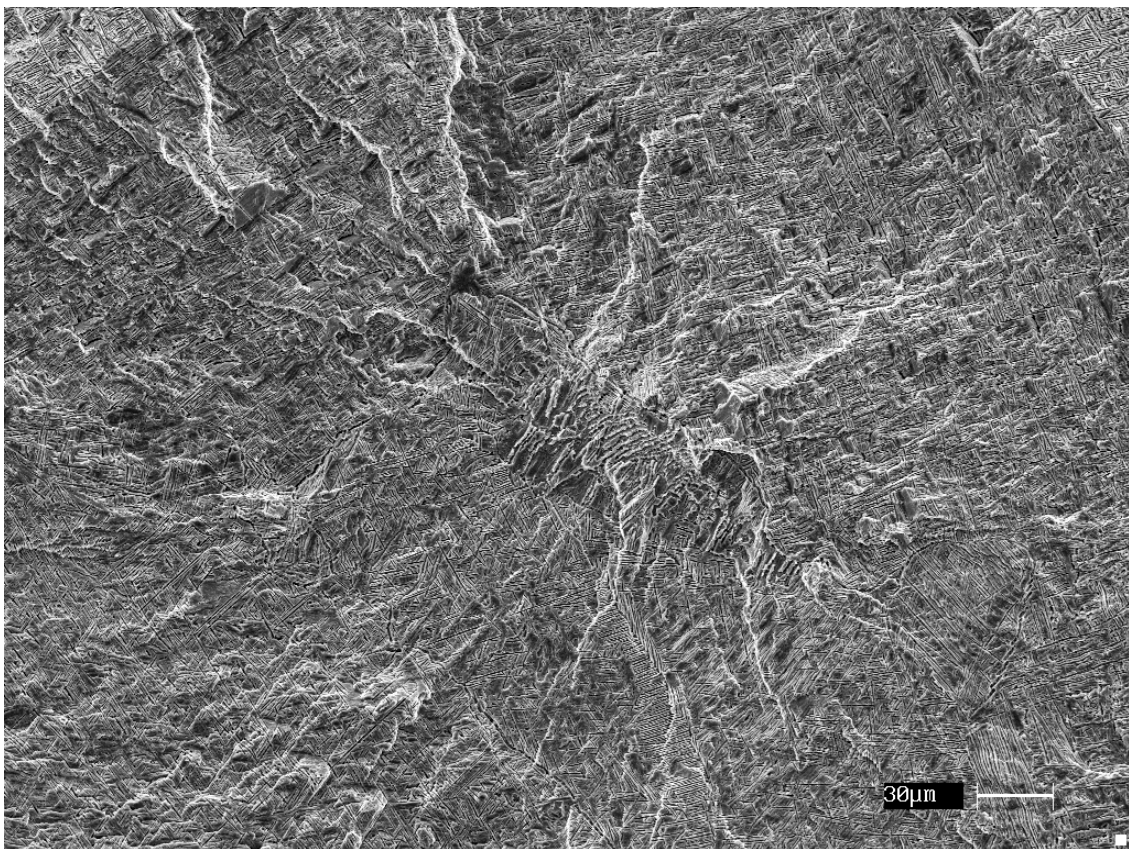
Éprouvette 1A ; $N_R = 159\,520$ cycles



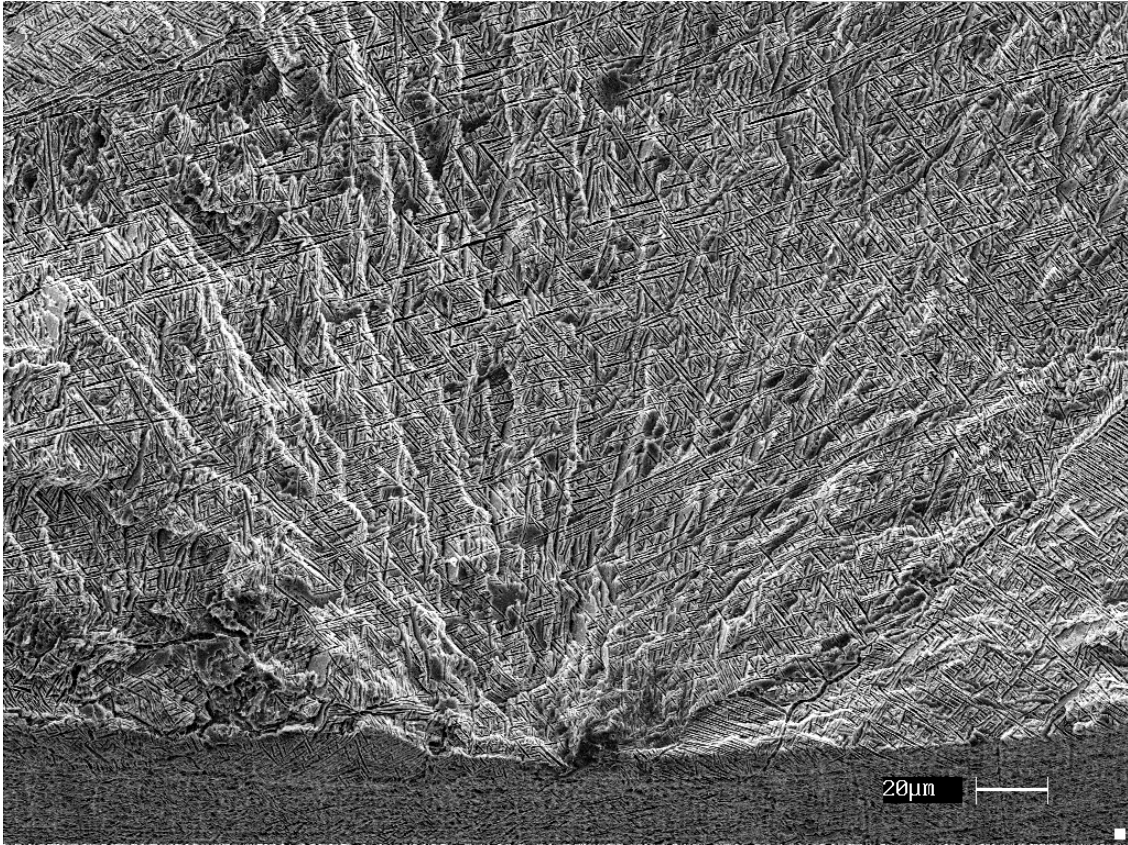
Éprouvette 1B ; $N_R = 159\,506$ cycles



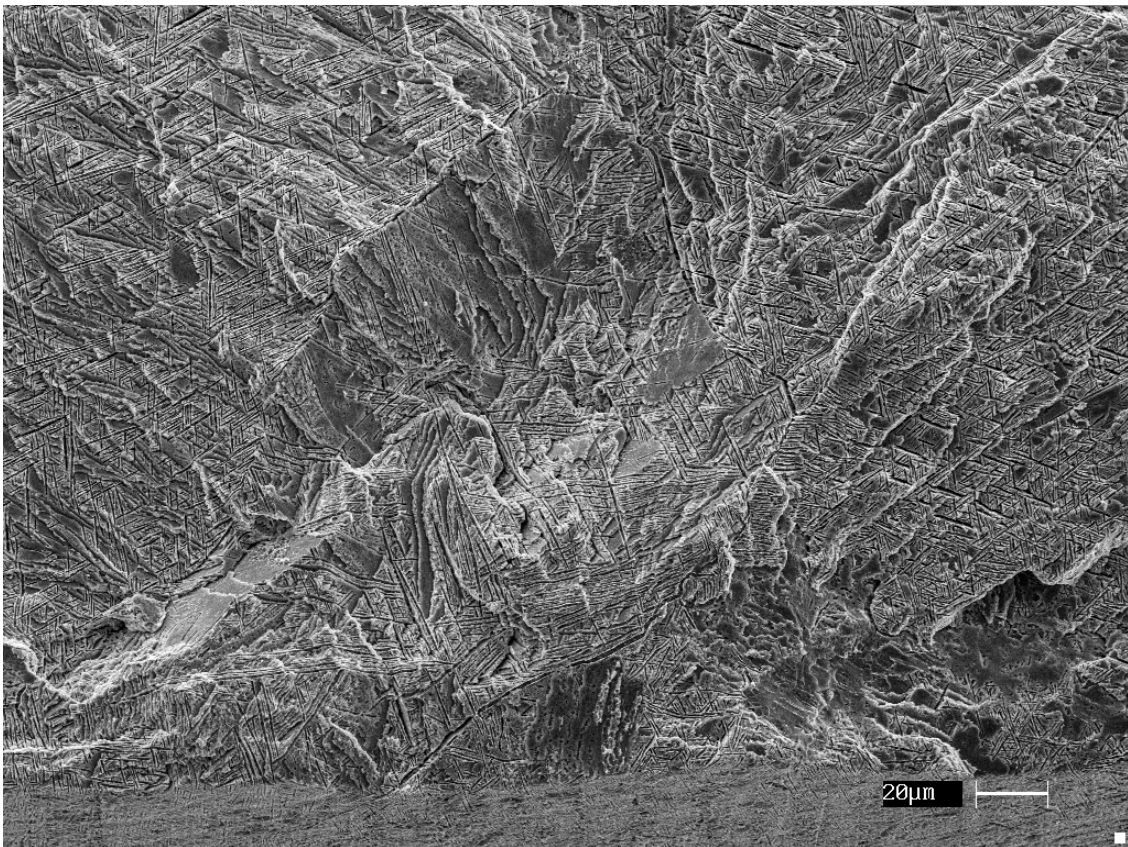
Éprouvette 2A ; $N_R = 188\,356$ cycles



