



**HAL**  
open science

# Viscoplasticité et microstructures d'un alliage de titane : effets de la température et de la vitesse de sollicitation

Hélène Jousset

## ► To cite this version:

Hélène Jousset. Viscoplasticité et microstructures d'un alliage de titane : effets de la température et de la vitesse de sollicitation. Mécanique [physics.med-ph]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2008. Français. NNT : 2008ENMP0004 . tel-00428968

**HAL Id: tel-00428968**

**<https://pastel.hal.science/tel-00428968>**

Submitted on 30 Oct 2009

**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.



Collège doctoral

ED n° 432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

*N° attribué par la bibliothèque*

□□□□□□□□□□□□□□□□

## **T H E S E**

pour obtenir le grade de  
**Docteur de l'Ecole des Mines de Paris**  
Spécialité "Sciences et Génie des Matériaux"

présentée et soutenue publiquement par  
**Hélène JOUSSET**

le 17 décembre 2008

**VISCOPLASTICITÉ ET MICROSTRUCTURES D'UN ALLIAGE DE  
TITANE : EFFETS DE LA TEMPERATURE ET DE LA VITESSE DE  
SOLLICITATION**

*Directeurs de thèse : Luc Rémy & Jean-Loup Strudel*

### Jury

M. José MENDEZ	<i>ENSMA</i>	Président
M. Claude PRIOUL	<i>Ecole Centrale Paris</i>	Rapporteur
M. Armand COUJOU	<i>CEMES</i>	Rapporteur
M. Haël MUGHRABI	<i>Université d'Erlangen-Nuremberg</i>	Examineur
M. Jean-Yves GUEDOU	<i>SNECMA – Groupe SAFRAN</i>	Examineur
M. Luc REMY	<i>Mines ParisTech</i>	Examineur
M. Jean-Loup STRUDEL	<i>Mines ParisTech</i>	Examineur
M. Loic NAZE	<i>Mines ParisTech</i>	Examineur



Ce travail a été effectué au Centre des Matériaux *Pierre-Marie Fourt* dirigé par J.-P. Trottier.

Cette étude avait pour partenaire industriel la société SNECMA du groupe SAFRAN.

J'ai beaucoup apprécié les qualités humaines et scientifiques de Luc Rémy et Jean-Loup Strudel, mes deux directeurs de thèse. Chacun a contribué à sa manière à l'aboutissement de ce projet. Je leur adresse toute ma gratitude et ma profonde sympathie. Je suis particulièrement reconnaissante à Jean-Loup de m'avoir consacré beaucoup de temps de sa retraite à me guider dans la rédaction de ce manuscrit.

Je remercie J. Mendez de m'avoir fait l'honneur de présider ce jury de thèse et J.-Y. Guédou d'avoir examiné ce travail avec l'œil critique de l'industriel. Je remercie également A. Coujou et C. Prioul d'avoir accepté la tâche supplémentaire qui incombe aux rapporteurs. Mes plus vifs remerciements vont à H. Mughrabi qui a accepté de faire partie de ce jury.

Loïc Nazé m'a initiée aux joies de la microscopie électronique en transmission. Je lui en suis extrêmement reconnaissante. Je garde un excellent souvenir de nos séances de travail. J'ai pu constater depuis que le silicium monocristallin est bien plus facile à observer qu'un alliage de titane de structure hexagonale !

Merci à Yvon Rosélie, Sandrine Pallu pour leur apport dans la conduite des essais mécaniques et à Christiane Béchemin pour les observations. J'ai beaucoup appris avec eux.

Merci à Véronique Matos pour le secrétariat et le café...

Je tiens également à remercier toutes les personnes de l'atelier pour leur professionnalisme et leur gentillesse.

Durant toutes ces années au laboratoire, j'ai croisé de nombreuses personnes qui m'ont témoigné de la sympathie et encouragée. Je ne peux pas citer tout le monde, mais un merci tout particulier va toutefois à mes camarades de l'époque : Anny, Thierry, Nicolas, Manu, Gaétan, Stéphane, Catherine, Nader...

Merci Alain !

A Léonie et Jeanne...





<b>Introduction</b>	<b>1</b>
---------------------	----------

## **PARTIE A**

<b>Chapitre I : Bibliographie générale</b>	<b>3</b>
--	----------

<b>I.1. Généralités sur les alliages de titane</b>	<b>3</b>
--	----------

I.1.a. Cristallographie du titane pur	3
---------------------------------------	---

I.1.b. Effet des éléments d'alliages	5
--------------------------------------	---

1.b.1. Les éléments alphas	6
----------------------------	---

1.b.2. Les éléments bêtas	6
---------------------------	---

1.b.3. Les éléments neutres	7
-----------------------------	---

I.1.c. Les différentes classes d'alliages	7
---	---

1.c.1. Les alliages $\alpha$ et quasi- $\alpha$	10
---	----

1.c.2. Les alliages $\alpha+\beta$	10
------------------------------------	----

1.c.3. Les alliages $\beta$ et quasi- $\beta$	10
---	----

<b>I.2. Systèmes de glissement dans le titane <math>\alpha</math></b>	<b>11</b>
---	-----------

<b>I.3. Fluage à basse température des alliages de titane.</b>	<b>13</b>
--	-----------

<b>I.4. Synthèse des études menées au sujet de l'effet du temps de maintien</b>	<b>16</b>
---	-----------

I.4.a. Définition de l'effet du temps de maintien	16
---	----

I.4.b. Rôle de la microstructure sur l'effet de temps de maintien en fatigue, et domaine d'existence de cet effet en température.	17
---	----

I.4.c. Rôle de l'hydrogène	19
----------------------------	----

I.4.d. Facettes de quasi-clivage	21
----------------------------------	----

<b>Chapitre II : Synthèse et interprétation</b>	<b>23</b>
---	-----------

<b>II.1. L'anomalie de comportement plastique</b>	<b>24</b>
---	-----------

<b>II.2. Domaine d'existence de l'anomalie de comportement plastique</b>	<b>25</b>
--	-----------

<b>II.3. Evolution des contraintes d'écoulement en fonction de la température</b>	<b>28</b>
---	-----------

<b>II.4. Courbes de traction particulières observées dans les matériaux présentant des effets de vieillissement.</b>	<b>29</b>
--	-----------

<b>II.5. Relations force vitesse, loi de friction et mesures de volumes d'activation lors d'essais de relaxation</b>	<b>31</b>
--	-----------

**PARTIE B**

<b>Chapitre III : Matériau</b>	<b>39</b>
<b>III.1. Généralités</b>	<b>39</b>
<b>III.2. Composition</b>	<b>39</b>
<b>III.3. Traitements thermomécaniques</b>	<b>40</b>
<b>III.4. Microstructure</b>	<b>40</b>
III.4.a. Microstructure globale	40
III.4.b. Microstructure fine en MET.	41
III.4.c. Mise en ordre dans la phase $\alpha$	42
III.4.d. Aiguilles de phase $\alpha$ secondaire dans la phase $\beta$	46
<b>III.5. Propriétés mécaniques</b>	<b>47</b>
<b>III.6. Relations microstructure – propriétés mécaniques</b>	<b>48</b>
<b>III.7. Prélèvement des éprouvettes</b>	<b>49</b>
<b>Chapitre IV : Domaine « haute température » de l'anomalie : 600°C - 450°C</b>	<b>51</b>
Régime de traînage dynamique	
<b>IV.1. Essais de relaxation à 600°C</b>	<b>51</b>
IV.1.a. Mises en charge de relaxation	51
IV.1.b. Relaxation à 600°C	52
<b>IV.2. Examen détaillé des cycles de chargement et de relaxation N1 + N3 (<math>10^{-4} \text{ s}^{-1}</math>) et N5 (<math>10^{-7} \text{ s}^{-1}</math>) à 600°C.</b>	<b>54</b>
IV.2.a. Remarques préalables	54
IV.2.b. Examen des cycles à chargement rapide N1 et N3 ( $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ).	55
IV.2.c. Examen du cycle à chargement lent N5 ( $10^{-7} \text{ s}^{-1}$ ).	59
<b>IV.3. Microstructures de déformation plastique après relaxation à 600°C</b>	<b>61</b>
<b>IV.4. Essais de relaxation à 500°C.</b>	<b>64</b>
IV.4.a. Mises en charge de relaxation	64
IV.4.b. Relaxation à 500° C.	65
<b>IV.5. Examen détaillé des cycles de chargement et de relaxation N2 + N3 (<math>10^{-4} \text{ s}^{-1}</math>) et N5 (<math>10^{-7} \text{ s}^{-1}</math>) à 500°C</b>	<b>67</b>
IV.5.a. Examen des cycles à chargement rapide N2 et N3 ( $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ).	67
IV.5.b. Examen du cycle à chargement lent N5 ( $10^{-7} \text{ s}^{-1}$ ).	74
<b>IV.6. Essais de relaxation à 400°C, 500°C puis 450°C</b>	<b>77</b>
<b>IV.7. Conclusions</b>	<b>79</b>

<b>Chapitre V : Pic du domaine de l'anomalie de comportement : 400°C</b>	<b>81</b>
Domaine du vieillissement dynamique	
<b>V.1. Courbes de traction</b>	<b>81</b>
<b>V.2. Taux d'érouissage</b>	<b>82</b>
<b>V.3. Relaxation à 400°C</b>	<b>83</b>
V.3.a. Aspects généraux des courbes de relaxation	83
V.3.b. Examen détaillé des courbes de chargement et de relaxation	85
<b>V.4. Essai de relaxation particulier</b>	<b>88</b>
V.4.a. Courbes de traction de l'essai spécial à 400°C	89
V.4.b. Courbes de relaxation de l'essai spécial à 400°C	90
V.4.c. Examen détaillé des courbes de chargement et de relaxation	92
<b>V.5. Microstructures de déformation après relaxation à 400°C</b>	<b>99</b>
V.5.a. Examen de la première zone	99
V.5.b. Examen de la seconde zone	106
V.5.c. Examen de la troisième zone	112
V.5.d. Examen de l'échantillon recuit 400°C / 48 heures	117
<b>V.6. Énergies et volumes d'activation</b>	<b>122</b>
V.6.a. Mesures effectuées entre 600°C et 400°C sous différentes contraintes	122
V.6.b. Comparaison avec les mesures rapportées dans la littérature.	125
<b>V.7. Fluage à 400° C</b>	<b>127</b>
<b>V.8. Conclusions</b>	<b>129</b>
V.8.a. Essais mécaniques	129
V.8.b. Microstructures	130
V.8.c. Conclusions générales	131
 <b>Chapitre VI : Domaine des temp. intermédiaires de l'anomalie : 300°C - 200°C</b>	 <b>133</b>
Blocage de la plasticité	
<b>VI.1. Essais de traction uniaxiale</b>	<b>133</b>
VI.1.a. Microstructure AA	133
VI.1.b. Microstructure EH	134
<b>VI.2. Essais de relaxation avec rechargements successifs</b>	<b>135</b>
<b>VI.3. Examen détaillé des cycles de chargement et de relaxation à 300°C et 10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup></b>	<b>138</b>
<b>VI.4. Essais de fluage avec rechargements multiples</b>	<b>140</b>
VI.4.a. Contrainte nominale initiale de 660 MPa	140
VI.4.b. Contrainte nominale initiale de 620 MPa	141
<b>VI.5. Construire une représentation du « domaine PLC ».</b>	<b>144</b>

<b>Chapitre VII : Domaine des « basses températures » de l'anomalie : 150°C</b>	<b>147</b>
Cumul des modes de durcissement	
<b>VII.1. Tractions sur la microstructure EH</b>	<b>147</b>
<b>VII.2. Relaxation</b>	<b>150</b>
<b>VII.3. Fluage</b>	<b>155</b>
<b>VII.4. Microstructures de déformation après fluage à 150°C</b>	<b>158</b>
VII.4.a. Examen de l'éprouvette bloquée en fluage sous 700 MPa.	159
VII.4.b. Examen de l'éprouvette rompue sous 780 MPa en 6 minutes	164
<b>VII.5. Fatigue-fluage</b>	<b>168</b>
<b>VII.6. Comparaison des essais de fatigue-fluage et fluage à 150°C</b>	<b>170</b>
<b>VII.7. Conclusions</b>	<b>173</b>
<b>Chapitre VIII : Limite Basse du domaine de l'anomalie : 20°C</b>	<b>175</b>
Possibilité de vieillissement statique	
<b>VIII.1. Traction</b>	<b>175</b>
VIII.1.a. Microstructure AA	175
VIII.1.b. Microstructure EH	176
VIII.1.c. Variation du taux d'écroutissage avec la température	177
VIII.1.d. Variations de l'écart plastique avec la température.	178
<b>VIII.2. Relaxation</b>	<b>179</b>
VIII.2.a. Résultats et interprétation	179
VIII.2.b. Examen détaillé des courbes de relaxation	184
VIII.2.c. Evaluation des contraintes isotrope et cinématique en cours de déformation plastique	184
VIII.2.d. Énergies et volumes d'activation à basses températures : 150°C – 20°C.	187
<b>VIII.3. Fluage</b>	<b>189</b>
<b>VIII.4. Microstructures de déformation après fluage à 20°C</b>	<b>192</b>
<b>VIII.5. Fatigue et fatigue-fluage</b>	<b>202</b>
VIII.5.a. Microstructure AA	202
VIII.5.b. Microstructure EH	206
<b>VIII.6. Comparaison fluage, fatigue et fatigue-fluage</b>	<b>207</b>
VIII.6.a. Fortes contraintes : 880 – 900 MPa	207
VIII.6.b. Faibles contraintes : 780 – 860 MPa	213
<b>VIII.7. Interprétation et discussion des résultats obtenus et des observations faites à basse température.</b>	<b>220</b>
<b>Conclusions et perspectives</b>	<b>225</b>

---

<i>Références bibliographiques</i>	<u>231</u>
<i>ANNEXE 1 : Prélèvement des éprouvettes</i>	<u>239</u>
<i>ANNEXE 2 : Procédures expérimentales</i>	<u>245</u>
<i>ANNEXE 3 : Essai de relaxation</i>	<u>255</u>
Analyse macroscopique et analyse fine	
<i>ANNEXE 4 : Maxima des facteurs de Schmid dans le titane <math>\alpha</math> hexagonal</i>	<u>265</u>
<i>ANNEXE 5 : Evaluation des composantes isotrope, cinématique et visqueuse de la contrainte macroscopique</i>	<u>267</u>



## INTRODUCTION

Dans le domaine aéronautique, des alliages à haute résistance sont utilisés pour obtenir le meilleur rapport performance/masse. Les premiers disques du compresseur haute pression du moteur GE 90, réalisés en Ti 6242-Si forgé dans le domaine  $\beta$ , sont dimensionnés principalement sur la base de résultats obtenus en fatigue oligocyclique et en fluage. Toutefois, comme dans de nombreuses structures aéronautiques, le trajet de chargement consiste essentiellement en une mise en charge durant le décollage, cette charge restant quasiment constante durant le vol de croisière, puis s'annulant après l'atterrissage. Pour simuler ces conditions de chargement en laboratoire, la charge est gardée constante, généralement à la valeur maximale du cycle, pendant une période de maintien. Or il a été montré qu'au voisinage de la température ambiante, l'introduction d'un temps de maintien à contrainte maximale entraîne une réduction sévère de la durée de vie en fatigue de certains alliages de titane. La sensibilité au temps de maintien varie avec la température et disparaît au-dessus de 150°C. L'origine précise de ce phénomène (appelé « dwell effect ») reste à identifier, si on souhaite agir efficacement sur ses conséquences. Les explications avancées invoquent un problème d'amorçage le long du plan de base de la phase hexagonale  $\alpha$  (le constituant majeur de ce type d'alliage), avec un effet éventuel de fragilisation par l'hydrogène et/ou un problème de sensibilité particulière de certaines microstructures et/ou de microtextures locales. Plusieurs auteurs ont notamment montré qu'une viscoplasticité plus marquée au voisinage de l'ambiante qu'à plus haute température caractérisait de nombreux alliages de titane. Ce comportement inhabituel serait à relier à des phénomènes d'interactions entre dislocations et atomes interstitiels (O, C, N, H) généralement décrits par les termes de « vieillissement dynamique » ou « vieillissement statique ». D'autres manifestations, comme les instabilités observées sur les courbes de traction, dans certaines conditions de température et/ou de vitesse de sollicitation semblent confirmer cette interprétation.

L'étude a donc pour but de caractériser et d'analyser le comportement mécanique du Ti 6242-Si dans un large domaine de températures, de vitesses de sollicitation et de trajets de chargement. Les microstructures de déformation observées en microscopie électronique en transmission sur certains de ces états de déformation particuliers choisis au travers de tout le domaine de températures exploré, apporteront des éclairages ponctuels sur les bases physiques possibles d'une interprétation à l'échelle microscopique des phénomènes observés et mesurés à l'échelle macroscopique.

Les résultats obtenus seront alors interprétés à partir de la mobilité relative des dislocations ou groupements de dislocations, de leur interaction avec des solutés en sursaturation dans ce matériau, ou de la structure de coeur particulière de ces dislocations à basse température.



La première partie de ce manuscrit est consacrée à une étude bibliographique : le chapitre I présente les alliages de titane, leurs mécanismes de déformation. Il tente également de faire une synthèse sur le fluage à température ambiante de métaux hexagonaux tels que Ti et Zr (c/a voisin de 1,59), ainsi que sur la sensibilité au temps de maintien en fatigue des alliages de titane. Le chapitre II, au travers de la littérature, propose un outil de synthèse et d'interprétation qui sera utilisé par la suite. Le phénomène Portevin – Le Chatelier y est présenté en détail. En effet, deux modes plastiques contrôlent la déformation plastique :

- dans le domaine des hautes températures (ou des faibles vitesses de déformation), les dislocations coins traînent des atmosphères de solutés. On parle alors de *mode traînage*.

- dans le domaine des basses températures (ou des vitesses élevées de déformation), les dislocations se déplacent rapidement, les atomes de solutés restant quasi-immobiles et ne jouant qu'un rôle de durcissement de solution solide. Il s'agit alors du *mode friction*.

Dans le domaine de recouvrement de ces deux modes plastiques propres – domaine d'existence du phénomène PLC – de brusques changements de comportement peuvent donc apparaître, car la plasticité en *mode friction* a tendance à se rassembler localement sous forme de « bandes de vitesse », alors que le reste de la structure ou de l'éprouvette continue à se déformer beaucoup plus lentement en *mode traînage*.

Les essais mécaniques doivent donc permettre de déterminer les frontières des différents domaines de comportement de l'alliage étudié et d'y mesurer, sous réserve de pratiques expérimentales rigoureuses, certains paramètres macroscopiques caractéristiques tels que les énergies et les volumes d'activation apparents de ces modes plastiques.

La seconde partie du manuscrit est consacrée aux résultats expérimentaux d'essais mécaniques et aux observations des microstructures de déformation, en fonction de la température. L'essai de relaxation, grâce à la large gamme de vitesses de déformation qu'il couvre, a permis de caractériser les différents régimes de déformation agissant à chaque température. On accède ainsi à des mesures de volumes et d'énergies d'activation apparents. Des essais de fluage, de fatigue et de fatigue - fluage ont également été menés aux plus basses températures. Les microstructures de déformation développées dans certains essais caractéristiques ont été observées en microscopie électronique en transmission. L'ensemble de ces résultats est commenté à la lumière de l'interprétation proposée dans le chapitre II.

Après une brève présentation du matériau dans le chapitre III, le régime de traînage dynamique rencontré aux températures élevées (600°C – 450°C) est décrit au chapitre IV. Le régime de vieillissement dynamique qui domine au pic du domaine de l'anomalie de comportement, vers 400°C, fait l'objet du chapitre V. Le domaine des températures intermédiaires, entre 300°C et 200°C, est caractérisé par le blocage de la plasticité, comme le montre le chapitre VI. Dans le domaine des basses températures de l'anomalie (autour de 150°C), sujet du chapitre VII, les durcissements de vieillissement et d'écrouissage s'additionnent. Enfin, le dernier chapitre complète le panorama par les résultats obtenus à température ambiante, c'est-à-dire au voisinage de la limite basse du domaine, là où le vieillissement statique peut exister.

## Chapitre I : BIBLIOGRAPHIE GENERALE

### I.1. GENERALITES SUR LES ALLIAGES DE TITANE

C'est en raison de son rapport résistance/masse élevé, et de ses performances à haute température que le titane et surtout ses alliages connurent un essor marqué à la fin des années 40 et au début des années 50 pour des applications aéronautiques.

Le titane et ses alliages sont actuellement très répandus dans l'industrie aérospatiale, à la fois pour la cellule et les composants du réacteur, ainsi que dans l'industrie chimique en raison de leur très grande résistance à la corrosion. L'excellente biocompatibilité des alliages de titane leur confère également un grand attrait pour la biotechnologie.

#### I.1.a. Cristallographie du titane pur

Au-dessous de 882°C, et donc au voisinage de la température ambiante, le titane pur a une structure hexagonale compacte, appelée phase  $\alpha$ , de paramètres  $a = 0,295$  nm et  $c = 0,468$  nm à 20°C. Le rapport  $c/a$ , égal à 1,587, est donc notablement inférieur à la valeur théorique de  $\sqrt{8/3} = 1,633$  relative à la structure hexagonale compacte parfaite.

Dans le réseau cristallin, il existe deux types de sites interstitiels : les sites tétraédriques et les sites octaédriques. Les rayons de ces sites pour la structure hexagonale compacte ainsi que pour le cas particulier du titane  $\alpha$  sont donnés dans le tableau I-1. Les rayons atomiques des éléments interstitiels sont dans le tableau I-2. Compte tenu de ces valeurs, dans le cas du titane  $\alpha$ , seuls les sites octaédriques peuvent contenir les éléments interstitiels autres que l'hydrogène. Ces éléments stabilisent la phase  $\alpha$ .

Tableau I-1 : Rayon des sites interstitiels pour la maille hexagonale (Naka, 1983)

Nature du site interstitiel	Rayon du site lorsque $\frac{c}{a} < \sqrt{\frac{8}{3}}$	Cas du Ti- $\alpha$
Octaédrique	$\frac{1}{2\sqrt{3}} a \left( \sqrt{4 + \frac{3}{4} \left( \frac{c}{a} \right)^2} - \sqrt{1 + \frac{3}{4} \left( \frac{c}{a} \right)^2} \right)$	0,62 Å
Tétraédrique	$\frac{1}{2\sqrt{3}} a \left( \sqrt{2 + \frac{4}{3} \left( \frac{a}{c} \right)^2 + \frac{3}{4} \left( \frac{c}{a} \right)^2} - \sqrt{1 + \frac{3}{4} \left( \frac{c}{a} \right)^2} \right)$	0,34 Å

Tableau I-2 : Rayon atomique des éléments interstitiels (Naka, 1983)

Élément interstitiel	O	N	C	H
Rayon	0,60 Å	0,71 Å	0,77 Å	0,46 Å

Il faut de plus noter que les éléments interstitiels qui occupent les sites octaédriques distordent le réseau : l'oxygène, l'azote et le carbone conduisent à une augmentation des paramètres du réseau  $a$  et  $c$ . L'effet étant plus marqué pour  $c$ , on observe une hausse du rapport  $c/a$  (Conrad, 1981).

Au-dessus de  $882^{\circ}\text{C}$ , et jusqu'à sa température de fusion ( $1670^{\circ}\text{C}$ ), le titane pur présente la structure stable à haute température, appelée phase  $\beta$ , cubique centrée et de paramètre cristallin  $a = 0,332 \text{ nm}$  à  $1140^{\circ}\text{C}$ .

La température de transition  $\beta \rightarrow \alpha$  est appelée transus  $\beta$  ( $T_{\beta}$ ).

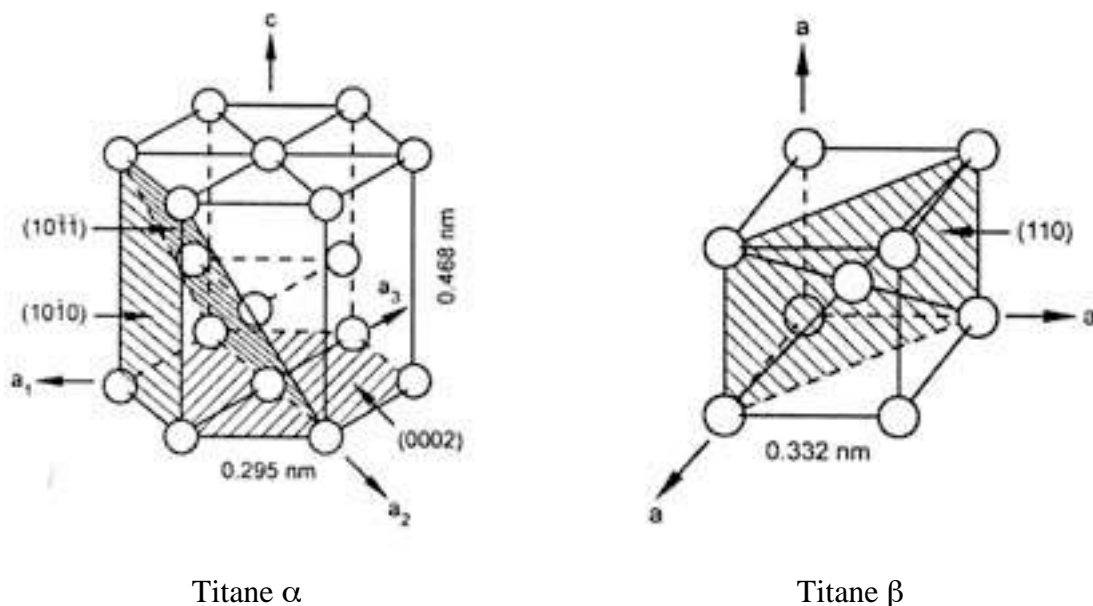


Figure I-1 : Cristallographie du titane.

La transformation allotropique  $\beta \leftrightarrow \alpha$  du titane présente les caractères spécifiques de la transformation martensitique, selon le mécanisme proposé par Burgers en 1934 pour le zirconium. On peut passer de la forme cubique centrée à la forme hexagonale par un faible déplacement (inférieur à une distance interatomique), de quelques atomes et par un léger réarrangement de ceux-ci, sans aucune diffusion.

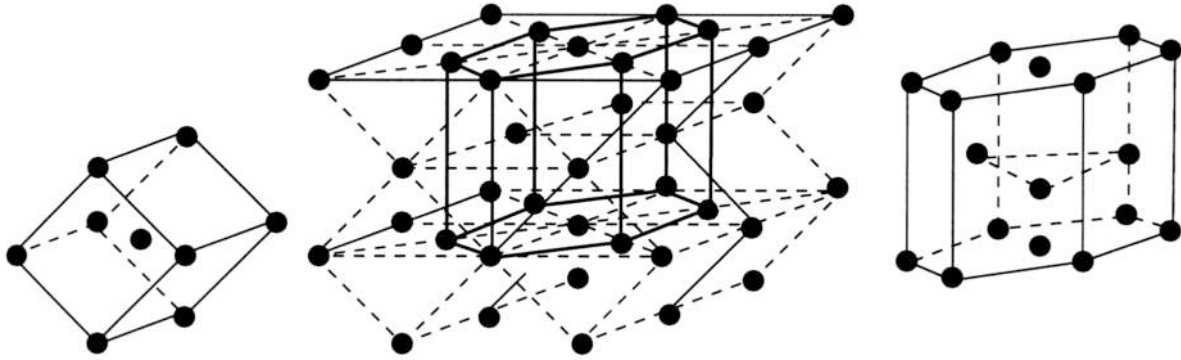


Figure I-2 : Transformation allotropique  $\beta$  (c.c.)  $\rightarrow$   $\alpha$  (h.c.)

L'angle  $\alpha$  indiqué sur la figure I-1 passe de  $70^{\circ}32'$  à  $60^{\circ}$  lors de la transformation.

Les correspondances cristallographiques ou relations de Burgers sont alors les suivantes :

$$(110)_{\beta} // (0001)_{\alpha} \quad (\text{Eq. I-1})$$

$$[111]_{\beta} // [11\bar{2}0]_{\alpha} \quad (\text{Eq. I-2})$$

Dans les alliages de titane, la transformation Cubique Centré  $\rightarrow$  Hexagonal Compact se produit toujours par un mécanisme de cisaillement avec germination athermique, suivie éventuellement, dans le cas des refroidissements lents (de l'ordre de  $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ), d'une croissance thermiquement activée. Les plaquettes  $\alpha$  qui se forment par refroidissement lent ou transformation isotherme ont avec la phase  $\beta$  les mêmes correspondances cristallographiques et les mêmes plans d'accolement que la martensite obtenue par trempe. On obtient ainsi soit une structure entièrement martensitique, appelée phase  $\alpha'$ , soit une structure de type bainitique, dite en vannerie, avec une légère diffusion des éléments interstitiels perpendiculairement aux plaquettes. Suivant les conditions de refroidissement, et la nature ainsi que la concentration en éléments d'addition, les types de microstructure sont très variés. Par contre, il est impossible d'avoir, pour le titane pur, de la phase  $\beta$  stabilisée par trempe, même ultra-rapide.

### I.1.b. Effet des éléments d'alliages

L'addition d'un élément d'alliage fait apparaître dans le diagramme binaire un domaine biphasé  $\alpha+\beta$ . Les phases  $\alpha$  et  $\beta$  peuvent être stabilisées en quantité plus ou moins importante suivant la nature et la proportion de ces éléments d'addition. Ces derniers sont donc classés suivant leur tendance à augmenter l'une ou l'autre des phases  $\alpha$  et  $\beta$ .

### 1.b.1. Les éléments alphagènes

Ces éléments, qui se dissolvent préférentiellement dans la phase  $\alpha$ , augmentent la température du transus  $\beta$  et accélèrent la cinétique de formation de la phase hexagonale.

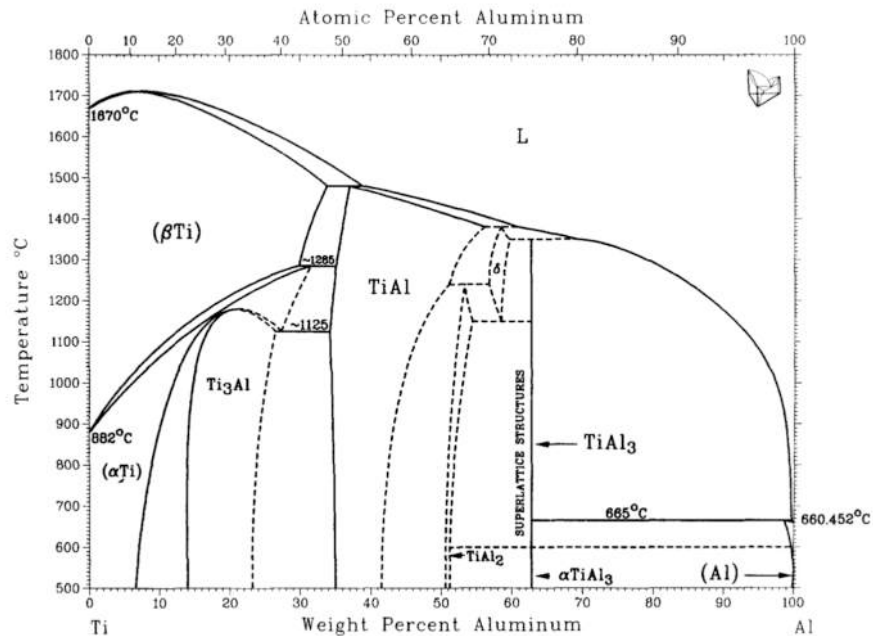


Figure I-3 : Diagramme binaire Ti-Al

L'aluminium, élément puissamment alphagène, est l'un des constituants majeurs des alliages de titane commerciaux. Il permet, en solution solide de substitution, un durcissement important de la phase  $\alpha$ . Sa teneur doit cependant être limitée à 6 % (en poids), car au-delà, il conduit à la précipitation de l'intermétallique  $Ti_3Al$  (aussi appelé  $\alpha_2$ ) qui est une phase très fragilisante.

L'oxygène, l'azote ou le carbone, en insertion dans l'alliage, sont également des éléments alphagènes.

Un équivalent en éléments alphagènes est proposé par la formule :

$$[Al_{eq}] (\% \text{ pondéral}) = [Al] + \frac{[Sn]}{3} + \frac{[Zr]}{6} + 10([O] + 2[N] + [C]) \quad (\text{Eq. I-3})$$

Cette équivalence repose sur la comparaison des pouvoirs de durcissement en solution solide. On constate donc qu'il y figure des éléments neutres, comme l'étain et le zirconium, éléments dont le pouvoir durcissant est significatif.

### 1.b.2. Les éléments bêtagènes

Ces éléments se dissolvent principalement dans la phase  $\beta$  et abaissent la température du transus  $\beta$ . On distingue deux catégories :

- certains éléments bêtagènes en substitution ont tendance à stabiliser la phase  $\beta$ . C'est le cas du molybdène, du vanadium, du niobium et du tantale.

• d'autres éléments bétagènes, au contraire, forment des composés eutectoides avec le titane. Le chrome, le fer, le manganèse, le silicium, le cobalt, le nickel et le cuivre font partie de ce groupe.

Un équivalent en éléments bétagènes, basé sur les teneurs minimales nécessaires dans les alliages binaires pour conserver, par trempe, la phase  $\beta$  à l'état métastable est défini comme suit :

$$[Mo]_{eq} = [Mo] + \frac{[V]}{1,5} + \frac{[Cr]}{0,6} + \frac{[Fe]}{0,35} + \frac{[Cu]}{1,3} + \frac{[Nb]}{3,6} \quad (\text{Eq. I-4})$$

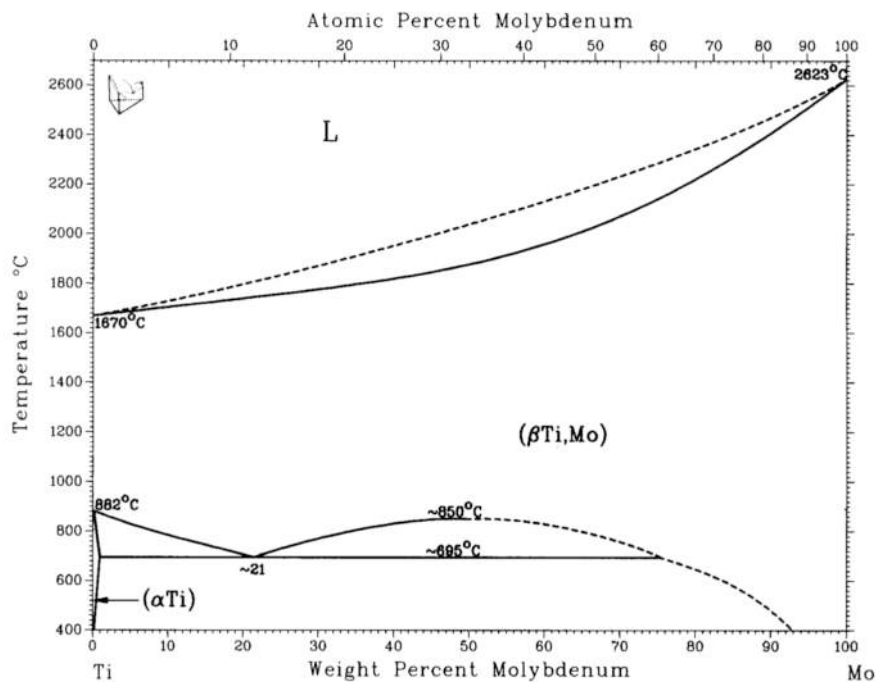


Figure I-4 : Diagramme binaire Ti-Mo

### 1.b.3. Les éléments neutres

L'étain et le zirconium permettent un durcissement de solution solide, mais n'ont pas ou peu d'influence sur la température du transus  $\beta$ . Ils sont solubles en grande quantité dans la phase  $\alpha$ .

### I.1.c. Les différentes classes d'alliages

En fonction de leur composition chimique et de leur structure d'équilibre à la température ambiante, on classe traditionnellement les alliages de titane en trois catégories. On peut situer approximativement les domaines de ces différentes classes d'alliage dans un diagramme  $Al_{eq} - Mo_{eq}$  (figure I.5). L'effet schématique de la structure sur les propriétés d'emploi, explicité dans les paragraphes suivants, est illustré par la figure I.6.

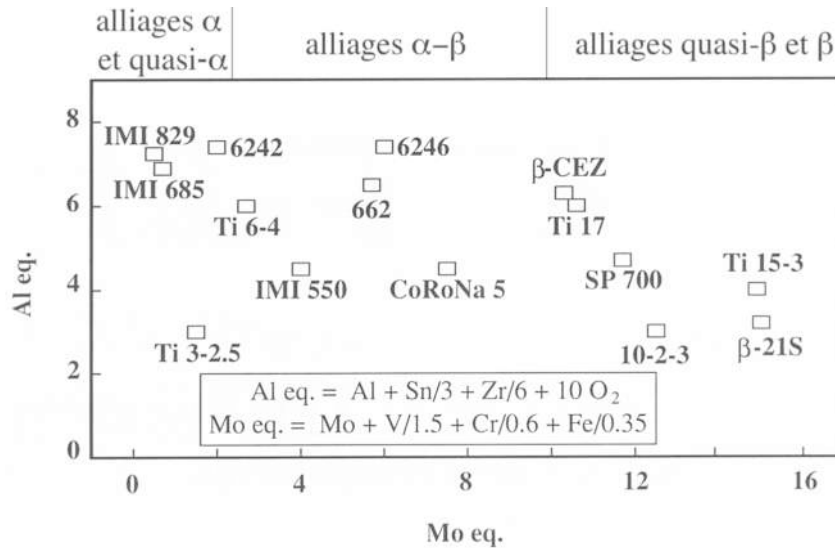


Figure I-5 : Situation des divers alliages industriels de titane dans un diagramme  $Al_{eq}$  -  $Mo_{eq}$

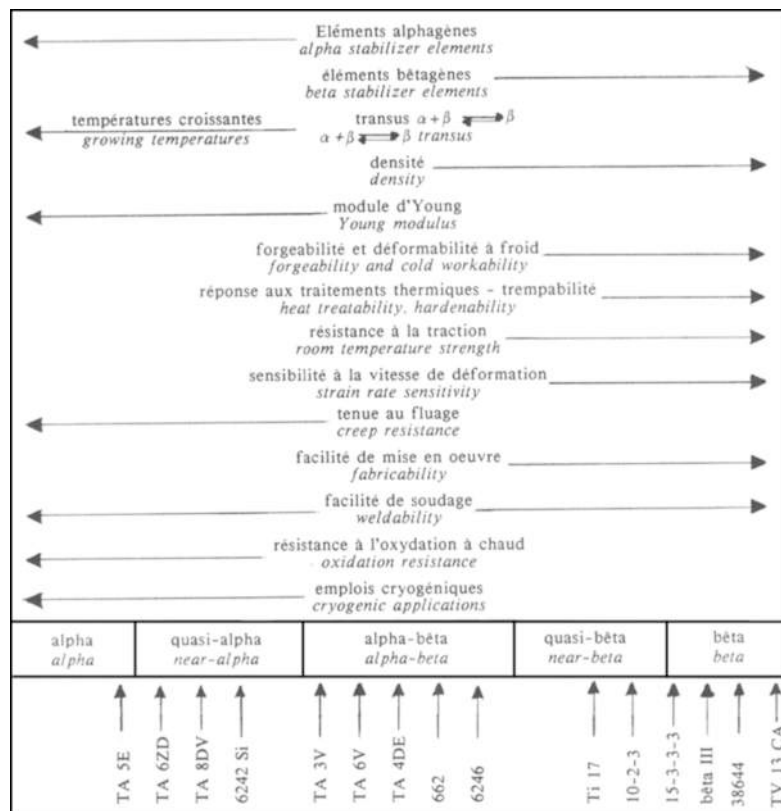


Figure I-6 : Effet schématique de la structure sur les principales propriétés d'emploi.

Tableau I-3 : Principaux alliages de titane, composition pondérale\*

Nom	Type	T <sub>β</sub>	Al	Sn	Zr	Mo	V	Nb	Fe	Cr	Mn	Si	Al <sub>eq</sub>	Mo <sub>eq</sub>	
TA5E	α	1040	5	2,5	-	-	-	-	-	-	-	-	5,8	0	
IMI 685, TA6ZD	quasi-α	1025	6	-	5	0,5	-	-	-	-	-	0,2	6,8	0,5	
IMI 829		1015	5,5	3,5	3	0,3	-	1	-	-	-	0,3	7,2	0,6	
TA8DV		1040	8	-	-	1	1	-	-	-	-	-	8	1,7	
Ti 6242 Si		995	6	2	4	2	-	-	-	-	-	0,1	7,3	2	
IMI 679		950	2,2	11	5	1	-	-	-	-	-	0,2	6,7	1	
IMI 834			5,8	4	3,5	0,5	-	0,7	-	-	-	0,35	7,7	0,7	
Ti 1100			6	2,7	4	0,4	-	-	-	-	-	0,45	7,6	0,4	
Ti 6246		α/β	945	6	2	4	6	-	-	-	-	-	-	7,3	6
TA3V	935		3	-	-	-	2,5	-	-	-	-	-	3	1,7	
TA6V, IMI 318	990		6	-	-	-	4	-	-	-	-	-	6	2,7	
Ti 6222			6	2	2	2	-	-	-	2	-	0,2	7	5,3	
IMI 550, TA4DE	950		4	2	-	4	-	-	-	-	-	0,5	4,7	4	
IMI 662, TA6VE	945		6	2	-	-	6	-	1	-	-	-	6,7	6,9	
Ti8Mn			-	-	-	-	-	-	-	-	8	-	0	--	
Protasul 100			6	-	-	-	-	7	-	-	-	-	6	1,9	
Ti62S			6	-	-	-	-	-	2	-	-	0,1	6	5,7	
SP700			4,5	-	-	2	3	-	2	-	-	-	4,5	9,7	
CoRoNa5	925		4,5	-	-	5	-	-	-	1,5	-	-	4,5	7,5	
Ti 17, TA5CD4	900		5	2	2	4	-	-	-	4	-	-	6	10,7	
Beta-CEZ	890		5	2	4	4	-	-	1	2	-	-	6,3	10,2	
Beta III	quasi-β		750	-	4,5	6	11	-	-	-	-	-	-	2,5	11
TV 13 CA		690	3	-	-	-	13	-	-	11	-	-	3	27	
Transage 134			2,5	2	6	-	12	-	-	-	-	-	4,2	8	
BetaC	β	720	3	-	4	4	8	-	-	6	-	-	3,7	19,3	
Ti 10 2 3		800	3	-	-	-	10	-	2	-	-	-	3	12,4	
Ti 15 3		760	3	3	-	-	15	-	-	3	-	-	4	15	
Beta21S			3	-	-	15	-	2,7	-	-	-	0,2	3	15,8	
Ti125S			3	-	-	6,2	6	-	5,7	-	-	-	3	26,5	
TMZF				-	6	12	-	-	2	-	-	-	1	17,7	
Ti LCB				1,5	-	-	6,8	-	-	4,5	-	-	-	1,5	19,7

\* : d'après Tricot (1988), Combres (1991) et Combres (1999)



### ***1.c.1. Les alliages $\alpha$ et quasi- $\alpha$***

Ces alliages contiennent une forte majorité d'additions alphas, avec dans le cas des alliages quasi- $\alpha$ , de faibles additions renforçant la phase  $\beta$ .

Ils sont entièrement ou presque constitués de phase hexagonale  $\alpha$ .

Ces alliages sont très résistants au fluage jusque vers 550°C, surtout si la microstructure est aciculaire et ils sont donc utilisés à haute température. D'autre part, l'absence de température de transition ductile-fragile les rend particulièrement intéressants pour des applications cryogéniques. Ils sont de plus aptes au soudage.

Par contre, ils sont peu sensibles aux traitements thermiques et leur mise en forme est difficile.

Le TA5E (Ti-5Al-2,5Sn) fait partie des alliages  $\alpha$ . Parmi les alliages quasi- $\alpha$ , on peut citer le Ti 6242-Si (Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0,1Si) qui fait l'objet de cette étude, mais aussi l'IMI 685 (Ti-6Al-5Zr-0,5Mo-0,25Si) ou encore l'IMI 829 (5,5Al-3,5Sn-3Zr-0,3Mo-0,3Si). L'IMI 685 et le Ti 6242-Si ont notamment été développés pour les disques et les aubes de compresseur des turboréacteurs.

### ***1.c.2. Les alliages $\alpha+\beta$***

Ces alliages contiennent à la fois des éléments alphas et, le plus souvent, 5 à 6 % d'éléments bêta.

Ces alliages sont biphasés : ils sont composés à température ambiante des deux phases  $\alpha$  et  $\beta$ . Ce sont les plus utilisés, notamment dans le domaine aéronautique.

Ils offrent un excellent compromis de propriétés mécaniques et présentent une meilleure réponse aux traitements thermiques que les alliages  $\alpha$ . Toutefois, ils ne sont stables que jusque vers 450°C, et leur usage est donc limité en température.

L'alliage TA6V (Ti-6Al-4V) domine très largement le marché aéronautique, mais le Ti 6246 (Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo) et le Corona 5 (Ti-4,5Al-5Mo-1,5Cr) peuvent également être mentionnés.

### ***1.c.3. Les alliages $\beta$ et quasi- $\beta$***

Leur structure est constituée essentiellement de phase  $\beta$  fortement stabilisée.

Ces alliages à l'état trempé sont soudables et possèdent une aptitude intéressante à la déformation à froid. Ils peuvent atteindre des caractéristiques mécaniques élevées à l'état trempé revenu et sont résistants jusqu'à 350-450°C. Par contre, ils montrent une moins bonne tenue à l'oxydation et au fluage, et une faible stabilité à chaud sous contrainte.

Le  $\beta$ CEZ (5Al-2Sn-4Zr-4Mo-2Cr-1Fe) et le Ti 17 (5Al-2Sn-2Zr-2Mo-4Cr-0,1Fe) sont des exemples de cette classe d'alliages.

## I.2. SYSTEMES DE GLISSEMENT DANS LE TITANE $\alpha$

Pour toutes les structures hexagonales, la direction la plus dense a pour vecteur paramétrique  $\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ , et est l'intersection du plan de base et de l'un des trois plans prismatiques. Le plan (0001) est, quant à lui, le plan le plus dense.

On observe généralement dans les métaux de structure hexagonale (Naka, 1983) cinq modes de glissement qui sont indiqués dans le tableau I-4 et illustrés par la figure I.7.

Tableau I-4 : Systèmes de glissement dans les matériaux de structure hexagonale

Plans de glissement		Directions de glissement	
Nom	Indice	Vecteurs de Burgers des dislocations	
Nom	Indice	Indice	Symbole
basal	(0001)	$\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$	$\bar{a}$
prismatique	$\{10\bar{1}0\}$	$\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$	$\bar{a}$
pyramidal de 1 <sup>ère</sup> espèce	$\{10\bar{1}1\}$	$\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$	$\bar{a}$
pyramidal de 1 <sup>ère</sup> espèce	$\{10\bar{1}1\}$	$\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}3 \rangle$	$\bar{c} + \bar{a}$
pyramidal de 2 <sup>ème</sup> espèce	$\{11\bar{2}2\}$	$\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}3 \rangle$	$\bar{c} + \bar{a}$

Les trois premiers modes de glissement (basal, prismatique et pyramidal de 1<sup>ère</sup> espèce) possèdent la même direction de glissement  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  contenue dans le plan de base. Seuls les systèmes de glissement pyramidaux possèdent une direction de glissement hors du plan de base ( $\langle 11\bar{2}3 \rangle$ ), ce qui permet alors au matériau de se déformer dans les trois directions de l'espace.

Le plan de glissement principal varie selon les métaux. Il s'agit, soit du plan de base (Cd, Zn, Mg, Co, Be), soit du plan prismatique (Ti, Zr, Hf, Ru). Ce problème de facilité relative des différents modes de glissement a été abordé de différentes manières. Naka (1983) en propose une revue dans sa thèse. Nous ne citerons que les plus significatifs.

Une première approche s'appuie sur le critère de Peierls-Nabarro qui relie la facilité de glissement à la distance inter-réticulaire  $d$  : le glissement est facile quand  $d$  est grand. Or  $d$  peut être reliée à la compacité du matériau. Il est généralement admis que pour une valeur de  $c/a$  supérieure à la compacité théorique de 1,633, le plan de glissement principal est le plan de base. Lorsque le rapport  $c/a$  est inférieur à 1,633, c'est alors le plan prismatique qui est le plan de glissement facile. Cependant, quelques métaux, comme le béryllium, font exception à cette règle.

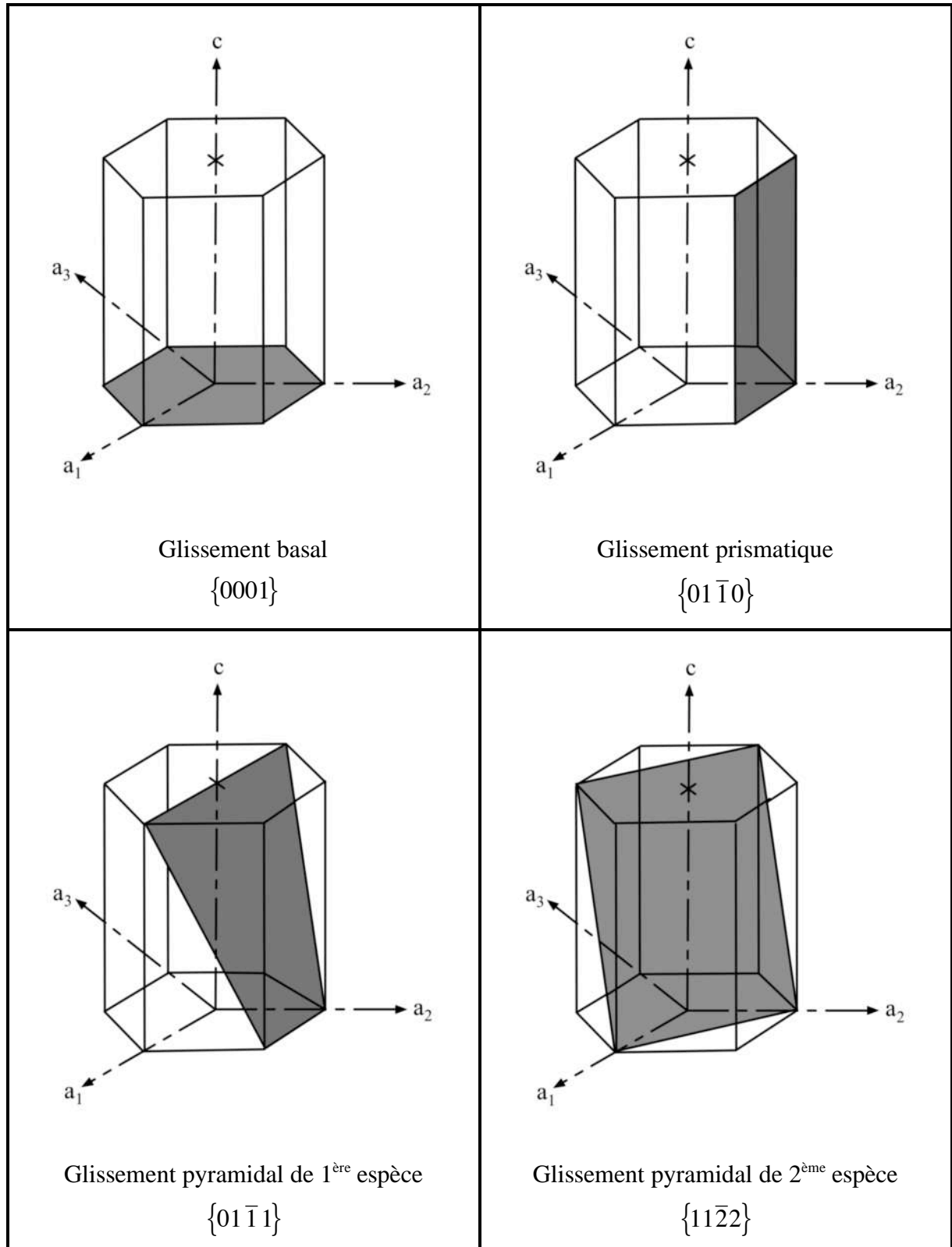


Figure I-7 : Plans de glissement dans les matériaux de structure hexagonale compacte (Naka, 1983).

D'autres théories, basées sur l'anisotropie élastique (Yoo, 1967), ou encore sur les dissociations liées à la structure de cœur des dislocations (Régner et Dupouy, 1970), ne sont pas plus satisfaisantes, car elles induisent, là encore des exceptions.

Legrand (Legrand, 1984) a établi un critère tenant compte des énergies d'empilement calculées dans le plan de base et le plan prismatique ( $\gamma_B$  et  $\gamma_P$ ). Il existe en effet un excellent accord entre le rapport des énergies de défaut d'empilement corrigées par les modules élastiques intervenant dans les propriétés de dissociation,  $R = \frac{\gamma_B C_{66}}{\gamma_P C_{44}}$ , et le mode de glissement observé. Si ce rapport est supérieur à 1, le glissement prismatique est facile. S'il est inférieur à 1, le glissement basal est préféré. Enfin, si le rapport est proche de 1, le glissement est aussi facile sur le plan basal que sur le plan prismatique.

Dans le titane, le glissement sur des plans prismatiques de dislocations de direction  $\bar{a} = 1/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$  est donc le plus facile. Les glissements secondaires sont les glissements sur le plan de base ou sur les plans pyramidaux.

### I.3. FLUAGE A BASSE TEMPERATURE DES ALLIAGES DE TITANE.

Il est bien connu que les alliages de titane fluent à température ambiante (0,15 Tf), et ce pour de contraintes inférieures à la limite d'élasticité. Ceci a d'abord été observé sur du titane pur (Adenstedt, 1949), puis sur des alliages commerciaux (Thompson, 1973 ; Odegard, 1974 ; Eylon, 1977 ; Evans, 1979 ; Imam, 1979 ; Hack, 1982 ; Miller, 1987 ; Neeraj, 2000). Ce fait crucial, à prendre impérativement en compte pour le dimensionnement de pièces est souvent rapporté dans la littérature, mais son interprétation est toujours incertaine.

Une loi de fluage primaire parabolique de type :

$$\varepsilon = At^a \quad (\text{Eq. I-5})$$

a été proposée par Chu (1970), pour décrire ce fluage épuisement dans du Ti-6Al-4V, avec  $a = 0,2$ , ce qui implique que l'épuisement est particulièrement lent. Plus récemment, elle a été reprise par Brandes et Mills (2003) pour représenter le fluage primaire du Ti 6242Si. Suri (1997) a lui montré que cette valeur ne convenait pas pour les temps courts (<100s), pour lesquels il indique une valeur de  $a$  de 0,8. Pour les temps plus longs, il retrouve, ainsi que Miller (1987), une valeur de 0,2 quel que soit le type de microstructure, **colonie** ou **vannerie**. Il faut par contre noter que la déformation de fluage est plus faible pour la microstructure en vannerie, du fait de la longueur de glissement réduite par la taille même des lattes. Miller souligne également le fait qu'on n'observe pas de fluage stationnaire à température ambiante, mais plutôt un fluage primaire prédominant, alors que le fluage stationnaire est fréquent aux températures élevées.

L'écoulement plastique est très hétérogène dans les alliages de titane : il s'agit, dans les alliages  $\alpha/\beta$ , de glissement dans la phase  $\alpha$ . Suri (1999) constate peu de corrélation entre les réseaux de dislocations observés dans la phase  $\alpha$  de part et d'autre d'une latte de phase  $\beta$ . Suivant le système de glissement actif dans la phase  $\alpha$ , il est probable que la résistance au transfert du glissement de l'interface  $\alpha/\beta$  et du couloir  $\beta$  séparant deux lattes varie d'une latte à l'autre, en fonction des variations de leur orientation relative. C'est probablement le sens qu'il faut donner à l'observation rapportée par Brandes et Mills (2003) qui constatent, par des examens en MET, qu'un glissement basal de type  $a_3$  rencontre des barrières très élevées à l'intérieur de certaines lattes, alors que pour un second glissement basal  $a_2$ , ces barrières sont inexistantes (Savage 2002). Ils rendent compte de ce phénomène en observant que d'importants glissements déviés se sont produits dans le couloir de matrice  $\beta$ , perturbant ainsi la transmission de la déformation ainsi que sa réversibilité, dans le cas du glissement basal  $a_3$ . Des observations MET plus systématiques sont donc nécessaires pour généraliser ces notions de transmission facile de la déformation au travers des lattes et des couloirs de matrice, ou au contraire d'accumulation de dislocations contre des obstacles élastiques très résistants à la plasticité. Il n'en reste pas moins vrai que ces auteurs ont bien mis en évidence un taux d'écrouissage relativement faible de ce type d'alliages à température ambiante qu'ils associent à une capacité de restauration inhabituelle à si basse température. Par ailleurs, ils attribuent la capacité de relaxation très élevée de ces microstructures à une plasticité renversable qui résulterait du retour en arrière de longs empilements de dislocations vis, libres de toute interaction avec des systèmes sécants dans les morphologies de phase  $\alpha$  en lattes de petite taille. Ceci n'est évidemment pas le cas dans les alliages  $\alpha/\beta$  à microstructure duale, dans lesquels la phase  $\alpha$  occupe des volumes plus importants sous forme de nodules équiaxes de plusieurs dizaines de microns de diamètre, ce qui y facilite l'interaction entre plusieurs systèmes de glissement sécants. En fait, la constitution, à l'intérieur de ces nodules de grande taille, d'enchevêtrements de dislocations constituant des parois de cellules relativement stables est possible, ce qui contribue à l'accroissement de la contrainte d'écoulement du matériau et fait disparaître la renversabilité de la déformation plastique.

Dès le début des années 90, Ankem et son équipe ont lancé d'ambitieuses recherches portant sur le fluage à température ambiante d'une large variété d'alliages de titane, depuis ceux qui se présentent exclusivement en phase  $\alpha$  (Ankem, 1994), jusqu'aux fortes solutions solides ne présentant que de la phase  $\beta$  (Doraiswamy, 2003), et en passant par certains alliages présentant simultanément de la phase  $\alpha$  et de la phase  $\beta$ . Ils établissent dans des solutions solides de type Ti-9,4 Mn et Ti-13 Mn que la phase  $\beta$  se déforme peu, dans un mode de fluage primaire, et que ce fluage augmente avec la taille de grains selon l'équation I-5 avec le coefficient et l'exposant de fluage précisés dans la première ligne du tableau I-5. Ils s'attachent particulièrement à montrer le rôle de la phase  $\omega$  dans la résistance au fluage (Doraiswamy, 2003).

Dans une étude de fluage à température ambiante de l'alliage  $\alpha$ -Ti-1,6V, Aiyangar et al. (2003) constatent que l'écoulement plastique s'effectue à partir de contraintes aussi faibles que 75 % de la limite d'élasticité. Ils indiquent que la loi de fluage parabolique décrite plus

haut (équation I-5) s'applique avec un coefficient A dépendant assez fortement de la taille de grains et un exposant de déformation qui en dépend également (tableau I-5). Ils associent ces importantes amplitudes de fluage primaire à la présence de macles mécaniques qu'ils observent à l'intérieur de la phase  $\alpha$  équiaxe, tout en constatant que la densité de macles, pour une déformation plastique donnée, est beaucoup plus faible dans les petits grains, et tend même à disparaître pour les plus petites tailles (38  $\mu\text{m}$ ). On peut donc s'attendre à ce que le maclage ne soit pas observé dans des lattes de quelques microns de diamètre et par conséquent, qu'un autre mécanisme contribue également au fluage à température ambiante. Par contre, ils suggèrent bien que l'augmentation de la teneur en oxygène réduit le maclage, ainsi que la quantité de déformation en 200h et la vitesse de fluage, mais sans en proposer d'explication.

Tableau I-5 : Variations de A et a en fonction de la taille de grain d

	A	a	Matériaux et réf
<b>Alliages <math>\beta</math></b>	0,004 $d^{0,4}$	0,005 pour $d > 250\mu\text{m}$	Ti-9,4 Mn–Ti-13 Mn Ti-14,8 V (Doraiswamy, 2003)
<b>Alliages <math>\alpha</math></b>	0,11 $d^{0,29}$	0,1 $d^{0,17}$	Ti-1,6 V (Aiyangar, 2003)

Dans une étude en sollicitation biaxiée anisotrope de tubes de Ti-3 Al - 2,5 V à 300°C et 450°C, Murty (Murty, 2003) confirme l'absence de micro maclage dans les microstructures à taille de grains inférieure à 10  $\mu\text{m}$ , ainsi que la prédominance des systèmes de glissement prismatique de dislocations de type a. Par ailleurs, il constate que, comme à température ambiante, le fluage présente un caractère primaire prédominant à ces deux températures, mais qu'aucune des modélisations des divers systèmes de glissement possible par une loi puissance ne permet de rendre compte du très faible niveau d'interaction observé expérimentalement et résultant des sollicitations croisées. Il semble donc ainsi confirmer l'indépendance apparemment excessive et inhabituelle des systèmes de glissement, ainsi que la réversibilité possible de la plasticité qui en découle, dans ce type de matériau.

Dans des alliages moins chargés en éléments  $\beta$ -gènes tels que Ti-6 Mn ou Ti-8 V, il obtient des microstructures biphasées  $\alpha/\beta$  présentant elles aussi un fluage primaire de type logarithmique dont l'ampleur et la vitesse augmentent avec la taille de grains. Grâce à la combinaison d'un extensomètre longitudinal classique et d'une extensométrie locale par micro grilles ils peuvent établir sans ambiguïté que la majeure partie de la plasticité est apportée par la phase  $\alpha$  alors que la phase  $\beta$  montre une grande résistance au fluage tout en se laissant fréquemment traverser par certains systèmes de glissement engendrés au sein même de la phase  $\alpha$ . Ils rapportent également que le glissement aux interfaces  $\alpha/\beta$  apporte une contribution significative à la plasticité macroscopique du matériau dans cette gamme de températures.

Concernant l'énergie d'activation apparente pour le fluage à température ambiante, aucune étude ne semble s'en être préoccupé, probablement pour des raisons de difficultés expérimentales car il n'est pas facile d'effectuer des sauts de température ou même des essais isothermes au voisinage immédiat de l'ambiante sur les matériels généralement disponibles. Par contre, pour les plus hautes températures, Murty (Murty, 2003) rapporte une valeur d'environ 190 kJ/mol, et un exposant de contrainte d'environ 5 entre 300°C et 450°C. Il attribue cette mesure à un fluage contrôlé par l'auto-diffusion, alors que les expériences ont été menées sur du titane de pureté commerciale et un alliage Ti - 3 Al - 2,5 V. Il serait plus vraisemblable de l'attribuer à la diffusion couplée du titane et d'éléments en solution solide (Conrad, 1981). Dans un alliage quasi  $\alpha$  mais contenant des particules, Hong et al (Hong, 2003) mesurent une valeur d'environ 140 kJ/mol entre 550°C et 600°C qu'ils rapprochent de l'énergie d'auto diffusion pour le titane (de 85 à 125 kJ/mol) ; par contre cette énergie d'activation apparente saute brusquement vers 300 kJ/mol entre 600 et 650°C, lorsque le dispersoïde vient contrôler le comportement en fluage. L'étude de Ponsonnet et al. (Ponsonnet, 1999), portant sur l'alliage  $\beta$ -CEZ entre 400°C et 470°C, rapporte également des énergies d'activation comprises entre 100 et 120 kJ/mol et les auteurs concèdent que le fluage est effectivement contrôlé par la phase  $\alpha$ , même dans ces alliages où la phase  $\beta$  reste majoritaire.

#### **I.4. SYNTHÈSE DES ÉTUDES MENEES AU SUJET DE L'EFFET DU TEMPS DE MAINTIEN**

Les effets du temps de maintien sur les alliages de titane ont largement été étudiés depuis la rupture en service de disques fan de RB 211 au début des années 70.

Toutefois, différents alliages et méthodes d'expérimentations, ainsi que divers paramètres d'essai (temps, niveau de charge, température, environnement...) ont été utilisés par les chercheurs, ce qui a conduit à de nettes divergences, voire à des contradictions dans les résultats obtenus, comme l'indique la revue bibliographique faite par Song et Hoepfner (Song, 1988).

Dans cette partie, nous nous efforcerons de présenter les différents résultats obtenus lors des études menées sur le sujet, même si la cohérence de l'ensemble est difficile à obtenir compte tenu de la diversité des conclusions.

##### **I.4.a. Définition de l'effet du temps de maintien**

Dans la plupart des structures aéronautiques, le trajet de chargement consiste essentiellement en une mise en charge au décollage, cette charge restant quasiment constante durant le vol de croisière, puis s'annulant après l'atterrissage. Le spectre réel de chargement pour un composant spécifique peut évidemment différer considérablement de cette schématisation lors des différentes étapes d'un vol.

Pour simuler ces conditions de chargement en laboratoire, la charge est gardée constante, généralement à la valeur maximale du cycle, pendant une période appelée temps de maintien ou "dwell time". Ce type de sollicitation est alors appelé fatigue avec temps de maintien, ou plus simplement fatigue-fluage (figure I.8)

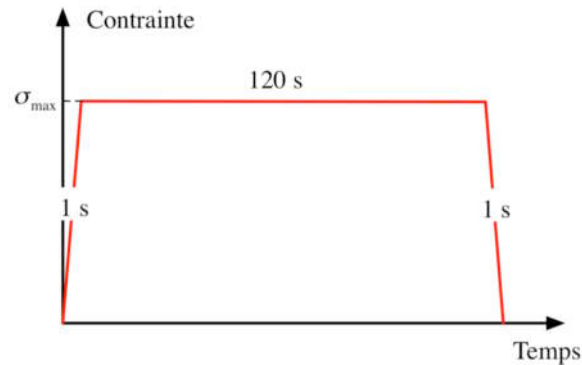


Figure I-8 : Exemple d'un cycle de fatigue-fluage utilisé dans cette étude.

Les travaux de nombreux chercheurs ont clairement démontré que l'introduction d'un temps de maintien à charge maximale dans un cycle de fatigue réduit de façon sévère la durée de vie de certains matériaux. Cette découverte est perturbante, puisque de nombreuses pièces sont dimensionnées principalement sur des résultats de fatigue simple et de fluage, sans intégrer comme paramètre le temps de maintien en fatigue, pour des raisons de coût notamment. De plus, les observations des effets du temps de maintien ont montré que certains mécanismes survenant dans ces conditions ne sont pas compris. Or, pour pouvoir développer des estimations de durée de vie fiables, il est nécessaire d'accéder à la compréhension des mécanismes responsables des effets de temps de maintien.

#### **I.4.b. Rôle de la microstructure sur l'effet de temps de maintien en fatigue, et domaine d'existence de cet effet en température.**

Des études sur l'effet du temps de maintien en fatigue sur les alliages de titane ont été menées dès les années 70. Les alliages IMI 685 et Ti 6Al-4V qui étaient les plus utilisés dans l'industrie aéronautique à l'époque ont fait, par conséquent, l'objet de la majorité de ces travaux.

Eylon et Hall (Eylon, 1977) ont étudié le comportement en fatigue de l'IMI 685, un alliage quasi- $\alpha$  forgé et ayant subi un traitement thermique de remise en solution dans le domaine  $\beta$ . En effet, des ruptures prématurées en service avaient été observées avec la microstructure aciculaire ainsi obtenue. Leurs travaux ont porté sur deux microstructures légèrement différentes suite aux traitements thermiques effectués : une première, constituée de grandes colonies de lamelles de phase  $\alpha$  serait plus sensible à l'effet du temps de maintien que la seconde, qui comporte des aiguilles de phase  $\alpha$  plus courtes, fines et enchevêtrées (microstructure en vannerie). En fatigue oligocyclique, à température ambiante, la durée de



vie est légèrement plus élevée si la microstructure est plus fine (microstructure en vannerie). Mais surtout, une réduction de durée de vie très sévère, proche d'un facteur 100 pour une contrainte de 827 MPa est observée si un temps de maintien de 5 min est introduit à charge maximale dans le cycle de fatigue, et ce, pour le matériau comportant de grandes colonies de lattes de phase  $\alpha$ .

Evans et Gostelow (Evans, 1979) ont obtenu le même type de résultats sur de l'IMI 685 également constitué de grandes colonies d'aiguilles  $\alpha$  alignées : les maintiens de 5 min à charge maximale ont réduit le nombre de cycles à rupture d'un facteur 16 environ, dans une gamme de contrainte allant de 750 à 850 MPa (figure I-9 a). Ces chercheurs ont également remarqué une importante déformation plastique des échantillons testés en fatigue-fluage : par exemple, un échantillon testé dans ces conditions sous une contrainte de 850 MPa a subi une réduction de section de 8 % contre seulement 2 % pour l'essai de fatigue pure équivalent. D'autre part, les courbes déformation-temps pour les essais avec temps de maintien présentent les trois stades – primaire, secondaire et tertiaire - caractéristiques du fluage. Les essais de fluage menés suite à ces constatations mettent en évidence une nette corrélation entre les durées de vie en fluage ou en fatigue avec temps de maintien (figure I-9b). Les auteurs supposent donc que le comportement de leur alliage lors des essais de fatigue avec temps de maintien est lié à l'accumulation de déformation de fluage durant le temps de maintien.

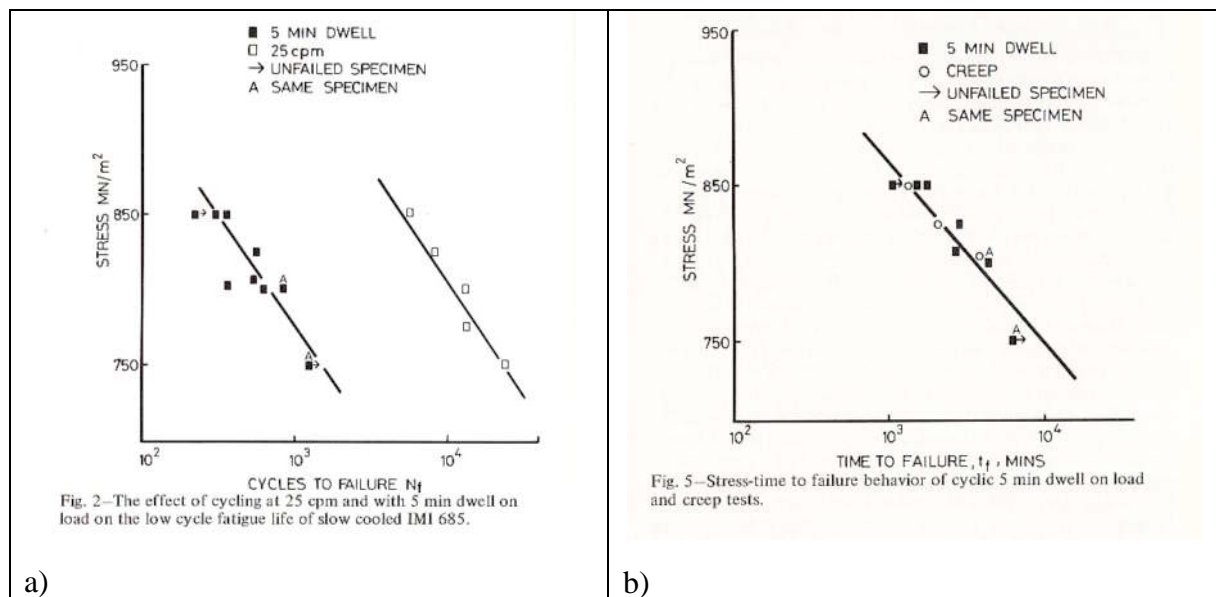


Figure I-9 : Essais de fatigue pure, de fatigue-fluage et de fluage pur sur l'IMI 685 à microstructure en colonies de lattes de phase  $\alpha$  alignées (Evans, 1979)

a) Effet de l'ajout du temps de maintien en fatigue sur la durée de vie (exprimée en nombre de cycles)

b) Comparaison des temps à rupture en fatigue-fluage et en fluage pur

Hack et Leverant (Hack, 1982) rapportent eux aussi, pour des alliages de titane quasi- $\alpha$  et  $\alpha/\beta$ , la réduction de la durée de vie en fatigue à température ambiante lors de

l'introduction d'un temps de maintien à charge maximale dans un cycle initialement triangulaire. Ils ont de plus réalisé les essais suivants :

- cyclage avec maintien de 5 min à charge maximale combiné avec un maintien de 5 min à charge minimale,
- prédéformation plastique de 1 % en traction suivie d'un cyclage avec un maintien de 5 min à charge maximale,
- fluage sous la contrainte correspondant à la contrainte maximale des essais cycliques : 830 MPa (= 95 % de la limite d'élasticité conventionnelle à 0,2 %).

Le chargement cyclique avec un maintien de 5 min à contrainte maximale donne la même durée de vie et la même déformation à rupture que l'essai de fluage. L'éprouvette prédéformée de 2% en traction a cassé en fatigue-fluage pour une durée de vie beaucoup plus courte, mais pour la même déformation totale qu'en fatigue-fluage et en fluage pur. Enfin, l'échantillon cyclé avec des temps de maintien aux contraintes maximale et minimale a rompu là encore au même niveau de déformation et pour un temps sous charge maximale équivalent. D'autres essais de fatigue-fluage ont été réalisés à 473K (200°C) et 203K (-70°C) sur le matériau à l'état de réception. Les résultats mettent en évidence l'absence d'effet du temps de maintien aussi bien à haute température qu'à température cryogénique.

La sensibilité au temps de maintien observée à température ambiante disparaît ainsi vers les températures plus élevées dans la gamme de 75°C à 150°C d'après un certain nombre d'études (Evans, 1979 ; Hack, 1982). Les travaux de Yu et al (Yu, 2003) prennent leur intérêt du fait de la température choisie : 520°C. Ils montrent en effet qu'à cette température élevée, le temps de maintien appliqué à charge maximale durant un essai de fatigue conduit de nouveau, comme à basse température (autour de la température ambiante), à une réduction de la durée de vie. Yu mentionne le caractère planaire du glissement des dislocations. On retrouve donc l'importance de la viscoplasticité déjà mentionnée pour les basses températures. Le rôle de la microstructure est également mis en évidence : la microstructure de la phase  $\alpha$  dite équiaxe est plus sensible à l'effet du temps de maintien que la microstructure trimodale. C'est la microstructure en vannerie qui est la plus résistante. On remarque donc que plus la microstructure est fine, plus elle est résistante aux effets de temps de maintien.

#### **I.4.c. Rôle de l'hydrogène**

L'hydrogène a souvent été évoqué comme responsable potentiel de l'effet du temps de maintien au voisinage de la température ambiante. Du fait qu'il diffuse sans difficulté dans les deux structures cristallines du titane à cette température, il peut interagir rapidement avec les dislocations sans en diminuer la mobilité, contrairement aux autres interstitiels comme en particulier l'oxygène dont la diffusion est quasiment négligeable.

Hack et Leverant (Hack, 1982) ont étudié l'effet du temps de maintien en fatigue sur l'IMI 685 à microstructure grossière en colonie de lattes (400 à 750  $\mu\text{m}$ ) à l'état de réception (40 ppm d'hydrogène) ou sur le même matériau chargé en hydrogène. Ils ont montré que l'augmentation du taux d'hydrogène de 40 à 140 ppm réduit la durée de vie en fatigue-fluage d'un facteur additionnel de 30 à température ambiante. Ils proposent donc un modèle de fragilisation par l'hydrogène interne qui s'accumulerait en tête des empilements de

dislocations qui se développent lors de la déformation viscoplastique liée au temps de maintien à charge maximale. Ces empilements sont limités par les frontières des colonies de lattes de phase  $\alpha$  (ex-joints de grains  $\beta$ ). Près de ces têtes d'empilement riches en hydrogène, une microfissure s'initierait et se propagerait alors par la formation et la fissuration d'hydrures en pointe de fissure, contribuant à la formation de facettes de quasi-clivage d'orientation proche de celle du plan basal.

L'effet de l'hydrogène interstitiel évoqué par Hack et Leverant a également été étudié par Evans (Evans, 1987 b) pour le même type de microstructure grossière avec des lattes de phase  $\alpha$  alignées de l'IMI 685, mais dans la gamme 10-50 ppm. Les résultats sont surprenants puisqu'ils diffèrent de ceux obtenus précédemment par Hack et Leverant : ils suggèrent que la durée de vie, à la fois pour des essais de fatigue pure et des essais de fatigue-fluage, augmente avec la teneur en hydrogène. Evans suppose que cet accroissement de la durée de vie peut être attribué à un changement de la croissance des fissures courtes, par une meilleure résistance à la déformation plastique pour la plus forte teneur en hydrogène, sans en expliquer le mécanisme. Par contre, on retrouve dans cette étude le fait qu'un temps de maintien à contrainte maximale dans un essai de fatigue réduit de façon significative la durée de vie, et que l'amplitude de cette réduction augmente avec la contrainte maximale appliquée.

En 1995, Evans et Bache (Evans, 1995) étudient toujours le rôle de l'hydrogène dans l'IMI 685 avec une microstructure en colonies de lattes de phase  $\alpha$  alignées, mais pour des teneurs en hydrogène variant cette fois-ci de 20 à 275 ppm. Leur travail met alors en évidence l'existence de plusieurs régimes de comportement suivant la concentration en hydrogène de l'alliage. Pour les concentrations inférieures à 100 ppm dans l'IMI 685 avec une microstructure grossière, l'hydrogène interstitiel affecte la réponse en déformation en facilitant le développement de bandes de glissement. Les premiers stades du développement de fissures de fatigue sous chargement de fatigue avec ou sans temps de maintien impliquent la séparation des bandes de glissement basal sous l'effet d'une contrainte en tension perpendiculaire au plan de glissement. Pour des concentrations en hydrogène supérieures ou égales à 100 ppm, les auteurs observent des ruptures prématurées en fatigue, probablement liées selon eux à la formation d'hydrures, avec des fissures se propageant le long des interfaces  $\alpha/\beta$  et aux anciens joints de grain  $\beta$ . Ce comportement peut être associé à une sensibilité marquée au temps de maintien.

Ils retrouvent alors les conclusions de Shih et al. (Shih, 1988) qui ont étudié l'effet de l'hydrogène sur la rupture de l'alliage  $\alpha$  Ti-4% Al ainsi que le rôle de l'hydrure de titane dans le mécanisme de rupture, en déformant in-situ dans un microscope électronique à haute tension équipé d'une chambre à atmosphère contrôlable. Ces auteurs ont observé deux mécanismes de rupture dans un environnement gazeux à température ambiante. :

- rupture par déformation plastique localisée activée par la présence d'hydrogène
- rupture fragile de l'hydrure de titane dont la formation est induite par la contrainte.

L'intensité des contraintes locales détermine quel est le mécanisme prépondérant. Pour les niveaux de contrainte élevés, les fissures se propagent grâce au mécanisme de plasticité localisée accélérée par l'hydrogène, alors que pour les niveaux de contraintes faibles, les hydrures de titane se forment au voisinage du fond de fissure et les fissures se propagent alors à travers les hydrures.

Mignot (Mignot, 2003) dans un alliage plus riche en phase  $\beta$  (le Ti-6246) que celui étudié par Hack et Leverant ainsi que Evans (IMI 685), confirme le fait que l'hydrogène ajouté en quantité modérée (<500 ppm dans le Ti-6246 ou <100 ppm dans l'IMI 685) stimule la plasticité et provoque une localisation de la déformation aux interfaces  $\alpha/\beta$ . Il reprend les observations de Shih et indique que l'hydrogène favorise l'émission de dislocations en pointe de fissure, et accroît la mobilité des dislocations aussi bien coin que vis. L'action de l'hydrogène, dans le domaine des basses concentrations, consisterait en un écrantage des interactions dislocations - dislocations et mais aussi dislocations – autres interstitiels (O, N et C).

La raison pour laquelle la ductilité et la capacité de fluage à 20°C diminuent pour de plus fortes teneurs en hydrogène n'est pas claire, en l'absence de certitude sur la précipitation d'hydrures. Toutefois, une trop forte localisation de la déformation aux interfaces  $\alpha/\beta$  pourrait y faire naître un endommagement nuisant à la ductilité de l'alliage.

Il faut toutefois remarquer que la majorité de ces études ont été réalisées sur des alliages quasi- $\alpha$  de microstructures à gros ex-grains  $\beta$  et colonies de lattes  $\alpha$  alignées, alors que notre travail porte sur une microstructure plus fine en vannerie.

#### **I.4.d. Facettes de quasi-clivage**

L'examen des faciès de rupture révèle que les fractures, dans les éprouvettes testées avec ou même sans temps de maintien ont une origine interne (Evans, 1979). Des facettes de quasi-clivage (figure I-10) sont trouvées à chaque fois à l'origine de la rupture. Généralement, chacune de ces facettes traverse les colonies de phase  $\alpha$  et leur étendue correspond à la taille moyenne de ces colonies.

Les facettes de quasi-clivage sont plus fréquentes dans les essais avec temps de maintien. On peut par contre remarquer que leur nombre diminue lorsque le niveau de contrainte augmente. Lors des essais de fatigue pure, le mode de rupture passe rapidement de ces facettes, à l'habituelle propagation de fissures en fatigue, et donc à la formation de stries. Des essais de fluage pur ont montré une corrélation étroite entre la durée de vie en fatigue avec temps de maintien, et la durée de vie en fluage (figure I-9 b). Comme les mêmes facettes de quasi-clivage sont observées sur les faciès de rupture des éprouvettes testées en fatigue-fluage, les auteurs en déduisent alors que la formation de facettes et le comportement de l'alliage lors des essais de fatigue avec temps de maintien sont liés à l'accumulation de déformation de fluage pendant les périodes de maintien à contrainte maximale.

Ces facettes sont également observées après des essais de relaxation, mais pas après des essais de traction (Evans, 1987 a). Il a été montré, par EBSD, que leur orientation est proche du plan basal (Bache, 1997).

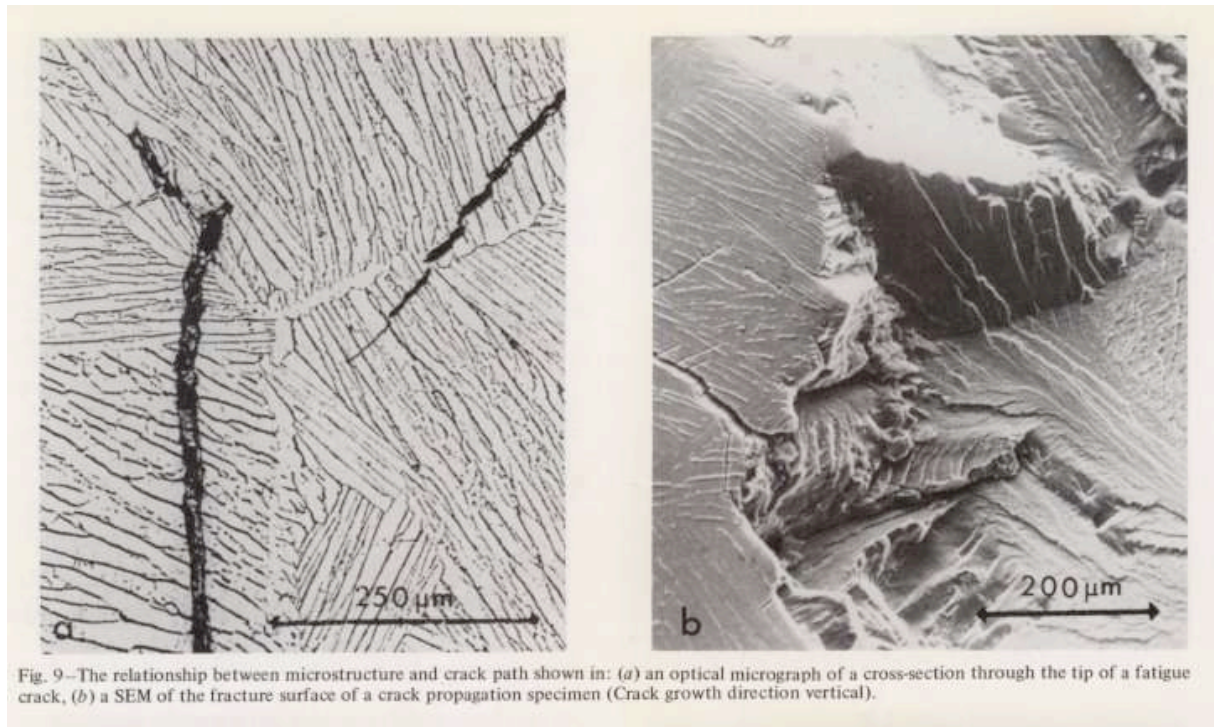


Figure I-10 :  
 a) Propagation de fissures au travers des colonies de lattes  $\alpha$   
 b) Facettes de quasi-clivage dans l'IMI 685  
 D'après Evans et Gostelow (Evans, 1979)

Bache et Evans (Bache, 1994) ont mis en évidence deux régimes de rupture différents d'éprouvettes pleines ou tubulaires sous des sollicitations de traction-torsion. Sous des contraintes supérieures à la limite d'élasticité, l'accumulation de déformation est importante, et des facettes de quasi-clivage, inclinées par rapport à la direction de sollicitation sont observées sur les faciès de rupture, à la fois en fatigue pure et en fatigue-fluage. Pour les contraintes inférieures à la limite d'élasticité, l'accumulation de déformation est beaucoup plus faible, et les facettes de rupture sont alors perpendiculaires à la direction de la contrainte maximale comme c'est généralement le cas en fluage.

La présence de facettes de quasi-clivage n'est donc pas un critère valable d'identification du « dwell-effect ». car elles sont également observées sous d'autres régimes de sollicitation (fatigue pure). Par contre, les faciès de rupture, lors d'essais de fatigue avec temps de maintien, se caractérisent bien par du quasi-clivage aux plus fortes contraintes, alors qu'aux plus faibles contraintes, la propagation plane perpendiculaire à l'axe de sollicitation prédomine.

## Chapitre II : SYNTHÈSE ET INTERPRÉTATION

Avant d'explorer les propriétés mécaniques de ce matériau et d'aborder les microstructures de déformation et leur évolution en fonction de divers paramètres comme la température, la contrainte ou la vitesse de déformation, nous nous proposons de présenter d'emblée un outil de synthèse (figure II-1) basé sur un certain nombre de courbes tirées, soit de la littérature, soit de ce travail. Ensuite seulement, nous tenterons de préciser et de justifier les formes de ces courbes rhéologiques particulières à l'aide des courbes résultant de divers essais mécaniques, de microstructures observées (principalement par microscopie électronique en transmission) et d'une interprétation fondée sur la mobilité particulière des dislocations et des groupements de dislocations dans ce matériau et dans cette gamme de températures.

Pour établir ce diagramme, nous nous plaçons à une échelle volontairement mésoscopique, c'est-à-dire à l'échelle du monocristal ou bien à l'échelle de l'intérieur d'un grain lui-même situé au cœur d'un agrégat dont on négligera les contraintes intergranulaires. De même, dans un souci de simplification, on parlera, dans un premier temps, du rôle "des dislocations" dans le comportement plastique ou viscoplastique décrit, sans préciser "vis" ou "coin". On reviendra ultérieurement sur le rôle particulier joué par chacune de ces espèces en fonction de la température, par exemple, mais aussi d'autres variables. Enfin, on caractérisera la contrainte appliquée au matériau par la cission résolue dans le plan de glissement et l'on se limitera à de "petites déformations", c'est-à-dire de l'ordre de 2 à 3 % afin de pouvoir, soit négliger le rôle de l'écrouissage, soit considérer que le taux d'écrouissage  $d\sigma/d\epsilon$  est constant.

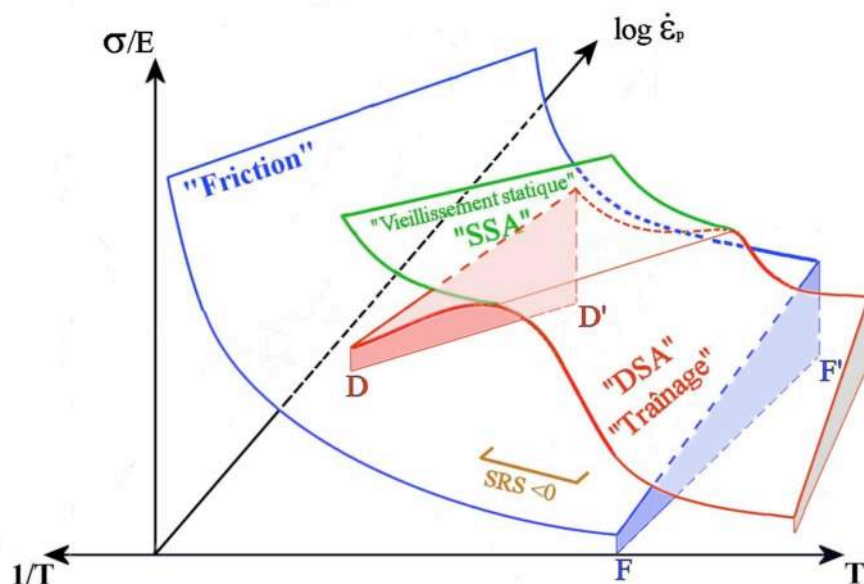


Figure II-1 : Schéma d'interprétation représentant les trois nappes correspondant à chacun des comportements plastiques rencontrés.

Note : ces nappes sont décrites en détail au paragraphe II.3.



## II.1. L'ANOMALIE DE COMPORTEMENT PLASTIQUE

Les phénomènes de *trainage dynamique* qui se manifestent pendant les essais de traction par des instabilités sur la courbe force – déplacement, apparaissent dans un large domaine de températures et de vitesses de déformation. Ils sont souvent décrits par l'expression « Phénomène Portevin - Le Châtelier ». En fait, il existe dans la littérature, deux manières différentes de définir ce terme :

1 - selon Cuddy et Leslie (Cuddy, 1972), tous les essais de traction effectués dans le domaine produisent des courbes expérimentales présentant des instabilités soit quasi périodiques, soit chaotiques et que l'on peut caractériser selon trois classes différentes (figure II-2) : aux plus basses températures, le type A se caractérise par une surcharge suivie d'une décharge correspondant à l'initiation de la bande de déformation dans un congé. Ceci se reproduit lors de l'initiation de chaque nouvelle bande. Cette dernière se propage d'un congé à l'autre de l'éprouvette à une vitesse relativement lente et régulière, avant de disparaître. À plus haute température apparaissent les serrations de type B. Elles sont périodiques, rapides, de faible amplitude, et la contrainte oscille autour d'une valeur moyenne qui croît avec la déformation. La bande qui parcourt le corps de l'éprouvette est animée de mouvements saccadés, elle n'est pas forcément unique. Enfin, au voisinage des plus hautes températures du domaine, des serrations de type C apparaissent comme des chutes quasi périodiques de contrainte se produisant à fréquence assez élevée. Les bandes de déformation naissent en de multiples points de l'éprouvette, se propagent très rapidement sur de courtes distances et disparaissent.

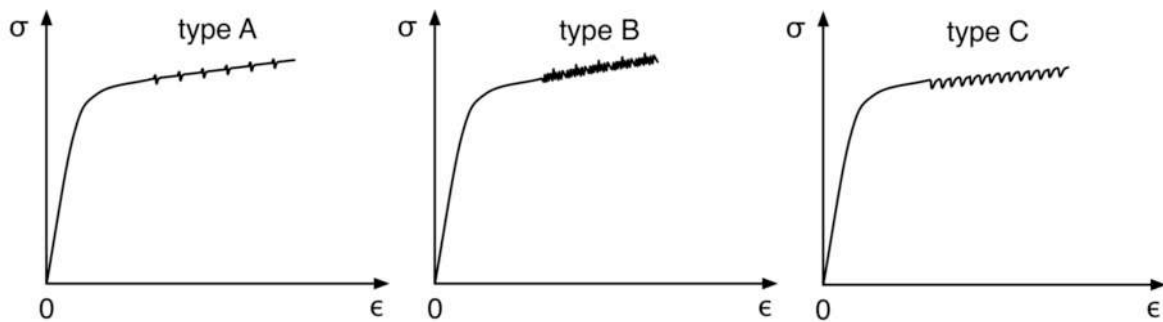


Figure II-2 : Les trois types de décrochements du phénomène PLC

2 - selon Kubin et Estrin (Kubin, 1984) qui ont proposé une interprétation de ces instabilités par une modélisation théorique faisant appel à la théorie des bifurcations, les phénomènes d'instabilités de type Portevin - Le Châtelier apparaissent dans le domaine où la sensibilité à la vitesse de déformation définie par la relation :

$$SRS = \left[ \frac{\partial \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \right]_{T, \mu S} \quad (\text{Eq. II-1})$$

devient négative. On constate expérimentalement que le domaine d'existence de cette condition est situé à l'intérieur du domaine où s'observent diverses manifestations des phénomènes de *trainage dynamique* (figure II-3). Cette seconde définition est à la fois plus claire, mais aussi plus restrictive ; elle ne s'accommode pas toujours des difficultés rencontrées lors d'une exploration expérimentale de phénomènes aussi complexes que ceux liés au vieillissement dynamique. Nous lui préférons donc la première dans la suite de cet exposé.

## II.2. DOMAINE D'EXISTENCE DE L'ANOMALIE DE COMPORTEMENT PLASTIQUE

Pour le titane pur, ainsi que pour certains alliages, le domaine d'existence des instabilités observées sur les courbes de traction, ou domaine d'existence du phénomène Portevin - Le Châtelier (PLC) a été tracé dans un diagramme  $\log \dot{\epsilon}_p$  en fonction de  $1/T$ . Cette représentation permet ainsi de faire apparaître deux domaines de comportement des dislocations radicalement différents possédant une partie commune : c'est précisément celle du domaine d'existence du phénomène PLC.

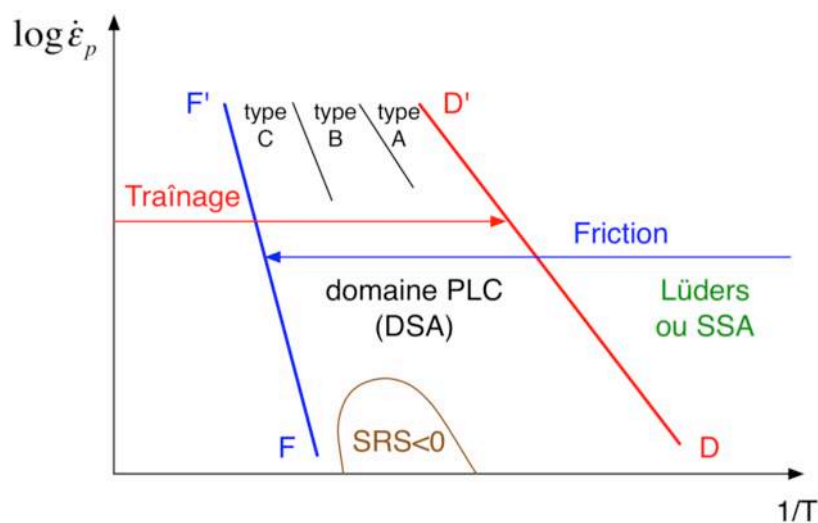


Figure II-3 : Schématisation du domaine d'existence du phénomène PLC dans le diagramme  $\log \dot{\epsilon}_p$  en fonction de  $1/T$

Le domaine des hautes températures ou des faibles vitesses de déformation correspond en principe au mouvement des dislocations coins traînant des atmosphères de solutés (*solute drag region : dislocations gliding accompanied by their cloud of atoms*) ou *mode trainage*. Il s'étend depuis les hautes températures (600°C - 800°C) jusqu'à la limite de droite du domaine qui est bornée par une droite inclinée dont la pente correspond à une énergie d'activation d'environ 190 kJ/mole. Au-delà de cette limite, vers les basses températures, les dislocations ne sont plus en mesure d'entraîner dans leur déplacement une



quelconque surconcentration en atomes de soluté qui puisse « les ralentir » ou exercer une quelconque force de freinage.