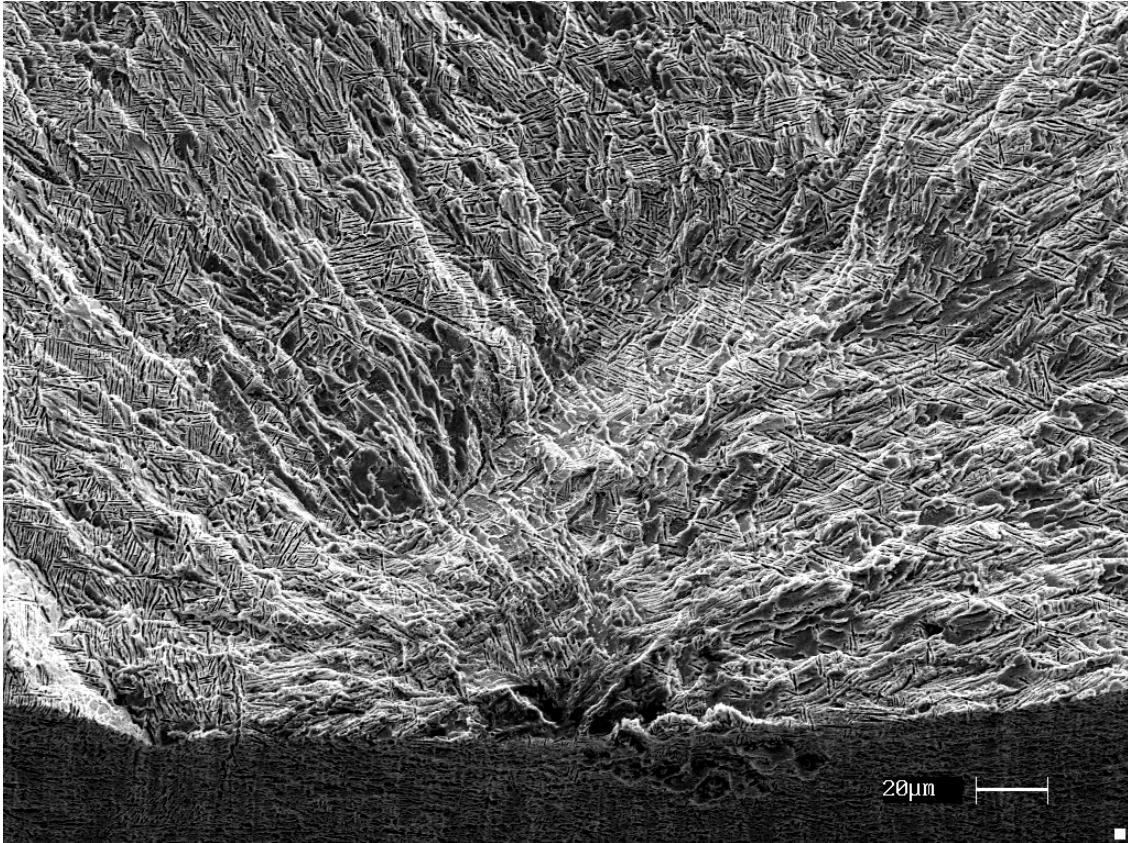
Éprouvette 2B ; $N_R = 316\,414$ cycles



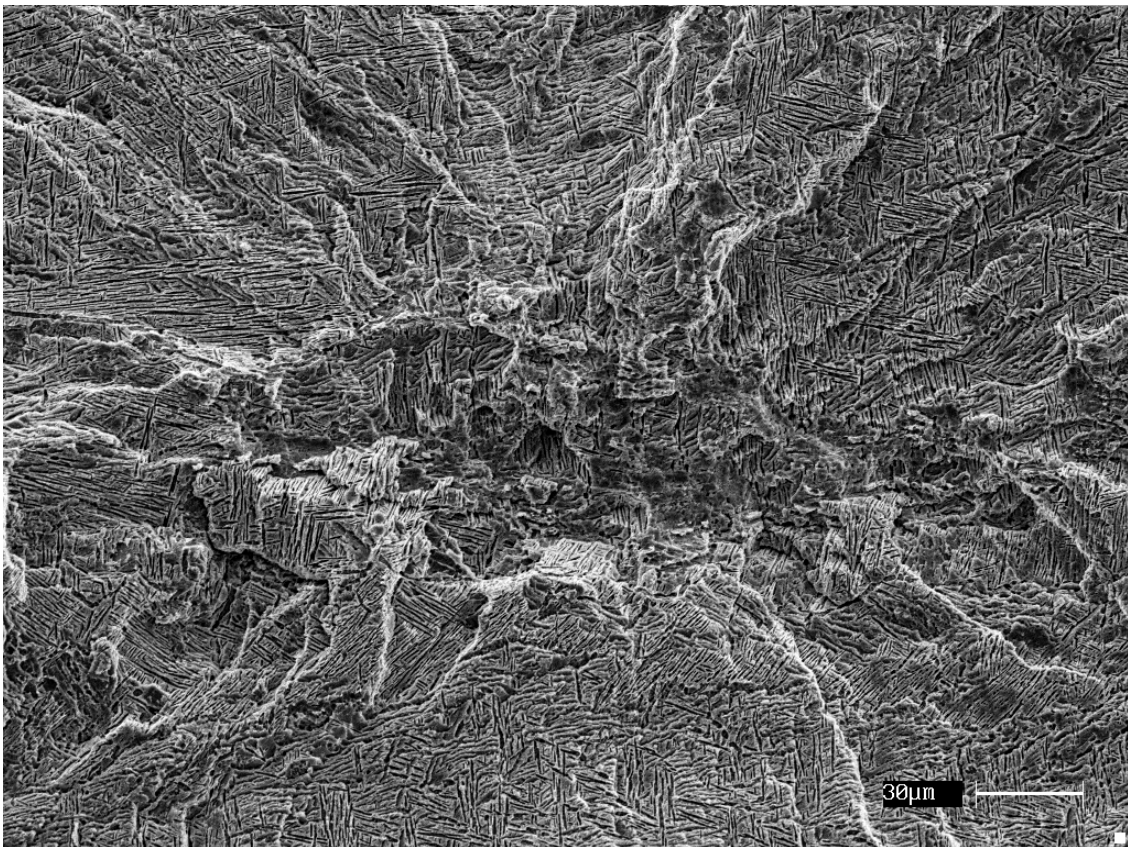
Éprouvette 3A ; $N_R = 201\ 816$ cycles



Éprouvette 3B ; $N_R = 163\ 342$ cycles



Éprouvette 4A ; $N_R = 74\ 000$ cycles



Éprouvette 4B ; $N_R = 173\ 002$ cycles

ANNEXE L

MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE A BALAYAGE

Pour réaliser les images de ce rapport et l'EBSD nous avons utilisé un microscope électronique numérique à balayage à émission de champ de marque Léo 1530 équipé d'une colonne Gémini.