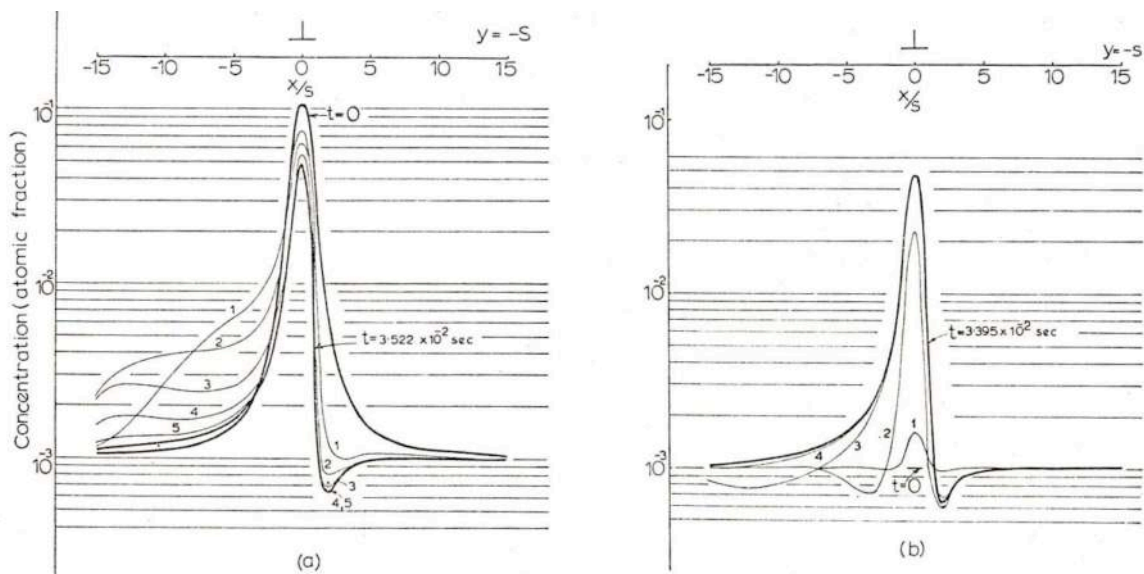
Le second domaine, celui des basses températures ou des vitesses élevées de déformation, est celui où les dislocations se déplacent rapidement, les atomes de soluté restant quasi immobiles et ne jouant qu'un rôle de durcissement de solution solide (*friction region : slip by dislocation glide and solid solution hardening*) ou **mode friction**. Ce domaine s'étend depuis les basses températures où le glissement reste toujours possible mais nécessite des contraintes constamment croissantes (en dessous de la température ambiante pour Ti et Zr) jusqu'à la droite d'énergie d'activation environ 250 kJ/mole. Au-delà de cette limite, vers les hautes températures, la vitesse de diffusion des atomes de soluté vers les lignes de dislocations mobiles est suffisamment grande pour que des atmosphères se forment même autour des dislocations les plus rapides, de sorte que le **mode friction** ne soit plus possible, ou bien ne concerne que des populations de dislocations négligeables.

On comprend ainsi que, dans la zone centrale de ce diagramme, c'est-à-dire celle du domaine de recouvrement des deux modes plastiques, les dislocations ont la possibilité de se déplacer en divers lieux et à divers moments au cours de la sollicitation, soit dans le **mode traînage**, soit dans le **mode friction**. Ainsi, de brusques changements de comportement peuvent apparaître tant à l'échelle microscopique par l'effet de « désancrage » de dislocations isolées en des lieux de concentration de contrainte, qu'à l'échelle macroscopique, du fait des phénomènes d'avalanche dans lesquels les dislocations rapides rattrapent et « désancrent » de nombreuses dislocations lentes formant ainsi des bandes de glissement très intenses. Ces dernières se regroupent sous forme de bandes de cisaillement inclinées sur l'axe de sollicitation d'environ 56° et traversant plusieurs grains, provoquent des serrations sur les courbes de traction, comme il a été abondamment rapporté dans les alliages d'aluminium (Mc Cormick, 1971, Fujita, 1977) ou les aciers (Mc Cormick, 1973). Par contre, dans les matériaux de moindre symétrie cristalline que la symétrie cubique, comme le titane ou le zirconium de symétrie hexagonale, la localisation unitaire sous forme de bandes bien définies en faible nombre (unique ou quelques unités) ne semble pas s'appliquer. Elle serait remplacée par une localisation plus répartie dans le corps de l'éprouvette et dont l'intensité dépendrait de l'orientation cristallographique locale des grains (Hériprié, 2007).

L'origine de l'anomalie d'écoulement viscoplastique réside dans le fait que ce sont des *mécanismes dits « de blocage des dislocations »* qui se trouvent activés thermiquement dans la partie basse du domaine de température où la contrainte d'écoulement remonte, alors que généralement l'élévation de la température favorise la plasticité, en autorisant de nouveaux mécanismes de déformation plastique à être activés. Schématiquement, aux frontières « basses températures » du domaine, la mobilité des atomes de soluté devient suffisante pour qu'ils puissent rejoindre le voisinage du cœur de la dislocation qui les attire et créer ainsi un puits de potentiel pour la dislocation. Au-delà du maximum de la contrainte de traînage, la température devient suffisamment importante pour que la surconcentration d'impuretés située au voisinage des dislocations migre de plus en plus facilement, jusqu'à ne plus exercer de force significative de ralentissement lorsqu'on s'approche de la frontière « hautes températures » du domaine. Ces *phénomènes, qui réduisent la mobilité des*

*dislocations*, rendent ces dernières plus sensibles aux phénomènes d'avalanche, donc de localisation de la plasticité. Ils sont souvent décrits à l'aide de termes excessifs : *mécanismes de blocage* ou *mécanismes de désancrage* alors que les variations de mobilité subies par les dislocations au cours de chacun des 2 modes sont fonction de la température et/ou de la contrainte ; ils seront décrits avec plus de détails au paragraphe II.5.

Les calculs de Yoshinaga et Morozumi (Yoshinaga, 1971) effectués dans le cas de la diffusion du carbone vers des dislocations coin en mouvement à la vitesse de  $200 \text{ nm}\cdot\text{s}^{-1}$  dans le vanadium (figure II-4), illustrent clairement a) l'adaptation dynamique des profils de surconcentration et b) la cinétique de formation de ces atmosphères. Sur la figure a) sont représentés en gras, d'une part le profil symétrique de surconcentration en équilibre stationnaire pour une dislocation immobile, d'autre part le profil autour d'une dislocation en mouvement à  $200 \text{ nm}\cdot\text{s}^{-1}$  après 35 ms. Il s'agit du temps après lequel elle a parcouru 7 nanomètres ; le profil a alors quasiment atteint sa valeur d'équilibre. Les courbes 1, 2, 3 et 4 correspondent à l'évolution du profil pour des temps intermédiaires. De façon semblable, la figure b) représente la construction progressive du profil de surconcentration autour d'une dislocation en mouvement qui ne présenterait aucune surconcentration initiale. La distance entre sites atomiques a pour valeur  $s$ .



Changes of the concentration distribution round a dislocation as the dislocation moves. Bold curves show the initial and near to the steady-state concentration distributions at  $300^\circ\text{C}$  and for a dislocation velocity of  $2 \times 10^3 \text{ \AA}/\text{sec}$ . (a) The case where the initial atmosphere is the one in thermal equilibrium round a stationary dislocation. The curves numbered 1, 2, 3, 4 and 5 show the concentration distributions after  $3.807 \times 10^{-3}$ ,  $7.894 \times 10^{-3}$ ,  $1.434 \times 10^{-2}$ ,  $2.031 \times 10^{-2}$  and  $2.677 \times 10^{-2}$  sec respectively. (b) The case where the dislocation has no atmosphere initially. The curves numbered 1, 2, 3 and 4 show the concentration distributions after  $1.479 \times 10^{-3}$ ,  $1.748 \times 10^{-3}$ ,  $1.163 \times 10^{-2}$  and  $2.077 \times 10^{-2}$  sec respectively.

H. Yoshinaga and S. Morozumi

Figure II-4 : Variations de la distribution de concentration en carbone autour d'une dislocation mobile (Yoshinaga et Morozumi, 1971)

### II.3. EVOLUTION DES CONTRAINTES D'ÉCOULEMENT EN FONCTION DE LA TEMPÉRATURE

Un surcroît de contrainte est bien sûr associé au phénomène de *traînage* d'atmosphères de solutés que subissent les dislocations lors de leur déplacement en mode de mobilité réduite ou *mode traînage*. Ceci a été rapporté par Naka (Naka, 1982) dans le Ti - 630 ppm O (figure II-5), de même que dans le zirconium - oxygène (Kelly, 1973) un autre métal hexagonal de rapport  $c/a$  voisin (1,58 pour Ti et 1,59 pour Zr). Cette anomalie de contrainte d'écoulement se situe pour le titane - oxygène dans le domaine 300 - 600K (20° - 300°C), c'est-à-dire juste à la cassure entre la décroissance de la contrainte d'écoulement qui est activée thermiquement (régime des basses températures) et le plateau de contrainte d'écoulement appelé généralement "*plateau athermique*".

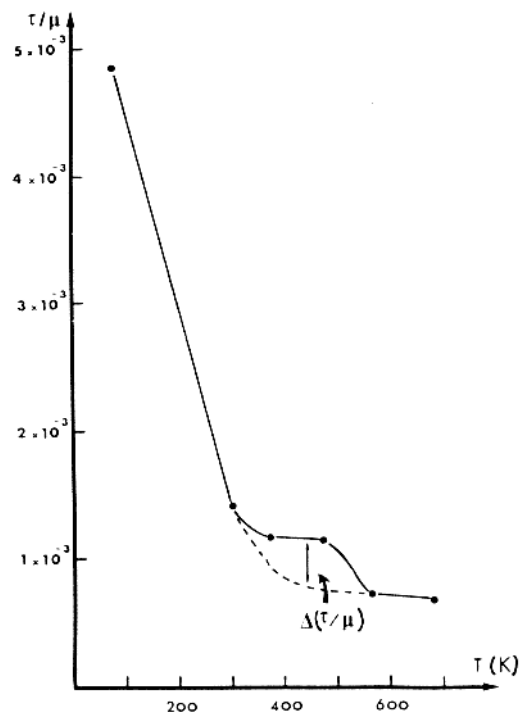


Figure II-5 : Evolution de la contrainte critique de cisson résolue en fonction de la température pour le glissement prismatique dans le Ti - 630 ppm O, (Naka, 1982).

Le pointillé représentant "la courbe normale d'écoulement" ou écoulement en *mode friction* est donc situé à une dizaine de MPa au-dessous de la courbe anormale ou écoulement en *mode traînage* : il s'agit d'une seconde manière de visualiser les deux modes d'écoulement plastique présents simultanément dans le matériau dans cette gamme de température. Les contraintes d'écoulement ont, de plus, tendance à s'élever vers de plus fortes contraintes d'écoulement lorsqu'elles sont tracées à des niveaux de déformation croissants, ce qui traduit les effets d'écrouissage du matériau en fonction de la déformation plastique cumulée. Le

diagramme de la figure II-3 ne tente pas d'inclure ce type d'effet, comme nous en avons convenu au départ.

Par conséquent, pour rendre compte correctement des phénomènes expérimentaux enregistrés, il est indispensable d'ajouter au diagramme de la figure II-3, un 3<sup>ème</sup> axe portant la contrainte d'écoulement qui représentera par exemple la cission résolue  $\tau_{\text{eff}}$  sur le plan de glissement d'un grain métallurgique, normalisée par le module d'élasticité  $\mu$ , qui décroît aussi de façon importante avec la température. Ainsi, nous obtenons le diagramme fondamental d'interprétation de la figure II-1, où apparaissent deux surfaces possédant une zone de recouvrement : à gauche, aux basses températures, la surface tracée en bleu et correspondant au *mode friction*, s'inclinant fortement vers la droite (vers les températures croissantes) pour passer au-dessous de la seconde surface tracée en rouge et correspondant au *mode traînage*, située vers les contraintes et les températures plus élevées et s'inclinant également vers la droite. Vers le fond du diagramme, pour les vitesses de déformation croissantes, les contraintes d'écoulement s'élèvent fortement vers des valeurs croissantes : c'est l'effet de vitesse conventionnel qui s'applique aux deux modes. Dans cette direction, la plage de recouvrement des deux surfaces se réduit en termes d'intervalle de température d'existence et l'amplitude de l'incrément de contrainte en fait de même. La projection selon l'axe vertical (celui des contraintes), de ce domaine de recouvrement des surfaces d'écoulement n'est autre que le diagramme de la figure II-3, où les projections des limites de domaines sont respectivement désignées par DD' pour le traînage et FF' pour la friction.

Le vieillissement statique, qui se produit lors d'un vieillissement dépourvu de plasticité intentionnelle (il sera décrit plus en détail au paragraphe suivant), introduit à basse température (pour des temps croissants lorsque la température s'abaisse), un surcroît initial de contrainte d'écoulement appelé généralement « crochet de traction ». Il est souvent suivi d'un plateau de type Lüders (figure II-6 a). La nappe verte prolongeant la crête de la nappe rouge vers les basses températures rend compte de ce phénomène.

Enfin, notons que ces surfaces, supposées réglées dans la représentation en fonction de  $1/T$ , prennent une direction générale qui est inclinée par rapport aux axes  $\log \dot{\epsilon}_p$  et  $1/T$  du fait de l'équivalence temps – température inhérente aux phénomènes thermiquement activés dont elles font état ; ces phénomènes se décalent vers les plus hautes températures lorsque la vitesse de déformation plastique croît.

#### **II.4. COURBES DE TRACTION PARTICULIÈRES OBSERVÉES DANS LES MATÉRIAUX PRÉSENTANT DES EFFETS DE VIEILLISSEMENT.**

À basse température, c'est-à-dire au-dessous du domaine où le phénomène PLC se produit, les atomes interstitiels ou substitutionnels responsables du phénomène conservent une certaine mobilité qui peut leur permettre d'atteindre les dislocations au cours de séjours prolongés à température ambiante par exemple : stockage du matériau pendant des semaines, des mois, voire des années. Ce type de vieillissement est souvent involontaire, mais il peut également être volontaire lorsqu'au cours d'un essai de traction, la machine est arrêtée et

l'essai n'est repris qu'après une durée de vieillissement contrôlée de 10 min, 30 min ou quelques heures. Volontaire ou non, ce type de vieillissement est appelé "vieillissement statique" (SSA pour « Static Strain Ageing » en Anglais) parce qu'il ne se produit pas simultanément à la déformation. Sur la courbe de traction (figure II-6 a), ce vieillissement se traduit par l'existence d'une limite d'élasticité particulière, présentant un « crochet de traction » aussi bien lors de la première mise en charge qu'après des temps de vieillissement statique appropriés. Lors de la première mise en charge, ce « crochet de traction » est généralement suivi par un palier de Lüders de plus ou moins grande amplitude mais situé à contrainte constante et particulièrement marqué dans les aciers doux ou bien le fer très pur contenant des traces de carbone (Blanc, 1987 ; Graff, 2004). Pendant ce palier, des bandes de déformation peuvent être observées traversant le fût de l'éprouvette et le parcourant de bout en bout jusqu'à le recouvrir complètement. Suite à ce palier ne présentant pas de durcissement, réapparaît une courbe de traction classique présentant un taux de durcissement marqué qui ne cessera de décroître. Pendant ce second stade, aucune localisation de la déformation n'apparaît, les bandes de Lüders ne se reproduisent pas, la courbe de traction est lisse. Sur la figure II-1, l'existence de ce surcroît de limite d'élasticité consécutif à un vieillissement statique est représenté par la surface verte qui peut être décrite comme une prolongation de la valeur du maximum de durcissement résultant de la saturation des dislocations en atomes de soluté (ligne de crête de la surface rouge) vers les basses températures où la diffusion de ces impuretés vers les dislocations nécessite des temps plus longs.

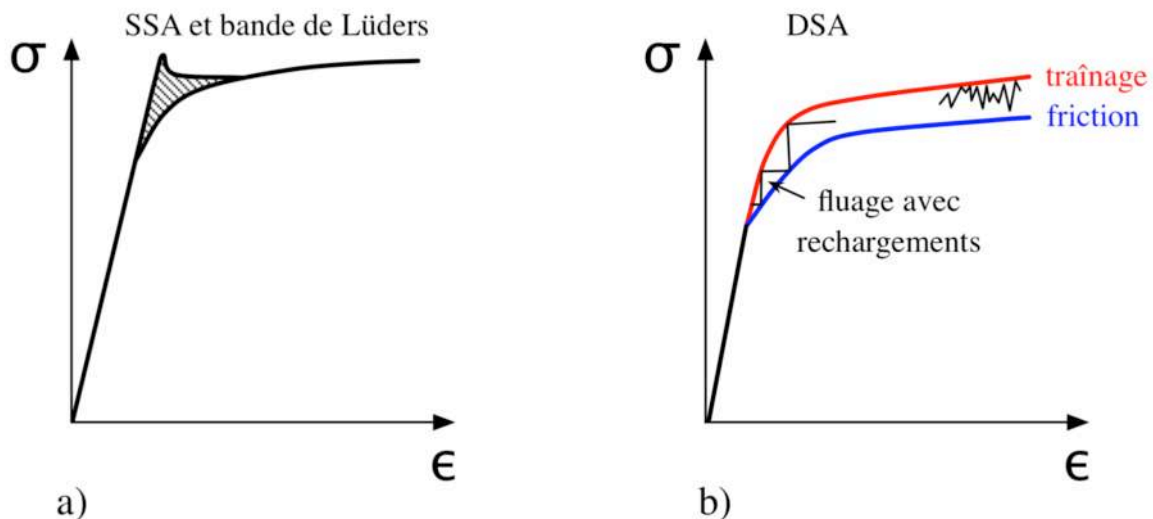


Figure II-6 : Courbes de traction

- a) à basse température avec effet de « vieillissement statique » (SSA) : « crochet de traction » avec/sans bande de Lüders.
- b) dans le domaine de température et de vitesse où le « vieillissement dynamique » (DSA) se produit. Présence de deux courbes enveloppes entre lesquelles sont comprises toutes les courbes de traction quel que soit le trajet de chargement ou la compliance de la machine de traction (Blanc, 1987)

À plus haute température, là où le phénomène PLC se produit, une grande diversité de courbes de traction peut être enregistrée. Mais toutes ces courbes sont contenues entre deux courbes limites de traction formant les enveloppes supérieure et inférieure de toutes les courbes de traction possibles (figure II-6 b) : l'une appelée *friction* et tracée en bleu correspondant à un matériau idéal ne présentant pas de durcissement par vieillissement, et l'autre appelée *traînage* et qui correspondrait à un matériau idéal où toutes les dislocations profiteraient simultanément et dans tout le corps de l'éprouvette à la fois du durcissement d'écrouissage et du durcissement de vieillissement par traînage d'impuretés.

Les courbes expérimentales de traction présentent des phénomènes oscillatoires rarement périodiques, plus souvent erratiques, en particulier sur des machines de traction à faible compliance (« machines dures »), ou bien des formes en marches d'escalier pour des machines à grande compliance comme les machines de fluage équipées d'un système de rechargement (« machines molles »). Dans ce dernier cas, la phase de rechargement se produisant pendant le blocage des dislocations par les impuretés, apparaît comme la partie verticale de la marche : ce rechargement est élastique et vient s'arrêter quand la montée en contrainte atteint la courbe enveloppe tracée en rouge. Les dislocations ancrées les plus exposées, dans le matériau, subissent alors la plus forte contrainte effective possible compatible avec leur ancrage. La sollicitation continuant d'augmenter, la contrainte atteint localement un niveau qui provoque leur désancrage et l'avalanche locale de dislocations sous forme de bandes de glissement se regroupant d'un grain à l'autre sous forme de bandes de localisation de la plasticité, pouvant traverser l'ensemble de l'éprouvette et se propager le long du fût. Contrairement aux bandes de Lüders qui ne parcourent qu'une seule fois le corps de l'éprouvette, les bandes PLC peuvent se former, se propager, puis s'arrêter, se reformer, se remettre en mouvement ou disparaître. Dans ce dernier cas, elles sont alors remplacées par de nouvelles bandes qui peuvent soit parcourir de nouvelles régions de l'éprouvette ou encore des régions déjà parcourues.

## II.5. RELATIONS FORCE VITESSE, LOI DE FRICTION ET MESURES DE VOLUMES D'ACTIVATION LORS D'ESSAIS DE RELAXATION

Dans les matériaux où les phénomènes de ségrégation sur les dislocations coins d'atmosphères de solutés (atmosphères de Cottrell) sont susceptibles de se produire, de nombreux auteurs (Penning, 1972 ; Strudel, 1979 ; et Kubin, 1985) ont proposé des courbes de réponse non-linéaire pour la relation force/vitesse décrivant la mobilité des dislocations coins (figure II-7), présentant deux lois de friction distinctes, séparées par une zone d'instabilité à "force de friction décroissante", ce qui est la traduction d'une anomalie de comportement. Ce type de modélisation rend bien compte du fait que, sous une contrainte donnée, deux modes de propagation des dislocations coins sont possibles simultanément : aux plus basses vitesses un *mode traînage* dans lequel la force de friction s'élève très rapidement avec la vitesse puisque la dislocation est amenée à se déplacer tout en maintenant une surconcentration locale en atomes de solutés, et un *mode friction* dans lequel les dislocations, libres de toute atmosphère de solutés, ou dont le cœur est recombinaison dans le plan de

glissement, se déplacent à grande vitesse sur leur plan de glissement et ne sont limitées dans leur vitesse de déplacement que par :

1 - les forces de friction exercées par les éléments en solution solide "dispersés et immobiles" qui y produisent des points durs (durcissement de solution solide),

2 - les interactions avec "les arbres de la forêt constitués par les dislocations fixes" situées sur des systèmes de glissement peu ou pas sollicités : c'est le modèle dit de Kubin-Estrin (Kubin, 1985) qui avait été proposé à l'origine par van den Beukel (van den Beukel, 1975) et développé par van den Beukel et Kocks (van den Beukel, 1982).

Le schéma de la figure II-7 rend bien compte du fait que lors de la sollicitation d'une dislocation en *mode traînage*, la vitesse n'augmente qu'au prix d'une contrainte rapidement croissante. Cependant, son déplacement a pour conséquence un abaissement de la surconcentration en atome de solutés que sa présence provoque (figure II-4 et courbe rose figure II-7), et par conséquent une décroissance de la force de friction. Cette situation conduit à une instabilité de la vitesse de la dislocation dans une certaine gamme de surconcentration en éléments solutés.

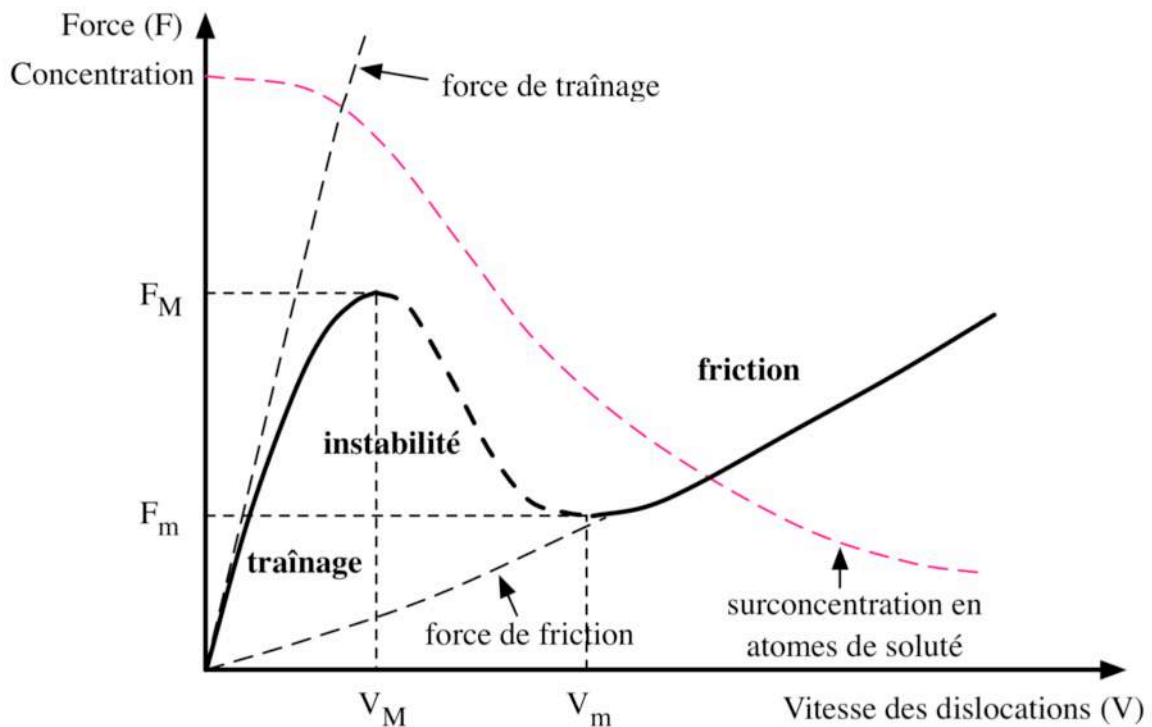


Figure II-7 : Diagramme force – vitesse ressenti par une dislocation coin rectiligne se déplaçant dans un réseau contenant des atomes de soluté. Schéma résumant tous les types d'interaction possibles.

Dans le *mode traînage*, comme l'ont confirmé par les calculs Yoshinaga et ses collègues (Yoshinaga, 1971), il y a lieu de distinguer entre "vieillissement statique" (SSA) et "vieillissement dynamique" (DSA). En effet, si la dislocation coin est immobile et collecte les atomes de solutés jusqu'à l'équilibre thermodynamique (SSA), la force qu'il faudra exercer pour l'arracher à son nuage d'impuretés sera beaucoup plus importante que si le vieillissement est de courte durée, comme c'est le cas dans un scénario dynamique (DSA) où la dislocation ne s'immobilise que peu de temps sur les arbres de la forêt par exemple (modèle de Kubin-Estrin). On retrouve ainsi l'origine physique du fait que les deux surfaces du diagramme II-1 sont plus écartées en contrainte aux basses vitesses qu'aux vitesses élevées. De plus, cette constatation nous incite à introduire une surface d'écoulement supplémentaire (surface verte figure II-1) se raccordant au sommet de la surface de traînage (surface rouge). Cette surface verte, décrite par le terme SSA (static strain ageing), traduit la présence d'un pic de contrainte (« crochet de traction ») sur les courbes de traction lors d'un rechargement faisant suite à un vieillissement statique.

Enfin, il faut remarquer que ce phénomène physique se produisant à l'échelle atomique ne peut être directement enregistré ni à l'échelle macroscopique, ni même à l'échelle mésoscopique. En effet, sur le diagramme de la figure II-1, l'axe des vitesses est censé représenter des vitesses de déformation plastique et non des vitesses de déplacement de dislocations isolées ou même "groupées". Pour tenter de passer à une échelle intermédiaire, mésoscopique par exemple, il est indispensable d'appliquer une loi de composition non seulement des mouvements individuels de populations très importantes de dislocations mais également de prendre en compte leur multiplication. C'est ce que tente de faire une expression telle que la suivante :

$$\dot{\epsilon}_p = \rho b_m \bar{v} + \dot{\rho}^+ b \bar{L} \quad (\text{Eq. II-2})$$

dont le premier terme est souvent appelé équation de Bailey-Orowan décrit le déplacement de populations de dislocations mobiles "rectilignes", de densité moyenne  $\rho_m$ , de vitesse moyenne uniforme  $\bar{v}$  et le second, qui a été proposé par Blum (Breutinger and Blum, 2001) prend en compte la multiplication des dislocations et leur déplacement sur un libre parcours moyen  $\bar{L}$ . On comprend donc que la contrainte macroscopique (appliquée) nécessaire pour entretenir une vitesse de déformation plastique donnée peut être obtenue de bien des manières différentes : par une large population de dislocations mobiles se déplaçant lentement, et pouvant donc traîner des atmosphères de solutés, ou par une faible population de dislocations se déplaçant à grande vitesse, libre de toute ségrégation, ou encore par la multiplication régulière de dislocations émises par des sources à un taux moyen de création constant qui parcourent ensuite « à grande vitesse » les espaces libres laissés à l'intérieur des cellules d'écroutissage par exemple.



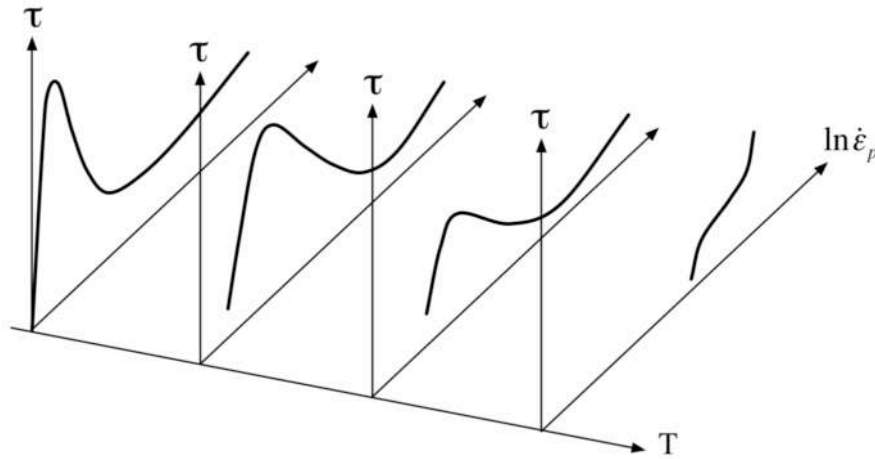


Figure II-8 : Evolution avec la température, au travers du domaine PLC, de la courbe force – vitesse vue par une population de dislocations.

Le schéma force-vitesse de la figure II-7 ne s'appliquant en principe qu'à une dislocation coin rectiligne, on tirera les valeurs des contraintes effectives maximale et minimale qui engendrent respectivement les surfaces supérieures et inférieures du diagramme de la figure II-1, lorsque l'axe des vitesses de déformation "mésoscopiques" est parcouru du fait de l'activation des multiples mécanismes de déplacement et de multiplication des dislocations. Un tel schéma signifie bien que ce sont les phénomènes physiques de diffusion des atomes de soluté en sursaturation qui limitent les vitesses extrêmes des dislocations et non les systèmes ou les mécanismes de glissement et de multiplication des dislocations : on justifiera plus loin ce point en examinant les résultats expérimentaux issus des essais de relaxation.

Dans la partie B, le dépouillement des essais de relaxation sera présenté dans un diagramme  $\log \dot{\epsilon}_p$  en fonction de  $\sigma$ , ce qui permettra de mettre en évidence les divers modes plastiques et viscoplastiques présents dans le matériau en fonction du niveau de contrainte qui lui est appliqué à une température donnée. En effet, dans cette représentation, la pente des courbes (leur tangente) représente la "fluidité" ou le volume d'activation du mode plastique excité, et l'inverse de cette pente représente donc la viscosité, encore appelée « sensibilité à la vitesse de sollicitation » (Strain Rate Sensitivity ratio : SRS). En effet :

$$SRS = \left[ \frac{\partial \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \right]_{T, \mu S} \quad (\text{Eq. II-3})$$

où T est la température et  $\mu S$ , l'état microstructural du matériau.

Afin de comprendre la forme de ces courbes, il est intéressant d'examiner une coupe du schéma tridimensionnel de la figure II-1 par un plan situé à température constante dans lequel les axes de référence seront  $\log \dot{\epsilon}_p$  pour axe horizontal et la contrainte  $\sigma$  selon l'axe vertical. Cette coupe a été effectuée en perspective sur la figure II-9. Elle est constituée de plusieurs segments d'orientations différentes correspondant aux intersections du plan avec les diverses surfaces du diagramme. En partant de l'avant du diagramme où les surfaces sont les

plus basses puisqu'elles sont très fortement relevées vers les plus fortes contraintes ou les vitesses élevées (c'est-à-dire vers l'arrière du diagramme), on rencontre d'abord la nappe correspondant au *mode traînage*, en rouge, puis à l'arrière du diagramme la nappe correspondant au *mode friction* en bleu. Le schéma de cette coupe apparaît à plat, et non plus en perspective, sur la figure II-10 a. Ces deux nappes sont reliées dans le schéma par un pointillé qui est, soit rectiligne en vitesse de déformation plastique décroissante (flèches brunes), soit de forme sigmoïdale dans le cas d'un rechargement après relaxation (flèches vertes). Il est à rapprocher du schéma de la figure II-7, dont il ne se distingue que par le fait que ce dernier s'applique à une dislocation isolée.

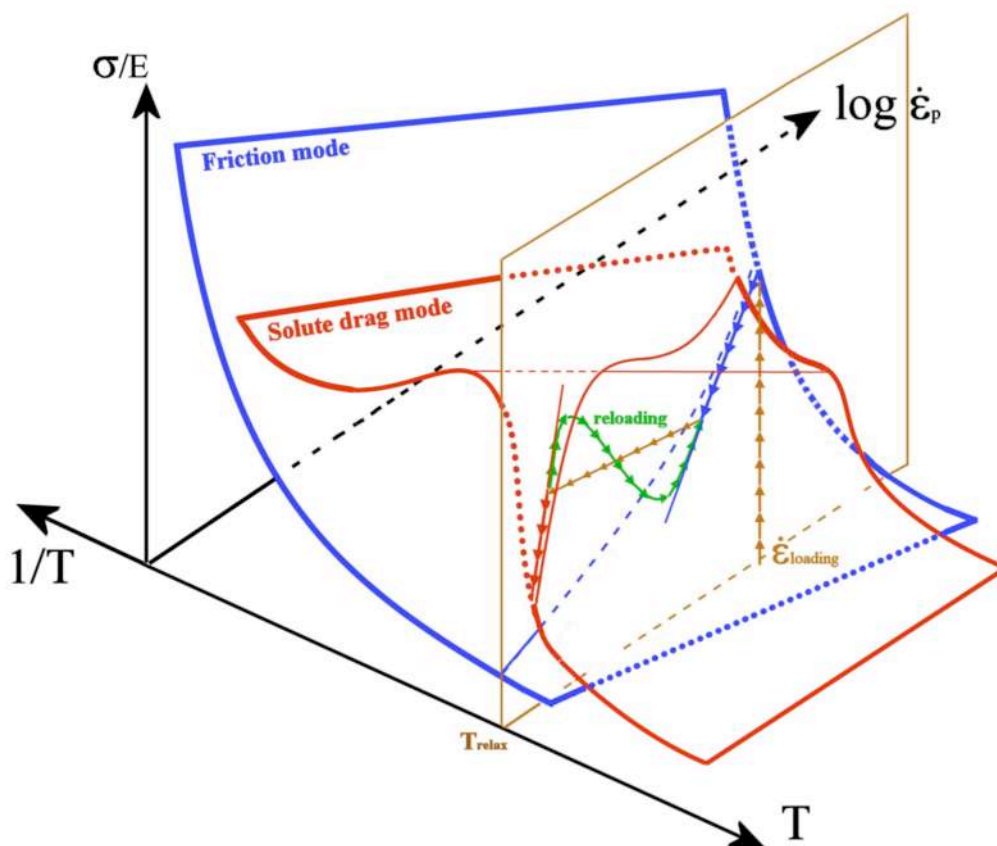


Figure II-9 : Coupe en perspective du schéma d'interprétation de la figure II-1 par un plan situé à température constante.

En fait, les courbes de relaxation ainsi que les courbes de fluage sont généralement représentées dans la littérature avec l'axe des vitesses selon l'ordonnée et l'axe des contraintes en abscisse. Nous conserverons donc cette présentation en inversant les deux axes comme il est fait sur le schéma de la figure II-10 b. En relaxation, les courbes se lisent donc de la droite vers la gauche, c'est-à-dire des plus fortes contraintes initiales (elles font suite à la mise en charge) où l'écoulement se produit généralement en *mode friction* (segment bleu), vers les plus basses contraintes qui sont atteintes après plusieurs heures de relaxation et peuvent

correspondre à haute température à un écoulement plastique en *mode traînage* (segment rouge). On remarquera que lors de la transition d'un mode à l'autre, la vitesse expérimentale mesurée résulte d'une loi de mélange entre les 2 modes simultanément présents dans l'éprouvette. On voit aussi que les pentes de ces courbes peuvent conduire à des valeurs de volumes d'activation apparents positifs, négatifs ou infinis qu'il ne faut pas tenter d'interpréter. De même, les mesures de SRS par sauts de vitesse au cours d'essais mécaniques doivent être conduites avec suffisamment de précaution pour éviter des mesures sans signification, dans ce domaine de transition qui se déplace avec la température et la déformation plastique cumulée, ou plus généralement avec l'histoire thermomécanique de l'éprouvette.

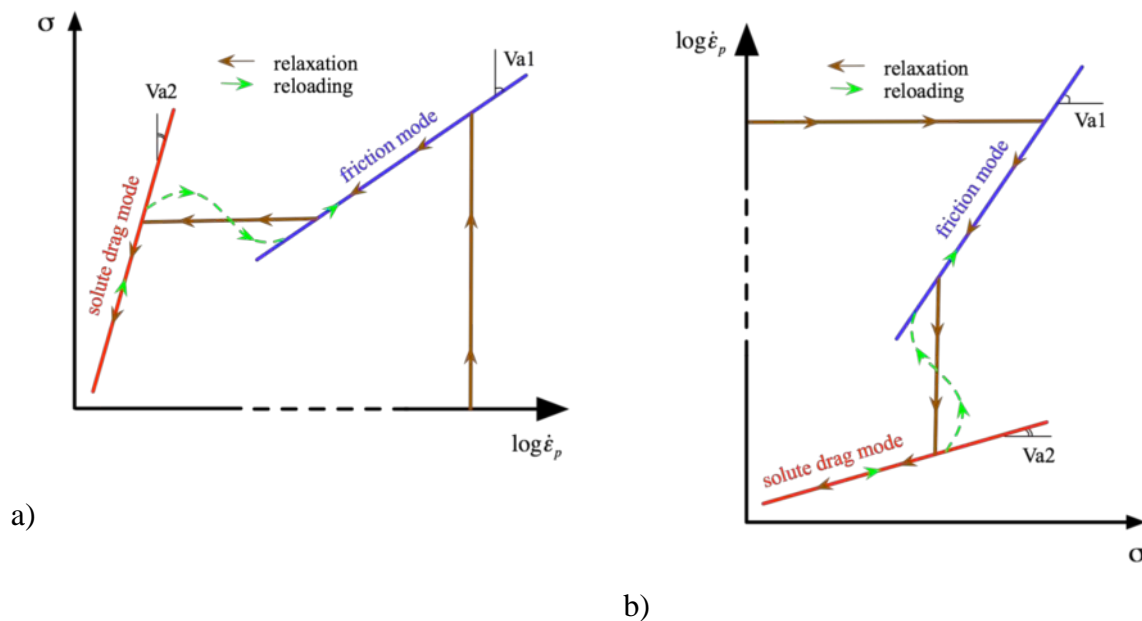


Figure II-10 : Coupes planes, à température constante, du schéma d'interprétation de la figure II-1 par un plan situé à température constante (voir figure II-9).

Cependant, la correspondance entre les profils des courbes de relaxation obtenues à plusieurs niveaux de déformation et pour plusieurs températures (chapitres IV à VIII) et la figure II-10b n'est pas facile à établir pour plusieurs raisons : des raisons d'ordre expérimental, et des raisons liées aux problèmes de changement d'échelle, de contraintes internes et d'évolution micro structurale (réarrangement des dislocations...). En effet, la courbe ne peut être visualisée en son intégralité à une seule température, car elle couvre de nombreux ordres de grandeur de vitesses de déformation. De plus, les contraintes diffèrent suivant la température, ce qui empêche de raccorder simplement les courbes de relaxation obtenues à des températures différentes. D'autre part, afin de ne pas ajouter de variable supplémentaire, il faut limiter la déformation plastique, afin de ne pas tenir compte de l'érouissage. Les difficultés dans l'interprétation des observations expérimentales proviennent donc du fait que dans un matériau cristallin la vitesse instantanée des dislocations peut varier de 10 à 12 ordres de grandeur (passer de  $10^{-10} \text{ ms}^{-1}$  à  $10 \text{ ms}^{-1}$ , en une fraction de

seconde), mais qu'inversement leur multiplication au cours d'une sollicitation mécanique peut augmenter leur densité d'un facteur  $10^3$  à  $10^5$ , ce qui réduit d'autant leur vitesse (cf. équation II-2). Le passage de l'échelle microscopique (10 nm) à l'échelle mésoscopique (1 à 10  $\mu\text{m}$ ) n'est pas chose facile.

Inversement, au cours d'un essai de sollicitation d'une éprouvette de traction présentant un élanement normalisé, l'activation de phénomènes du type PLC conduit à une localisation intense de la déformation plastique. Cette dernière est alors réduite à une bande d'activité très mince, pouvant éventuellement traverser le corps de l'éprouvette, comme cela a été observé dans les aciers doux et les Al-Cu et Al-Mg, mais ne représentant qu'une fraction volumique très faible de la longueur utile de l'éprouvette : 0,1 % par exemple. La vitesse de déformation enregistrée par l'extensomètre est donc 1000 fois (soit 3 ordres de grandeur) plus faible que la vitesse de déformation locale. Inversement, le corps entier de l'éprouvette est le siège d'une vitesse de déformation moyenne très faible mais affectant une fraction volumique très importante : 99,9 % dans cet exemple. La vitesse de déformation mesurée expérimentalement est donc la moyenne pondérée de ces deux vitesses dès que des phénomènes de localisation associés à des fronts de propagation se mettent en place dans l'éprouvette.

L'interprétation de telles mesures au niveau microscopique n'a, en fait, aucun sens : des volumes d'activation tendant vers l'infini, ou bien présentant des valeurs négatives ont été rapportés dans la littérature et sont à l'origine de nombreuses controverses qui n'ont pas lieu d'être puisque ces mesures dépendent à la fois du mode opératoire, du trajet de chargement et de la compliance du système mécanique appliquant la sollicitation. Seules les valeurs de ces paramètres (volume d'activation ou bien SRS) loin du domaine des instabilités mécaniques (et en l'absence de localisation de la déformation), restent intéressantes à tenter d'interpréter. C'est précisément l'un des buts que s'est fixé cette étude et c'est la raison pour laquelle un large domaine de température a dû être exploré afin de couvrir et de dépasser le domaine de températures et de vitesses où les instabilités et les localisations se manifestent et ainsi replacer le domaine  $20^\circ - 150^\circ\text{C}$ , qui nous intéresse, par rapport au domaine de l'anomalie de comportement dont l'apogée se situe vers  $400^\circ\text{C}$  dans le Ti 6242.

Le dispositif expérimental dont nous disposons pour effectuer les essais de relaxation ne pouvait couvrir, de manière fiable, que 6 ordres de grandeur : limitées à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  par la compliance dynamique de la machine, les mesures pouvaient s'étendre jusqu'à  $10^{-9} \text{ s}^{-1}$ , celui du bruit ambiant lié à l'instabilité thermique de la machine et de son environnement. Il apparaît ainsi qu'à basse température (l'ambiante par exemple) le *mode friction*, excité en fin de mise en charge d'un essai de relaxation pourra facilement être observé. Par contre, le *mode traînage* observé à plus basse contrainte (fin de l'essai de relaxation) correspondrait à des vitesses de déformation situées bien en dessous du niveau du bruit. Heureusement, les divers mécanismes associés à la plasticité et à la viscoplasticité étant thermiquement activés, il sera

possible, du fait de cette équivalence temps-température, d'observer à plus haute température (450°C à 600°C) cette partie finale des essais de relaxation mettant en évidence des phénomènes de traînage d'impuretés par les dislocations (figure IV-2 pour 600°C et IV-13 pour 500°C). On constate d'ailleurs, aussi bien sur les courbes de relaxation (des essais aux plus hautes températures) que sur le diagramme de la figure II-1, que les espaces entre les deux surfaces étant beaucoup plus réduits à grande vitesse et/ou à haute température, le passage d'un mode à l'autre pourra se faire dans un intervalle moindre de vitesses de déformation, ce qui permettra de l'observer plus facilement. C'est pour cette raison que nous commencerons la description des essais mécaniques, dont ceux de relaxation, par les plus hautes températures et terminerons par le domaine «basses températures» de l'anomalie, et la température ambiante.

## Chapitre III : MATERIAU

### III.1. GENERALITES

Le matériau étudié dans ces travaux est un alliage quasi- $\alpha$  appelé Ti 6242-Si. Cet alliage développé pour des températures d'utilisation élevées présente une bonne résistance mécanique ainsi qu'une grande stabilité, jusqu'à environ 500°C. C'est pourquoi il a été choisi pour les disques 5 et 6 du compresseur haute pression du GE 90, moteur qui équipe le Boeing 777.

### III.2. COMPOSITION

Les spécifications pondérales du Ti 6242-Si, ainsi que la composition du lot de matière étudié (données SNECMA) sont précisées dans le tableau suivant.

Tableau III-1 : Composition de l'alliage (% pondéral) : spécifications et lot matière étudié

Comp.	Ti	Al	Sn	Zr	Mo	Si	C	Fe	Mn	Cu	H <sub>2</sub>	O <sub>2</sub>
<b>min.</b>	base	5,50	1,8	3,60	1,80	0,06						
<b>max.</b>	base	6,50	2,20	4,40	2,20	0,10	0,05	0,5 Si	0,05	0,05	0,0125	0,15
<b>lot</b>	base	6,00	1,97	4,17	2,04	0,12	0,012	0,04	<0,002	<0,002	15 ppm	0,113

L'aluminium, élément puissamment alphasène, forme avec le titane une solution solide de substitution, et permet ainsi un durcissement important de la phase  $\alpha$ . Sa teneur doit cependant être limitée à 6% (en poids), car au-delà, il conduit à la précipitation du composé intermétallique Ti<sub>3</sub>Al (aussi appelé  $\alpha_2$ ) qui est une phase très fragilisante.

Le molybdène est pour sa part un élément bêtagène qui stabilise donc la phase  $\beta$  jusqu'à la température ambiante et lui procure également un durcissement de solution solide. Il augmente la sensibilité aux traitements thermiques, améliore la trempabilité et retarde l'apparition de Ti<sub>3</sub>Al.

L'étain et le zirconium sont très solubles dans la phase  $\alpha$  et la durcissent. Cependant, ils n'ont qu'une légère influence sur la température de transus, d'où leur dénomination d'éléments neutres par rapport au caractère alphasène ou bêtagène.

Quant au silicium, il améliore la tenue au fluage de l'alliage ; il précipiterait sous la forme de siliciures qui bloqueraient le cheminement des dislocations (Paton, 1976).

Du fait de sa composition, l'alliage est constitué principalement de phase  $\alpha$ . Il fait donc partie de la catégorie des alliages quasi- $\alpha$  et sa température de transus  $\beta$  se situe autour de 995°C.

### III.3. TRAITEMENTS THERMOMECHANIQUES

Le matériau nous a été fourni par SNECMA sous forme de deux galets forgés, et de microstructures différentes suite aux traitements thermiques effectués. L'ensemble des traitements thermomécaniques subis par les matériaux de l'étude est schématisé figure III-1.

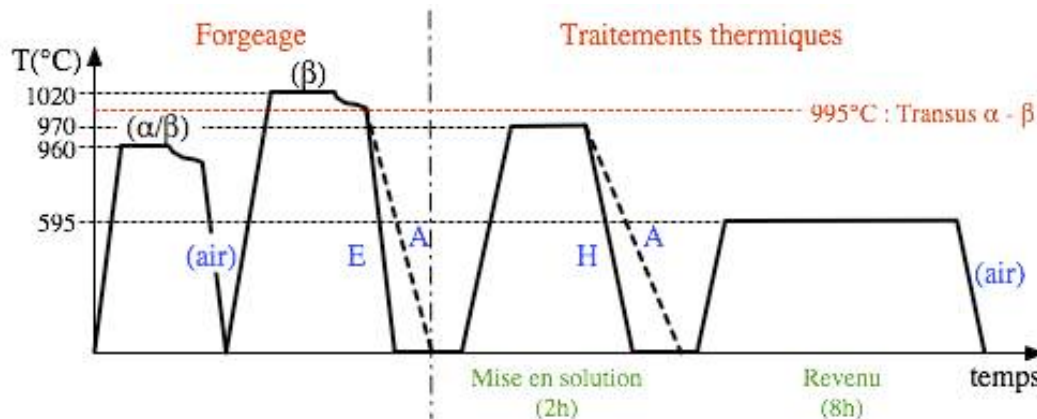


Figure III-1 : Traitements thermomécaniques.

La gamme de forgeage est identique dans les deux cas. La première passe est réalisée dans le domaine  $\alpha$ - $\beta$  (température de début : 960 °C) sur un lopin de 200 mm de diamètre et de 530 mm de hauteur. La pièce est alors refroidie à l'air. La seconde passe a lieu dans le domaine  $\beta$ , la température de début de forgeage étant de 1020°C, ce qui correspond à 25°C au-dessus de la température du transus  $\beta$ . Après cette étape, le galet a une épaisseur finale de 100 mm pour un diamètre de 500 mm.

Après ce forgeage, l'un des galets est refroidi à l'air, tandis que l'autre l'est à l'eau.

Puis les deux galets subissent un traitement de remise en solution partielle de 2h à 970°C (=  $T_{\beta}-25^{\circ}\text{C}$ ). Le galet qui avait été refroidi à l'air après le forgeage l'est de nouveau. Par contre, le second, qui a été refroidi à l'eau, subit de nouveau un refroidissement plus rapide, à l'huile. La microstructure du premier galet sera appelée AA (comme Air-Air), tandis que la seconde portera le nom de EH (pour Eau-Huile)

Enfin, un traitement thermique de revenu de 8h à 595°C, suivi d'un refroidissement à l'air est appliqué aux deux galets.

### III.4. MICROSTRUCTURE

#### III.4.a. Microstructure globale

Les deux microstructures obtenues avec les traitements thermomécaniques exposés dans le paragraphe précédent sont présentées figure III-2.



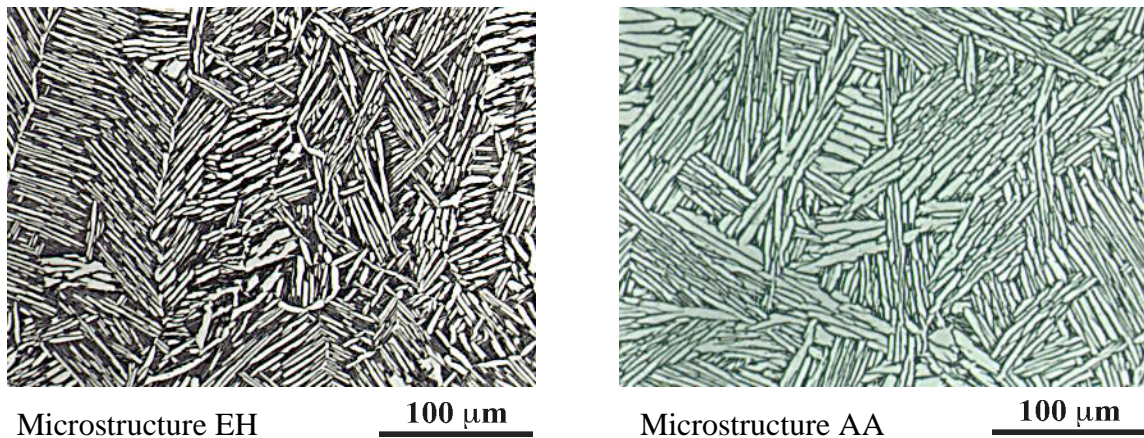


Figure III-2 : Microstructures du matériau après traitements thermomécaniques complets, microscope optique.

Ces micrographies montrent qu'une vitesse de refroidissement élevée après forgeage et mise en solution conduit à une microstructure constituée d'aiguilles  $\alpha_p$  (phase  $\alpha$  primaire) plutôt courtes, fines et enchevêtrées (microstructure EH).

Par contre, une vitesse de refroidissement plus lente après chacune des 2 étapes (forgeage dans le domaine  $\beta$  et mise en solution) donne une microstructure plus hétérogène, avec des aiguilles d' $\alpha_p$  plus longues, plus épaisses, et peu ou pas enchevêtrées. D'après la littérature, cette dernière microstructure (AA), plus grossière, avec des lattes de phase  $\alpha$  ayant tendance à s'aligner, serait plus sensible à l'effet du temps de maintien en fatigue (dwell-effect) à 20°C.

Pour la microstructure AA, les lattes ont une longueur d'environ 50  $\mu\text{m}$  pour une largeur de 6  $\mu\text{m}$ , alors qu'elles mesurent 50 à 80  $\mu\text{m}$  de longueur et 3  $\mu\text{m}$  d'épaisseur pour la microstructure EH.

#### III.4.b. Microstructure fine en MET.

La figure III-3 illustre la microstructure AA de l'alliage Ti 6242-Si telle qu'on l'observe en MET.

On retrouve les aiguilles d' $\alpha_p$  (phase  $\alpha$  primaire) qui mesurent quelques microns de large. Ces lattes sont séparées par des couloirs de phase  $\beta$  très minces, de moins de 1  $\mu\text{m}$  de largeur. On observe également un liseré sombre, entre la phase  $\alpha$  et la phase  $\beta$ , presque aussi large en projection que les couloirs de phase  $\beta$ , et comportant une grande densité de dislocations. Des études se sont intéressées à ce liseré en raison de son rôle présumé sur les propriétés mécaniques. Rhodes et Paton (1979) l'ont identifié comme étant une phase d'interface. Cette phase a été observée sous une forme monocristalline ou sous une forme polycristalline striée avec une structure cubique à faces centrées ou hexagonale compacte. De nombreuses controverses existent au sujet de la formation de cette phase (Sridhar et al., 1987) : pour certains, il s'agirait d'un artefact lors de la préparation des lames minces par polissage électrolytique, alors que pour d'autres, cette phase se formerait durant un refroidissement continu de l'alliage.



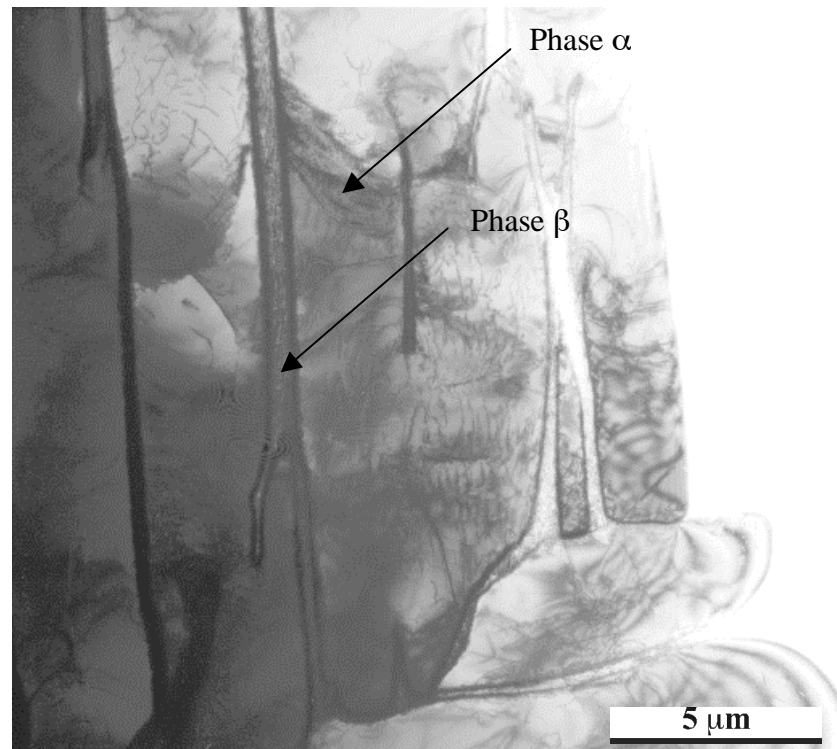


Figure III-3 : Microstructure du Ti 6242-Si en microscopie électronique en transmission.

Le contraste tourmenté présenté par cette zone d'interface entre  $\alpha$  et  $\beta$  est comparable au contraste créé par un enchevêtrement dense de dislocations. Cependant, l'imagerie en deux ondes ne permet pas de clarifier ce contraste et d'expliquer son origine par la présence de défauts cristallins dans l'une ou l'autre des phases  $\alpha$  et  $\beta$ . On peut sans doute corrélérer ce contraste à une relativement large zone de transition de structure cristallographique et de composition intermédiaires entre celles de  $\alpha$  et  $\beta$ .

### III.4.c. Mise en ordre dans la phase $\alpha$

Les clichés de diffraction réalisés sur les aiguilles de phase  $\alpha$  (cf. figure III-4) présentent systématiquement des taches supplémentaires peu intenses qui correspondent à un réseau hexagonal de paramètre  $a' = 2a$  et  $c' = c$  compatible avec la phase ordonnée  $Ti_3(Al,Sn)$  de type  $DO_{19}$ . Celle-ci peut être considérée comme une surstructure de la solution solide hexagonale compacte  $\alpha$ .

Un champ sombre sur  $[2\bar{1}\bar{1}0]_{Ti_3(Al,Sn)}^*$  (cf. figure III-5) permet de révéler une densité importante de petites zones ordonnées de diamètre inférieur à 3 nm. La répartition de ces zones semble homogène. Cette mise en ordre locale a été observée sur tous les échantillons étudiés.

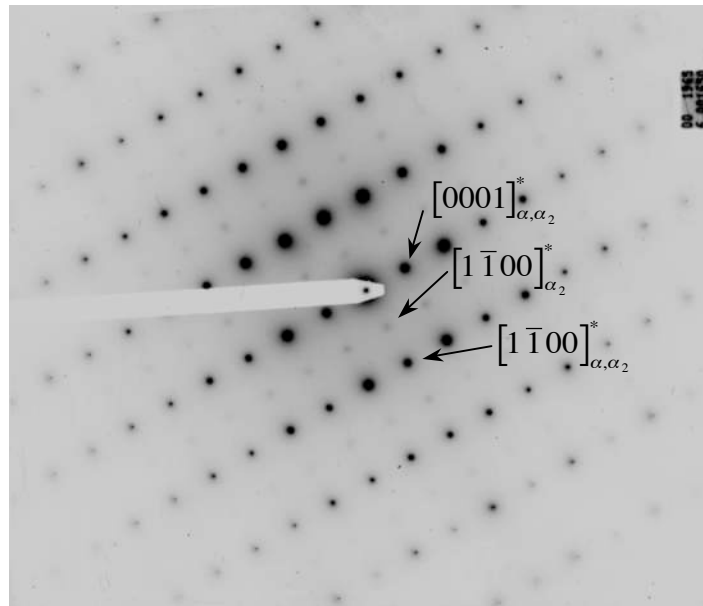


Figure III-4 : Cliché de diffraction réalisé sur une aiguille de phase  $\alpha$ .

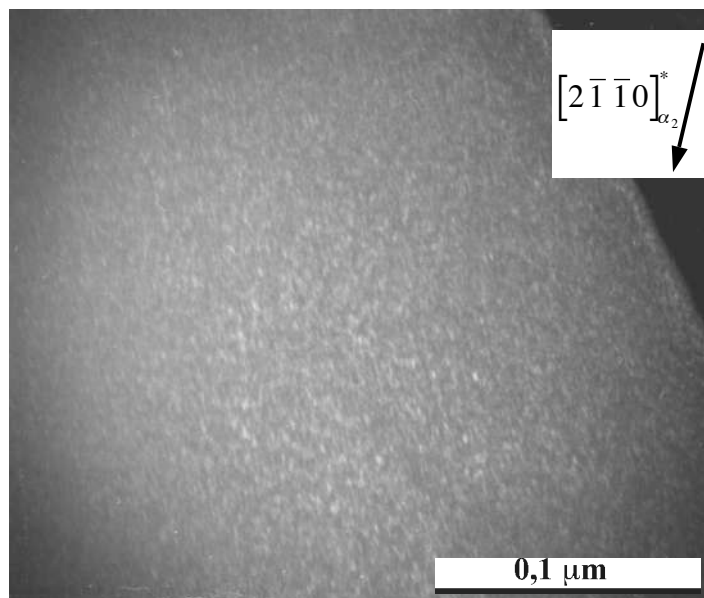


Figure III-5 : Champ sombre réalisé sur  $[2\bar{1}\bar{1}0]_{\text{Ti}_3(\text{Al},\text{Sn})}^*$  mettant en évidence des petites zones ordonnées de diamètre inférieur à 3 nm.

Dans un alliage binaire Ti-Al, les frontières de domaines, et donc le pourcentage d'aluminium nécessaire pour que la phase ordonnée  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al précipite, semblent encore contestés (Mishurda, 1991). La question n'a donc pas encore été tranchée pour des alliages plus complexes tels que le Ti 6242.

On admet cependant couramment qu'en dessous de 6 % (en poids) d'aluminium (cf. figure I-3 : diagramme binaire Ti-Al), il n'y a pas de précipitation de  $\alpha_2$ , en particulier en présence de molybdène. C'est pourquoi dans de nombreux alliages de titane, on limite la teneur en aluminium à 6 % en poids, afin d'éviter la fragilisation qu'induit la précipitation d' $\alpha_2$ .

Toutefois, l'oxygène influence de façon importante la précipitation de la phase  $Ti_3Al$ . De nombreuses études ont suggéré que l'oxygène stabilise la phase  $\alpha_2$  et déplace les frontières de domaine  $\alpha/\alpha+\beta$  et  $\alpha/\alpha+\alpha_2$ . Le fait d'augmenter la teneur en oxygène augmenterait la fraction volumique et la taille de précipités ordonnés  $Ti_3Al$ . Gray et al (1990) l'ont montré en faisant varier la teneur en oxygène de 500 à 2000 ppm sur du Ti-8,6Al. La présence d'oxygène a pour conséquence de baisser la solubilité de l'aluminium dans la phase  $\alpha$  et la précipitation de  $Ti_3Al$  est alors favorisée, notamment lors de maintiens prolongés entre 500 et 700°C.

En parallèle avec la stabilisation de  $Ti_3Al$  par l'oxygène, il apparaît que le système binaire Ti-Sn (Murray, 1986) présente une phase  $Ti_3Sn$  dont la structure cristallographique est, comme pour  $Ti_3Al$ , hexagonale de type  $D0_{19}$  avec des paramètres de réseau proches. Ces deux composés intermétalliques ordonnés apparaissent dans le système ternaire Al-Sn-Ti (Kubaschewski, 1993) comme les composés terminaux d'une solution solide ordonnée continue,  $\delta-Ti_3(Al,Sn)$ , ainsi que l'indique l'isoplèthe  $Ti_3Al-Ti_3Sn$  (cf. figure III-6).

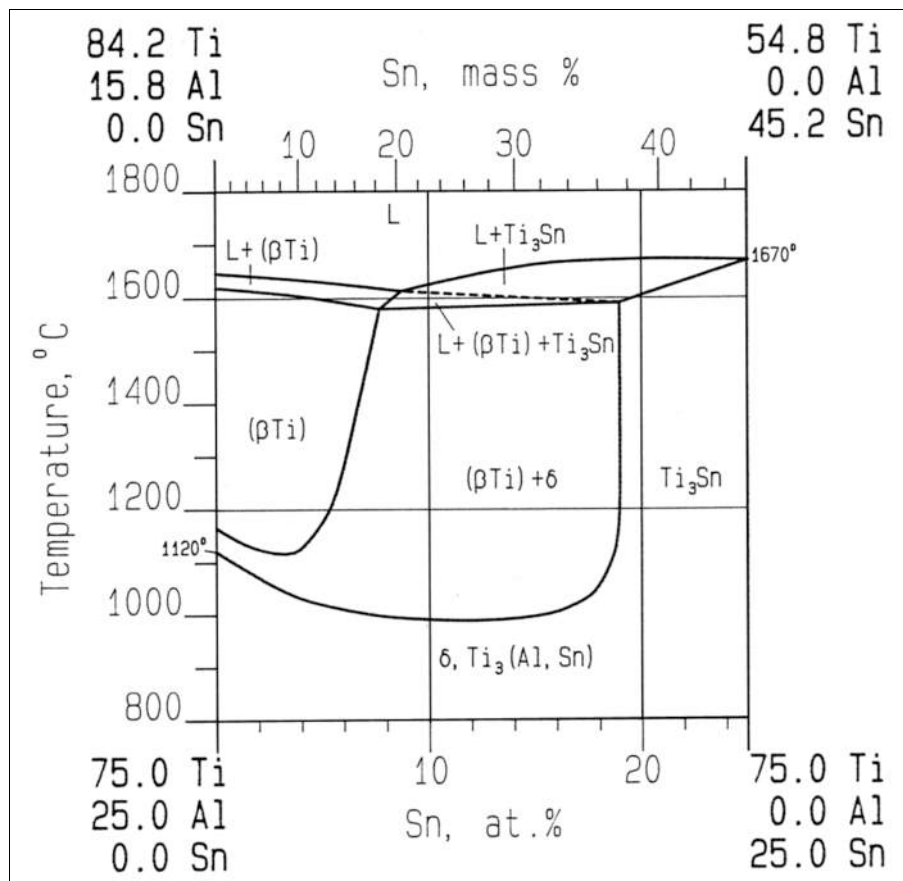


Figure III-6 : Isoplèthe  $Ti_3Al-Ti_3Sn$  (Kubaschewski, 1993).

La limite de solubilité de Sn dans  $(\alpha-Ti)$  est donnée, dans la gamme de température de stabilité de cette solution solide, comme inférieure de moitié, en pourcentage atomique, à la limite de solubilité de Al dans  $(\alpha-Ti)$ . Dans le système ternaire Al-Sn-Ti, le domaine biphasé  $[(\alpha-Ti), Ti_3(Al,Sn)]$  va donc en s'élargissant au détriment du domaine monophasé  $(\alpha-Ti)$ . Ceci

apparaît clairement sur la section à 600°C du diagramme d'équilibre du système Al-Sn-Ti (cf. figure III-7).

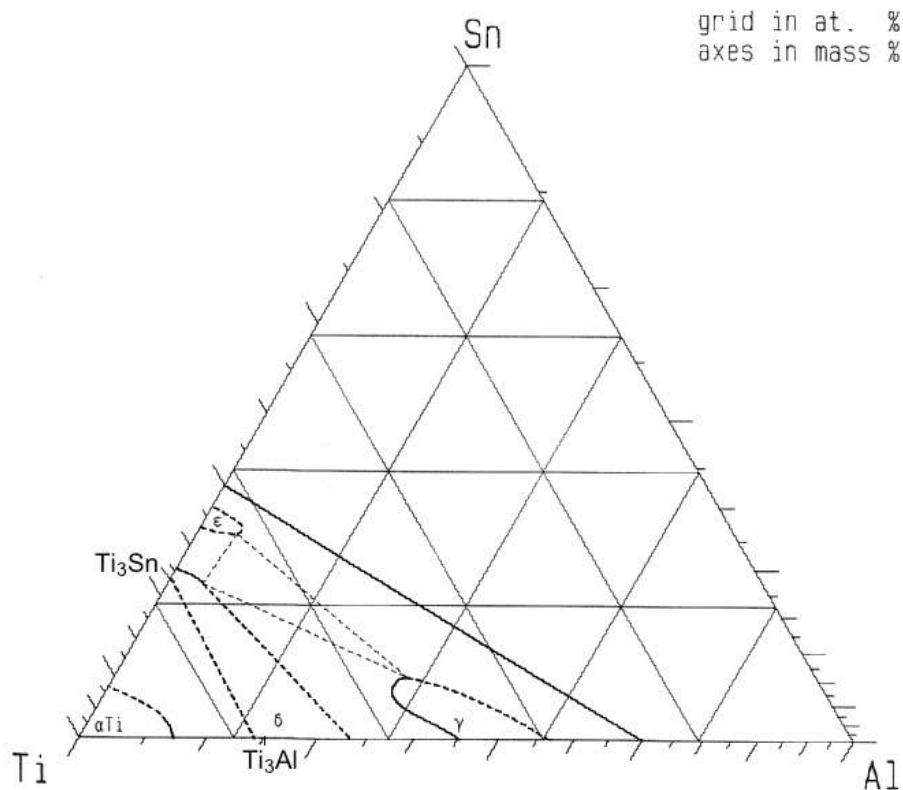


Figure III-7 : Coupe à 600°C du diagramme ternaire Al-Sn-Ti (Kubaschewski, 1993).

De plus, bien que les diagrammes d'équilibre des systèmes Ti-Al, Ti-Sn et Al-Sn-Ti soient relativement imprécis dans le domaine de composition et de température qui nous intéresse, les indices qu'ils nous fournissent vont tous dans le sens de l'élargissement global de ce domaine biphasé lorsque la température s'abaisse. Il apparaît donc que le point constitutif correspondant à la composition du Ti 6242-Si (6 % d'aluminium, 2 % d'étain et 900 ppm d'oxygène) est très proche de la limite de ce domaine biphasé. Par conséquent, la précipitation que nous observons n'est pas insolite. Nous ne disposons cependant d'aucune information sur l'évolution de cette précipitation en fonction de la température et du temps.

Béranger (1991), Feaugas (1994) et Bourgeois (1997) ont également observé des précipités de phase ordonnée dans l'alliage Ti-6246. Bourgeois (1997) indique que cette phase apparaîtrait durant le maintien de 8 h à une température de revenu de 595°C. L'alliage de cette étude a subi le même type de traitement thermique, et il est effectivement probable que la phase ordonnée  $Ti_3(Al,Sn)$  précipite pendant le revenu de 8 h à 595°C.

Il est difficile d'estimer le degré d'ordre des petites zones aux frontières diffuses imagées en champ sombre sur la figure III-5. Cependant, les taches spécifiques à  $\alpha_2$  du cliché de diffraction (figure III-4) apparaissent suffisamment bien rassemblées (peu diffuses) pour penser qu'il s'agirait plutôt de précipités ordonnés contenus dans une matrice  $\alpha$  désordonnée.

Dans des alliages voisins tels que Ti-6Al, Neeraj et al (2000) observent à température ambiante un couplage par paires des dislocations vis de type a en tête d'empilement, de même que Castany, Coujou et al (2007) dans le TA6V. Ils l'attribuent à la présence d'un ordre à courte distance (SRO) dans la phase  $\alpha$ , ordre qui est détruit par le cisaillement associé au passage des premières paires de dislocations (Schwander, 1992).

#### III.4.d. Aiguilles de phase $\alpha$ secondaire dans la phase $\beta$

La figure III-8 est un champ clair réalisé suivant un axe de zone  $\langle 110 \rangle$  de la phase cubique centrée  $\beta$ .

Sur cette image, la phase  $\beta$  apparaît en sombre, car tous les plans en zones avec un axe de type  $\langle 110 \rangle$  provoquent la diffraction des électrons incidents, et le faisceau transmis est donc affaibli. Par contre, les aiguilles de phase  $\alpha$  secondaire, de plusieurs variants, pour lesquelles la direction du faisceau incident ne correspond pas à un axe de zone de bas indice, ne diffractent pas. Le faisceau transmis n'est donc quasiment pas affecté, et les aiguilles sont donc claires sur la photo.

Nous avons ainsi vérifié que la phase  $\beta$  est loin d'être homogène. Cette phase est en fait partiellement transformée en une structure comportant une densité importante d'aiguilles de phase  $\alpha$  secondaire comportant plusieurs variants.

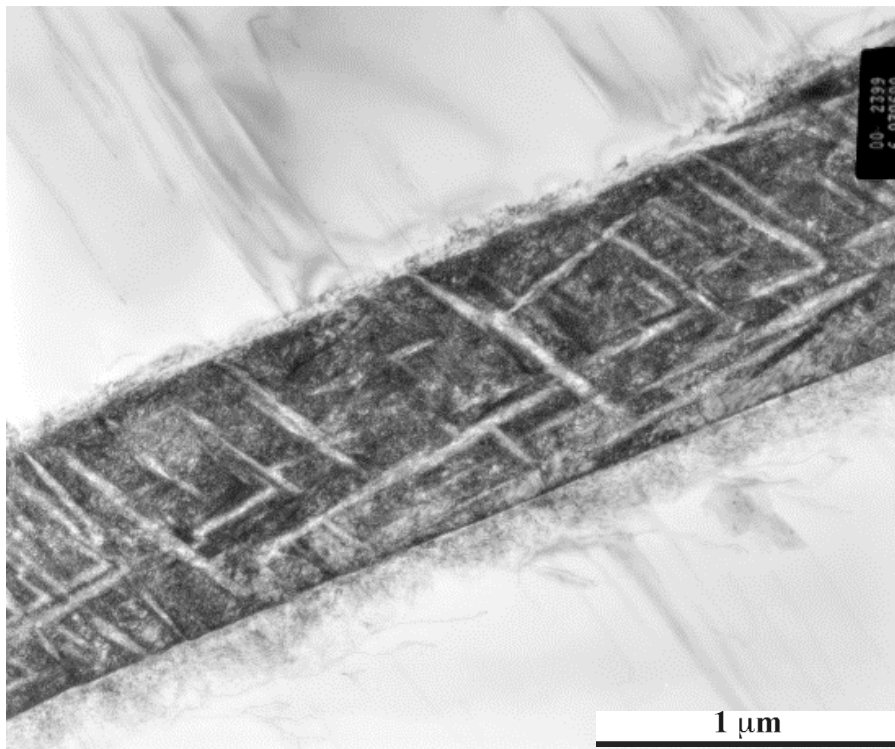


Figure III-8 : Champ clair réalisé suivant un axe de zone  $\langle 110 \rangle$  de la phase  $\beta$ .

### III.5. PROPRIETES MECANIQUES

Les propriétés mécaniques de l'alliage Ti 6242-Si varient avec sa microstructure. Certaines de ces propriétés sont présentées dans le tableau III-2.

Il existe un écart d'environ 60 MPa entre la limite d'élasticité de la microstructure AA et celle de la microstructure EH. La microstructure la plus fine (EH) est la plus résistante.

Tableau III-2 : Propriétés mécaniques du Ti 6242-Si (données SNECMA).

Température		20°C	150°C	480°C
Microstructure AA	$R_{e\,0,2\%}$ (MPa)	860	670	505
	$R_m$ (MPa)	955	800	650
Microstructure EH	$R_{e\,0,2\%}$ (MPa)	920	720	565
	$R_m$ (MPa)	1025	870	750

La figure III-9 représente l'évolution de la limite d'élasticité conventionnelle ( $R_{e\,0,2\%}$ ) et de la contrainte à rupture ( $R_m$ ), caractéristiques à l'usage de l'ingénieur, en fonction de la température pour les deux microstructures AA et EH.

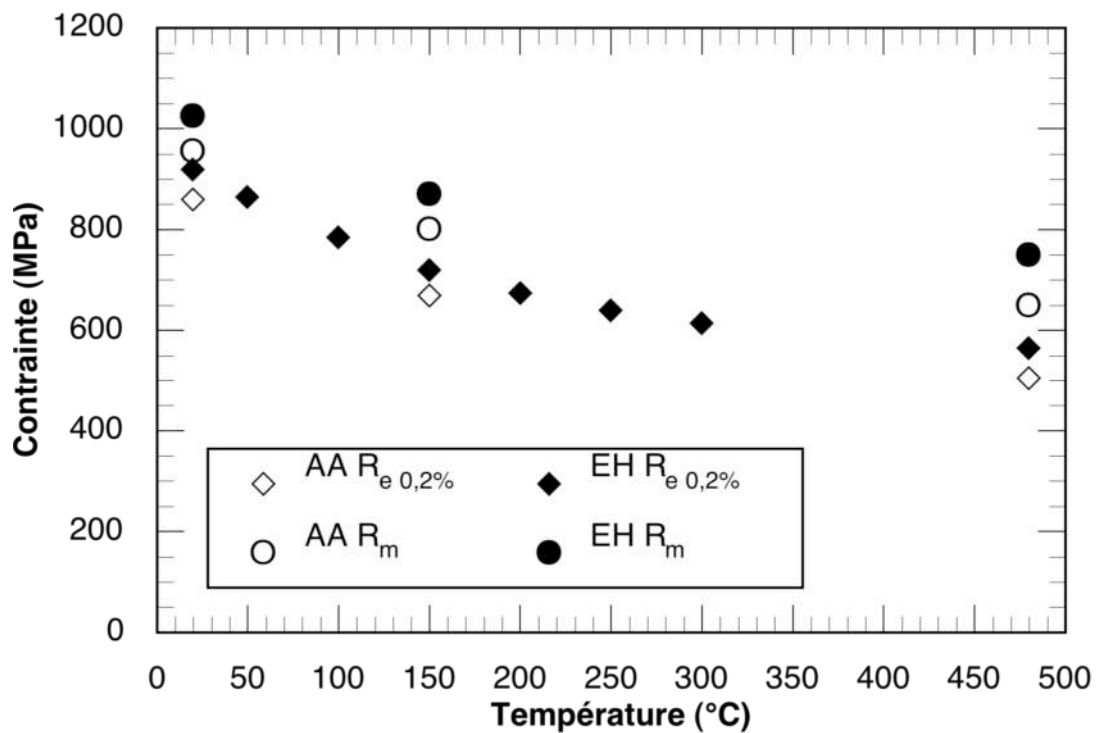


Figure III-9 : Evolution de  $R_{e\,0,2\%}$  et de  $R_m$  en fonction de la température pour les deux microstructures AA et EH (données SNECMA).

Les propriétés mécaniques de l'alliage décroissent de manière classique d'environ 950 MPa à température ambiante jusqu'à 650 MPa à 480°C ( $R_m$ , microstructure AA).

### III.6. RELATIONS MICROSTRUCTURE – PROPRIETES MECANIQUES

Le paragraphe III-4 a montré que l'alliage de titane Ti 6242 est caractérisé par la présence d'une phase  $\alpha$  dominante (80 % de la fraction volumique), alors qu'elle se trouve enveloppée par la phase mineure  $\beta$  qui est cependant la matrice ; il est intéressant de comparer les courbes de traction de ces deux constituants, pris isolément (figure III-10).

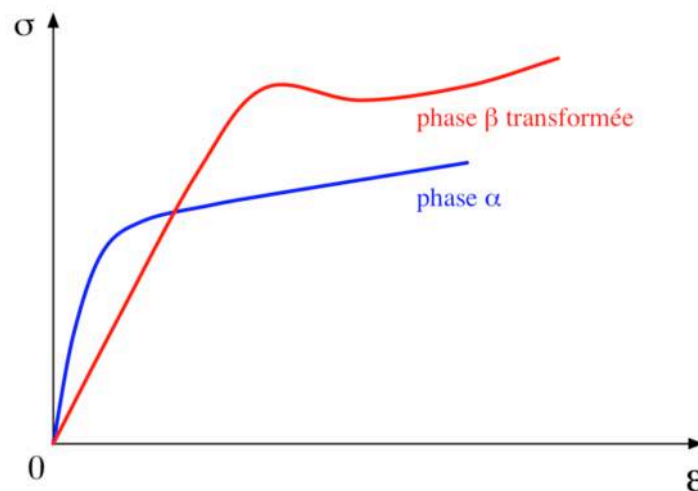


Figure III-10 : Courbes de traction des phases  $\beta$  (en rouge) et  $\alpha$  (en bleu) prises isolément [d'après X. Feaugas, 1994]

Les fins couloirs de matrice  $\beta$ , de largeur inférieure ou égale au micron (figure III-3), sont fortement durcis par la précipitation de plusieurs variants de très fins précipités de phase  $\alpha$  secondaire (figure III-8). Ils possèdent donc une limite d'élasticité très élevée, en dépit d'un module d'élasticité relativement faible. Au contraire, la phase  $\alpha$  est beaucoup moins accommodante sur le plan élastique (module plus élevé que celui de  $\beta$ ). Par contre elle est constituée d'aiguilles de forme lenticulaire dont l'épaisseur est de 1 à 2 microns et dont le grand axe peut atteindre 10 à 20 microns dans la microstructure EH et jusqu'à 50 microns dans la microstructure AA. Pour les dislocations, ces aiguilles sont dépourvues de tout obstacle observable, mais bénéficient d'un durcissement de solution solide élevé du fait de la présence de plusieurs centaines de ppm d'oxygène. Sa limite d'élasticité est donc nettement plus faible que celle de la matrice  $\beta$  transformée. Par contre, elle peut être le siège de l'activation de plusieurs systèmes de glissement qui, par interactions mutuelles, assurent une capacité d'écroutissage (ou inversement de restauration) non négligeable. Ceci n'est pas le cas de la phase  $\beta$  dans laquelle les dislocations n'interagissent qu'avec la très haute densité de lamelles de phase  $\alpha$  secondaire, ce qui a pour conséquences :



1. une limite d'élasticité très élevée,
2. un taux d'écroutissage très faible de cette phase puisque les dislocations se trouvent ainsi privées des interactions mutuelles.

Pour une déformation totale de moins de 1%, la phase  $\beta$  peut n'avoir subi qu'une déformation plastique très limitée, alors que dans la phase  $\alpha$  plusieurs systèmes de glissement ont déjà été activés.

Dans ce type de matériau, la plasticité s'initie donc dans les larges lattes de phase  $\alpha$  qui, cependant, ne bénéficient pas d'une connectivité élevée puisqu'elles sont séparées par des corridors de matrice  $\beta$ . Ainsi, pour se propager et percoler à travers tout le matériau, la plasticité devra franchir les étroits corridors de phase de  $\beta$  dans lesquels elle ne produira que peu ou pas d'écroutissage. Dans les observations microstructurales qui suivent dans les chapitres suivants, les examens ont essentiellement porté sur les configurations de dislocations et les interactions entre systèmes de glissement se situant à l'intérieur de la phase  $\alpha$ , sans pratiquement se préoccuper de la phase  $\beta$  dans laquelle les observations sont très difficiles du fait de la grande densité de précipités et de la proportion qu'y prennent les projections des interfaces  $\alpha/\beta$ .

Enfin, les interfaces  $\alpha/\beta$  constituent des obstacles importants à la déformation plastique. Il est difficile d'en évaluer la force : on constate que de nombreuses dislocations s'accumulent souvent au voisinage de ces interfaces (figure V-24a) ou bien les traversent lorsque les empilements qui se constituent contre elles sont situées dans des plans de glissement communs aux deux phases (cas du glissement basal, figure VIII-15a).

### III.7. PRELEVEMENT DES EPROUVETTES

Le matériau a été fourni par SNECMA sous forme de deux quarts de galets forgés, l'un de microstructure AA, et l'autre de microstructure EH.

La majorité des éprouvettes a été prélevée dans le sens tangentiel (cf. figure III-11) qui correspond aux contraintes d'origine centrifuge dans les disques de compresseur. Toutefois, quelques-unes ont également été prélevées dans le sens axial, selon la direction de forgeage du disque, afin d'étudier un éventuel effet de la texture.



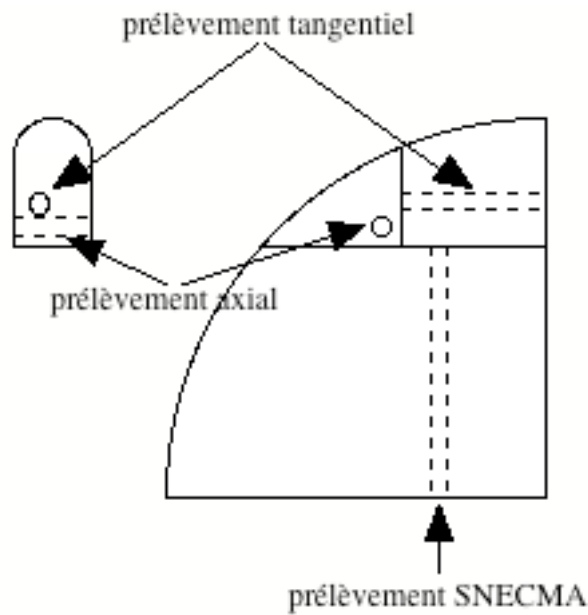


Figure III-11 : Sens de prélèvement dans le quart de galet forgé.

Les plans de prélèvement des éprouvettes sont donnés en annexe 1.

Différents types d'éprouvette ont été usinés :

- éprouvette cylindrique plate de 6 mm de diamètre pour les essais de fatigue et de fatigue-fluage,
- éprouvette cylindrique de 3 mm de diamètre pour les essais de relaxation et de fluage,
- éprouvette plate pour les essais de fatigue anisotherme et de vieillissement sous charge nulle.

Les plans de ces éprouvettes sont donnés dans l'annexe 2 qui concerne les procédures expérimentales des différents essais mécaniques mis en oeuvre. Cette annexe décrit également les machines et extensomètres utilisés, ainsi que les cycles appliqués aux éprouvettes.

Quel que soit le type de l'essai, les éprouvettes sont polies par grades successifs jusqu'à la pâte diamantée de granulométrie 3  $\mu\text{m}$  afin de s'affranchir de l'influence de l'état de surface.

## Chapitre IV : DOMAINE « HAUTE TEMPERATURE » DE L'ANOMALIE : 600°C - 450°C

### REGIME DE TRAINAGE DYNAMIQUE

#### IV.1. ESSAIS DE RELAXATION A 600°C

##### IV.1.a. Mises en charge de relaxation

À cette température, la limite d'élasticité tangente se situe vers 300 MPa à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et n'est plus que de 150 MPa pour  $10^{-7} \text{ s}^{-1}$  (figure IV-1). La plasticité présente donc une SRS positive et élevée à 600°C, puisqu'elle atteint 22 MPa. Les courbes de « mise en charge » des essais de relaxation ne présentent pas de crochet de traction (comme ce sera le cas aux plus basses températures). Par contre à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , des taux d'écroûissage de 14 puis 4 sont observés jusqu'à 0,5 % de déformation plastique, mais s'abaissent au-delà, comme le laisse pressentir la courbe à  $10^{-7} \text{ s}^{-1}$ . Le taux d'écroûissage retenu ici est défini par l'expression :  $\frac{100}{E(T)} \frac{\Delta\sigma}{\Delta\varepsilon_p}$ . Ses variations en fonction de la déformation plastique sont représentées en

fonction de la température dans le chapitre suivant, sur la figure V-2.

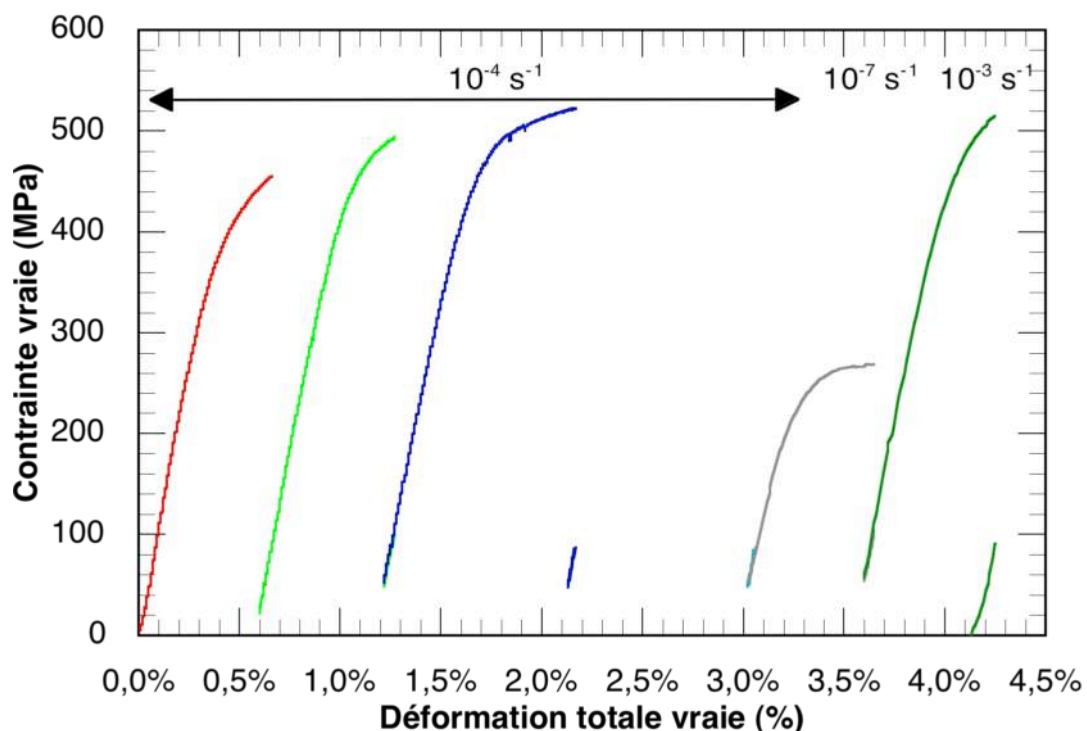


Figure IV-1 : Essai de relaxation à 600°C. Microstructure AA, prélèvement tangentiel.

**Remarque :** Il manque sur le graphe la quatrième courbe de mise en charge (+ 0,5 % à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) en raison d'un problème lors de l'acquisition des données.

### IV.1.b. Relaxation à 600°C

Quant aux courbes de relaxation (figure IV-2), elles présentent dans leur partie centrale la particularité de toutes se confondre en une seule, quelle que soit la quantité de déformation plastique initiale, et quelle que soit la vitesse de mise en charge. On remarquera la dépendance positive de la SRS, et un ensemble de mécanismes de plasticité assurant une vitesse de déformation plastique indépendante de la déformation préalable. Tout se passe comme si le matériau se trouvait dans un état d'écoulement dynamique dont la vitesse de déformation dépendrait directement de la contrainte appliquée. Tout effet d'histoire, tout effet de vitesse de mise en charge semble bien avoir disparu à cette température ainsi que le prouve la courbe de réponse en relaxation suite au chargement à  $10^{-7} \text{ s}^{-1}$  (flèche indiquant le début de la relaxation au centre de la figure).

Le volume d'activation apparent pour la viscoplasticité dépend peu de la déformation plastique cumulée (Cf. tableau V-1) et vaut environ  $0,29 \text{ nm}^3/\text{atome}$  (!  $11 \text{ b}^3$  si l'on considère le glissement de dislocations de vecteur de burgers **a**). C'est le volume  $V_{a2}$  du mode traînage décrit dans le modèle (figure II-10).

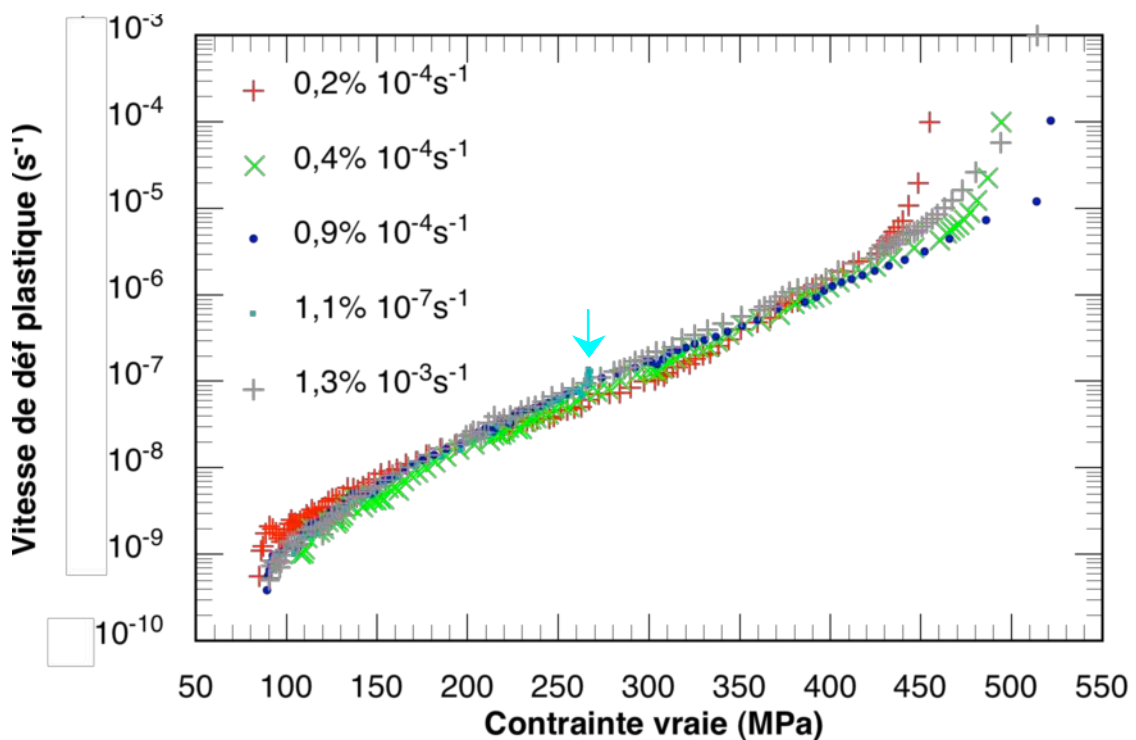


Figure IV-2 : Relaxation avec rechargements multiples à 600°C. Microstructure AA, prélèvement tangentiel. Vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte.

En effet, le *mode friction* contribue légèrement à la plasticité dans la phase initiale des mises en charge à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , mais il n'apporte pratiquement aucune contribution à  $10^{-7} \text{ s}^{-1}$  et se trouve légèrement renforcé à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Ce mode de glissement rapide, dénué de traînage d'atmosphères de soluté, apparaît donc comme pratiquement inexistant à cette température.

Il est intéressant de remarquer que si l'on examine plus attentivement la première courbe de relaxation qui suit une mise en charge ne provoquant qu'une déformation plastique de 0,2 % (figure IV-3), il apparaît des segments de moindre pente, donc de volume d'activation plus faible ( $0,145 \text{ nm}^3/\text{atome}$ ) dont les valeurs tendent à se rapprocher de celles correspondant aux mécanismes élémentaires de plasticité de dislocations isolées. Ceci provient du fait que les microstructures et les enchevêtrements de dislocations provenant de l'interaction de multiples systèmes de glissement sont tout juste en train de se constituer. L'examen des courbes de relaxation suivant la première mise en charge aux plus basses températures confirmera cette observation.

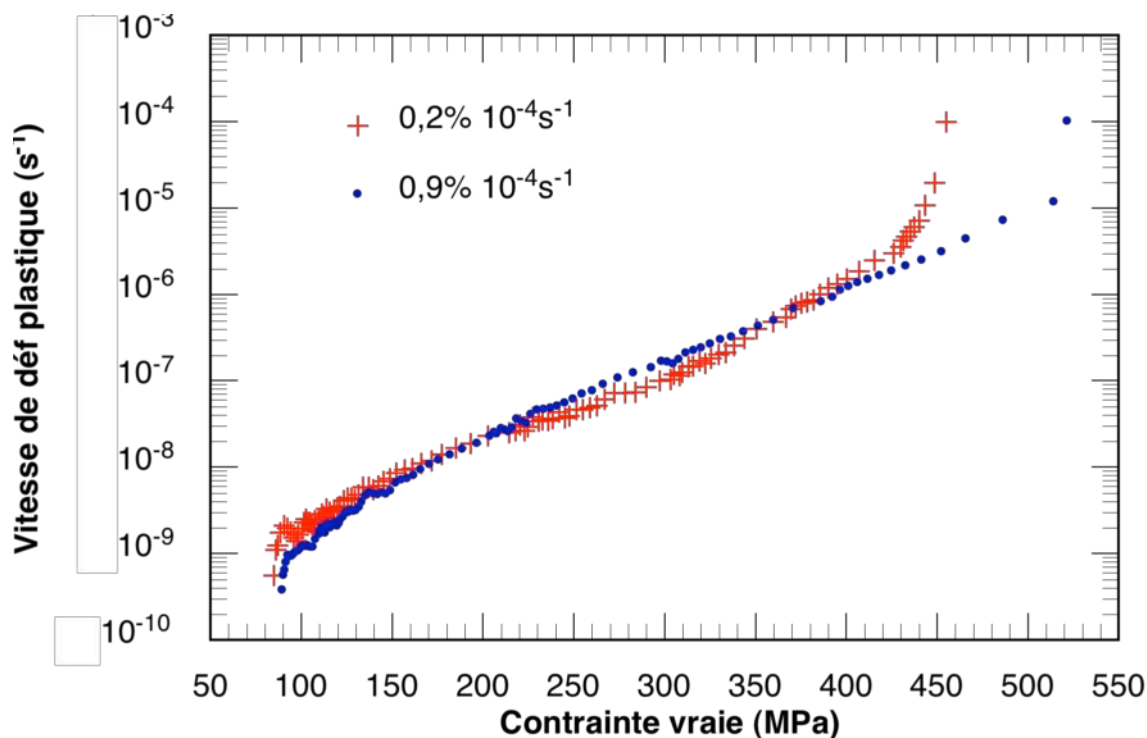


Figure IV-3 : Détail de deux des courbes de relaxation obtenues à 600°C : premier et troisième chargement à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Microstructure AA, prélèvement tangential. Vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte.

Quant à l'énergie d'activation, qui nécessite pour sa mesure de faire intervenir une autre température, elle figure donc dans un tableau présenté ultérieurement (tableau V-1) et atteint des valeurs de 350 à 425 kJ/mole. De telles valeurs des paramètres d'activation ne peuvent en aucun cas être interprétées comme caractéristiques de mécanismes élémentaires contrôlant la vitesse de propagation des dislocations traînant leurs atmosphères d'impuretés, car elles sont beaucoup trop importantes. Cependant, c'est pourtant bien dans ce régime de traînage d'impuretés que ces dislocations se propagent par glissement ainsi que par montée, mais les mécanismes qui contrôlent la vitesse de déformation se situent vraisemblablement à une échelle nettement plus importante : celle des réarrangements de parois de cellules ou d'enchevêtrements de dislocations dans lesquelles les mécanismes de restauration peu ralentis par le traînage, donc efficaces, assurent une adaptation quasi-immédiate des mésostructures à la contrainte appliquée.

## IV.2. EXAMEN DETAILLE DES CYCLES DE CHARGEMENT ET DE RELAXATION N1 + N3 ( $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) ET N5 ( $10^{-7} \text{ s}^{-1}$ ) A $600^\circ \text{C}$ .

### IV.2.a. Remarques préalables

Le matériau étudié présente des phénomènes de localisation de la plasticité conduisant à des « bouffées de déformation plastique » (« strain bursts »). La vitesse et les fréquences de répétition de ces manifestations sont généralement tellement élevées que la machine d'essais, quelle qu'elle soit, n'est pas capable de les anticiper, ni a fortiori de les contrôler. Cependant, cette dernière réagit, à l'échelle macroscopique et dans des temps qui lui sont propres, à ces événements microscopiques très nombreux dont l'accumulation provoque des variations macroscopiques des variables que l'on souhaiterait contrôler. Les interactions entre le comportement du matériau et celui de la machine sont donc permanentes et difficilement dissociables. Par contre, l'équation donnant la répartition des vitesses de déformation reste valable :

$$\dot{\epsilon}_t(t) = \dot{\epsilon}_e(t) + \dot{\epsilon}_p(t) \quad (\text{Eq. IV-1})$$

Sur le plan expérimental, le système de mise en charge et d'asservissement de la machine s'efforce de contrôler à tout moment la charge appliquée à l'éprouvette dans le but de réaliser au mieux le trajet de chargement choisi, compte tenu du comportement propre du matériau. Il est important de rappeler que la machine utilisée est intrinsèquement « molle » à grande vitesse ( $\dot{\epsilon}_t > 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ) et « dure » par asservissement aux faibles vitesses ( $\dot{\epsilon}_t < 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ). Le système d'enregistrement est chargé d'enregistrer en fonction du temps la force appliquée avec des intervalles d'acquisition du signal programmés a priori par l'expérimentateur. Il fournit donc, avec un rendu correct, la variable appelée contrainte appliquée :  $\sigma(t)$ .

Comme il est expliqué et justifié dans l'annexe 3, nous avons convenu de représenter systématiquement dans les graphiques détaillés les deux vitesses de déformation suivantes, en fonction de la contrainte appliquée :

- la vitesse d'adaptation de la contrainte à la plasticité du matériau, courbe bleue, donnée par l'expression :

$$\dot{\epsilon}_{ac}(t) = \dot{\epsilon}_{ch}(t) - \frac{\dot{\sigma}(t)}{E} \quad (\text{Eq. IV-2})$$

ou  $\dot{\epsilon}_{ch}(t)$  est la vitesse de chargement choisie (ou 0 pendant la phase de relaxation) et le second terme est obtenu par dérivation par rapport au temps du signal du capteur de charge. Cette variable « basse fréquence »  $\dot{\epsilon}_{ac}(t)$  traduit les tentatives du dispositif expérimental à piloter l'essai. Pour un matériau dont l'écrouissage est monotone et la plasticité homogène, ce n'est autre que la vitesse de déformation plastique.

- la vitesse de déformation plastique expérimentale, courbe rose, donnée par l'expression :

$$\dot{\epsilon}_p(t) = \dot{\epsilon}_t(t) - \dot{\epsilon}_e(t) = \dot{\epsilon}_t(t) - \frac{\dot{\sigma}(t)}{E} \quad (\text{Eq. IV-3})$$

et provenant essentiellement de l'extensomètre, mais corrigée des variations de la contrainte appliquée de façon à minimiser l'effet de la réaction de la machine. Cette variable « haute fréquence »  $\dot{\epsilon}_p(t)$  traduit assez directement les modes plastiques propres, très particuliers, dont le matériau est le siège. Cependant, le système d'enregistrement ayant été programmé pour des temps d'acquisition relativement grands par rapport à la durée propre des événements plastiques microscopiques, la valeur du signal retenue et ses variations dépendent donc de l'intervalle d'intégration et doivent être interprétées avec précaution. Les valeurs des intervalles d'acquisition, volontairement ajustées au cours de l'expérience, sont mentionnées dans la partie supérieure des diagrammes présentés : 0,1 s - 0,5 s - 5 s - 100 s, par exemple.

#### IV.2.b. Examen des cycles à chargement rapide N1 et N3 ( $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ).

Si l'on examine maintenant la fin du trajet de chargement pendant la première mise en charge à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (figure IV-4), en portant les vitesses de déformation en fonction de la contrainte macroscopique appliquée, selon des échelles linéaires, on constate que le signal acquis à la vitesse de 1 point / 0,1s est bruité avec une période de l'ordre de quelques dixièmes de seconde. L'origine de ce bruit est double : une partie instrumentale et une partie résultant du comportement erratique de brusques événements plastiques suivis de courts intervalles d'attente ( $\dot{\epsilon}_p = 0$ ). On verra lors d'un essai à 400°C que le bruit instrumental (0,01 MPa, figure V-17) reste toujours négligeable par rapport à celui provoqué par les « bouffées de plasticité » erratiques.

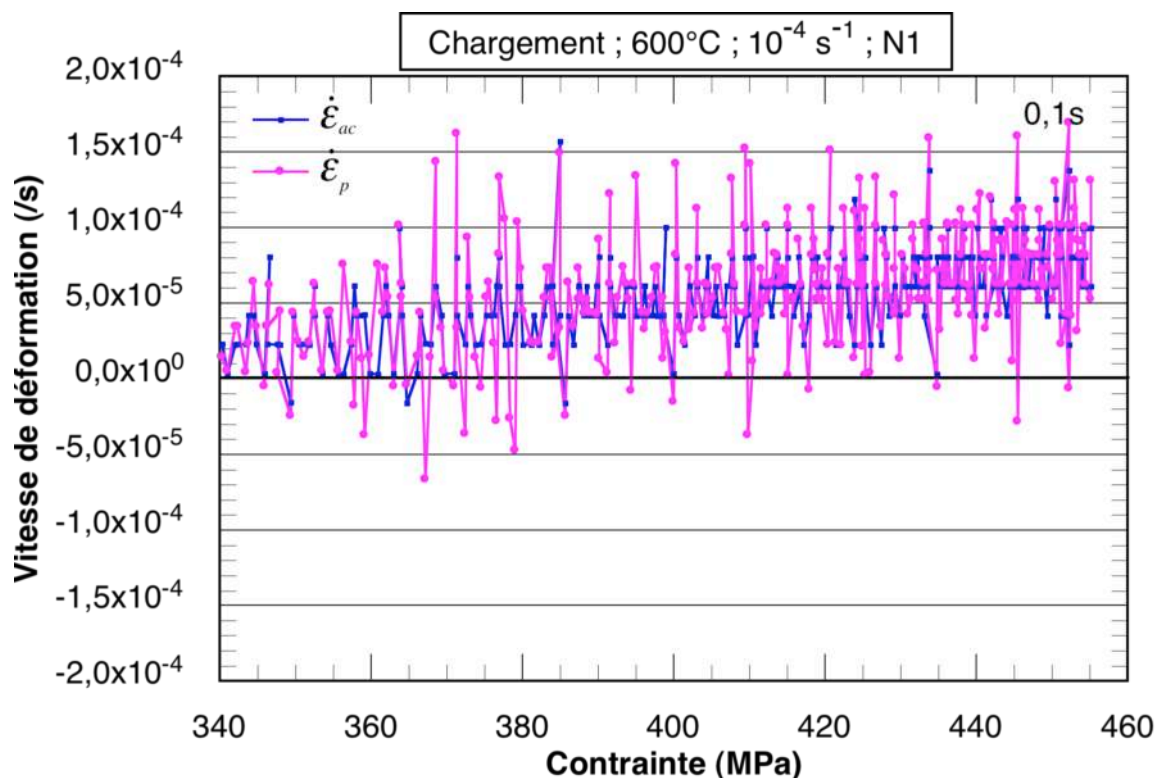


Figure IV-4 : Mesure des vitesses de déformation plastique en fin de chargement à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

En pratique, il est très difficile de séparer clairement ces 2 composantes du signal enregistré. En effet, les brusques évènements plastiques se produisant dans le corps de l'éprouvette (strain bursts) et qui ont été recueillis par la technique d'émission acoustique dans le cas de la glace, du Cd et du Zn (Richeton, 2006) de structure cristalline HCP peuvent être analysés en terme de structures fractales (Bharathi, 2002). Ils contiennent donc des fréquences et des amplitudes s'étalant dans un large domaine que le dispositif expérimental borne par ses limites propres. Cependant, dans le cas de matériaux présentant le phénomène PLC, trois histogrammes de répartition des sauts de contrainte rapides ont été identifiés dans les alliages Al-Mg (Lebyodkin, 2000). Ils correspondent aux trois types de courbes généralement observées en traversant le domaine (figure II-2) :

- le profil symétrique en gaussienne appelé p (pour peaked) et associé aux courbes de type C observées à haute température et présentant de profonds déchargements répétés presque périodiquement,

- le profil asymétrique appelé as correspond à un nombre considérable de bursts de petite taille accompagnés d'autres plus importants en nombre décroissant avec leur amplitude. Ce profil est associé aux courbes de type A rencontrées à basses températures (ou hautes vitesses),

- enfin le profil intermédiaire appelé i, associé aux courbes de type B, plus complexes, situées au centre du domaine et dans lesquelles il est possible de détecter des corrélations spatio-temporelles d'évènements plastiques conduisant à des avalanches coordonnées, comme nous le verrons à 500°C et 400°C (SOCD, successions d'évènements relevant de « self-organized critical dynamics », réf précédentes).

Ainsi, lors de la première phase de la période de relaxation (figure IV-5), pendant laquelle l'intervalle d'acquisition est encore de 0,1 s, et en présence d'un bruit analogue à celui de la courbe précédente, on observe de véritables cycles de rechargement faisant suite à de courts passages à des vitesses de relaxation brièvement très importantes ( $|\dot{\epsilon}_p| \approx 2 \dot{\epsilon}_{ch}$ ). Ces cycles apparaissent plus clairement dans une représentation agrandie selon l'axe des contraintes (figure IV-6, sur une amplitude de 25 MPa).



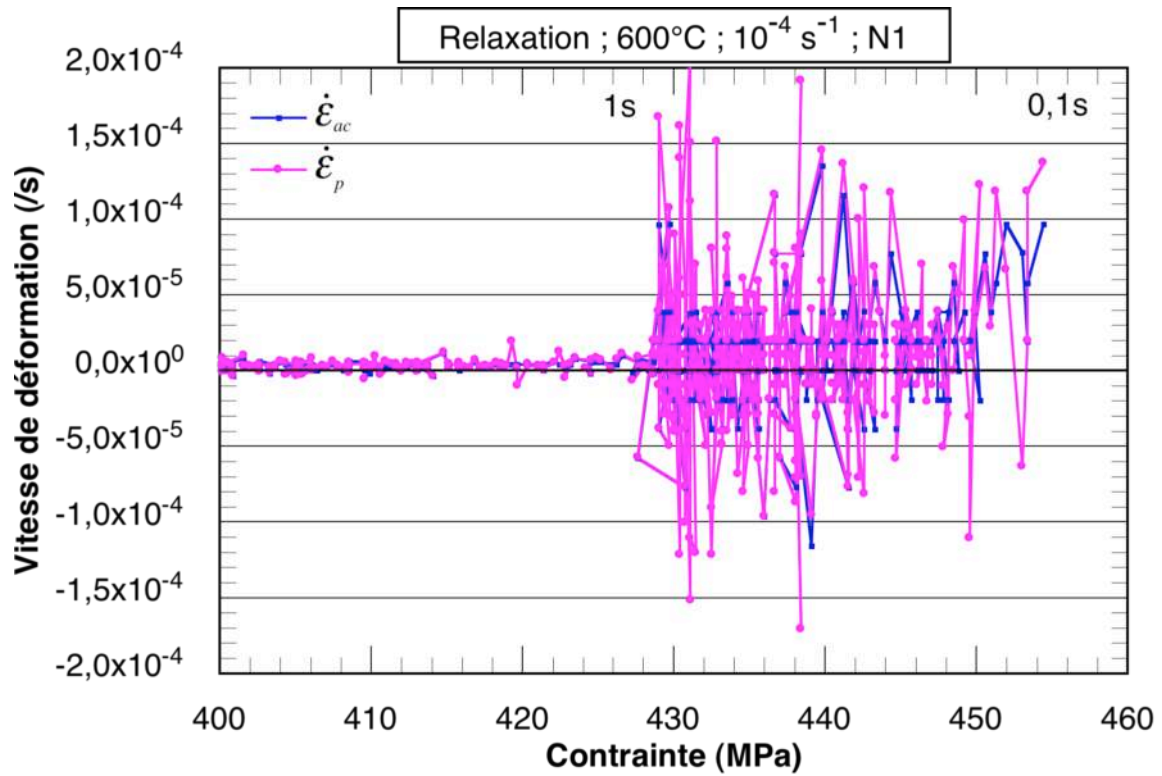


Figure IV-5 : Phase de relaxation : bruits matériau rapides :  $\pm 10^{-4} s^{-1}$  de  $\pm 2$  MPa

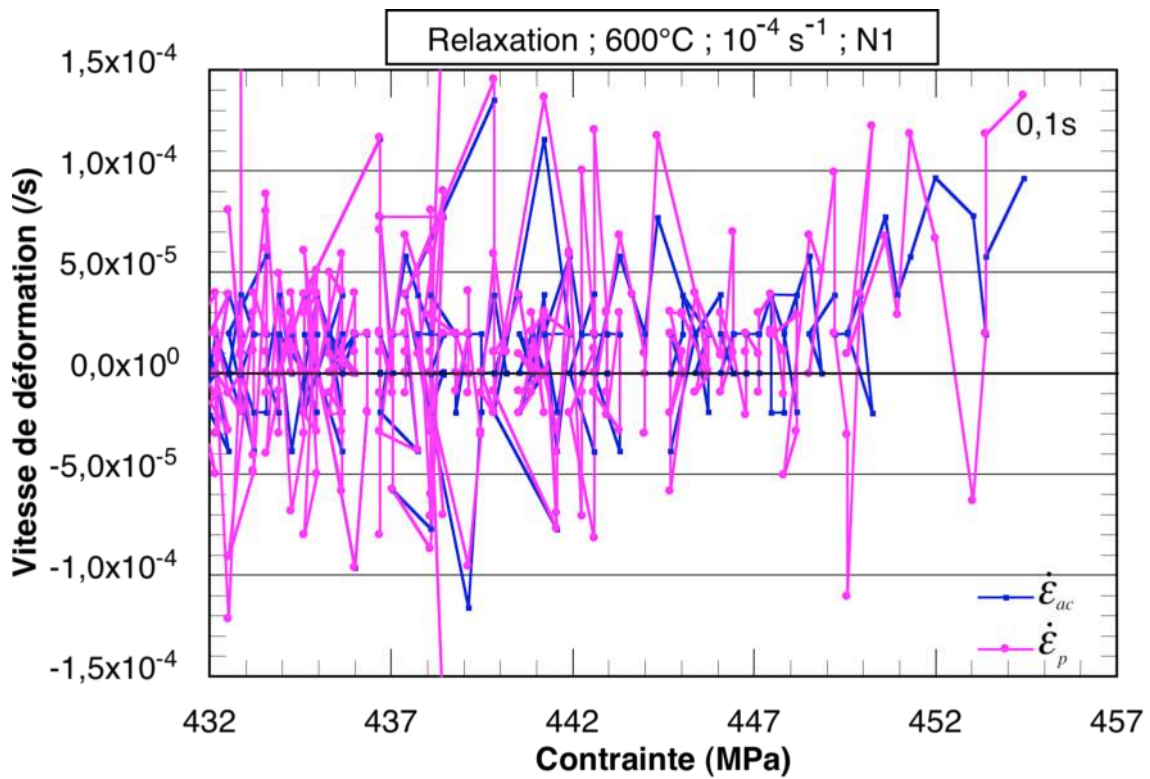


Figure IV-6 : Cycles erratiques ( $0,3$  à  $0,5 s^{-1}$ ) comprenant des rechargements de 2-3 MPa



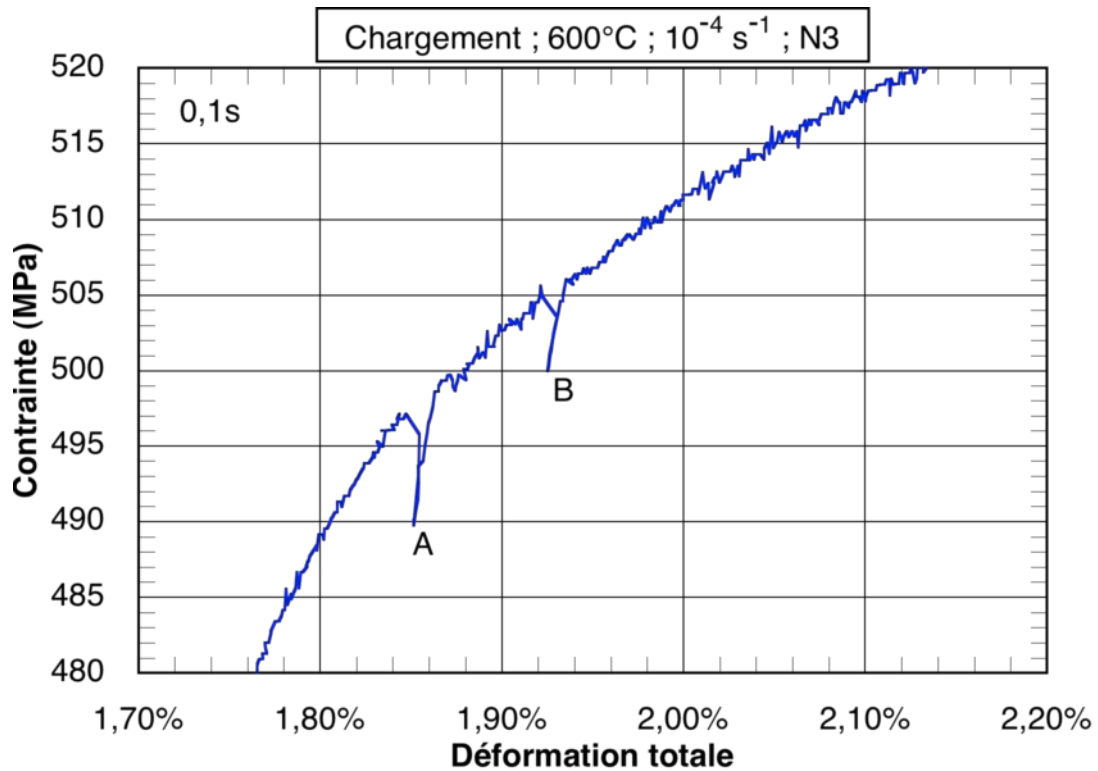


Figure IV-7 : Premières serrations de plus de 5 MPa

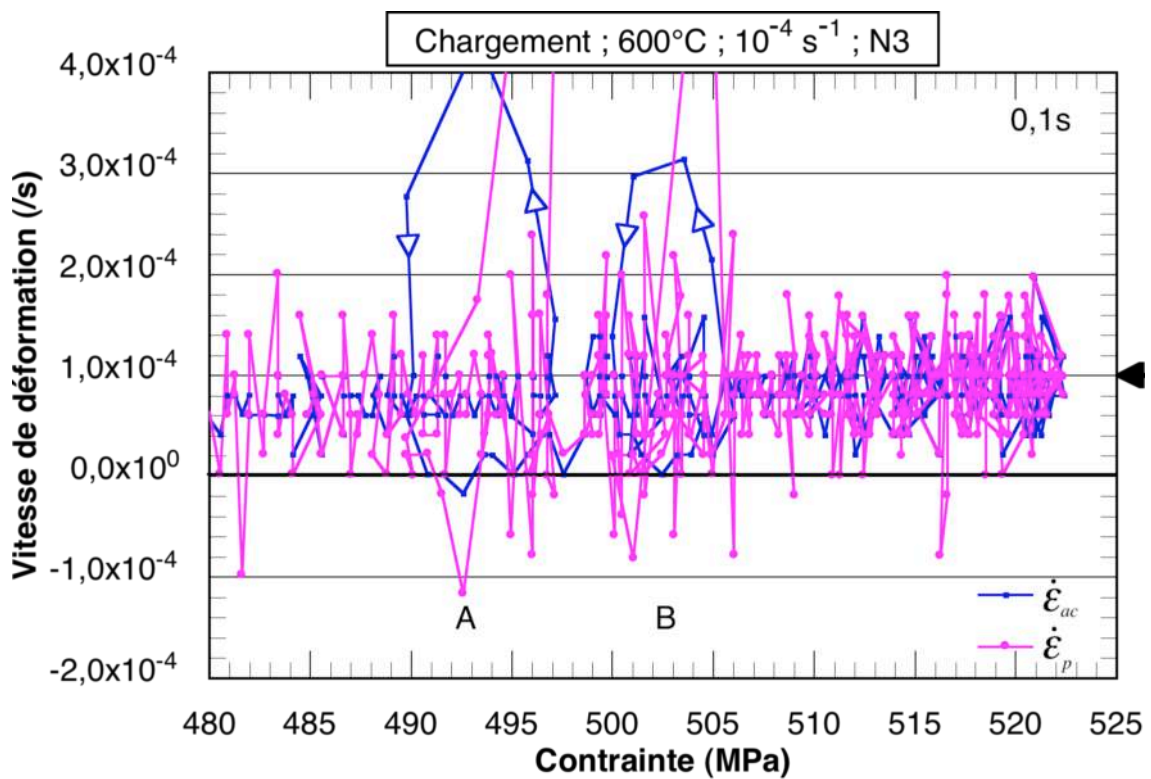


Figure IV-8 : Importantes pointes de vitesse  $>0$  et  $<0$ . Début de corrélation des évènements plastiques lors des serrations.

Pour la 3<sup>ème</sup> mise en charge (N3) à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , la déformation critique pour l'apparition des premières serrations importantes, à cette vitesse de sollicitation, semble avoir été atteinte et même dépassée (figure IV-7). De brusques sauts de vitesse aussi bien  $>0$  que brièvement  $<0$  se produisent même au chargement (figure IV-8) et provoquent des déchargements de plus de 5MPa.

#### **IV.2.c. Examen du cycle à chargement lent N5 ( $10^{-7} \text{ s}^{-1}$ ).**

Quant à l'essai mis en charge à  $10^{-7} \text{ s}^{-1}$ , il présente dans ses deux phases de chargement (figure IV-9) et de relaxation (figure IV-10) des « accidents » de vitesse instantanée 1000 fois supérieurs à la vitesse imposée ( $\pm 1,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) et de contrainte instantanée ( $\pm 2 \text{ MPa}$ ) équivalents à ceux des autres rechargements, et des fréquences comparables (0,5 s).

On en conclut donc que le matériau, à cette température, pour son comportement à l'échelle microscopique, ne semble pas tenir compte de la vitesse de sollicitation macroscopique à laquelle il s'ajuste par la fréquence de répétition d'accidents élémentaires qui gardent des caractères particuliers intrinsèques fixés essentiellement par la température.

Le matériau, à une température donnée, et pour un état d'érouissage donné, possède donc ses modes propres de déformation plastique qui se composent en nombre et en localisation pour s'approcher statistiquement de la valeur de la vitesse de déformation macroscopique imposée.

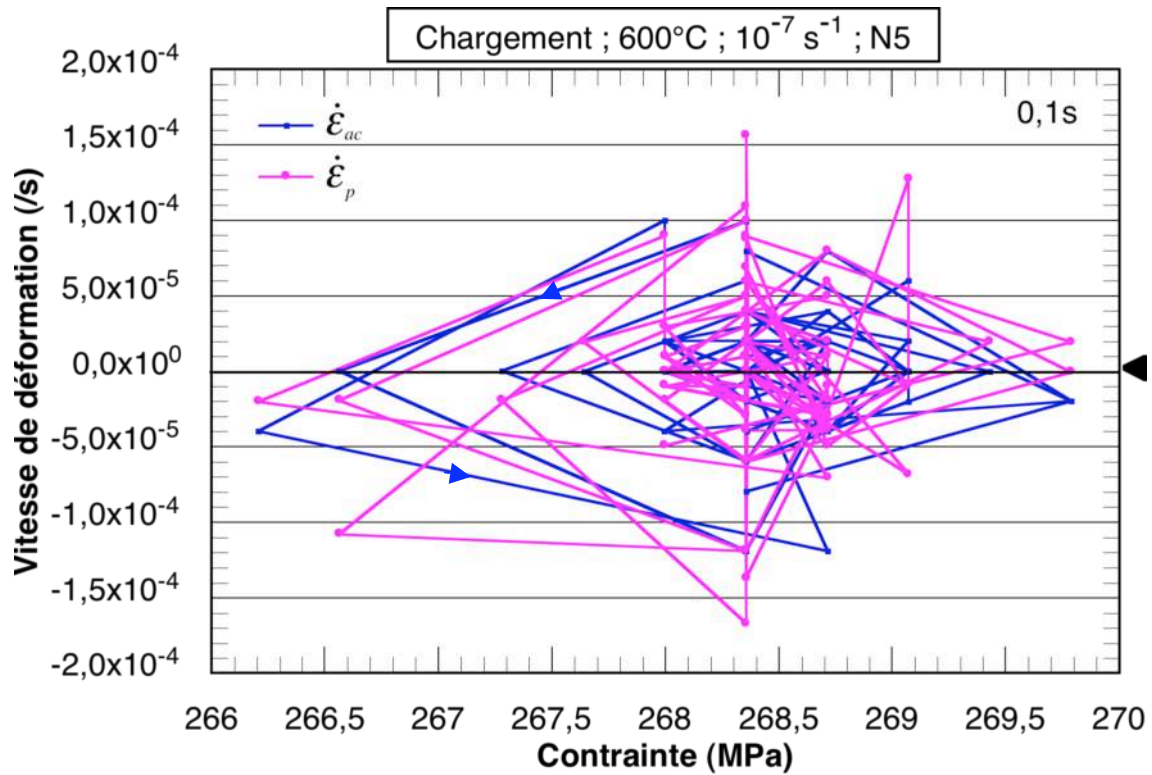


Figure IV-9 : Mise en charge à  $10^7 \text{ s}^{-1}$  : bruit et variations  $10^4 \text{ s}^{-1}$  de  $\dot{\epsilon}_p$

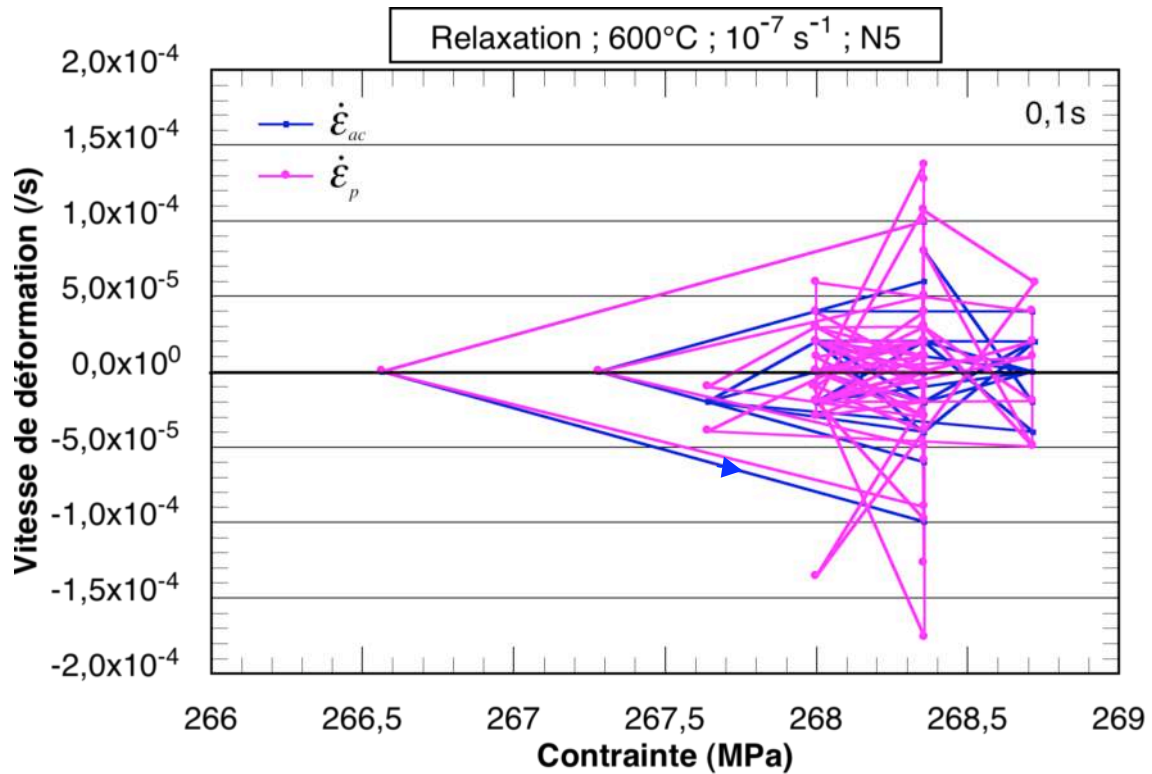


Figure IV-10 : Relaxation : cycles rapides (0,3 à 0,5s) à  $\dot{\epsilon}_p < 0$  donc de rechargement.

### IV.3. MICROSTRUCTURES DE DEFORMATION PLASTIQUE APRES RELAXATION A 600°C

Mise en garde : bien que lors de la mise en charge les contraintes appliquées puissent atteindre des valeurs de 400 à 500 MPa, les lames minces observées en MET sont tirées de l'éprouvette en fin d'essai, dans un état de relaxation presque complète, puisque les contraintes résiduelles macroscopiques sont de l'ordre de 90 MPa à cette température.

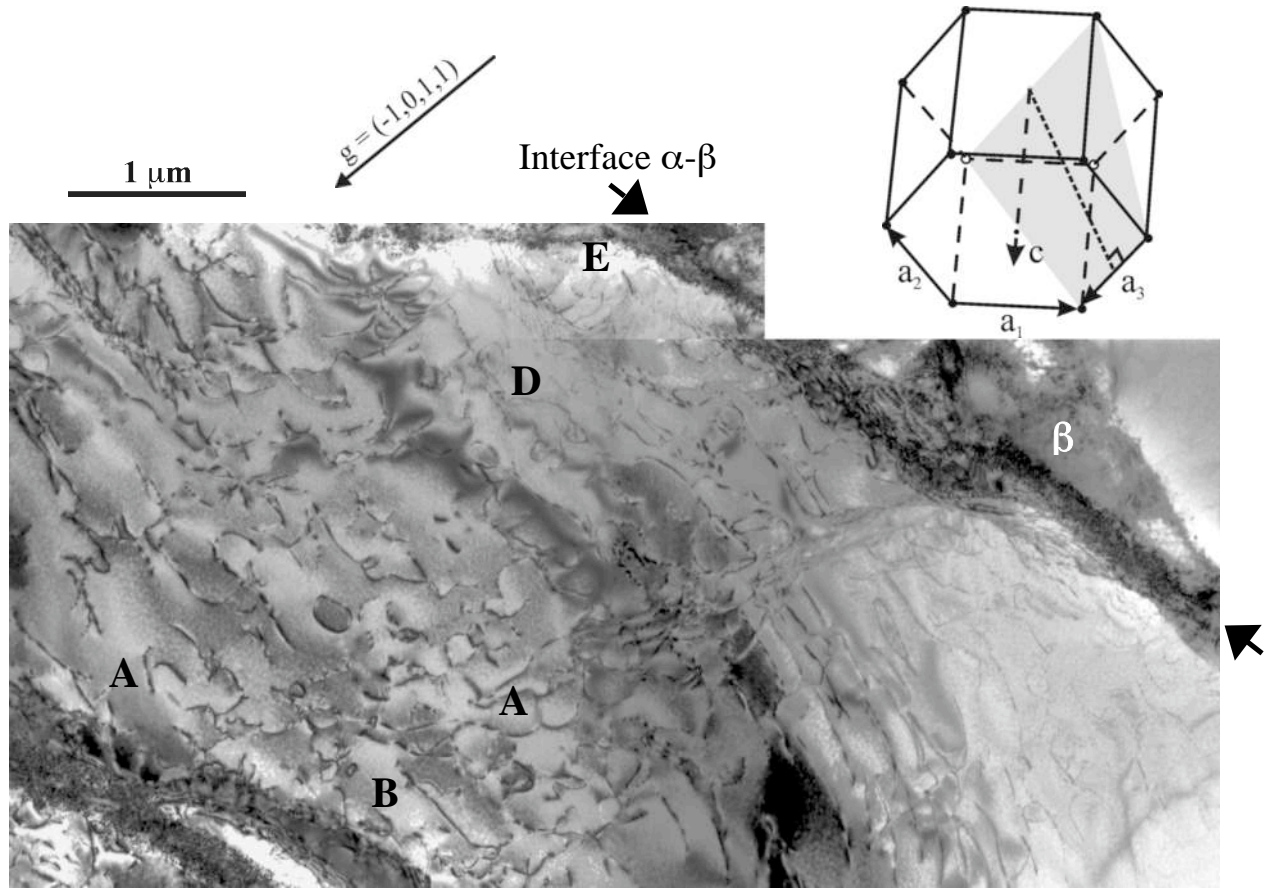
Dans la vue d'ensemble de la figure IV-11a, de nombreuses lignes de dislocations apparaissent rectilignes et parallèles entre elles : elles appartiennent à deux familles distinctes :

1 - l'une quasiment verticale (repères A) et d'orientation générale perpendiculaire au vecteur  $\mathbf{a}_1$ . Le vecteur de Burgers de ces dislocations se trouvant dans le plan d'observation (plan horizontal), toutes les lignes de dislocations qui lui sont perpendiculaires dans la lame, le sont également en projection comme sur la figure V-11a. Elles présenteraient donc une nette tendance à s'orienter en position coin.

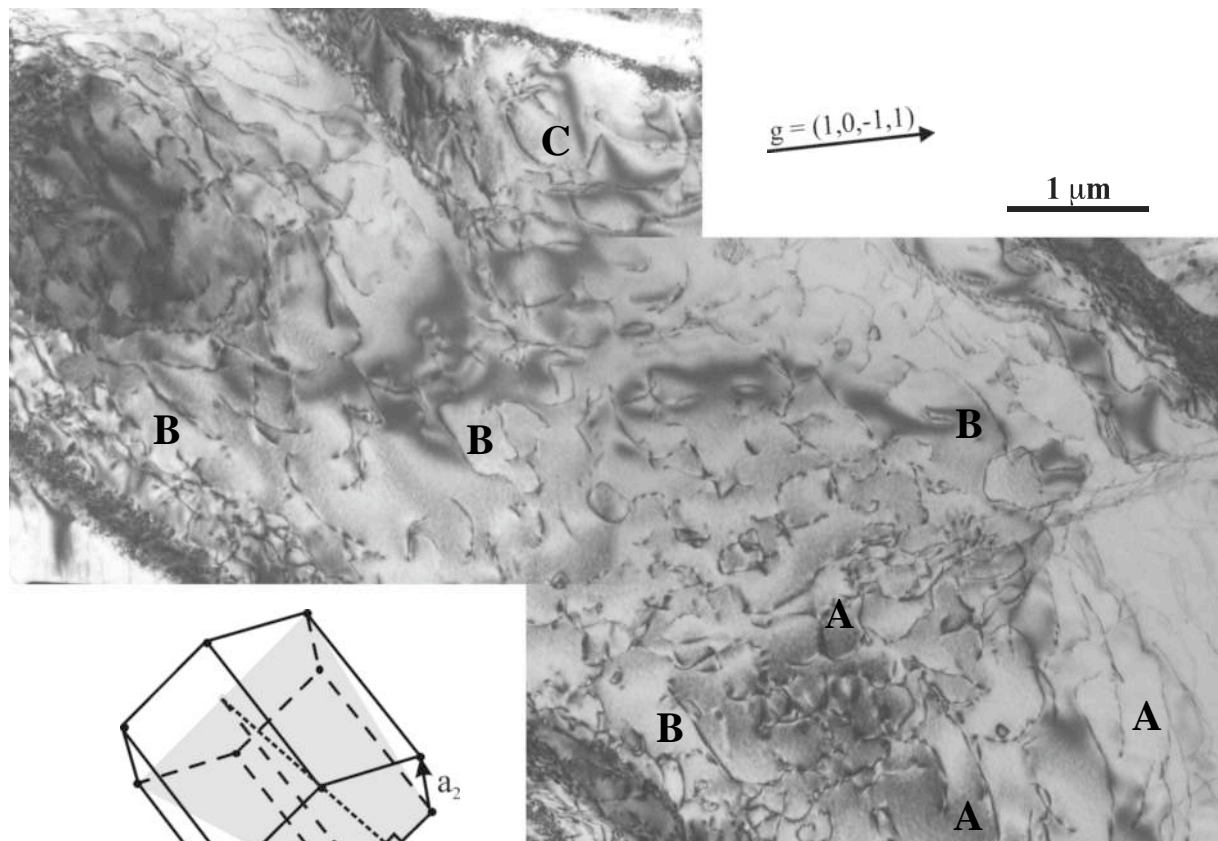
2 - par contre, pour la deuxième famille de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}_3$ , les lignes de dislocations (repères B) apparaissent inclinées à gauche d'environ 20° par rapport à la verticale, mais cette relation d'orientation n'est pas stricte puisque leur vecteur  $\mathbf{a}_3$  n'est dans le plan horizontal d'aucune vue. Elles présentent donc une orientation voisine de l'orientation coin ; c'est l'orientation des arêtes du prisme en cas de glissement prismatique, et l'orientation tracée en pointillés sur les prismes en cas de glissement pyramidal. En fait, elles sont longues et courbes ; il n'est donc pas possible de déterminer leur plan de glissement. Par ailleurs, la montée étant facile à cette température, ainsi qu'en témoigne l'importance de la restauration dynamique, elles peuvent se situer en dehors de tout plan de glissement. On peut donc seulement affirmer que leur direction générale est voisine de l'orientation coin.

Enfin, il existe des sources de Frank-Read de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}_1$  et  $\mathbf{a}_3$  (comme en S, figure IV-11d) formant des arcs de cercle d'orientation vis qui présentent des rayons de courbure de 0,1  $\mu\text{m}$  à quelques dixièmes de micron. Les sources de dislocations de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}_1$  semblent donc bien actives dans des plans soit parallèles, soit inclinés par rapport à ceux du prisme (glissement prismatique ou pyramidal de première espèce) ; par contre les denses empilements qu'elles produisent et qui se stabilisent à plus basse température ne sont pas observés ici du fait de l'intensité et de la rapidité de la restauration dynamique. De même, les longs et nombreux dipôles coin très stables, comme on en observera aux plus basses températures n'apparaissent pas à 600°C, laissant place à des brins isolés de dislocations, immobilisés en orientation coin.

On constate que de nombreux segments rectilignes de dislocations coin décrits ci-dessus sont prolongés par des arcs de dislocation plus mobiles dont l'orientation moyenne est



a)



b)



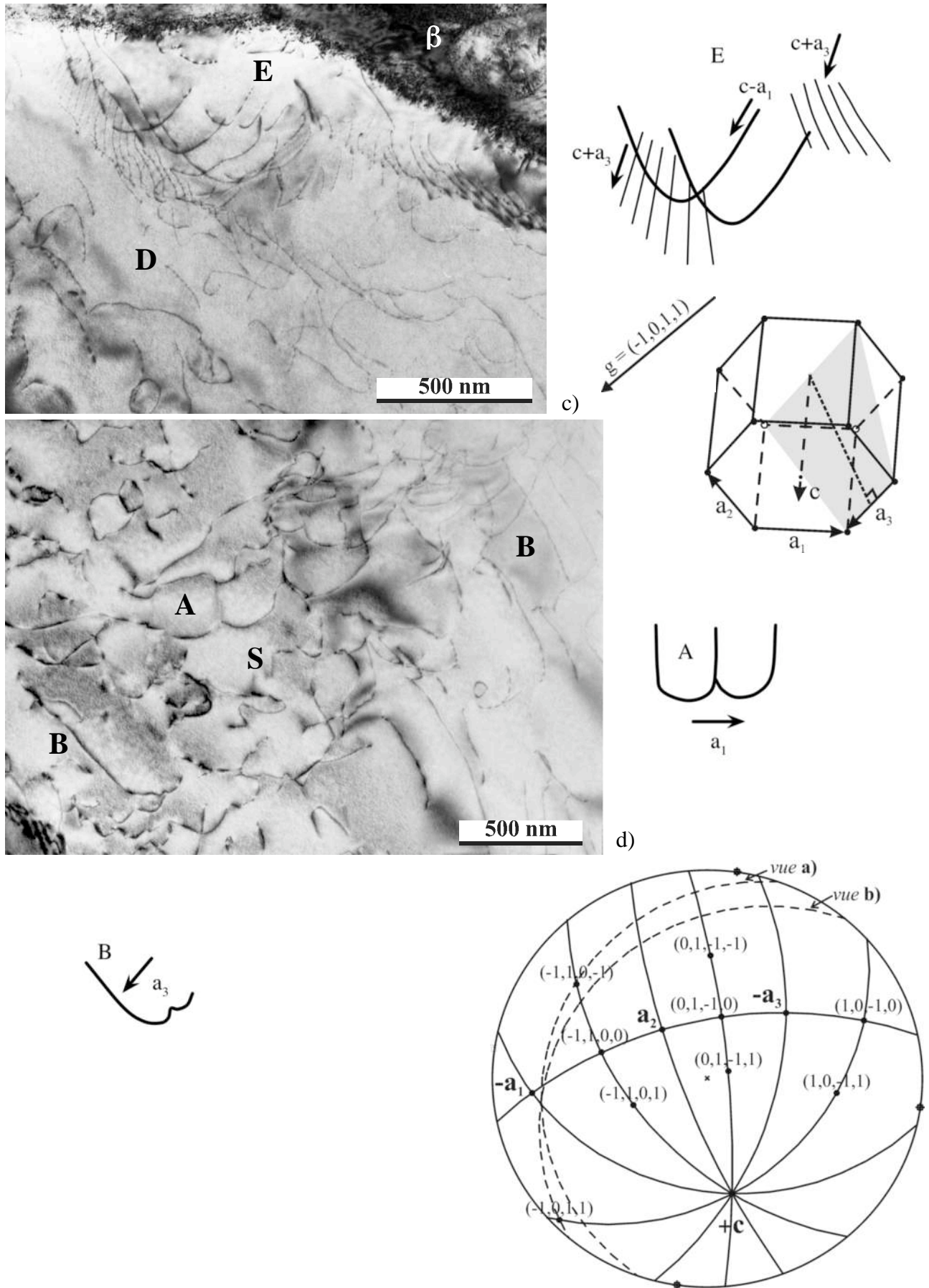


Figure IV-11 : Micrographies MET sous divers  $g$  d'une même zone après relaxation à 600°C.  $\epsilon_{p\ cum} = 4\%$  ;  $\sigma_{finale} = 90\text{ MPa}$ .

voisine de vis. Ces arcs présentent une courbure assez semblable et correspondant à un rayon moyen d'environ 0,1 micron. Si l'on calcule par la relation d'Orowan la valeur de la contrainte locale à laquelle ces arcs semblent effectivement soumis :

$$\tau = \alpha\mu b/2R = 45 \text{ MPa} \quad (\text{Eq. IV-4})$$

(avec  $\mu = E/3 = 30 \text{ GPa}$ ,  $\alpha = 1$  et  $b = 0,295 \text{ nm}$ ), c'est-à-dire une contrainte de cisson correspondant à la contrainte de traction de 90 MPa.

Quant à la densité de dislocations, elle peut grossièrement être estimée à quelques unités par micron carré, soit environ  $5 \cdot 10^{+12} \text{ m}^{-2}$ , une valeur relativement basse pour un matériau déformé de 4% : ceci est le résultat de l'intense et très efficace activité de restauration qui se produit au cours des cycles de relaxation (24 h) et à laquelle contribue la renversabilité plastique importante au cours des premiers stades de la relaxation.

Enfin, il est important de constater également la présence d'empilements de dislocations de vecteurs de Burgers de type  $\mathbf{c} + \mathbf{a}$  (en D figure IV-11c) formés à partir de sources situées au voisinage des interfaces  $\alpha/\beta$ . L'activité de ces sources contribue de façon très efficace à la plasticité du fait de la taille importante du vecteur de Burgers (0,553 nm) et de la densité des dislocations contenues dans les empilements. Les concentrations de contrainte résultant des incompatibilités de déformation entre phases peuvent ainsi être relaxées.

#### IV.4. ESSAIS DE RELAXATION A 500°C.

##### IV.4.a. Mises en charge de relaxation

Les courbes de mise en charge (figure IV-12) (constituées de mises en déformation successives de 0,2%, 0,2%, 0,5% puis 0,5% à la vitesse de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) font apparaître un taux d'écroutissage qui décroît rapidement, allant de valeurs encore élevées comme 20 à 0,5% de déformation, vers une valeur quasi constante d'environ 3 dès 1,5% de déformation plastique. Par contre, les deux derniers chargements de 0,5%, l'un effectué à la vitesse de  $10^{-7} \text{ s}^{-1}$ , l'autre à la vitesse de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , ne présentent pas de différences marquantes : ils montrent le même taux d'écroutissage très faible (entre 1 et 2) et apparemment une SRS voisine de 0 puisque les contraintes de fin de mise en charge sont toutes deux voisines de 600 MPa.

On remarque par ailleurs qu'à cette température, et après une déformation critique d'environ 1%, des instabilités de régime plastique apparaissent sur les courbes de traction à la vitesse de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Elles ne sont plus présentes à la vitesse de  $10^{-7} \text{ s}^{-1}$  (cycle N5) mais réapparaissent à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  lors du 6<sup>e</sup> rechargement (N6). Dans le domaine où  $\text{SRS} \leq 0$ , il semble donc que l'amplitude des serrations augmente avec la vitesse de sollicitation, et que ces instabilités disparaîtraient aux plus faibles vitesses.

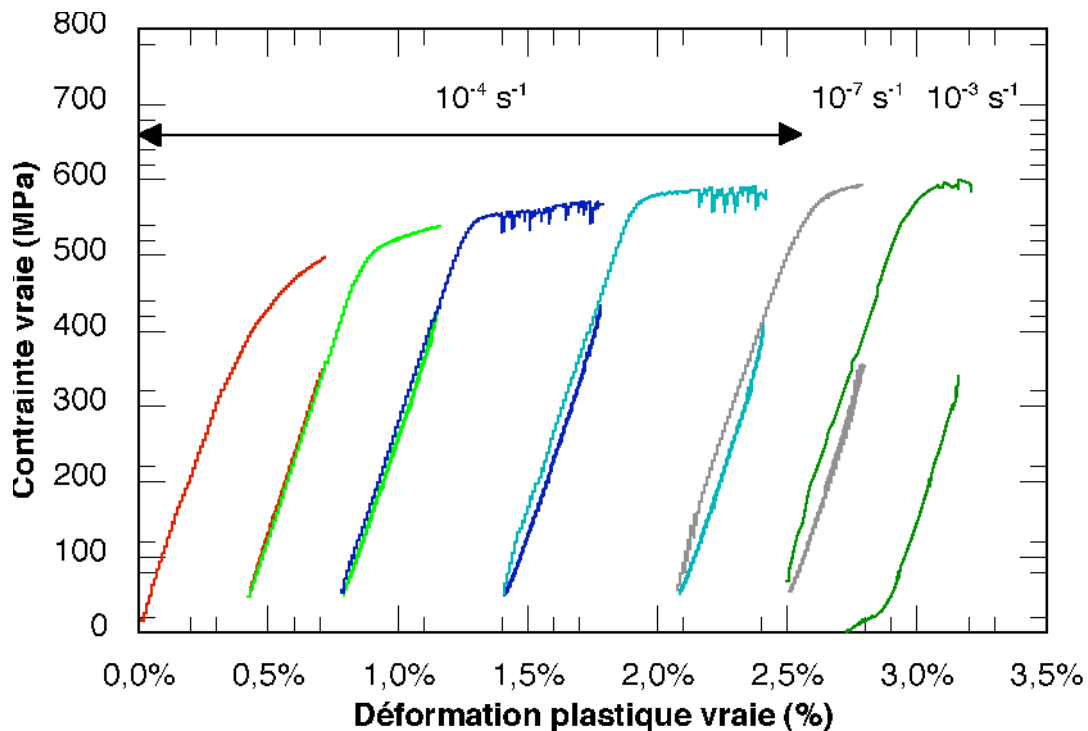


Figure IV-12 : Essai de relaxation à 500°C. Microstructure AA, prélèvement tangential. Courbes de rechargement  $\sigma=f(\epsilon)$ .

#### IV.4.b. Relaxation à 500° C.

Les courbes de relaxation sur une période d'environ 48 h sont représentées sur la figure IV-13. Suite à la première mise en déformation de 0,2% de déformation plastique, la courbe de relaxation (courbe rouge) présente clairement trois stades successifs. Le premier se situe vers 500 MPa. La contrainte de fin de mise en charge diminue à peine ; le matériau se décharge de 5 à 10 MPa et sa vitesse de déformation décroît d'un facteur cinq : le régime plastique imposé pendant la mise en charge se maintient quelques instants quelques secondes, pendant lesquelles la contrainte visqueuse décroît jusqu'à s'annuler. Au cours du second stade (partie verticale de la courbe), la vitesse de déformation du matériau décroît de plusieurs ordres de grandeur, ici trois à quatre décades. Il faut noter que ceci se produit à contrainte quasiment constante (485 à 490 MPa). Enfin, après 35 s, ce comportement très particulier, observé uniquement dans les matériaux présentant une anomalie de comportement viscoplastique, laisse place à un troisième stade beaucoup plus lent que le *mode friction* ( $3 \cdot 10^{-8} \text{ s}^{-1}$  et ralentissant lentement au cours des 45 h suivantes jusque vers  $10^{-9} \text{ s}^{-1}$ ). Contrairement au stade précédent qui n'apportait qu'une contribution très réduite à la relaxation des contraintes, celui-ci apporte au matériau une relaxation pouvant atteindre plus de 200 MPa en 48h (après chargement à  $10^{-7} \text{ s}^{-1}$ ).



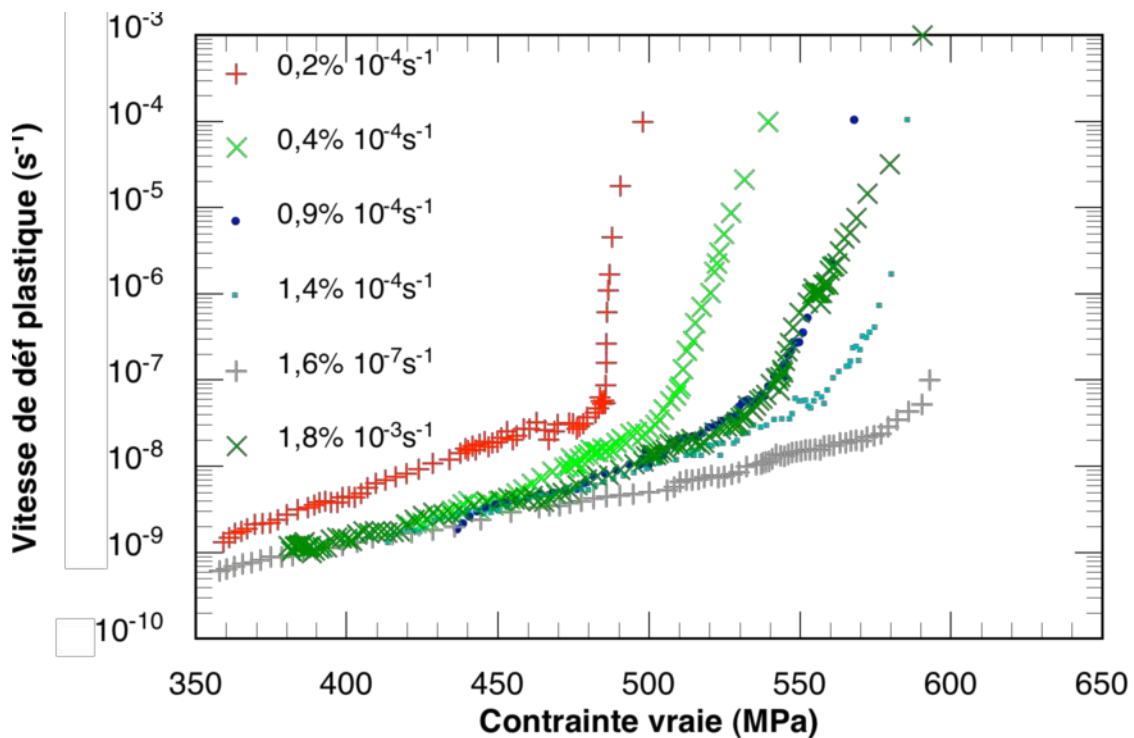


Figure IV-13 : Relaxation avec rechargements multiples à 500°C. Microstructure AA, prélèvement tangentiel. Vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte.

L'interprétation suivante des trois stades de cette courbe est proposée : suite à la mise en charge, l'écoulement du matériau est dominé par un mouvement de glissement des dislocations tellement rapide que les atmosphères d'impuretés ne contrôlent pas la vitesse d'écoulement macroscopique. A l'opposé, au cours du IIIe stade, ce mode de plasticité a entièrement disparu et le comportement viscoplastique du matériau est maintenant contrôlé par le mouvement lent de grandes densités de dislocations qui se déplacent (et s'annihilent) en entraînant dans leur sillage les atmosphères d'oxygène. Ces atmosphères se sont formées en quelques secondes au cours du IIe stade (partie verticale de la courbe) autour des dislocations mobiles qui n'en possédaient pas. Le stade intermédiaire apparaît ainsi comme une transition du premier mode plastique vers le second. C'est une période pendant laquelle les deux modes plastiques sont simultanément présents dans l'éprouvette dans des proportions qui varient très rapidement : le *mode friction* passant ainsi du tout au rien alors qu'inversement, dans le même temps, le *mode traînage* passe d'une contribution négligeable à un contrôle intégral du mode d'écoulement plastique du matériau. Noter cependant que du fait de la localisation de la plasticité à grande vitesse, la fraction volumique d'éprouvette concernée par le *traînage* reste largement majoritaire dans tous les stades (même si elle ne contribue globalement que pour 0,01% à la vitesse de déformation globale initiale :  $10^{-8} \text{ s}^{-1}/10^{-4} \text{ s}^{-1} = 10^{-4}$ ) pour finir par devenir totale dans le IIIe stade.

Lors des essais de relaxation qui suivent, les trois mêmes stades restent présents : la pente du premier stade tend à croître alors que celle du stade de transition décroît. La fin de

transition du stade II vers le stade III s'étale dans le temps également, et les courbes s'arrondissent. On peut interpréter ce phénomène comme résultant de la plus grande difficulté que présentent maintenant les enchevêtrements plus complexes de dislocations à se restaurer (début de formation de sous structures), d'abord en *mode friction* puis en *mode traînage*, avant de laisser place au stade III, qui se caractérise par une viscoplasticité contrôlée uniquement par la restauration et s'effectuant en *mode traînage*, comme à 600°C. On note enfin que lors d'une mise en charge à la vitesse de  $10^{-7} \text{ s}^{-1}$ , dans une microstructure de dislocations déjà bien enchevêtrée (déformation totale cumulée de 1,6%), le *mode friction* n'apporte qu'une contribution très réduite à cette vitesse de déformation qui est très faible. Dès le début du stade de relaxation, on passe donc rapidement au stade III contrôlé par le *mode traînage* sous des contraintes d'écoulement plus élevées que celles de tous les autres essais. En effet, pour une vitesse d'écoulement de  $2 \cdot 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ , on mesure respectivement des contraintes d'écoulement de 570 MPa sur l'essai mis en charge à  $10^{-7} \text{ s}^{-1}$ , contre 520 MPa seulement pour les deux essais précédant et suivant, l'un mis en charge à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et l'autre à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . On met donc en évidence à cette température une SRS négative, d'environ - 7,4 MPa entre  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-7} \text{ s}^{-1}$ ; elle reste voisine de zéro vers  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  -  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

#### **IV.5. EXAMEN DETAILLE DES CYCLES DE CHARGEMENT ET DE RELAXATION N2 + N3 ( $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) ET N5 ( $10^{-7} \text{ s}^{-1}$ ) A 500°C**

Nous nous proposons d'examiner plus finement qu'il n'a été fait dans les figures IV-12 et IV-13, les signaux expérimentaux provenant des 2 capteurs que possède la machine de relaxation en analysant l'évolution au cours du temps des courbes de vitesse de déformation en fonction de la contrainte.

##### **IV.5.a. Examen des cycles à chargement rapide N2 et N3 ( $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ).**

Pour le cycle N2, les courbes de mise en charge (figure IV-14) et de relaxation (figure IV-15) apparaissent très semblables à celles obtenues à 600°C lors du premier chargement N1 (figures IV-4 et IV-5). Le signal de l'extensomètre est plus ample que celui du capteur de contrainte. Malencontreusement, son enregistrement a été perdu, au cours du chargement, peu après 460 MPa. Cependant, comme toutes les données ont été acquises avec une fréquence élevée (période de 0,1 s), on peut constater que la rapidité et l'amplitude des événements plastiques restent tout à fait comparables dans ces deux cas. L'amplitude des rechargements qui apparaissent en fin de charge et en relaxation après quelques secondes, est également de 2 à 3 MPa, pour un niveau général des contraintes plus élevé d'environ 80 MPa (530 MPa au lieu de 450 MPa à 600°C). Comme c'était le cas à 600°C, au-delà d'un écrouissage critique de 1,8 % (figure IV-7 et 8), on constate la présence d'événements coordonnés de plasticité à grande vitesse provoquant des déchargements élastiques suivis de rechargement de 2 à 5 MPa.

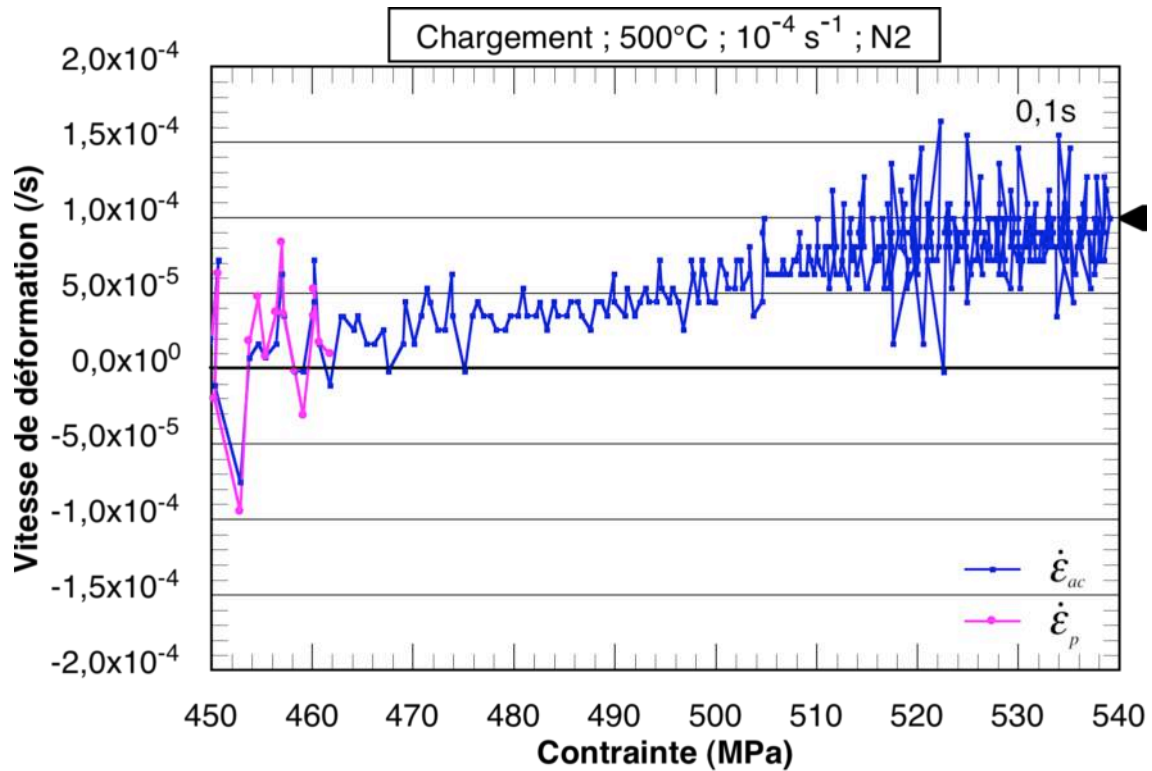


Figure IV-14 : *Activité plastique rapide et erratique*

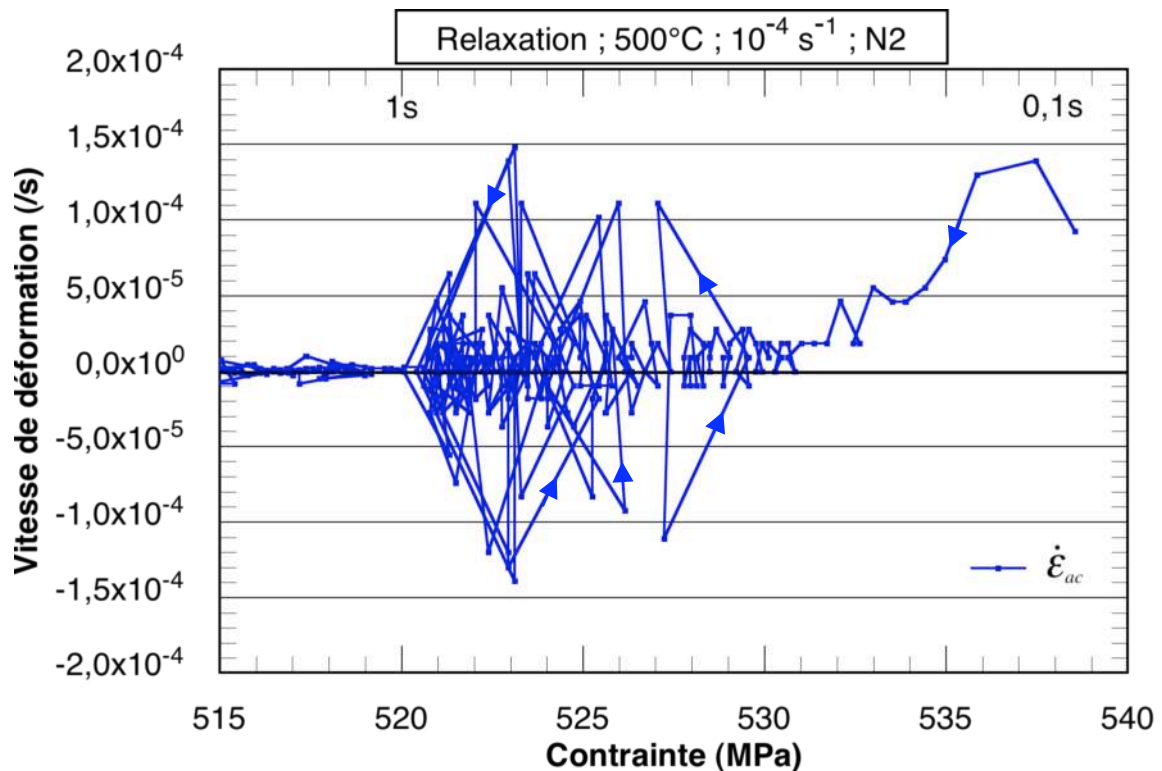


Figure IV-15 : *Brusques déchargements et rechargements coordonnés*

Lors du cycle N3, situé entre 0,8% et 1,3% de déformation plastique, l'amplitude des avalanches de plasticité s'accroît comme le montre la courbe de traction (figure IV-16) qui présente des serrations importantes (5 à 30 MPa) et répétées. Les capteurs de chargement et de déplacement (figure IV-17) révèlent une activité plastique erratique en début d'essai, jusqu'à l'apparition de la première serration. La troisième serration (qui porte des repères numériques sur la figure IV-18) réalise une déformation de  $3 \cdot 10^{-4}$  (1,46% - 1,43%) et fait chuter la contrainte de 558 à 550 MPa ( $\Delta\sigma = 8$  MPa) en quelques dixièmes de seconde. L'éprouvette devient alors le siège d'avalanches plastiques coordonnées : le capteur de déplacement (courbe rose figure IV-17), montre comme précédemment des événements plastiques brusques et rapides (0,2 à 0,3 s) alors que le capteur de charge enregistre un cycle 10 fois plus lent qui commence par des vitesses de déformation plastique largement excessives (d'un facteur 3 à 8) provoquant un déchargement pouvant atteindre 10 à 15 MPa. Ensuite, le cycle se poursuit par un rechargement au cours duquel la vitesse de déformation plastique instantanée passe par des valeurs négatives très importantes ( $-2$  à  $-5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) et le capteur de charge (courbe bleue) indique une vitesse de déformation plastique moyenne également négative de l'ordre de  $-10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Le rechargement ne se fait donc pas de façon purement élastique, le matériau, maintenant soumis à une contrainte macroscopique plus faible voit sa déformation plastique localement (et même globalement) diminuer et même changer de sens au cours de cette seconde phase du cycle qui dure quelques secondes. En effet, d'importantes déformations plastiques locales en compression se produisent dans le corps de l'éprouvette. Leur accumulation conduit à cette vitesse plastique moyenne négative (figure IV-17 : courbe bleue inférieure à l'axe des abscisses) et à ses pics de vitesse négative (courbe rose).

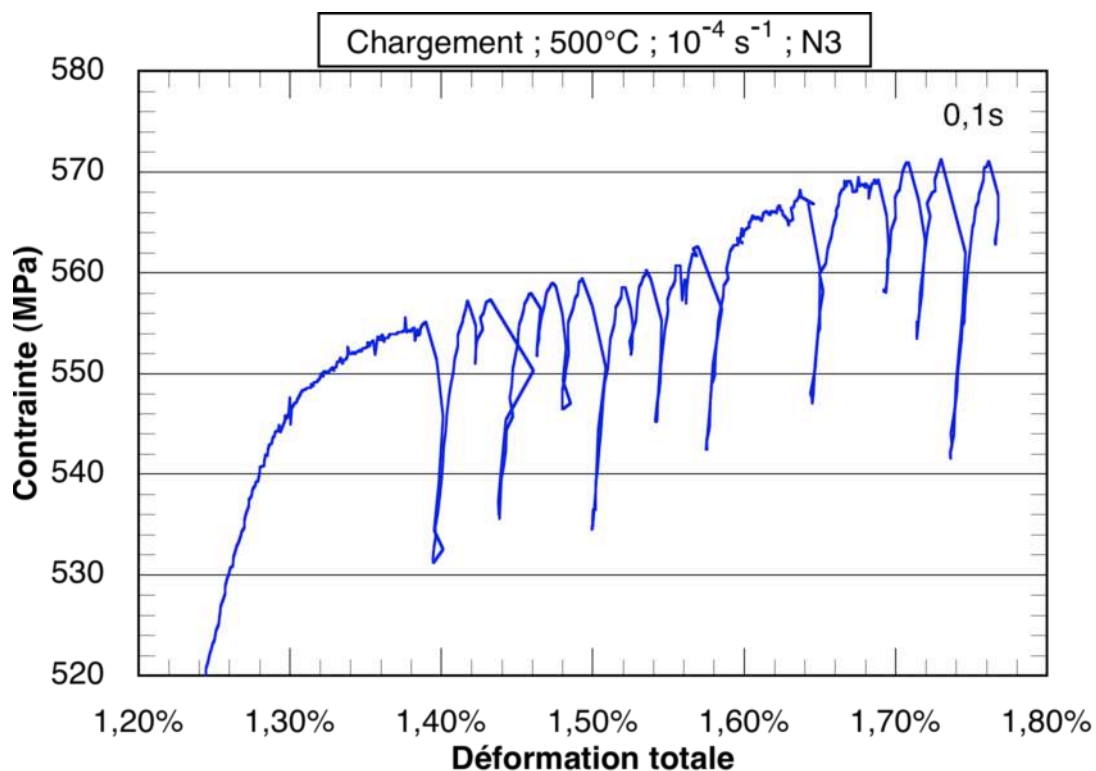


Figure IV-16 : Début des serrations après 1,28% de déformation plastique à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$

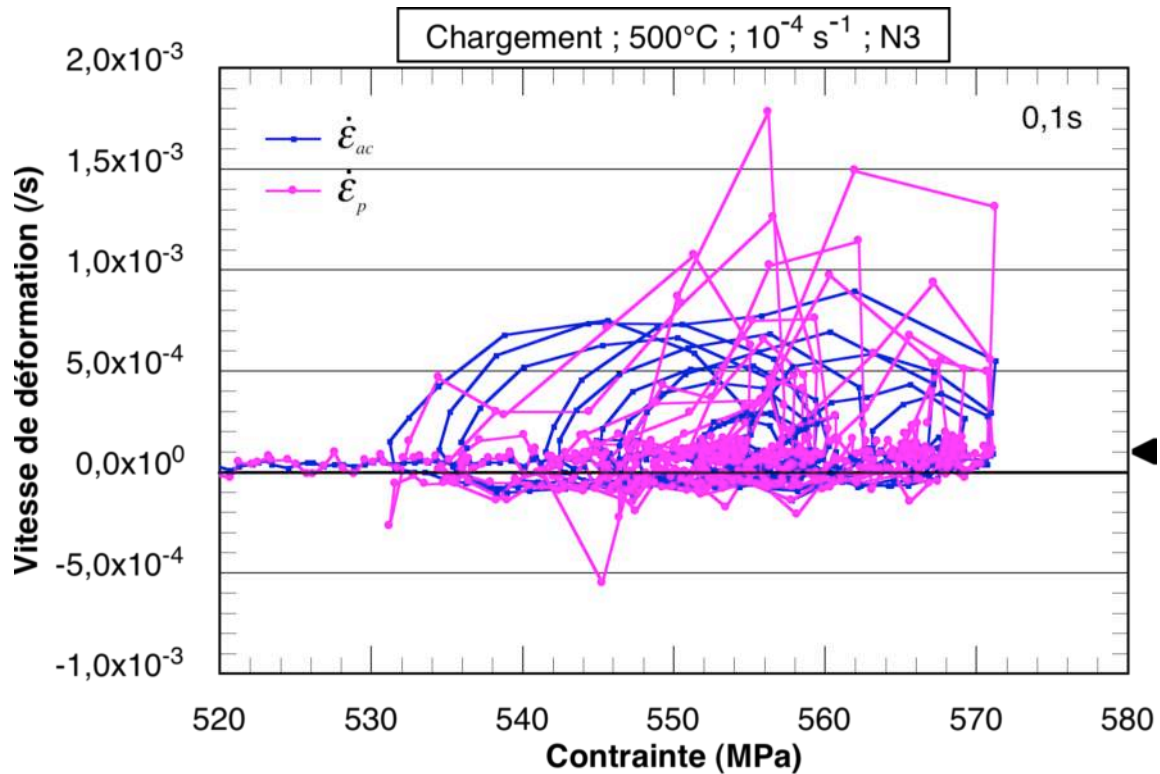


Figure IV-17 : Déconsolidation coordonnée et rechargement plastique à grande vitesse.

A l'aide des graphiques fortement agrandis des figures IV-18 et 19 on peut suivre dans le détail la concordance des événements successifs correspondant à la déconsolidation la plus violente visible sur la figure IV-17 (pic de vitesse instantanée de  $1,8 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ). Entre les points 3 et 4 se produit un événement plastique violent qui provoque un décretement de contrainte concomitant à un excès de déformation que le système d'asservissement tente, avec retard, de compenser par une décharge élastique. On constate en fait (points 5 à 9) que le déchargement prend une pente apparente supérieure au module d'élasticité. De façon semblable, lors du rechargement (point 10 à 21) la pente moyenne de la courbe de rechargement est plus importante que le module d'élasticité ( $E = 98 \text{ MPa}$ ), ce qui confirme bien une activité plastique en compression. En reprenant la représentation utilisée figure IV-17 pour ne garder que les points du cycle de déconsolidation-rechargement repérés 1 à 21 dans la figure IV-18, on obtient une confirmation claire (figure IV-19) de la présence d'évènements de plasticité en « retour », soit rapides et localisés (courbe rose), soit à l'échelle macroscopique (courbe bleue située dans le domaine des  $\dot{\epsilon}_{ac} < 0$  lors du rechargement).

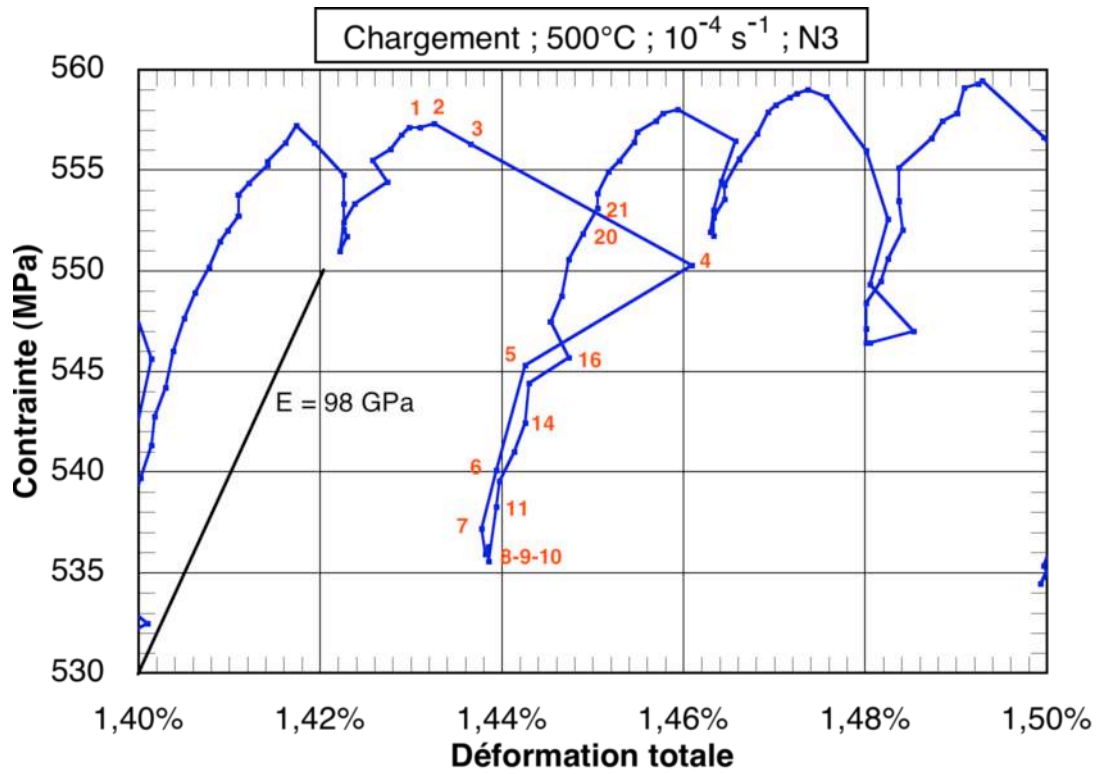


Figure IV-18 : Détail des serrations à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  ; accidents plastiques coordonnés dans le sens de la sollicitation puis dans le sens inverse

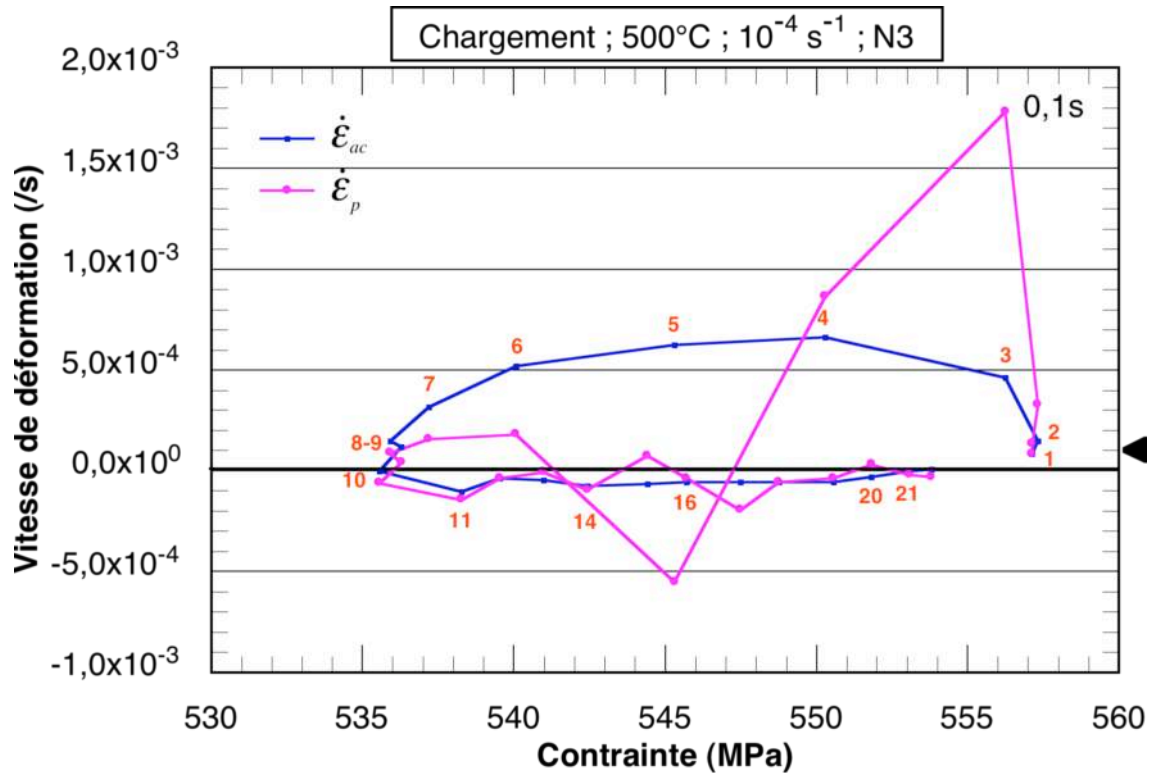


Figure IV-19 : Détail de la figure IV-17 : un cycle de déconsolidation-rechargement.



On est donc conduit à penser que la déformation plastique se produisant, soit au cours du chargement, soit au cours des déconsolidations, est partiellement renversable sous l'effet d'un décrétement de contrainte relativement très faible : 2 à 10 MPa sur 550 MPa. On ne connaît cependant pas l'intensité des gradients locaux de déformation et de contrainte qui peuvent ainsi provoquer une renversabilité aussi marquée de la plasticité. Les techniques actuelles de mesures de champ avec prise de vue à grande vitesse devraient permettre de confirmer et de caractériser quantitativement, spatialement et temporellement ces phénomènes.

Ces enregistrements nous amènent donc à conclure qu'il existe dans ce matériau des contraintes internes très élevées (554 MPa, ici par exemple), appelées aussi « écrouissage cinématique » associées à un écrouissage isotrope très réduit (3 à 8 MPa, ici par exemple) à cette température, ce qui permettrait au point de chargement représentatif de l'essai (schéma de la figure IV-20) de traverser le domaine isotrope lors des déchargements se produisant pendant la relaxation. Des observations analogues ont été faites par Taupin (Taupin, 2007) dans un acier doux présentant un phénomène de bande de Lüders en tension qui disparaissait en compression si l'acier n'avait pas subi de recuit à 120°C/1h ou réapparaissait bien en compression lorsqu'un recuit préalable à 120°C/1h avait été pratiqué.

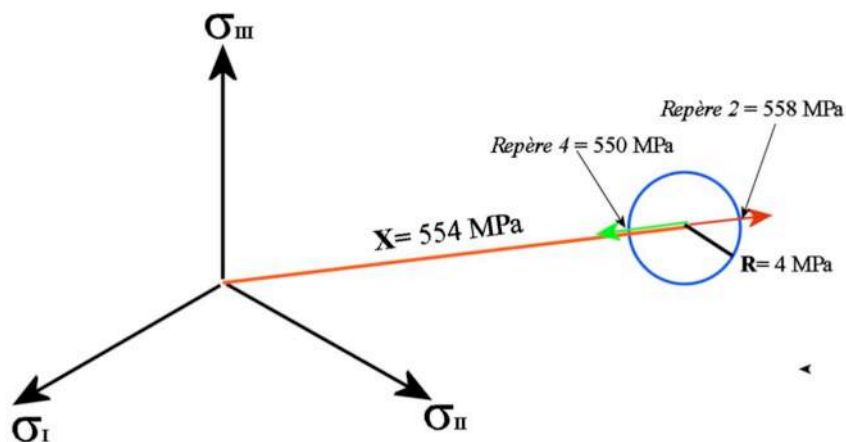


Figure IV-20 : Schéma dans le plan du déviateur des contraintes

L'effet Bauschinger de très grande ampleur décrit par le schéma de la figure IV-20 ne doit pas être interprété à l'échelle macroscopique puisqu'il faut tenir compte du phénomène de localisation intense de la plasticité lors d'un événement comme celui observé entre les points 2 à 5 de la figure IV-18. Si l'on admet que cette plasticité se produit dans un volume ne représentant que 1/100 à 1/1000 de celui de l'éprouvette, la valeur locale de la plasticité se trouve donc multipliée par l'inverse de ce facteur, et s'élève alors à environ 3% à 30%. Une

telle déformation plastique localisée produit nécessairement dans le massif immédiatement environnant des gradients de contrainte d'une telle intensité que la déformation inverse devient possible pour des décharges de très faible amplitude. Par ailleurs, cette renversabilité de la plasticité est favorisée dans les métaux de structure hexagonale par la faible interaction des divers systèmes de glissement, qui se traduit également par des taux d'écrouissage faibles.

De plus, en dépit de la valeur trop importante des temps d'acquisition et de leurs variations programmées, on constate que l'activité plastique devient de plus en plus rapide au cours du temps (figure IV-21), même si sa résultante macroscopique globale décroît. Il est vraisemblable d'attribuer ce phénomène aux effets de restauration qui sont très importants à cette température.

Au cours de la relaxation qui suit cette mise en charge avec serrations, des événements plastiques rapides et de grande ampleur continuent à se produire (figure IV-21 et 22) mais sans toutefois conserver au cours des 50 premières secondes le caractère de cohérence qu'ils avaient lors de la mise en charge. Des rechargements plastiques subsistent (2 à 3 MPa en 2 à 3s, avec une vitesse de déformation  $< 0$ ) coordonnés entre eux, ainsi que l'indique le capteur de charge qui présente également des errances de même fréquence (courbe bleue fig. IV-22).

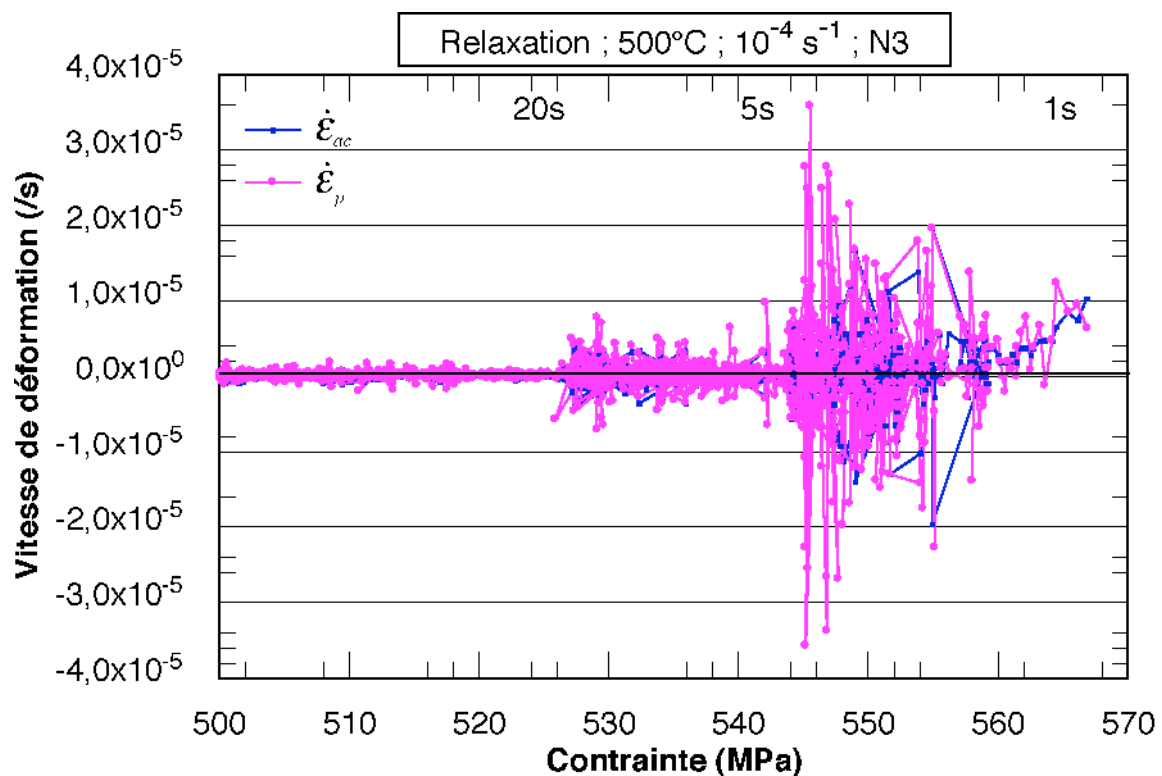


Figure IV-21 : Relaxation constituée d'évènements plastiques « renversables ».



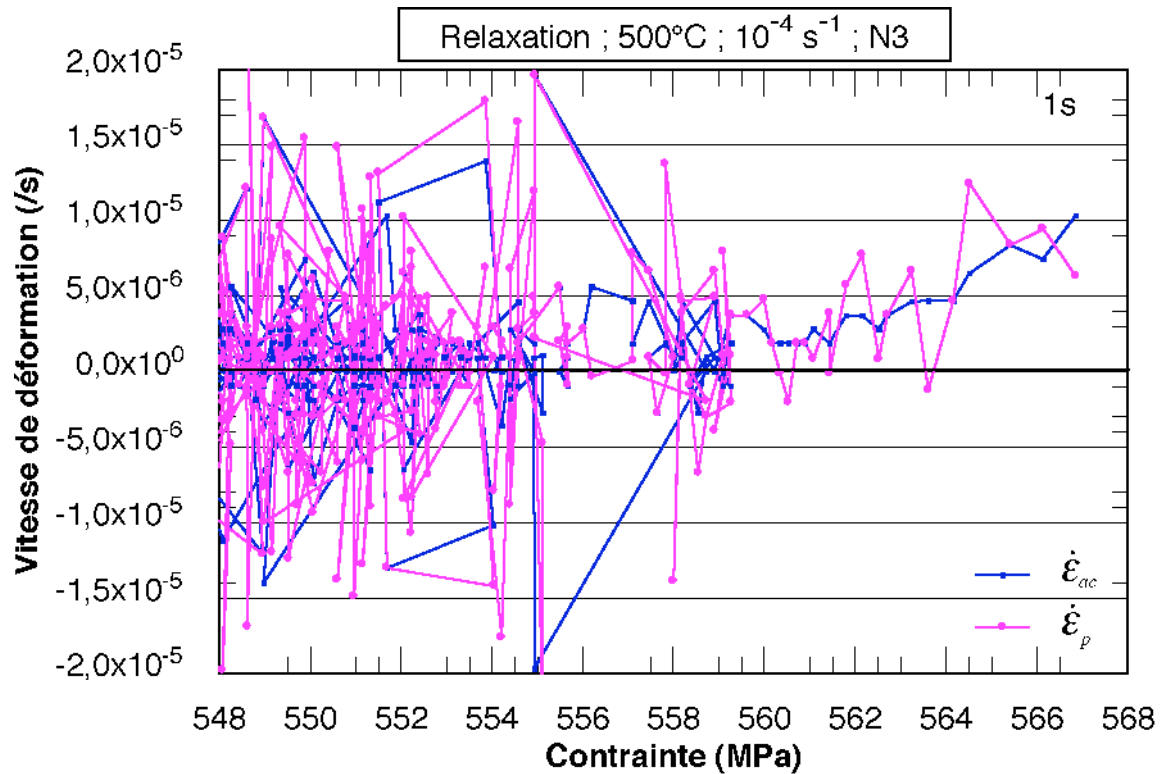


Figure IV-22 : Rechargements plastiques erratiques et rapides de 2 à 3 MPa.

#### IV.5.b. Examen du cycle à chargement lent N5 ( $10^{-7} \text{ s}^{-1}$ ).

Bien qu'effectué au-delà de la déformation critique pour l'apparition des hachures à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , cet essai ne présente pas de serrations mais un bruit plastique apparemment incohérent et probablement de fréquence assez élevée (période inférieure ou égale à 0,5 s). Malheureusement, cette mise en charge étant très longue (65000 s pour 0,65% de déformation totale et 0,2% déformation plastique), l'acquisition, pendant la période de chargement, a été effectuée avec une période de 5 s (figure IV-23) et pendant la phase de relaxation avec une période de 1s (figure IV-24). Malgré ces basses fréquences d'acquisition, on peut noter, sur la courbe acquise à 1s, que le bruit plastique est 200 fois plus important que la vitesse de déformation choisie. En fait, cet essai possède, vraisemblablement, des caractéristiques très voisines de celles de l'essai de mise en charge lent effectué à 600°C. L'examen de la figure IV- 25 présentant les 300 dernières secondes du chargement confirme cette similitude.

Remarque : afin d'alléger les courbes, les figures IV-23 et IV-24 ne représentent respectivement que la fin de la mise en charge (7500 dernières secondes) et le début de la relaxation (1000 premières secondes).

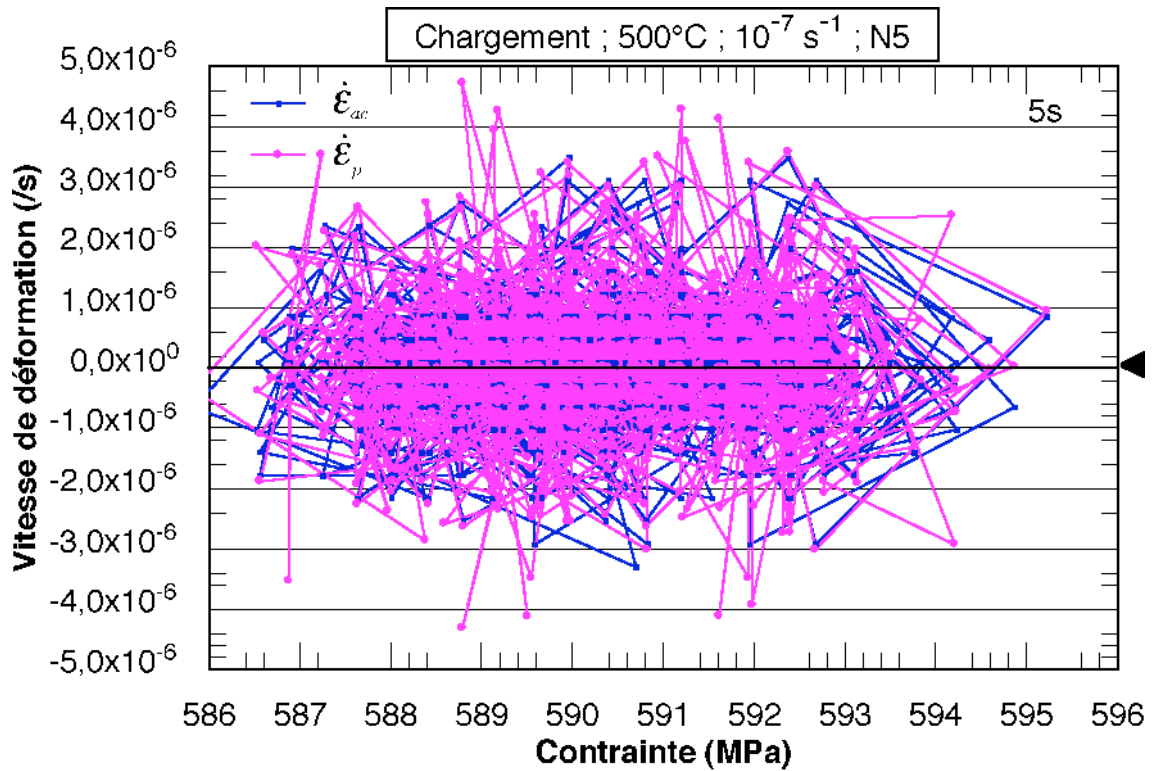


Figure IV-23 : Fin de mise en charge à 500°C et 10<sup>-7</sup> s<sup>-1</sup>.