Grâce à un système condensateur qui fonctionne sans « cross over » dans le trajet optique, la gamme de courant de faisceau peut être sélectionnée facilement à l'aide d'un échangeur électromagnétique de diaphragme à six ouvertures de diamètre différents.

De plus la lentille objectif est la combinaison d'une lentille électromagnétique et d'une lentille électrostatique.

Cela permet d'assurer à ce type de microscope une plus grande stabilité du faisceau (stabilité spatiale).

MESURE DE L'ORIENTATION CRISTALLOGRAPHIQUE LOCALE PAR EBSD

La mesure de texture par diffraction des rayons X permet d'obtenir une information sur la fraction volumique de chaque orientation mais ne donne aucune information sur la position des orientations individuelles : on parle de macrotecture. Or l'étude du comportement à l'échelle du grain ou de la phase rend nécessaire la connaissance de la microstructure, c'est à dire des relations d'orientations entre grains voisins, ainsi que les caractéristiques des joints (désorientation), voire des inhomogénéités d'orientations cristallines dans les grains.

La technique de détermination des orientations locales sur les échantillons massifs au MEB a été développée autour de 1970. C'est un de ces développements appelé EBSD (Electron Back Scattering Diffraction) qui a été utilisé.

Principe :

Un échantillon placé sous un faisceau d'électrons émet différents types de rayonnements. Dans le cas de l'EBSD, ce sont les électrons retrodiffusés qui contribuent à l'analyse. Par conséquent, l'échantillon doit être incliné de 70° afin d'augmenter l'intensité du signal.

En effet, quand un faisceau d'électron entre dans un cristal, il y a diffusion dans toutes les directions. Cela signifie qu'il y a toujours des électrons qui arrivent selon l'angle de Bragg sur les différents plans cristallographiques. Dans ces conditions, pour une famille de plans, il y a un cône de diffraction (cône de Kossel) qui apparaît (figure K1) (remarque : ce cône est très aplati dans les conditions d'utilisation de la technique : Voltage = 30 kV). L'intersection de ce cône avec l'écran phosphore conduit à la formation de bandes nommées bandes de Kikuchi (figure L1). Ces bandes, dont la largeur est caractéristique du plan cristallographique, permettent de remonter aux orientations. En effet, chaque intersection de bandes correspond à un axe de zone. En mesurant les angles entre les axes de zone, connaissant la structure cristalline du matériau, on peut déterminer l'orientation cristallographique. Cette procédure est aujourd'hui automatisée (figure L2) et le logiciel OIM a été utilisé.

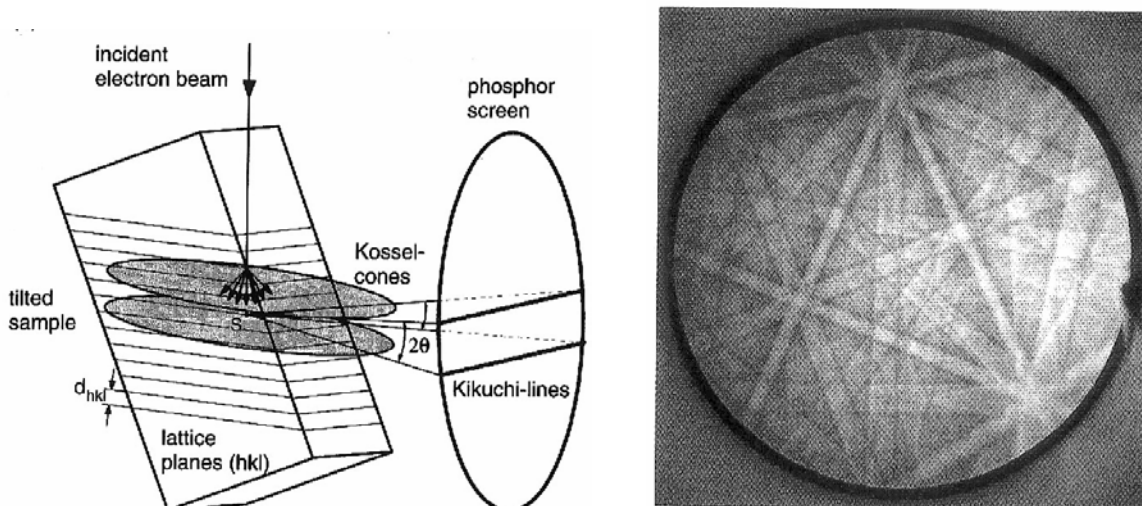


Figure L1 : Formation des bandes de Kikuchi (Randle & Engler [RAN00])

Conditions courantes d'utilisation :

Voltage : 30 kV
 Distance de travail : 24 mm
 Angle de tilt : 70 °

Remarque : pour obtenir des clichés les plus nets possibles il est nécessaire d'avoir un très bon état de surface. Par conséquent, il est souvent recommandé de procéder à un polissage électrolytique.

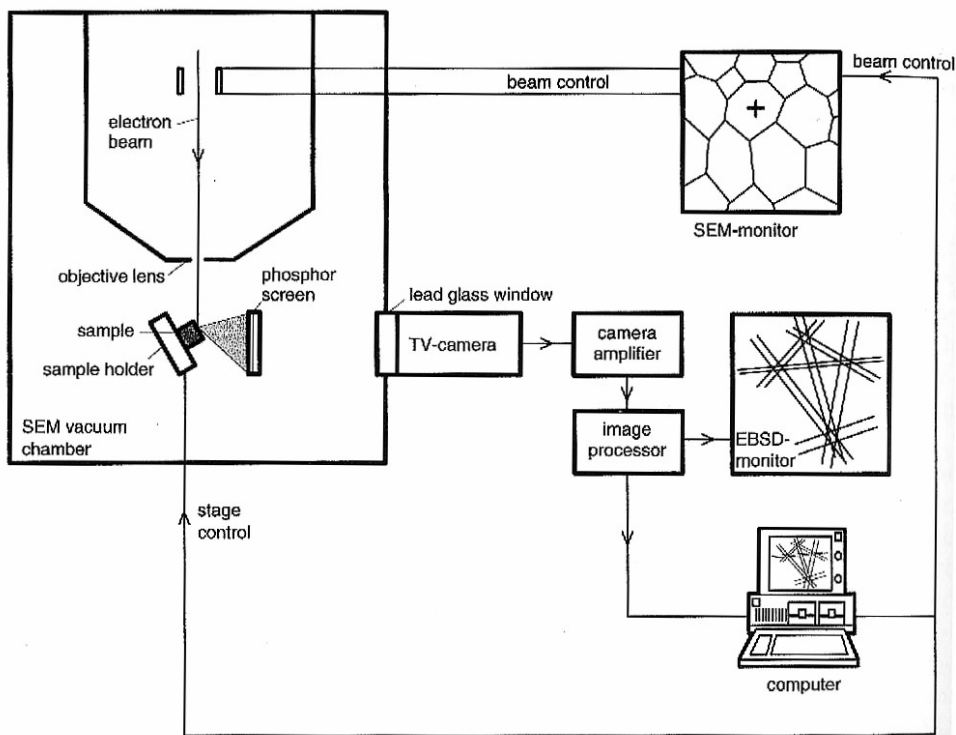


Figure L2 : Composants d'un système EBSD

Bibliographie

- [ANK82] S. Ankem and H. Margolin, Finite element method calculation of stress-strain behavior of alpha-beta Ti-Mn alloys, Parts I&II
Metallurgical Transactions A, Volume 13A, 1982, 595-609
- [ANK86] S. Ankem and H. Margolin, A rationalization of stress-strain behavior of two-ductile phase alloys
Metallurgical Transactions A, Volume 17A, 1986, 2209-2226
- [AUD93] P. Audrerie, Étude du comportement rhéologique et des évolutions microstructurales au cours de traitements thermomécaniques d'alliages de titane
Thèse, ENS des Mines de Paris, 1993
- [ASA83] R.J. Asaro, Crystal plasticity
Journal of Applied Mechanics, Volume 50 (4B), 1983, 921-934
- [AWA95] E. Awadé, Rôle des facteurs microstructuraux sur l'endommagement par fatigue de l'alliage de titane β cez. Effets de la température et de l'environnement.
Thèse, Université de Poitiers, 1995
- [BAC01] M.R. Bache and W.J. Evans, Impact of texture on mechanical properties in an advanced titanium alloy
Materials Science and Engineering A, Volumes 319-321, 2001, 409-414
- [BEI96] S. Bein, Transformation de phases dans les alliages de titane $\alpha+\beta$ quasi β . Approches comparatives des évolutions morphologiques et des mécanismes de précipitation observés dans l'alliage β cez.
Thèse, Conservatoire National des Arts et Métiers, 1996
- [BEN04] M. Benedetti, J.O. Petters and G. Lütjering, Fracture toughness mechanisms of high strength β titanium alloys
Proc. Titanium 2003, Science and Technology, 1659-1666
- [BEW03] B.P. Bewlay, M.F.X. Gigliotti, C.U. Hardwicke, O.A. Kaibyshev, F.Z. Utyashev and G.A. Salishev, Net-shape manufacturing of aircraft engine disks by roll forming and hot die forging
Journal of Materials Processing Technology, Volume 135, Issues 2-3, 2003, 324-329
- [BHA03] D. Bhattacharyya, G.B. Viswanathan, R. Denkenberger, D. Furrer and H. Fraser, The role of crystallographic and geometrical relationships between α and β phases in an α/β titanium alloy
Acta Materialia, Volume 51, Issue 16, 2003, 4679-4691
- [BOU97] M. Bourgeois, Étude du comportement viscoplastique à 773K d'alliages de titane biphasés Ti6246
Thèse, UT de Compiègne, 1997
- [BRO73] Brown & Miller, A theory of failure under multiaxial stress-strain conditions
Proc. Instn. Mech. Engrs, 87, 1973, 745-755
- [CHA96] F. Chaussy, Évolutions microstructurales en compression à chaud du β cez et du 6242 et influence du forgeage sur la transformation $\beta \rightarrow \alpha$
Thèse, INP de Grenoble et ENS des Mines de S^t Étienne, 1996