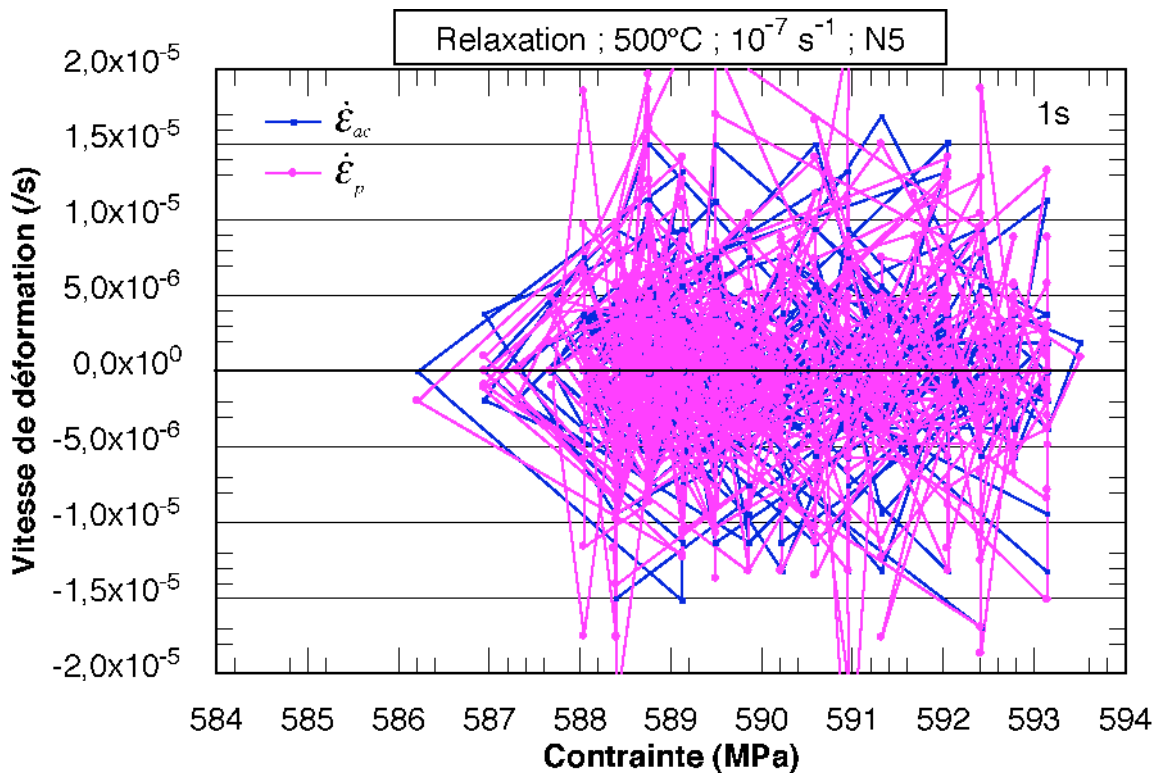


Figure IV-24 : Début de relaxation après charge à 10<sup>-7</sup> s<sup>-1</sup> à 500°C. Vue générale des 1000 premiers points acquis.

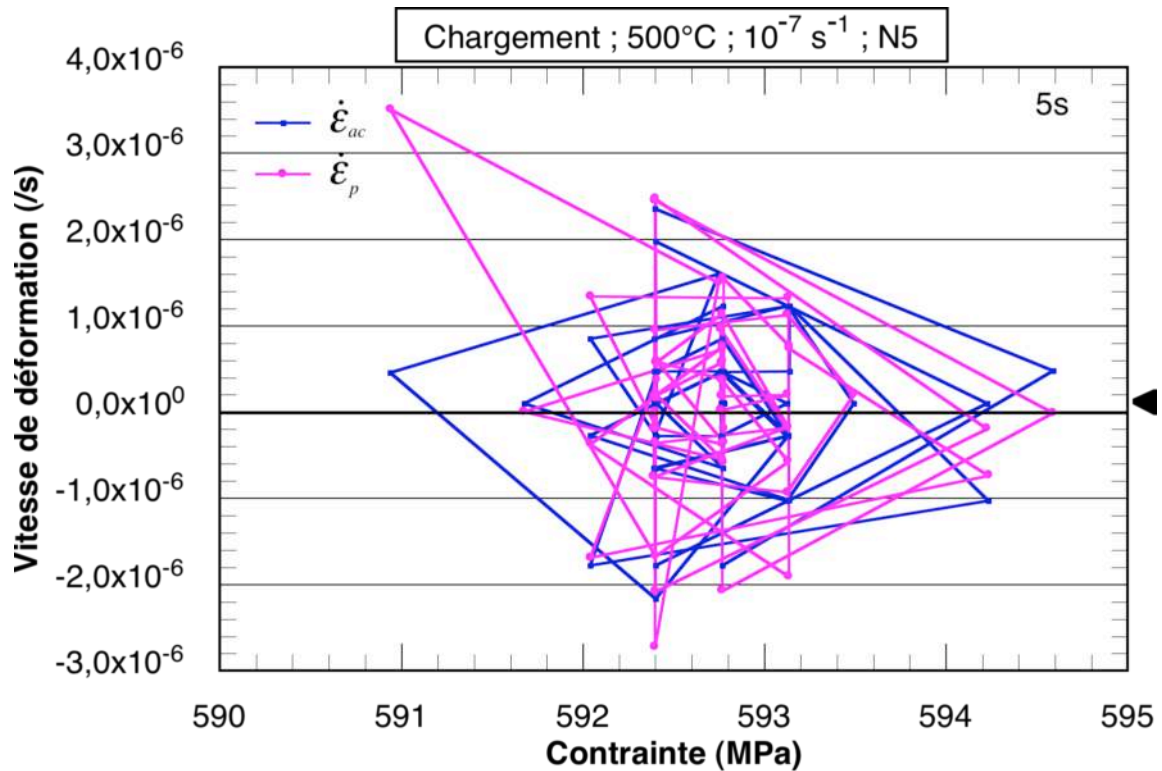


Figure IV-25 : Évènements plastiques coordonnés rapides lors de la fin de chargement à  $10^{-7} \text{ s}^{-1}$ .

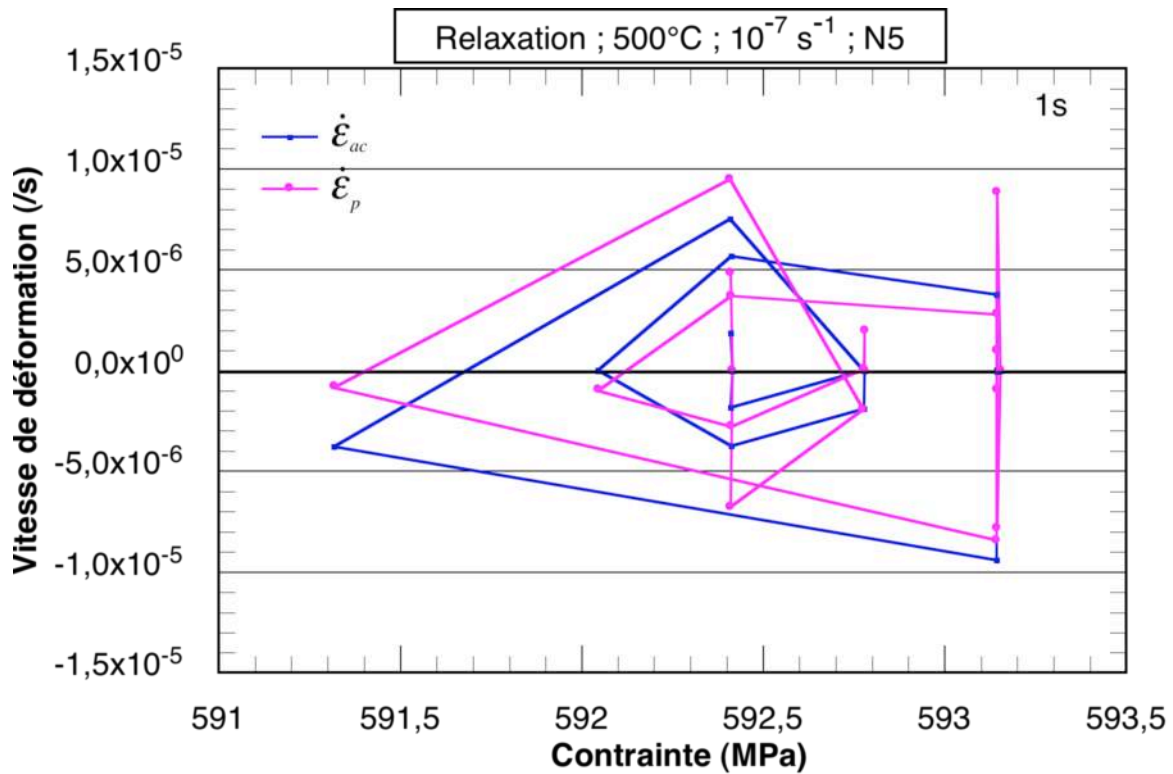


Figure IV-26 : Premières secondes de relaxation : évènements plastiques coordonnés, cycles d'environ 5s avec  $\dot{\epsilon} < 0$  donc rechargement.

Cependant, si l'on isole les événements se produisant au cours de quelques dizaines de secondes prises au début de la phase de relaxation (figure IV-26), on constate une coordination des événements successifs conduisant, comme aux plus fortes vitesses de chargement, à des cycles de déconsolidation - rechargement plastique par déformation inverse, attestant de la proximité des conditions de chargement choisies du domaine où la SRS est  $< 0$ . Ces résultats seront consignés dans le diagramme  $\dot{\epsilon}$  versus  $1/T$  de la figure VI-12.

#### IV.6. ESSAIS DE RELAXATION A 400°C, 500°C PUIS 450°C

L'essai de relaxation avec rechargements successifs effectué à 400°C (figure IV-27), a en fait été poursuivi par des rechargements additionnels exploratoires à 500°C dans un premier temps, puis à 450°C, effectués sur la même éprouvette.

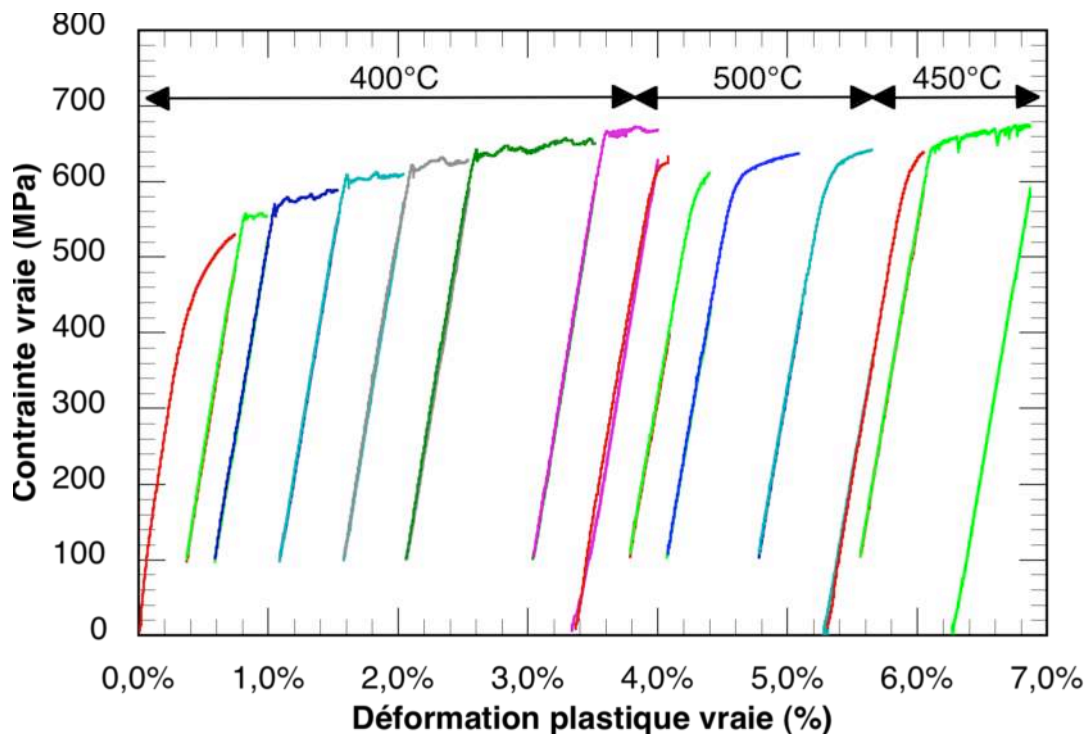


Figure IV-27 : Essai de relaxation à 400°C, 500°C et 450°C. Microstructure AA, prélèvement tangential. Courbes de rechargement  $\sigma=f(\epsilon)$ .

À 500°C, les courbes de relaxation (figure IV-28) confirment et prolongent vers les plus grandes déformations les résultats précédents (figure IV-13) : en effet, la déformation plastique cumulée se situant entre 4% et 5 %, l'amplitude du stade II n'est plus que de 300 (en terme rapport de vitesse), et cette transition vers le stade III s'étale sur une cinquantaine de MPa.

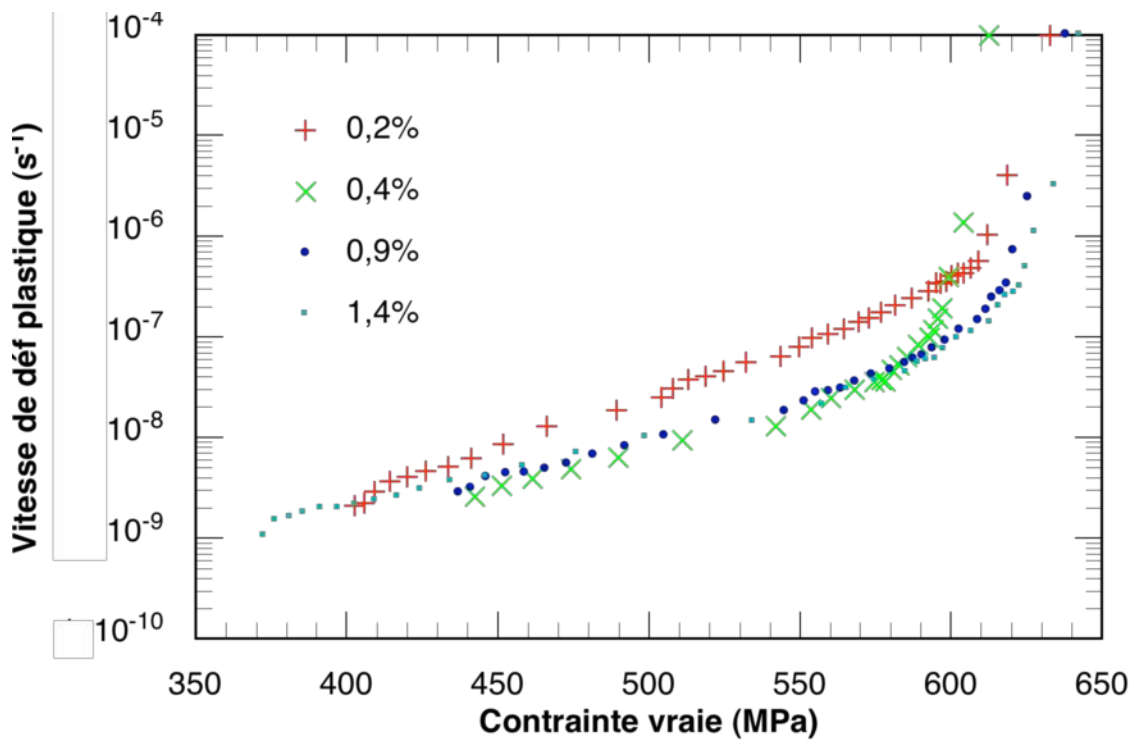


Figure IV-28 : Relaxation avec rechargements multiples à 500°C (même éprouvette que l'essai à 400°C après  $\Sigma\varepsilon_{ch} = 3,4$  %). Microstructure AA, prélèvement tangentiel. Vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte.

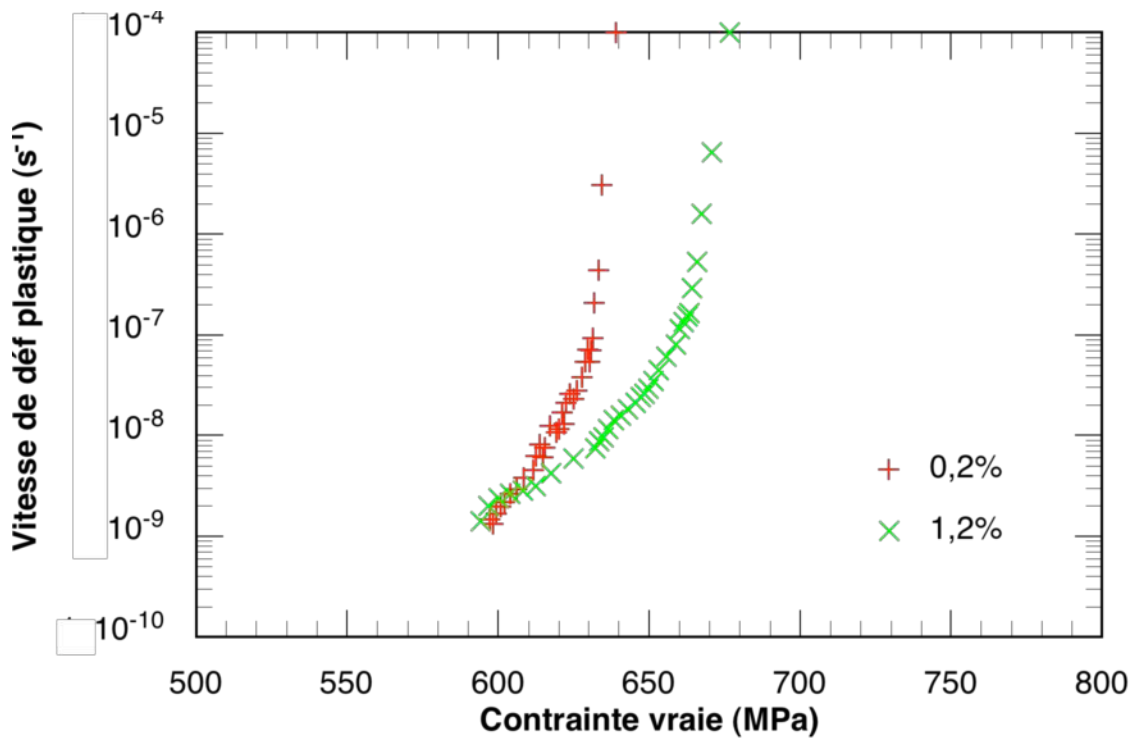


Figure IV-29 : Relaxation avec rechargements multiples à 450°C (même éprouvette que l'essai à 400 et 500°C après  $\Sigma\varepsilon_{ch} = 4,8$  %). Microstructure AA, prélèvement tangentiel. Vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte.

À 450°C, deux mises en charge seulement ont été effectuées à la vitesse de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , pour des déformations plastiques de mise en charge de 0,2% et 1%. Lors de la seconde mise en charge, la courbe de traction se place dans le prolongement de la courbe de mise en charge précédente, l'arrondi qui apparaissait à 500°C a disparu et aucun crochet de traction n'est encore observé, alors qu'il est visible sur les rechargements à 400°C. Des instabilités de contrainte d'écoulement apparaissent immédiatement, mais leur amplitude est moindre qu'à 500°C.

Quant aux courbes de relaxation (figure IV-29), elles présentent entre stade II et stade III, une plage de transition assez étalée qui se traduit par un arrondi prononcé des courbes : cet effet doit être attribué à la valeur importante de la déformation plastique cumulée (4,8 %) et non à la température. Le stade III semble s'établir vers 600 MPa pour une vitesse de  $10^{-9} \text{ s}^{-1}$  alors qu'à 500°C, la vitesse était 100 fois supérieure ( $10^{-7} \text{ s}^{-1}$ ). La vitesse d'écoulement plastique en *mode traînage* à cette température devient tellement faible qu'elle est difficilement mesurable expérimentalement, le bruit devenant supérieur au signal lorsque la vitesse approche  $10^{-10} \text{ s}^{-1}$ .

Les essais de relaxation à 400°C dont les mises en charge figurent au début de la figure IV-27 seront présentés et analysés dans le chapitre suivant.

## IV.7. CONCLUSIONS

À 600°C, les courbes de relaxation se confondent toutes en une seule courbe maîtresse correspondant au *mode traînage*, et le *mode friction* ne semble apporter de contribution à la plasticité qu'au cours de la mise en charge et des tous premiers stades de la relaxation. La SRS est positive.

Les microstructures de dislocations observées par MET après relaxation à 600°C jusqu'à une contrainte appliquée de 90 MPa, révèlent bien la présence de structures de blocage telles que de nombreuses dislocations en position coin, mais également en nombre au moins égal, la présence de configurations mobiles telles que des sources de Frank-Read produisant de nombreux arcs de dislocations ancrés par des obstacles extrinsèques.

À cette température, la restauration dynamique est importante et rapide ainsi qu'en témoignent les courbes de relaxation, sur lesquelles la contrainte baisse de 400 MPa en 20 h, ainsi que les faibles densités de dislocations rencontrées dans les examens post mortem après 4% de déformation plastique.

Par ailleurs, l'examen détaillé des courbes de chargement, aussi bien que des courbes de relaxation, révèle la présence d'accidents plastiques brefs et violents (« strain bursts ») en grand nombre qui s'affaiblissent en amplitude, tout en conservant leur fréquence, mais ne disparaissent pas lorsqu'on abaisse la vitesse par un facteur 1000.

À 500°C, les courbes de relaxation commencent à se distinguer au cours des cycles de rechargements successifs, mais conservent une large partie commune à basse vitesse, caractéristique du comportement haute température où le *mode traînage* semble l'emporter. Les mises en charges successives se décalent vers les plus fortes contraintes, signe d'un taux d'écroutissage croissant. Par contre, la SRS s'abaisse pour approcher de 0.

Les examens détaillés des courbes de chargement incitent à conclure que les importants et soudains accès de plasticité (« strain bursts ») provoquant des déchargements de plusieurs dizaines de MPa résultent d'une coordination spatio-temporelle des événements élémentaires. Sont ainsi impliquées, dans ces bouffées de plasticité, des mésostructures s'étendant vraisemblablement à plusieurs grains ou portions de grains qui se plastifient de manière coordonnée, par suite de phénomènes d'avalanches. Ces bandes, où il se produit une déformation plastique très localisée et très intense, induisent dans leur voisinage des contraintes élastiques résultant des incompatibilités locales de déformation. D'intenses gradients locaux de contrainte sont ainsi engendrés à l'intérieur du matériau. Ces derniers s'avèrent capables de provoquer une renversabilité partielle de la déformation plastique, également facilitée par le déchargement, pourtant faible, du système de mise en charge.

Les accidents plastiques ne disparaissent pas aux plus basses vitesses, cependant leur amplitude décroît. Par contre, leur organisation augmente lorsque la température passe de 600°C à 500°C et/ou lorsque la vitesse de sollicitation augmente.

On constate donc que ce matériau, à cette température, présente un effet Bauschinger considérable puisque le déchargement de quelques MPa peut provoquer un retour en arrière de la plasticité. Les mésostructures constituées au cours des événements de plasticité se produisant lors de serrations PLC provoqueraient donc un écroutissage cinématique majoritaire associé un écroutissage isotrope très réduit.



## Chapitre V : PIC DU DOMAINE DE L'ANOMALIE DE COMPORTEMENT : 400°C.

### DOMAINE DU VIEILLISSEMENT DYNAMIQUE

#### V.1. COURBES DE TRACTION

À 400°C, la contrainte d'écoulement est montée vers 550 à 650 MPa (figure V-1) et le taux d'écroutissage a sensiblement augmenté aussi (voir paragraphe suivant). On note que les instabilités d'écoulement plastique sont présentes dès 0,4% de déformation, la contrainte d'écoulement instantanée ayant tendance soit à s'élever, soit à tomber en dessous d'une valeur moyenne, alors qu'à 500°C, seules des chutes de la contrainte d'écoulement étaient observées au-dessous d'une valeur de crête assez bien définie (figure IV-12).

Par ailleurs, lors du rechargement, la contrainte monte immédiatement vers la valeur moyenne qui prolonge la courbe antérieure et tend même à la dépasser pour former un léger crochet de traction. À 500°C, au contraire, la contrainte d'écoulement n'était atteinte, lors d'un rechargement, que progressivement et les instabilités n'apparaissent qu'après une certaine déformation plastique.

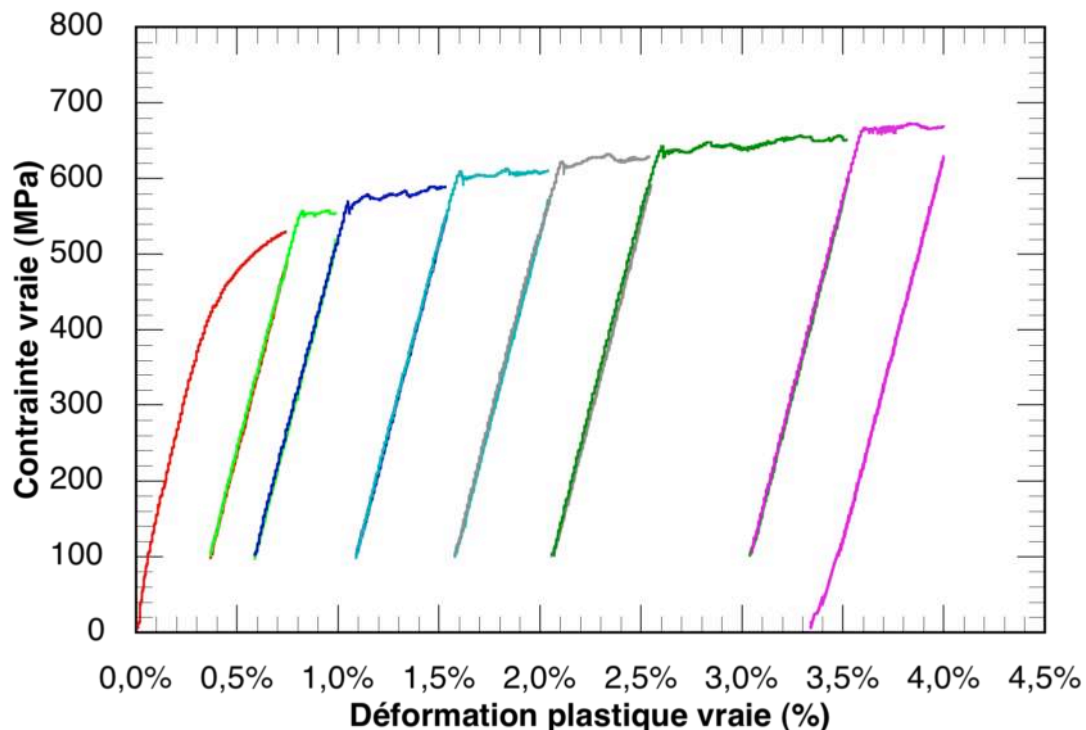


Figure V-1 : Essai de relaxation à 400°C. Microstructure AA, prélèvement tangentiel. Courbes de rechargement  $\sigma=f(\epsilon)$ .



Le changement de divers caractères de ces courbes indique un effet moindre de la restauration des microstructures pendant l'étape de relaxation, combiné à une efficacité plus marquée du durcissement par migration des atomes de soluté vers la plupart des dislocations (*time hardening*).

## V.2. TAUX D'ECROUISSAGE

Les courbes de traction des alliages industriels à hautes performances sont généralement caractérisées par une haute limite d'élasticité et un écart plastique relativement réduit (différence de contrainte entre la limite d'élasticité et la charge à rupture). Ces alliages de titane, fortement biphasés, n'échappent pas à cette règle, et la phase la plus résistante est vraisemblablement la matrice  $\beta$  transformée. On a reporté sur la figure V-2 la chute du taux d'écrouissage mesuré le long de la courbe de traction depuis la limite d'élasticité tangente jusqu'à 3 à 5% de déformation plastique. Le taux d'écrouissage  $\Delta\sigma/\Delta\epsilon$  a été normalisé par le module d'élasticité  $E(T)$ , qui lui-même décroît avec la température. On constate qu'au delà de 1,5% de déformation plastique, les courbes se décalent vers les plus forts taux d'écrouissage lorsque la température s'abaisse de 600 à 400°C. Bien que cette tendance ne soit pas surprenante en soi, son amplitude dans un créneau de température aussi étroit (200°C) est cependant anormale. On constate également que la décroissance du taux d'écrouissage est très rapide, s'effectuant en 1,5% de déformation plastique tout au plus, pour rester ensuite constante ou quasi constante jusque 3 à 5% de déformation.

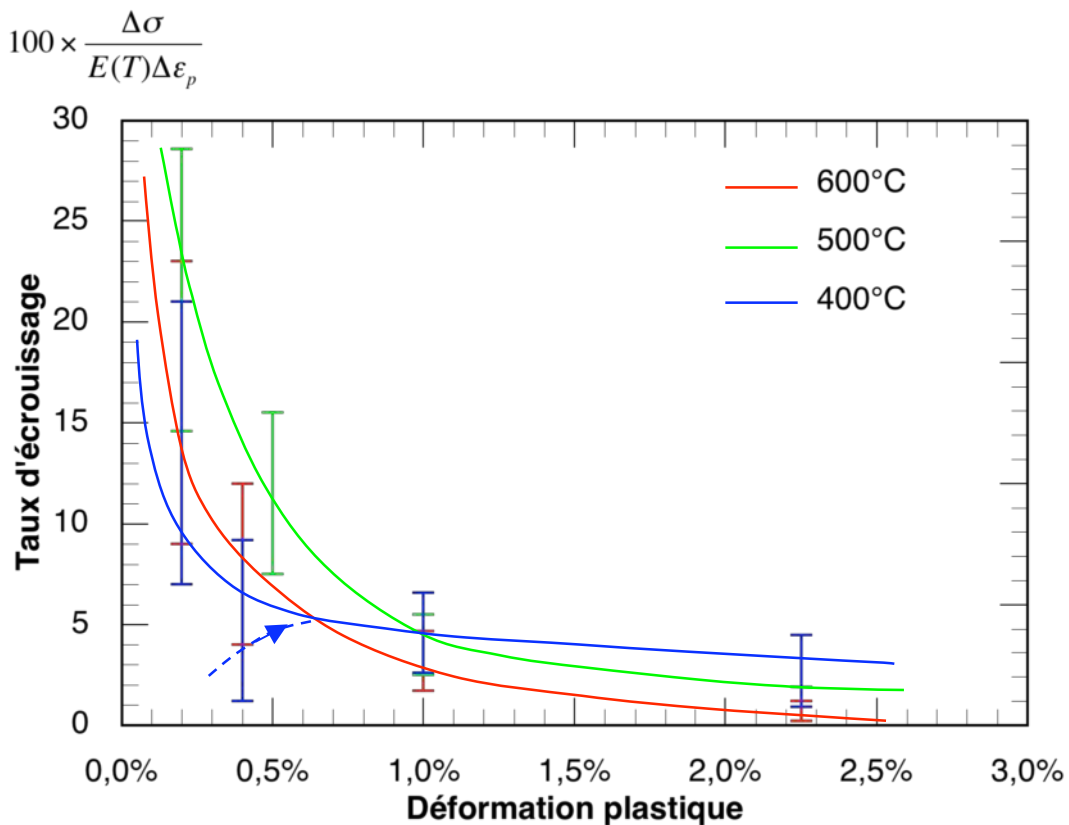


Figure V-2 : Taux d'écrouissage normalisé en fonction de  $\epsilon_p$  pour 3 températures

Discussion : pour les faibles déformations (< à 1,5%) les taux d'écroûissage relevés correspondent à une courbe moyenne passant par les différentes courbes de mise en charge qui peuvent par exemple se succéder en formant des marches d'escalier. C'est le cas en particulier à 400°C, où la mesure de valeurs locales du taux d'écroûissage conduirait à reporter vers 0,5% de déformation, soit des taux semblables à ceux mesurés à 3%, soit même des valeurs très faibles, voire négatives du fait de la présence de crochets de traction qui donnent aux courbes  $\sigma = f(\varepsilon)$  une forme anguleuse ou même descendante au passage de la limite d'élasticité. C'est le sens de la ligne en pointillé s'inclinant pour les faibles déformations au-dessous de la valeur de 3 obtenue à 400°C (entre 1,5 et 3%), qui vient ainsi traverser les courbes des plus hautes températures.

### V.3. RELAXATION A 400°C

#### V.3.a. Aspects généraux des courbes de relaxation

À cette température, les courbes de relaxation (figure V-3) sont largement représentatives de deux événements principaux:

a - transition très rapide du *mode friction* en *mode traînage*, débutant instantanément après la fin de mise en charge. Il n'existe pas de poursuite de la plasticité en *mode friction* et par conséquent ce mode n'apporte qu'une contribution très réduite à la relaxation du matériau. Par contre, ce changement de mobilité des dislocations se traduit par une décélération d'environ 5 décades sur la vitesse de déformation qui se produit en quelques dizaines de minutes. En fait, la vitesse de  $10^{-8} \text{ s}^{-1}$  est atteinte en 1000s à 3000s, pour une relaxation effective comprise entre 5 et 10 MPa.

b - un taux d'écroûissage significatif conduit à un décalage des courbes de relaxation vers des niveaux de contrainte qui croissent avec la déformation plastique cumulée. Ce n'était pas le cas à 600°C où toutes les courbes de relaxation étaient confondues. Le mode traînage impose à cette température des vitesses de déformation très faibles ( $10^{-9} \text{ s}^{-1}$ ), donc voisines du bruit et qui ne contribuent que faiblement à la relaxation du matériau.

L'amplitude de relaxation totale à 400° C devient donc très faible au cours du cycle que nous avons choisi (et qui reste identique à toutes températures) : environ 30 MPa contre 300 MPa à 500°C et 600°C.

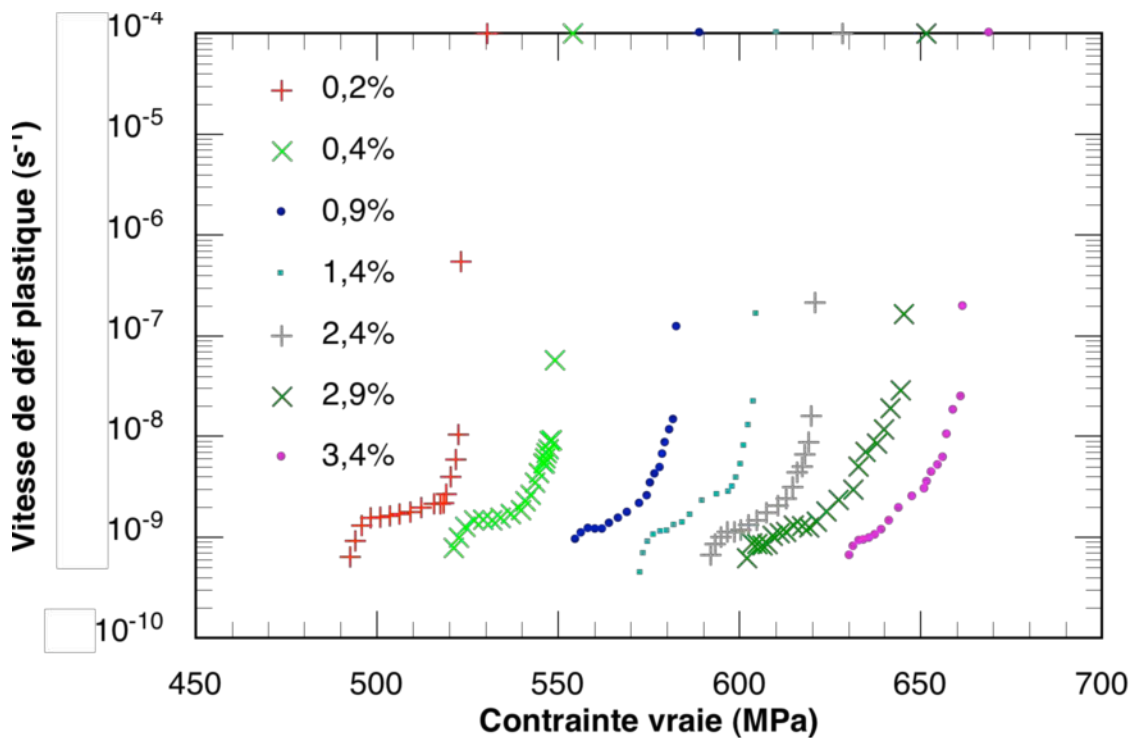


Figure V-3 : Relaxation avec rechargements multiples à 400°C. Microstructure AA, prélèvement tangentiel. Vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte.

L'interprétation métallurgique de ces observations serait la suivante : la formation des atmosphères d'atomes interstitiels autour des dislocations, à cette température et pour les taux de déformation considérés est suffisamment rapide pour inhiber en peu de temps tout mouvement de dislocation et donc toute restauration en *mode friction*. Cette dernière est donc ici totalement inhibée et ne réapparaîtra qu'aux plus basses températures, lorsque la diffusion des solutés vers les dislocations mobiles sera trop lente pour interagir avec leurs mouvements. Cependant une restauration quelque peu difficile, parce qu'entravée par le traînage de ces atmosphères, apporte une certaine relaxation en *mode traînage*. C'est elle qui contrôle la vitesse de relaxation. De leur côté, les « accidents plastiques » apportent une contribution à la déformation plastique, mais sans en contrôler l'allure puisqu'ils sont très rapides et que les 2 processus opèrent en cascade ou en série : la restauration, en relaxant certaines contraintes locales, rend possible ces soudains accès de plasticité.

### V.3.b. Examen détaillé des courbes de chargement et de relaxation

Examinons par exemple le 4e cycle de mise en charge (N4) de 0,2% à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  : la courbe de traction  $\sigma/\epsilon$  présente tout d'abord un crochet de traction assez marqué puisqu'il est associé à une décharge rapide de près de 20 MPa (figure V-4). Par contre, il est suivi d'oscillations quasi régulières, beaucoup moins brutales qu'à 500°C et que l'on peut associer au type B, de bandes sautantes (*hopping bands*). Cependant, on aperçoit au centre du palier montant (vers 1,83%) l'apparition d'un pic de contrainte intermédiaire annonçant les bandes de type A à longue période, bandes lentes et propageantes caractéristiques des plus basses températures.

De même, les courbes  $\dot{\epsilon} = f(\sigma)$  (figure V-5) présentent des volutes semblables à celles observées à 500°C, mais de quelques MPa seulement. Ces volutes dans l'espace vitesse de déformation/contrainte impliquent nécessairement, pour un matériau présentant des phénomènes de localisation de la plasticité, une vitesse de déformation vers l'avant tout à fait excessive pour la partie supérieure de la volute ( $\dot{\epsilon}_{ac} > \dot{\epsilon}_{ch}$ ), et inversement, une plasticité en retour à très grande vitesse dans la zone de localisation pour la partie inférieure de la volute ( $\dot{\epsilon}_{ac} < \dot{\epsilon}_{ch}$ ). La justification de cette interprétation est développée dans l'annexe 3. Les courbes des figures V-6 et V-7 permettent de constater que ces cycles chargement-déchargement se poursuivent au cours de la période de relaxation avec une amplitude, bien sûr plus faible qu'en traction et qui pourraient, cette fois, décroître au cours du temps.

Remarque : ces données expérimentales ont été collectées avec une période d'acquisition de 0,25s, car nous ne recherchions pas systématiquement les caractéristiques à haute fréquence de ces signaux à l'époque (1998) où ont été programmées ces expériences. Les signaux généralement rapides provenant de l'extensomètre et résultant des bruits matériau provoqués par des bouffées plastiques soudaines ont été intégrés sur une période trop longue pour qu'il soit possible d'apprécier leur amplitude instantanée ; ils suivent donc assez fidèlement les signaux en provenance du capteur de contrainte. En réalité, ils sont vraisemblablement plus brefs et de plus grande amplitude et révéleraient de fréquents passages à vitesse de déformation négative.

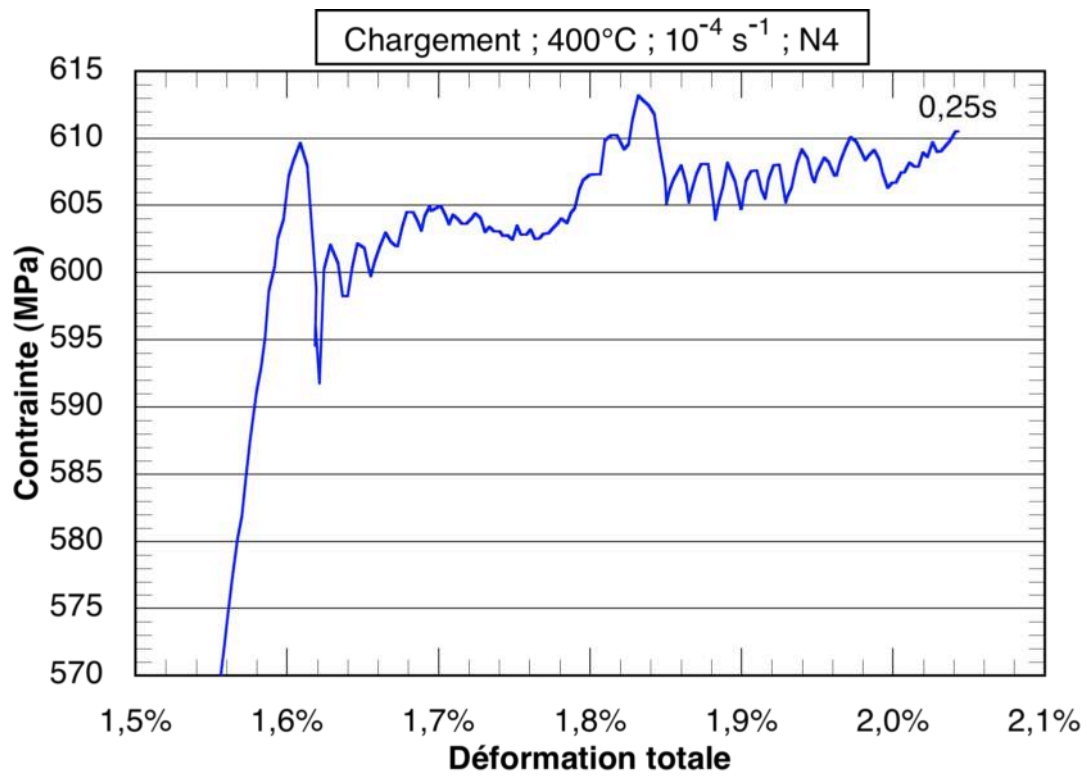


Figure V-4 : Courbe de traction à 400°C et  $10^{-4} s^{-1}$ .

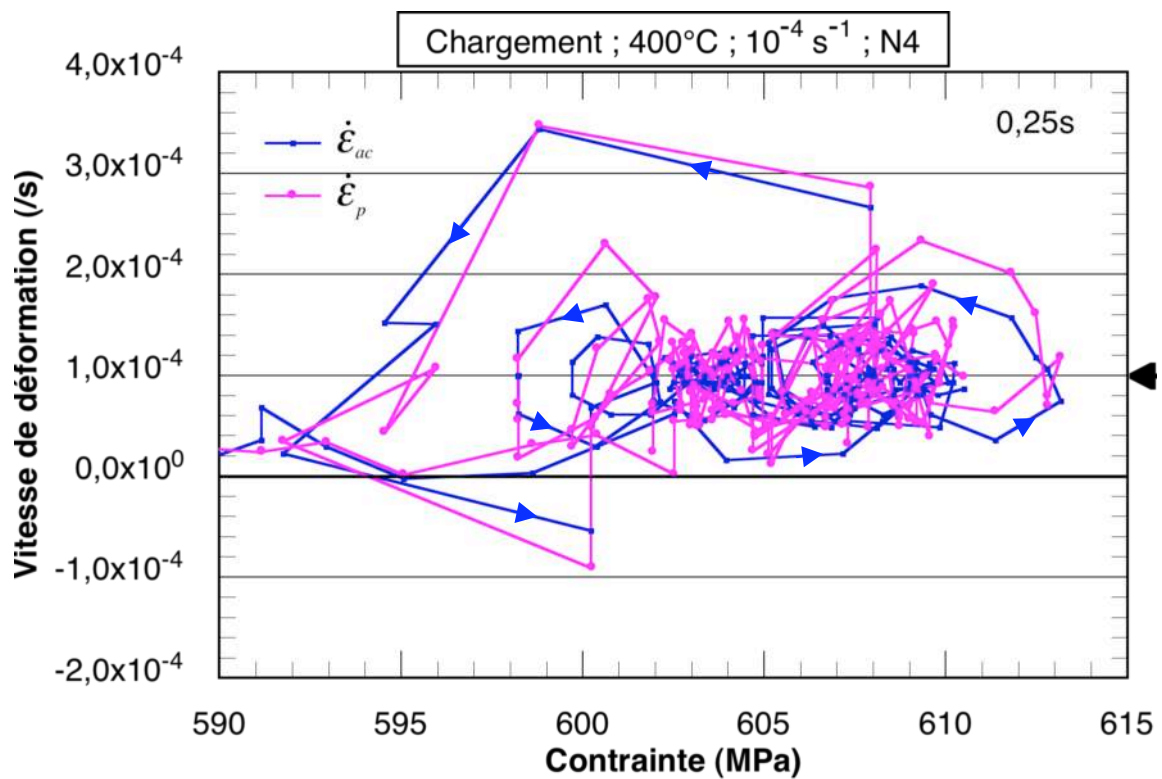


Figure V-5 : Vitesses de déformation à 400°C lors de la mise en charge.

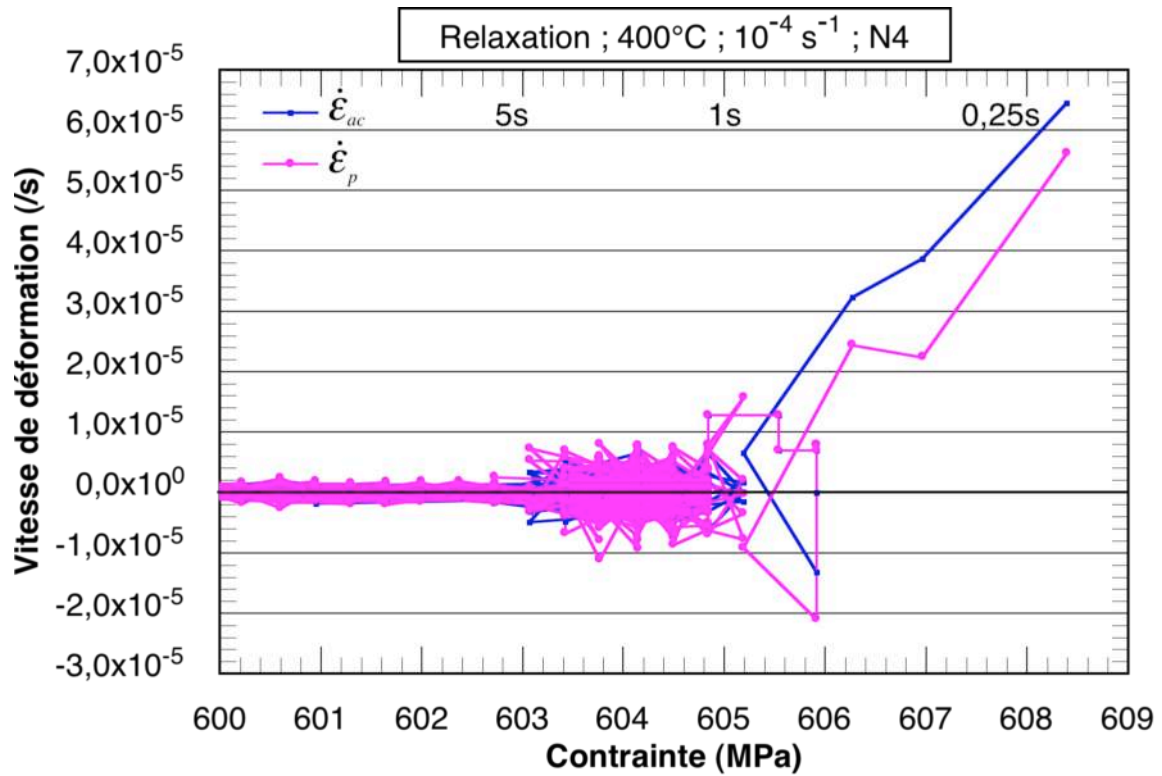


Figure V-6 : Courbe de relaxation à 400°C.

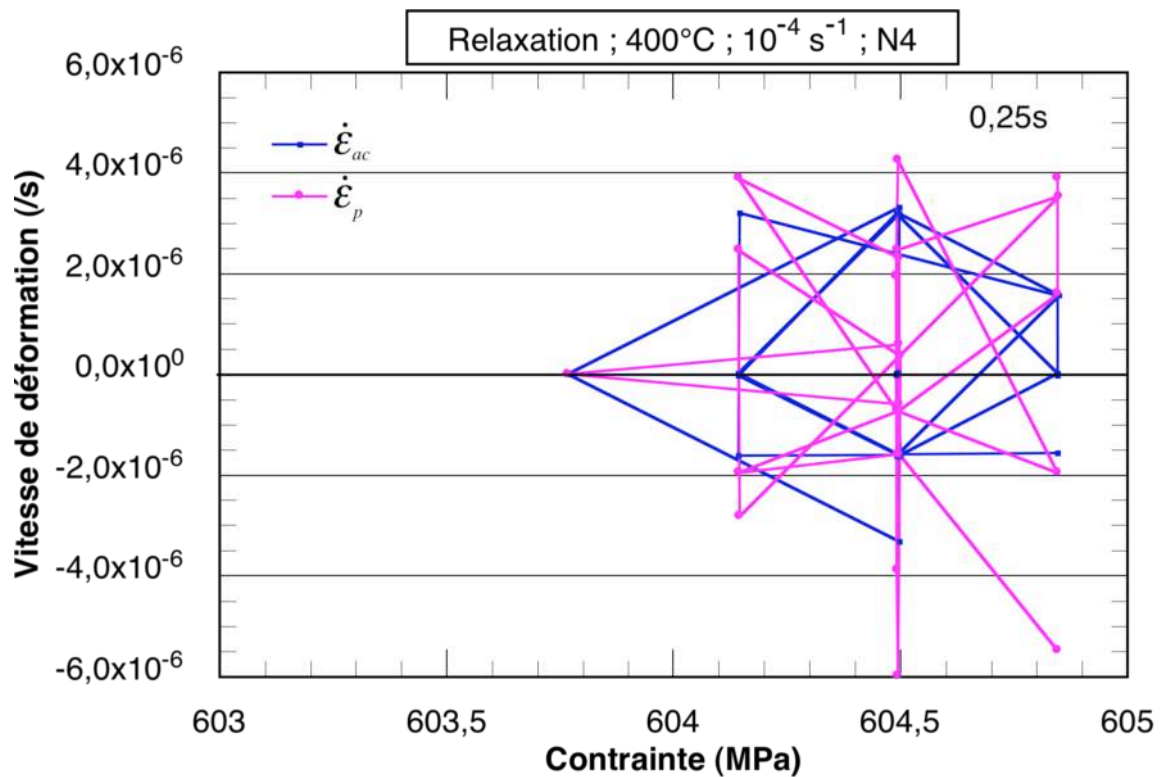


Figure V-7 : Cycles charge-décharge en relaxation à 400°C

#### V.4. ESSAI DE RELAXATION PARTICULIER

À 400°C le phénomène de traînage dynamique et de blocage paraissant assez marqués et pouvant encore se produire dans des temps beaucoup plus courts qu'aux températures plus basses, un essai de relaxation particulier a été programmé afin de :

1 – mettre en évidence la forte sensibilité du comportement macroscopique à la vitesse de chargement.

2 – éviter de solliciter l'éprouvette en compression, du fait du niveau élevé des contraintes internes, en ne procédant pas au déchargement jusqu'à 50 MPa avant d'appliquer une nouvelle déformation de mise en charge.

3 - tenter d'établir dans l'éprouvette des microstructures caractéristiques du *mode traînage* de façon à pouvoir les observer en MET.

Le synoptique de l'essai est présenté sur la figure V-8 ; il est constitué de quatre mises en charges successives suivies chacune d'une période de relaxation de 30 min. L'une de ces mises en charge, la troisième, située au milieu de l'essai est cent fois plus lente que les autres. Les deux premières ont une amplitude de 0,2 %, les deux dernières une amplitude de 0,5 %.

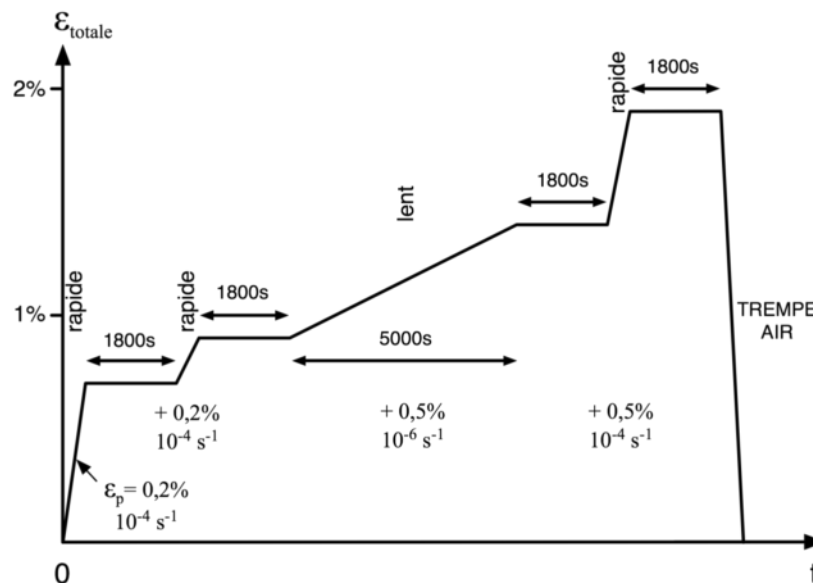


Figure V-8 : Synoptique de l'essai de relaxation particulier réalisé à 400°C

À la fin de l'essai, l'éprouvette a été trempée à l'air et sous contrainte constante. Une moitié de l'éprouvette a été réservée à un examen direct des microstructures alors que la seconde moitié a été vieillie, pendant 48 heures à 400°C, préalablement à l'examen en MET avec l'intention d'y stabiliser les microstructures de dislocations bloquées.

### V.4.a. Courbes de traction de l'essai spécial à 400°C

Une première manière de représenter les résultats expérimentaux de l'essai programmé en temps par le synoptique de la figure V-8 consiste à choisir un diagramme contrainte vraie / déformation vraie, ce qui est fait sur la figure V-9.

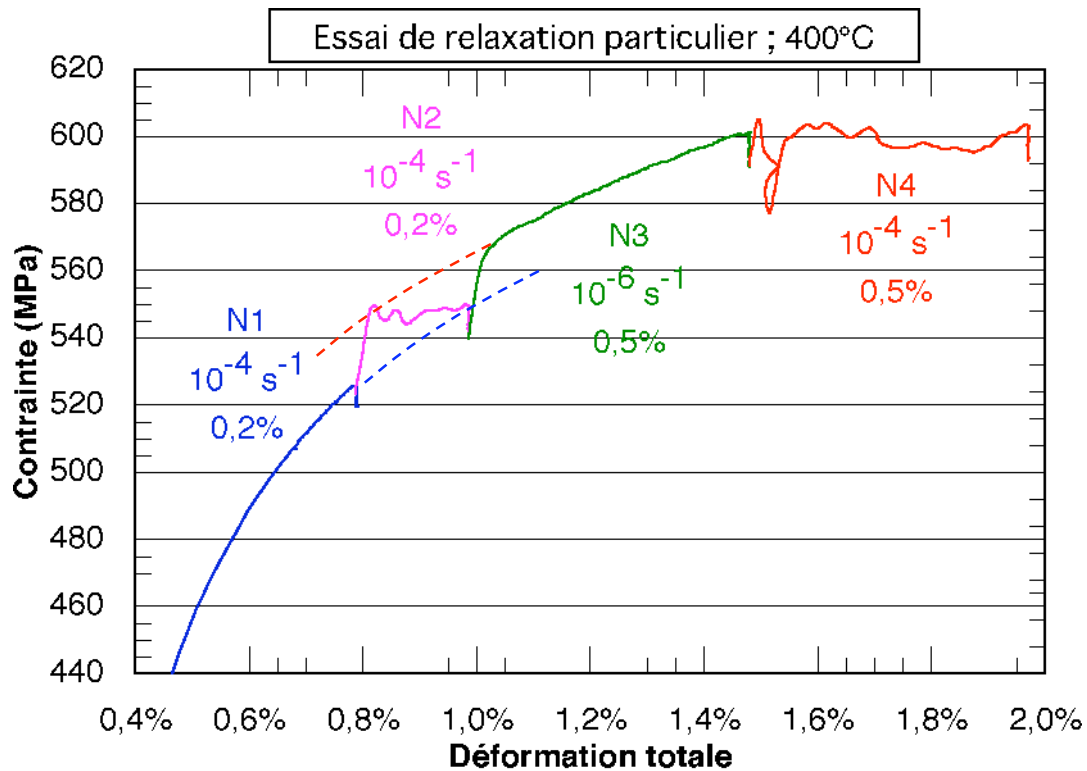


Figure V-9 : Tracé  $\sigma/\epsilon$  des résultats de l'essai de relaxation à 400°C

La première mise en charge (du cycle N1) apparaît lisse et sans accident, à cette échelle de représentation. Elle est suivie d'une période de relaxation de 30 min pendant laquelle la décharge en contrainte est inférieure à 10 MPa.

La seconde mise en charge (du cycle N2), a été effectuée sans déchargement préalable, à partir de 520 MPa, et en visant une vitesse de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . On constate que la limite d'élasticité est située maintenant vers 550 MPa, ce qui met en évidence un durcissement significatif associé au vieillissement qui s'est produit pendant la période de relaxation. La réapparition de la plasticité provoque une déconsolidation : un crochet de traction apparaît donc, qui est suivi par d'autres accidents plastiques de même ampleur ou plus faible, ce qui conduit à la formation d'un plateau de contrainte, situé un peu au-dessous de 550 MPa en moyenne. Pendant la période de relaxation qui suit cette mise en charge, le décrément de contrainte reste très faible, à peine 10 MPa, comme précédemment.

La recharge suivante (du cycle N3), effectuée à  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$ , présente elle aussi un durcissement de vieillissement d'une cinquantaine de MPa. Par contre, à cette vitesse 100 fois plus faible qu'auparavant, aucun crochet de traction n'apparaît. Au contraire, la courbe de



traction semble se stabiliser au voisinage de sa valeur maximale comme il est indiqué sur la figure II-6b du chapitre d'interprétation. Suit une période de relaxation qui paraît en tout point semblable aux précédentes.

Comme l'a suggéré Blanc (figure II-6b), ces diverses courbes de traction sont comprises entre deux courbes enveloppes : l'une (en pointillés bleus) passant par les extrémités des paliers de chargement et associée au *mode friction*, l'autre (en pointillés rouges) passant par les sommets des crochets de traction et par la courbe N3 correspondant au *mode traînage*.

Enfin, un dernier rechargement (cycle N4), a été effectué à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , c'est à dire à la même vitesse que pour N2 ; il présente un pic de contrainte situé légèrement au-dessus de la courbe de traction qui précède, et montre un crochet de traction très violent associé à une déformation plastique tout à fait excessive par rapport à la progression programmée. Cette déformation est tellement rapide que la machine n'est pas en mesure de compenser suffisamment vite par une décharge élastique. La consigne de pilotage en déformation finit par être rattrapée un peu en dessous de 580 MPa et le rechargement reprend, d'abord élastiquement puis vers 600 MPa apparaît un régime plastique chaotique et instable, constitué de phases d'érouissage suivies de phases de déconsolidation d'amplitudes variables.

En comparant les courbes de mise en charge cyclique avec déchargement intermédiaire à 50 MPa (figure V-1) et les courbes de mise en charge cyclique avec rechargement direct (figure V-9), on constate que l'effet de vieillissement pendant la relaxation est beaucoup plus marqué dans ce dernier cas. En effet, les microstructures en place ont été peu modifiées pendant le faible déchargement de relaxation, alors qu'elles l'ont été beaucoup plus profondément par le déchargement de 550 MPa qui permet alors aux contraintes internes de plastifier en retour le matériau comme l'a montré S. Graff (Graff, 2006) dans le zirconium.

#### V.4.b. Courbes de relaxation de l'essai spécial à 400°C

Les courbes de relaxation sont présentées sur la figure V-10 et les courbes de mise en charge ont également été représentées dans ce diagramme du fait qu'elles révèlent des accidents de vitesses qu'il est intéressant d'examiner. On constate tout d'abord que les quantités relaxées en 30 minutes sont très faibles : à peine 10 MPa. Les courbes sont constituées d'un seul tronçon quasi vertical commençant par une crosse particulièrement marquée à cette température. Cet artefact résulte de l'instabilité plastique du matériau et de l'interaction avec le système d'asservissement de la machine lors du passage traction -> relaxation au cours duquel la vitesse de déformation totale, constante pendant la mise en charge, s'annule brusquement. Du fait de l'apparition d'un surcroît de déformation lors de la commutation traction -> relaxation (*overshoot*), un transitoire de décélération ( $< 0,2 \text{ s}$ ) apparaît auquel fait suite une réaccélération du matériau (début de la crosse), puis le système retourne vers sa vitesse moyenne d'écoulement qui est en cours de décroissance.

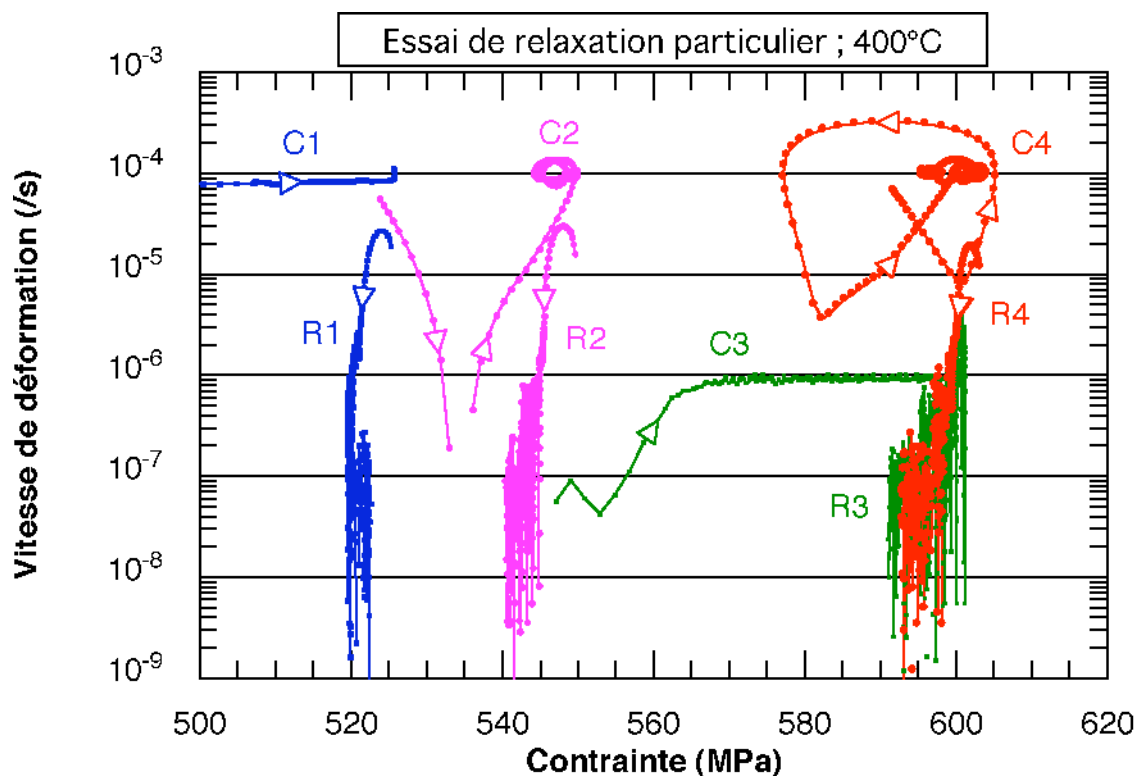


Figure V-10 : Courbes de mise en charge et de relaxation dans le domaine où  $SRS < 0$

Ces courbes de relaxation restent très verticales et ne sont suivies d'aucun stade de relaxation en *mode traînage*, comme c'était encore le cas à 500°C (figure IV-25) et à 450°C (figure IV-26). Elles correspondent donc à la mise en place progressive de structures de blocage très efficaces et qui ne semblent plus capables, à cette température, de migrer suffisamment vite pour contribuer à une viscoplasticité, même lente, du matériau. Seules les courbes R3 et R4 correspondant à des déformations cumulées de 1,5% et 2% semblent laisser apparaître, au niveau du bruit ( $10^{-8} \text{ s}^{-1}$ ) un lent décrément de contrainte qui évoque cette possibilité : ceci pourrait être interprété, à cette température, comme un effet de multiplication de la densité des dislocations à mobilité réduite, qui amplifierait ainsi leur contribution à la viscoplasticité toutefois très lente du matériau.

Quant aux courbes de mise en charge, seules C1, correspondant à la mise en charge initiale, et C3, correspondant à la mise en charge lente à  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$ , présentent un aspect apparemment « classique » puisqu'elles sont constituées de segments rectilignes horizontaux situés au niveau de la vitesse choisie pour l'essai. Les mises en charge C2 et C4 par contre, commencent par une branche à vitesse décroissante et qui va même jusqu'à s'annuler pour C2, avant de remonter très rapidement vers une contrainte voisine de 550 MPa autour de laquelle la courbe semble s'enrouler (figure V-10).

Lors de la dernière mise en charge C4 à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , un crochet de traction à 605 MPa apparaît qui met en évidence un effet de vieillissement qui s'est produit pendant la période de relaxation qui précède. Dans la représentation  $\sigma/\epsilon$  (figure V-11), suit un déchargement très rapide et de forte amplitude (point 10) que la machine ne parvient pas à compenser immédiatement par une décharge élastique et qui est suivie par une plasticité en retour (points

11 à 15) à grande vitesse ( $<10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ) avant de commencer à se recharger (point 21) élastiquement et plastiquement ( $\dot{\epsilon}_p < 0$ ). Plusieurs cycles charge-décharge conduisent au final à une déformation incrémentale de 0,5% qui est précisément celle visée pour ce cycle. Comme la mise en charge C2, elle forme ensuite dans la représentation  $\dot{\epsilon} = f(\sigma)$  (figures V-12 et V-13), des volutes répétées durant une quarantaine de secondes, et constituées de stades successifs de chargement et de déchargement qui peuvent atteindre une amplitude de 25 MPa. Pendant la phase de relaxation, les vitesses d'écoulement et les contraintes traversées sont très semblables à celles enregistrées pour le cycle précédent puisque les points expérimentaux se mélangent.

#### V.4.c. Examen détaillé des courbes de chargement et de relaxation

Pour ce qui concerne le cycle N4 chargé à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , la courbe de traction détaillée (figure V-11), doit être comparée à celle de l'essai précédent qui incluait dans son cycle un déchargement jusqu'à 50 MPa (figure V-4) : comme celle-ci, elle laisse apparaître un crochet de traction, mais qui, cette fois, est suivi d'un décrochement violent et profond de 30 MPa incluant un bref passage à vitesse négative de 592 à 584 MPa (points 11 à 13, figure V-12). Noter que c'est le seul à cette température, et que ce dernier rechargement fait suite à une mise en charge très lente s'ajoutant à deux périodes de relaxation ; il ne provoque pas de vitesses globalement négatives que détecterait le capteur de charge (courbe bleue), comme c'était le cas à  $500^\circ\text{C}$ . Le reste de la courbe de traction paraît beaucoup moins régulier que pour l'essai comprenant un déchargement, mais lorsqu'on l'examine dans la représentation  $\dot{\epsilon} = f(\sigma)$  (figure V-12), on constate que les avalanches de plasticité qui sont brèves et intenses (courbe rose : deux à trois fois plus rapides que la vitesse de mise en charge visée) sont suffisamment coordonnées entre elles pour assurer une vitesse de déformation plastique globale continue et dérivable (courbe bleue) effectuant des variations cycliques irrégulières dans les 20 derniers MPa de la mise en charge comme dans l'essai avec décharges (figure V-5).

Dans cette région où  $\text{SRS} < 0$ , la sensibilité de la vitesse de déformation à la contrainte est extrême puisque le volume d'activation apparent tend vers l'infini. Cette instabilité plastique du matériau résulte d'une coordination à la fois spatiale et temporelle d'évènements plastiques mésoscopiques soudains et fréquents (tracé rose, figure V-13) qui constituent ainsi des avalanches dont le sens d'écoulement est polarisé principalement par la contrainte macroscopique. Lors du chargement, les vitesses excessives atteintes sont en partie compensées par la compliance de l'ensemble éprouvette + système de mise en charge ainsi que sa boucle de régulation de vitesse qui tendent à tout moment à rapprocher la vitesse instantanée de déformation de l'éprouvette de la vitesse visée pour l'essai :  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

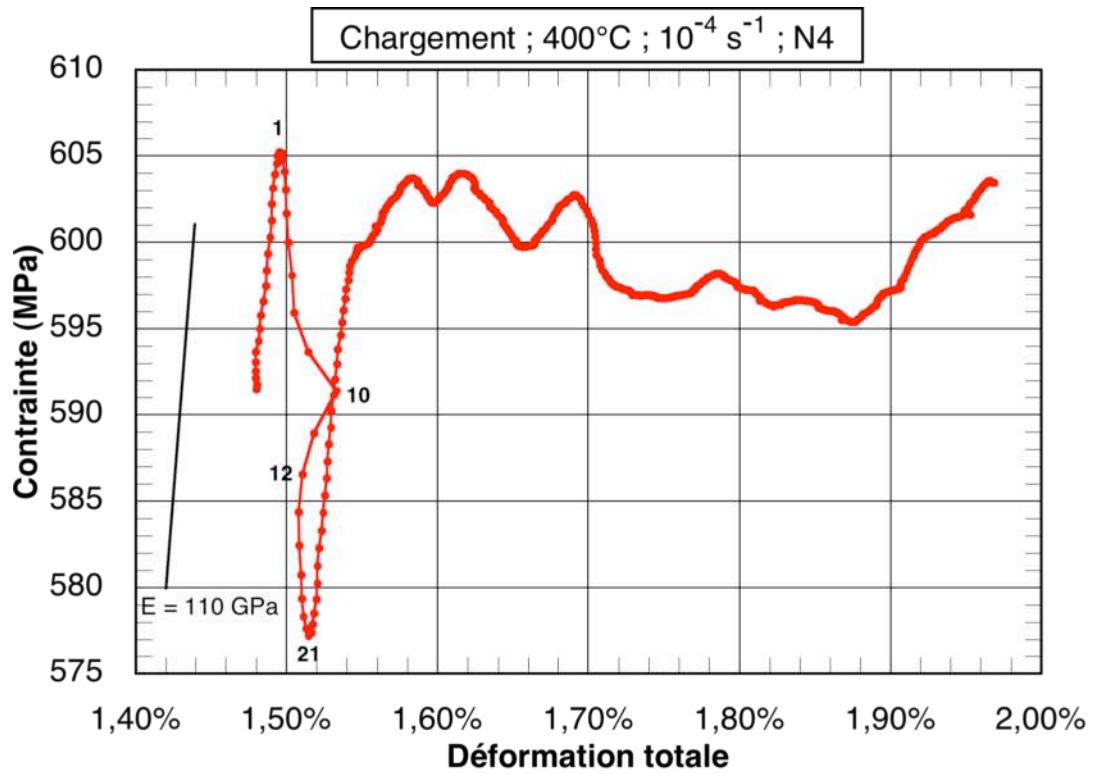


Figure V-11 : Courbes de traction à 400°C et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ; comportement chaotique, évènements microplastiques coordonnés (SOCD).

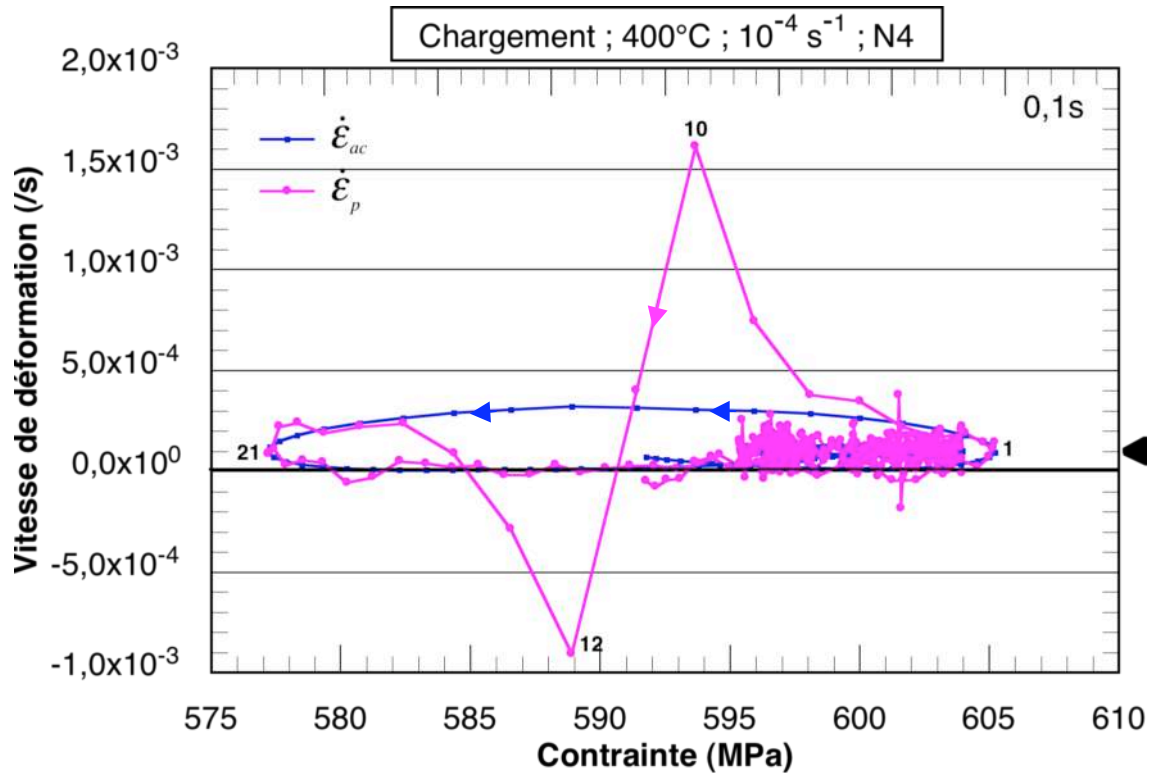


Figure V-12 : Chargement à 400°C et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , sans déchargement préalable (N4)

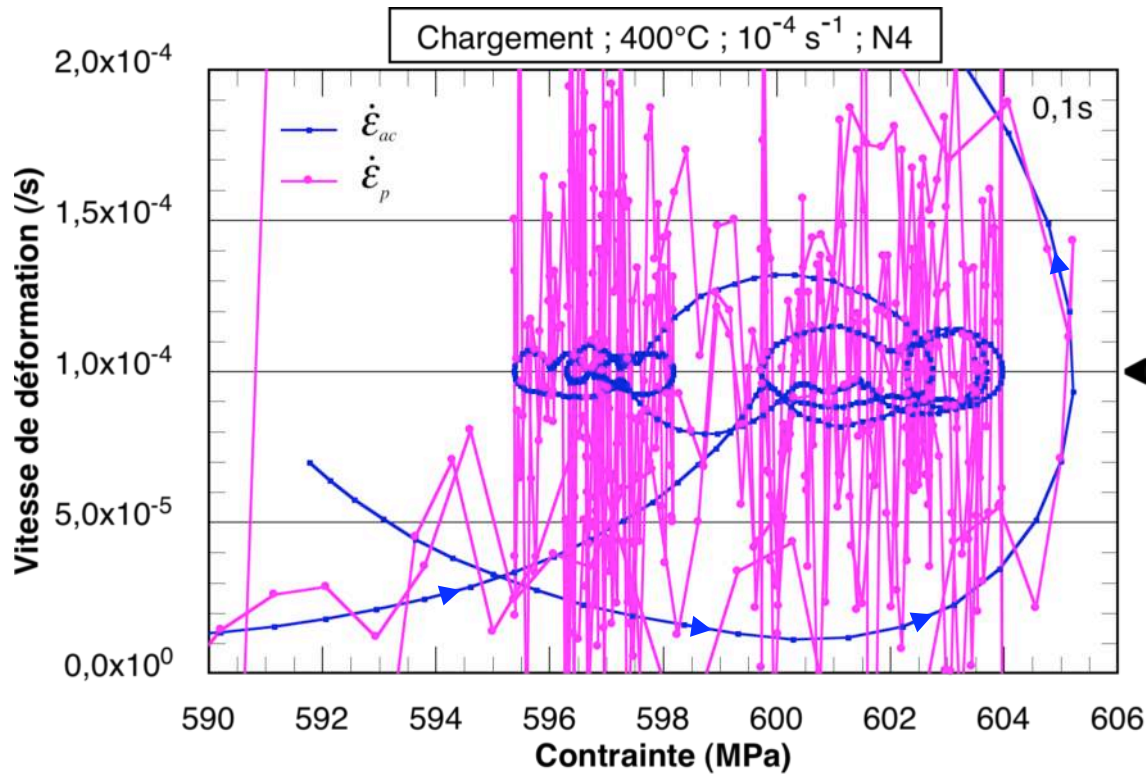


Figure V-13 : Bouffées plastiques  $>0$  et  $<0$  à  $400^{\circ}\text{C}$  et variations  $\Delta\sigma \sim 2$  à  $4$  MPa cycliques

En relaxation par contre (figure V-14), rien de semblable à ce qui avait été observé pour l'essai avec déchargements : ici, le tracé donné par le capteur de contrainte (courbe bleue) ne présente pas de volutes contenant des passages à vitesse négative (figures V-6 et V-7) mais seulement une décroissance des vitesses assez régulière. Cependant, l'extensomètre continue d'enregistrer de brèves bouffées de plasticité  $<0$ , même après plusieurs dizaines de secondes de relaxation.

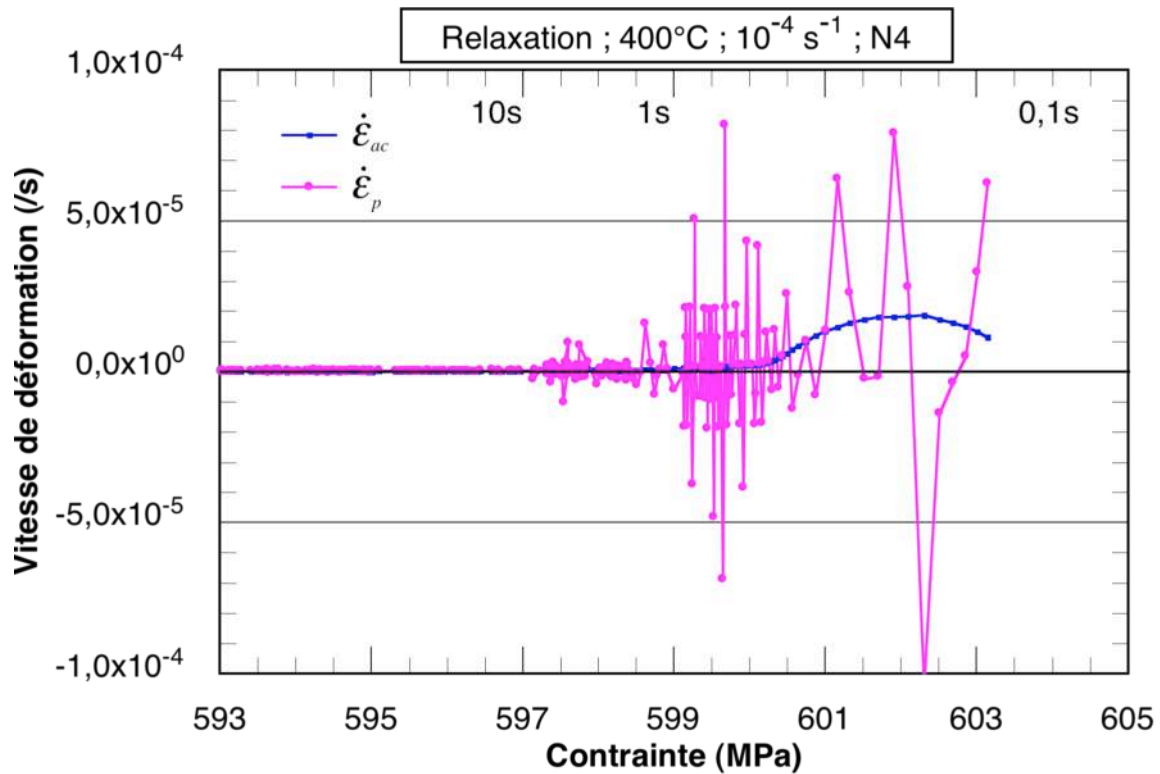


Figure V-14 : Relaxation régulière à 400°C avec des bouffées plastiques en partie renversables

Lors du cycle de rechargement lent N3 à  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$ , la courbe de mise en charge paraît lisse, sans accident et située au plus haut niveau de contrainte d'écoulement possible (figure V-9). Cependant, les représentations  $\dot{\epsilon} = f(\sigma)$  montrent qu'il n'en est rien : la figure V-15 portant sur la fin de ce chargement lent, révèle la présence d'instabilités microscopiques très nombreuses et très rapides dès que la vitesse d'acquisition est suffisamment grande (période de 0,1 s) comme c'était le cas pendant les 24 dernières secondes.

On constate donc que l'acquisition toutes les 10 s, comme c'était le cas pendant la majorité de cette longue mise en charge, intègre complètement les signaux de haute fréquence dont elle fait la moyenne et masque ainsi l'activité plastique très intense dans un matériau qu'on serait tenté de penser s'écouler en *mode traînage*. Sur la figure V-16, l'échelle des vitesses est divisée par 10 et celle des abscisses ne couvre plus que 1 MPa. On voit ainsi clairement que les vitesses instantanées couvrent un domaine cent fois plus élevé que la valeur choisie pour la mise en charge :  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$ .

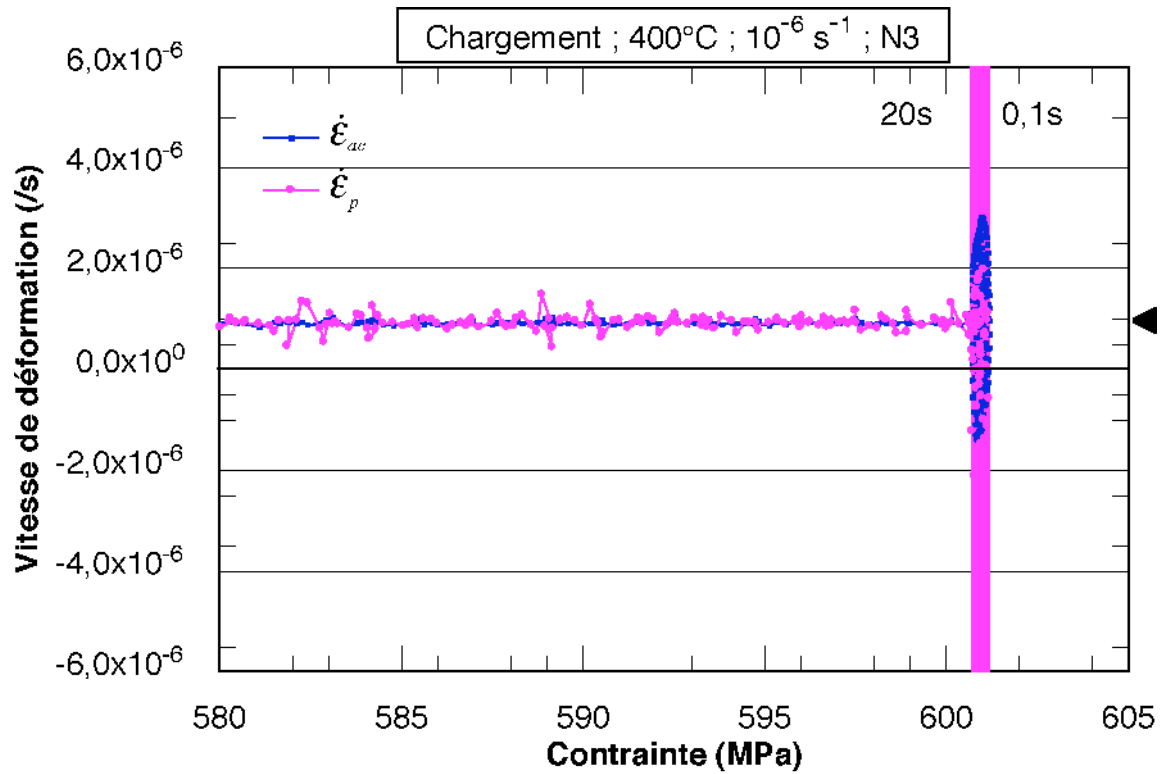


Figure V-15 : Chargement à  $10^{-6} s^{-1}$  à  $400^{\circ}C$  : activité plastique rapide, cyclique et coordonnée

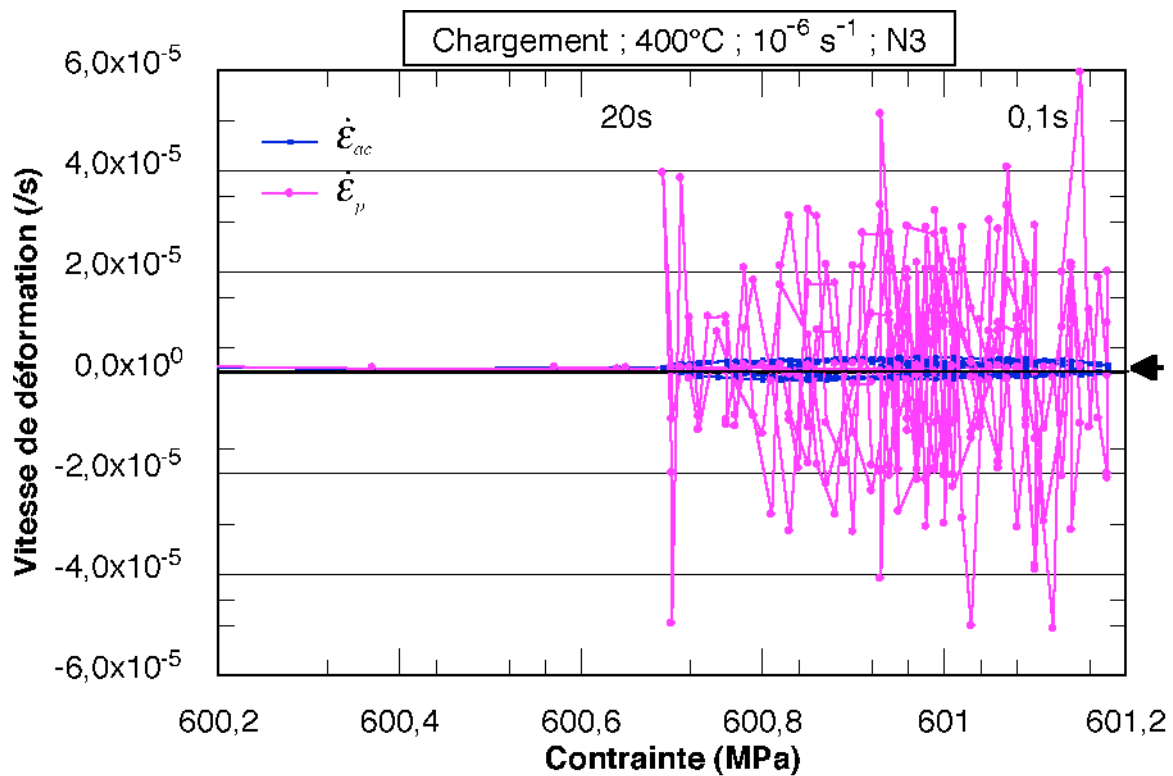


Figure V-16 : Chargement à  $10^{-6} s^{-1}$  à  $400^{\circ}C$  : évènements plastiques mésoscopiques coordonnés  $>0$  et  $<0$ .



Si l'on reprend uniquement le signal provenant du capteur de charge, il est possible alors de choisir une échelle verticale plus fine (figure V-17) et ainsi, de suivre les 24 dernières secondes du chargement qui a duré au total 5004 s. On constate, à nouveau, la grande coordination des événements plastiques microscopiques positifs : les avalanches rapides dans le sens de la sollicitation provoquent un déchargement continu de l'éprouvette alors que pendant le rechargement, des avalanches plastiques en retour viennent neutraliser en partie les excès de plasticité. Pour la machine d'essais, lorsque la déformation totale macroscopique devient inférieure à sa valeur programmée, ceci provoque une remise en charge effectuée par le système d'asservissement, mais à laquelle participe également le matériau en prenant des vitesses de déformation négatives de plus de  $-10^{-6} \text{ s}^{-1}$  (dans l'hypothèse d'une plasticité homogène).

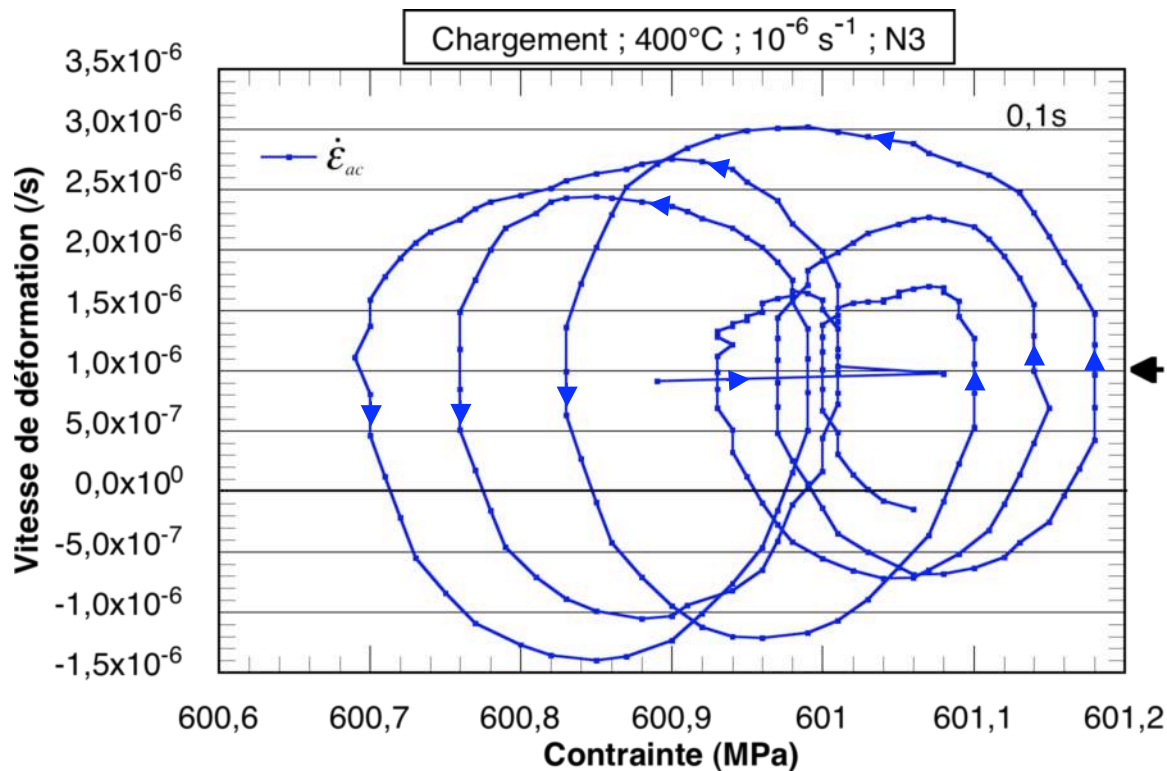


Figure V-17 : à 400°C détail des 24 dernières secondes de chargement par cycles de 4 à 6 s

On peut donc conclure que dans ces conditions de sollicitation ( $400^\circ \text{ C}$  et  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$ ) la microstructure ainsi que la mésostructure du matériau sont constituées d'édifices complètement instables vis-à-vis de la plasticité, et d'une extrême sensibilité par rapport à la contrainte macroscopique appliquée. Il semble ainsi que le matériau subisse, dans son ensemble, des cycles de fatigue de période  $\sim 5 \text{ s}$  : succession de phases de plasticité vers l'avant puis en retour, suite à la présence d'importants gradients locaux de contrainte et de déformation provoqués par la localisation de la plasticité.



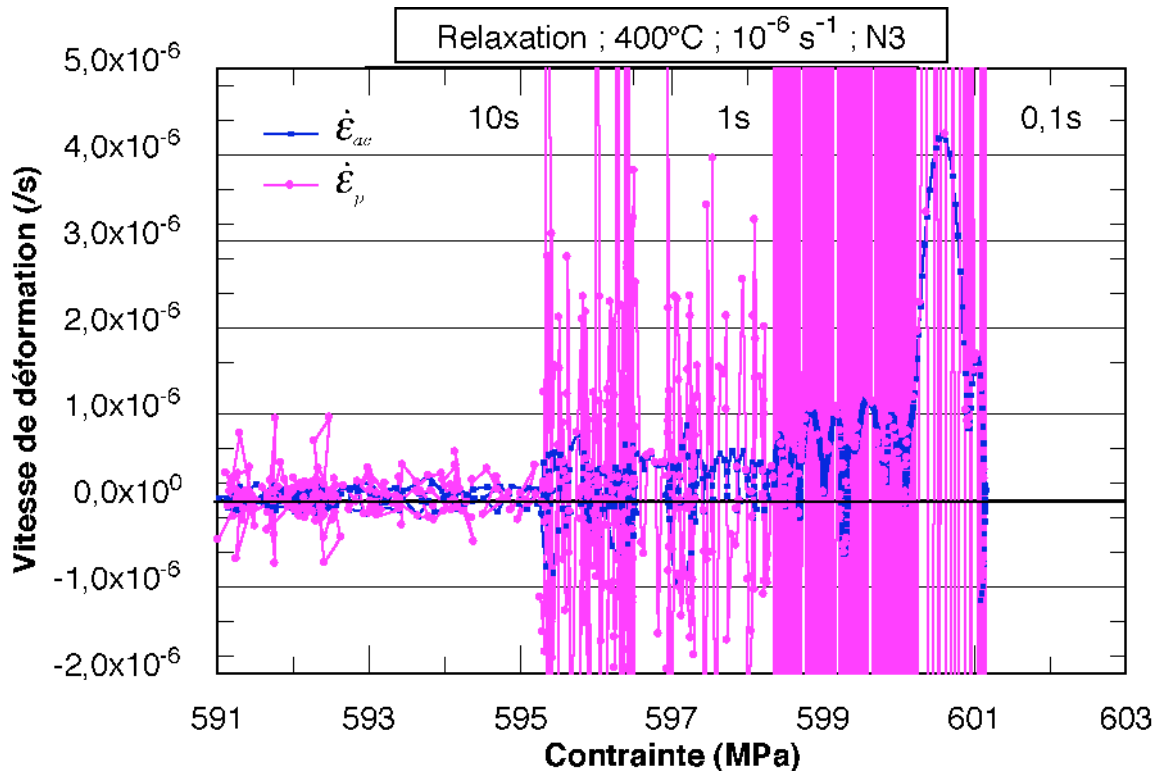


Figure V-18 : Relaxation à 400°C et variations cycliques à  $\Delta\sigma \ll 1$  MPa

Dans ces mêmes conditions de sollicitation, on constate que des phénomènes semblables continuent à se produire au cours de la relaxation ainsi que le montre la figure V-18 : la vitesse de déformation plastique ne décroît pas régulièrement au cours du temps, mais oscille avec une période de quelques secondes, s'approche de zéro et parfois même devient franchement négative, ce qui provoque la formation de boucles fermées comme lors de la mise en charge, et ce, pendant des centaines de secondes après le début de la relaxation et peut-être bien au-delà. En effet, les importantes périodes d'acquisition (10 s puis 100 s) utilisées en fin de relaxation tendent à masquer ces phénomènes. Pour ce qui est des événements plastiques instantanés (courbe rose de la figure V-18), ils restent très rapides (50 à 100 fois la vitesse de chargement de l'essai et donc semblables à ceux enregistrés à 400°C après un chargement à  $10^{-4}$  s $^{-1}$ , figure V-13). Ils sont probablement de faible amplitude mais très étroitement coordonnés entre eux : ils forment donc des avalanches. Leur cinétique serait caractéristique de la température de l'essai, alors que leur amplitude et leur fréquence de récurrence dépendraient de la vitesse de sollicitation.