- [CHAN04] K.S. Chan, A micromechanical analysis of the yielding behavior of individual Widmanstätten colonies of an $\alpha+\beta$ titanium alloy
Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 35A, 2004, 3409-3422
- [CHE96] N. Cheneau, Comportement de monocristaux et de polycristaux de métaux hexagonaux en grandes déformations plastiques : compression plane du titane et du magnésium
Thèse, INP de Grenoble et ENS des Mines de S^t Étienne, 1996
- [COM#1] Y. Combres, Propriétés du titane et de ses alliages
Techniques de l'ingénieur, traité matériaux métalliques M-557
- [COM#2] Y. Combres et B. Champin, Traitements thermiques des alliages de titane
Techniques de l'ingénieur, traité matériaux métalliques M1-335
- [COM92] Y. Combres et B. Champin,
Procs Colloque GS Ti, Aussois, 1992, 143
- [CON81] H. Conrad, Effect of interstitial solutes on the strength and ductility of titanium
Progress in Materials Science, 26 (2-4), 1981, 123
- [COS05] J. Da Costa, Étude expérimental et modélisation des évolutions microstructurales au cours des traitements thermiques post forgeage dans l'alliage de titane Ti17
Thèse, INP de Lorraine, 2005
- [DEM96] X. Demulsant and J. Mendez, Influence of environment on low cycle fatigue damage in Ti-6Al-4V and Ti 6246 titanium alloys
Materials Science and Engineering A, Volume 219, Issues 1-2, 1996, 202-211
- [DIN02#1] R. Ding, Z.X. Guo and A. Wilson, Microstructural evolution of a Ti-6Al-4V alloy during thermomechanical processing
Materials Science and Engineering A, Volume 327, 2002, 233-245
- [DIN02#2] R. Ding and Z.X. Guo, Microstructural modelling of dynamic recrystallisation using an extended cellular automaton approach
Computational Materials Science, 23, 2002, 209-218
- [DUM97] Simulation de traitements thermomécaniques de l'alliage de titane TA6V dans le domaine biphasé $\alpha+\beta$
Thèse, ENS des Mines de S^t Étienne, 1997
- [EIC88] H. Eichelkraut, G. Abbruzzese and K. Lücke, A theory of texture controlled grain growth - II. Numerical and analytical treatment of grain growth in the presence of two texture components
Acta Metallurgica, Volume 36, Issue 1, 1988, 55-68
- [ERI03] Philippe Eriau, Étude expérimentale et analyse numérique de l'influence des hétérogénéités induites par la déformation à froid sur la recristallisation primaire d'un acier IF-Ti
Thèse, École Centrale Paris, 2003
- [ERI04] Philippe Eriau and Colette Rey, Modeling of deformation and rotation bands and of deformation induced grain boundaries in IF steel aggregate during large plane strain compression
International Journal of Plasticity, Volume 20, Issue 10, 2004, 1763-1788

- [FAN01] O. Fandeur, Étude expérimentale et modélisation mécanique de la corrosion sous contrainte des gaines en Zircaloy-4
Thèse, École Centrale Paris, 2001
- [FEA94] X. Feaugas, Microstructure et modélisation du comportement en fatigue uniaxiale et multiaxiale d'un alliage de titane biphasé
Thèse, UT de Compiègne, 1994
- [FEA97] X. Feaugas, Ph. Pilvin and M. Clavel, Cyclic deformation behaviour of an α/β titanium alloy – II. Internal stresses and micromechanic modelling
Acta Materialia, Volume 45, Issue 7, 1997, 2703-2714
- [FIS64] E.S. Fisher and C.J. Renken, Single crystal moduli and hcp \rightarrow bcc transformation in Ti, Zr and Hf
Physical Review, Volume 135, Issue 2A, 1964, 482-494
- [FRE04] S. Freour, D. Gloaguen, M. Francois, A. Perronnet and R. Guillen, Determination of single-crystal elasticity constants in a cubic phase within a multiphase alloy: X-ray diffraction measurements and inverse-scale transition modelling
Journal of Applied Crystallography, 38, 2005, 30-37
- [FUN78] A.W. Funkenbusch and L.F. Coffin, Low-cycle fatigue crack nucleation and early growth in Ti17
Metallurgical Transactions A, Volume 9A, 1978, 1159-1167
- [GEL] B. de Gélis, M. Armand, L. Séraphin, R. Tricot, Titane et alliages de titane
Techniques de l'ingénieur, traité matériaux métalliques, M-557.
- [GEO00] M. George, Étude microstructurale et modélisation du Ti17
Stage de DEA, Confidentiel Snecma, 2000
- [GEY96] N. Gey, M. Humbert, M.J. Philippe and Y. Combres, Investigation of the α and β texture evolution of hot rolled Ti-64 products
Materials Science and Engineering A, Volume 219, Issues 1-2, 1996, 80-88
- [GEY97] N. Gey, M. Humbert, M. J. Philippe and Y. Combres, Modeling the transformation texture of Ti-64 sheets after rolling in the β -field
Materials Science and Engineering A, Volume 230, Issues 1-2, 1997, 68-74
- [GEY00] N. Gey, M. Humbert and H. Moustahfid, Study of the $\alpha \rightarrow \beta$ phase transformation of a Ti-6Al-4V sheet by means of texture change
Scripta Materialia, Volume 42, Issue 6, 2000, 525-530
- [GEY02] N. Gey and M. Humbert, Characterization of the variant selection occurring during the $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ phase transformations of a cold rolled titanium sheet
Acta Materialia, Volume 50, Issue 2, 2002, 277-287
- [GEYE99] Ph. Geyer, Comportement élastoviscoplastique de tubes en Zircaloy-4 : approche expérimentale et modélisation micromécanique
Thèse, ENS des Mines de Paris, 1999
- [GLA03] M.G. Glavicic, P.A. Kobryn, F. Spadafora and S.L. Semiatin, Texture evolution in vacuum arc remelted ingots of Ti-6Al-4V
Materials Science and Engineering A, Volume 346, Issues 1-2, 2003, 8-18

- [GOU00] O. Gourbesville, Caractérisation par DRX de la microstructure d'alliages à base de nickel (718) et à base de titane (Ti17) forgés et traités. Prévion des propriétés mécaniques.
Thèse, ENSAM, 2000
- [GRO00] T. Grosdidier and M.J. Philippe, The room temperature deformation mechanisms in the as-quenched state of the β cez alloy: their influence on some mechanical properties.
Revue de Métallurgie, Mai 2000
- [HER04] L. Hericher, Contribution à la modélisation des transformations de phases dans les alliages de titane. Application à l'alliage de titane β cez.
Thèse, INP de Lorraine, 2004
- [HOC99] T. Hoc, Études expérimentale et numérique de la localisation lors de changements de trajets dans un acier doux
Thèse, École Centrale Paris, 1999
- [HOC01] T. Hoc, C. Rey and J. L. Raphanel, Experimental and numerical analysis of localization during sequential test for an IF-Ti steel
Acta Materialia, Volume 49, Issue 10, 2001, 1835-1846
- [IVA02] O.M. Ivasishin, S.L. Semiatin, P.E. Markovsky, S.V. Shevchenko and S.V. Ulshin, Grain growth and texture evolution in Ti-6Al-4V during beta annealing under continuous heating conditions
Materials Science and Engineering A, Volume 337, Issues 1-2, 2002, 88-96
- [JAO65] B. Jaoul, Étude de la plasticité et application aux métaux
Eds DUNOD, Paris, 1965
- [JON81] I.P. Jones and W.B. Hutchinson, Stress-state dependence of slip in titanium-6Al-4V and other h.c.p. metals
Acta Metallurgica, Volume 29, Issue 6, 1981, 951-968
- [KAR97] N. Karadjoff, Étude de la recristallisation dynamique et post dynamique du Ti17
Stage de DEA, Confidentiel Snecma, 1997
- [LAI78] W.H. Kim and C. Laird, Crack nucleation and stage I propagation in high strain fatigue-II. mechanism
Acta Metallurgica, Volume 26, Issue 5, 1978, 789-799
- [LAN03] C. Langlade, Étude de la plasticité à l'échelle mésoscopique du Zircaloy-4 laminé. Conséquences possibles sur la corrosion sous contrainte en milieu iodé
Stage de DEA, ECP/CEA, 2003
- [LEB00] K. Le Biavant, Étude de l'amorçage de fissures de fatigue dans le TA6V
Thèse, École Centrale Paris, 2000
- [LUQ96] D. Luquiau, Caractérisation du comportement et de l'endommagement de l'alliage de titane Ti10.2.3 en fatigue
Thèse, UT de Compiègne, 1996
- [MAG84] T. Magnin, J. Driver, J. Lepinoux et L.P. Kubin, Aspects microstructuraux de la déformation cyclique dans les métaux et alliages c.c. et c.f.c : I&II
Revue de Physique Appliquée, Tome 19, n°7, 1984, 467-502

- [MAH82] Y. Mahajan and H. Margolin, Low Cycle fatigue behavior of Ti6246: - Part I: The role of microstructure in low cycle crack nucleation and early crack growth – Part II : Cyclic deformation behavior and low cycle fatigue
Metallurgical Transactions A, Volume 13A, 1982, 257-274
- [MAJ02] A. Majorell, S. Srivatsa and R.C. Picu, Mechanical behavior of Ti–6Al–4V at high and moderate temperatures—Part I: Experimental results
Materials Science and Engineering A, Volume 326, Issue 2, 2002, 297-305
- [MAL83] J.G. Malcor, Comportement mécanique et évolution structurale de l'alliage de titane TA6V dans le domaine du forgeage à chaud
Thèse, ENS des Mines de Paris, 1983
- [MAR01] D. Marchat, Étude de l'évolution de la texture cristallographique dans l'alliage de titane β cez au cours des transformations de phases
Stage de DEA – Université de Limoges / CEA Saclay (LLB) - 2001
- [MEC81] H. Mecking and U.F. Kocks, Kinetics of flow and strain-hardening
Acta Metallurgica, Volume 29, Issue 11, 1981, 1865-1875
- [MON96] F. Montheillet and J.J. Jonas, Dynamic Recrystallization
Encyclopedia of Applied Physics, Volume 16, 1996, 205-225
- [NAK83] S. Naka, Étude des mécanismes de déformation plastique à basse température des monocristaux de Ti- α
Thèse, Université Paris-Sud, 1983
- [PHI00] M.J. Philippe, A. Nicotra, A. Hildenbrand and C. Schuman, Mécanismes de déformation et comportement mécanique d'alliages de titane β du Ti-20V au Ti-20V-6Al. Résultats expérimentaux et modélisation
Revue de Métallurgie, Mai 2000, 649-661
- [PHI98] I. Philippart and H.J. Rack, High temperature, high strain deformation behavior of Ti–6.8Mo–4.5Fe–1.5Al
Materials Science and Engineering A, Volume 254, Issues 1-2, 1998, 253-267
- [PIC02] R. C. Picu and A. Majorell, Mechanical behavior of Ti–6Al–4V at high and moderate temperatures - Part II: constitutive modeling
Materials Science and Engineering A, Volume 326, Issue 2, 2002, 306-316
- [PIE83] D. Peirce, R. J. Asaro and A. Needleman, Material rate dependence and localized deformation in crystalline solids
Acta Metallurgica, Volume 31, Issue 12, 1983, 1951-1976
- [PIE85] A. Needleman, R.J. Asaro and J. Lemonds and D. Peirce, Finite element analysis of crystalline solids
Computer Methods in Applied Mech. and Eng., Volume 52, Issues 1-3, 1985, 689-708
- [RAK99] M. Rakotonoélina, Étude de la fatigue oligocyclique du Ti17
Mémoire CNAM, Confidentiel Snecma, 1999
- [RAN00] V. Randle and O. Engler, Introduction to Texture Analysis Macrotexture, microtexture & orientation mapping
Gordon and Breach Science Publishers, 2000