## V.5. MICROSTRUCTURES DE DEFORMATION APRES RELAXATION A 400°C

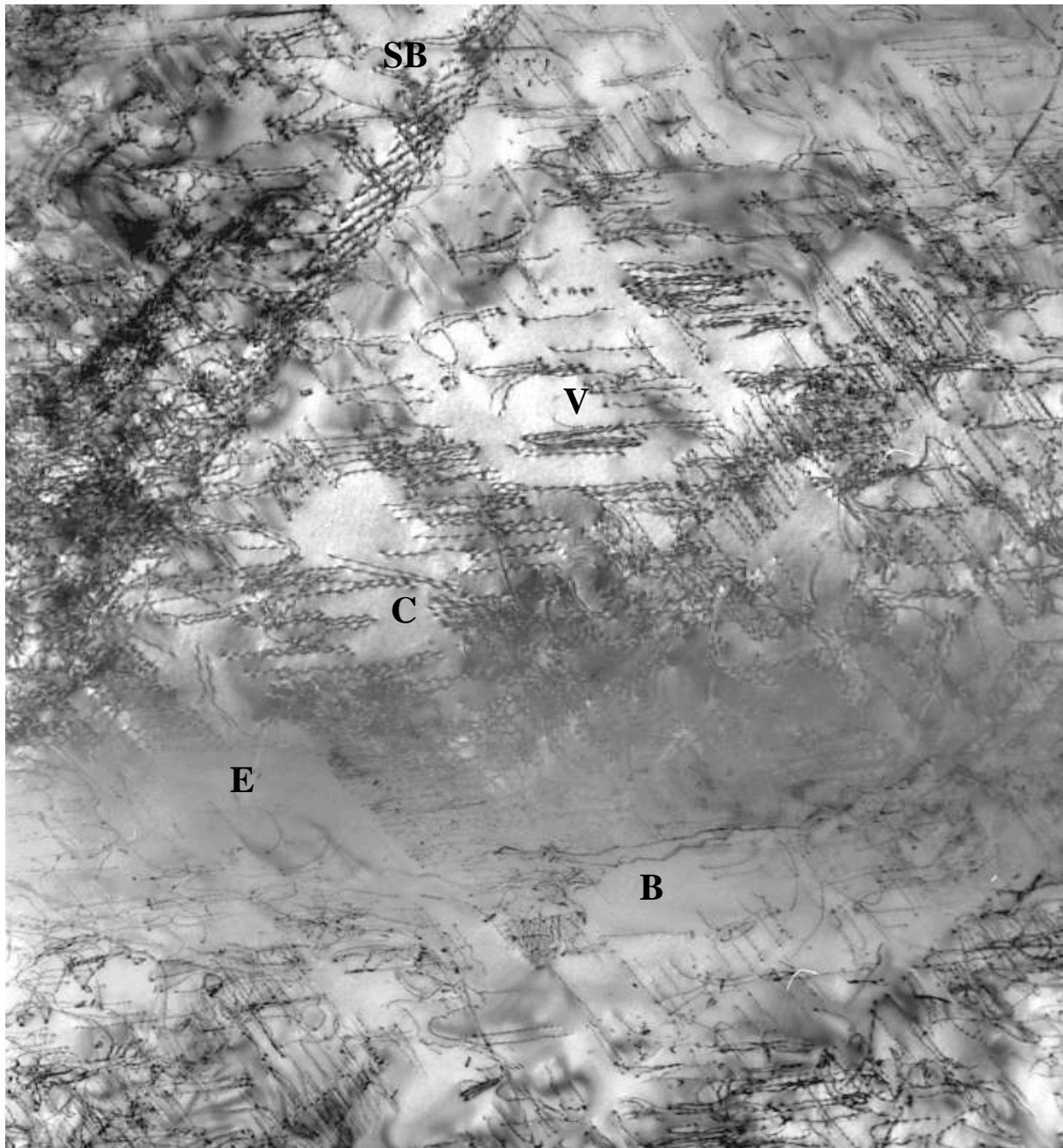
Rappelons que l'éprouvette dont sont tirées les lames minces est celle qui a servi pour l'essai de relaxation spécial. Elle n'a donc été sollicitée qu'en traction uniaxiale et à la suite de périodes de relaxation de 30 min (1800 s), elle a été chaque fois rechargée à différentes vitesses et de différentes quantités jusqu'à une déformation plastique cumulée de 2%. Suite à une déformation plastique de 0,5%, vient une dernière période de relaxation qui a été interrompue alors que la vitesse moyenne macroscopique atteignait  $10^{-8} \text{ s}^{-1}$  et que la contrainte relaxée était d'environ 10 MPa. Elle a été trempée à l'air comprimé, sous la contrainte finale de 590 MPa. Nous examinerons successivement trois zones différentes d'une même lame mince tirée de cette éprouvette, et pour terminer, une lame prélevée dans une portion de cette éprouvette ayant subi un vieillissement supplémentaire sans contrainte appliquée de 48h à 400°C.

### V.5.a. Examen de la première zone

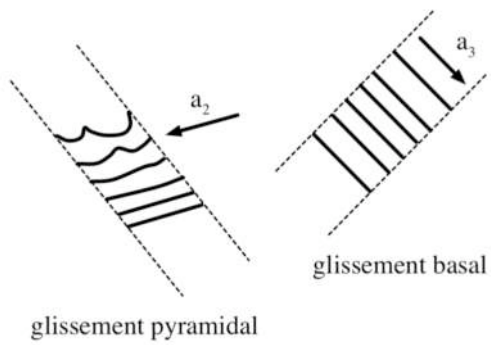
Un couloir  $\beta$  se situe à gauche de la latte observée, mais n'apparaît pas sur la figure. Le sous-joint (SB) qui traverse la partie haute et gauche de la figure V-19 a vient s'appuyer et se terminer sur l'interface  $\alpha/\beta$  de ce couloir. On observe dans cette latte principalement deux systèmes de glissement fortement activés et dont les traces des plans de glissement forment un X aux branches perpendiculaires.

Le premier, qui traverse la figure du coin en haut à gauche vers le bas à droite, est constitué de dislocations  $\mathbf{a}_2$  d'orientation vis glissant dans le plan pyramidal de première espèce (10-11) où il forme des empilements assez serrés qui semblent traverser le sous-joint (SB) sans beaucoup de difficulté. Il est représenté sur le schéma V-19 b. On note aussi la présence de quelques dislocations d'orientation coin, comme au dessus du repère E. En effet, lorsque les boucles émises par la source de ce système rencontrent latéralement un obstacle extrinsèque, comme en C (figure V-19 c), elles s'immobilisent en position coin. Elles sont également visibles sur la figure V-19 a, où la lame est inclinée de  $40^\circ$  autour de  $0x$ , puisque ce cliché a été pris avec un plan réflecteur de normale  $g = (0,1,-1,-1)$ . Il s'agit d'une configuration de tête puisque deux dislocations sont regroupées sous forme d'une paire. Elle se propage dans une direction perpendiculaire à celle des vis de même vecteur de Burgers (repère V).

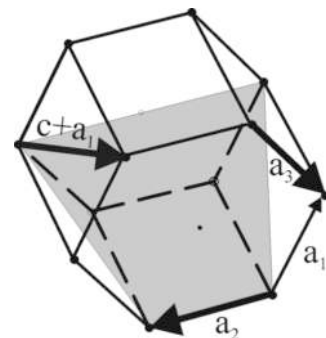
Le second système, dont les traces de glissement apparaissent perpendiculaires à celles du système précédent, est constitué de dislocations de type  $\mathbf{a}_3$ . Ce sont également des dislocations d'orientation vis mais glissant dans le plan basal où elles s'accumulent sous forme d'empilements. Elles sont représentées sur le schéma V-19-b et n'apparaissent pas sur la figure V-19 c puisque leur vecteur de Burgers est contenu dans le plan diffractant  $(1,-1,0,1)$ . À plus faible grandissement, on constate que ces lignes de glissement traversent les couloirs  $\beta$  sans difficulté et se prolongent ainsi de latte en latte au travers d'un paquet entier (figure VIII-15 à 20°C).



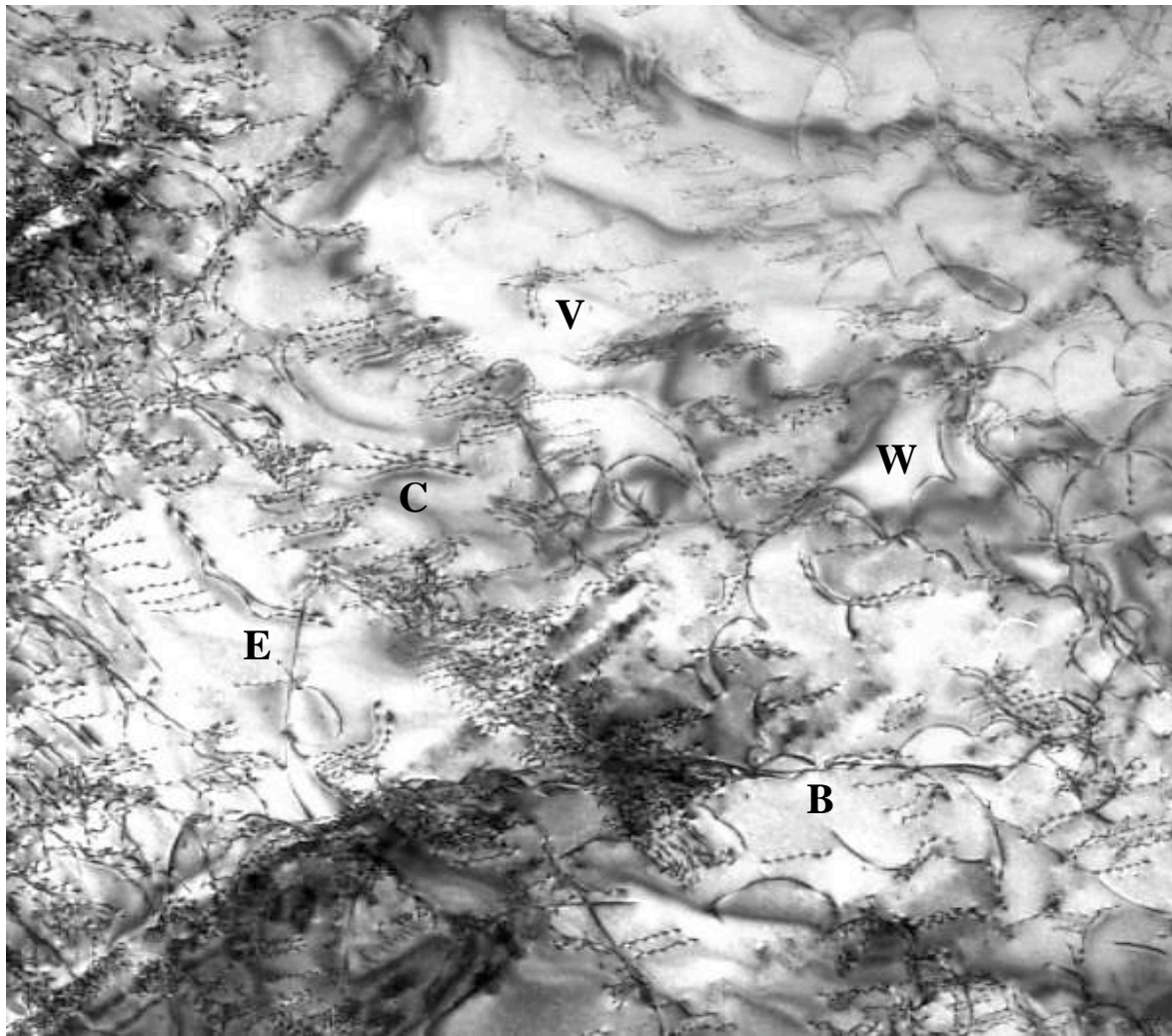
a) MET champ clair

1  $\mu\text{m}$  $g = (0, 1, -1, -1)$ 

b) schéma des systèmes de glissement très actifs

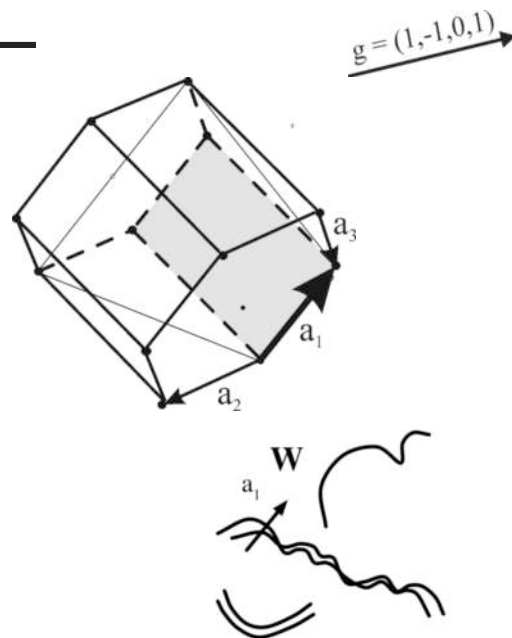
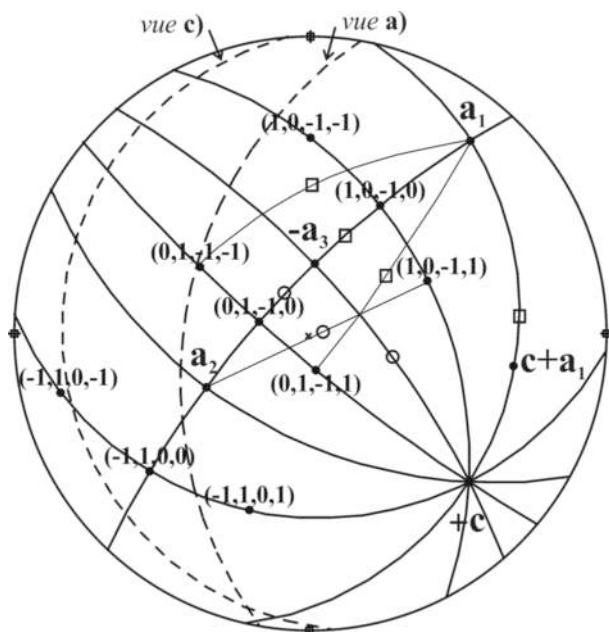






c) MET champ clair

1  $\mu\text{m}$



d) schéma : système peu actif

Figure V-19 : Micrographies MET sous divers  $\bar{g}$  d'une même zone après relaxation à 400°C.  $\epsilon_{p\ cum} = 2\%$  ;  $\sigma_{finale} = 590\text{ MPa}$  (trempe sous contrainte).

On remarque également que les premières dislocations de ces empilements vis sont regroupées par paires. Lorsque plusieurs paires se succèdent, la première est la plus serrée, la seconde plus lâche, et ce couplage disparaît dans la suite de l'empilement : des observations semblables ont été rapportées par Castany, Coujou et al (2007) lors d'expériences de traction *in situ* à température ambiante sur un TA6V et justement attribuées à la présence d'un ordre à courte distance dans la phase  $\alpha$ . Cet ordre est perturbé puis progressivement effacé par le passage d'une famille de dislocations dans leur plan de glissement. Le rayon de courbure moyen observé est de l'ordre de 0,3  $\mu\text{m}$ . À l'aide de la formule d'Orowan, on peut donc estimer la valeur de la cission locale dans le plan de glissement de ces dislocations à :

$$\tau = \alpha \mu b/2R = \alpha E/3 \times 0,3/600 = 17 \text{ MPa} \quad (\text{Eq. V-1})$$

en prenant  $\alpha = 1$ . Avec un facteur de Schmidt de 0,3 on obtient une contrainte de traction de l'ordre de 55 MPa, ce qui indiquerait qu'une partie importante des contraintes internes a été relaxée depuis la fin de l'essai.

Enfin, il existe dans le champ d'observation un certain nombre de dislocations de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}_1$ , beaucoup moins nombreuses que celles des deux systèmes précédemment décrits, mais dont la courbure indique qu'elles sont soumises à une contrainte non négligeable. C'est le cas des configurations observées dans la région W, décrites par le schéma V-19-d qui comprennent à la fois des paires courbées en position voisine de coin et des segments vis infléchis vers des orientations coin par des obstacles extrinsèques tels que des arbres de la forêt ou une courte transition dans un plan de glissement conjugué.

En fait, il peut paraître un peu surprenant de constater que les 3 vecteurs de Burgers du plan de base soient simultanément excités. La lame mince ayant été prélevée perpendiculairement à l'axe de traction, faisons l'hypothèse que la direction locale de l'axe de sollicitation est voisine de la direction de traction macroscopique. D'une part, si l'on trace sur la projection stéréographique les maxima des facteurs de Schmidt des glissements de  $\mathbf{a}_2$  et  $\mathbf{a}_3$  (petits cercles), on constate qu'ils sont assez voisins du centre de la projection stéréographique. Il en résulte donc que ces systèmes sont les plus fortement excités. D'autre part, les dislocations de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}_1$  sont beaucoup moins nombreuses. Or  $\mathbf{a}_1$  est situé à une vingtaine de degrés au-dessus du plan de la lame et les pôles de ses plans de glissement prismatique et pyramidaux se trouvent voisins de l'axe vertical et situé à peu près égale distance de celui-ci : les maxima des facteurs de Schmidt (petits carrés) sont donc plus éloignés de l'axe de traction et ces systèmes de glissement sont donc plus faiblement excités.

Il est important de remarquer que la plupart des configurations décrites et des orientations de segments de dislocations déterminées restent des directions générales autour desquelles les dislocations semblent s'aligner ou s'incurver et rarement des directions strictes. Ceci indique que ces configurations sont essentiellement mobiles et résultent d'une multiplication récente ou de la présence de contraintes locales qui les tiennent à l'écart de leur position d'énergie minimale statique.

Une dernière configuration remarquable est constituée par des dislocations de vecteur de Burgers  $\mathbf{c+a}_1$ , souvent associées par paires et dont les segments rectilignes tendent à former des lignes polygonales comme en B au centre de la figure V- 19b. Deux configurations de ce type ont été agrandies sur la figure V-20.

Le plan normal au vecteur de Burgers  $\mathbf{c+a}_1$  a des indices voisins de [2,-1,-1,5] ; il a été tracé en tiretés sur la projection stéréographique et sur le prisme hexagonal par ses lignes d'intersection avec les différentes faces de ce prisme. C'est en effet dans ce plan que se trouveront tous les segments d'orientation coin pure que ces dislocations recherchent pour minimiser leur énergie en présence de solutés avec lesquels elles interagissent. Cette énergie est importante puisque proportionnelle au carré de la longueur d'un grand vecteur de Burgers. Sur le prisme de la figure V-20, l'intersection de ce plan apparaît sous la forme d'un pentagone dont quatre des côtés correspondent à l'intersection avec quatre des faces du prisme, alors que le cinquième correspond à l'intersection avec le plan basal et sa direction n'est autre que [0-110]. Elle semble présente dans toutes les configurations observées de ce type, dont elle fixe la direction générale, autour de laquelle l'orientation de la ligne peut varier grâce à l'addition de segments d'une autre orientation: c'est un **segment coin sessile**. Le hasard a voulu que, dans cette observation, le vecteur de Burgers soit parallèle, en projection, avec le segment contenu dans le plan basal, alors que dans l'espace ces deux directions sont perpendiculaires, comme le montre la projection stéréographique. Ce point sera clarifié et confirmé lors de l'examen d'une autre configuration contenue dans une lame dont le plan basal pourra être mis parallèle à la direction d'observation (voir paragraphe V-5-c).

Pour ce qui est des **segments glissiles**, ils devraient se déployer et trouver leur équilibre au voisinage de la direction coin mais dans l'un ou l'autre des plans de glissements pyramidaux **IIa** et **IIb**, dont les pôles appartiennent au plan perpendiculaire à  $\mathbf{c+a}_1$  tracé en tiretés longs sur la projection stéréographique. Quant à la direction de ces segments, elle pourrait généralement prendre l'une ou l'autre des deux directions coin  $\perp \mathbf{IIa}$  et  $\perp \mathbf{IIb}$  contenues dans chacun des deux plans de glissement pyramidaux **IIa** et **IIb** de la dislocation, comme indiqué sur le prisme de la figure V-20. Ces trois directions de segments coin ont été représentées sur le prisme avec les deux directions glissiles disposées symétriquement à 26° de part et d'autre de la direction sessile.

En ce qui concerne les **segments glissiles**, contrairement aux segments sessiles décrits précédemment, leur orientation en position coin pure n'est pas garantie. En effet ces segments auront tendance à s'infléchir ou à tourner dans leur plan de glissement sous l'effet des contraintes locales.

Dans les deux micrographies choisies (figure V-20) et prises en faisceau faible (« weak beam »), l'orientation générale de ces longues configurations serait celle de l'intersection du plan pyramidal **IIa** d'indices (10 -1 -1) avec le plan de la lame (cercle en tiretés courts sur la projection stéréographique), puisque leur taille dépasse 1  $\mu\text{m}$  de long et implique donc ce type d'orientation moyenne. Quelques segments sessiles situés dans le plan basal (repères A), facilement repérables par leur direction sont associés à d'autres segments rectilignes coin d'orientation glissile  $\perp \mathbf{IIa}$  (repères B), eux-mêmes reliés entre eux par de courts segments d'orientation mixte (repères C), situés dans le même plan de glissement

pyramidal constituant ainsi des macrodécrochements. Enfin, on remarque que la plupart de ces macrodécrochements apparaissent clairement dissociés sous forme d'image double en «weak beam».

La dislocation aurait donc glissé dans son plan pyramidal sous forme d'arcs d'orientations variables et serait maintenant observée dans une position partiellement relaxée. En effet, la contrainte appliquée était de 590 MPa en fin de relaxation. La dislocation est constituée de nombreux segments glissiles rectilignes d'orientation coin, vraisemblablement bloqués par des solutés et reliés entre eux par des macrodécrochements. Elle comprend également quelques segments sessiles situés dans le plan basal et dont le mécanisme de formation reste obscur.

On notera que le contraste sur les segments coin, dans ces micrographies en « faisceau faible », est relativement faible et situé au voisinage immédiat du coeur de la dislocation alors que pour les segments d'orientation mixte l'image est beaucoup plus large. L'interaction élastique entre les atomes de solutés et les partis coin de la dislocation conduisant à la réduction de l'intensité des champs de contraintes des dislocations coin pourrait justifier ces différences de contraste.

Par ailleurs, on remarquera que cette configuration résiste, alors que règne une importante activité des dislocations de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}_2$  et  $\mathbf{a}_3$ . En effet, les interactions possibles d'une dislocation  $\mathbf{c} + \mathbf{a}_1$  avec ces deux derniers systèmes s'avèrent très limitées du fait que :

$$\begin{aligned} \mathbf{a}_1 + \mathbf{a}_2 + \mathbf{a}_3 &= 0 && \text{et donc} \\ (\mathbf{c} + \mathbf{a}_1) + \mathbf{a}_2 &= (\mathbf{c} + \mathbf{a}_3) && \text{de même} \\ (\mathbf{c} + \mathbf{a}_1) + \mathbf{a}_3 &= (\mathbf{c} + \mathbf{a}_2) \end{aligned}$$

par conséquent aucune jonction attractive n'aura tendance à se former, ni aucune répulsion ne sera exercée sur ces dislocations dont le passage pourrait cependant produire des crans.

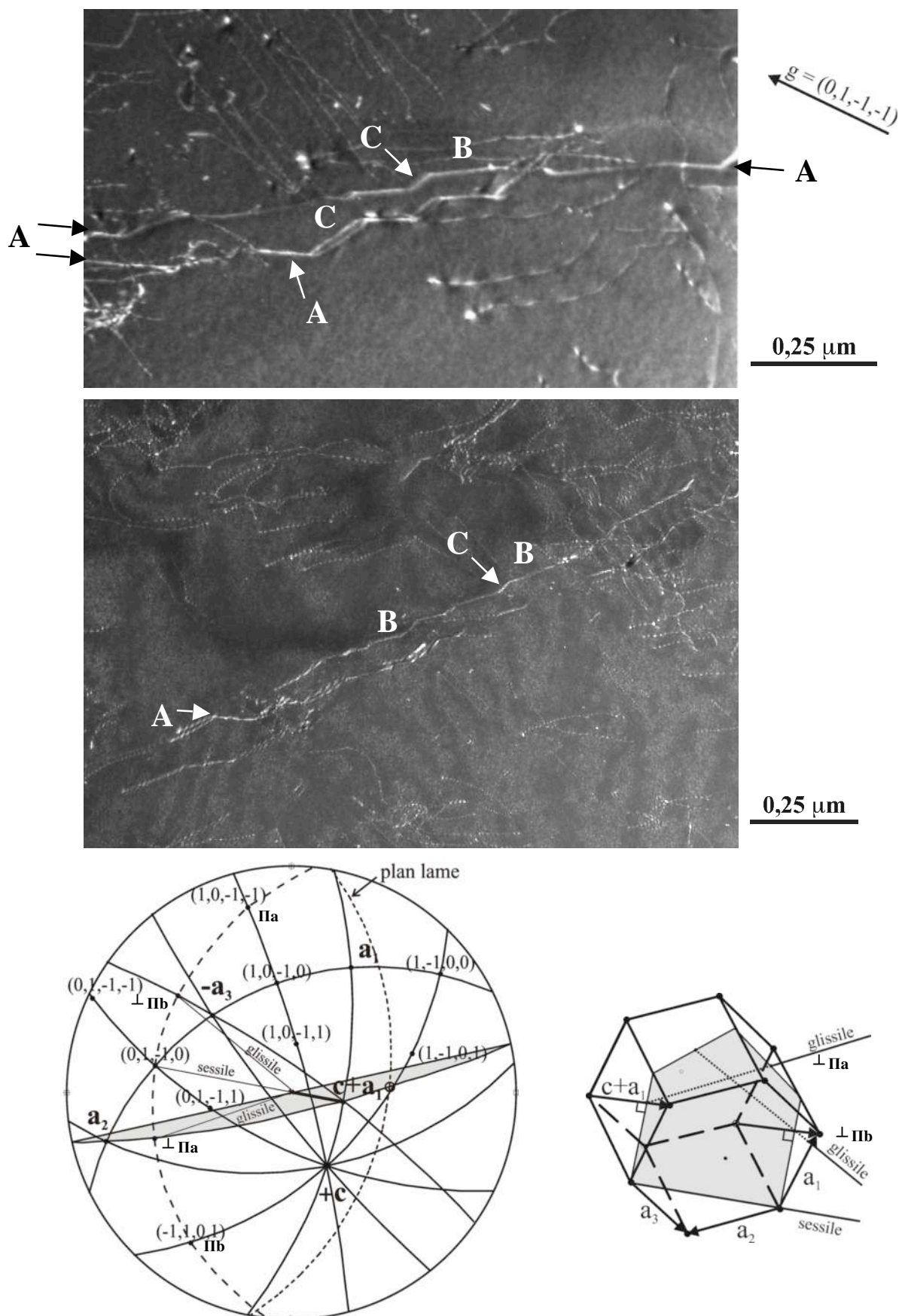


Figure V-20 : Micrographies MET (faisceau faible) de configurations remarquables après relaxation à 400°C.  $\epsilon_{p\ cum} = 2\%$  ;  $\sigma_{finale} = 590\ MPa$  (trempe sous contrainte).



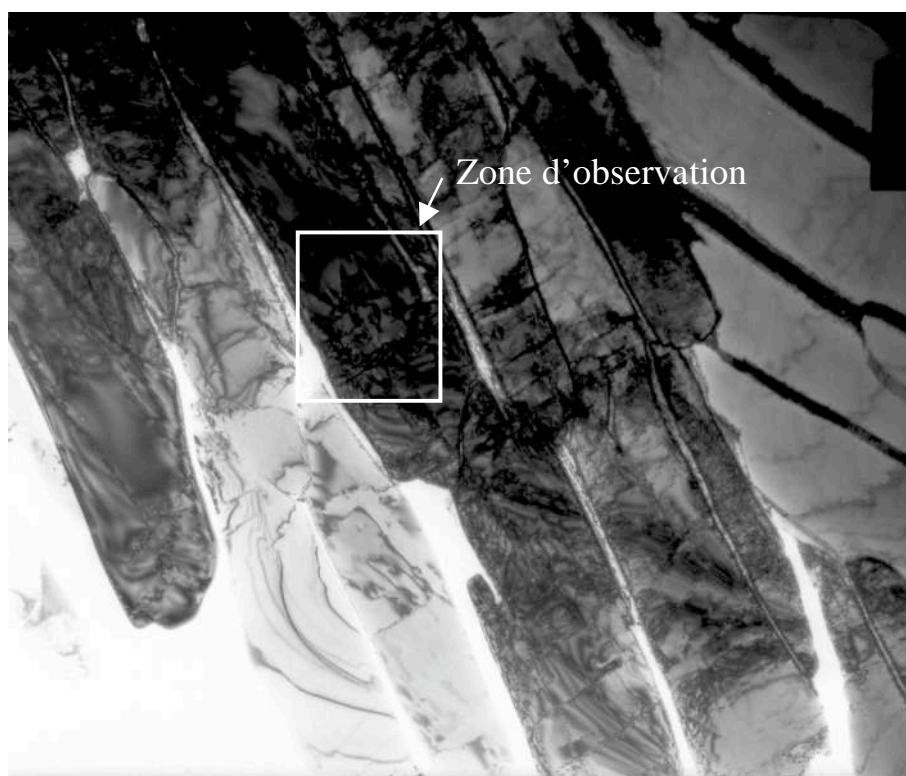
### V.5.b. Examen de la seconde zone

Une micrographie à faible grandissement (figure V-21) présente une vue d'ensemble du groupe de lattes dans lequel se situe la zone observée, ainsi que son accostage avec un autre paquet de lattes d'orientation différente sur sa droite. On y observe les variations de largeur de latte et les diverses irrégularités que celles-ci présentent. Les différentes configurations observées sont schématisées sur la figure V-21b : un cliché effectué avec le plan basal comme plan réflecteur ( $\mathbf{g} = \mathbf{c}$ ) a révélé que seul le sous joint (SB) qui traverse la latte de part en part contient des dislocations de vecteur de Burgers  $\mathbf{c} + \mathbf{a}_1$ . Comme précédemment, les trois vecteurs de Burgers du plan basal ont été sollicités par le champ de contrainte local avec la même hiérarchie d'intensité que précédemment :  $\text{Int.}\mathbf{a}_2 > \text{Int.}\mathbf{a}_3 > \text{Int.}\mathbf{a}_1$ .

On retrouve facilement sur les micrographies de la figure V-22 a et b les configurations schématisées. Les dislocations vis de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}_3$  s'alignent dans leur plan de glissement prismatique (repères A) orienté selon l'une des grandes directions de la latte qu'elle semble parcourir de bout en bout et ainsi assurer la plasticité dans cette direction. Elles y forment des empilements assez denses ainsi que de nombreux alignements de dipôles et de multipôles d'orientation coin présentant un contraste blanc particulier. Ces dernières configurations ont été agrandies sur la figure V-23. On peut observer en D une configuration en hélice qui serait vraisemblablement à son stade de formation, alors qu'en E, le groupe de multipôles en forme de peigne correspondrait à un stade plus avancé, ayant vieilli, et se rapprochant ainsi d'une disposition plus condensée des boucles sous forme de dipôles. L'origine de ces configurations multipolaires pourrait être, soit la condensation de défauts ponctuels produits en sursaturation par la plasticité et la forte restauration du matériau, soit des intersections répétées avec des dislocations de vecteur de Burgers  $\mathbf{c} + \mathbf{a}_1$  qui provoqueraient une abondance de crans sur les dislocations vis  $\mathbf{a}_3$ .

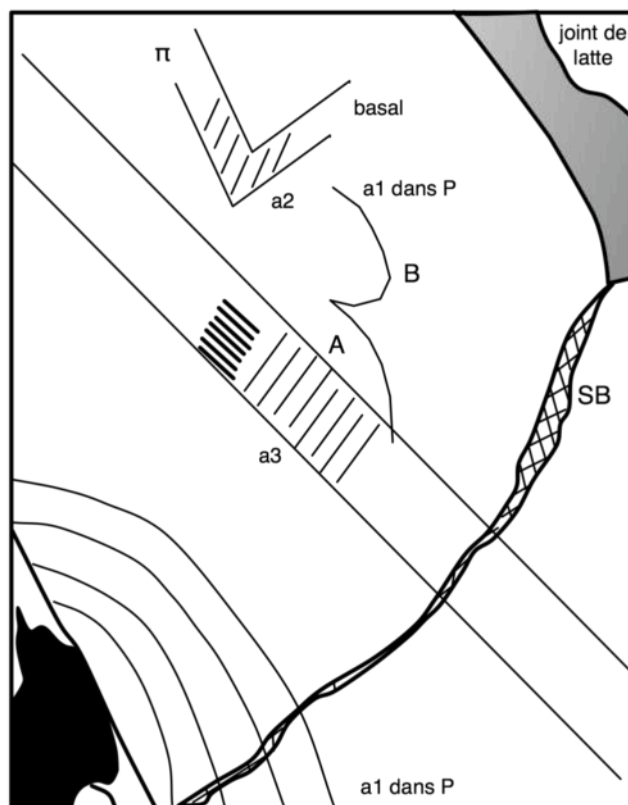
Les dislocations de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}_1$  ne se sont pas multipliées dans cette lame (repères B), mais sont soumises, dans leur plan de glissement prismatique qui est très proche du plan de la lame, à une contrainte de cisaillement qui les place en position d'arcs. Ces derniers se propagent dans la direction coin et leur rayon de courbure est d'environ 1  $\mu\text{m}$ .

En rapprochant l'observation de ces deux dernières configurations de dislocations, on est amené à penser que les têtes de configurations les plus mobiles seraient constituées par des arcs de dislocations  $\mathbf{a}_1$  d'orientation coin laissant derrière elles de grandes quantités de dislocations vis s'empilant sur des obstacles à forte résistance.



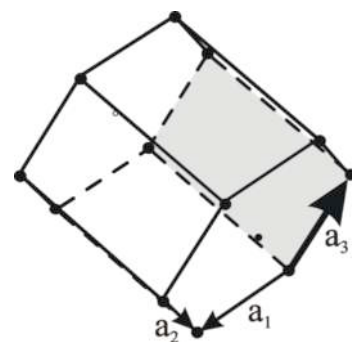
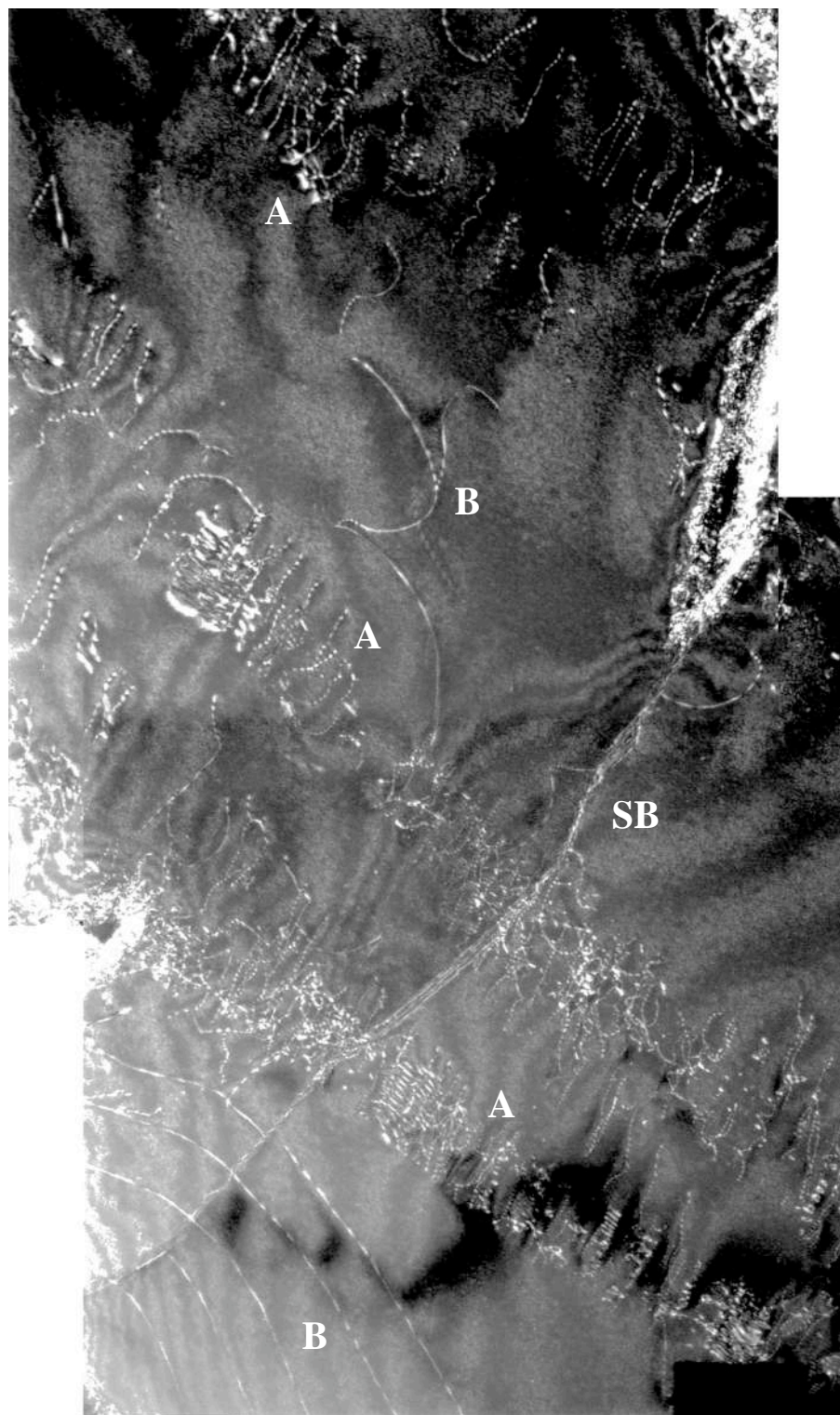
a) vue d'ensemble des lattes

5  $\mu\text{m}$



b) schéma d'ensemble de la zone observée

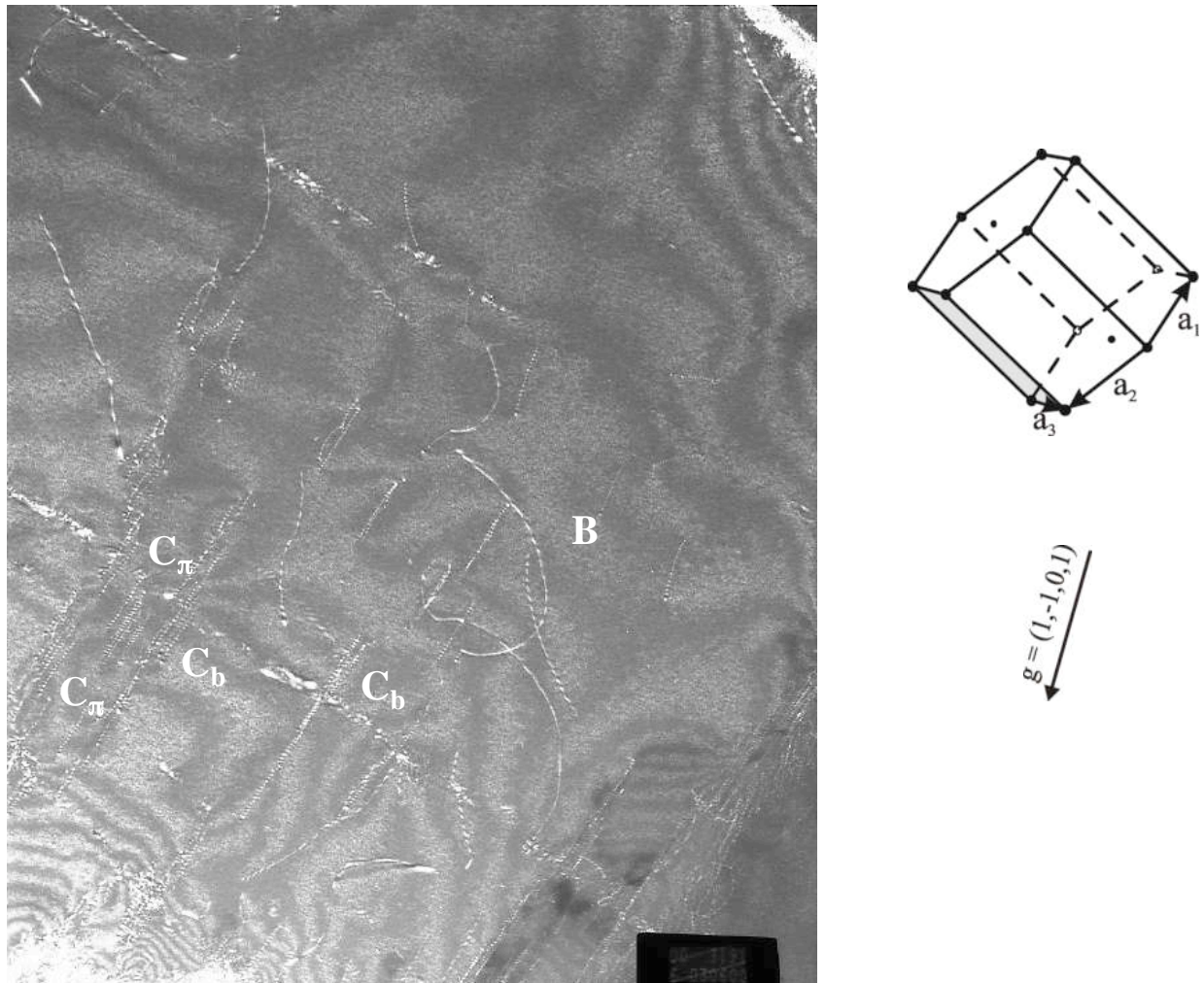
Figure V-21 : Vues d'ensemble de la seconde zone examinée après relaxation à 400°C.  
 $\epsilon_{p\ cum} = 2\%$  ;  $\sigma_{finale} = 590\text{ MPa}$ .



$$g = (1, 0, -1, 0)$$

a)

1  $\mu\text{m}$



b)  $1 \mu\text{m}$

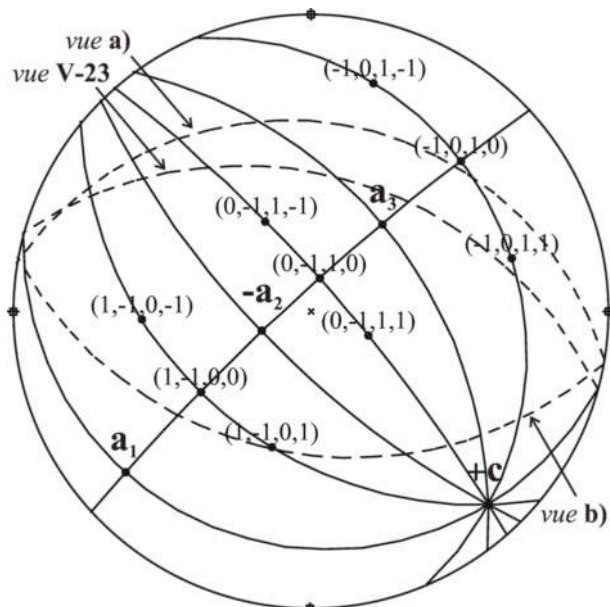
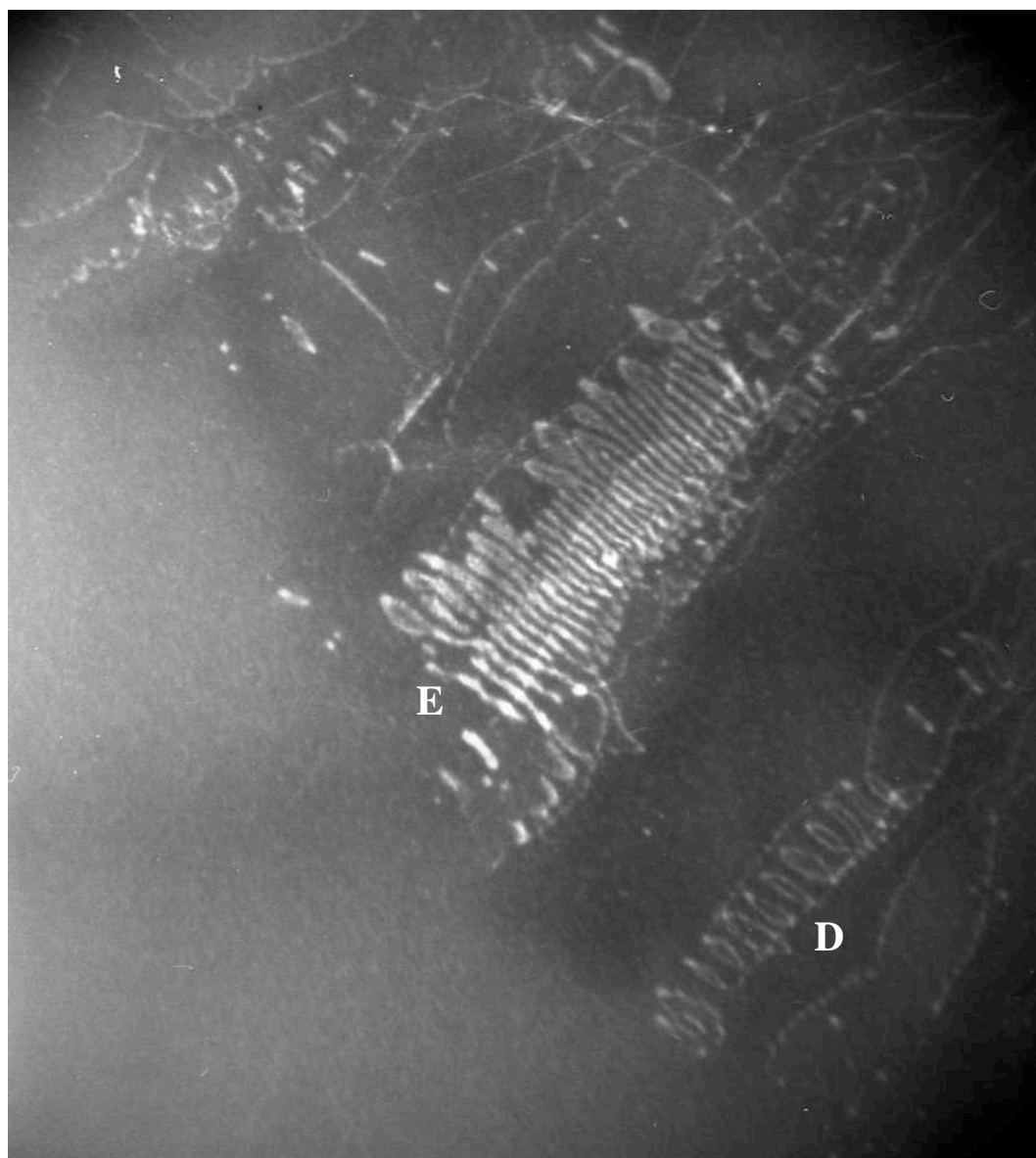


Figure V-22 : Micrographies MET (faisceau faible) de la seconde zone examinée après relaxation à 400°C.  $\epsilon_{p \text{ cum}} = 2\%$  ;  $\sigma_{\text{finale}} = 590 \text{ MPa}$ .

Enfin, sur la figure V-22b, la lame mince a été basculée de façon à amener le plan prismatique contenant les dislocations  $\mathbf{a}_3$  dans la position verticale ; ces dislocations disparaissent à l'exception d'images résiduelles formées par les multipôles coin. On y observe également l'activité des dislocations de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}_2$  glissant principalement dans leur plan pyramidal  $\Pi\mathbf{a}_2$  (repères  $C_\pi$ ) mais effectuant, par glissement dévié, des excursions dans le plan basal (repère  $C_b$ ). Notons que ce système de glissement assure la plasticité dans le sens du travers court de la latte, c'est-à-dire obliquement au précédent pour le glissement pyramidal, et perpendiculairement pour le glissement basal. Ce dernier peut se transmettre, avec une grande facilité, à la latte voisine du fait qu'il utilise le plan basal.





0,2 μm

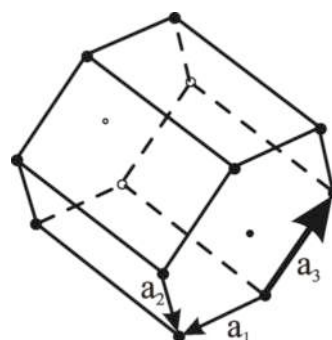
 $\mathbf{g} = (-1, 0, 1, 1)$ 

Figure V-23 : Micrographie MET (faisceau faible) de configurations particulières ; seconde zone examinée après relaxation à 400°C.  $\epsilon_{p\ cum} = 2\%$  ;  $\sigma_{finale} = 590$  MPa.

### V.5.a. Examen de la troisième zone

Comme dans les examens précédents, on observe sur la figure V 24-a, des empilements de dislocations  $\mathbf{a}_3$  glissant dans leur plan pyramidal (grisé sur le prisme) qui traverse la latte en biais. Dans le bas de la figure les empilements viennent buter contre l'interface  $\alpha/\beta$  dont ils perturbent localement l'orientation (en B) en formant une « baïonnette ». Au milieu de la figure, par contre, on observe des dislocations, plus espacées les unes des autres, orientées en position strictement vis lorsque aucun obstacle extrinsèque n'est présent, puis au centre du plan de glissement des arcs voisins de l'orientation coin (en A) et constituant la tête des configurations mobiles qui sont à l'origine des empilements vis si fréquemment observés. Enfin, vers le haut de la figure, une dislocation assez longue et rectiligne (en C) a été identifiée comme ayant un vecteur de Burgers -  $\mathbf{c} + \mathbf{a}_2$  et une direction moyenne à environ  $50^\circ$  de la position coin.

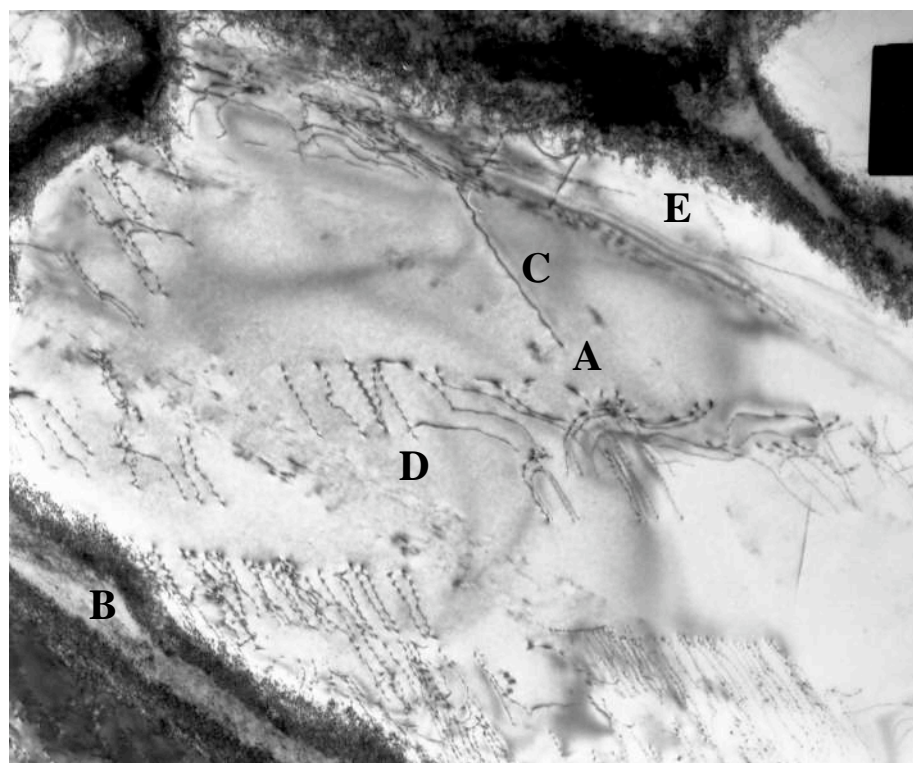
On aperçoit également sur cette même figure, le contraste résiduel d'un jeu de dislocations en position d'extinction en D. Sur la figure V-24 b, ce système de glissement est bien visible et peut être identifié comme pyramidal (grisé sur le prisme) avec une trace orientée parallèlement à l'axe de la latte. Le système précédent (repère A) est maintenant placé en position d'extinction. À l'aide des trois orientations de diffraction retenues, on peut identifier sans ambiguïté le vecteur de Burgers de chacun des systèmes observés. Ce second système est constitué de dislocations de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}_2$  glissant dans leur plan pyramidal (1,0, -1,1). Vraisemblablement parce que ce système est plus faiblement sollicité que le précédent et que son extension latérale est située dans une grande dimension de la latte, on peut y observer de nombreuses « configurations de tête » c'est-à-dire des arcs en position voisine de coin jusqu'à former des demi-cercles et laisser derrière leur progression deux segments d'orientation pure vis. Ce mécanisme est particulièrement bien illustré vers le centre de la figure où l'on observe une source de dislocations (repère S) produisant des segments vis s'éloignant sans rencontrer d'obstacles du côté gauche, alors que du côté droit ils viennent s'empiler sur la dislocation C de vecteur de Burgers -  $\mathbf{c} + \mathbf{a}_2$ , déjà identifiée dans la vue précédente. Enfin, dans la partie haute de la figure, les têtes de configurations, en position coin, viennent s'empiler contre l'interface  $\alpha/\beta$  sans beaucoup se serrer contre elle, ce qui en facilite l'observation. L'absence de ces images de dislocations dans la figure précédente (figure V-24a) confirme la valeur du vecteur de Burgers.

Enfin, sur la troisième vue de la même zone (figure V-24c), la lame a été fortement basculée et le plan diffractant est en fait le plan pyramidal de glissement du système  $\mathbf{a}_2$ . Grâce à cette orientation, on peut constater que le système de glissement ne reste pas dans un plan cristallographique strict, mais par des glissement déviés répétés de diverses amplitudes dans le plan basal, l'orientation de ce plan s'infléchit, comme dans la partie basse de la figure (repère F), ou bien subit des discontinuités comme dans la partie haute (repère G). En-dehors des empilements de dislocations vis du système  $\mathbf{a}_3$ , on y observe le déploiement des sources de Frank-Read qui les alimentent (repère FR).

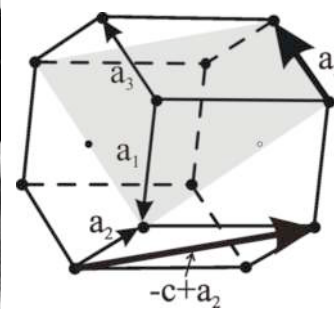
Pour terminer, nous examinerons dans une région située un peu plus à droite dans la même latte, une configuration  $\mathbf{c} + \mathbf{a}_2$  d'orientation pure coin, que nous avons déjà rencontré

dans l'examen de la première zone : le plan basal de la structure hexagonale  $\alpha$  a été placé, sur la figure V-25, parallèlement au faisceau d'électrons, c'est-à-dire à la direction d'observation. On peut ainsi vérifier que des segments de ces dislocations se trouvent effectivement dans le plan basal. Leur direction dans l'espace, est obligatoirement voisine d'une direction du plan de la lame, puisque ces segments ont une longueur approchant le micron : il s'agit donc de la direction (1,0,-1,0). Le plan perpendiculaire au vecteur de Burgers  $\mathbf{c} + \mathbf{a}_2$  a été tracé sur la projection stéréographique d'une part et grisé sur le prisme d'autre part. Les plans pyramidaux dans lesquels cette dislocation peut glisser sont notés  $\Pi\mathbf{a}$  et  $\Pi\mathbf{b}$ . En prenant des directions situées à 90° de ces pôles dans le plan normal à  $\mathbf{c} + \mathbf{a}_2$  que nous venons de tracer, nous trouvons les directions  $\perp \Pi\mathbf{a}$  et  $\perp \Pi\mathbf{b}$  des segments d'orientation coin situés dans ces plans pyramidaux. Nous pouvons constater que les segments rectilignes situés hors du plan de base prennent une orientation voisine de  $\perp \Pi\mathbf{a}$ . On remarque aussi en A, que ce segment de dislocation prend une courbure sous l'effet de la contrainte locale dans son plan de glissement pyramidal. On remarquera aussi en C la présence de plusieurs macro-crans (*macrojogs*) constituant des marches d'orientation parallèle au plan basal et vraisemblablement formés par le passage de dislocations de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}_1$ . Ces configurations pure coin, constituées au mieux de 2 segments glissiles (ceux situés dans les plans pyramidaux) et d'un segment sessile apparaissent donc comme des configurations auto-bloquantes, assez insensibles à la fois aux contraintes locales et au passage de systèmes de glissement de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}_1$ .





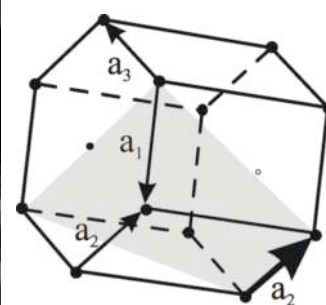
a)



$$g = (-1, 0, 1)$$

1  $\mu\text{m}$ 

b)



$$g_s = (-1, 1, 0, -1)$$

1  $\mu\text{m}$

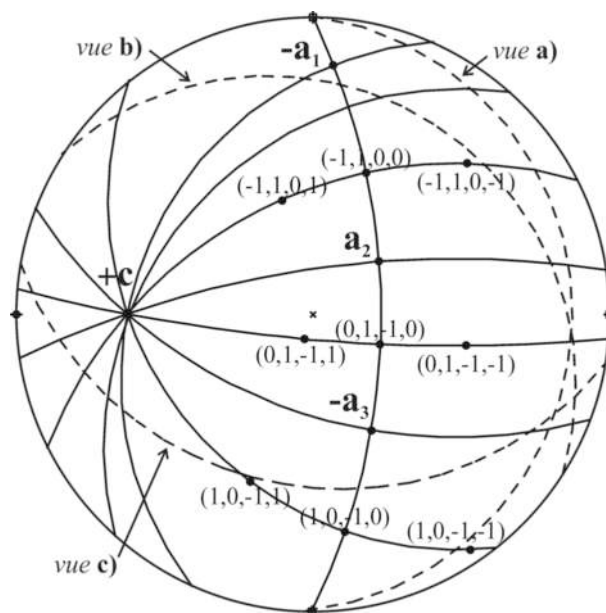
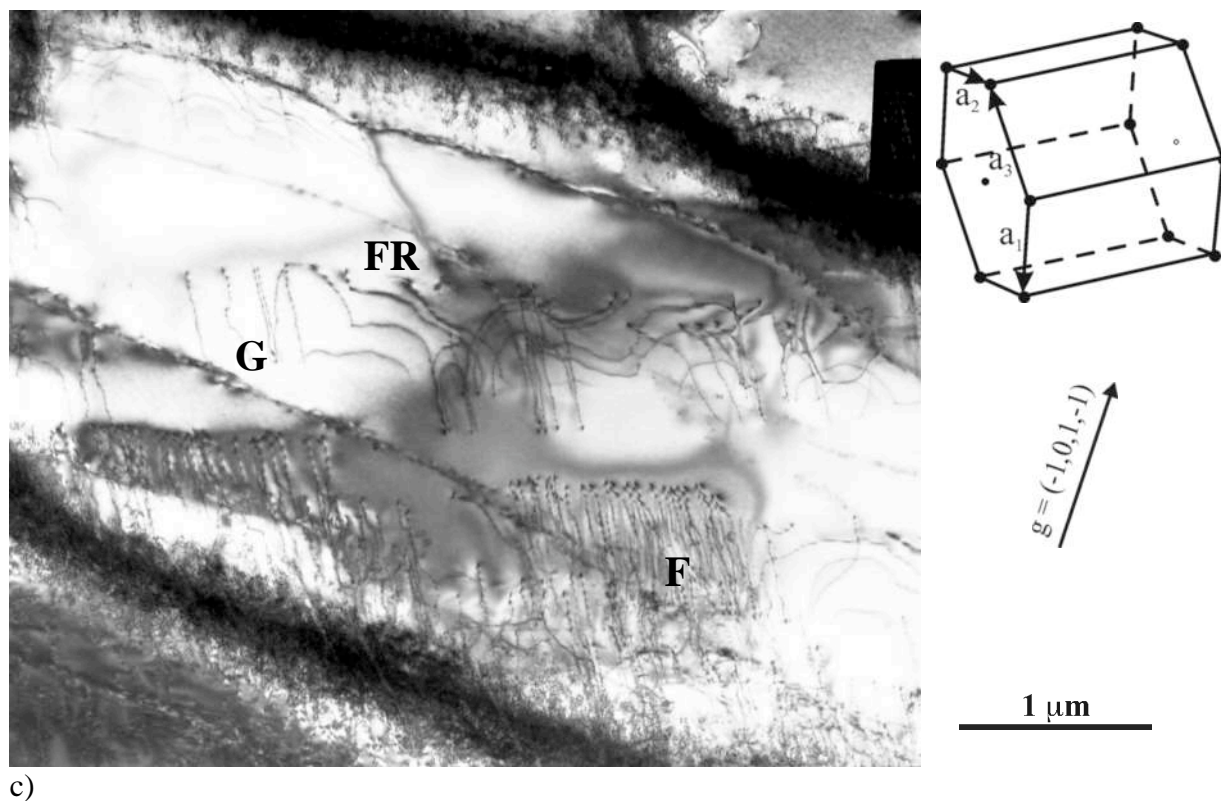


Figure V-24 : Micrographies MET sous différents  $g$  de la troisième zone examinée après relaxation à 400°C.  $\epsilon_{p\ cum} = 2\%$  ;  $\sigma_{finale} = 590\text{ MPa}$ .

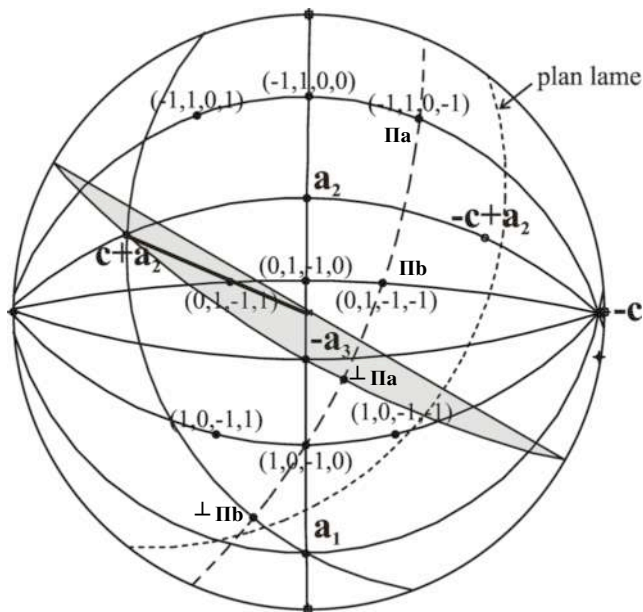
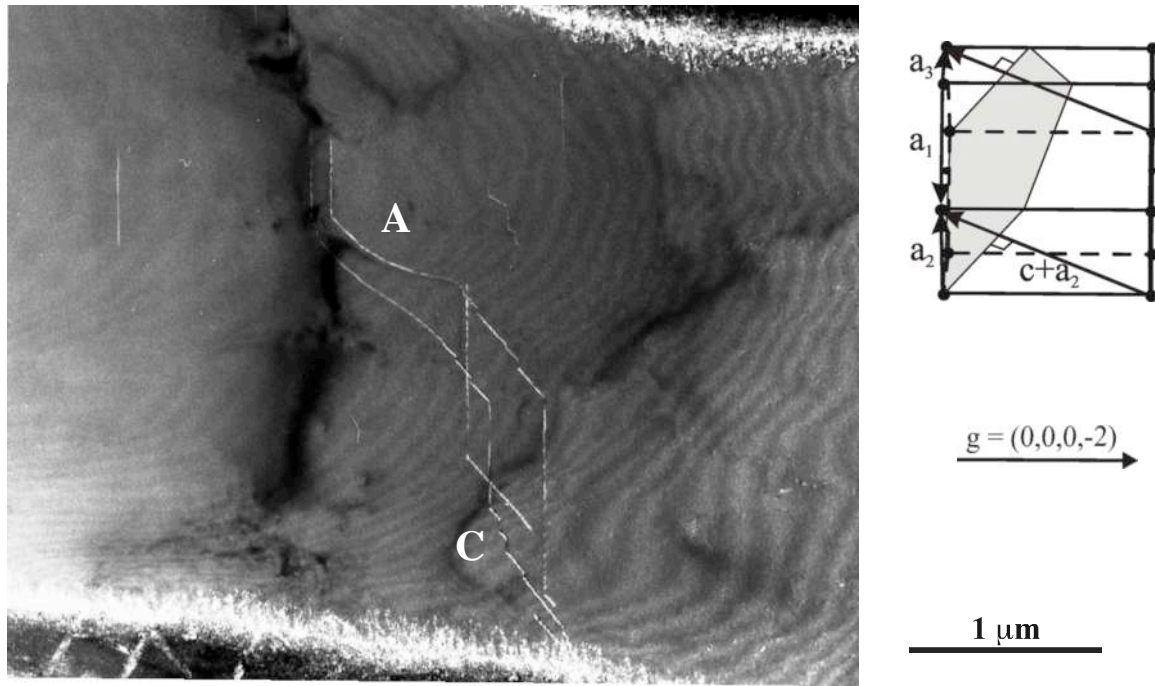


Figure V-25 : Micrographie MET (faisceau faible) d'une configuration particulière de la troisième zone examinée après relaxation à 400°C.  $\epsilon_{p\ cum} = 2\%$  ;  $\sigma_{finale} = 590\text{ MPa}$

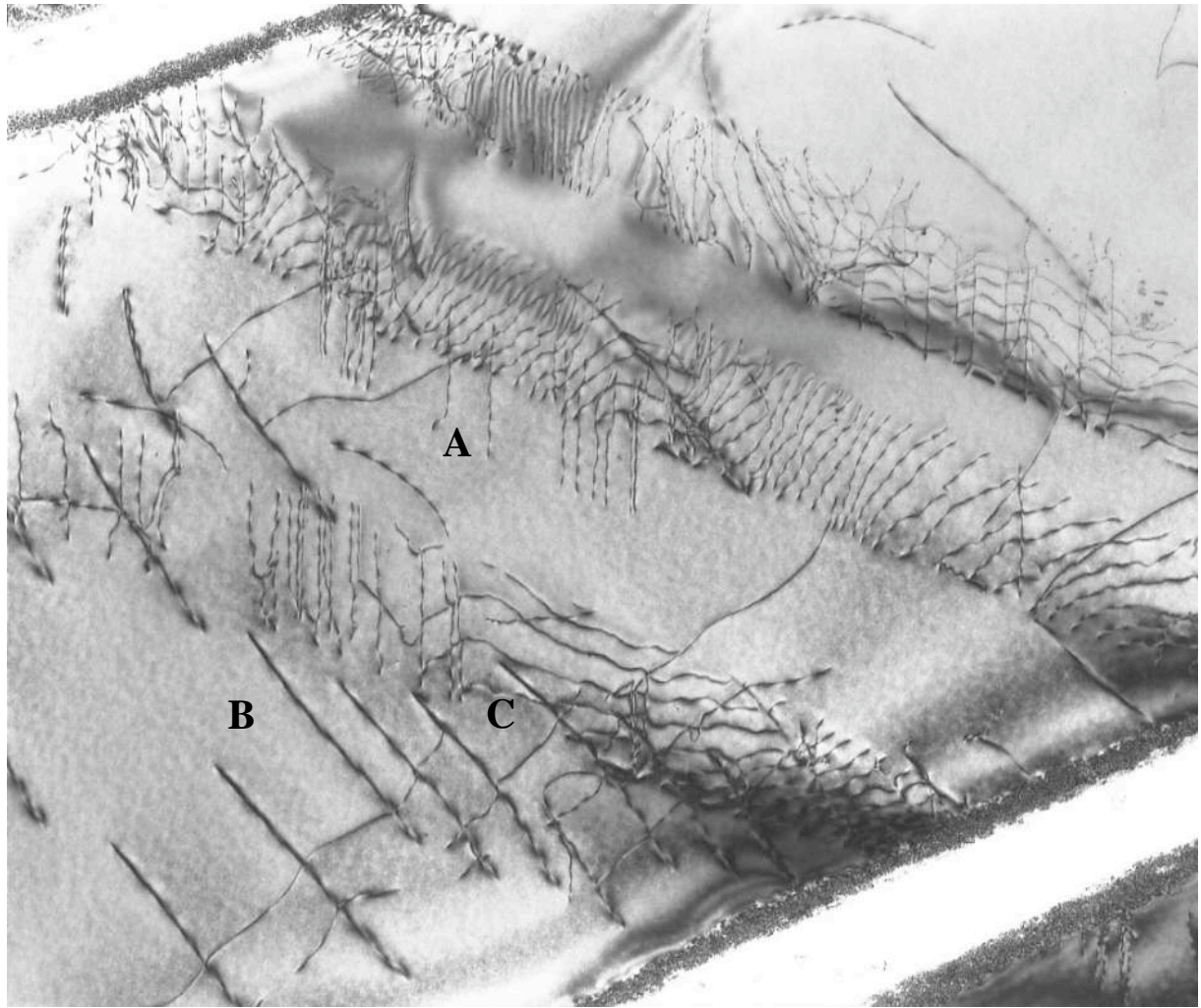
### V.5.b. Examen de l'échantillon recuit 400°C / 48 heures

Contre toute attente, les configurations de dislocations rencontrées dans cet échantillon longuement vieilli sans contrainte appliquée ne présentent pas que des caractères de blocage évident. Bien au contraire, ainsi que le montre la figure V-26, de nombreux empilements de dislocations vis sont encore visibles. Ils traversent la latte de part en part, sont de type  $a_3$  dans le plan basal. De nombreuses configurations de tête, avec des arcs de dislocations en position vis y sont également présents. De nouveaux empilements du même type semblent même en cours de création au centre de la latte comme en A par exemple : un arc coin vient de passer au centre (schéma 1), laissant derrière lui deux dislocations vis rectilignes  $V_{13}$  et  $V_{14}$  qui, par glissement, viendront se rapprocher des trois paires ( $P_1, \dots$ ) déjà présentes à quelques centaines de nm de là. Noter que ce double empilement symétrique n'a pas encore rencontré d'obstacles macroscopiques, tout au moins dans la zone d'observation, et peut donc être considéré en position d'équilibre. Le regroupement des dislocations de tête par paires (comme  $P_1, P_2$ ) révèle la difficulté de propagation des dislocations dans un cristal ordonné par le recuit (Castany, 2007). On note par ailleurs que la configuration de tête de gauche a déjà changé sensiblement de plan atomique et se trouve ainsi légèrement décalé vers l'arrière de la trace principale : ceci a pu se produire par glissement dévié par un plan pyramidal, du fait que ces segments sont en orientation strictement vis.

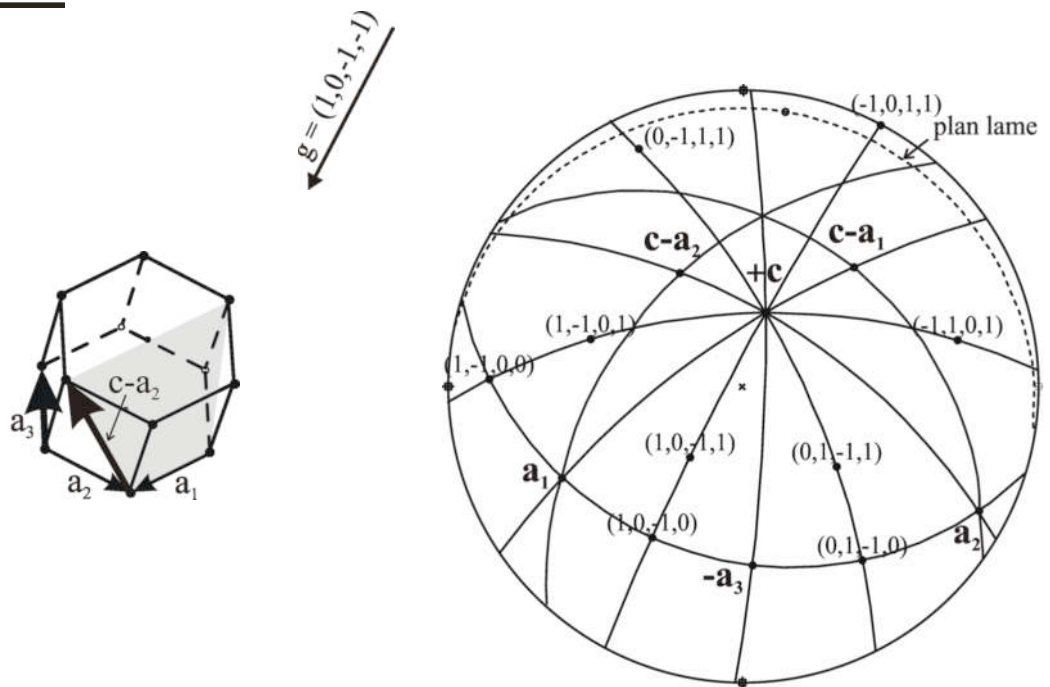
Vers le bas de l'image, des dislocations rectilignes présentant un contraste plus marqué peuvent être rassemblées sous forme de deux groupes de trois en B et C, le second moins visible parce qu'imbriqué dans une source de dislocations  $a_3$  (schéma 2). De vecteur de Burgers  $c-a_1$ , elles se déploient dans un des plans pyramidaux dont elle dispose : le plan [10-11] désigné par  $\Pi_{(c-a1)}$  dont la trace, intersection avec la lame mince, est incliné à 30° de l'horizontale vers le bas et la droite. On remarque que ces traces sont parallèles à celles du plan basal, ce qui semble indiquer que la projection stéréographique présenterait une orientation erronée d'une dizaine de degrés pour cette latte particulière. L'identification du vecteur de Burgers de cette famille de dislocations reste ambiguë, du fait qu'aucune extinction d'image ne s'est produite sur trois micrographies d'orientations différentes. On a cependant retenu ici l'interprétation la plus vraisemblable. La configuration D dans laquelle les deux dislocations présentent une courbure significative confirme qu'il s'agit de dispositions en cours d'évolution, les dislocations recherchant leur position d'équilibre. Les autres dislocations de cette famille sont situées à une dizaine de degrés de la position coin pure.

Dans la même partie basse de la micrographie apparaissent de longues dislocations (plusieurs  $\mu\text{m}$ ) légèrement courbes et s'appuyant sur les configurations décrites précédemment. Elles peuvent être identifiées comme des dislocations de vecteur de Burgers  $c - a_2$ , en position coin dans leur plan de glissement pyramidal  $\Pi_{(c-a2)}$  d'indices (01-11), ce qui correspond bien à une direction contenue dans le plan de la lame, comme on le vérifie sur la projection stéréographique.





1 μm



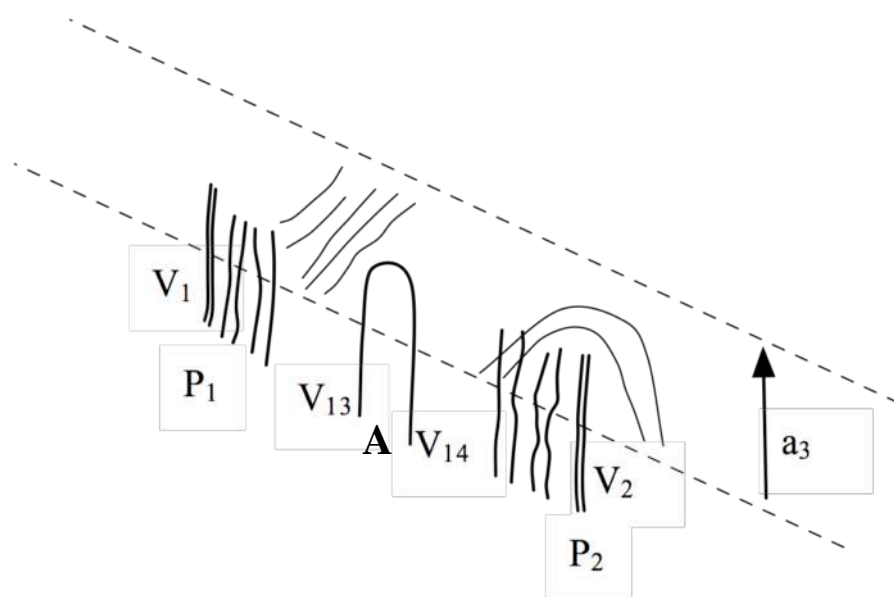


Schéma 1

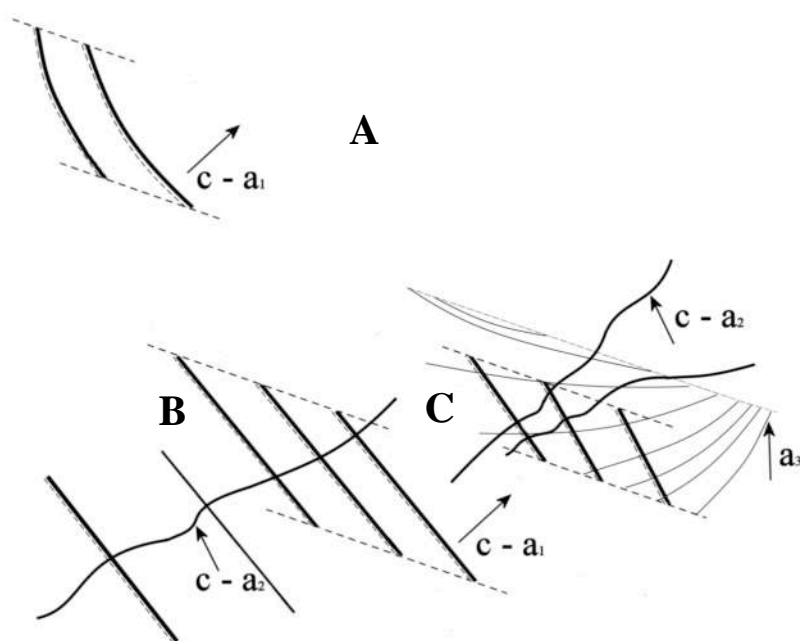


Schéma 2

Figure V-26 : Micrographie MET ; échantillon recuit à 400°C pendant 48 h après relaxation à 400°C.  $\epsilon_{p\ cum} = 2\%$  ;  $\sigma_{finale} = 590\ MPa$ .

Enfin, les multipôles coin de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}_1$  déjà rencontrés à cette température après déformation plastique sont toujours présents après un recuit de 400°C / 48 h. La figure V-27 est une micrographie prise dans la même latte que la figure précédente et avec le même plan diffractant. On y voit un multipôle de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}_3$  et ses liens avec les dislocations coin de même vecteur de Burgers situées dans son voisinage.

**En conclusion, le réarrangement des dislocations est important au cours de ce vieillissement, et de nombreuses dislocations sont orientées dans leur position d'énergie minimale, c'est-à-dire en position stricte ou voisine de coin. Cependant, sont encore présentes en grand nombre dans les lattes de phase  $\alpha$ , des sources de Frank-Read de dislocations de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}_1$ , probablement très actives sous l'effet des contraintes internes de compression très élevées puisque le vieillissement a eu lieu sans contrainte macroscopique appliquée : il y aurait alors un fort effet Bauschinger comme signalé au chapitre précédent dans le Ti-6242, ou aussi décrits et modélisés dans d'autres matériaux par Taupin (2007). Par ailleurs, l'ancrage d'importantes densités de dislocations coin au cours du vieillissement laisse prévoir l'existence d'un crochet de traction lors du rechargement.**

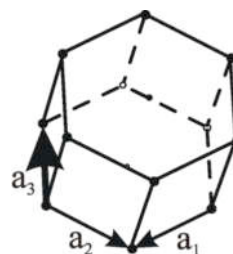
0,25  $\mu\text{m}$  $g = (1, 0, -1, -1)$ 

Figure V-27 : Micrographie MET (faisceau faible) d'un multipôle coin; échantillon recuit à 400°C pendant 48 h après relaxation à 400°C.  $\epsilon_{p\ cum} = 2\%$  ;  $\sigma_{finale} = 590$  MPa.



## V.6. ÉNERGIES ET VOLUMES D'ACTIVATION

Mise en garde : on a vu dans ce qui précède que, dans le corps de l'éprouvette dont l'extensomètre mesure la déformation et la vitesse de déformation globales, deux modes plastiques pouvaient être simultanément actifs : le *mode friction* et le *mode traînage*. Des précautions particulières doivent donc être prises à chaque température pour s'assurer qu'un seul des deux mécanismes est, soit présent, soit majoritairement dominant dans l'éprouvette au moment de la mesure. Par ailleurs, dans le cas où l'on a l'intention de mesurer une **énergie d'activation**, il est également indispensable de vérifier que les mesures de vitesse effectuées à des températures différentes portent bien sur le même mécanisme. De la même façon, pour la mesure d'un **volume d'activation**, il faudra s'assurer que le même mode plastique est, soit présent, soit dominant, aussi bien avant qu'après le saut de contrainte.

Après avoir décrit notre mode opératoire expérimental portant essentiellement sur les essais de relaxation à différentes températures et différentes contraintes, nous présenterons les résultats obtenus. Ensuite, nous les comparerons avec ceux déjà publiés dans la littérature et discuterons de leur interprétation.

### V.6.a. Mesures effectuées entre 600°C et 400°C sous différentes contraintes

Il est important de constater que les essais de relaxation, lorsqu'ils sont dépouillés dans le diagramme  $\log(\dot{\epsilon}_p) = f(\sigma)$ , se prêtent particulièrement bien à l'identification du domaine de contrainte, pour une température donnée, dans lequel un mode plastique particulier est actif. Ceci permet alors d'éviter les zones de transition d'un mode à l'autre afin d'effectuer des mesures ayant un sens.

Par exemple, à 600°C, la figure IV-2 fait apparaître un large domaine de contraintes (100 à 400 MPa) et de vitesses ( $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  à  $10^{-9} \text{ s}^{-1}$ ) pour lequel le *mode traînage* est le seul actif. La pente de cette courbe unique, ne dépendant ni de la déformation plastique cumulée, ni de la vitesse de mise en charge de l'essai, caractérise donc clairement la viscosité du processus dominant la plasticité ou bien encore son volume d'activation, donné par l'expression :

$$V_a = RT \left( \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_p}{\partial \sigma} \right)_{T, \epsilon_p, \mu S} \quad (\text{Eq. V-2})$$

Dans le domaine où cette courbe maîtresse est unique, on pourra relever à 600°C, pour des contraintes également atteintes à 500°C, comme 350 et 450 MPa, des valeurs de la vitesse de déformation plastique : elles ont été rapportées dans le tableau V-1. En les comparant avec celles relevées sous les mêmes contraintes à 500°C, (figure IV-13), on pourra en déduire des valeurs de l'énergie d'activation apparente du processus, donnée par l'expression :

$$\Delta H_a = RT^2 \left( \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_p}{\partial T} \right)_{\sigma, \epsilon_p, \mu S} \quad (\text{Eq. V-3})$$

Tableau V-1 : Vitesses d'écoulement plastique mesurées sur les essais de relaxation à  $\epsilon_p=0,2\%$ , et valeurs de  $\Delta H_a$  et  $V_a$  qui en découlent.

	600°C $\epsilon_p = 0,2\%$	$\Delta H_a$ (kJ/mole)	500°C $\epsilon_p = 0,2\%$	$\Delta H_a$ (kJ/mole)	400°C $\epsilon_p = 0,2\%$
<b>350 MPa</b>	$3,5 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$	<b>330</b>	$1,5 \cdot 10^{-9} \text{ s}^{-1}$	<b>84</b>	$1,5 \cdot 10^{-10} \text{ s}^{-1}$
<b>450 MPa</b>	$6 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$	<b>320</b>	$1,5 \cdot 10^{-8} \text{ s}^{-1}$	<b>140</b>	$8 \cdot 10^{-10} \text{ s}^{-1}$
<b>600 MPa</b>	$3,3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	<b>300</b>	$10^{-6} \text{ s}^{-1}$	<b>217</b>	$10^{-8} \text{ s}^{-1}$
<b>0,2%</b>	<b>0,330 nm<sup>3</sup>/at</b>		<b>0,310 nm<sup>3</sup>/at</b>		<b>0,171 nm<sup>3</sup>/at</b>

Tableau V-2 : Vitesses d'écoulement plastique mesurées sur les essais de relaxation à  $\epsilon_p=1,6\%$ , et valeurs de  $\Delta H_a$  et  $V_a$  qui en découlent.

	600°C $\epsilon_p = 1,6\%$	$\Delta H_a$ (kJ/mole)	500°C $\epsilon_p = 1,6\%$	$\Delta H_a$ (kJ/mole)	400°C $\epsilon_p = 1,6\%$
<b>350 MPa</b>	$5 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$	<b>406</b>	$7 \cdot 10^{-10} \text{ s}^{-1}$		
<b>450 MPa</b>	$6 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$	<b>476</b>	$3 \cdot 10^{-9} \text{ s}^{-1}$	<b>100</b>	$3 \cdot 10^{-10} \text{ s}^{-1}$
<b>600 MPa</b>	$10^{-4} \text{ s}^{-1}$	<b>500</b>	$3 \cdot 10^{-8} \text{ s}^{-1}$	<b>117</b>	$2 \cdot 10^{-9} \text{ s}^{-1}$
<b>1,6 %</b>	<b>0,250 nm<sup>3</sup>/at</b>		<b>0,164 nm<sup>3</sup>/at</b>		<b>0,120 nm<sup>3</sup>/at</b>

**Note:** les valeurs de vitesses de déformation plastique écrites en italiques ont été obtenues par extrapolation linéaire des pentes des courbes de relaxation afin d'obtenir des valeurs correspondant aux niveaux de contrainte retenus.

Enfin, à 400°C, en effectuant sur la figure V-3 des mesures de pente semblables aux mesures précédentes, on obtiendra une évaluation du volume d'activation, et en relevant les vitesses de déformation sous plusieurs contraintes comme 450 MPa et 600 MPa, on obtiendra, par comparaison avec les valeurs obtenues à 500° C, une évaluation des énergies d'activation mises en jeu dans ce domaine de température. Il est important de noter qu'à cette température, la pente des courbes de relaxation (figure IV-13), donc les volumes d'activation pour la restauration en *mode traînage* sont initialement forts et décroissent avec la déformation plastique cumulée. Par conséquent, nous établirons un second tableau pour une valeur plus élevée de la déformation plastique cumulée (tableau V-2 pour  $\epsilon_{p \text{ cum}} = 1,6\%$ ). Cette variation du volume d'activation apparent avec la déformation plastique cumulée a été observée à de nombreuses reprises, et est généralement attribuée à l'effet de l'augmentation de la densité de dislocations provoquée par l'écroutissage (Rhode, 1973).

De même, si l'on considère les variations de l'énergie d'activation apparente avec la contrainte imposée, on constate qu'à 600°C, ce volume décroît avec la contrainte appliquée  $\sigma$ , ce qui est conforme à la règle de partition de l'énergie d'activation thermique apparente  $\Delta H_a$  et de l'énergie mécanique  $\sigma V_0$  nécessaires au franchissement d'un obstacle de hauteur énergétique totale  $\Delta H_0$  selon l'expression:

$$\Delta H_a = \Delta H_0 - \sigma V_0 \quad (\text{Eq. V-4})$$

Par contre, pour une déformation plastique cumulée plus importante (tableau V-2), dès que l'on pénètre dans le domaine de l'anomalie (500°C et au dessous), l'énergie d'activation apparente croît avec la contrainte appliquée (et ceci est vrai à toutes températures). Or, ce résultat est en contradiction avec la loi d'activation thermique rappelée ci-dessus (Eq. V-4). Ceci pourrait être interprété comme l'effet de valeurs négatives du volume d'activation apparent; nous préférons l'interpréter comme un décalage des courbes de relaxation vers de plus hautes valeurs de la contrainte appliquée qui résultent d'une restauration moins efficace dès l'apparition des phénomènes de traînage dynamique (figure IV-13). En effet, les courbes de relaxation successives présentent bien des pentes positives qui sont donc associées à des volumes d'activation positifs, mais elles se décalent vers des valeurs qui croissent à chaque mise en charge, ce qui n'était pas le cas à 600°C. Force est de constater que les microstructures internes à l'échantillon se consolident à chaque mise en charge : par conséquent, l'hypothèse de constance de la microstructure lors de la dérivation est violée pour la plupart des intervalles, soit de contrainte, soit de température, proposés dans les tableaux V-1 et V-2. Il semble donc raisonnable d'attribuer les variations constatées de ces deux paramètres aux importantes variations de microstructure que connaît le matériau.

Une autre analyse des résultats présentés dans les tableaux V-1 et V-2 consiste à constater qu'indépendamment de la valeur de la déformation plastique cumulée, les volumes d'activation apparents pour la plasticité décroissent lorsque la température s'abaisse au lieu de croître comme c'est le cas dans les matériaux normaux. Dans ces derniers, les mécanismes moins « visqueux » viennent se substituer à basse température aux mécanismes plus visqueux qui contrôlaient la plasticité à plus haute température. Ici, lorsque le matériau entre, par décroissance de la température, dans le domaine où la diffusion des atomes de soluté ralentit le déplacement des dislocations, l'activation thermique apporte une contribution plus efficace à la diffusion des espèces qui abaisse la mobilité des dislocations, qu'elle ne le fait en faveur du franchissement d'obstacles, ce qui augmenterait cette mobilité. La viscosité des événements plastiques augmente donc lorsque la température s'abaisse et l'énergie d'activation croît lorsque la contrainte croît puisque la force de traînage augmente avec la vitesse.

Si cette approche est plus facile à appréhender, c'est parce qu'elle se réfère à des mécanismes physiques simples souvent évoqués dans la littérature, comme le traînage de solutés qui provoque une montée rapide de la viscosité lorsque la température s'abaisse ou la vitesse augmente. Cependant, cette interprétation conduit à un passage micro-macro beaucoup trop naïf. D'ailleurs, les valeurs des volumes d'activation mesurées expérimentalement ne

permettent pas de le conforter : celles-ci sont beaucoup trop importantes pour caractériser la diffusion à très courte distance des atomes de soluté vers les dislocations mobiles (quelques  $b^3$  au plus). Il est préférable d'avoir recours à l'interprétation précédente basée sur le mouvement coordonné d'ensemble de dislocations en régime de traînage, soit au cours de l'écroutissage (multiplication des dislocations lors d'un chargement), soit au cours de la restauration (élimination des dislocations pendant la relaxation).

### V.6.b. Comparaison avec les mesures rapportées dans la littérature.

L'énergie de liaison entre l'atome d'oxygène et celui du titane est donné par Conrad (1981) pour environ 240 kJ/mole. Les valeurs de l'énergie d'activation pour la diffusion de l'oxygène en volume dans le titane, qu'il rassemble à partir d'une étude bibliographique, la situe entre 200 et 243 kJ/mole. Il montre que ces deux énergies sont bien équivalentes. Enfin, ces valeurs qui paraissent inférieures de 30% à celles que nous avons mesurées dans l'alliage Ti 6242, proviennent de mesures effectuées dans le titane pur. Or l'alliage Ti 6242 contient dans sa phase  $\alpha$  de nombreux éléments en solution solide dont l'énergie de liaison avec l'oxygène modifie significativement la mobilité de cet interstitiel.

Conrad trouve pour l'hydrogène, qui diffuse à beaucoup plus basse température, une valeur moyenne de 50 kJ/mole, et pour le carbone, une valeur intermédiaire de 190 kJ/mole.

À partir de ces éléments et du coefficient de diffusion  $D_0$  qu'il donne également, on peut estimer à différentes températures et pour chacun de ces éléments interstitiels, une distance de diffusion par seconde donnée par la relation  $d = \sqrt{Dt}$ . Ces valeurs sont rassemblées dans le tableau V-3 et donne une bonne idée de la vitesse de diffusion des atomes vers les coeurs de dislocations coin par exemple. Il faut cependant remarquer que ces valeurs, qui correspondent à la diffusion en volume dans un cristal sans défaut (ni linéaire, ni surfacique), doivent être multipliés par un facteur 100 à 1000 au voisinage immédiat du coeur des dislocations (une dizaine de  $b$ ), du fait des distorsions de réseau associées à la présence d'une dislocation.

Il est intéressant par ailleurs d'évaluer la vitesse de propagation d'une dislocation, dans l'hypothèse d'une plasticité homogène et d'un déplacement uniforme  $v$ , d'une densité  $\rho$  de dislocations. À 400°C, nous avons vu (figure V-6) qu'en *mode traînage*, la vitesse de déformation plastique est de l'ordre  $10^{-8} \text{ s}^{-1}$ . Si nous considérons une densité moyenne de 1 dislocation par  $\mu\text{m}^2$ , ( $10^{12}/\text{m}^2$ ), de  $\dot{\epsilon}_p = \rho bv$ , il vient donc :

$$v = \frac{10^{-8}}{10^{12} \times 2,95 \cdot 10^{-10}} \text{ m s}^{-1} = 3,4 \cdot 10^{-11} \text{ m s}^{-1} \quad \text{avec } b = 2,95 \cdot 10^{-10} \text{ m}$$

c'est à dire une vitesse moyenne proche de l'Angstrom/s. Si l'on admet, comme on le verra plus précisément au chapitre VIII, que le maximum de l'effet de traînage dû à l'oxygène se situe vers 400°C (673K), on trouve bien une vitesse de diffusion de cet élément présentant le même ordre de grandeur. De la même façon, en prenant ce critère de diffusion pour l'élément

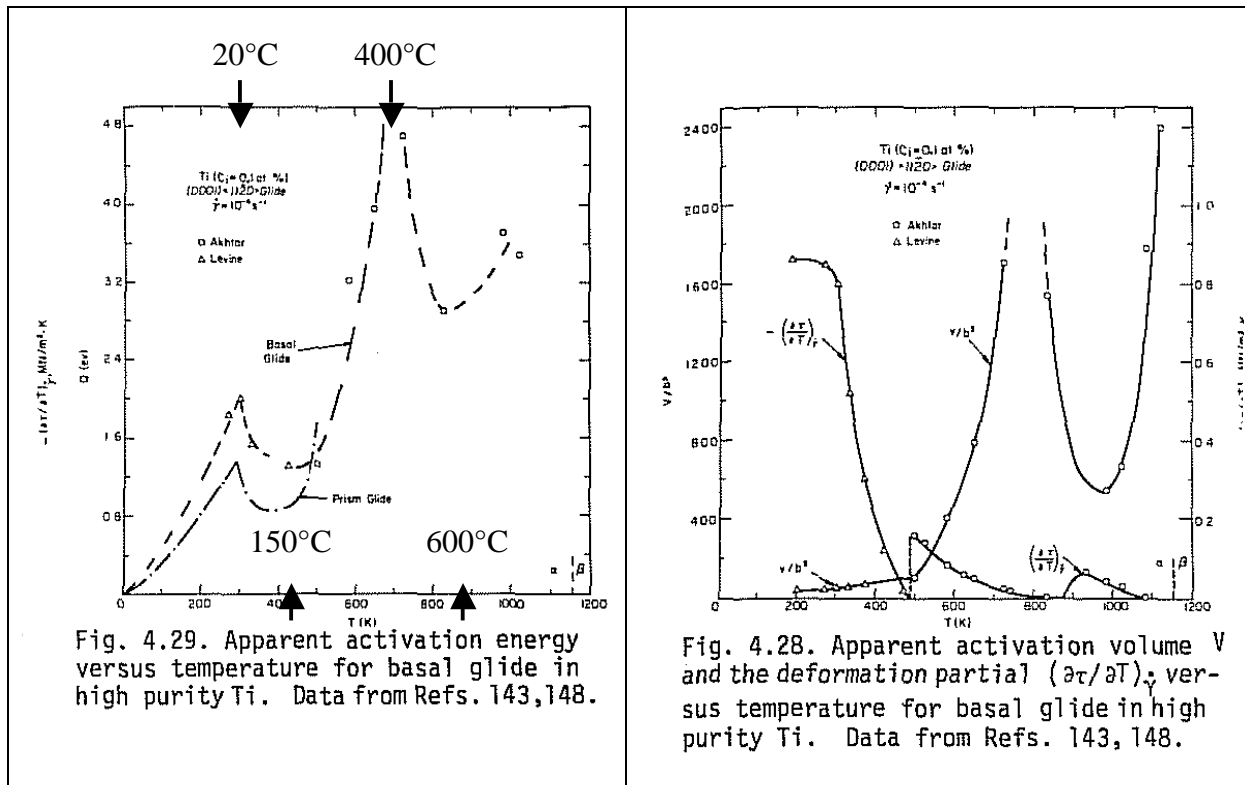
interstitiel, le pic d'effet du carbone se situe vers 300°C, et celui de l'hydrogène n'apparaît qu'au dessous de -100°C. En fait, on verra également au chapitre VIII que cet élément joue, à température ambiante, un rôle stimulateur sur la mobilité des dislocations, en particulier dans la phase  $\beta$ , comme l'a bien démontré le travail de F. Mignot (2003).

Tableau V-3 : Coefficients et vitesses de diffusion d'éléments interstitiels à diverses températures dans le titane (d'après les données de Conrad, 1981)

		600°C 873 K	400°C 673 K	300°C 573 K	150°C 423 K	20°C 293 K	-100°C 173 K
O <sub>2</sub>	D (cm <sup>2</sup> /s)	5,8.10 <sup>-15</sup>	3,3.10 <sup>-19</sup>	2.10 <sup>-22</sup>	5,6.10 <sup>-30</sup>		
	d/s (nm/s)	0,76	5,8.10 <sup>-3</sup>	1,4.10 <sup>-4</sup>	2,4.10 <sup>-8</sup>		
C	D (cm <sup>2</sup> /s)	2,2.10 <sup>-11</sup>	9,1.10 <sup>-5</sup>	2,4.10 <sup>-17</sup>	2,3.10 <sup>-23</sup>	6,8.10 <sup>-34</sup>	
	d/s (nm/s)	47	0,95	0,05	4,8.10 <sup>-5</sup>	2,6.10 <sup>-10</sup>	
H <sub>2</sub>	D (cm <sup>2</sup> /s)				9,3.10 <sup>-9</sup>	1,6.10 <sup>-11</sup>	1,04.10 <sup>-17</sup>
	d/s (nm/s)				965	40	0,032

Par ailleurs, Conrad rapporte des valeurs de l'énergie d'activation pour le glissement basal dans le Ti pur dans une très large gamme de température s'étendant de 0 K à 1000 K (figure V-28a). On y retrouve vers 20°C et 400°C les deux discontinuités évoquées au paragraphe précédent, températures pour lesquelles l'énergie d'activation prend des valeurs qui tendent vers l'infini (flèches). Cependant, si l'on considère les seules valeurs pouvant avoir une signification physique, c'est-à-dire celles des minima situés vers 150°C et 600°C, elles se situent respectivement vers 1 eV et environ 3 eV, soit 100 kJ/mole et 300 kJ/mole ( $1 \text{ eV/at} = 96,4 \text{ kJ/mole}$ ). Ces valeurs obtenues à partir d'essais mécaniques se rapprochent des valeurs que nous avons mesurées sur le Ti-6242. Elles se situent au-dessus des valeurs précédentes qui font appel à des mesures d'énergie de liaison et de diffusion.

De la même manière, si l'on considère les mesures de volume d'activation rapportées par les mêmes auteurs ayant effectué des essais de glissement basal dans le titane pur (figure V-28b), elles présentent les mêmes anomalies, avec des valeurs tendant vers l'infini vers 20°C et 500°C. Par contre, il apparaît bien que même les valeurs minimales obtenues respectivement pour les minima situés vers 200°C et 600°C atteignent des valeurs très élevées : 150 b<sup>3</sup> et 600 b<sup>3</sup> avec b<sup>3</sup> = 25 Å<sup>3</sup> pour le titane. Ces valeurs sont considérablement plus élevées que celle rapportées dans cette étude à partir de mesures effectuées sur des essais de relaxation.



a) Energie d'activation

b) Volume d'activation

Figure V-28 : Energie et volume d'activation pour le glissement basal dans le titane pur de 0 K à 1000 K (d'après Conrad, 1981)

### V.7. FLUAGE A 400° C

Trois essais de fluage ont été réalisés sous des contraintes respectives de 600, 620 et 640 MPa à la température de 400° C.

Pour les contraintes de 600 MPa et 620 MPa, les déformations plastiques de mise en charge sont respectivement de 1,8% et 4,8%, elles se prolongent par un fluage primaire de très faible amplitude (0,1% à 0,2 %) au cours des 200 à 300 premières heures et se terminent sur un « blocage du fluage » : absence totale de déformation plastique pendant des milliers d'heures comme il a été montré pour le zirconium (Pujol, 1994). Ici, les essais ont été interrompus à moins d'un millier d'heures.

Quant à l'essai sous 640 MPa (soit une contrainte de 3% supérieure à la précédente), aucun stade de fluage stable n'est apparu: une déformation plastique de mise en charge très importante (supérieure à 8 %) a conduit directement à la rupture de l'éprouvette.

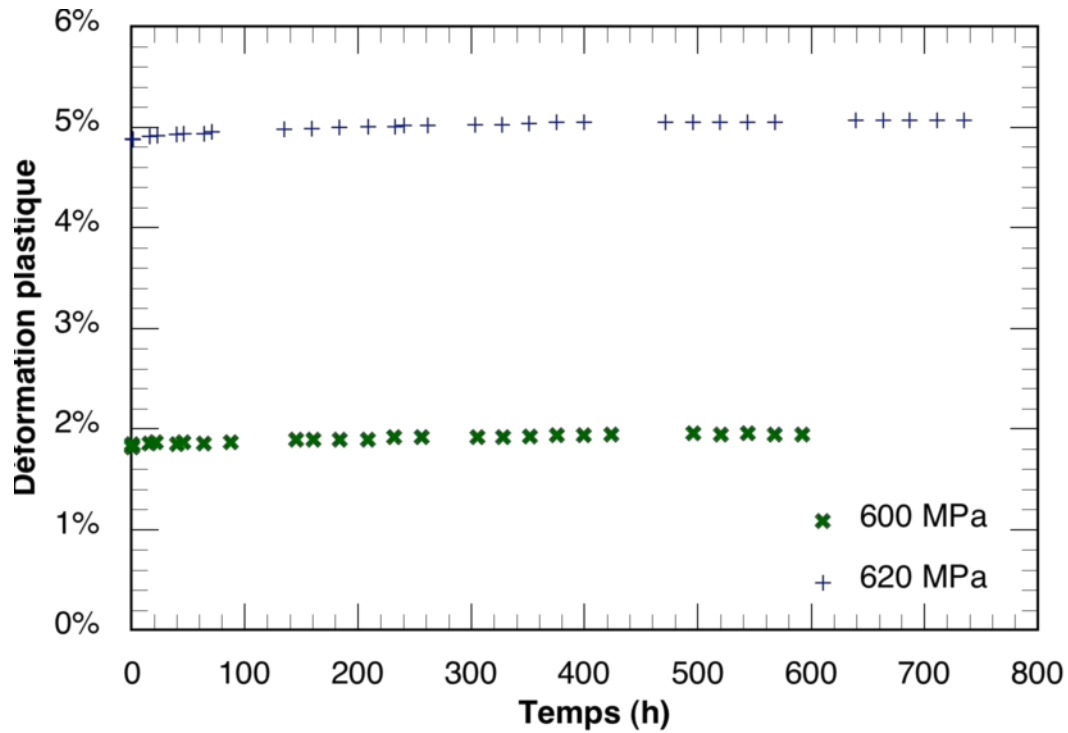


Figure V-29 : Essais de fluage à 400°C. Microstructure AA, prélèvement tangentiel. Evolution de la déformation plastique en fonction du temps.

Ces essais mettent donc clairement en évidence l'instabilité au fluage de ce type de matériau : à cette température, au-delà d'une limite d'élasticité tangente de 420 MPa (avec  $\sigma_{0,2\%} = 520$  MPa, figure V-1), sous des contraintes capables de provoquer plusieurs % de déformation plastique de mise en charge, une courte période de fluage primaire (<100h) à vitesse d'écoulement décroissante apparaît, à la suite de laquelle, soit l'écoulement plastique s'arrête totalement, soit pour 5 à 10 MPa de plus, vers 630 MPa, la vitesse de déformation plastique ne cesse d'augmenter et l'éprouvette est conduite à la rupture en très peu de temps.



## V.8. CONCLUSIONS

### V.8.a. Essais mécaniques

Les courbes de traction à 400°C présentent un crochet, ainsi que le plus fort taux d'écrouissage de la gamme de température explorée. Les bandes PLC qui apparaissent dès le début de l'essai provoquent de fines serrations de type mixte A + B.

Lors d'un rechargement lent à  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$  faisant suite à plusieurs cycles chargement-relaxation sans déchargement intermédiaire, le crochet de traction et son palier de contrainte décoré de serrations disparaissent pour laisser place à une courbe d'apparence lisse sous une contrainte d'écoulement qui prend et conserve une valeur maximale. Malgré les apparences, un examen détaillé des courbes de mise en charge montre que les soudaines bouffées d'activité plastique (*strain bursts*) subsistent, mais à une échelle microscopique aussi bien pendant la phase de mise en charge que pendant la phase de relaxation. Une coordination temporelle (et éventuellement spatiale) les organise pour assurer un flux plastique apparemment continu provoquant des cycles chargement/déchargement de très faible amplitude ( $\Delta\sigma \approx 0,2 \text{ MPa}$  à 400°C). À cette échelle, la présence de ces avalanches localisées et leur distribution ne désorganise pas la résistance mécanique globale du matériau qui ne présente donc pas de déconsolidation à l'échelle macroscopique et impose même une contrainte d'écoulement macroscopique plus élevée qu'à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

Par contre, lors d'un rechargement à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (sans déchargement préalable), le matériau devient le siège d'accidents violents de déconsolidation ( $\Delta\sigma = 25 \text{ MPa}$ ) suivis de rechargements et se prolongeant par d'autres cycles de moindre amplitude mais d'égale période :  $\sim 5 \text{ s}$ . Dans ce domaine de températures et de vitesses de déformation, la sensibilité à la vitesse du matériau est clairement négative ( $\text{SRS} < 0$ ). Comme dans le chargement à plus basse vitesse, la coordination des bouffées de plasticité structure, à grande échelle, le flux plastique macroscopique.

On constate donc que dans son état plastifié, le matériau est, dans ce domaine, au sommet de son durcissement par vieillissement (time hardening). L'ensemble de sa structure devient éminemment instable à toutes les échelles ( $\Delta\sigma$  s'étend de 25 MPa à 0,2 MPa). Le durcissement par vieillissement apporte donc un gain de contrainte d'écoulement intrinsèquement instable puisqu'il peut disparaître brusquement et instantanément à l'occasion d'événements plastiques localisés. La localisation de la plasticité à grande vitesse se propage par avalanches. Par opposition, le durcissement d'écrouissage, qui vient se substituer au durcissement de vieillissement lors de la formation ou du passage d'une bande de déformation plastique, apporte une stabilité intrinsèque au matériau. En durcissant la zone où il s'exerce, il opère un transfert de charges vers les zones voisines qui se désancrent (strain softening) puis s'écrouissent à leur tour. La consolidation du matériau tend alors à s'homogénéiser. L'effet

durcissant de l'écroutissage peut également décroître ou même disparaître par restauration, mais contrairement à la déconsolidation, ce processus est très progressif et dépend fortement de la température.

À 400°C, les capacités de restauration de ce matériau sont très limitées : la faible amplitude de relaxation qu'il présente (10 MPa sur 600 MPa) est suivie d'un blocage strict de la plasticité.

Les deux types de durcissement évoqués au paragraphe précédent peuvent se produire successivement et s'additionner comme lors d'un essai de fluage : l'important écroutissage provoqué par la mise en charge (2 à 5%) est suivi d'un vieillissement des microstructures ainsi créées et conduit à un arrêt complet de la plasticité.

### **V.8.b. Microstructures**

Les dislocations observées dans des lames minces tirées d'éprouvettes soumises à des sollicitations uniaxiales cycliques dans la même direction présentent pour la plupart, des orientations particulières : soit vis, soit coin. Elles apparaissent donc parallèles entre elles et forment souvent des empilements. Les configurations les plus fréquemment observées sont constituées d'empilements denses de très nombreuses dislocations d'orientation vis s'accumulant contre les joints de latte qu'elles ont souvent du mal à franchir, sauf lorsqu'elles empruntent le plan basal. On observe également, dans les plans de glissement, la présence de « configurations de tête », dont la rigidité est beaucoup moins marquée, puisqu'elles tendent à former des arcs en contournant des obstacles extrinsèques. Les segments de tête des sources de Frank-Read apparaissent généralement en orientation coin.

La mobilité des segments coin semble donc plus grande que celle des segments vis, ce qui conduit à des configurations de boucles d'Orowan fortement anisotropes car exagérément allongées dans la direction de leur vecteur de Burgers.

Cependant, ceci n'exclut pas que les dislocations coin puissent à leur tour s'immobiliser puis être ancrées par la ségrégation d'atomes interstitiels. Des enchevêtrements de dislocations coin ont été observés au voisinage immédiat des joints de latte.

Pour des déformations plastiques de 2 à 5%, les interactions entre dislocations du type jonction attractive semblent absentes dans ce type de matériau. La formation de cellules ne semble pas non plus se produire dans des lattes qui ont pourtant une épaisseur d'environ 1  $\mu\text{m}$  et des grands axes de l'ordre de 10 à 30  $\mu\text{m}$ . Par contre, on constate la présence de sous-joints traversant les lattes de part en part et qui préexisteraient à toute déformation plastique.

Les principaux obstacles microstructuraux rencontrés par les dislocations seraient donc les suivants :

- les joints de latte  $\alpha/\beta$  qui sont aussi des sources très efficaces, et bien sûr les couloirs de phase  $\beta$  transformée ( $\beta_T$ ) qui sont très difficilement franchissables.
- les nombreux dipôles et multipôles coin de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}_1$  qui se forment au droit des plans de glissement au cours de la déformation plastique.
- les sous-joints qui contiennent fréquemment des dislocations de vecteur de Burgers  $\mathbf{c} + \mathbf{a}$ . Ces configurations paraissent facilement franchissables.
- les enchevêtrements de dislocations coin qui s'accumulent au voisinage des joints de lattes dont elles réduisent la largeur effective.

Les configurations de dislocations essentiellement mobiles ou facilement mobilisables apparaissent très fréquentes dans ces matériaux, même après un recuit prolongé à 400°C. Ce sont essentiellement des sources de Frank-Read en état d'activité ainsi que les très denses empilements de dislocations vis qu'elles produisent, et qui viennent s'accumuler contre les joints de lattes. Elles ne sont retenues en position d'arrêt que par la contrainte locale appliquée mais peuvent repartir en arrière au moindre fléchissement de celle-ci et à plus forte raison dès son renversement.

### V.8.c. Conclusions générales

Il n'est donc pas surprenant que ce matériau présente un effet Bauschinger très marqué, qui va de pair avec des microstructures facilement renversables.

Dans ce type de matériau, l'écroûissage cinématique est beaucoup plus important que l'écroûissage isotrope, en particulier lors de chargements successifs dans la même direction. Les contraintes internes sont donc très élevées et vraisemblablement aussi les gradients de contrainte et de déformation, du fait de la forte localisation spatiale des événements plastiques. Cependant les recherches effectuées jusqu'à maintenant ne permettent pas de préciser les échelles auxquelles ces hétérogénéités pourraient être constatées.

Si l'on souhaite pallier les conséquences pratiques de cette instabilité mécanique intrinsèque au matériau, il serait intéressant de réduire l'ampleur des avalanches en fractionnant leur distance de coordination. Ceci pourrait vraisemblablement être réalisé par un affinement : par exemple en multipliant à plusieurs échelles les systèmes de rétention et de dispersion de la plasticité et en développant des microstructures de dislocations provenant de sollicitation en fatigue alternée.



## Chapitre VI : DOMAINE DES TEMPERATURES INTERMEDIAIRES DE L'ANOMALIE : 300°C – 200°C

### BLOCAGE DE LA PLASTICITE

Trois types d'essais ont été réalisés, à 300°C seulement :

- des essais de traction à 2 vitesses  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$ , soit au cours d'un même essai sur la microstructure AA, soit au cours de 2 essais distincts sur EH.
- des essais de relaxation de contrainte avec rechargements multiples, sur des éprouvettes des deux microstructures AA et EH, et pour un prélèvement dans la direction tangentielle.
- des essais de fluage avec rechargements, sur des éprouvettes de microstructure AA et de prélèvement tangentiel, et sous des contraintes nominales initiales de 620 et 660 MPa.

### VI.1. ESSAIS DE TRACTION UNIAXIALE

#### VI.1.a. Microstructure AA

Un essai de traction à 300°C avec des sauts de vitesse entre  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  a été réalisé sur la microstructure AA afin d'étudier l'effet de la vitesse de sollicitation à cette température.

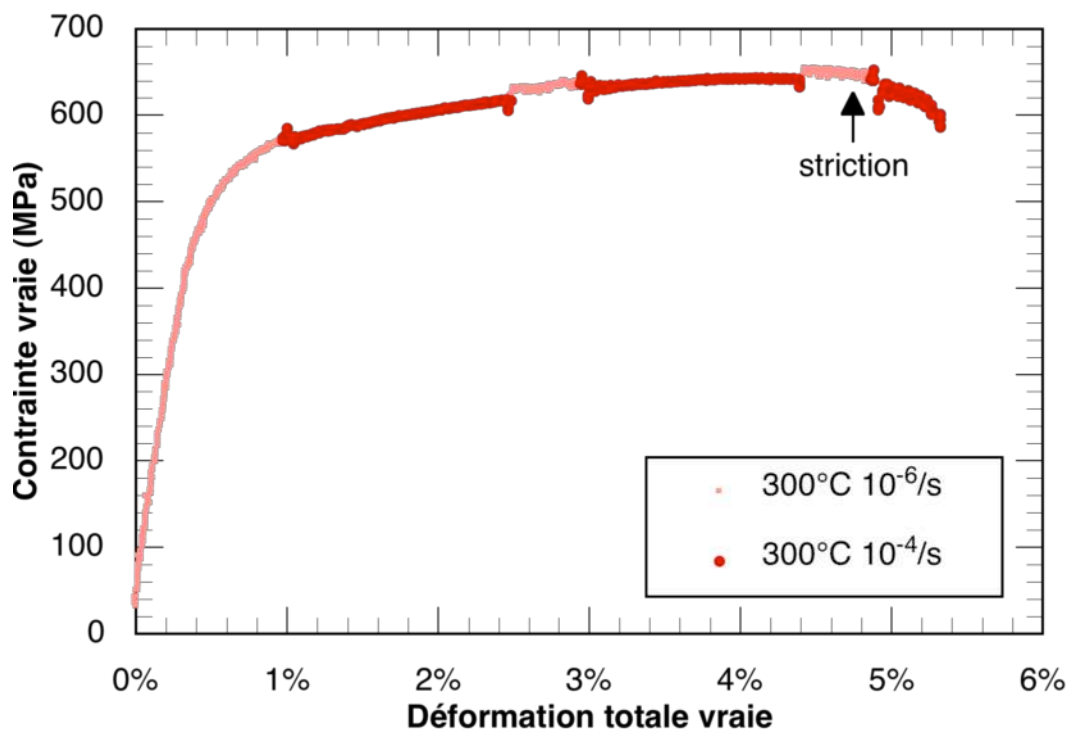


Figure VI-1 : Essai de traction à 300°C avec sauts de vitesse. Microstructure AA, prélèvement tangentiel.

On observe (figure VI-1) une légère sensibilité inverse à la vitesse de sollicitation : la contrainte d'écoulement diminue d'environ 10 MPa lorsque la vitesse croît d'un facteur 100 (soit une SRS de 2,2 MPa).

On remarque également que le crochet de traction initial est franchi à des niveaux de contrainte nominale très faibles (100 MPa) du fait d'un alignement imparfait de l'éprouvette qui subit une composante de flexion lors de la première mise en charge.

### VI.1.b. Microstructure EH

Des essais de traction monotone ont été menés à 300°C sur la microstructure EH pour des vitesses de déformation totale de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$ .

A cette température et dans cette gamme de vitesses, on observe, comme sur la microstructure AA, une légère sensibilité à la vitesse de sollicitation négative d'une valeur d'environ 2,2 MPa.

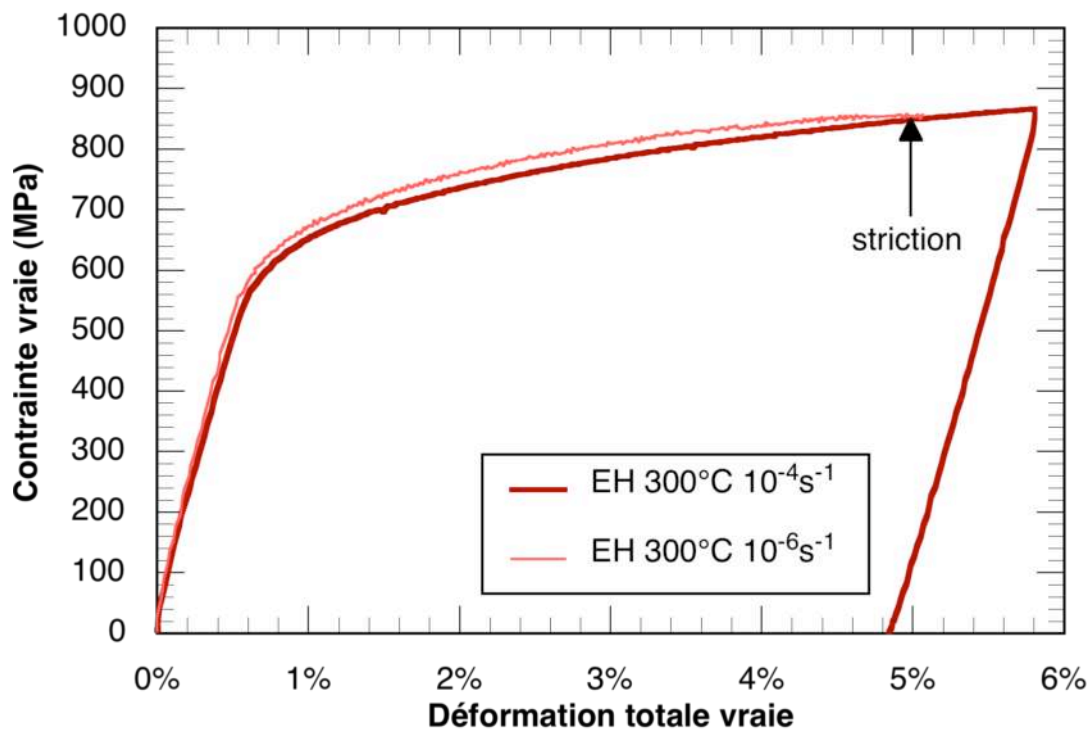


Figure VI-2 : Essais de traction à 300°C sur des éprouvettes de microstructure EH et de prélèvement tangentiel.

Les limites d'élasticité et charge maximale (UTS) à 300°C correspondant à ces 2 microstructures sont rassemblées dans le tableau VI-1.

Tableau VI-1 : Propriétés mécaniques à 300°C

	Microstructure AA	Microstructure EH
<b>Limite d'élasticité tangente</b>	460 MPa	520 MPa
<b>Limite d'élasticité à 0,2 %</b>	540 MPa	615 MPa
<b>Contrainte max. (UTS)</b>	640 MPa	870 MPa

On constate que la microstructure EH, qui est plus fine que la microstructure AA (figure III-2) présente des contraintes d'écoulement supérieures d'environ 40 MPa, ce qui est justifié par la différence de microstructure.

## VI.2. ESSAIS DE RELAXATION AVEC RECHARGEMENTS SUCCESSIFS

Là encore, les essais de relaxation avec rechargements multiples ont été menés sur des éprouvettes de prélèvement tangentiel de microstructure AA (figure VI-3) et EH (figure VI-4).

Lors du chargement, le crochet de traction, à peine perceptible à 400°C, est ici bien marqué (! 25 MPa). Les instabilités d'écoulement plastique apparaissent dès le début de l'essai, comme à 400°C.

Dans la représentation  $\dot{\epsilon}_p = f(\sigma)$ , les courbes sont quasiment verticales, et l'amplitude de contrainte relaxée est presque nulle, mettant en évidence une très faible capacité du *mode friction* à contribuer à la relaxation des contraintes. Cependant, le *mode traînage*, dont la contribution se trouve rejetée à des vitesses d'écoulement plastique très faibles ( $10^{-9} \text{ s}^{-1}$  à  $10^{-10} \text{ s}^{-1}$ ), apparaît maintenant à plus de 6 décades du *mode friction*, donc au niveau du bruit de nos instruments et pourrait contribuer à une relaxation effective des contraintes, à condition qu'il puisse s'exercer sur des temps très longs ( $\gg 24\text{h}$ ).

Il semblerait que dans la microstructure EH, l'écrouissage contribue à amplifier la capacité de relaxation en *mode traînage*.

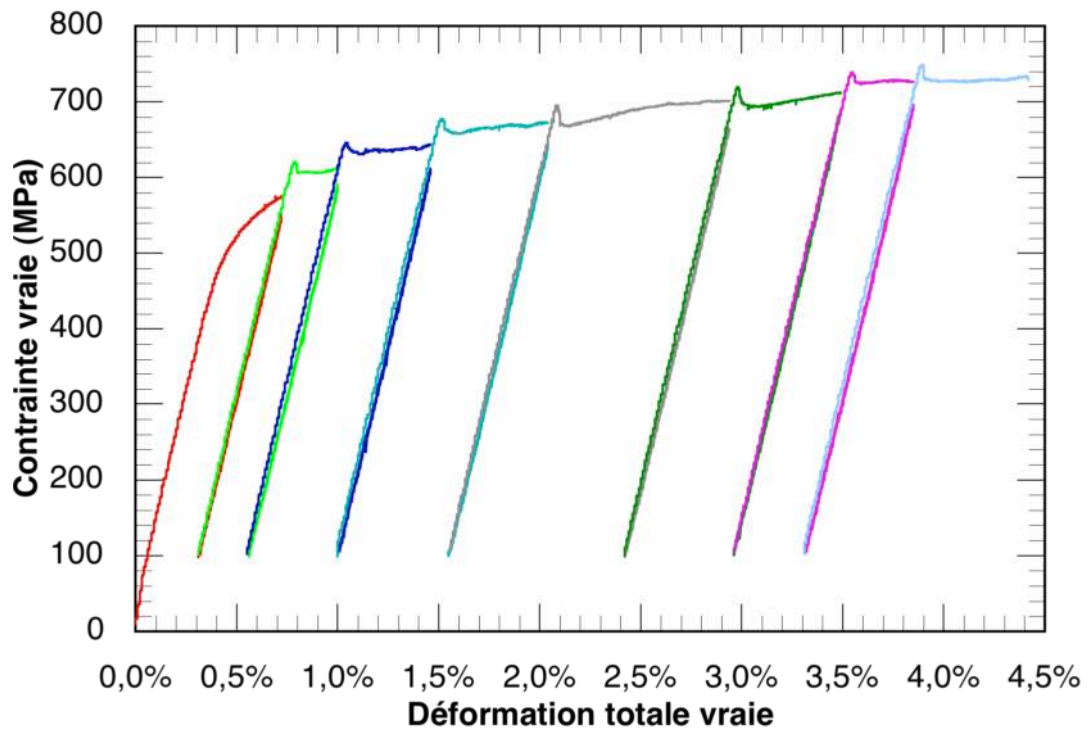


Figure VI-3 : Essai de relaxation à 300°C. Microstructure AA, prélèvement tangential. Courbes de rechargement  $\sigma=f(\epsilon)$ .

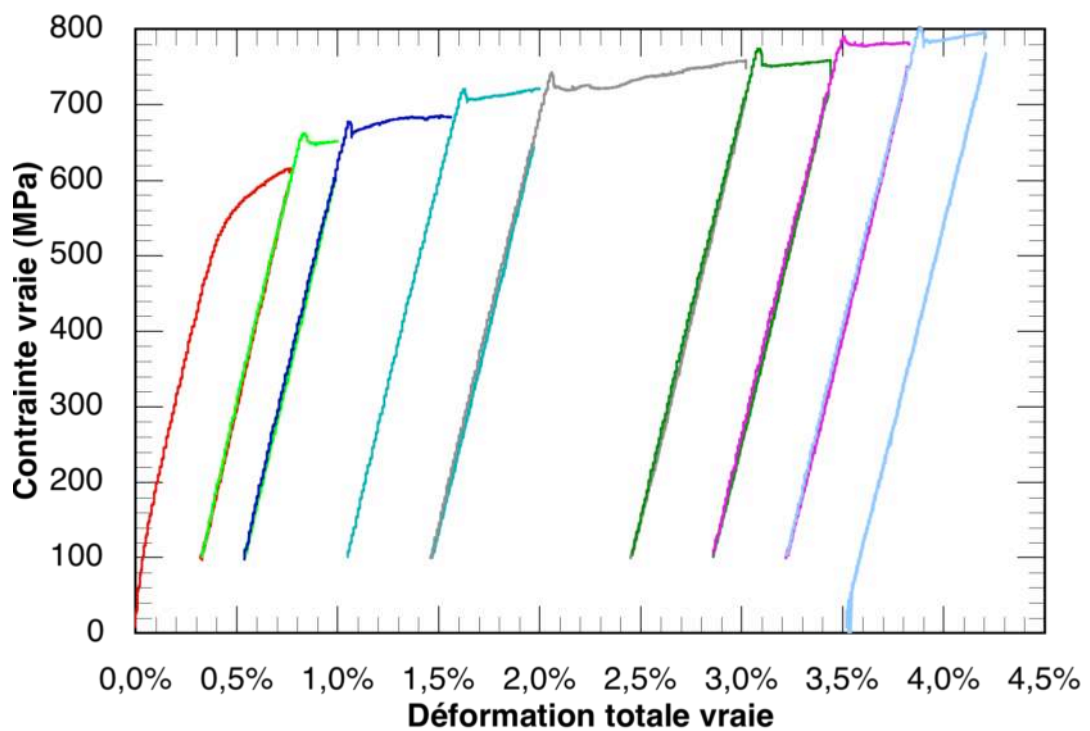


Figure VI-4 : Essai de relaxation à 300°C. Microstructure EH, prélèvement tangential. Courbes de rechargement  $\sigma=f(\epsilon)$ .



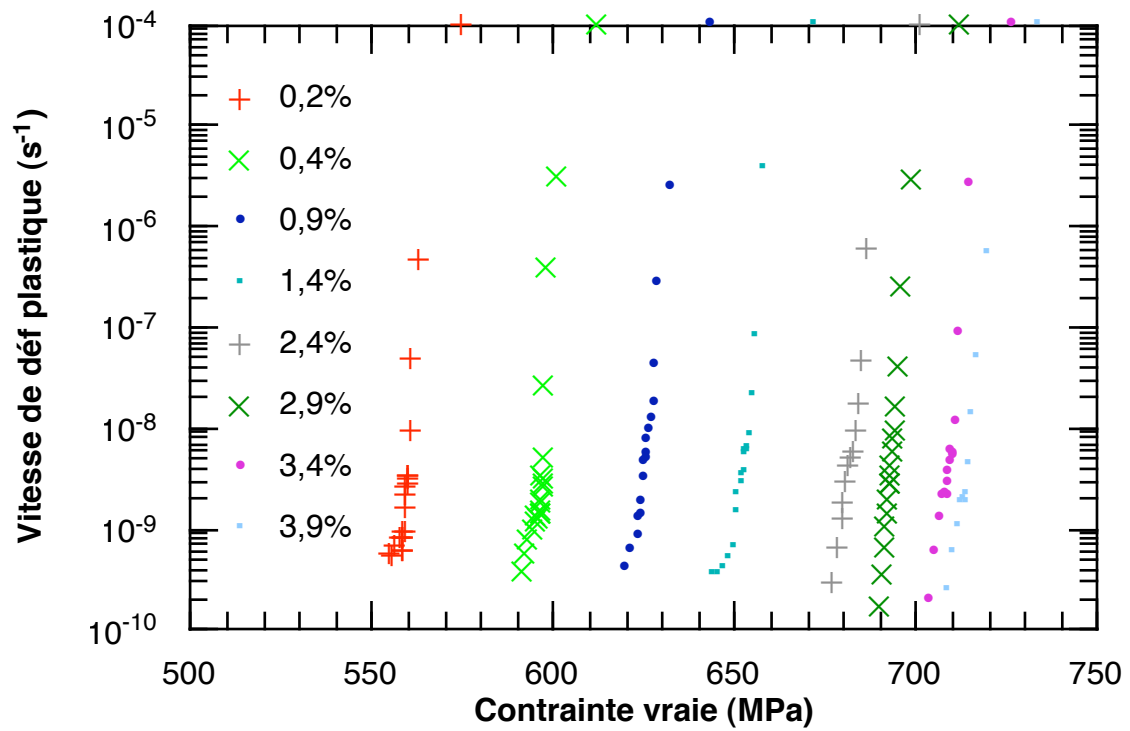


Figure VI-5 : Relaxation avec rechargements multiples à 300°C. Microstructure AA, prélèvement tangentiel. Vitesse de déformation plastique en fonction de la contraente.

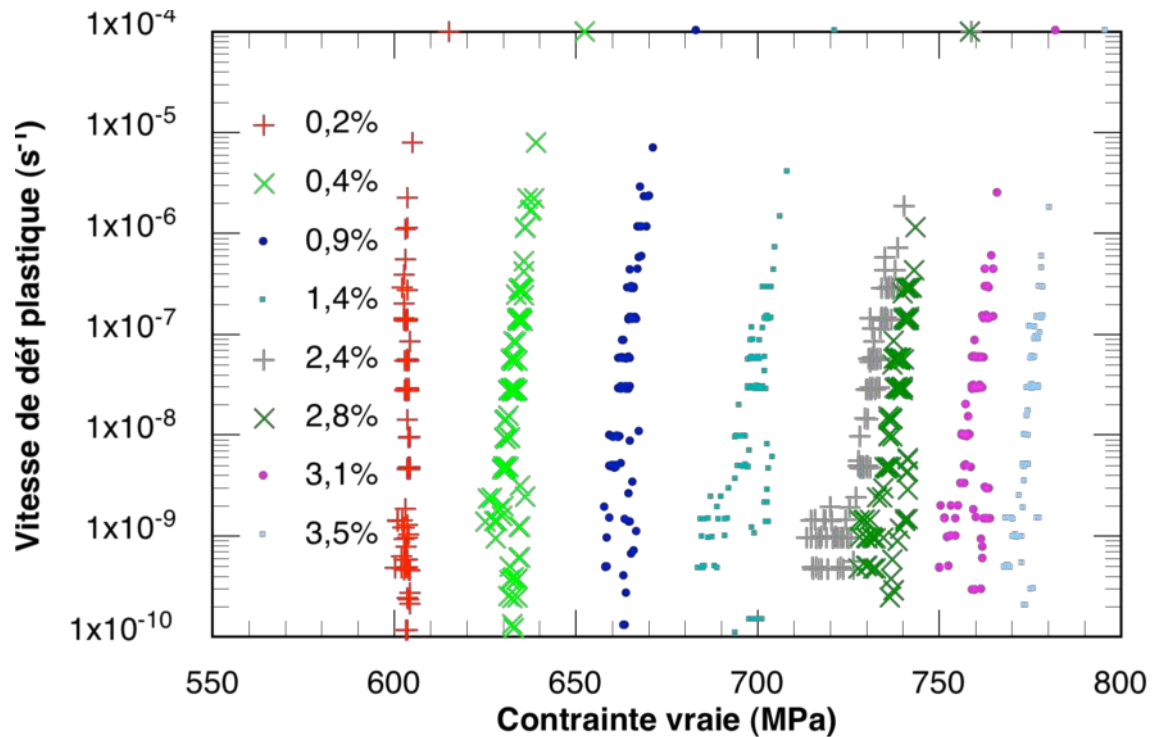


Figure VI-6 : Relaxation avec rechargements multiples à 300°C. Microstructure EH, prélèvement tangentiel. Vitesse de déformation plastique en fonction de la contraente.

### **VI.3. EXAMEN DETAILLE DES CYCLES DE CHARGEMENT ET DE RELAXATION A 300°C ET 10<sup>-4</sup> S<sup>-1</sup>**

Lors de ces essais, les données expérimentales ont été recueillies avec une période de 0,25 s, ce qui réduit considérablement la possibilité d'enregistrer des événements rapides. Les données recueillies par les deux capteurs sont donc assez semblables.

L'éprouvette a déjà subi un premier cycle complet N1 comprenant chargement - relaxation - déchargement à 50 MPa, d'une amplitude de 0,2 %. On constate donc lors du chargement du cycle N2 (figure VI-7), de brefs passages à des vitesses de déformation négatives précédant le franchissement du pic de traction vers 621 MPa. Par contre, au cours du palier de traction qui incrémente de 0,2% la déformation plastique cumulée, peu d'événements plastiques instantanés (courbe rose de l'extensomètre) provoquent une excursion à des vitesses négatives. Les événements plastiques élémentaires, bien que d'amplitude moindre qu'aux températures plus élevées, semblent encore bien coordonnés. Alors que le crochet de traction provoque un  $\Delta\sigma$  de  $\sim 20$  MPa au cours d'un cycle déchargement - rechargement de  $\sim 3$  s, les cycles suivants sont d'amplitude plus modeste et de période plus courte :  $\Delta\sigma$  est égal à 1 à 3 MPa et  $\Delta t$  à  $\sim 1$  s.

En relaxation (figure VI-8), la vitesse de déformation plastique s'approche dès les premières secondes de  $10^{-5}$  s<sup>-1</sup>, et les cycles déchargement - rechargement présentent la même période assez courte qui a été observée lors du chargement ainsi que des passages presque systématiques à des vitesses de déformation plastique négatives au cours de la phase de rechargement de ces cycles.

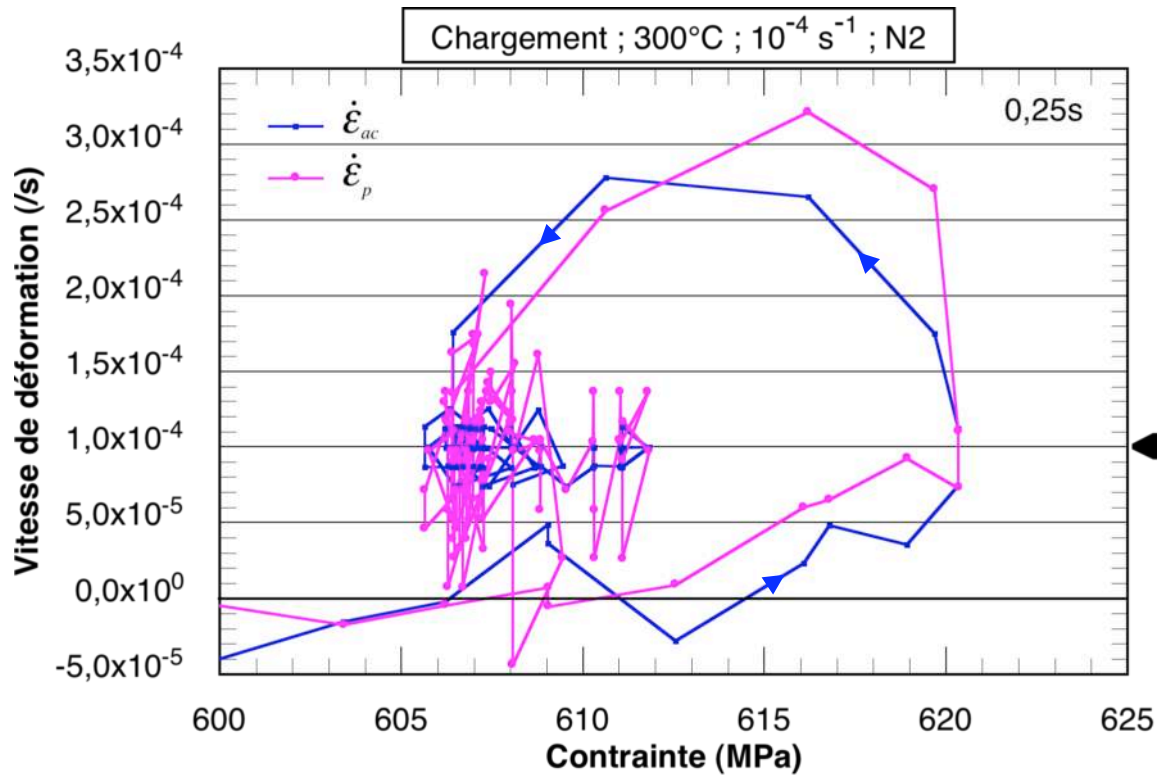


Figure VI-7 : Chargement de 0,2 % plastique à 300°C et  $10^{-4} s^{-1}$ . Crochet de traction suivi de fines serrations qui créent des boucles de vitesse révélant la coordination des événements plastiques élémentaires (SOCD).

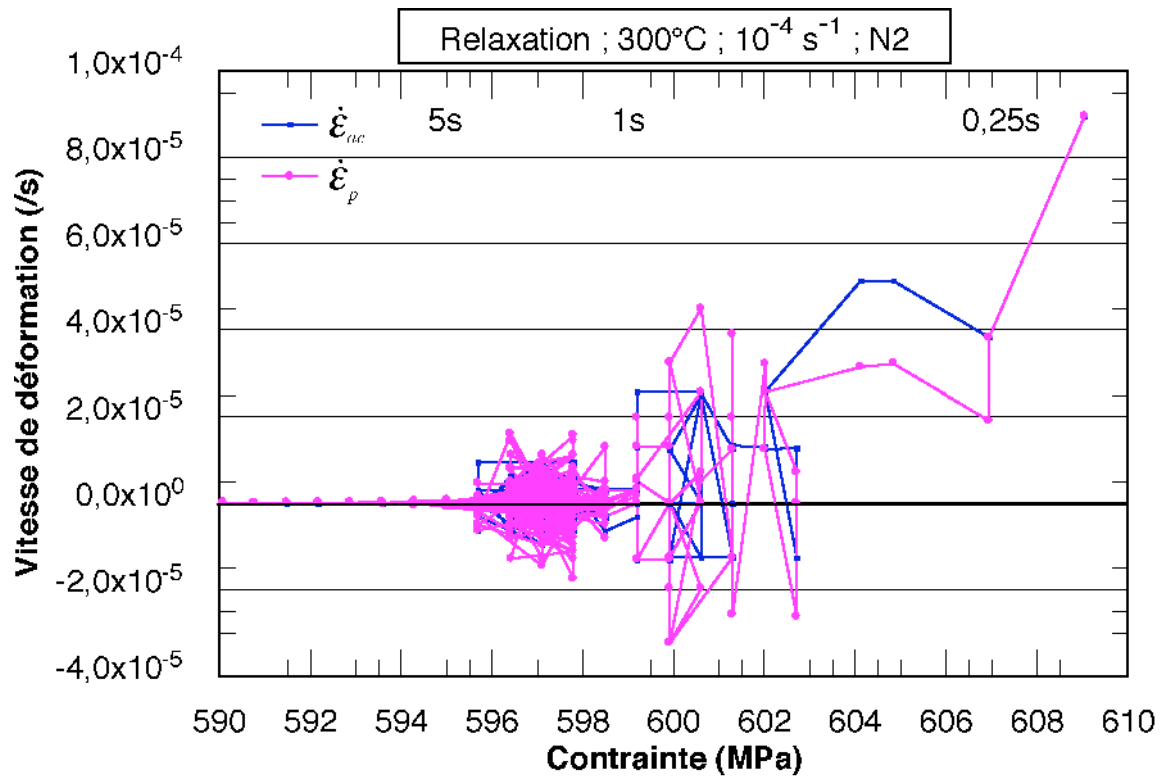


Figure VI-8 : Relaxation à 300°C. Mise en évidence de cycles  $\sim 1s$ , incluant des phases de plasticité inverse au cours du rechargement

## VI.4. ESSAIS DE FLUAGE AVEC RECHARGEMENTS MULTIPLES

### VI.4.a. Contrainte nominale initiale de 660 MPa

Un essai de fluage avec la machine à poids morts a été réalisé à 300°C sous une contrainte nominale initiale de 660 MPa. Aucune déformation de fluage ne se produit juste après la fin de la mise en charge (figure V-9) ; le blocage est quasi immédiat, pour une déformation de 3,5 %. La vitesse de déformation est alors toujours nulle.

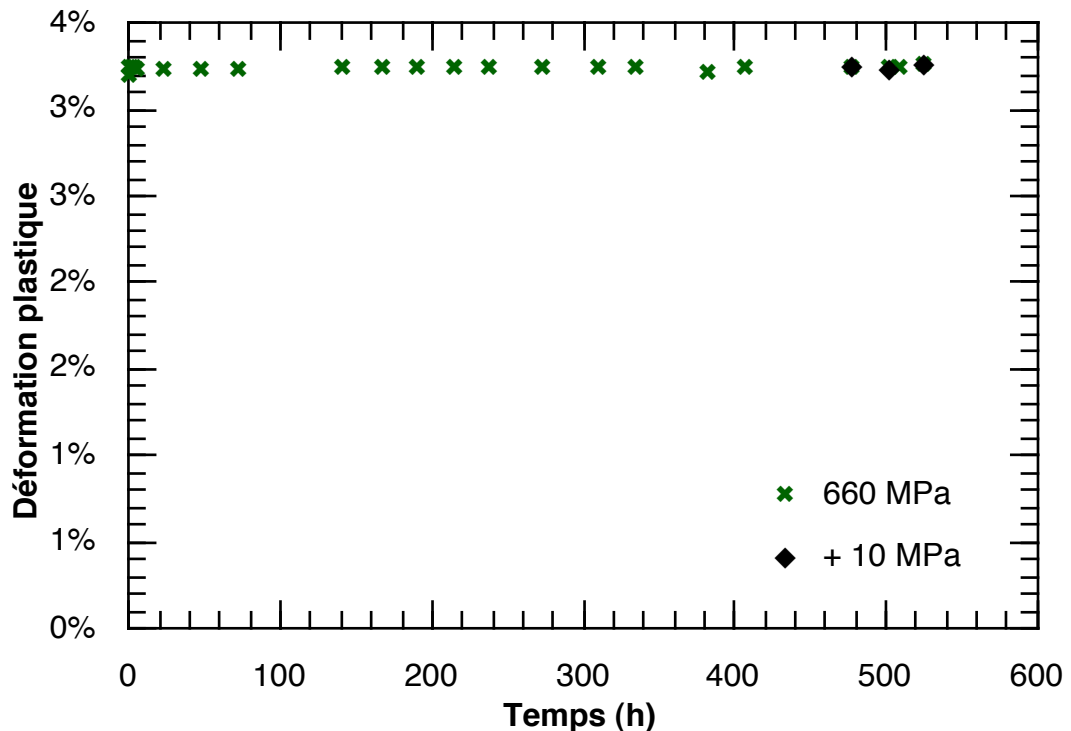


Figure VI-9 : Essai de fluage à 300°C. Microstructure AA, prélèvement tangential. Evolution de la déformation plastique en fonction du temps.

Après 480 heures, une charge de 10 MPa a été ajoutée à l'éprouvette afin de voir s'il était possible de la déformer à nouveau. L'allongement consécutif à cette charge a été minime (<0,01 %) : il s'agit uniquement de la déformation élastique. L'opération a été renouvelée 24 h plus tard pour aboutir aux mêmes observations. Par contre, encore 24 h plus tard (donc aux environs de 530 heures), l'éprouvette a cassé environ une minute après que la recharge de 10 MPa a été effectuée, sans aucune déformation supplémentaire, pour une contrainte nominale totale de 690 MPa. Il faut noter que la déformation plastique n'était que de 3,6%.

### VI.4.b. Contrainte nominale initiale de 620 MPa

À la suite de ce premier essai à forte déformation plastique initiale, un nouvel essai a été mené avec une contrainte nominale initiale de 620 MPa sur la machine de fluage actualisée. Son but était de savoir si, lorsque la déformation plastique initiale atteinte lors du blocage n'est pas trop élevée, une déformation plastique supplémentaire est possible. Pour la contrainte initiale de 620 MPa, la déformation totale de blocage est proche de 1,3%. Les résultats de cet essai de fluage avec rechargements successifs sont présentés sur la figure IV-10 en fonction du temps. Après 140 heures de fluage environ, on augmente la contrainte de 10 MPa. On n'observe, là encore, que la déformation élastique, très faible. Les mêmes observations sont effectuées pour les deux rechargements suivants de 10 MPa réalisés à 48 heures d'intervalle. Mais deux minutes environ après le quatrième rechargement de 10 MPa, la déformation passe de 1,3 à 2,4 % et se bloque à cette nouvelle valeur. Lors des deux rechargements suivants, seule la très faible déformation élastique est observée. Puis, de nouveau, lors du septième rechargement, après 15 minutes, la déformation passe rapidement à 4,5%. Le même type de déblocage est observé lors du dixième rechargement (déformation qui passe de 4,5 à 7,7% cinq minutes après le rechargement). Enfin, l'éprouvette s'est rompue cinq minutes après le douzième rechargement pour une déformation supérieure à 12%.

On peut noter les niveaux très élevés de contrainte vraie (presque 800 MPa) et de déformation (12%) atteints en fin d'essai. En effet, à 300°C, la contrainte à rupture lors d'un essai de traction conventionnel à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , ne dépasse pas 750 MPa.

Il est intéressant de représenter les résultats de cet essai dans un diagramme  $\sigma = f(\varepsilon)$  généralement employé pour les essais de traction. On constate dans cette représentation (figure VI-11) que l'essai est constitué de paliers successifs de contraintes séparées par des phases de rechargements : les deux mécanismes sont ici clairement dissociés grâce à l'utilisation d'une machine infiniment molle (machine de fluage à charge constante, ou très lentement croissante). Les paliers horizontaux correspondent à une déformation plastique croissante sous charge constante (la légère pente positive est due à la correction de « contrainte vraie » au cours de la déformation). Pendant ce stade, la plasticité localisée, provoquée par le « désancrage dynamique » développe dans le matériau un durcissement d'écrouissage (*strain hardening*) qui vient se substituer au durcissement de vieillissement ou d'ancrage (*time hardening*). Derrière le passage de cette bande (ou ces bandes) de plasticité localisée, les dislocations, beaucoup plus lentes, seront rattrapées par les surconcentrations en interstitiels et le durcissement d'ancrage reprend. À la fin du palier de déformation plastique, toutes les bandes de localisations ont été arrêtées, le matériau se durcit au cours du temps par ancrage, et la charge appliquée peut être augmentée sans provoquer de désancrage.

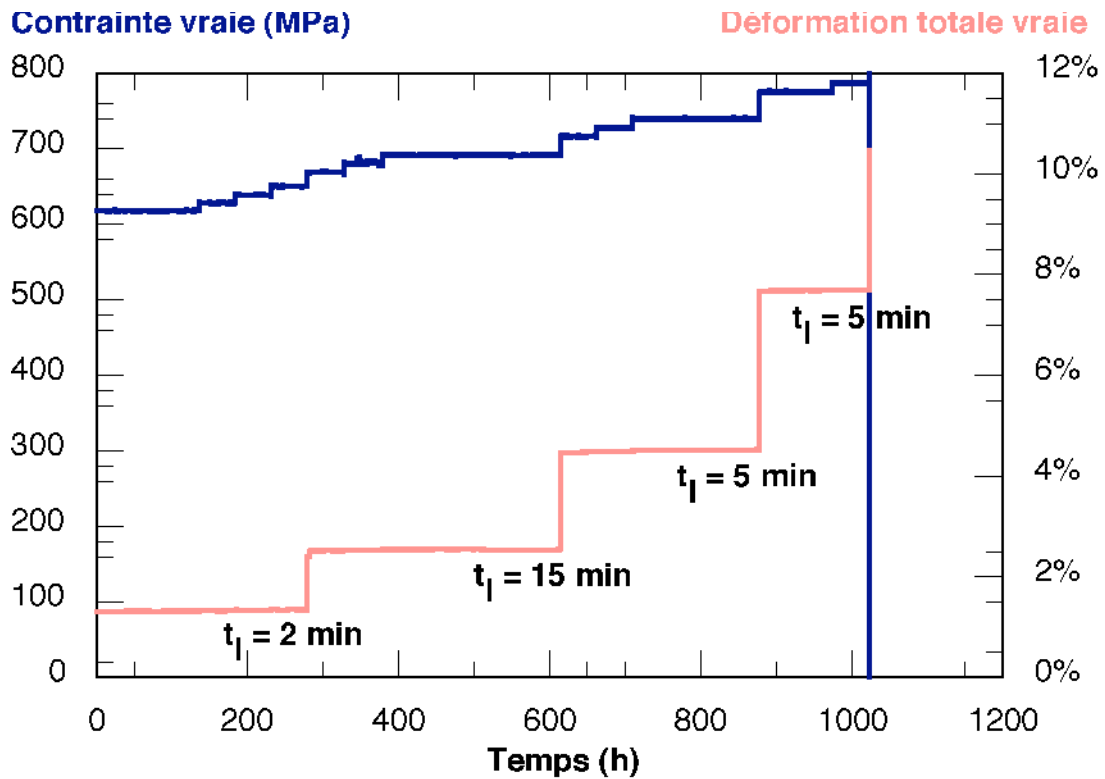


Figure VI-10 : Fluage à 300°C avec rechargements ; contrainte vraie et déformation totale vraie en fonction du temps.

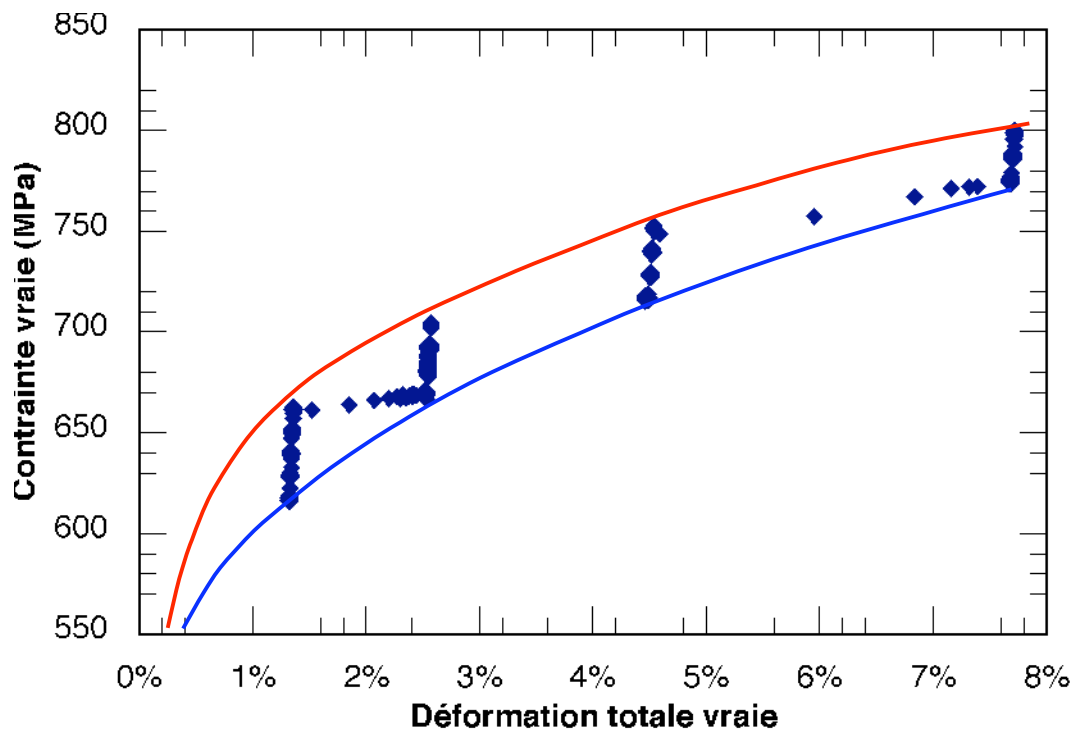


Figure VI-11 : Fluage à 300°C avec rechargements ; contrainte vraie en fonction de la déformation totale vraie.

Cependant, la restauration des microstructures écrouies, bien qu'elle-même ralentie par l'ancrage, reste à l'oeuvre en tout point du matériau. La montée concomitante de la charge (ici la vitesse moyenne de chargement était de  $10^{-4}$  MPa.s<sup>-1</sup>) provoquera localement le désancrage de la microstructure locale qui présente dans la chaîne de résistance de l'éprouvette le maillon le plus faible. L'initiation de la plasticité à grande vitesse prendra place en ce point de l'éprouvette et commencera à se propager au seuil d'un nouveau palier horizontal. On est ainsi amené à considérer deux courbes de traction enveloppes comme décrites au chapitre II (figure II-6) : la courbe supérieure, dite « de traînage » correspond aux très basses vitesses ou au blocage en mode fluage. La courbe inférieure, dite « de friction », correspond elle, aux grandes vitesses de déformation dont les bandes de localisations sont le siège et le mode de propagation.

On constate donc que le matériau est capable, dans certaines circonstances, de cumuler deux types de durcissement : le durcissement d'écrouissage d'une part (celui-ci est stable et tend à décroître au cours du temps du fait de la restauration), et d'autre part, le durcissement de vieillissement (celui-ci croît au cours du temps, mais il est instable vis-à-vis de la plasticité et disparaît dès la manifestation de celle-ci).

#### **Synthèse des résultats d'essais mécaniques obtenus à 300°C :**

*À 300°C, le blocage de la déformation, déjà observé à 400°C, est encore ici quasi-immédiat : il se produit quelques secondes après la fin de la mise en charge lors d'un essai de fluage. Aucune relaxation n'est détectable à cette température. Au cours de la relaxation, l'alliage ne peut pas accommoder la sollicitation en se déformant de façon viscoplastique. Par contre, en cas de blocage de la déformation, la plasticité peut être provoquée par un rechargement dont l'amplitude atteint une cinquantaine de MPa. Enfin, diverses manifestations, habituellement interprétées comme la signature de phénomènes d'interactions entre les dislocations et les éléments solutés en sursaturation ont été observées : sensibilité inverse à la vitesse de sollicitation, crochet de traction, instabilités sur les courbes de mise en charge et/ou de relaxation. La pertinence de ces critères sera examinée au paragraphe suivant. Notons cependant que tous ces phénomènes ont été observés dans diverses portions du domaine de vitesses de sollicitation ( $10^{-3}$  s<sup>-1</sup> jusqu'à  $10^{-9}$  s<sup>-1</sup>) qui couvre les conditions de services généralement rencontrées en ingénierie, depuis les sollicitations de montée en régime ou de sur-vitesse des turbines, jusqu'au fluage correspondant au régime de croisière s'étendant sur des temps prolongés (1 à 24 heures). Quant au domaine des températures, il n'a pas encore été entièrement exploré à ce stade de l'étude.*

## VI.5. CONSTRUIRE UNE REPRESENTATION DU « DOMAINE PLC ».

Bien que l'étude ne soit pas terminée, il paraît intéressant de tenter un premier bilan basé sur l'ensemble des résultats collectés des essais effectués à haute température (600°C - 300°C). Pour cela, il est indispensable de disposer d'un certain nombre d'outils que sont, d'une part les modes de représentation des résultats, et d'autre part, de critères d'évaluation des phénomènes.

En plus de la déformation plastique induite par la machine d'essais mécaniques, plusieurs phénomènes thermiquement activés sont à l'oeuvre simultanément dans le matériau. Certains peuvent être considérés comme coopératifs ou agissants en synergie, d'autres, au contraire, sont antagonistes. On peut citer :

- le mouvement des dislocations : dans le sens de la déformation plastique ou en sens inverse.

- la multiplication des dislocations réalisées par les sources de Frank-Read qui conduit à la constitution d'empilements denses contre les obstacles (parois des lattes, couloirs de matrices  $\beta$ , sous-joints et joints).

- le mouvement en retour des sources sous l'effet des forces d'obstacles et les contraintes internes environnantes.

- la restauration par montée et l'élimination des dislocations redondantes par disparition des dipôles et multipôles par exemple.

- la formation de surconcentrations locales en atomes interstitiels (« atmosphères de Cottrell ») au voisinage des configurations de dislocations coin et dissolution de ses atmosphères après passage d'une bande de localisation plastique.

Ces phénomènes dépendent tous de la température et de la vitesse de déformation plastique. On considérera la première grandeur comme uniforme dans tout le corps de l'éprouvette (en négligeant les effets d'échauffement adiabatique liés à la plasticité localisée et qui ont été utilisés en vidéoscopie infrarouge à grande vitesse pour étudier quantitativement le phénomène PLC (Ranc et Wagner, 2008). Par contre, la seconde présente une distribution fortement hétérogène dans l'éprouvette, précisément à cause de ces phénomènes de localisation. Cependant, c'est dans le repère de ces deux grandeurs qu'il est intéressant de représenter les différentes régions du domaine d'existence des diverses manifestations des interactions solutés / dislocations. Le diagramme  $\log(\dot{\epsilon}) = f(1/T)$  offre aux phénomènes thermiquement activés une représentation sous forme d'une droite dont la pente n'est autre que l'énergie d'activation du phénomène (voir figure II-3). Il est donc utilisé dans la figure VI-12 pour y représenter les divers critères qui vont être présentés.



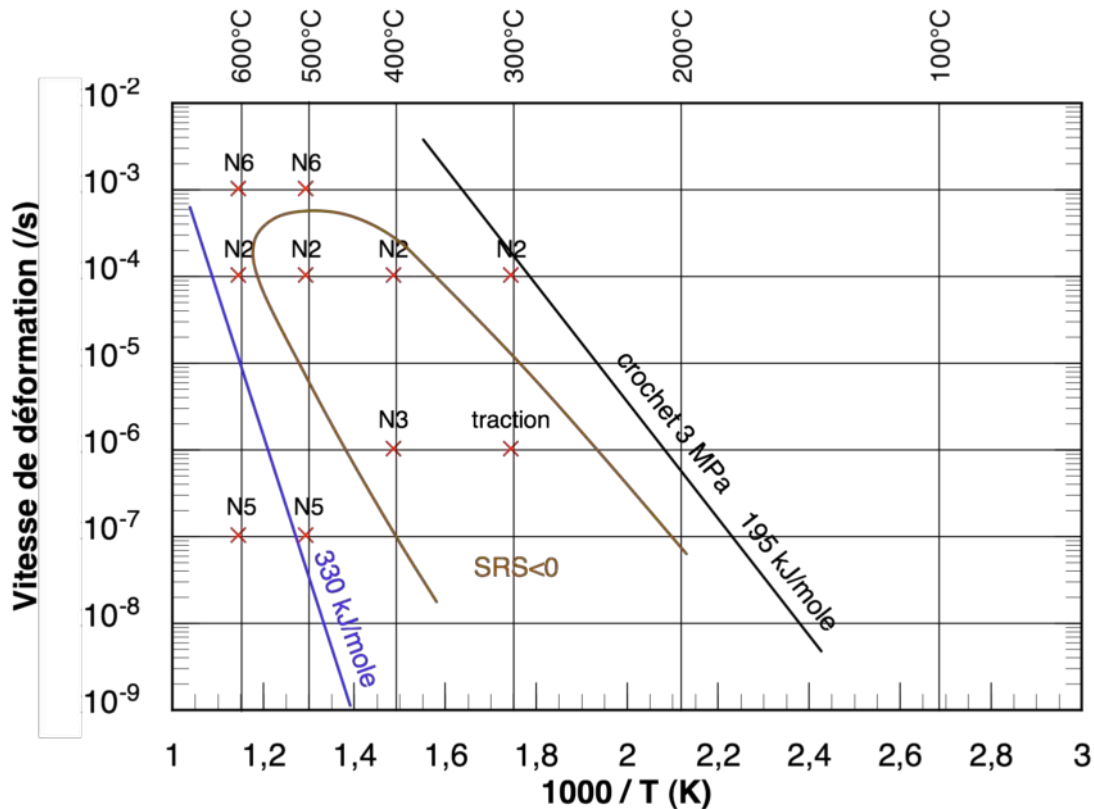


Figure VI-12 : Représentation du domaine PLC

- **Premier critère : la région où SRS est <0**

Le désancrage dynamique des dislocations qui cessent de « traîner » leurs atmosphères de solutés pour se déplacer librement à grande vitesse sous des contraintes plus faibles, conduit à une déconsolidation du matériau lorsque l'on tente d'accroître sa vitesse de déformation plastique. C'est une manifestation macroscopique des phénomènes étudiés qui peut être caractérisée quantitativement par une valeur de la sensibilité à la vitesse de déformation négative. Ceci ne se produit pas dans tout le domaine d'existence du phénomène PLC, mais dans une région restreinte du domaine que nous avons tenté de cerner au cours de cette étude à l'aide de nombreux essais macroscopiques à diverses températures et diverses vitesses. Les points expérimentaux sont reportés sur la figure VI-12, et les contours du domaine où  $SRS < 0$  ont été tracés.

- **Second critère : le *mode traînage* observé en relaxation**

La droite d'énergie d'activation 330 kJ / mole mesurée au voisinage de la température de 600°C et de la vitesse de mise en charge de  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  a été reportée sur le même diagramme (figure VI-12). Elle représente la limite supérieure d'existence « macroscopique » de la plasticité en *mode friction* ainsi que le révèle l'examen des courbes de relaxation (figure IV-2). Cependant, l'activité, très localisée, de dislocations se propageant à grande vitesse en *mode friction* pendant un temps limité ne peut être exclue. Toutefois, elle ne pourrait être

mise en évidence que par des mesures de champ à grande vitesse et couvrant de grandes surfaces de l'éprouvette, du fait de sa grande rareté. On constate donc que la finesse et la sensibilité de la mesure peuvent déplacer les frontières suite à l'affinement des valeurs du critère.

- **Troisième critère : présence d'un crochet de traction.**

On peut également reporter sur ce diagramme les lignes d'isovaleurs de la hauteur du crochet de traction mesurées par Donoso et Reed-Hill (1977) dans du titane de pureté commerciale. Ces dernières pourraient constituer une limite « basse température » du domaine. En effet, elles se situent à droite de la région où SRS est négatif, vers 300°C, c'est-à-dire dans la région où le carbone présenterait son pic d'interaction avec la plasticité. En fait, ce diagramme devra être complété sur sa droite, par d'autres critères possibles, vers les basses températures à la suite de l'examen des résultats présentés dans les chapitres suivants. Par ailleurs, notons que ce critère est plutôt révélateur de l'existence d'un phénomène de type « bande de Lüders » que PLC. Ce genre de confusion est d'autant plus fréquent dans la littérature que l'on s'approche des frontières « basses températures » du domaine.

## Chapitre VII : DOMAINE DES « BASSES TEMPERATURES » DE L'ANOMALIE : 150°C

### CUMUL DES MODES DE DURCISSEMENT

L'ensemble des essais réalisés à 150°C est présenté dans le tableau suivant :

Tableau VII-1 : Matrice des essais réalisés à 150°C.

Microstructure et prélèvement	AA tangential	AA axial	EH tangential
Traction			Sauts $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et $10^{-6} \text{ s}^{-1}$
Relaxation	avec rechargements multiples à $10^{-4} \text{ s}^{-1}$		avec rechargements multiples à $10^{-4} \text{ s}^{-1}$
Fluage	700, 750, 760 et 780 MPa		
Fatigue-fluage	700 et 750 MPa	700 MPa	

### VII.1. TRACTION SUR LA MICROSTRUCTURE EH

Un unique essai de traction a été mené sur la machine multi-essais à 150°C, et seul le matériau de microstructure EH a été testé. Des sauts de vitesse entre  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  ont été effectués. La contrainte d'écoulement augmente d'environ 30 MPa (figure VII-1) lorsque la vitesse est multipliée par 100. On se trouve donc dans le domaine où la SRS est clairement positive puisqu'elle est égale à 6,5 MPa.

Au cours de la première mise en charge (N1) à vitesse lente ( $10^{-6} \text{ s}^{-1}$ ), l'activité plastique rapide, erratique et localisée se manifeste très tôt et montre encore de courts passages à vitesse de déformation négative (figure VII-2). Dans ces conditions de sollicitation, les manifestations microscopiques du phénomène PLC restent donc bien présentes dans le matériau. Lors d'un retour à cette vitesse de sollicitation (N5), après passage à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , la microstructure de déformation plastique héritée de cette forte vitesse ne se restaure pas instantanément. Elle reste donc en mesure de provoquer un excès de plasticité et, par conséquent, un déficit de contrainte appliquée au début de ce cycle (figure VII-3). C'est, en fait, le symétrique du crochet de traction lors d'un incrément de vitesse. Ensuite, l'essai se poursuit avec une mise en charge montrant des cycles chargement - déchargement d'environ une minute de période, et une activité plastique instantanée croissante jusqu'à la valeur

caractéristique de cette vitesse de sollicitation : environ  $\pm 5$  fois la vitesse de chargement nominale. On doit cependant prendre ces données quantitatives avec beaucoup de réserves, compte tenu du fait que le temps d'acquisition de 20 s (programmé pour cette vitesse de  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$ ) tend à filtrer et réduire considérablement des événements de fréquence élevée et à induire des phénomènes de battement entre fréquence d'acquisition et fréquence des cycles propres de la plasticité.

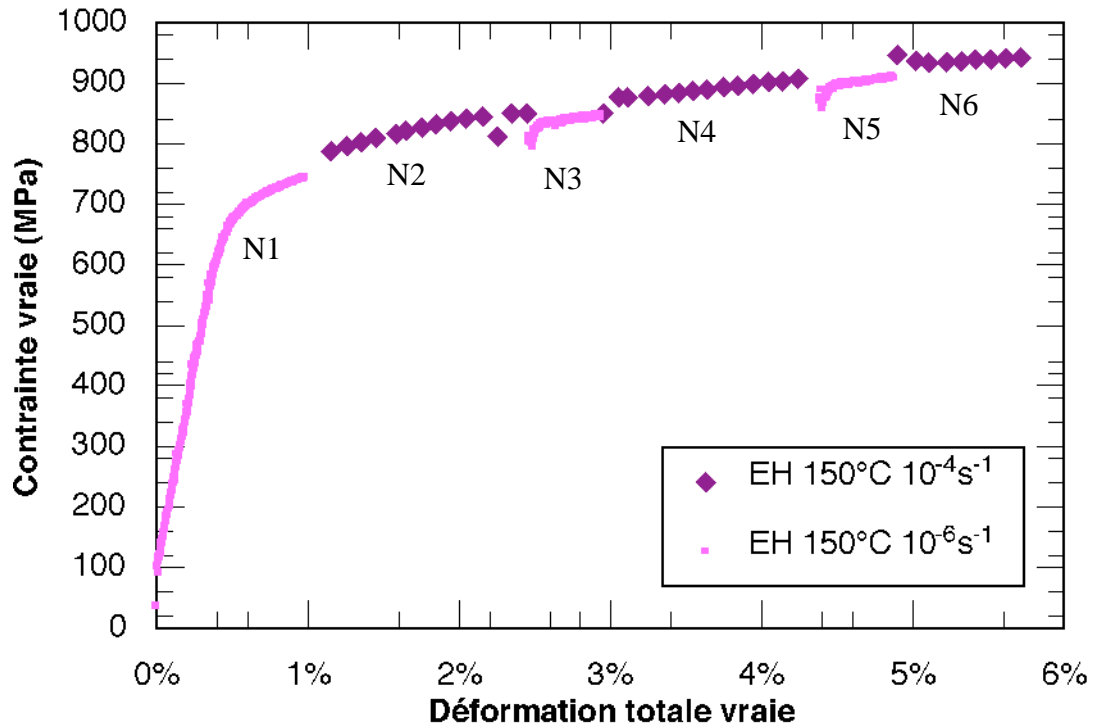


Figure VII-1 : Essai de traction à 150°C avec sauts de vitesse. Microstructure EH, Prélèvement tangentiel.

Pour la même raison, nous n'examinerons pas les fichiers détaillés des portions de cette courbe obtenus à la vitesse de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , car ils ont été programmés avec une période d'acquisition de 10 s, beaucoup trop importante pour permettre une détection et une interprétation convenables. Les fichiers détaillés des mises en charge de relaxation effectuées à cette même vitesse de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  seront examinés au paragraphe suivant. Ils confirmeront l'existence d'un crochet de traction de 10 à 15 MPa, difficilement identifiable sur la figure VII-1.

On constate donc que, lors d'un changement de vitesse de traction, l'adaptation de la microstructure aux nouvelles conditions de sollicitation se produit dès le début du cycle, et de façon plus lente qu'à température plus élevée.

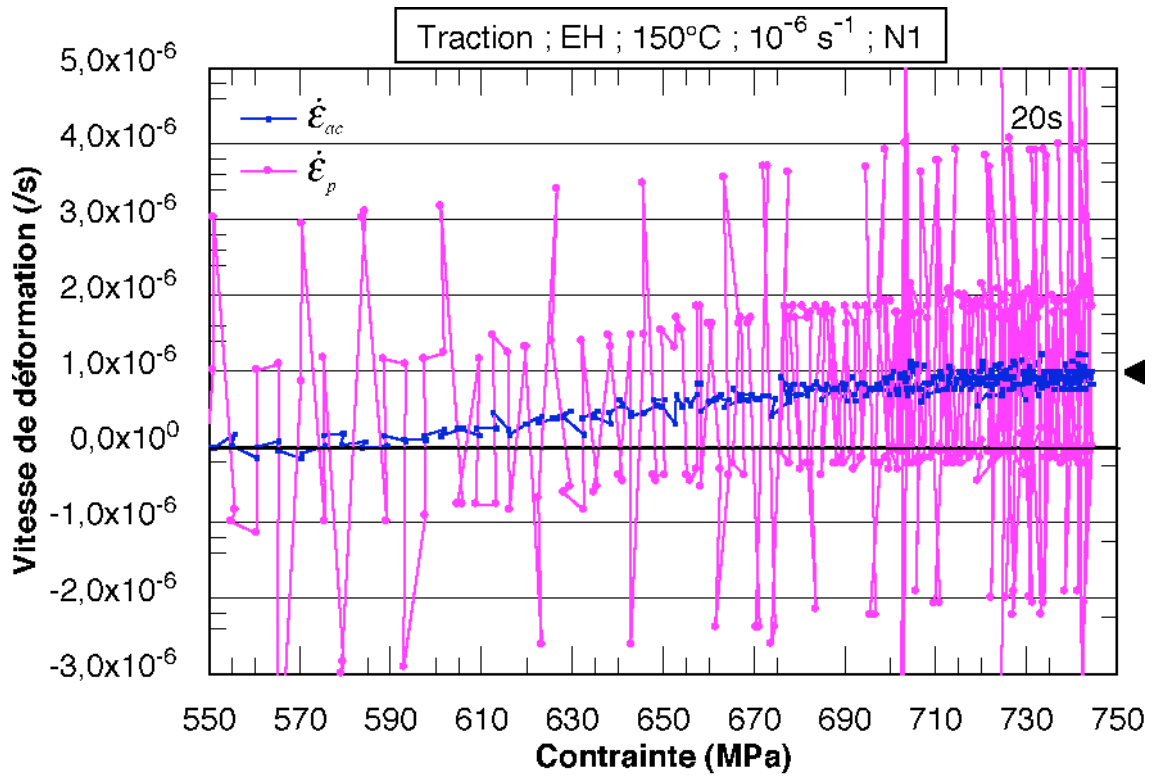


Figure VII-2 : Instabilités plastiques à  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$ .

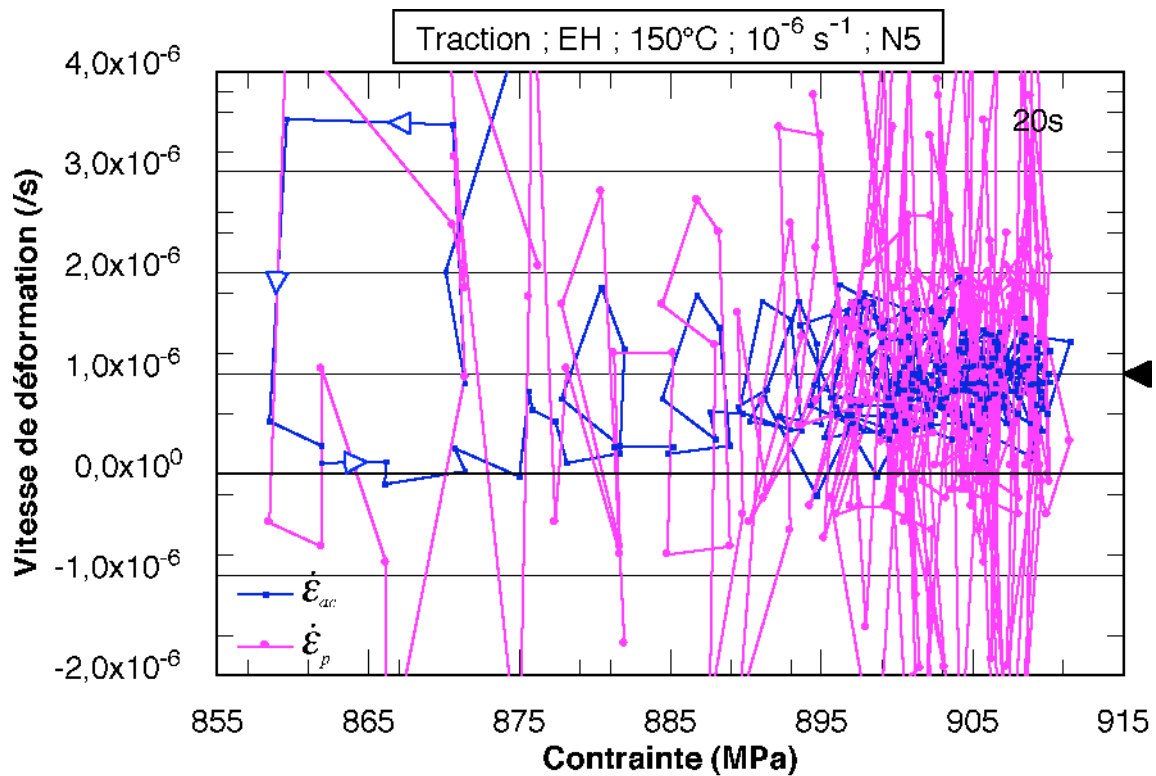


Figure VII-3 : Coordination des « bursts » à  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$ .

## VII.2. RELAXATION

À cette température, nous avons effectué une série de cycles chargement - relaxation - rechargement assez comparable sur les deux microstructures AA et EH, ce qui permettra une comparaison de leurs performances.

Un crochet de traction de même amplitude qu'à 300°C (10 à 15 MPa), mais plus étalé dans le temps, est présent à chaque chargement (figures VII-4 et VII-5).

Là encore, dans la représentation  $\dot{\epsilon}_p = f(\sigma)$  (figures VII-6 et VII-7), il existe une contrainte seuil au-dessous de laquelle la vitesse de déformation semble s'annuler. L'amplitude de la contrainte relaxée est beaucoup plus importante qu'à 300°C : elle atteint 70 MPa à 150°C contre 10 à 20 MPa à 300°C. En effet, à cette température, un nouveau stade de relaxation apparaît. Il fait suite à la mise en charge et précède le stade de changement de mécanisme (stade de blocage) auquel est associé une pente infinie : segments verticaux au bas des figures VII-6 et VII-7. Ce stade de relaxation présente une pente mesurable, même si elle est encore grande. D'ailleurs, sur ce point, les deux microstructures se distinguent par leur comportement puisque la microstructure AA présente au cours de ce stade un volume d'activation de 1,34 nm<sup>3</sup>/at alors qu'il n'est que de 0,84 nm<sup>3</sup>/at pour la microstructure EH. Cette différence indiquerait que la microstructure EH serait intrinsèquement plus apte à se relaxer que la microstructure AA. Cependant, cette capacité apparaît de plus courte durée que pour la microstructure AA ; les quantités finales relaxées sont donc équivalentes. Ces différences de comportement entre les deux microstructures sont à relier avec la taille des lattes, plus fines dans la microstructure EH que dans la microstructure AA. Les microstructures de dislocations y sont donc plus serrées, et la restauration s'opère au sein de volumes plus faibles, réduisant ainsi les volumes et les temps d'activation des phénomènes.

Comme aux autres températures depuis 500°C, l'effet des rechargements cycliques est de décaler les courbes vers les plus fortes contraintes, du fait de l'érouissage cumulé croissant.

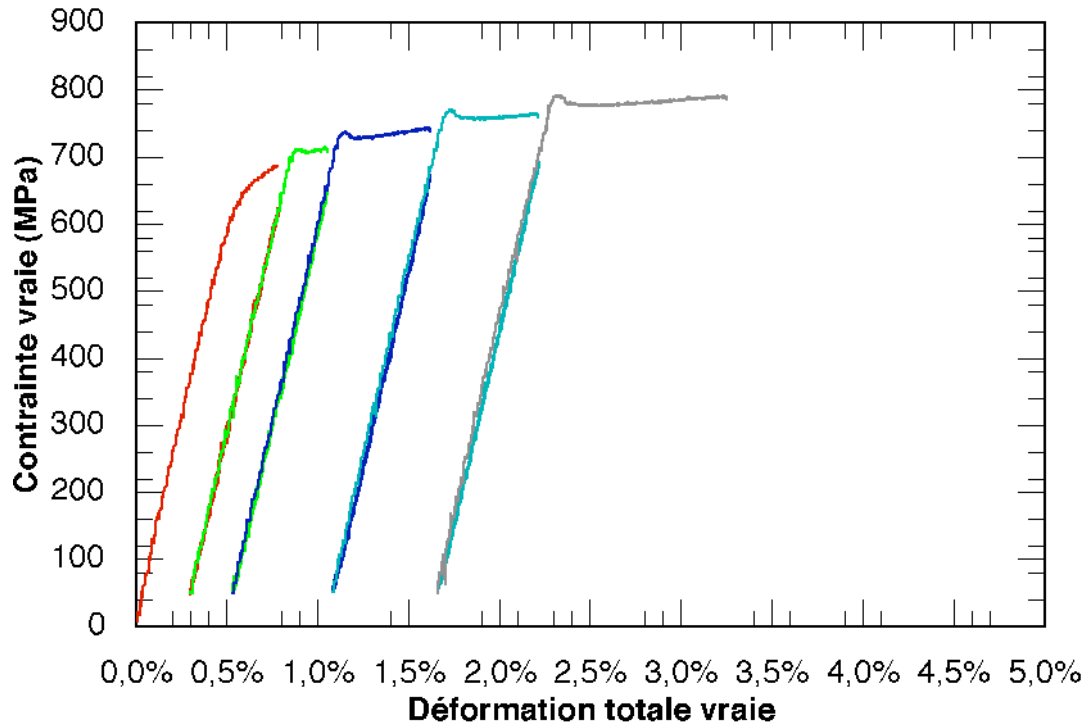


Figure VII-4 : Essai de relaxation à 150°C. Microstructure AA, prélèvement tangentiel. Courbes de rechargement ! = f(").

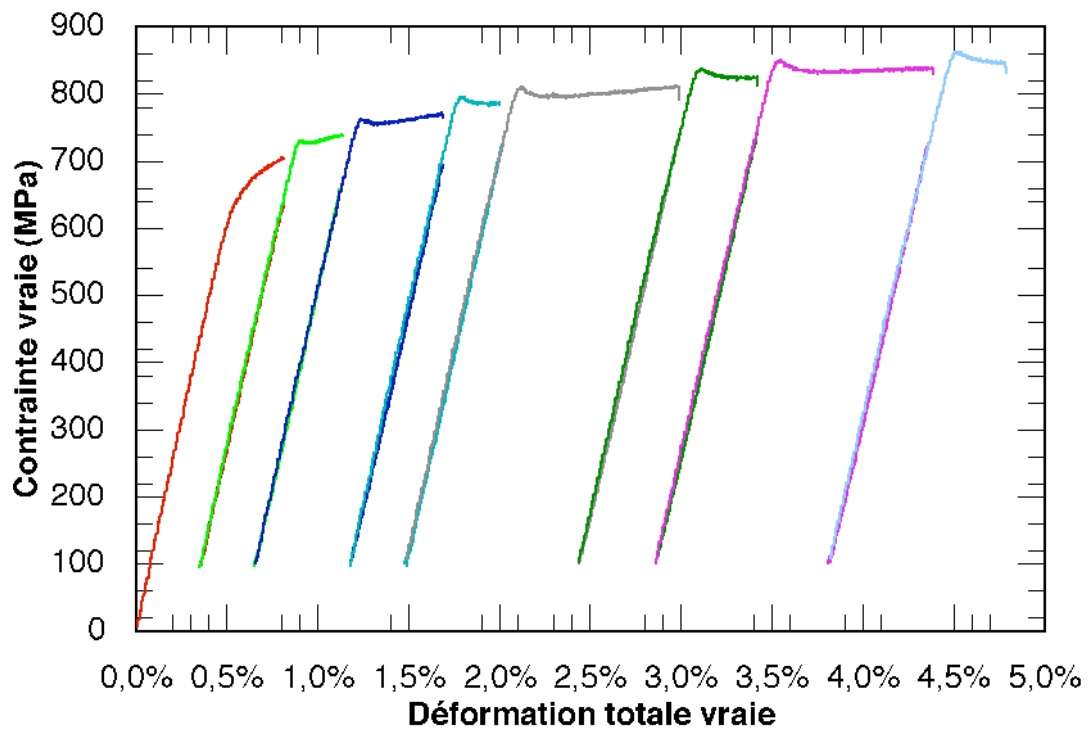


Figure VII-5 : Essai de relaxation à 150°C. Microstructure EH, prélèvement tangentiel. Courbes de rechargement ! = f(").

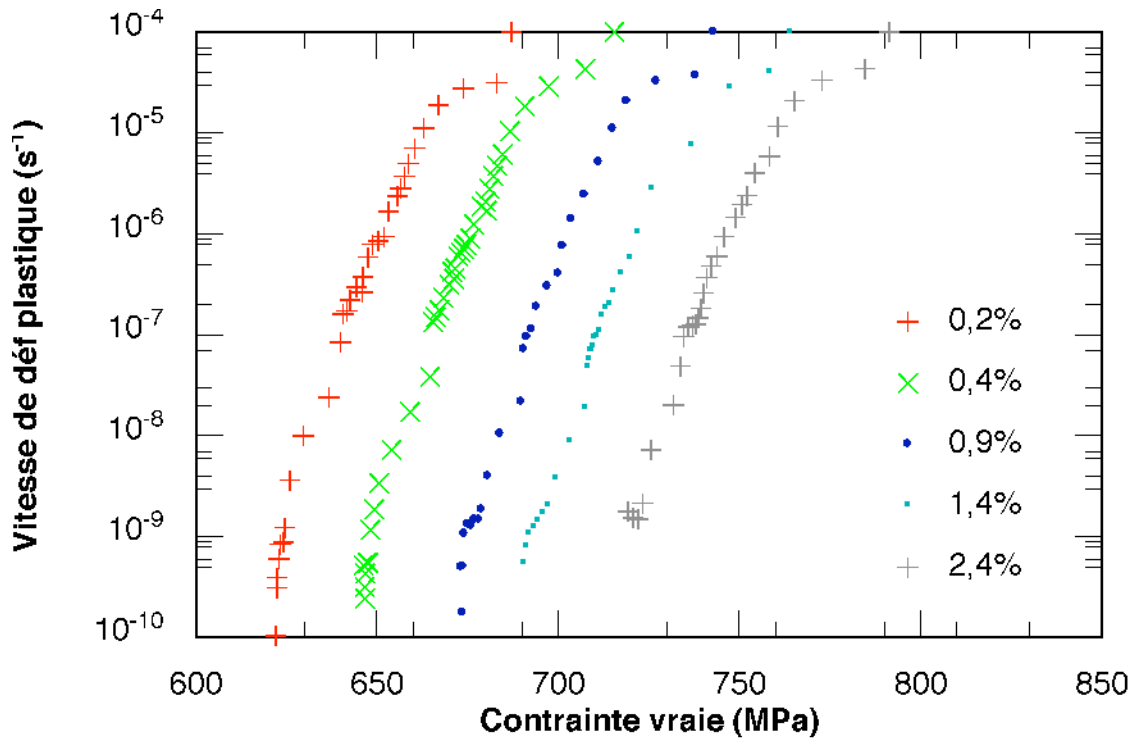


Figure VII-6 : Relaxation avec rechargements multiples à 150°C. Microstructure AA, prélèvement tangentiel. Vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte.

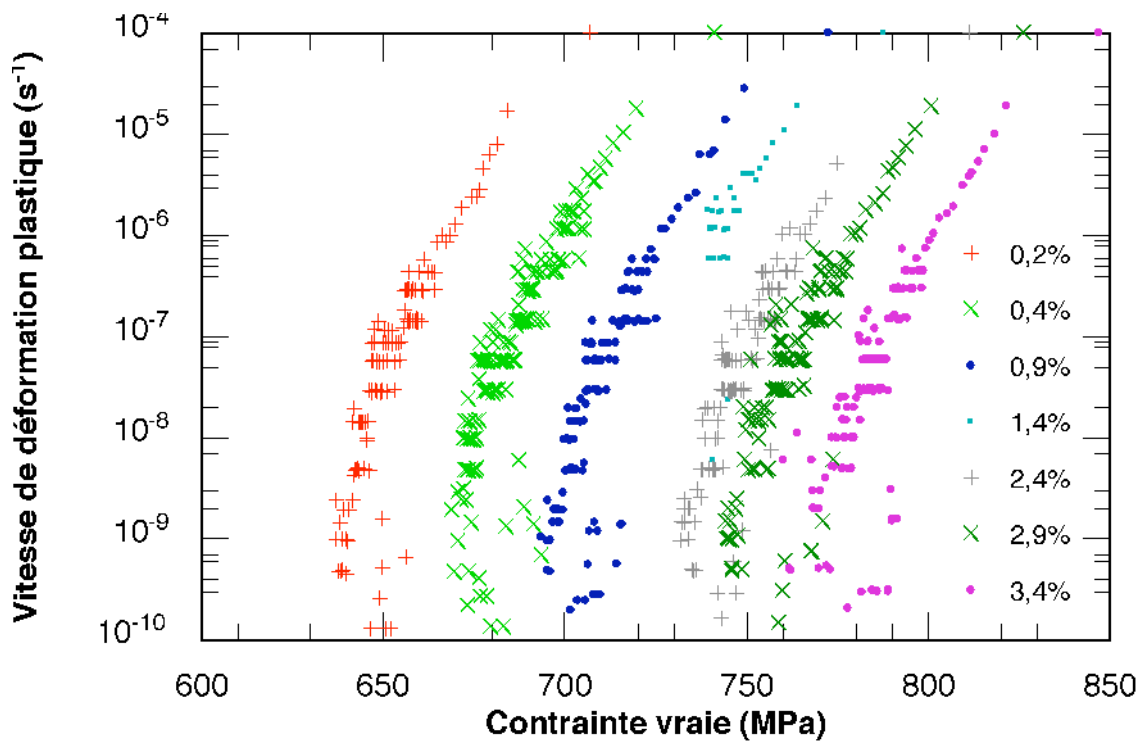


Figure VII-7 : Relaxation avec rechargements multiples à 150°C. Microstructure EH, prélèvement tangentiel. Vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte.



Si l'on examine plus finement la courbe de mise en charge à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  de la microstructure AA, on constate que le crochet de traction est suivi, comme aux plus hautes températures, par des cycles déchargement – rechargement ( $\sim 1 \text{ s}$ ), mais avec des amplitudes de contrainte plus faibles : 2 à 3 MPa. (figure VII-8). Le cycle chargement – déconsolidation associé au crochet de traction de la troisième mise en charge a été isolé sur la figure VII-9. Il présente une amplitude d'environ 10 MPa et d'étend sur 8 s au lieu de 3 s à 300°C (figure VI-7). Il est donc significativement plus lent, mais d'amplitude comparable.

Quant à la courbe de relaxation (figure VII-10), elle est initialement assez accidentée, au cours des premières secondes. Lorsque la vitesse de relaxation approche  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  (vers 700 MPa), l'amplitude des bouffées de plasticité décroît sensiblement. Les cycles déchargement - rechargement de faible amplitude ( $\sim 1 \text{ MPa}$ , courbe rose) restent présents tout au long de l'essai. L'activité plastique résulte donc d'événements microscopiques de moins grande amplitude qu'à plus haute température, mais qui conservent entre eux suffisamment de coordination pour continuer à provoquer ces cycles déchargement - rechargement sous faible vitesse de déformation.