- [REY01] C. Rey, P. Eriean and T. Hoc, Localisation de la déformation dans les polycristaux
Mécanique & Industries, Volume 3, Issue 5, 2002, 489-496
- [SAL99] G.A. Salishchev, R.M. Galejev, O.R. Valiakhmetov, S.V. Zherebtsov, M.F.X. Gigliotti and B.P. Bewlay, Fine Grain Billet Processing of Titanium Alloys
Proc. Titanium'99, Science and Technology, 1563-1568
- [SAT95] E. Satger, Étude et prévision de la microstructure du Ti17 forgé
Stage de DEA, 1995
- [SAV01] M.F. Savage, J. Tatalovich, M. Zupan, K.J. Hemker and M.J. Mills, Deformation mechanisms and microtensile behavior of single colony Ti-6242Si
Materials Science and Engineering A, Volumes 319-321, 2001, 398-403
- [SES02] T. Seshacharyulu and B. Dutta, Influence of prior deformation rate on the mechanism of $\beta \rightarrow \alpha+\beta$ transformation in Ti-6Al-4V
Scripta Materialia, Volume 46, Issue 9, 2002, 673-678
- [SHA02] S. Shang, J. Shen, Wang, Transformation textures in an $\alpha+\beta$ titanium alloy thin sheet
Materials Science and Engineering A, Volume 326, Issue 2, 2002, 249-254
- [SIN99] A.K. Singh, A. Bhattacharjee and A. K. Gogia, Microstructure and texture of rolled and annealed β titanium alloy Ti-10V-4.5Fe-1.5Al
Materials Science and Engineering A, Volume 270, Issue 2, 1999, 225-230
- [SME89] R.E. Smelser and R. Becker
Abaqus User Subroutines for material modelling, 1989
- [STA04] N. Stanford and P.S. Bate, Crystallographic variant selection in Ti-6Al-4V
Acta Materialia, Volume 52, Issue 17, 2004, 5215-5224
- [SUR99] 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, Volume 47, Issue 3, 1999, 1019-1034
- [TEO93] C. Teodosiu, J.L. Raphanel and L. Tabourot, Finite element simulation of the large elastoplastic deformation of multicrystals
Proc. Int. Seminar MECAMAT'91, 1993, 153-167
- [TRI88] R. Tricot, Traitements thermomécaniques des alliages de titane pour l'aéronautique
Matériaux et Techniques, 76 (1-2), 1988, 47-64
- [VAN88] B. Vandecastelle, N. Rizzi, J.F. Wadier, in: P. Lacombe, R. Tricot, G. Beranger (Eds.), Sixth World Conference on Titanium, Société Française de Métallurgie, Les Ulis, 1988, 1325-1337.
- [WEI98] I. Weiss and S.L. Semiatin, Thermomechanical processing of β titanium alloys
Materials Science and Engineering A, Volume 243, Issues 1-2, 1998, 46-65
- [ZAE02] 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, Volume 344, Issues 1-2, 2003, 20-30

Résumé

Les disques des compresseurs fabriqués en Ti17 peuvent présenter un important facteur de dispersion des durées de vie en fatigue. La structure β (c.c.) héritée du forgeage à haute température étant mise en cause, nos objectifs furent de :

- comprendre et modéliser l'évolution cristallographique de la phase β durant le forgeage β
- étudier l'impact de l'orientation cristalline des grains β et des aiguilles α (h.c.) sur la fatigue
- d'analyser les effets d'un changement de trajet de déformation sur la texture responsable en partie de la dispersion des durées de vie

L'évolution des grains β pendant le forgeage a été modélisée à l'aide d'une approche cristalline sur un agrégat 3D réel (EBSD). La texture simulée est en bon accord avec l'expérience. La formation de domaines cristallographiques de taille millimétrique, composés d'amas de grains présentant une direction $\langle 100 \rangle$ ou $\langle 111 \rangle$ parallèle à la direction de forgeage, constatée expérimentalement, a été retrouvée.

Afin de diminuer la taille des domaines cristallographiques un changement de trajet de chargement a été simulé. Le passage par un minimum de texture a été clairement montré. L'étude expérimentale correspondante a révélé le rôle de la vitesse sur la morphologie et la texture.

L'étude expérimentale en fatigue a mis en évidence une population cristallographique d'aiguilles, en relation avec les orientations des grains β forgés, favorable à la multifissuration. La modélisation du comportement local du matériau biphasé, sous sollicitation macroscopique élastique, révèle que les premiers systèmes de glissement actifs aux interfaces α/β correspondent aux endommagements observés expérimentalement.

Summary

Low cycle fatigue is a major concern for rotary components like the compressor disk made in Ti17. The dispersion in fatigue life could be very important and the ex- β grains inherited from the β -forging process seems to be implicated. So the goal of this work is to:

- understand and simulate the crystallographic evolution of the β phase during β -forging
- study the impact of crystalline orientation of β grains (bcc) and α plates (hcp) on fatigue
- analyse the effects of modifications on the loading path on the texture that partly influences the dispersion in fatigue life

A polycrystalline model was used to simulate the β grains evolution during β -forging in an actual 3D aggregate (determined by EBSD). The texture obtained numerically is in good agreement with experiment. The formation of millimetric crystallographic zones composed of clusters of grains with $\langle 100 \rangle$ or $\langle 111 \rangle$ direction aligned with the forging direction, experimentally observed, is predicted by the model.

In order to decrease the size of the crystallographic zones a modification of the loading path was simulated. A minimum of texture is clearly found. The experimental study points out the impact of the strain rate on the morphology and texture.

The fatigue study has shown that a crystallographic family of α plates, related to the forged β grains orientation, tends to favour multiple crack nucleation. Simulations of the local behaviour of α/β microstructure, under macroscopic elastic loading, point out the first active slip systems at α/β interface correspond to the observed fatigue crack nucleation.