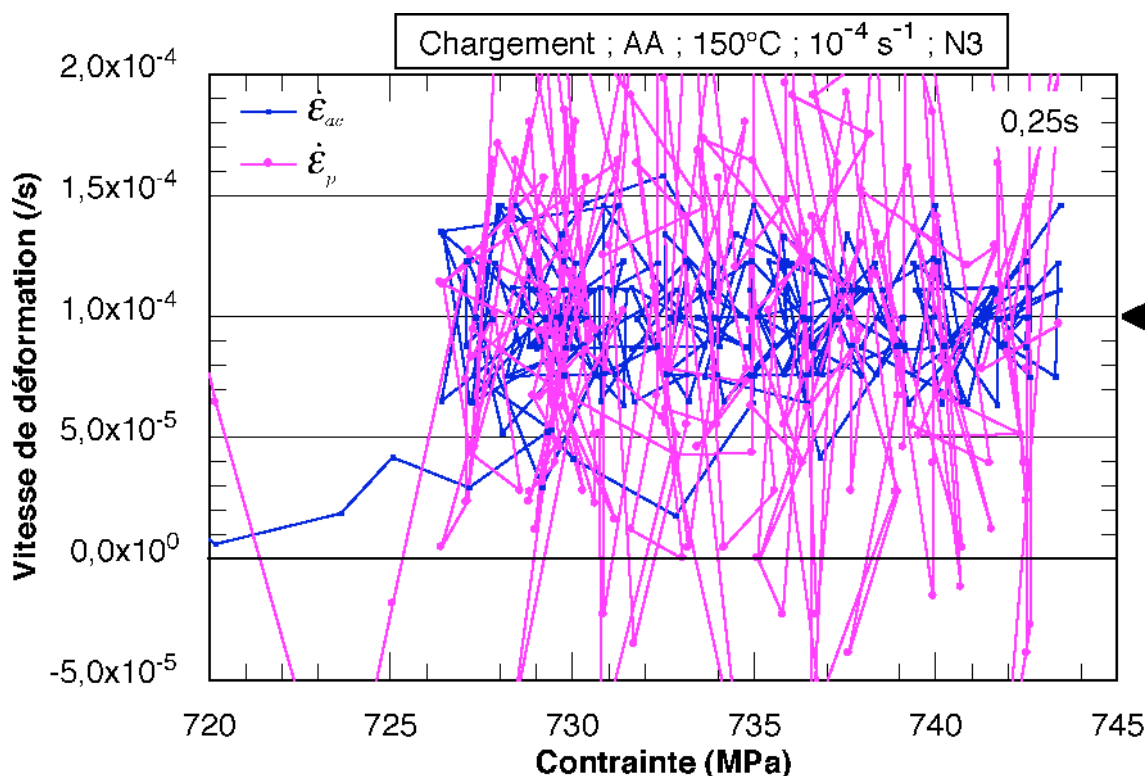


Figure VII-8 : Mise en charge à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Crochet de traction et cycles déchargement – rechargement.

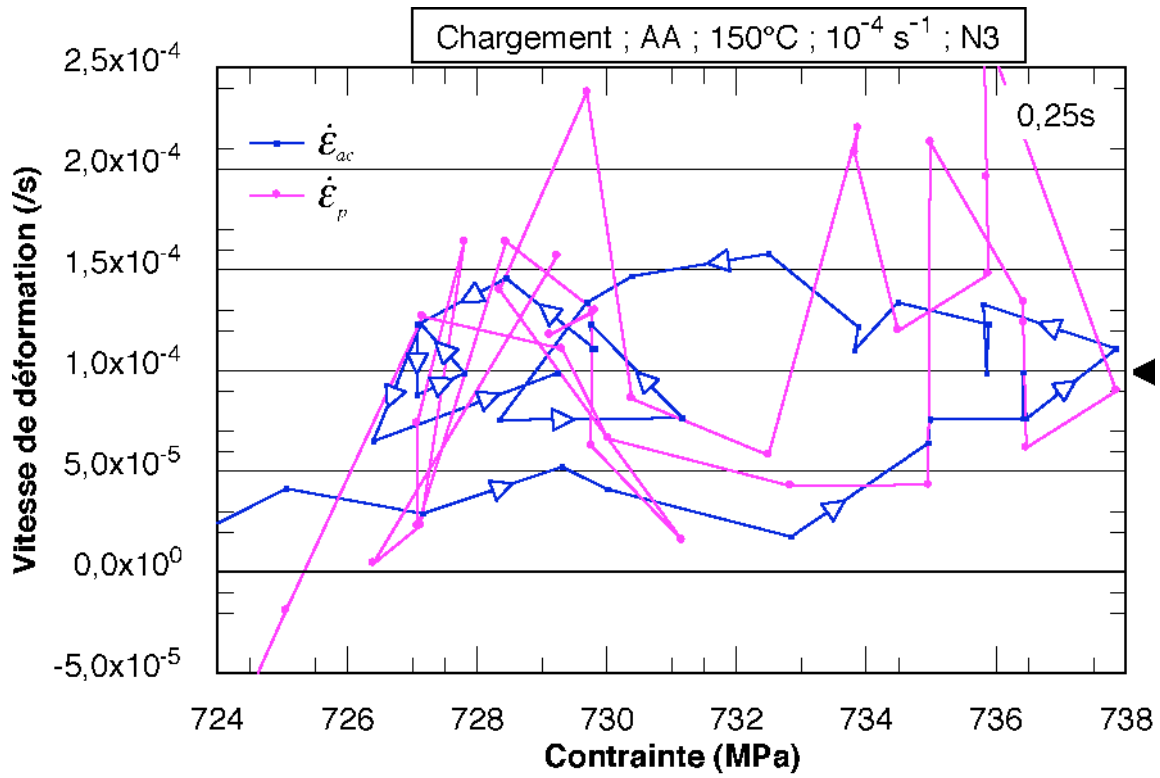


Figure VII-9 : Crochet de traction pris isolément.

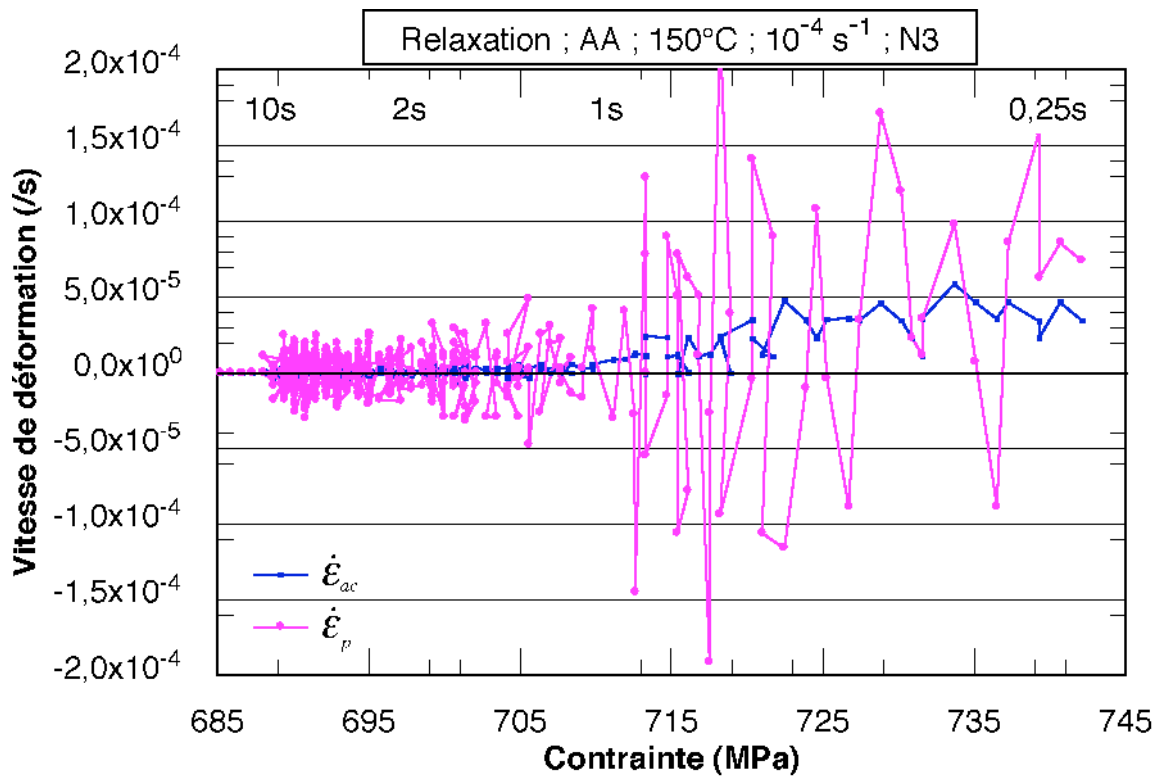


Figure VII-10 : Relaxation. Cycles déchargement – rechargement de faible amplitude.

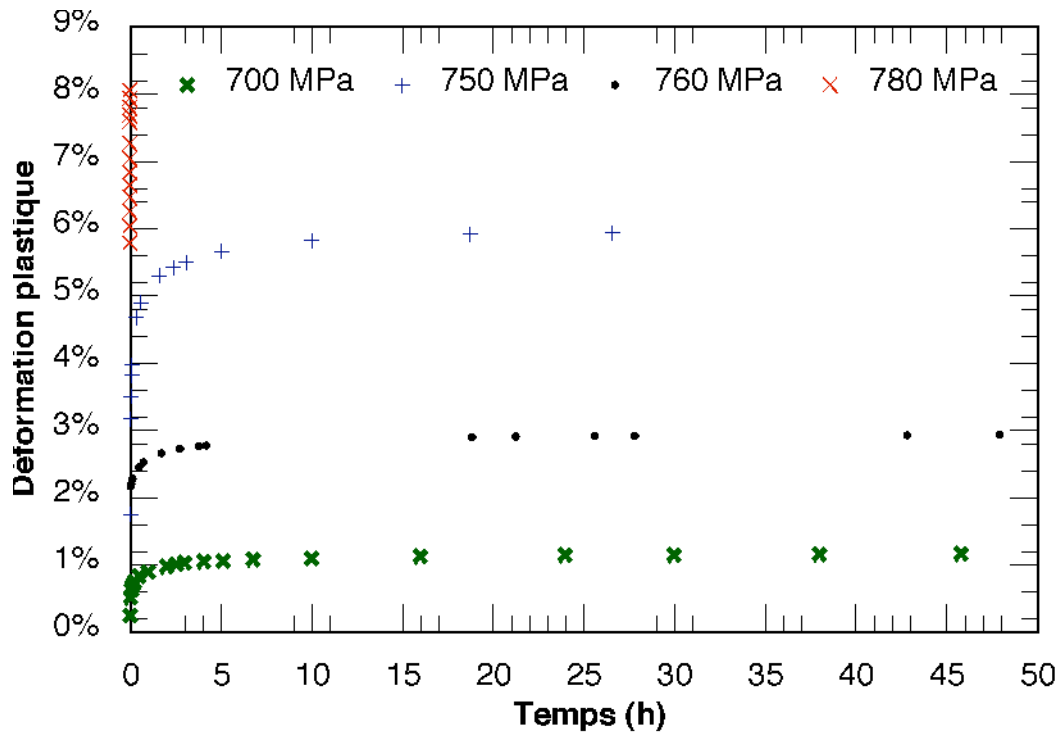
### VII.3. FLUAGE

Quatre niveaux de contrainte ont été étudiés en fluage à 150°C : 700, 750, 760 et 780 MPa. Trois conduisent au « blocage », et celui mené sous la plus forte contrainte présente une plasticité ininterrompue se terminant par la rupture de l'éprouvette.

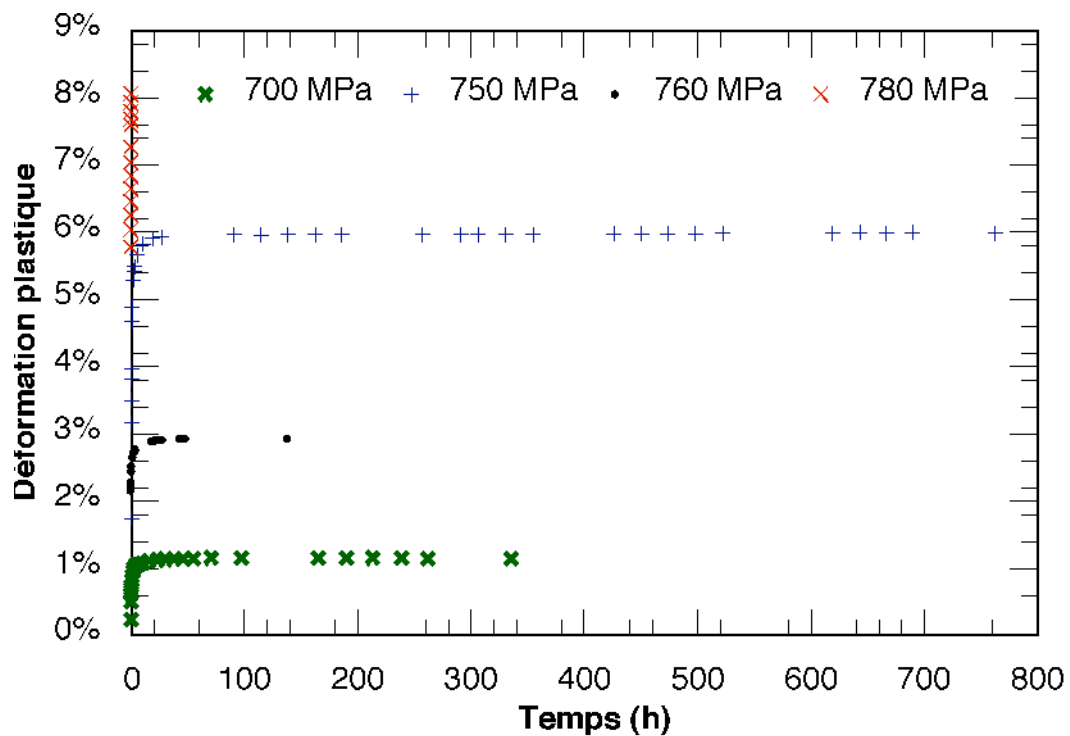
Tableau VII-2 : Essais de fluage à 150°C : conditions d'essais et résultats.

Eprouvette N°	Microstructure	Sens de prélèvement	Contrainte nominale	t
AAT6R	AA	Tangentiel	700 MPa	pas de rupture blocage à $\epsilon_p=1,2\%$
AAT11R	AA	Tangentiel	750 MPa	pas de rupture blocage à $\epsilon_p=6\%$
AAT12R	AA	Tangentiel	760 MPa	pas de rupture blocage à $\epsilon_p=3\%$
AAT7R	AA	Tangentiel	780 MPa	<b>6 min</b>

Les essais de fluage réalisés pour les trois plus faibles contraintes (jusqu'à 760 MPa) mettent rapidement en évidence un phénomène de saturation de la déformation ou blocage (figure VII-11) : la vitesse de déformation s'annule en quelques heures (figure VII-12) et la déformation plastique reste constante. Cette dernière est proche de 1,2 % à 700 MPa, 6 % à 750 MPa et 3 % à 760 MPa. Le blocage de la déformation se produit en 5 à 10 heures pour les plus faibles charges et dans tous les cas en moins de 50 heures.



a)



b)

Figure VII-11 : Essais de fluage à 150°C. Microstructure AA, prélèvement tangentiel. Evolution de la déformation plastique en fonction du temps : a) de 0 à 50 heures, b) de 0 à 800 heures.

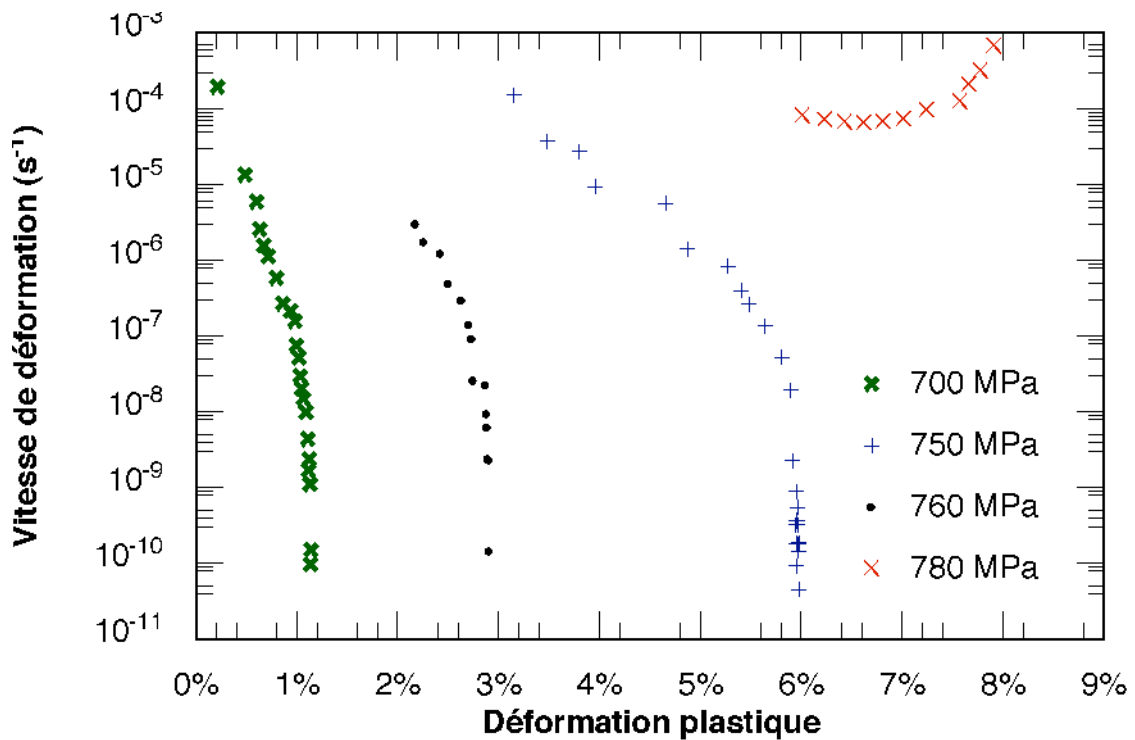


Figure VII-12 : Essais de fluage à 150°C. Microstructure AA, prélèvement tangentiel. Evolution de la vitesse de déformation en fonction de la déformation plastique

La raison pour laquelle l'ordre des courbes de fluage à 750 et 760 MPa est inversé peut être liée au phénomène Portevin-Le Chatelier (Strudel, 1984). En effet, selon les conditions de mise en charge, on suit la courbe de traction supérieure (*mode traînage*) ou la courbe de traction inférieure (*mode friction*). L'incertitude sur la déformation plastique est donc importante comme le montre la figure VII-13. Comme on ne contrôle pas la mise en charge, si pour une contrainte de fluage  $\sigma_a$  on se trouve sur la courbe inférieure, et pour une contrainte  $\sigma_b > \sigma_a$ , on se situe par contre sur la courbe supérieure suite à des conditions de mise en charge différentes, on a  $\epsilon_a > \epsilon_b$ .

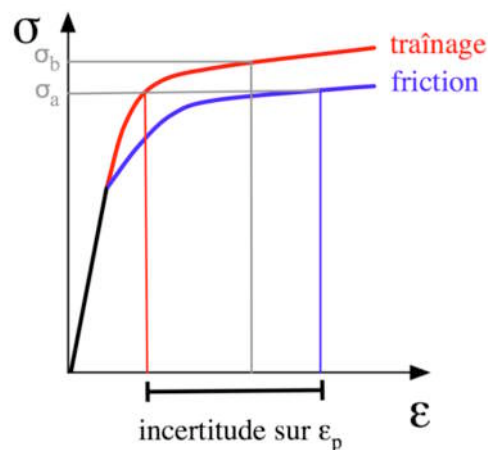


Figure VII-13 : Courbes enveloppes de traction dans le cas de l'effet Portevin Le Chatelier.

Enfin, l'éprouvette testée sous une contrainte de 780 MPa a cassé en moins de 6 minutes pour une déformation plastique de 8 %. Contrairement aux autres essais à 150°C, la vitesse de déformation plastique n'est jamais descendue en dessous de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Il apparaît donc que dans ces conditions, l'application d'une contrainte de 760 MPa conduit à un blocage, alors que sous une charge de 780 MPa, le blocage ne se produit pas.

#### Commentaires :

*On constate qu'à cette température « la cessation d'activité plastique » est plus longue à se réaliser qu'à plus haute température. Ceci semblerait indiquer que la microstructure de dislocations produite par la déformation plastique doit passer de sa configuration dynamique à sa configuration statique, puis enfin se consolider par vieillissement (sa résistance augmente et  $\log(\dot{\epsilon}_p)$  diminue) avant de s'immobiliser définitivement (blocage de la déformation en moins de 50h). Au contraire, lorsque la contrainte appliquée est suffisante, l'activité plastique, même localisée, ne cesse de balayer par passes successives le corps de l'éprouvette ou de la structure, empêchant ainsi que le vieillissement dynamique (qui succède immédiatement au passage d'une bande de déformation) ne prenne suffisamment d'amplitude, et ne devienne ainsi capable de bloquer le passage d'une nouvelle bande.*

*En fait, ceci est la traduction, dans le domaine du fluage, des phénomènes de bifurcation généralement associés à l'effet PLC. Une valeur critique de la contrainte de fluage à la température de 150°C peut ainsi être définie et évaluée à environ 770 MPa. Au-dessous de cette contrainte, la microstructure de l'éprouvette se consolidera à la fois par écrouissage et vieillissement dynamique, ce qui conduira au blocage de la déformation. Au-dessus de cette valeur, la microstructure de l'éprouvette restera hétérogène dans sa dynamique, mais l'existence et la propagation de bandes de localisation des vitesses persistera tout au long de l'essai. Des résultats analogues ont été trouvés pour le zirconium  $\alpha$  contenant 1200 ppm d'oxygène, dans le même domaine de température : 200°C - 20°C (Pujol, 1994).*

#### **VII.4. MICROSTRUCTURES DE DEFORMATION APRES FLUAGE A 150°C**

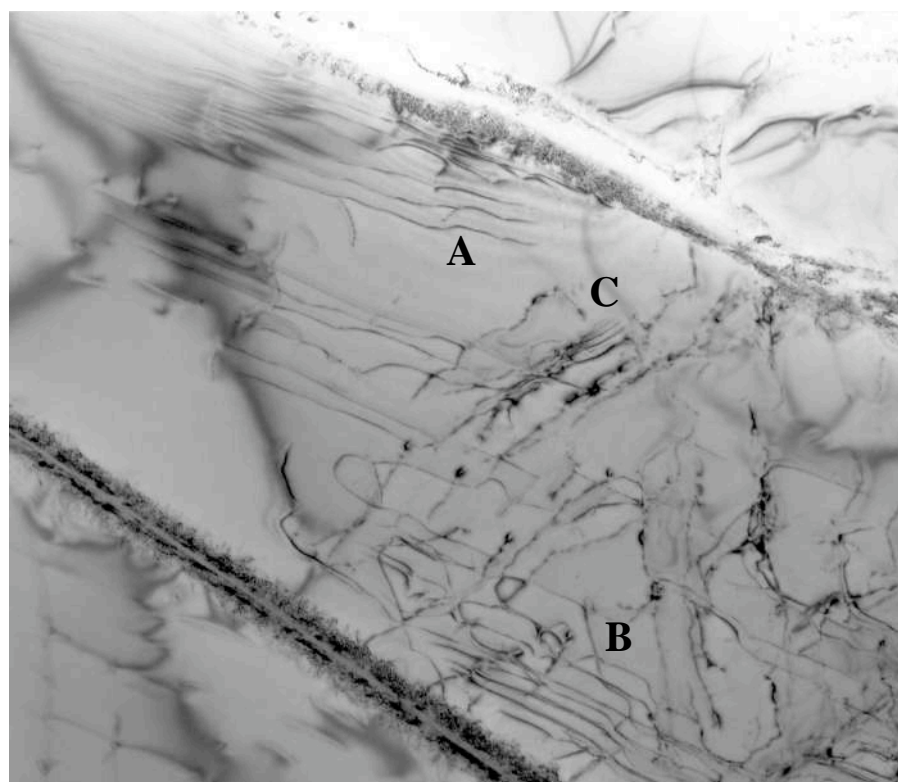
Pour les examens par MET, nous avons choisi les éprouvettes issues des deux essais extrêmes : la première lame est donc tirée d'une éprouvette ayant été soumise à une contrainte nominale de 700 MPa, et dont la déformation plastique s'est bloquée après 20 h de fluage à la valeur fixe de 1,2%. Elle a été trempée sous contrainte, à l'air comprimé, après un maintien de 320 h. La seconde a été soumise à une contrainte nominale de 780 MPa, sa vitesse de déformation plastique est passée par un minimum de  $3.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Sa rupture s'est produite après 6 minutes, et 8 % de déformation plastique totale.

#### VII.4.a. Examen de l'éprouvette bloquée en fluage sous 700 MPa.

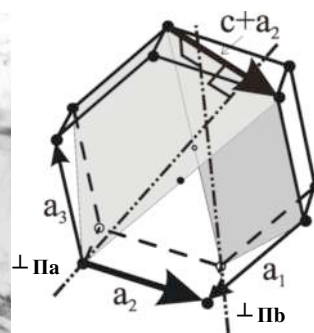
La première lame observée a été examinée à l'aide de trois plans réflecteurs  $\mathbf{g}$  différents, afin de déterminer les vecteurs de Burgers et les plans de glissement des dislocations observées (figure VII-14).

- *glissement de dislocations  $\mathbf{a}_2$  d'orientation vis dans le plan basal* : c'est ce qui est observable dans le coin supérieur gauche des micrographies. Les dislocations s'orientent dans la direction vis, dont elles ne s'écartent qu'en présence d'un obstacle ou d'un macrocran (*macrokink*) (en A, figure VII-14 a). Le vecteur  $\mathbf{a}_2$  étant très proche du plan de lame, ainsi qu'on peut le vérifier sur la projection stéréographique, elles sont très longues (plusieurs  $\mu\text{m}$ ), parallèles entre elles, et nombreuses, car leur plan de glissement basal est voisin du plan de la lame. Dans cette orientation, leur mobilité est donc assurée par le mouvement latéral des macrocrans. Il s'agit d'une configuration à mobilité réduite.

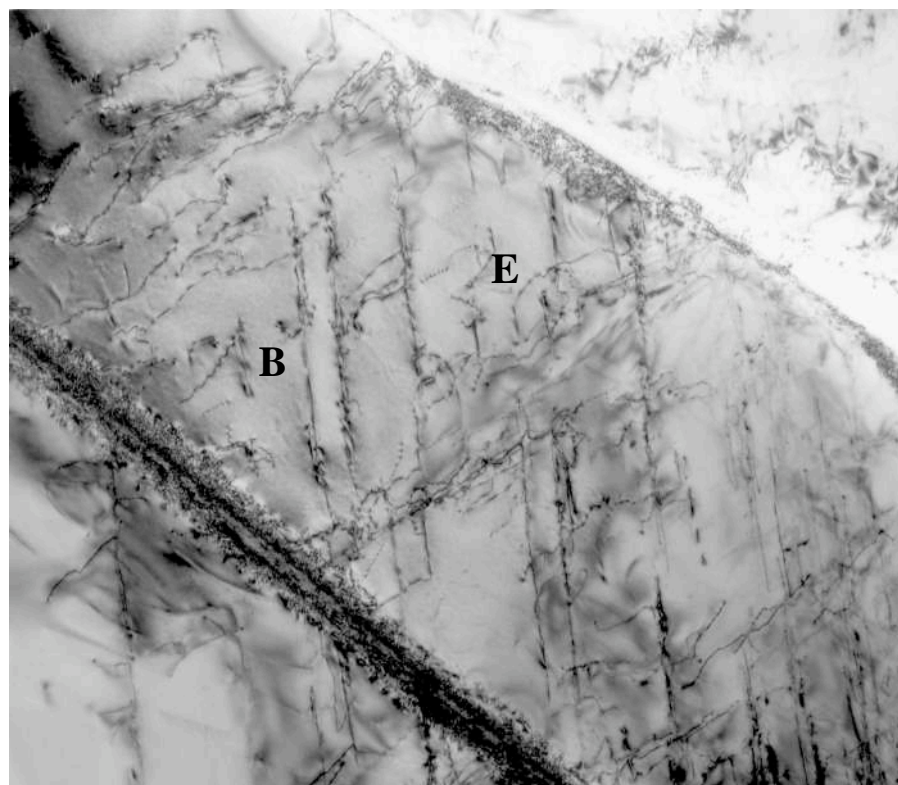
- *glissement de dislocations  $\mathbf{c} + \mathbf{a}_2$  dans des plans pyramidaux* : on l'observe dans la zone voisine de la même latte, située sur la droite des micrographies. Sur la figure VII-14 b, le plan de glissement pyramidal  $\Pi\mathbf{b}$  est presque vertical, et les dislocations qu'il contient forment des alignements sombres dans la direction de sa trace. Par contre, l'autre plan pyramidal  $\Pi\mathbf{a}$  est peu incliné, ce qui facilite l'observation des dislocations qu'il contient : elles prennent des formes assez contournées au voisinage de leur orientation coin, ou forment des arcs comme en E. Sur la figure VII-14 c, la verticalité des deux plans de glissement pyramidaux est inversée. Les dislocations décrites précédemment s'accumulent dans les traces étroites du plan  $\Pi\mathbf{a}$  alors que celles contenues dans le plan  $\Pi\mathbf{b}$  sont clairement visibles sous forme de longs segments quasi rectilignes (ou légèrement arqués), alignés dans la direction coin de ce plan pyramidal. Finalement, sur la figure VII-14 a où ces deux plans pyramidaux sont peu inclinés, les deux systèmes de glissement sont observables simultanément : on y trouve les directions générales coin des dislocations  $\mathbf{c} + \mathbf{a}_2$  des deux systèmes, ainsi que les dislocations vis du système  $\mathbf{a}_2$  / basal. Les variations d'orientation de toutes ces dislocations autour de leur direction d'ancrage (vis pour les  $\mathbf{a}_2$ , et coin pour  $\mathbf{c} + \mathbf{a}_2$ ) indiquent que ces systèmes étaient actifs pendant la sollicitation. Par ailleurs, on constate que ces trois systèmes de glissement actifs distribuent à l'intérieur de cette latte des dislocations ayant peu de motifs d'interactions mutuelles, donc ne contribuant que faiblement à la constitution de sous-structures ou de parois de cellules. Ces dernières configurations n'ont jamais été observées au cours de cette étude, même dans des éprouvettes plus déformées. Cette constatation pourrait par ailleurs expliquer les faibles taux d'érouissage mesurés dans toute la gamme de température étudiée (figure VIII-3).



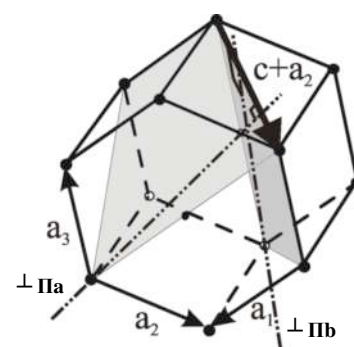
a)

1  $\mu\text{m}$ 

$$g = (-1, 2, -1, 0)$$

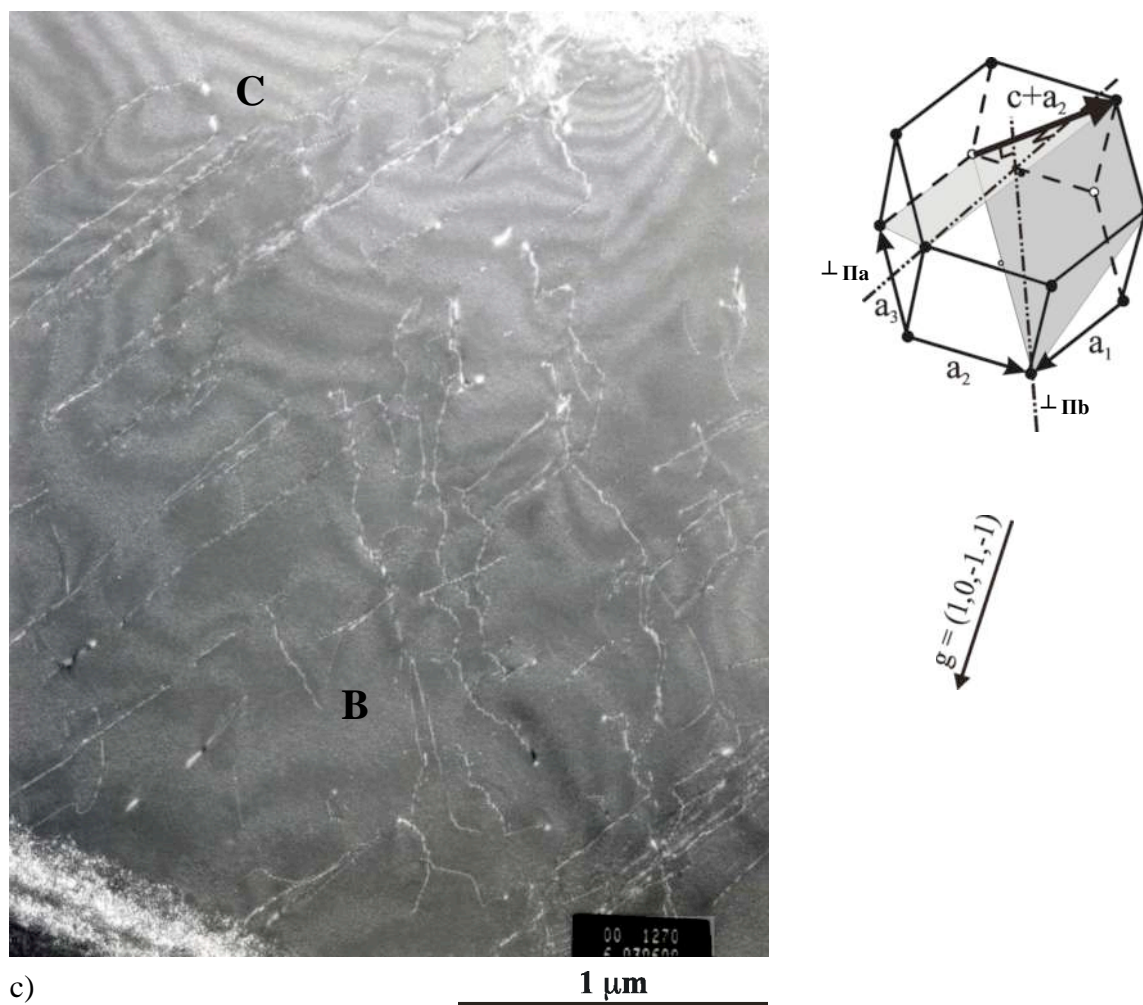


b)

1  $\mu\text{m}$ 

$$g = (-1, 0, 1, -1)$$





c)

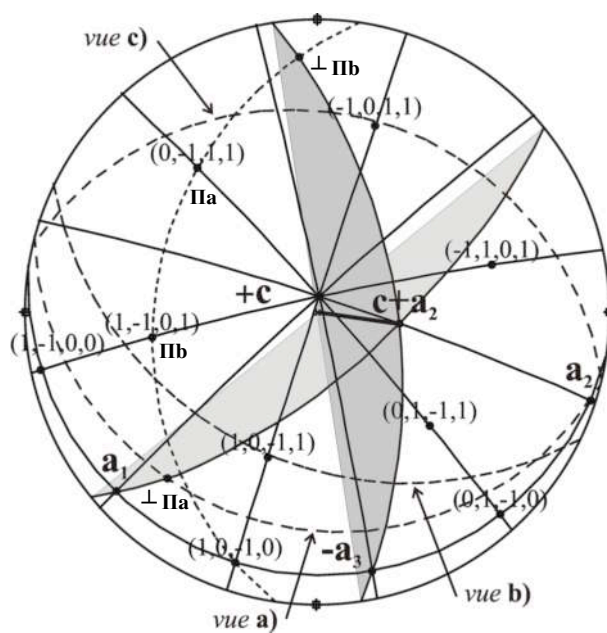


Figure VII-14 : Micrographies MET sous différents  $g$  après fluage à 150°C sous 700 MPa. Blocage de la déformation :  $\epsilon_p = 1,2\%$ .

- *configuration de blocage* : elle est observée dans la latte voisine, sur la figure VII-15 où plusieurs dislocations de vecteur de Burgers  $\mathbf{c} + \mathbf{a}_2$ , de grande longueur, se déploient parallèlement les unes aux autres dans leur plan de glissement pyramidal  $\Pi\mathbf{b}$  (1,-1,0,1). Il est possible, grâce à la projection stéréographique, de tracer la direction de l'orientation coin de ces dislocations dans leur plan de glissement : elle est notée  $\perp \Pi\mathbf{b}$ . On constate que la direction de cette ligne est voisine du plan de la lame (environ  $10^\circ$ ), ce qui explique leur grande longueur. L'alignement de leur point d'émergence à la surface de la lame n'est autre que la trace de leur plan de glissement sur cette surface. Cette direction est située à environ  $20^\circ$  de celle donnée par la projection stéréographique. L'orientation effective de la latte observée par rapport au plan moyen de la lame est à l'origine de telles erreurs fréquemment constatées.

On observe également une famille de dislocations vis de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}_2$ , semblables à celles observées précédemment dans la latte voisine, et qui, cette fois, viennent buter contre l'alignement de dislocations coins  $\mathbf{c} + \mathbf{a}_2$  décrit précédemment, pour y former une grille.

Cette configuration particulière de dislocations illustre clairement une situation de blocage faisant intervenir simultanément la dissociation de cœur pour ce qui est des dislocations  $\mathbf{a}_2$  vis et la ségrégation des interstitiels vers les dislocations coin  $\mathbf{c} + \mathbf{a}_2$  de grand vecteur de Burgers.

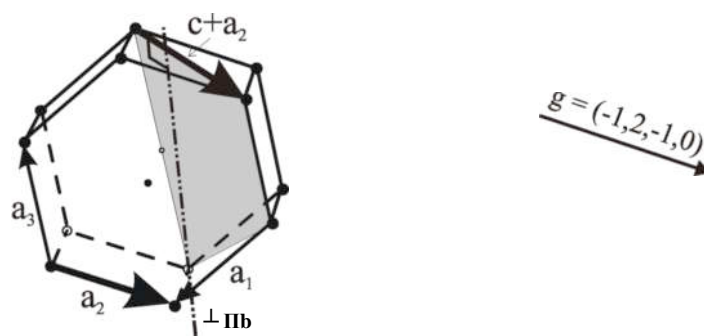
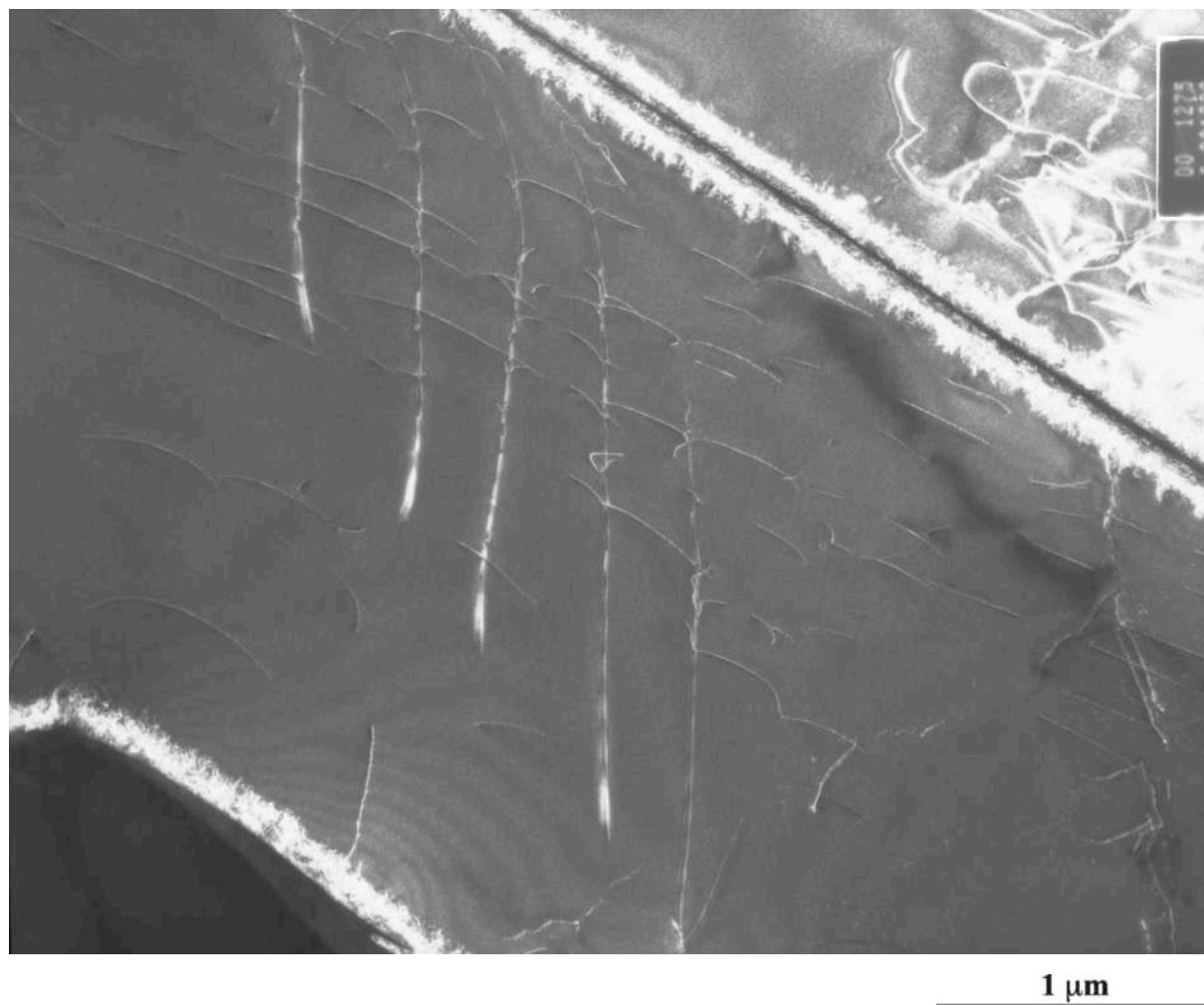


Figure VII-15 : Micrographie MET (« faisceau faible ») d'une latte voisine après fluage à 150°C sous 700 MPa. Blocage de la déformation :  $\epsilon_p = 1,2\%$ .

### VII.4.b. Examen de l'éprouvette rompue sous 780 MPa en 6 minutes

Cette seconde éprouvette ayant rompu, elle n'a pu être trempée sous contrainte appliquée. Elle a cependant été refroidie à l'air comprimé comme les autres. Par ailleurs, du fait de la forte déformation subie (8 %), les lattes sont fortement distordues et contiennent d'importantes densités de dislocations. Seules des observations à fort grandissement ont donc permis d'isoler dans des régions relativement minces, des configurations de dislocations mobiles identifiables.

Une observation en utilisant le plan basal comme plan de diffraction a permis de déterminer qu'aucune dislocation de vecteur de Burgers  $\mathbf{c} + \mathbf{a}_1$  n'était présente dans cette région de la latte. Toutes les dislocations visibles ont donc des vecteurs de Burgers de type  $\mathbf{a}_i$ . Elles glissent, soit dans le plan basal qui est bien marqué sur la figure VII-16 c par les dislocations vis de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}_3$ , soit dans des plans prismatiques comme celui des dislocations vis de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}_1$ , dont l'orientation est voisine de celle du plan de la lame (figure VII-16a), ce qui facilite l'observation de ces dernières.

On constate sur la figure VII-16 b que les dislocations de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}_2$  forment des arcs dans la direction coin entre les divers points d'ancrage qu'elles rencontrent, alors que les dislocations de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}_1$  apparaissent rigidement toutes orientées en segments de direction coin, se raccordant à d'autres dislocations formant un angle voisin de 90°. En fait, les trois vecteurs de Burgers du plan basal étant actifs simultanément, sur des systèmes de glissement qui s'interceptent, il se forme obligatoirement des jonctions attractives qui répondent par exemple à la réaction :

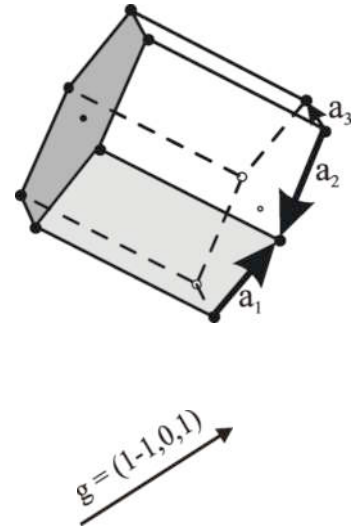
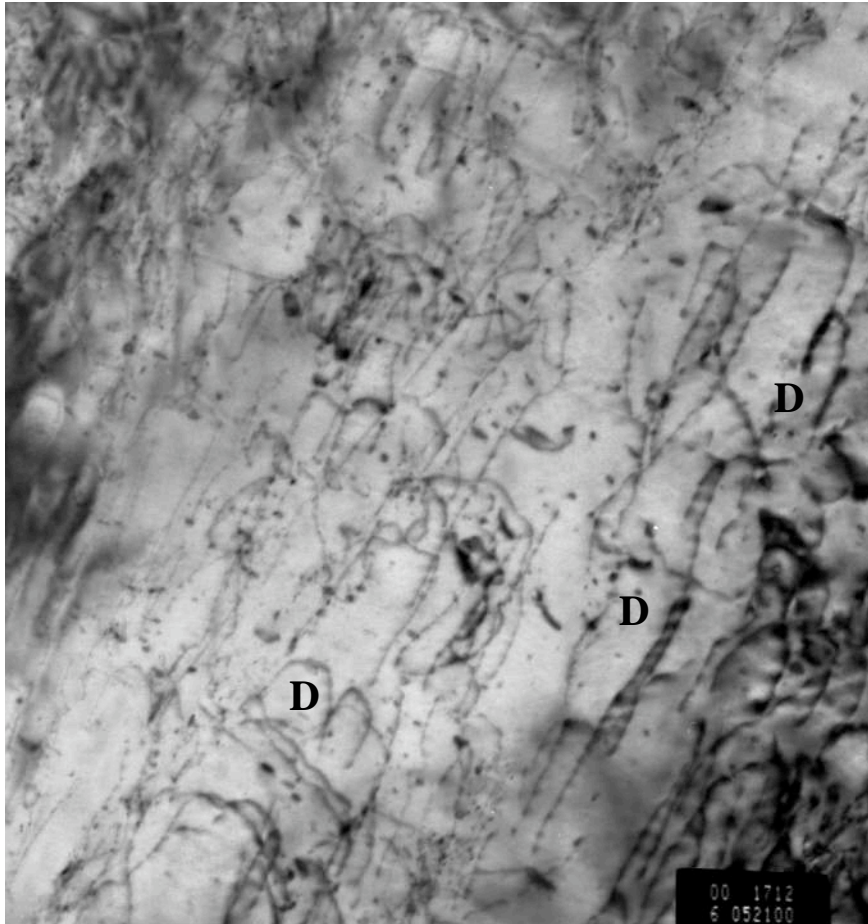
$$\mathbf{a}_1 + \mathbf{a}_2 = -\mathbf{a}_3 \quad (\text{Eq. VII-1})$$

Une telle configuration est décrite par le schéma 1 : l'arc coin  $\mathbf{a}_1$  est mobile mais relaxé en position coin pure, et les segments  $\mathbf{a}_2$  sont d'orientation vis et bloqués.

Les deux lignes de dislocation de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}_1$  et  $\mathbf{a}_2$  qui se rencontrent glissent respectivement dans le plan basal  $\mathbf{B}$  et dans le plan prismatique  $\mathbf{Pa}_2$ . Leur jonction conduit à la création d'un segment de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}_3$ , d'orientation  $\mathbf{a}_2$  qui peut se réorienter par glissement basal, comme indiqué par les deux flèches pour prendre une direction vis et se déployer dans son plan de glissement prismatique  $\mathbf{Pa}_3$ , par glissement dévié. En réalité, la disposition relative des maxima des facteurs de Schmid des divers systèmes de glissement dans l'hexagonal (annexe 4), indique qu'il s'agira plus vraisemblablement de deux glissements pyramidaux plutôt que deux glissements prismatiques et d'un glissement basal. Ce mécanisme conduit ainsi à ces configurations anguleuses mettant en jeu simultanément plusieurs plans prismatiques ou pyramidaux interceptant le plan basal, ainsi que le montre le schéma 1. Les segments coin  $\mathbf{a}_1$  (repère A) peuvent aussi provenir de configurations de tête d'arcs de dislocations mobiles, relaxés sous forme rectiligne.

Un second caractère particulier de ces matériaux fortement déformés est constitué par la présence de nombreux dipôles ou débris de dipôles d'orientation vis, comme en D (figure VII-16 a). Ils peuvent avoir été produits par glissement prismatique de dislocations  $\mathbf{a}_1$  effectuant de courtes excursions, par glissement dévié, dans le plan  $\mathbf{B}$  et laissant de longs dipôles vis parallèlement à la direction  $\mathbf{a}_1$  du plan de base (schéma 2).

Remarquons enfin que sur le champ de 3  $\mu\text{m}$  de diamètre couvert par ces micrographies, deux régions présentant des configurations de dislocations bien distinctes peuvent être identifiées. La première située à gauche contient essentiellement des arcs de dislocations en cours de mouvement et de multiplication qui ont été arrêtés sous contrainte. La seconde située vers le bas et à droite présente des configurations anguleuses traduisant une importante relaxation des contraintes dans cette région. Il est intéressant de relier cette répartition spatiale hétérogène au phénomène de localisation des événements micro plastiques dont on sait que l'échelle se réduit avec la température. Ce volume de quelques  $\mu\text{m}^3$  à une dizaine de  $\mu\text{m}^3$  pourrait être caractéristique des événements micro plastiques élémentaires qui parcourent le corps de l'éprouvette au cours de la déformation.



a)

0,5  $\mu$ m

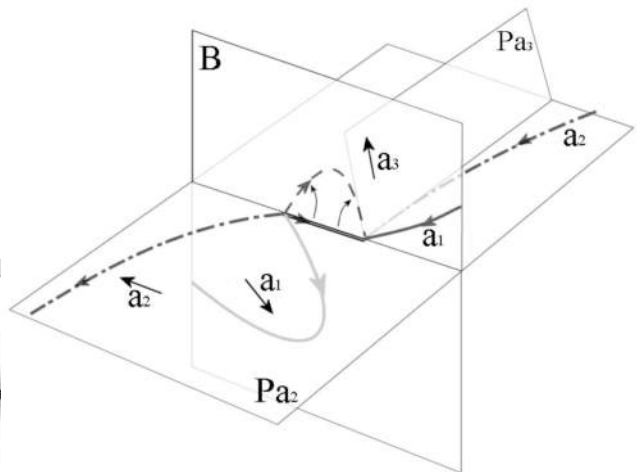
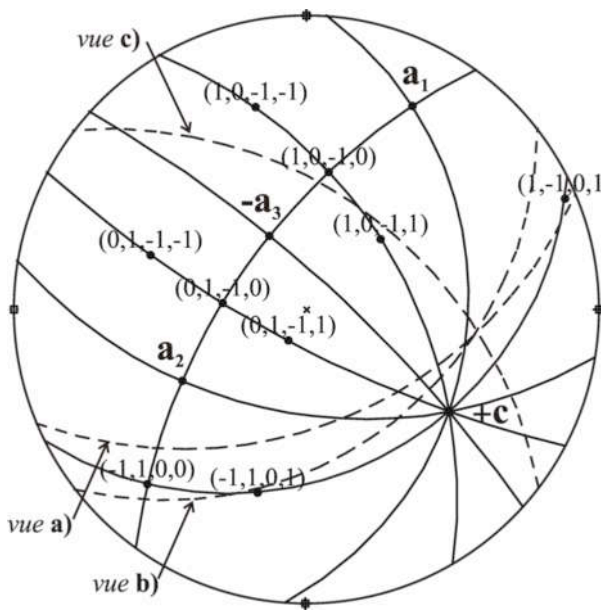


Schéma 1 : jonction  $a_1, a_2, a_3$

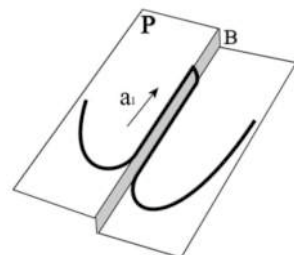
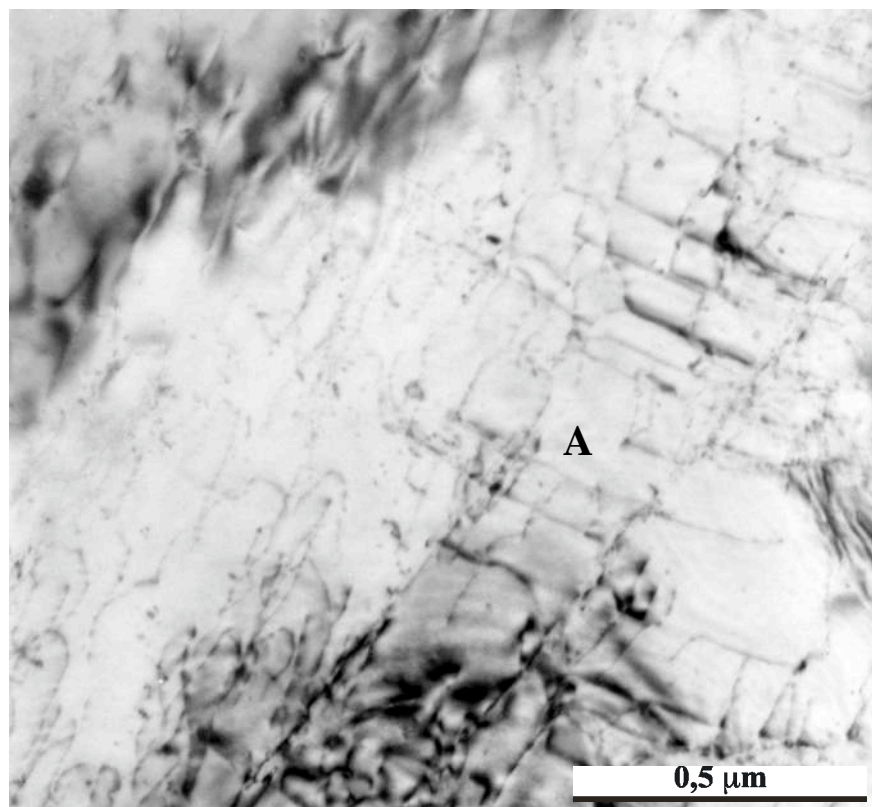
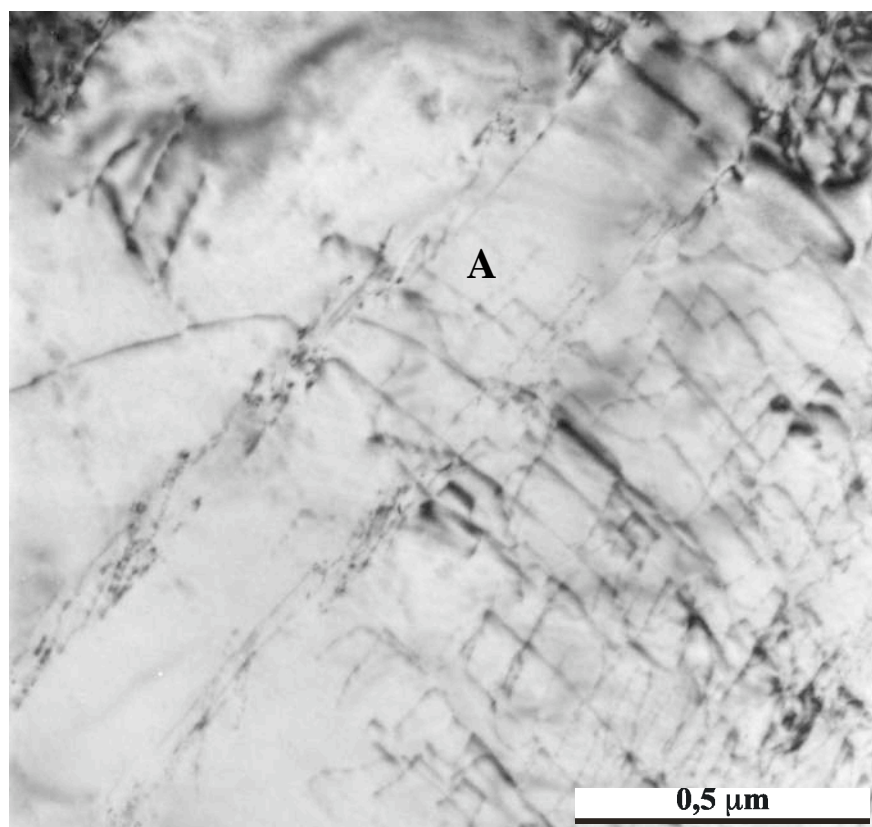


Schéma 2 : création de dipôles vis





b)



c)

Figure VII-16 : Micrographies MET sous différents  $g$  après fluage à 150°C sous 780 MPa. Rupture en 6 min ;  $\epsilon_p = 8\%$ .

## VII.5. FATIGUE-FLUAGE

Des essais de fatigue-fluage ont été réalisés à 150°C sur la microstructure AA :

- avec une contrainte maximale de 700 MPa sur des éprouvettes prélevées dans les directions tangentielle et axiale,
- avec une contrainte maximale de 750 MPa sur une éprouvette prélevée dans la direction tangentielle.

Tableau VII-3 : Essais de durée de vie en fatigue et fatigue-fluage à 150°C : conditions d'essais et résultats.

Eprouvette N°	Micro- structure	Sens de prélèvement	Cycle appliqué	Contrainte maximale	Durée de vie	
					Nf	t (en h)
AAT4	AA	Tangentiel	10-120-10	700 MPa	<b>pas de rupture après 10 400</b>	<b>404,44</b>
AAa3	AA	<b>Axial</b>	10-120-10	700 MPa	<b>pas de rupture après 10200</b>	<b>396,67</b>
AAT3	AA	Tangentiel	10-120-10	750 MPa	<b>7874</b>	<b>306,21</b>

Quel que soit le niveau de contrainte (700 ou 750 MPa), ou la direction de prélèvement (tangentielle ou axiale), on observe un blocage de la déformation après 1000 cycles environ, soit 40h (figures VII-17 et VII-18).

Les essais à 700 MPa ont été poursuivis jusqu'à 10 000 cycles (400 heures environ) sans que la déformation évolue. On remarque que la courbe se rapportant à l'éprouvette de prélèvement tangentielle est en tout point semblable à la courbe de fluage obtenue sous la même contrainte.

Pour l'essai mené à  $\sigma_{\max}=750$  MPa, un endommagement se produit après 7500 cycles (300 heures) et mène à la rupture de l'éprouvette à l'issue des 375 cycles suivants.

Pour les essais réalisés sur les éprouvettes prélevées dans la direction tangentielle, les niveaux de déformation plastique atteints lors de la saturation sont de 1,1 % pour la contrainte de 700 MPa et de 1,7 % pour la contrainte de 750 MPa.

Les courbes donnant  $\dot{\epsilon}_p = f(\dot{\epsilon})$  ont l'allure suivante : dans un premier temps, comme en fluage, la vitesse de déformation diminue, mais cette fois, sous une contrainte de 750 MPa, un endommagement croissant apparaît, accélère la plasticité et conduit à la rupture. On peut noter que cet endommagement ne se produit pas en fluage.



Influence de la direction de prélèvement

L'éprouvette prélevée dans la direction axiale et testée en fatigue-fluage sous une contrainte maximale de 700 MPa se déforme plus que celle prélevée dans la direction tangentielle et testée dans les mêmes conditions. On a une translation des courbes vers les plus fortes déformations pour la direction axiale.

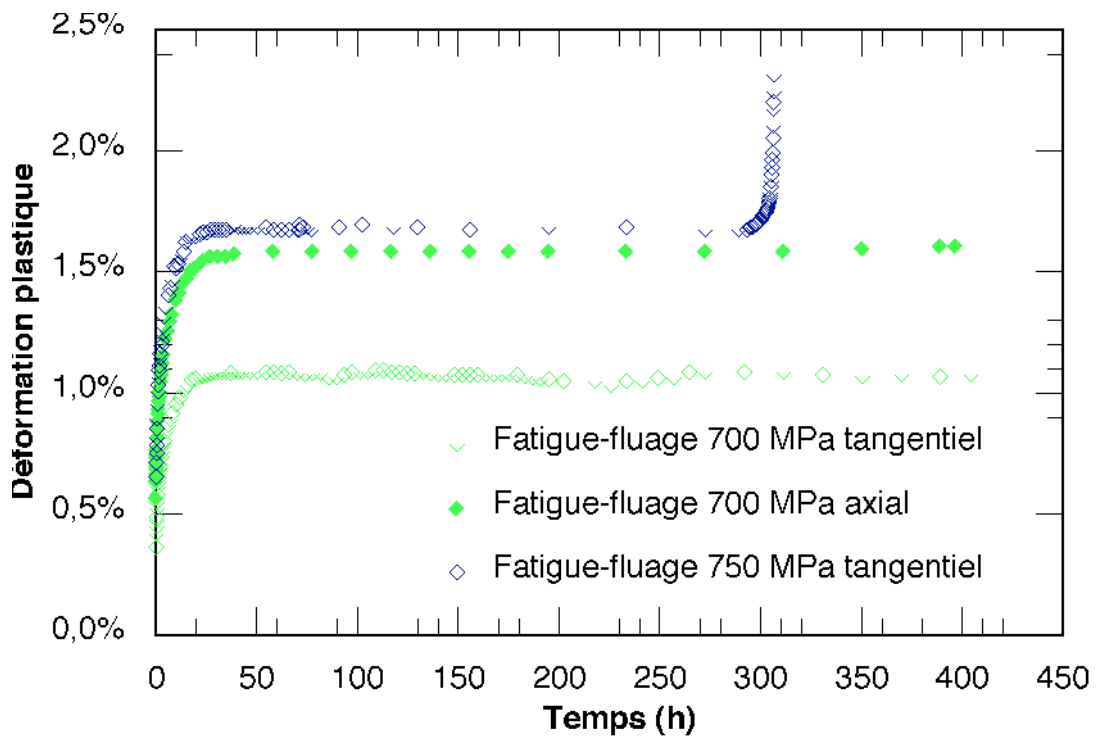


Figure VII-17 : Essais de fatigue-fluage à 150°C. Microstructure AA. Evolution de la déformation plastique en fonction du temps.

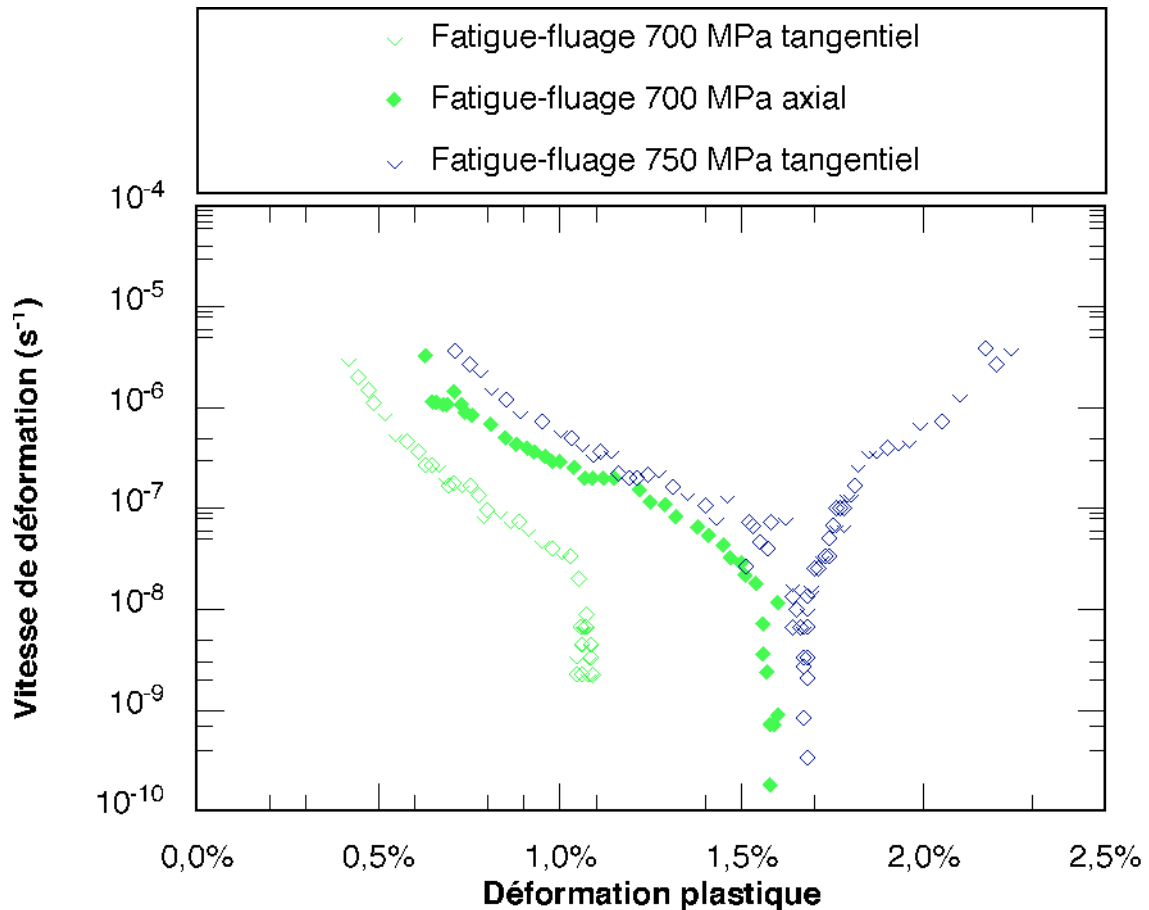


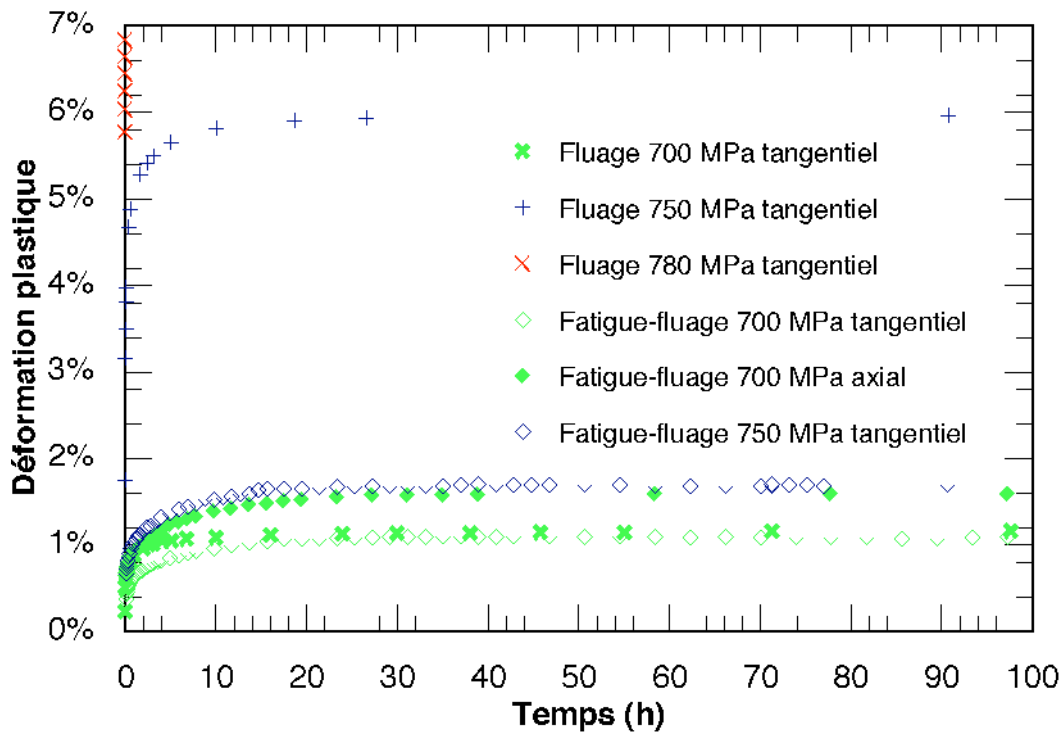
Figure VII-18 : Essais de fatigue-fluage à 150°C. Microstructure AA. Evolution de la vitesse de déformation en fonction de la déformation plastique.

## VII.6. COMPARAISON DES ESSAIS DE FATIGUE-FLUAGE ET FLUAGE A 150°C

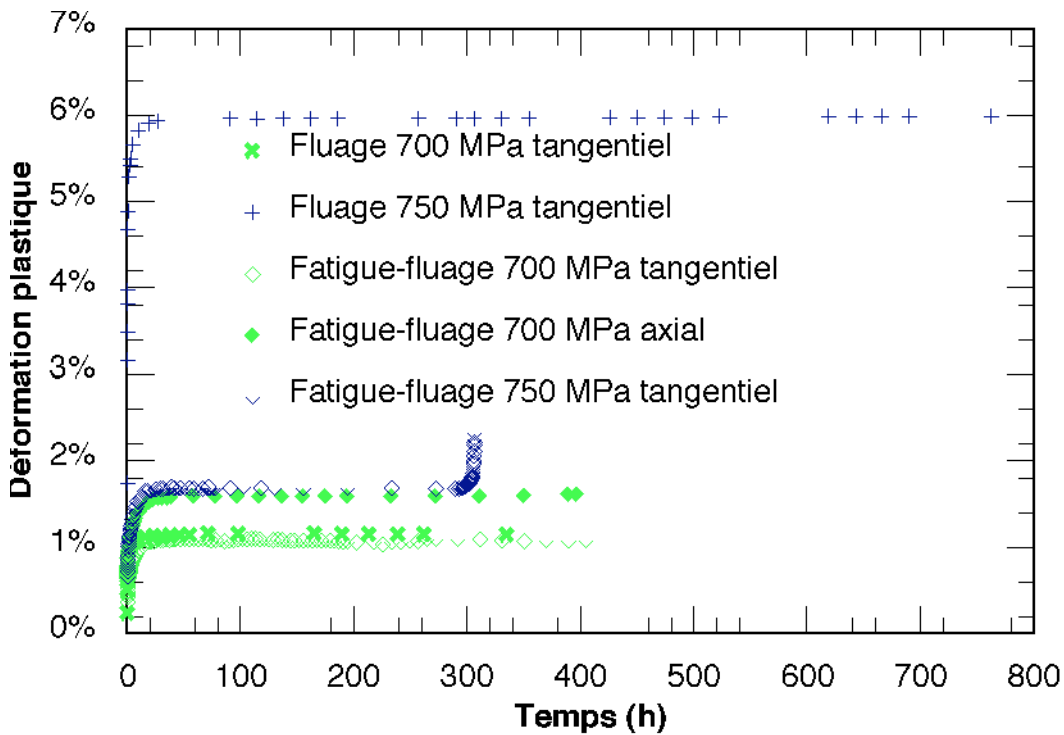
Les figures VII-19 et VII-20 présentent  $\varepsilon_p = f(t)$  et  $\dot{\varepsilon}_p = f(\varepsilon_p)$  pour les essais de fatigue-fluage et de fluage menés à 150°C.

Quels que soient le type de sollicitation et la contrainte appliqués, les allures des courbes sont similaires : une nette décroissance de la vitesse de déformation mène à un phénomène de saturation de la déformation qui ne progresse plus alors. La rupture n'est observée que pour la fatigue-fluage à 750 MPa.

Les niveaux de déformation plastique atteints au blocage sont identiques sous 700 MPa (environ 1,1 %) pour les essais de fluage et fatigue-fluage réalisés sur les éprouvettes prélevées dans la direction tangentielle. Pour le niveau de contrainte de 750 MPa, par contre, la déformation plastique en fatigue-fluage n'est que de 1,7 % contre 6 % en fluage. Il faut toutefois être prudent quant au résultat de fluage à 750 MPa vu l'incertitude importante sur le trajet de chargement suivi (cf. figure VII-13).



a)



b)

Figure VII-19 : 150°C, comparaison essais de fluage et de fatigue-fluage. Microstructure AA. Evolution de la déformation en fonction du temps : **a)** de 0 à 100 heures, **b)** de 0 à 800 heures.

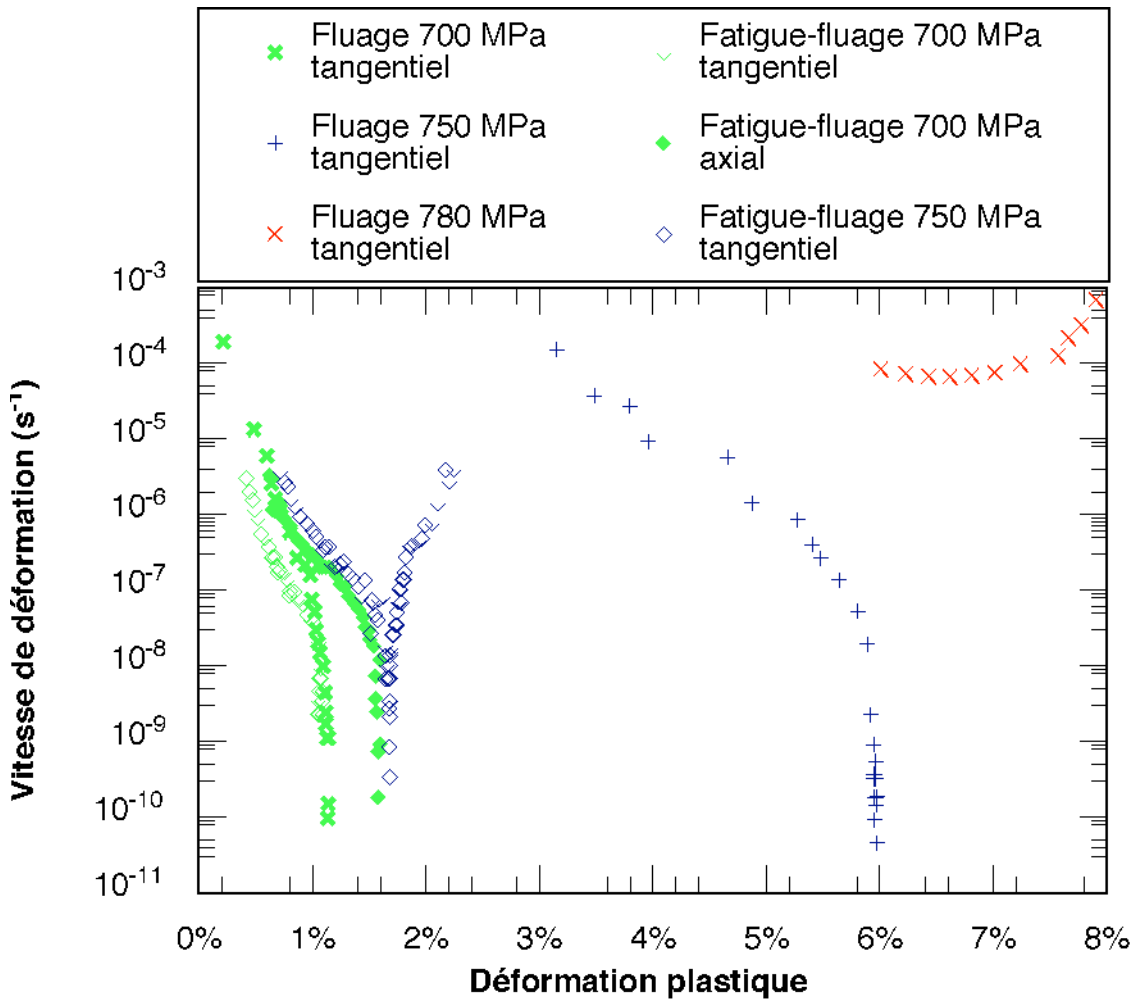


Figure VII-20 : 150°C, comparaison essais de fluage et de fatigue-fluage. Microstructure AA. Evolution de la vitesse de déformation en fonction de la déformation plastique.

Les phénomènes de blocage de la déformation ont été observés aussi bien dans un mode de sollicitation que dans l'autre. Remarquons qu'en fatigue-fluage, aucun essai n'a été effectué sous des contraintes appliquées suffisamment élevées pour y faire apparaître, comme on le verra à 20°C, un régime de plasticité permanente (dépourvu de blocage). Cependant, on peut estimer la valeur de la contrainte critique comme légèrement supérieure à la plus forte contrainte appliquée (750 MPa), soit environ 770 MPa. Cette valeur est tout à fait comparable à celle trouvée en fluage.

## VII.7. CONCLUSIONS

À cette température, l'amplitude de relaxation du matériau atteint environ 70 MPa (en 24 h). Cette valeur est très supérieure à celle mesurée à 300° C qui était d'environ 15 MPa. Ce comportement en température est strictement anormal et se traduit sur les courbes de relaxation par l'apparition d'un stade de restauration (ou écrouissage en chargement) en *mode friction* qui précède la phase de transition de mode à pente infinie (courbe de relaxation verticale).

Les microstructures de déformation après blocage, en fluage, révèlent bien l'existence de configurations de blocage: dislocations  $c + a_1$  en position coin et dislocation  $a_1$  en position vis. Par contre, de nombreuses configurations mobiles ou potentiellement actives, telles que des sources de Frank-Read ou des empilements de dislocations contre des obstacles infranchissables sont encore bien présentes dans les lattes  $\alpha$  du matériau.

À 150°C, en fluage comme fatigue - fluage, un blocage de la déformation plastique est constaté en moins de 50 heures. Par contre, en fatigue-fluage, la déformation plastique provoquant le blocage n'est que de 1,6 % sous 750 MPa alors qu'elle atteint 6 % en fluage. Ceci impliquerait donc que les microstructures induites par fatigue-fluage sont plus aptes à provoquer le blocage que les microstructures de fluage.

En fatigue-fluage, la viscoplasticité cesse alors d'être totalement inhibée. En fait, ce mode de sollicitation se révèle plus incisif, et scrutateur de défauts mécaniques ou structuraux éventuels (même avec  $R > 0$ , car dans ce type de matériau, l'écrouissage cinématique dépasse largement l'écrouissage isotrope, donc le sens de la plasticité s'inverse au cours des déchargements). L'endommagement apparaît donc au cours de la phase de blocage : il conduira l'éprouvette ou la structure à sa ruine. Ceci ne semble pas se produire en fluage.

### Perspectives :

Il serait intéressant de connaître la capacité de rechargement du matériau au cours d'un essai de fluage à 150°C, comme il avait été fait à la température précédente de 300°C.

Symétriquement, les essais de fatigue-fluage sous plus forte contrainte confirmeraient-ils l'existence d'un régime de plasticité continue, dans lequel le blocage serait absent ? C'est le cas à 20°C, comme on le verra au chapitre suivant.



## Chapitre VIII : LIMITE BASSE DU DOMAINE DE L'ANOMALIE : 20°C

### POSSIBILITE DE VIEILLISSEMENT STATIQUE

L'ensemble des essais réalisés à température ambiante est présenté dans le tableau suivant :

Tableau VIII-1 : Matrice des essais réalisés à température ambiante.

Microstructure et prélèvement	AA tangentiel	AA axial	EH tangentiel
<b>Traction</b>	$10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et $10^{-6} \text{ s}^{-1}$		$10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et $10^{-6} \text{ s}^{-1}$
<b>Relaxation</b>	avec rechargements multiples à $10^{-4} \text{ s}^{-1}$		avec rechargements multiples à $10^{-4} \text{ s}^{-1}$
<b>Fluage</b>	840, 860, 880 et 900 MPa		
<b>Fatigue</b>	900 MPa		
<b>Fatigue-fluage</b>	780, 840 et 900 MPa	780 et 840 MPa	900 MPa

### VIII.1. TRACTION

#### VIII.1.a. Microstructure AA

À température ambiante, des essais de mesure de module et de limite d'élasticité à 0,2 % ont été effectués avec des vitesses de sollicitation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$ .

La contrainte d'écoulement est plus basse pour la vitesse la plus lente, le durcissement étant plus faible dans ce dernier cas. Ce comportement habituel est observé dans tous les métaux et alliages ne présentant pas d'interactions entre dislocations et solutés : c'est l'effet de vitesse. La différence est de 75 MPa pour cette microstructure, ce qui donne pour la SRS une valeur positive de 16,3 MPa.

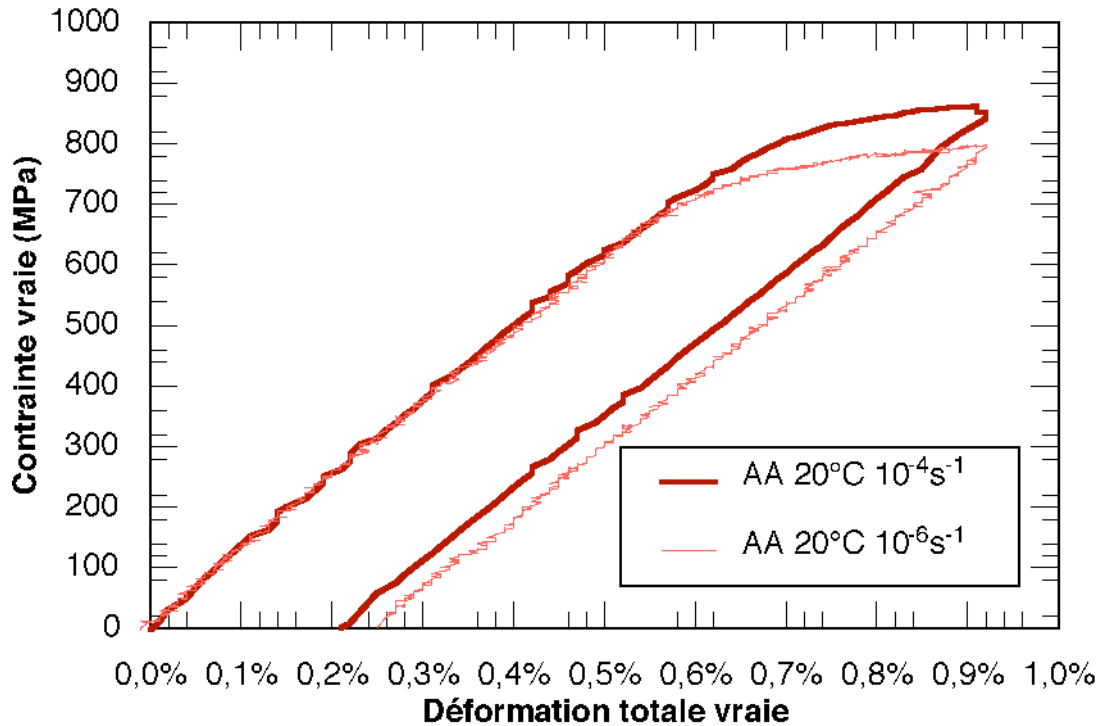


Figure VIII-1 : Essais de traction à deux vitesses de sollicitation sur la microstructure AA. Température ambiante.

### VIII.1.b. Microstructure EH

Des essais de traction monotone ont été réalisés avec la machine multi-essais utilisée habituellement pour les essais de relaxation sur des éprouvettes prélevées dans la direction tangentielle du galet de microstructure EH. Ils ont été conduits avec des vitesses de déformation totale de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$ .

Il existe un effet de vitesse important à température ambiante : la contrainte d'écoulement augmente avec la vitesse de déformation. Toutefois, la différence entre les contraintes d'écoulement lorsque la vitesse de sollicitation passe de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  à  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$  est nettement moins marquée dans la microstructure EH que dans la microstructure AA : 40 MPa au lieu de 75 MPa. La SRS passe de 6,5 MPa à 150°C, à 8,7 MPa à 20°C. Elle est positive et croît donc lorsqu'on s'éloigne du pic du domaine (400°C, température où la SRS est négative).



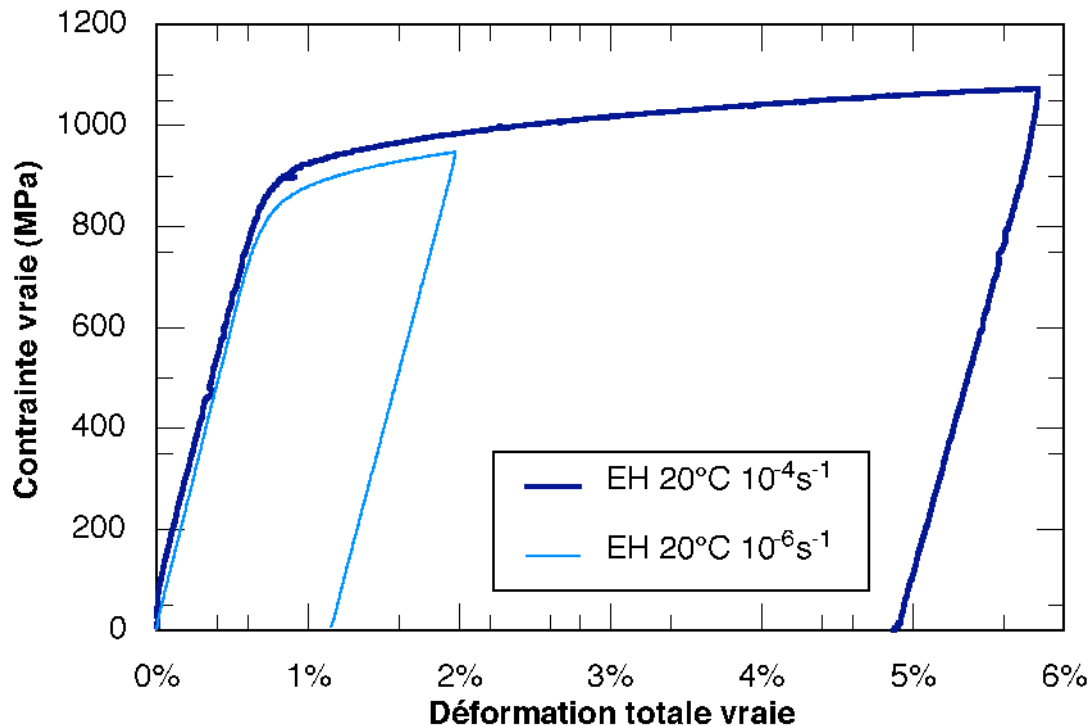


Figure VIII-2 : Essais de traction monotone sur des éprouvettes de microstructure EH et de prélèvement tangentiel à température ambiante.

### VIII.1.c. Variation du taux d'écroutissage avec la température

Le taux d'écroutissage des courbes de traction a été mesuré à chaque température d'essai dans l'ensemble du domaine exploré. Sa valeur, corrigée des variations du module d'élasticité avec la température  $E(T)$ , selon l'expression  $100 \frac{\Delta\sigma}{E(T)\Delta\epsilon_p}$  a été portée sur la figure VIII-3. Seul le taux d'écroutissage entre 1,5% et 3% de déformation plastique a été pris en compte car il semble stabilisé, alors qu'il varie avec la température d'essai au-dessous et au-dessus de cette plage de déformation. C'est pourquoi le critère « écart plastique » doit également être examiné (voir paragraphe suivant).

On constate, comme on l'avait rapporté au chapitre V, que ce taux d'écroutissage croît rapidement et anormalement entre 600°C et 400°C où il culmine vers une valeur de 3,5. Il décroît ensuite au travers du domaine jusque vers les basses températures (20°C), ce qui confirme l'anomalie de comportement constatée. Dans la partie haute du domaine (400°C) où le vieillissement dynamique est rapide et l'ancrage dynamique encore très efficace, la restauration par montée, de type Weertman (1968) serait inhibée par ces phénomènes, alors même qu'elle contrôle et domine tous les mécanismes de plasticité dès 500°C et plus encore à 600°C.

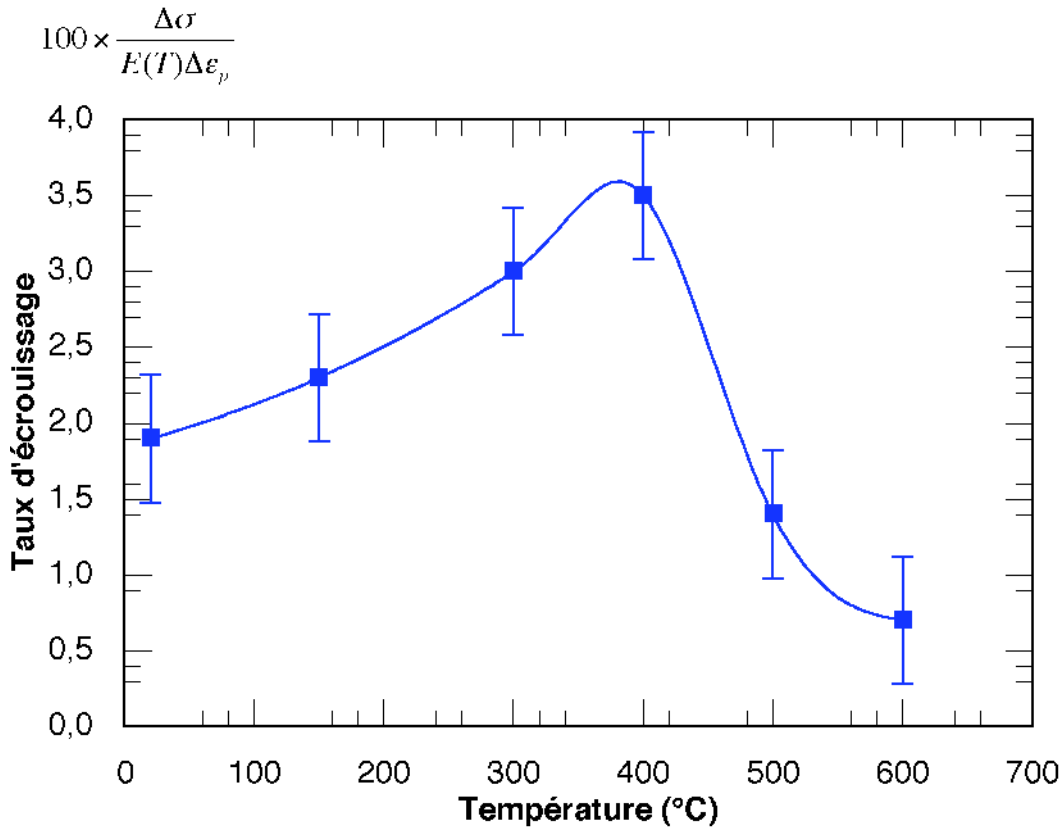


Figure VIII-3 : Taux d'érouissage normalisé en fonction de la température.

#### VIII.1.d. Variations de l'écart plastique avec la température.

Si l'on mesure l'écart plastique, c'est-à-dire la différence de contrainte d'écoulement entre 0,2% et 4% sur les courbes de traction au travers de l'ensemble du domaine, on obtient les résultats rapportés dans le tableau VIII-2.

Tableau VIII-2 : Ecart plastique corrigé des variations du module d'élasticité

Température	20°C	150°C	300°C	400°C	500°C	600°C
Écart plastique $\Delta\sigma$ (MPa)	120	200	160	130	100	50
$10^3 \frac{\Delta\sigma}{E(T)}$	1	1,71	1,45	1,25	1,02	0,6

Ils ont été représentés en fonction de la température sur la figure VIII-4. On constate que la grandeur culmine, non pas dans la partie haute du domaine comme le fait le taux d'érouissage, mais dans la partie basse, vers 150°C, lorsque l'érouissage et le vieillissement dynamique cumulent leurs effets durcissants pour provoquer en fluage et en fatigue-fluage le blocage de la déformation.

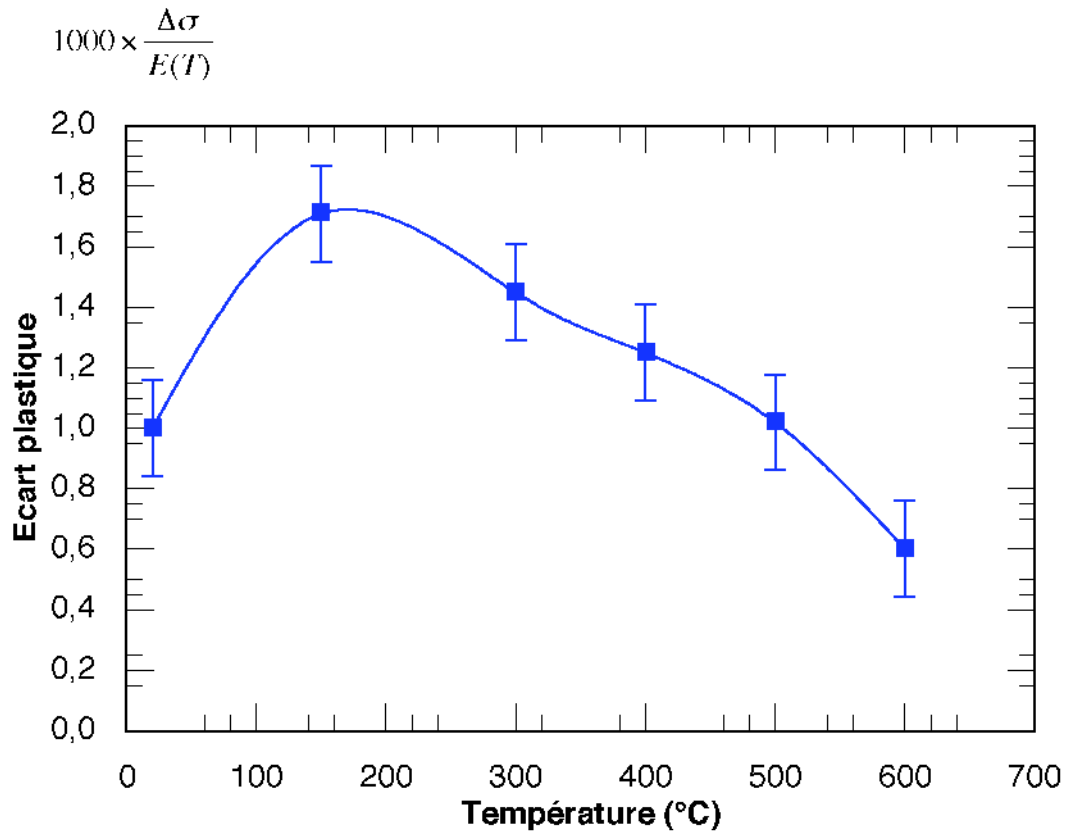


Figure VIII-4 : Ecart plastique corrigé de  $E(T)$

## VIII.2. RELAXATION

Les essais de relaxation avec rechargements ont été menés pour les deux microstructures AA et EH sur des éprouvettes prélevées dans la direction tangentielle. Les mises en charge sont réalisées à vitesse de déformation totale constante, égale à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Après un premier chargement jusqu'à une déformation plastique initiale donnée (0,2 %, 0,5 % ou 1 % suivant les essais), on laisse le matériau se relaxer pendant 22 h, puis l'éprouvette est déchargée jusqu'à 50 ou 100 MPa et rechargée jusqu'à atteindre un nouveau niveau de déformation plastique fixé.

### VIII.2.a. Résultats et interprétation

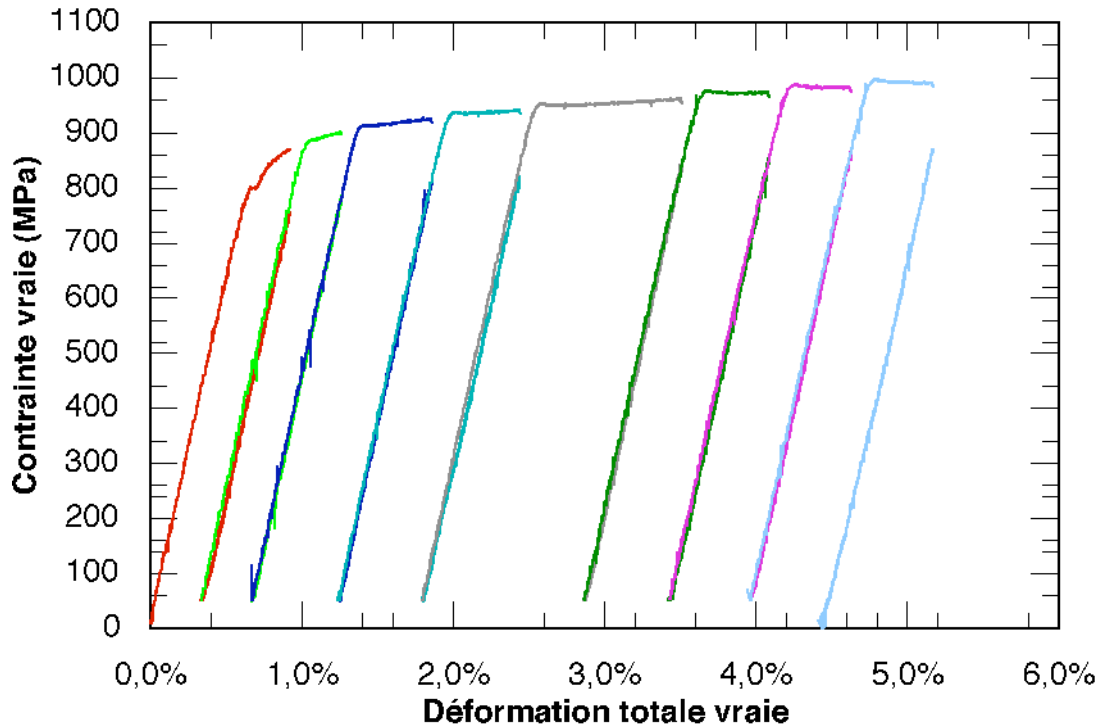


Figure VIII-5 : Essai de relaxation à température ambiante. Microstructure AA, prélèvement tangentiel. Courbes de rechargement  $\sigma = f(\epsilon)$ .

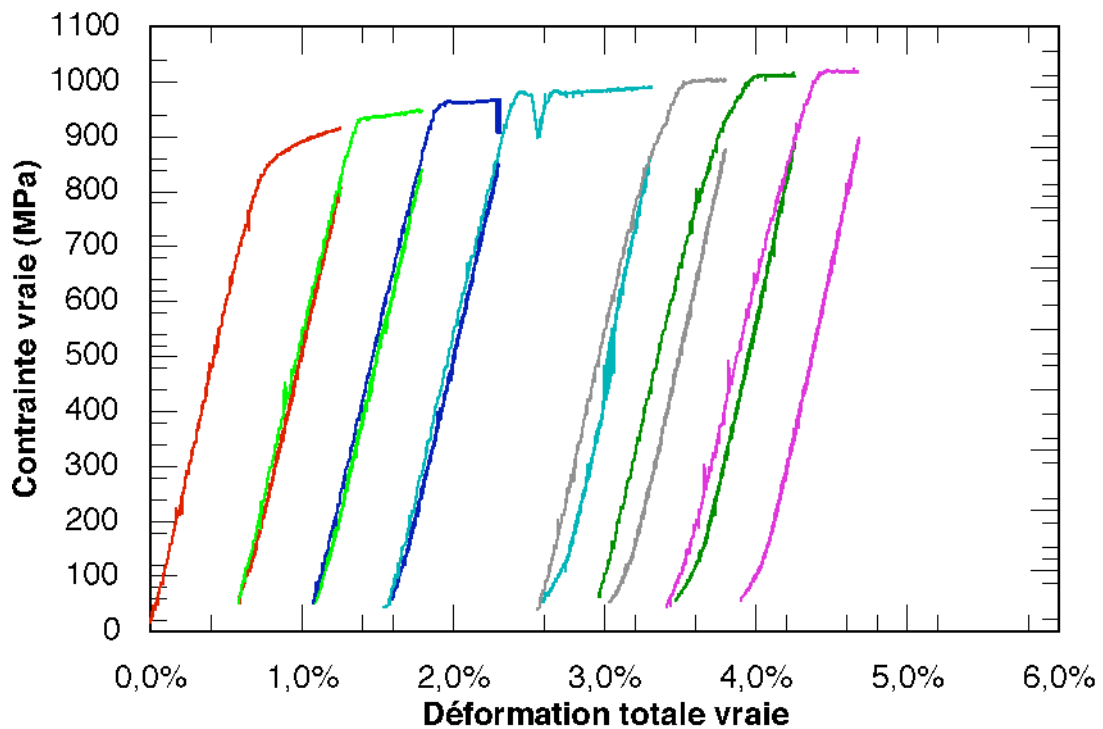


Figure VIII-6 : Essai de relaxation à température ambiante. Microstructure EH, prélèvement tangentiel. Courbes de rechargement  $\sigma = f(\epsilon)$ .

Sur les courbes de mise en charge (figure VIII-5 et VIII-6), le crochet de traction est moins marqué qu'à 150°C, surtout pour la microstructure EH dont les courbes présentent aussi des manifestations d'activité plastique avant même la cassure franche de la limite d'élasticité. On remarque également que, lors du 4<sup>e</sup> chargement, une avalanche plastique unique mais de grande amplitude se produit et provoque un déchargement d'une cinquantaine de MPa. Par ailleurs, au-delà de 2% de déformation, la microstructure EH semble beaucoup moins apte à retenir son écrouissage, vraisemblablement du fait de la taille réduite de ses lattes. En effet, lors des déchargements, la pente de la courbe se redresse au-delà du module d'élasticité, signe d'une activité plastique en retour. De même, un effet Bauschinger marqué débute vers 200 MPa (figure VIII-6), alors qu'aucun de ces signes n'apparaît sur les courbes de la microstructure AA. Ces nuances de comportement spécifique à la microstructure EH peuvent être interprétées comme les indices révélateurs d'une microstructure plus proche de l'instabilité et sûrement plus apte à la renversabilité.

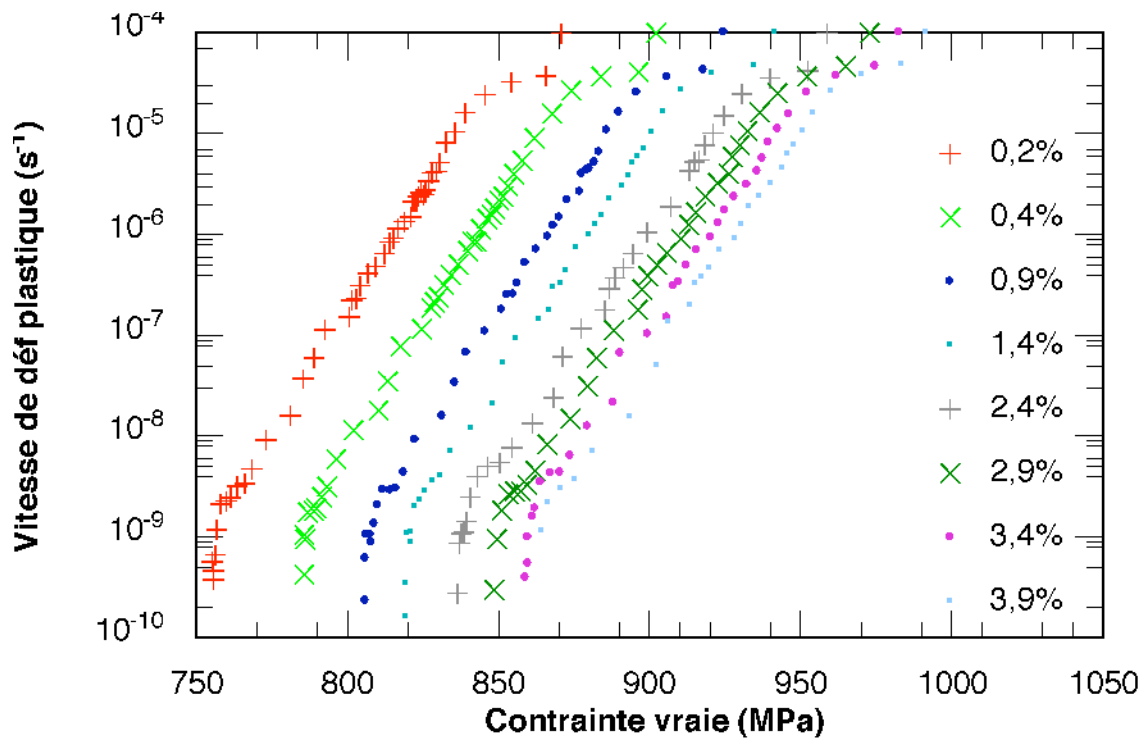


Figure VIII-7 : Relaxation avec rechargements multiples à température ambiante. Microstructure AA, prélèvement tangential. Représentation  $\dot{\epsilon}_p = f(\sigma)$ .

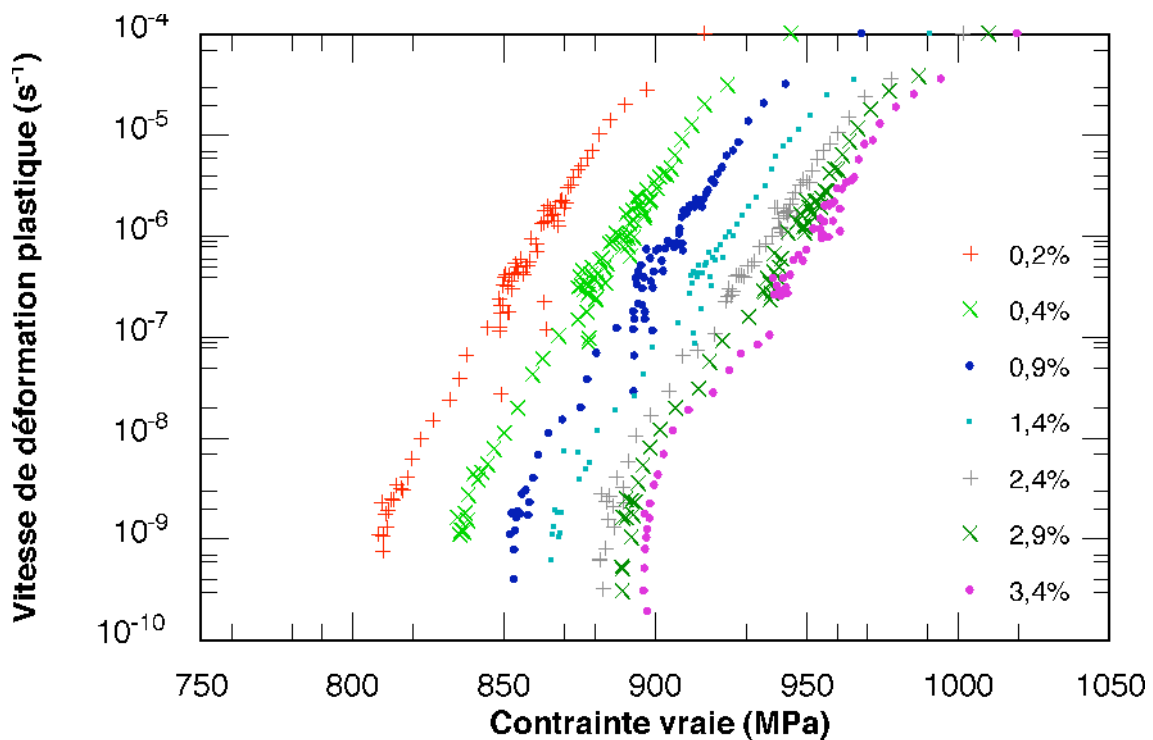


Figure VIII-8 : Relaxation avec rechargements multiples à température ambiante. Microstructure EH, prélèvement tangential. Représentation  $\dot{\epsilon}_p = f(\sigma)$ .

En relaxation, dans la représentation  $\dot{\epsilon}_p = f(\sigma)$ , les deux microstructures ont un comportement identique (figures VIII-7 et VIII-8) : - même pente, et même amplitude de contrainte relaxée - mais décalé vers les plus fortes contraintes pour la microstructure EH. L'amplitude de la contrainte relaxée est d'environ 120 MPa à 20°C. L'effet des rechargements successifs est de décaler les courbes vers les plus fortes contraintes, du fait de l'écrouissage cumulé croissant, sans en changer, ni l'allure, ni la pente. Une saturation de l'écrouissage apparaît au-delà de 2,5 % de déformation plastique cumulée. C'est ce domaine de « restauration dynamique » s'établissant après écrouissage à basse température et/ou aux importantes déformations plastiques cumulées, que s'est employé à décrire quantitativement le modèle de Essman-Mughrabi (1979).

Par ailleurs, on peut distinguer dans ces courbes, trois stades successifs en fonction du temps :

- le premier stade qui dure une dizaine de secondes et fait suite au chargement. Ce stade transitoire se caractérise par une oscillation de la vitesse de déformation plastique comme le montrent plus clairement les courbes détaillées (figure VIII-10), au cours duquel une contrainte de ~ 30 MPa est relaxée. Il correspond vraisemblablement à la disparition des macro-crans et à la relaxation des configurations de tête les plus récemment créées au cours de la mise en charge. Son volume d'activation moyen est faible (environ 0,1 nm<sup>3</sup>/at).

- le second stade, qui dure une vingtaine d'heures et apporte la contribution principale à la relaxation des contraintes (60 à 80 MPa) présente une pente régulière correspondant à un volume d'activation de 0,8 nm<sup>3</sup>/at. Il est apparu pour la première fois à 150°C et témoigne d'une activité plastique résultant de l'action coordonnée de micro bouffées de plasticité pouvant se produire dans un assez large intervalle de contraintes. La microstructure de dislocations créée par l'écrouissage du matériau ne se trouve plus bloquée au cours des premiers instants de la relaxation comme c'était le cas à plus haute température. Par contre, elle continue à offrir au matériau la capacité d'entretenir des avalanches plastiques de faible amplitude, vraisemblablement réparties dans une large bande d'activité plastique créée par le passage du front de plasticité lors du chargement. En effet, la localisation spatiale des micro zones d'activité plastique semble beaucoup plus diffuse à basse température (ou à vitesse élevée) qu'à plus haute température, ainsi que l'ont montré de récentes observations expérimentales réalisées à température ambiante, soit par vidéo-thermographie infrarouge (Ranc et Wagner, 2008), soit par mesure de champ dans le zirconium (Héripé, 2007) ; les bandes PLC sont alors de type A.

- enfin le troisième stade, celui du blocage, qui apparaissait comme le stade principal au-dessus de 150°C et qui correspond au changement de mode plastique, depuis le *mode friction* qui domine pendant la période de chargement et les premiers stades de la relaxation vers le mode traînage qui a été clairement observé à 500°C et au-dessus, mais disparaît complètement à plus basse température, et dès 300°C. On constate que ce 3<sup>ème</sup> stade apparaît clairement pour la microstructure AA au dessous de 3.10<sup>-9</sup> s<sup>-1</sup> (figure VIII-7), alors que pour la microstructure EH, il est difficilement observable (figure VIII-8), sauf pour les plus fortes valeurs de la déformation plastique cumulée.

### VIII.2.b. Examen détaillé des courbes de relaxation

L'examen des courbes détaillées et dérivées de la mise en charge (figure VIII-9) confirme que des bouffées de plasticité sont bien présentes, même dans la microstructure AA, avant le crochet de traction, et qu'ensuite, des cycles déchargement-rechargement se succèdent avec une fréquence de l'ordre de la seconde et une amplitude plus faible qu'à 150°C (~ 1 MPa) tout au long de la mise en charge.

Pendant la phase de relaxation, la vitesse moyenne de déchargement est irrégulière, mais ne devient jamais négative (figure VIII-10, courbe bleue) au cours des 30 premiers MPa, alors que la vitesse instantanée présente des excursions négatives (figure VIII-10, courbe rose). Au stade suivant, les deux vitesses considérées passent par des valeurs négatives et les rechargements inférieurs ou égaux au MPa sont fréquents. On constate également que, la restauration des microstructures progressant, l'amplitude des bouffées de plasticité tend à croître lorsque que la contrainte appliquée décroît vers 840 MPa et probablement au-delà. Mais au-dessous de 840 MPa, le temps d'intégration des signaux de l'extensomètre passe à 1s, ce qui tend à masquer le phénomène.

### VIII.2.c. Evaluation des contraintes isotrope et cinématique en cours de déformation plastique

À l'aide d'un essai de traction à vitesse de déformation donnée au cours duquel on effectue des cycles de déchargement - rechargement suffisamment profonds pour faire apparaître la plasticité en compression, on peut évaluer les composantes isotrope et cinématique du matériau, à l'échelle macroscopique, en suivant la méthode de dépouillement de Cottrell-Dickson (Dickson, 1984). Les points de déchargements ont été choisis à 0,3% - 1% et 2,3% de déformation plastique cumulée et les détails des essais et de leur dépouillement sont présentés en annexe 5.

Par rapport aux évaluations sommaires effectuées à 500°C qui montraient une disproportion assez inhabituelle entre une contrainte isotrope très petite et une contrainte cinématique exagérément grande (554 MPa pour 570 MPa de contrainte d'écoulement), à température ambiante ces deux composantes de la contrainte interne tendent à s'équilibrer. À la vitesse de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , on trouve  $R(\epsilon_p) = 400 \text{ MPa}$  et  $[X] = 380 \text{ MPa}$  pour une contrainte d'écoulement de 880 MPa, à  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$  on trouve  $R(\epsilon_p) = 330 \text{ MPa}$  et  $[X] = 430 \text{ MPa}$  pour une contrainte d'écoulement de 835 MPa.

On constate donc qu'à plus basse température, la renversabilité de la déformation plastique, à l'échelle macroscopique, est beaucoup moins aisée qu'à haute température, donc les microstructures plus stables et plus enchevêtrées. Ainsi les sources de Frank-Read et leurs empilements associés ne sont pas en mesure de « revenir en arrière », ou bien ils le font de manière isolée, erratique et jamais suffisamment coordonnée pour provoquer une plasticité macroscopique négative pour de faibles déchargements. Ces configurations participent donc à la composante isotrope de la contrainte. Par ailleurs, cette composante croît avec le caractère



entropique de la déformation, c'est-à-dire avec la vitesse par exemple, alors que c'est l'inverse pour la contrainte cinématique qui est d'autant plus importante que les configurations de dislocations sont structurées pour s'opposer à la sollicitation appliquée : c'est le cas après restauration, pendant une déformation lente ou en fluage après l'application d'une même contrainte pendant de nombreuses heures.

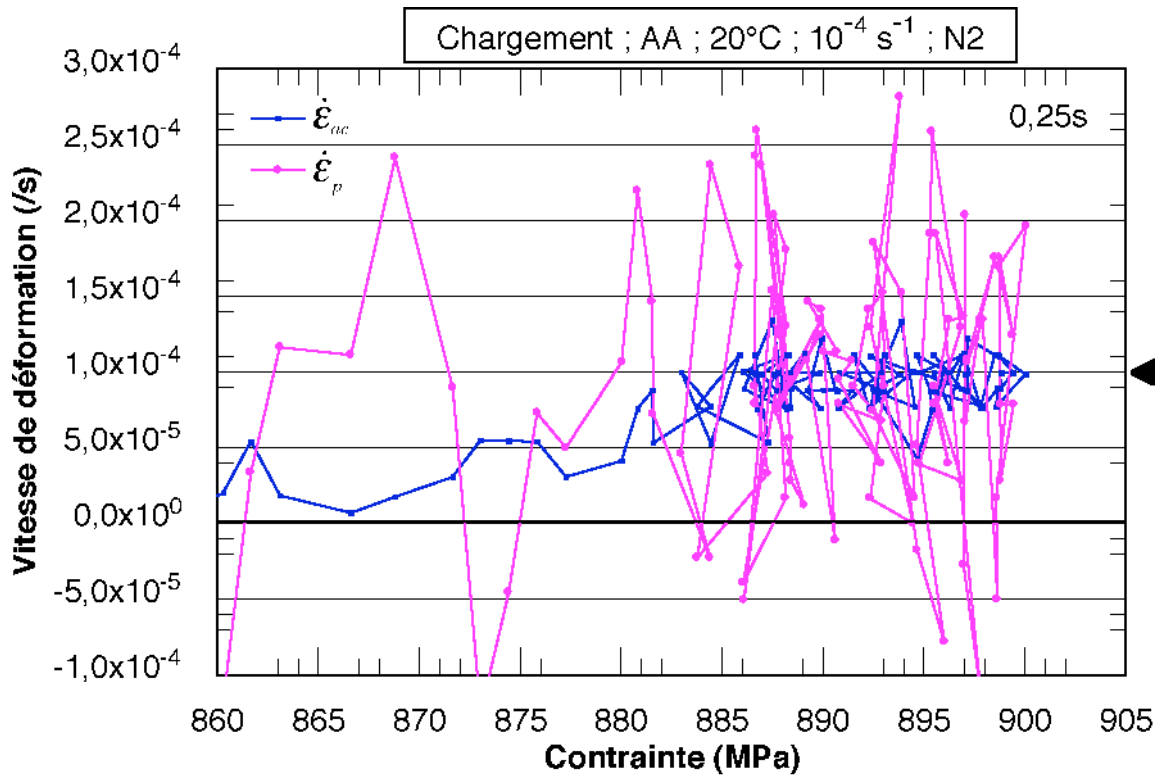


Figure VIII-9 : Bouffées de plasticité pendant la mise en charge, et cycles déchargement – rechargement qu’elles provoquent au-delà de la limite d’élasticité.

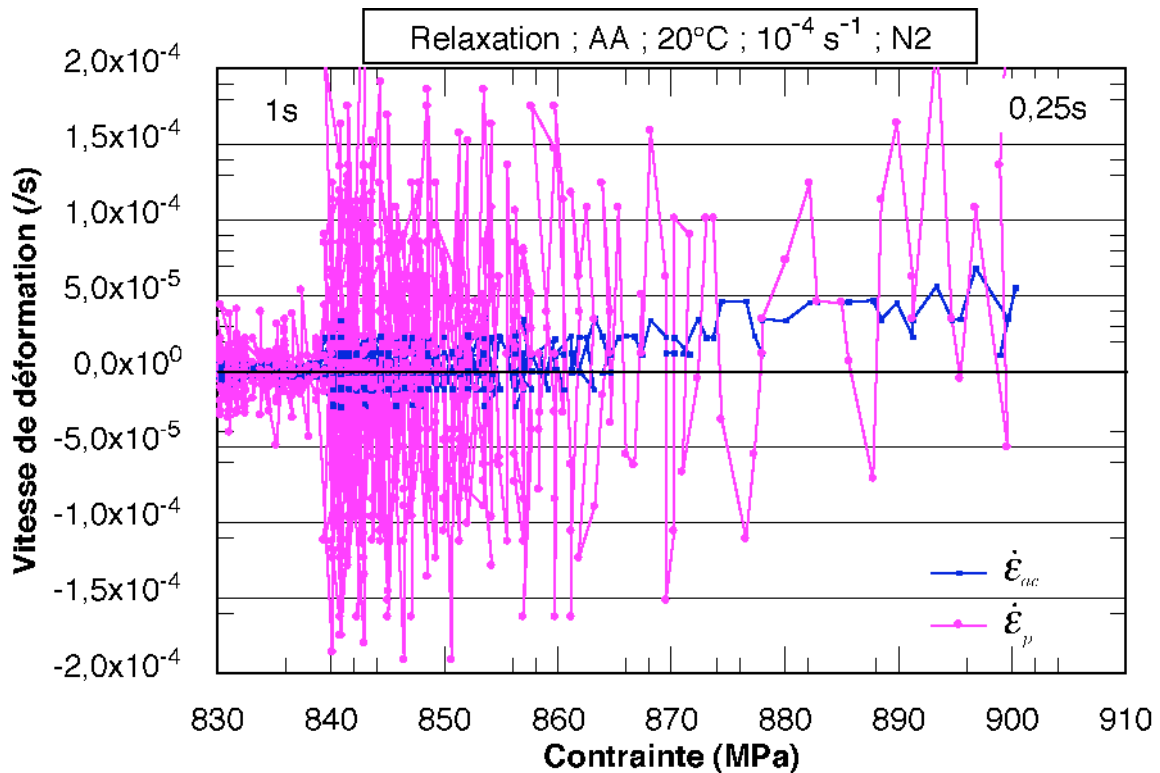


Figure VIII-10 : Premiers stades de la relaxation : rapide décrément de contrainte suivi de cycles déchargement – rechargement de faible amplitude ( $\Delta\sigma \approx 1$  MPa).

### VIII.2.d. Énergies et volumes d'activation à basses températures : 150°C – 20°C.

Les mesures d'énergie et de volume d'activation à basse température ont été rassemblées pour la microstructure AA dans les tableaux VIII-3 pour  $\epsilon_p = 0,2\%$  et VIII-4 pour  $\epsilon_p = 1,4\%$ .

Tableau VIII-3 : Vitesses d'écoulement plastique mesurées sur les essais de relaxation à  $\epsilon_p=0,2\%$ , et valeurs de  $\Delta H_a$  et  $V_a$  qui en découlent. Microstructure AA.

	150°C $\epsilon_p = 0,2\%$	$\Delta H_a$ (kJ/mole)	20°C $\epsilon_p = 0,2\%$
700 MPa	$10^{-2} s^{-1}$	171	$4.10^{-12} s^{-1}$
750 MPa	$10^{-2} s^{-1}$	201	$10^{-9} s^{-1}$
0,2%	1,1 nm <sup>3</sup> /at		0,46 nm <sup>3</sup> /at

Tableau VIII-4 : Vitesses d'écoulement plastique mesurées sur les essais de relaxation à  $\epsilon_p=1,4\%$ , et valeurs de  $\Delta H_a$  et  $V_a$  qui en découlent. Microstructure AA.

	150°C $\epsilon_p = 0,4\%$	$\Delta H_a$ (kJ/mole)	20°C $\epsilon_p = 0,4\%$
700 MPa	$1,5.10^{-8} s^{-1}$	104	$4.10^{-14} s^{-1}$
750 MPa	$10^{-3} s^{-1}$	184	$8.10^{-13} s^{-1}$
800 MPa	$30 s^{-1}$	219	$2.10^{-10} s^{-1}$
1,4%	1,35 nm <sup>3</sup> /at		0,44 nm <sup>3</sup> /at

Contrairement à ce qui se produit à haute température, les résultats à basse température semblent peu dépendre de  $\epsilon_p$ , surtout à 20°C.

Comme on peut s'y attendre, les énergies d'activation sont plus faibles qu'à haute température (tableaux V-1 et V-2) et les volumes d'activation sont plus importants : c'est le propre des mécanismes de plasticité beaucoup plus fortement stimulés par la sollicitation mécanique que par l'activation thermique. C'est le cas à basse température.

Par contre, des singularités sont à souligner :

- Les courbes de relaxation se traduisent vers les plus fortes contraintes en restant parallèles entre elles lorsque le  $\epsilon_{p \text{ cum}}$  augmente aussi bien à 150°C qu'à 20°C. Le volume d'activation apparent pour la plasticité reste donc constant et insensible à la multiplication des dislocations. Le comportement normal serait qu'ils décroissent avec l'écroutissage comme il avait été observé à 500°C (figure IV-13).

- Les volumes d'activation apparents sont beaucoup plus grands à 150°C qu'à 20°C. Ceci pourrait être expliqué par la cinétique plus rapide des mécanismes de blocage à 150°C en raison de la transition vers le *mode traînage* de fractions volumiques croissantes de l'éprouvette. La cinétique d'ancrage des dislocations est nécessairement plus lente à 20°C, et les contraintes appliquées plus importantes, ce qui tend à entretenir le mouvement des dislocations et donc à retarder voire interdire le blocage.

- Si l'on retient pour valeur du volume d'activation pour le *mode friction*  $V_{al}$  (figure II-10), celle de 1,2 nm<sup>3</sup>/at mesurée en moyenne à 150°C, on remarque qu'elle n'est que 3 à 4 fois celle du *mode traînage* mesuré à 600°C (voir § IV-1b)

- Les énergies d'activation apparentes mesurées croissent avec la contrainte. De nouveau, il s'agit là d'une anomalie puisque cela impliquerait un volume d'activation négatif. En fait, c'est le blocage des mécanismes de plasticité qui est activé et non leur stimulation.

Enfin, nous pouvons porter la valeur de 170 kJ/mole, valeur moyenne de l'énergie d'activation que nous avons trouvée pour la plasticité entre 150°C et 20°C sur le diagramme de synthèse de la figure VIII-11, qui n'est autre que le plan de projection horizontal de la surface représentative du domaine de l'anomalie décrite aux figures II-1 et II-3.

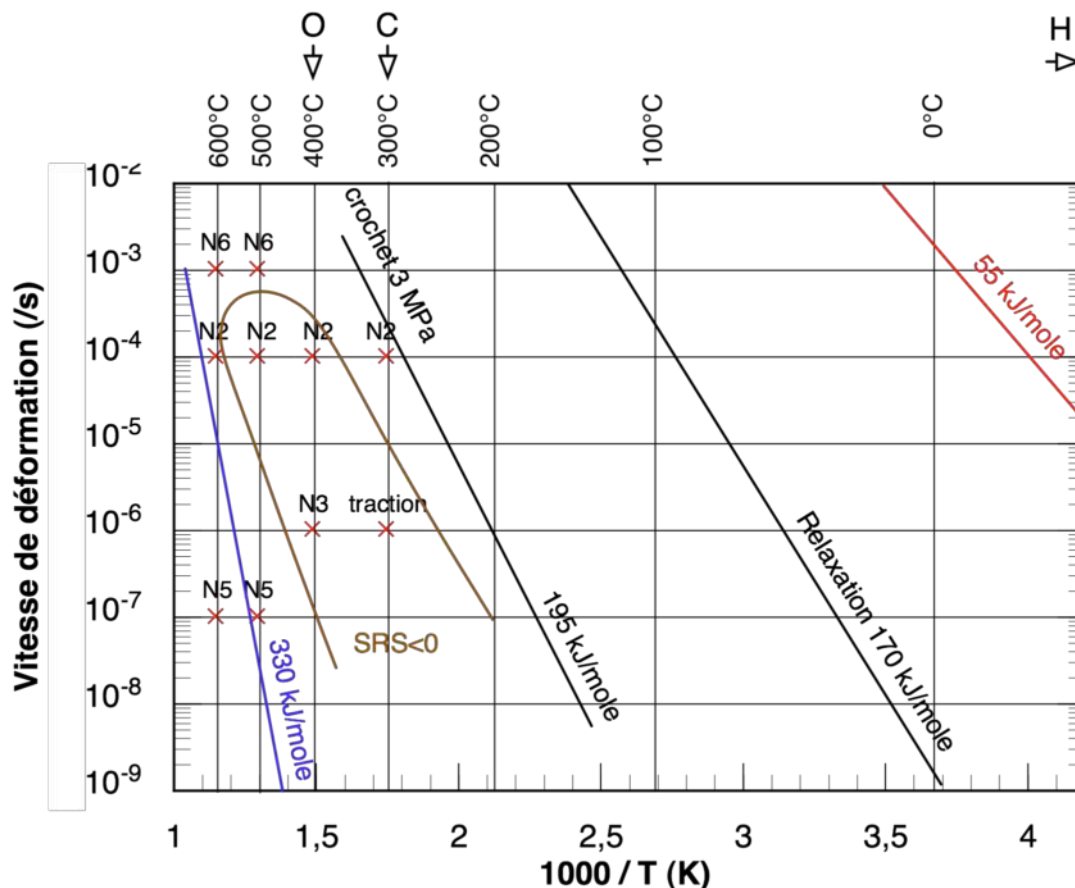


Figure VIII-11 : Energies d'activation caractéristiques du domaine PLC pour divers interstitiels.

La partie gauche, « haute température » de ce schéma avait été construite précédemment (figure VI-12). Cette ligne représenterait la borne inférieure du domaine de

l'anomalie correspondant aux interstitiels tels que O, C et N. Il est intéressant d'y ajouter, à plus basse température encore, la droite correspondant aux crochets de traction observés par Santhaman et Reed-Hill (1971) dans le Ti  $\alpha$  en relation avec l'interstitiel H. On verra en effet, au paragraphe suivant sur le fluage, qu'à température ambiante, l'hydrogène, très mobile joue un rôle important dans la plasticité de ces matériaux ainsi que l'a montré F. Mignot (2003).

### VIII.3. FLUAGE

À température ambiante, les contraintes étudiées lors d'essais de fluage sont 840, 860, 880 et 900 MPa.

Tableau VIII-5 : Essais de fluage à température ambiante : conditions d'essais et résultats.

Eprouvette N°	Microstructure	Sens de prélèvement	Contrainte nominale	t
AAT5R	AA	Tangentiel	840 MPa	pas de rupture après <b>2850 h</b>
AAT8R	AA	Tangentiel	860 MPa	<b>835 h</b>
AAT13R	AA	Tangentiel	880 MPa	<b>10 h</b>
AAT14R	AA	Tangentiel	900 MPa	<b>52 min</b>
AAT22 (mise en charge en 10s)	AA	Tangentiel	900 MPa	<b>4h10</b>

Pour la plus élevée des contraintes, 900 MPa, deux essais ont été réalisés. Le premier a été effectué avec la machine de fluage à poids mort, c'est-à-dire avec une mise en charge non contrôlée. Puis, l'essai a été renouvelé avec la machine de fluage modifiée telle qu'elle est décrite dans la procédure expérimentale (annexe 2). Il a alors été choisi d'utiliser la même mise en charge que pour l'essai de fatigue-fluage afin de pouvoir comparer les durées de vie pour les deux types de sollicitation : la charge passe de 0 à la valeur nominale de 900 MPa en 10 s ( $\dot{\sigma} = 90 \text{ MPa.s}^{-1}$ ).

On peut remarquer tout d'abord que la durée de vie est sensiblement plus élevée pour l'essai de fluage à 900 MPa dont la mise en charge était contrôlée. Dans ce cas, la vitesse de déformation est inférieure d'un facteur 2,5 environ. Ce résultat confirme bien la sensibilité à la vitesse de sollicitation du matériau et au trajet de chargement de ce type de matériau.

Pour les contraintes de 900 et 880 MPa, les durées de vie sont très courtes : respectivement 52 min et 4h10 à 900 MPa, et 10 heures à 880 MPa.

Par contre, pour les niveaux de contrainte plus faibles, l'évolution de la déformation est beaucoup plus lente : la rupture est atteinte en 835 heures pour un essai de fluage sous une contrainte de 860 MPa, et la vitesse minimale est de  $5.10^{-9} \text{ s}^{-1}$ . Sous 840 MPa, après 2850 heures de fluage, la vitesse de déformation est très faible ( $5.10^{-10} \text{ s}^{-1}$ ), à la limite du seuil de détection, et elle semble continuer à décroître.

Cependant, deux points particuliers sont à souligner :

- aucun signe de « blocage » de la déformation n'est apparu, et la forme de la courbe ne le laisse pas prévoir. Elle ressemble donc plus à la courbe de fluage sous 860 MPa qui se termine en rupture, qu'à la courbe à 150°C conduisant au blocage (figure VII-12).

- une réaccélération spontanée de la déformation s'est produite après 150 h : la vitesse a doublé et n'est revenue à sa valeur antérieure qu'après une centaine d'heures supplémentaires. L'accident de désancrage, au lieu de s'amplifier s'est auto-réparé, mais tout indique qu'il pourrait se produire à nouveau pour une déformation à peine plus importante (3,6 à 4%) et conduire à la rupture.

Il ne semble pas que l'on puisse trouver à 20°C une contrainte critique supérieure à la limite d'élasticité à 0,2% à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  comme c'était le cas à 150°C. Si elle existe, elle est inférieure à la limite d'élasticité à 0,2% qui est de 850 MPa.

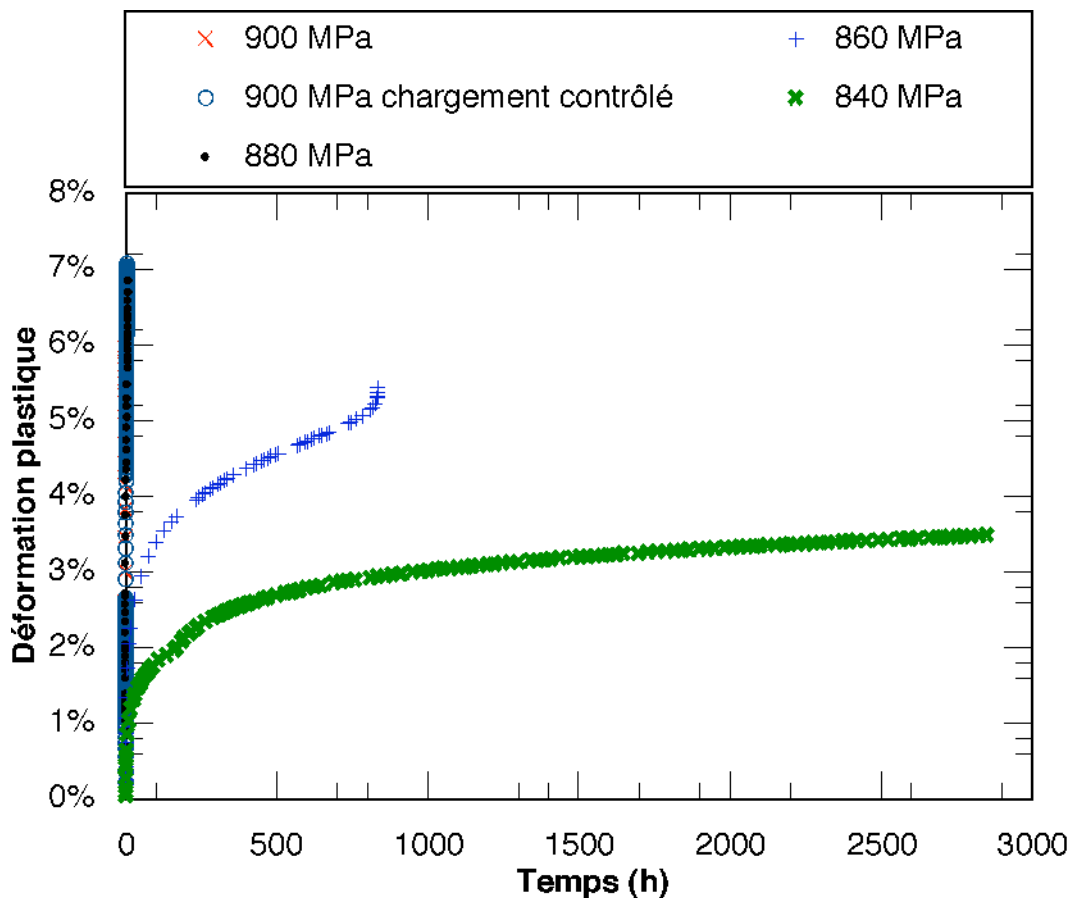
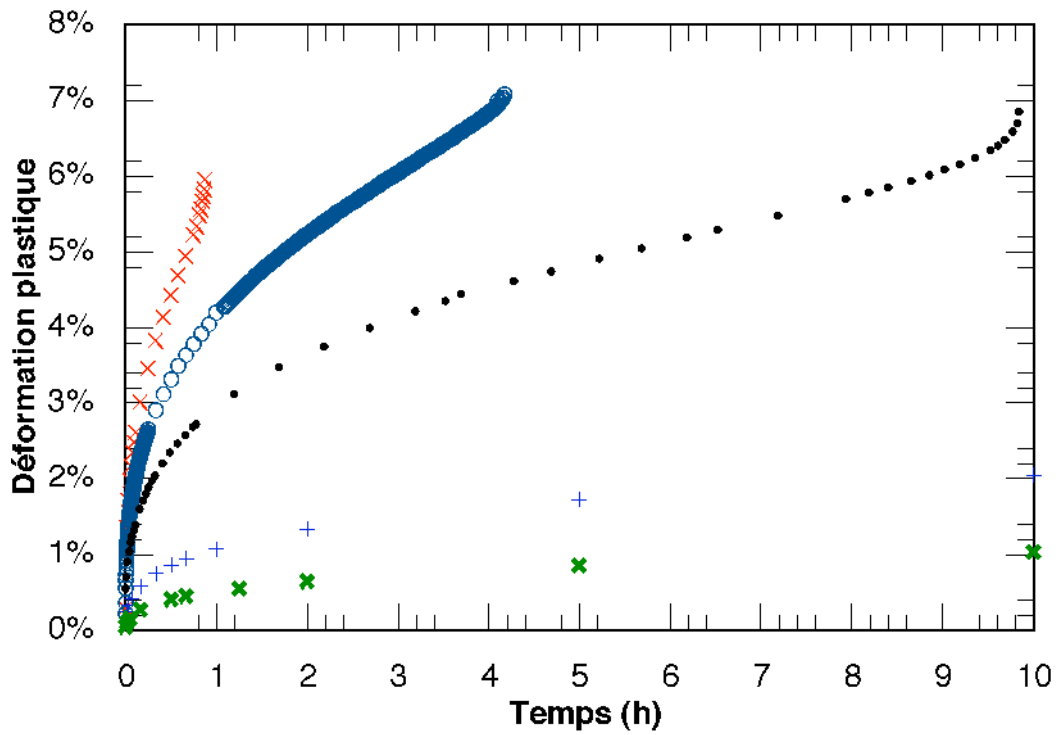
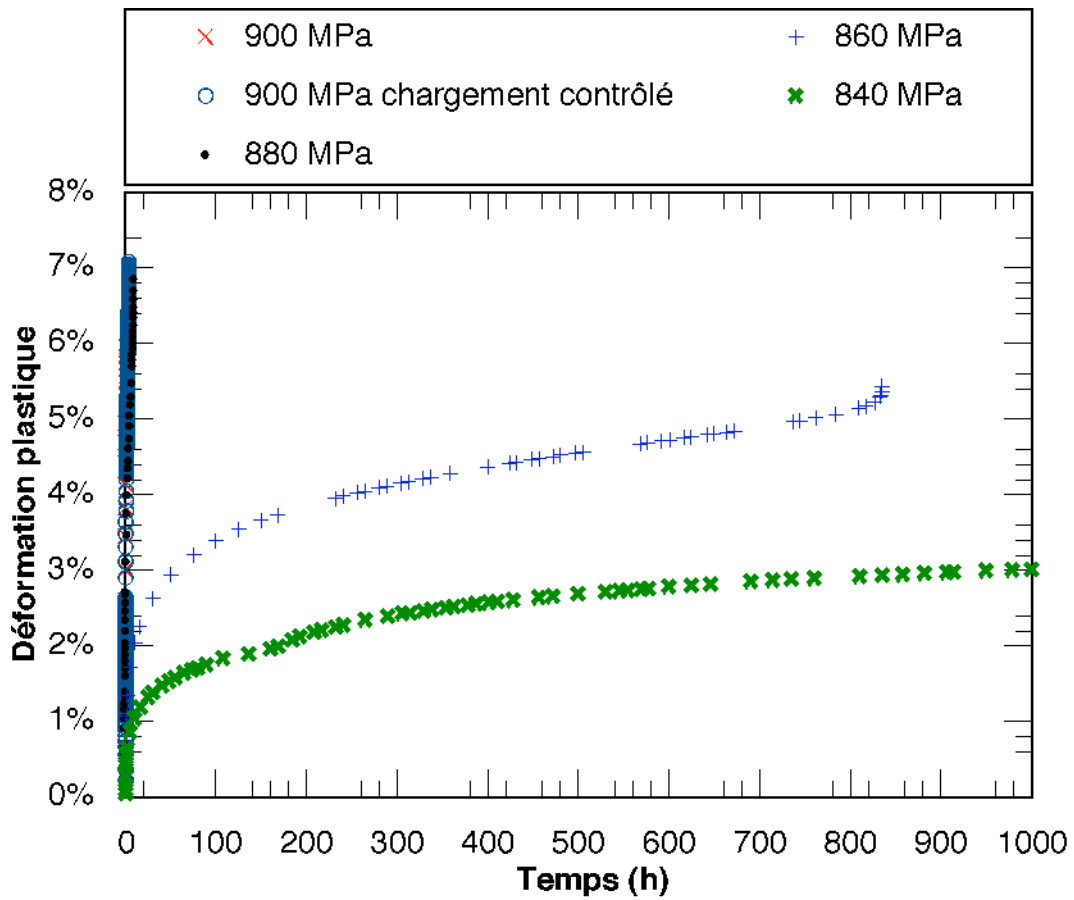


Figure VIII-12 : Essais de fluage à température ambiante. Microstructure AA, prélèvement tangentiel. Evolution de la déformation plastique en fonction du temps.



a)



b)

Figure VIII-13 : Détails de la figure VIII-12

a) de 0 à 10 heures,  
b) de 0 à 1000 heures

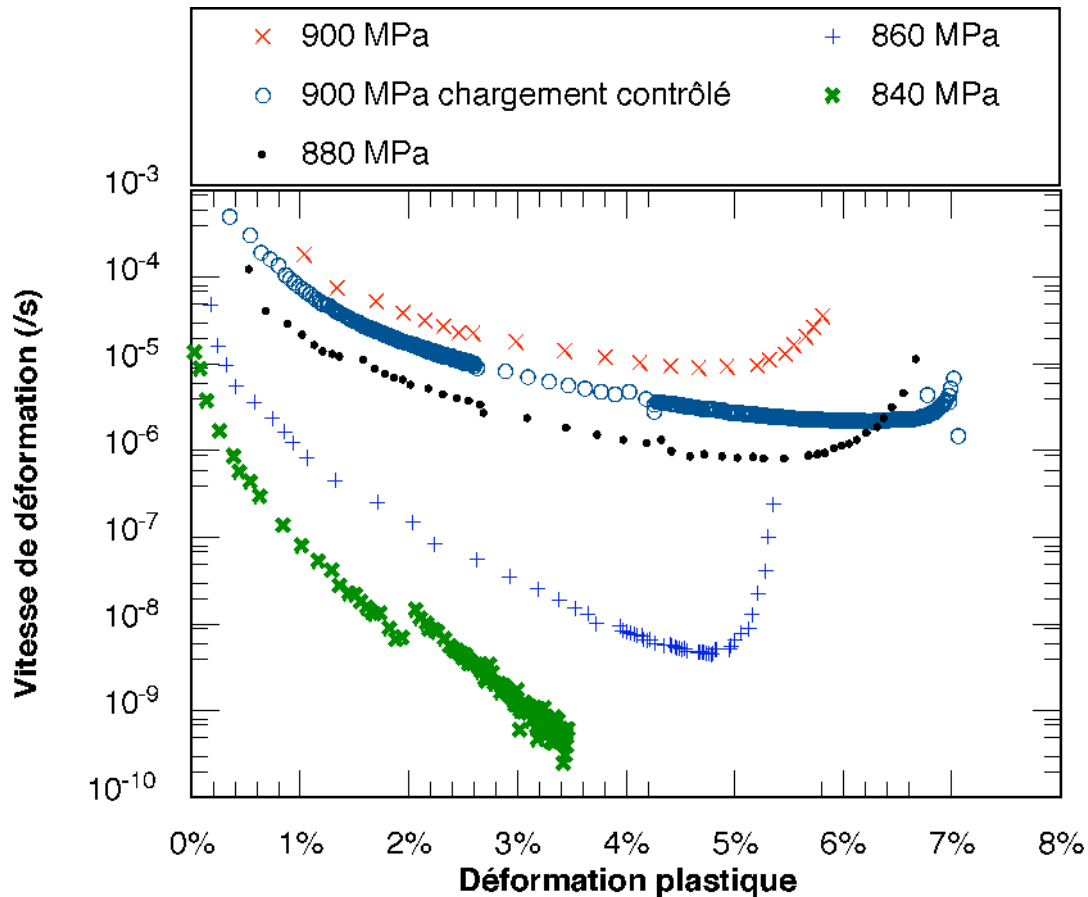


Figure VIII-14 : Essais de fluage à température ambiante. Microstructure AA, prélèvement tangentiel.  $\dot{\epsilon}_p = f(\epsilon_p)$

#### VIII.4. MICROSTRUCTURES DE DEFORMATION APRES FLUAGE A 20°C

L'éprouvette provenant de l'essai de fluage à 20°C sous 840 MPa et qui a été déformée de 3,4 % en 2900 heures a été examinée par MET. Il faut noter que, cette fois, l'éprouvette a été déchargée à la même température que la température d'essai, puisqu'il s'agit de la température ambiante. Comme par ailleurs, la contrainte macroscopique appliquée est très élevée, et que le matériau tend à développer des contraintes internes importantes, on peut penser qu'une relaxation non négligeable de ses contraintes se produit lors du déchargement et qu'elle se poursuit au-delà. Cette remarque est d'ailleurs valable également pour les essais menés à 150°C qui présentent des courbes de relaxation semblables à celles obtenues à 20°C. Par conséquent, nous nous sommes contentés de décharger lentement les éprouvettes avant de les découper et de les amincir.



*Observation d'une première zone.*

La première micrographie (figure VIII-16a) montre plusieurs lattes clairement traversées par des glissements de type  $\mathbf{a}_1$  dans le plan basal. Les contrastes observés proviennent soit d'images résiduelles puisque ce plan est utilisé comme plan réflecteur dans l'orientation choisie, soit de réflexions secondaires involontaires mais inévitables sur des plages d'observation aussi grandes. De nombreuses dislocations sont passées à travers plusieurs lattes et le cisaillement résultant de leur passage se traduit par des marches clairement visibles sur les joints de latte comme en M. On constate par ailleurs, dans cette région de l'éprouvette, qu'aucune dislocation de vecteur de Burgers  $\mathbf{c} + \mathbf{a}$  n'apparaît, donc toute la déformation a été réalisée exclusivement par des dislocations de vecteur de Burgers contenu dans le plan basal.

En utilisant maintenant le plan pyramidal (1,0,-1,-1) comme plan réflecteur (figure VIII-16b), on fait apparaître deux familles de dislocations, celles de vecteurs de Burgers  $\mathbf{a}_1$  et celles de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}_3$ . Puis, dans la même région et à plus fort grandissement, en utilisant un autre plan réflecteur pyramidal (figure VIII-16c), on rend invisible les dislocations de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}_3$  et seules les images de celles de vecteurs de Burgers  $\mathbf{a}_1$  subsistent. On constate ainsi que :

- les systèmes de vecteurs de glissement  $\mathbf{a}_2$  ne sont pas activés dans cette région.
- le système de glissement  $\mathbf{a}_3$  dans le plan basal est fortement activé. De nombreuses lignes de glissement sont observables dans lesquels elles apparaissent en orientation vis. Elles s'accumulent contre les joints de lattes qu'elles parviennent cependant à cisailer sans beaucoup de difficultés. Notons cependant qu'elles sont en position de blocage.
- les dislocations de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}_1$  sont visibles sur les deux figures VIII-16 a et b et glissent non seulement dans le plan basal où elles apparaissent principalement en position vis, mais également dans le plan prismatique (0,1,-1,0) où elles sont proches de l'orientation coin (en P). Ce plan de glissement présente une projection assez étroite sur la figure VIII-16 a, mais plus large sur la figure VIII-16 b où il apparaît moins incliné par rapport à la direction d'observation. Les sources de Frank-Read sont donc très nombreuses et très actives dans toutes les lattes, mais les interactions entre systèmes de glissement restent faibles et aucune sous-structure de dislocations n'apparaît, même après 3,4 % de déformation plastique à température ambiante, comme on l'a déjà remarqué à 150°C.

Il ressort donc de ces observations que parmi les divers plans de glissement possibles des dislocations  $\mathbf{a}_i$ , le glissement basal paraît prédominant dans cet alliage alors que le glissement prismatique est le plus fréquent dans le titane monphasé à cette température (Naka, 1982). On constate donc que la phase  $\beta$ , du fait de l'alignement d'un de ses plans denses avec le plan basal de  $\alpha$  (relation de Burgers), « filtre » ou « privilégie » le glissement basal aux dépens des autres glissements.

Enfin, on observe en D (figure VIII-16 b) deux arcs coins  $\mathbf{a}_1$ , configurations de tête se faisant face, dans leur plan de glissement prismatique. À gauche du repère V, plusieurs arcs

coins glissant dans leur plan prismatique laissent de longs segments vis orientés parallèlement au plan de la lame et qui cependant apparaissent stables. Ces segments étant attirés hors de la lame par leurs forces images, ils devraient l'avoir quittée. Ce n'est pas le cas. Ceci confirme l'importance de l'ancrage dû à la dissociation de coeur des dislocations vis dans la structure cristalline hexagonale.

On retient donc que les sources de Frank-Read de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}_1$  donnent des boucles exagérément allongées dans la direction de leur vecteur de Burgers avec des configurations de tête en arcs coins à petit rayon de courbure, comme le montre le schéma de la figure VIII-16 pour  $\mathbf{a}_1$ .

### *Complément bibliographique*

Les lignes de dislocations, en prenant des orientations cristallographiques particulières par rapport à la direction de leur vecteur de Burgers (soit vis, soit coin), minimisent ainsi leur énergie dans l'environnement cristallin dans lequel elles se trouvent. Pour ce qui est des dislocations vis de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}$  dans les métaux de structure hexagonale compacte de rapport  $c/a$  voisin de 1,58 au voisinage de la température ambiante, plusieurs auteurs (synthèse de Caillard et Couret, 1996) ont proposé comme mécanisme assurant la minimisation de leur énergie libre, en situation statique, une dissociation de leur coeur plus ou moins importante dans les directions de leurs divers plans de glissement potentiels. Ce sont les travaux de B. Legrand (1984 b) qui ont permis, grâce à des calculs de la position des atomes au voisinage du coeur de dislocations, d'interpréter la valeur relative des cisssions critiques de glissement des dislocations de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}$  dans les métaux hexagonaux tels que Be, Mg, Ti ou Zr.

Par ailleurs, lorsque ceci se produit, on constate que le mouvement des dislocations devient saccadé (« jerky slip »), et que les nombreux doubles décrochements qu'elles contiennent leur permettent de former des arcs sous l'effet de la contrainte appliquée. Ces petits segments d'orientation coin, qui peuvent atteindre des tailles macroscopiques (« macro-kink ») se déplacent facilement, à grande vitesse et contribuent donc avec une grande efficacité à la propagation de ces configurations, par ailleurs assez rigides. Il s'agit donc d'un comportement de dislocations en présence de fortes frictions de réseaux de type « force de Peierls » (figure VIII-15 a), mais où la dislocation ne perçoit plus les variations de potentiel à l'échelle des vallées de Peierls. En effet, du fait de sa recombinaison de coeur dans le plan de glissement, elle peut franchir un grand nombre de rangées atomiques d'un coup, avant de se re-dissocier (figure VIII-15 b). Il s'agit de mécanismes de « blocage - déblocage » proposés par Couret et Caillard (Couret 1989, Couret 1991) qui considèrent qu'il existe une configuration métastable du coeur des dislocations lors de leur déplacement (situation dynamique) (figure VIII-15 c). Les énergies libres nécessaires à ce bond en avant de la dislocation vis sont respectivement,  $G_{UL}$  pour l'événement de désancrage (unlocking) et  $G_L$  pour l'événement de ré- ancrage (locking).

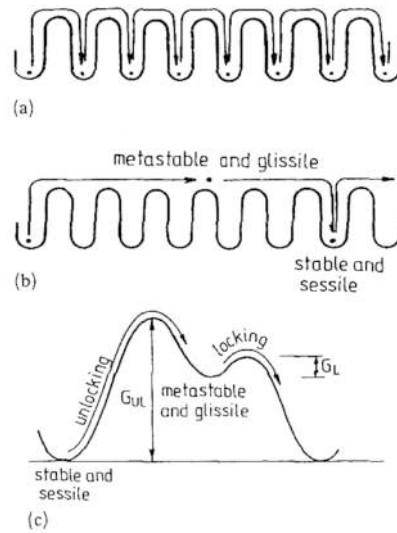
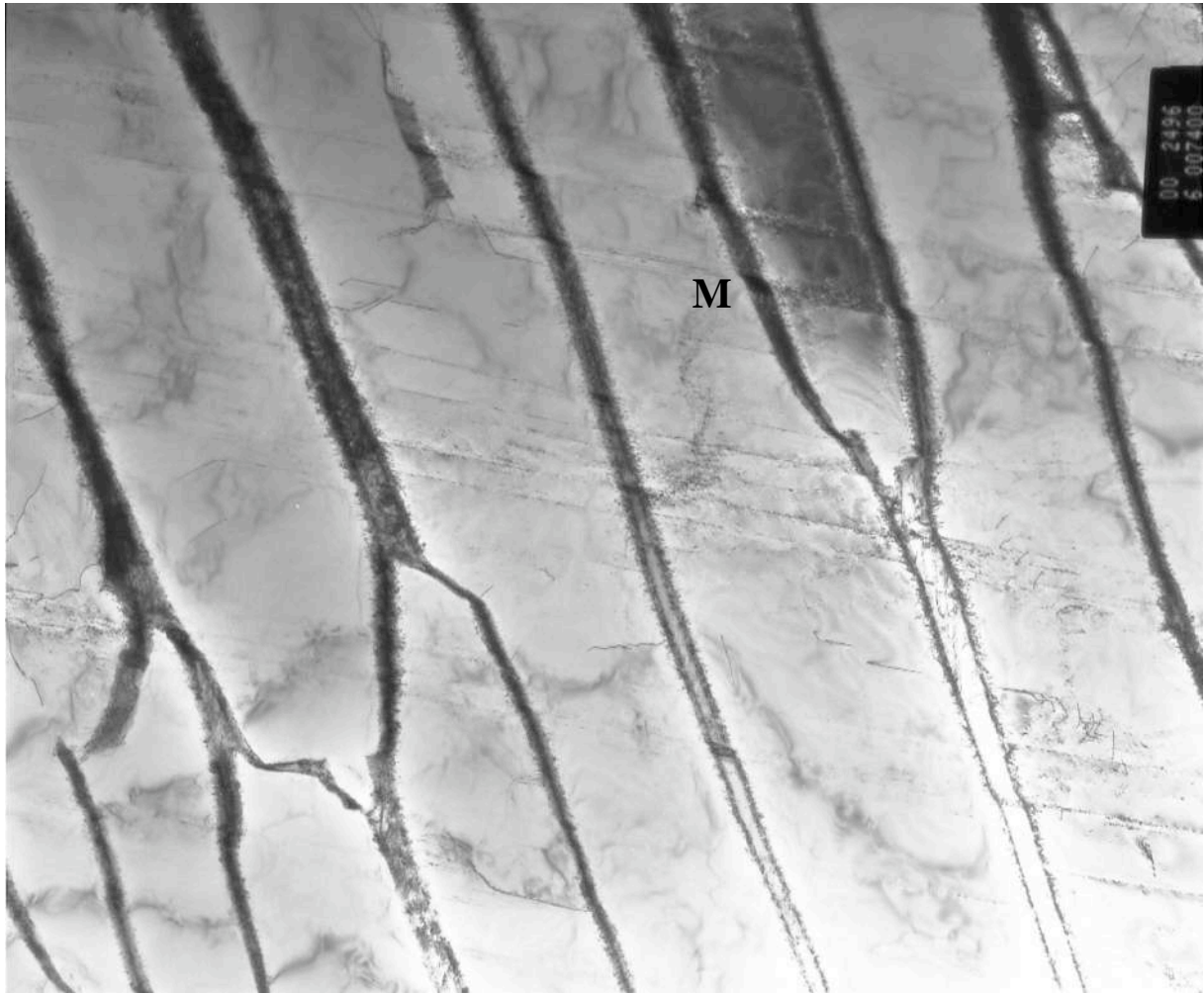
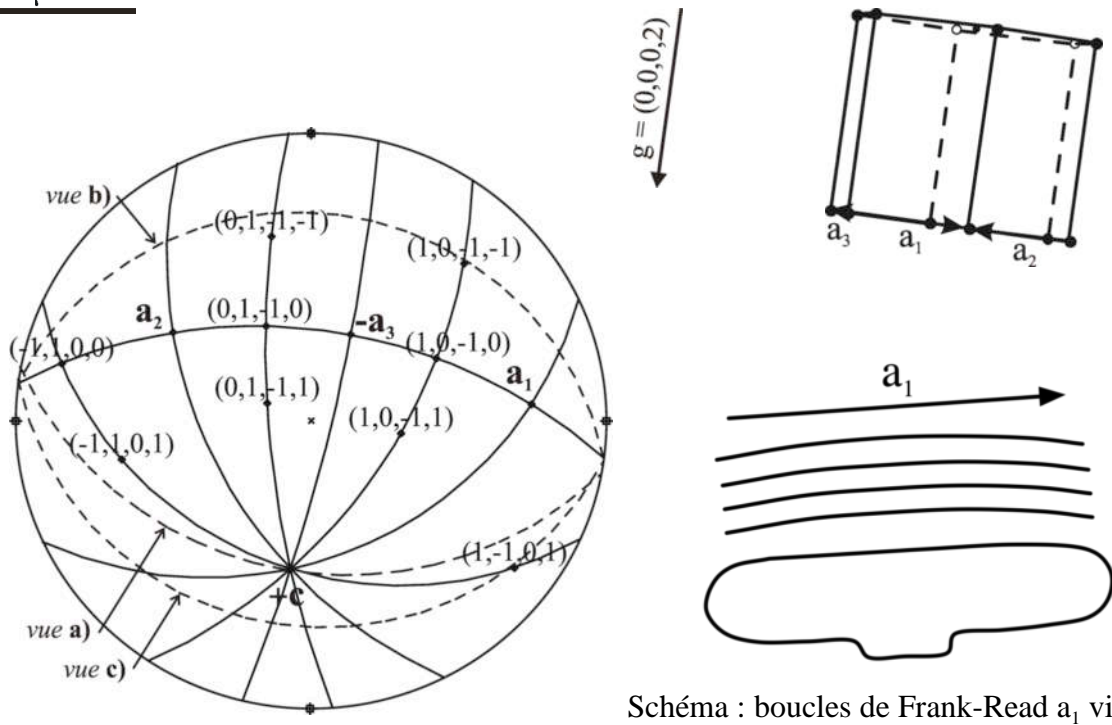
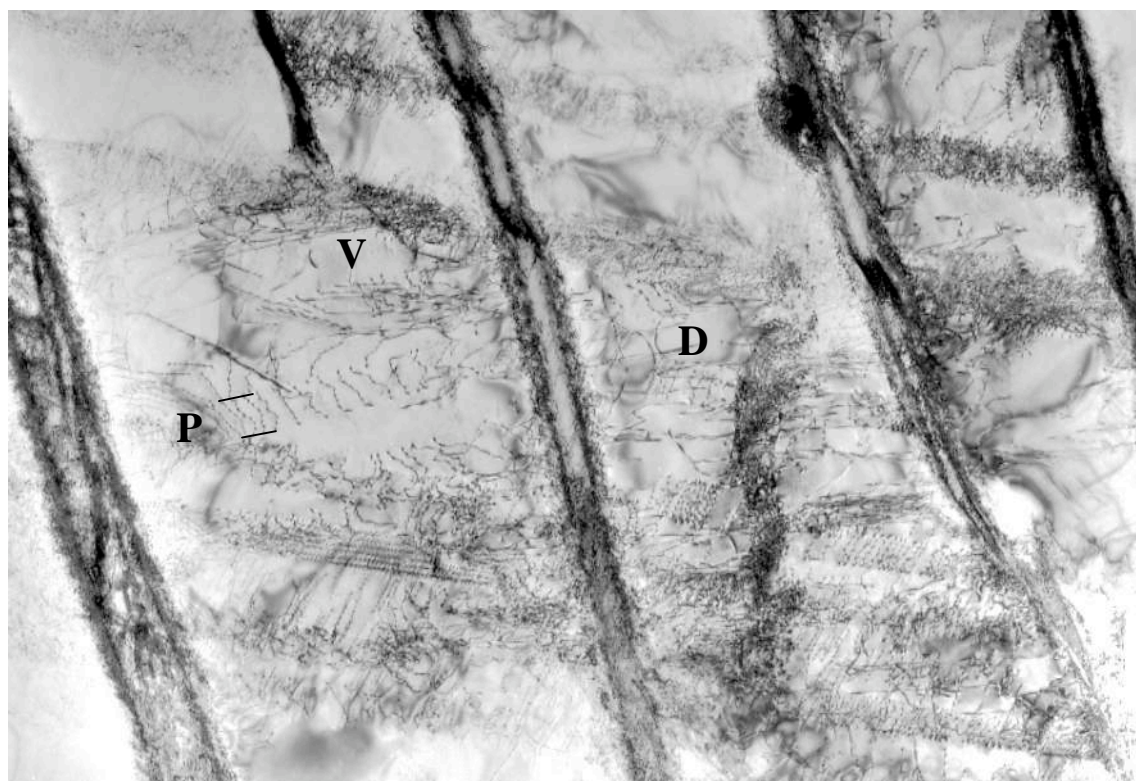


Figure VIII-15 : Forces de friction de type Peierls dans les métaux et alliages **a) et b)** mécanismes de Peierls et de blocage-déblocage (double glissement dévié) ; **c)** diagramme d'énergie du mécanisme de blocage-déblocage (d'après Caillard, 1996).



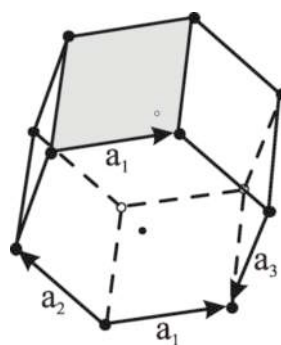
2 μm



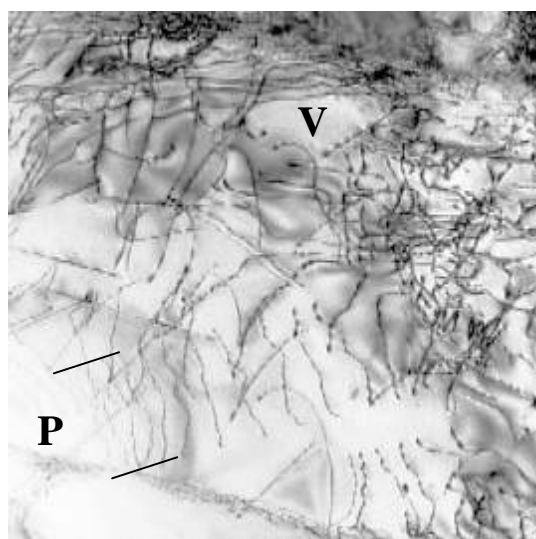


b)

$$g = (1, 0, -1, -1)$$

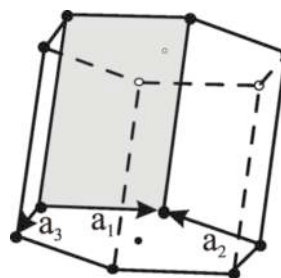


1 μm



c)

$$g = (1, -1, 0, 1)$$



1 μm

Figure VIII-16 : Micrographies MET sous différents  $g$  après fluage à 20°C pendant 2900 h sous 840 MPa.  $\epsilon_p = 3,4\%$ .

*Observation d'une seconde zone de la même lame où la déformation est réalisée grâce à la combinaison simultanée de systèmes de glissement de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}$  et  $\mathbf{c}+\mathbf{a}$ .*

On constate sur la figure VIII-17a, que plusieurs systèmes de glissement sont simultanément présents dans la plupart des lattes de la région observée et s'étendent dans le sens de la grande dimension des lattes.

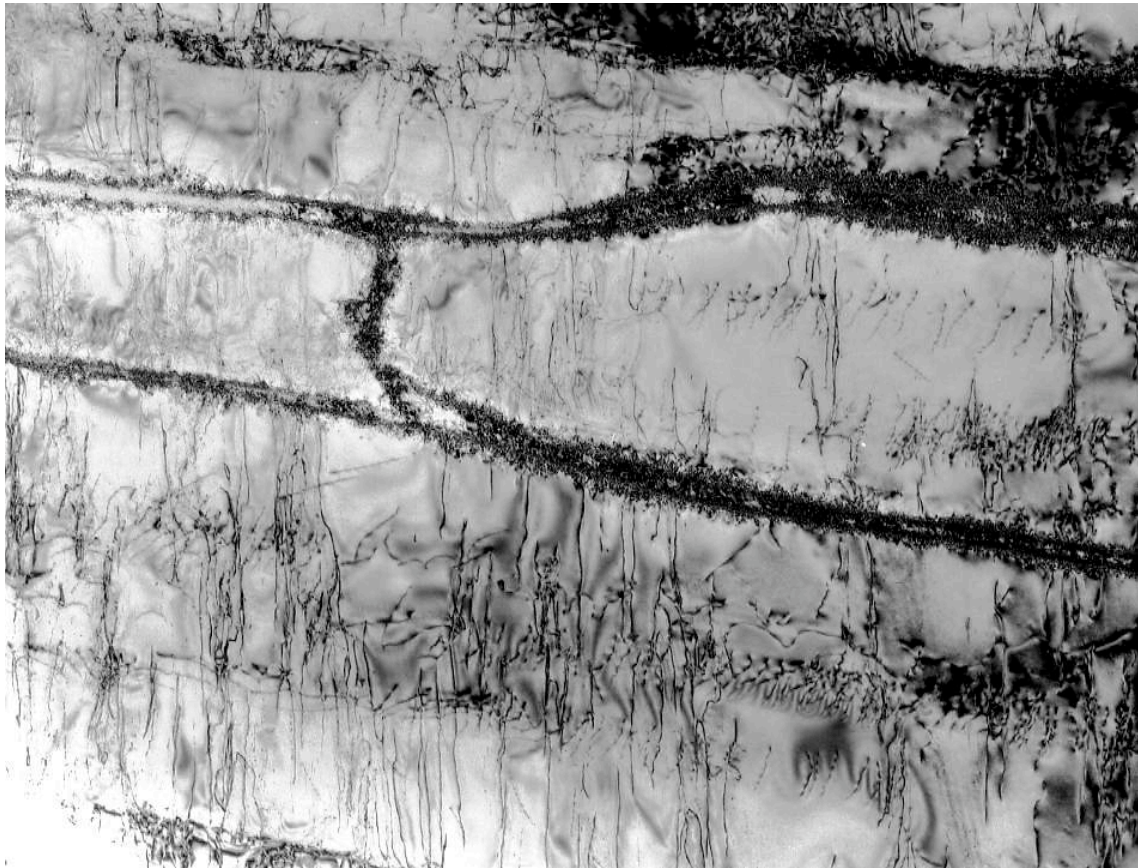
Les plus longues dislocations qui s'étirent perpendiculairement à la grande dimension de la latte ont un vecteur de Burgers  $\mathbf{c} - \mathbf{a}_3$  (confirmé par la figure VIII-17 b où  $\mathbf{g} = (0002)$ , ce qui rend les dislocations de vecteur de Burgers  $\mathbf{a}_1$  invisibles). Elles apparaissent parallèles entre elles et sont en orientation coin dans leur plan de glissement pyramidal, ainsi qu'on peut le déterminer grâce à la projection stéréographique. La direction coin de leur plan de glissement pyramidal  $\perp \Pi \mathbf{a}$  est quasiment verticale sur la micrographie et très voisine du plan de la lame (projection stéréographique). Ceci explique leur grande longueur d'environ 1  $\mu\text{m}$ . On voit par ailleurs qu'elles comportent de nombreux crans et macrocrans qui modifient brusquement leur orientation locale. On peut penser qu'un bon nombre d'entre eux ont déjà été éliminés au cours des diverses relaxations qu'a subies le matériau pendant la préparation de la lame mince (déchargement, découpe, amincissement) ce qui a réduit de façon significative la courbure de ces dislocations.

Les plus courtes dislocations de la figure VIII-17 a ont un vecteur de Burgers  $\mathbf{a}_2$  et glissent dans un plan prismatique orienté selon la grande longueur des lattes. Elles s'y empilent en position vis avec une répartition dense mais régulière et ne semblent pas interagir avec le système précédemment décrit. Cette répartition ne correspond pas à celle d'une source en activité sous l'effet d'une contrainte car l'intervalle entre dislocations en tête d'empilement y serait beaucoup plus petit qu'au voisinage de la source ; elle correspondrait plutôt à celle d'une source en cours de relaxation, c'est-à-dire un puits de dislocations produisant une déformation négative.

On constate donc que la densité de dislocations présentes après 3,4 % de déformation plastique semble plus importante qu'aux plus hautes températures, les mêmes systèmes de glissement apparaissent avec, entre eux, un faible taux d'interactions. À basse température, la mobilité des dislocations coin de grand vecteur de Burgers ( $\mathbf{c} + \mathbf{a}$ ) est assurée, en fluage, par le déplacement latéral d'un grand nombre de macrocrans qui permettent à ces dislocations de former des arcs courbés par la contrainte au cours de leur propagation. Par contre, les configurations de tête émises par les sources sont en orientation voisine de vis et présentent une très forte courbure, comme c'est le cas en R (figure VIII-17 c) qui est une vue agrandie de la figure VIII-17 b et tournée d'environ  $50^\circ$  autour de l'axe c qui reste horizontal.

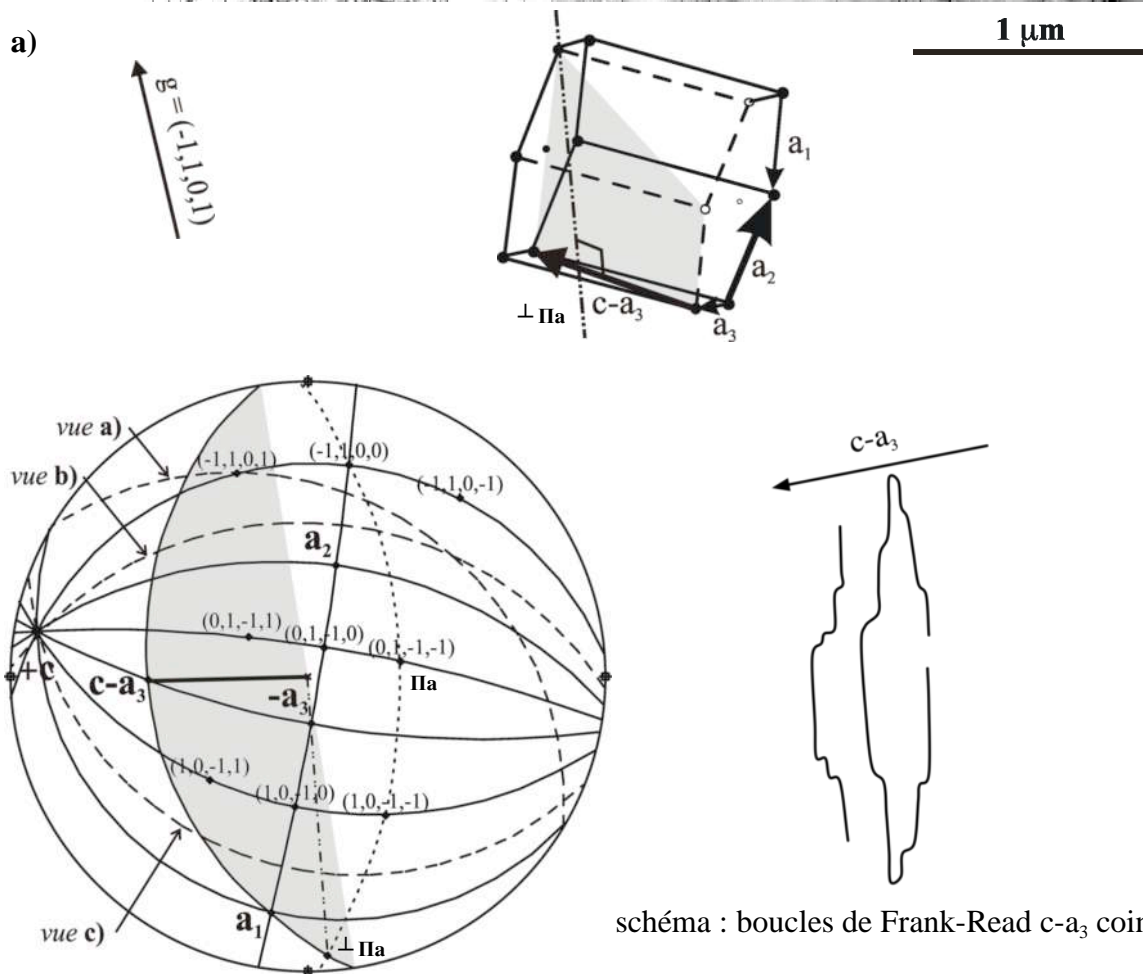




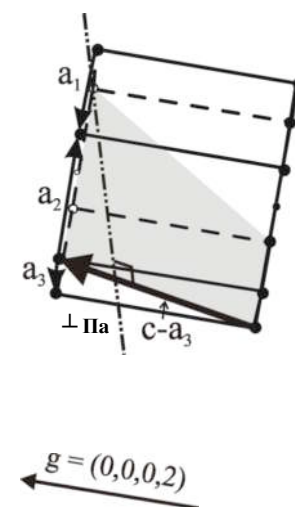
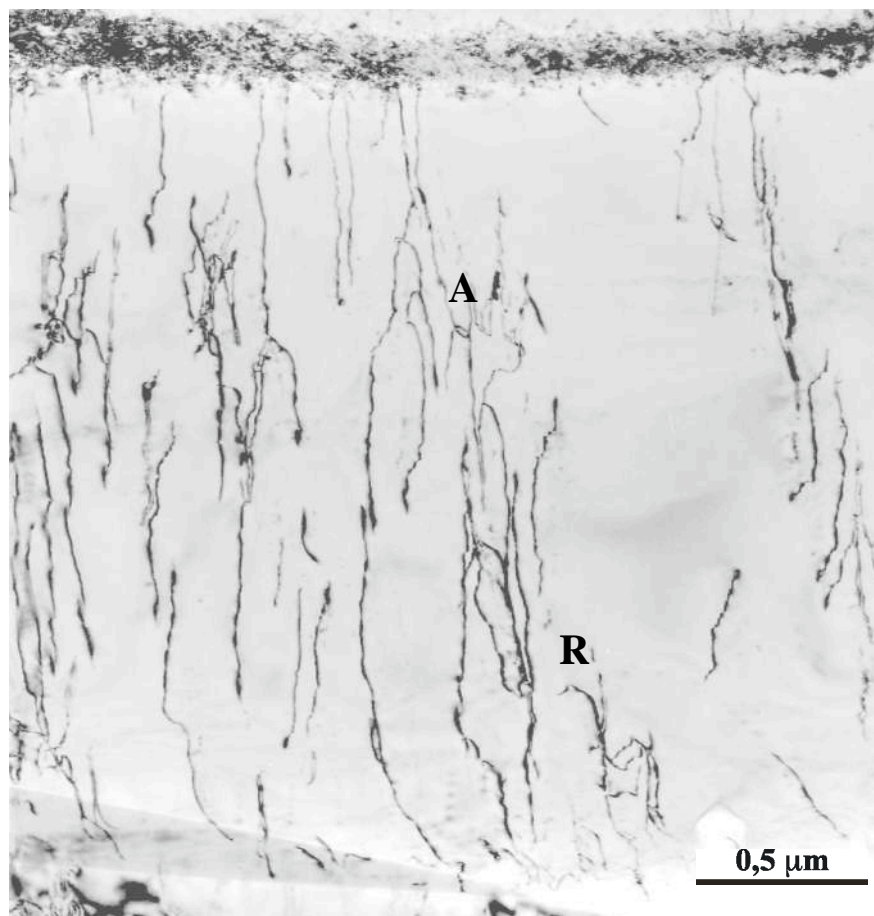


1  $\mu$ m

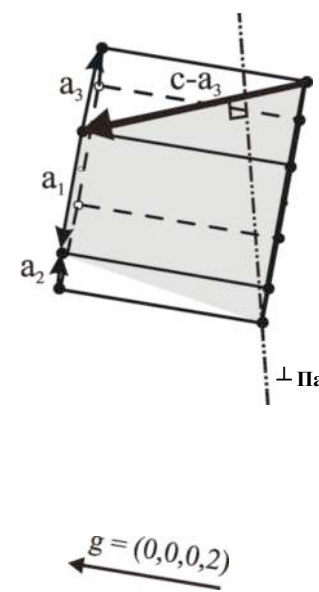
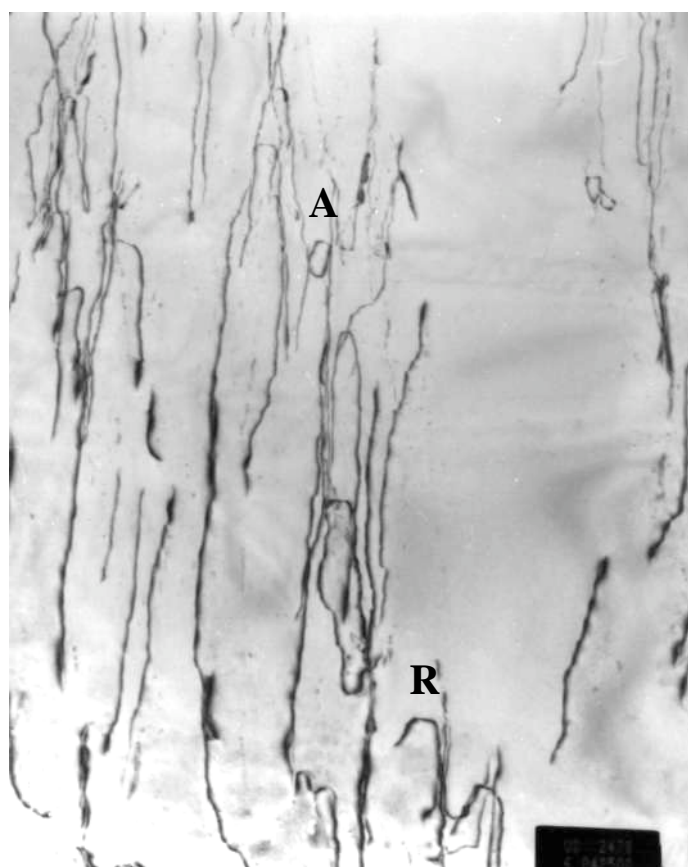
a)







b)



c)

Figure VIII-17 : Micrographies MET sous différents  $g$  après fluage à 20°C pendant 2900 h sous 840 MPa.  $\epsilon_p = 3,4\%$ .

### VIII.5. FATIGUE ET FATIGUE-FLUAGE

Le tableau VIII-6 présente les différentes conditions d'essais de fatigue et fatigue-fluage menés à température ambiante ainsi que leurs résultats.

Tableau VIII-6 : Essais de durée de vie en fatigue et fatigue-fluage à température ambiante : conditions d'essais et résultats.

Eprouvette N°	Micro- structure	Sens de prélèvement	Cycle appliqué	Contrainte maximale	Durée de vie	
					Nf	t (en h)
AAT2	AA	Tangentiel	10-120-10	780 MPa	<b>7872</b>	<b>306,13</b>
AAa1	AA	<b>Axial</b>	10-120-10	780 MPa	<b>7219</b>	<b>280,74</b>
AAT7	AA	Tangentiel	10-120-10	840 MPa	<b>2173</b>	<b>84,5</b>
AAa2	AA	<b>Axial</b>	10-120-10	840 MPa	<b>1324</b>	<b>51,49</b>
AAT1	AA	Tangentiel	10-120-10	880 puis 900 MPa	193- <b>432</b>	7,5- <b>16,8</b>
AAT10	AA	Tangentiel	<b>10-10</b>	900 MPa	<b>4978</b>	<b>27,66</b>
EHT1	<b>EH</b>	Tangentiel	10-120-10	900 MPa	<b>3278</b>	<b>127,48</b>

#### VIII.5.a. Microstructure AA

Rappelons que, pour cette microstructure, la limite d'élasticité tangente est de 700 MPa et à 0,2 % de 860 MPa.

##### 5.a.1. Effet de la contrainte

Les courbes représentant la déformation plastique en fonction du nombre de cycles sont données sur la figure VIII-18. La figure VIII-18a montre la partie initiale de ces courbes (1000 premiers cycles uniquement), tandis que la figure VIII-18b en présente la totalité. On constate que dans tout le domaine de contrainte exploré, les essais ont conduit à la rupture après 5 % d'élongation pour les plus chargés et 1,5 % pour les plus longs (780 MPa seulement). L'élongation à rupture de l'essai de fatigue sous 900 MPa n'est que de 4 %.

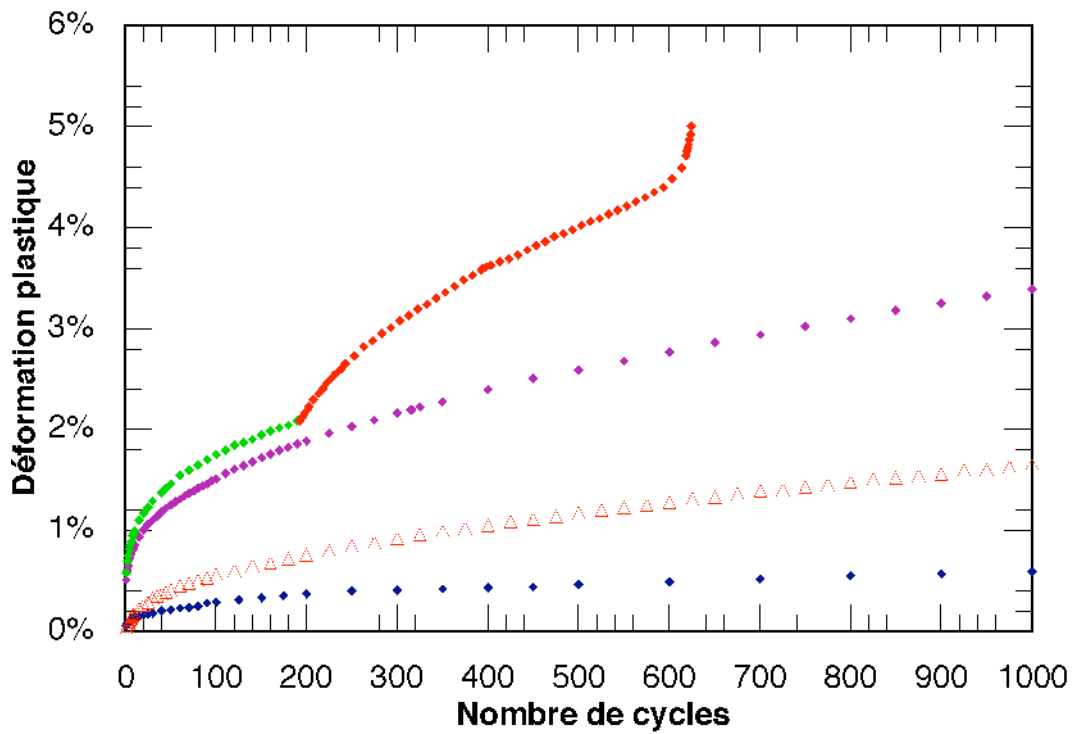
On remarquera que l'essai de fatigue - fluage initialement chargé sous 880 MPa a été poursuivi au-delà du 193e cycle sous 900 MPa de façon à pouvoir mener une comparaison avec un essai de fatigue pure sous cette même contrainte.

La courbe VIII-19 donnant la vitesse de déformation plastique en fonction de la déformation plastique présente deux profils différents suivant le niveau de contrainte étudié :

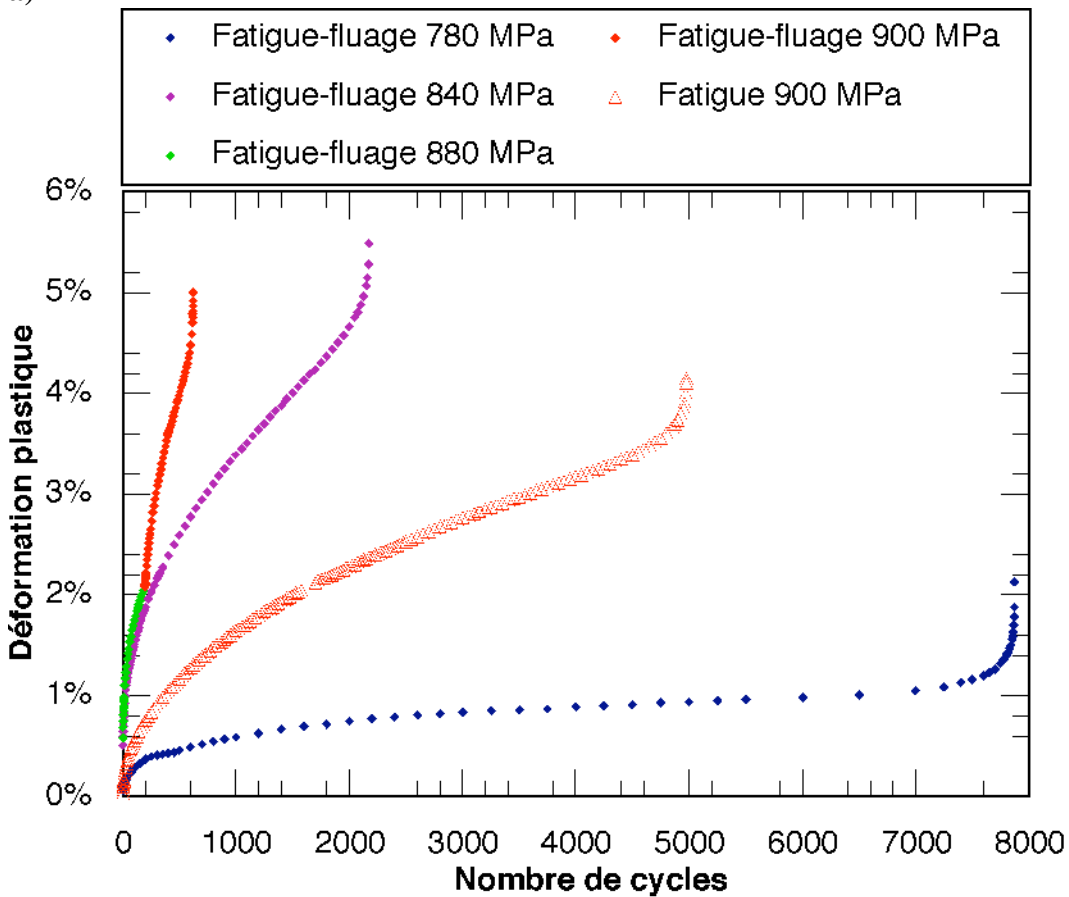
- sous faible contrainte (inférieure à 800 MPa), la courbe est régulièrement décroissante, à concavité tournée vers le bas. Elle présente ainsi tous les signes d'un blocage progressif de la déformation plastique. Cette tendance est interrompue par une accélération brutale, signature d'un mécanisme d'endommagement qui contrecarre le processus de consolidation en cours, accélère brusquement la déformation et conduit rapidement à la rupture.

- sous forte contrainte (supérieure à 800 MPa), ces courbes ne présentent pas de changement de signe de pente, leur concavité est tournée vers le haut. Elles mettent en évidence les stades primaire, secondaire et tertiaire caractéristiques du fluage à haute température sans cyclage de charge. En effet, dans un premier temps, la vitesse de déformation décroît rapidement avant une stabilisation correspondant à un régime permanent. Enfin, on observe pour terminer une augmentation rapide de la vitesse de déformation qui mène à la rupture.

Notons qu'à cette température, pour une contrainte de 80 MPa inférieure à la limite d'élasticité à 0,2 %, les mécanismes d'endommagement sont encore intervenus pour conduire à une rupture en 7800 cycles ou 306 h. Ce n'était pas le cas à 150°C où le blocage de la déformation semblait encore possible pour des contraintes inférieures à la limite d'élasticité à 0,2 %, même après 10 000 cycles ou 400 h d'essais. On constate donc, comme en fluage, que les contraintes critiques de comportement et/ou d'endommagement s'abaissent au voisinage ou au-dessous des limites d'élasticité à température ambiante.



a)



b)

Figure VIII-18 : Essais de fatigue et fatigue-fluage à température ambiante. Microstructure AA, prélèvement tangentiel. Déformation plastique en fonction du nombre de cycles : **a)** de 0 à 1000 cycles, **b)** de 0 à 8000 cycles.

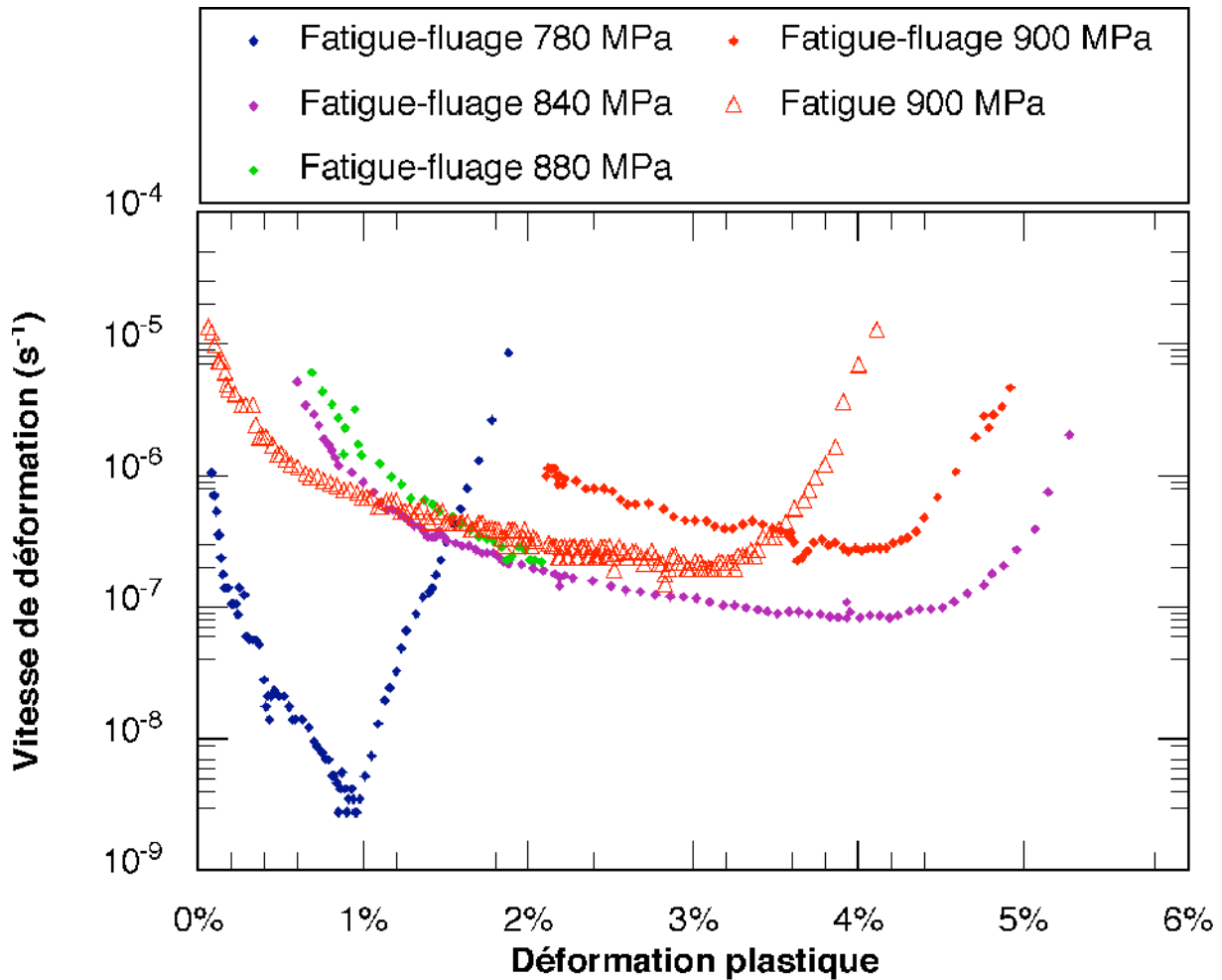


Figure VIII-19 : Essais de fatigue et fatigue-fluage à température ambiante. Microstructure AA, prélèvement tangentiel. Vitesse de déformation plastique en fonction de la déformation plastique.

### 5.a.2. Effet du temps de maintien

Les résultats obtenus en fatigue et fatigue-fluage sur la microstructure AA pour une contrainte maximale de 900 MPa montrent que le temps de maintien à charge maximale réduit le nombre de cycles à rupture d'un facteur proche de 10 (figure VIII-18b). Le facteur de réduction en termes de temps à rupture n'est plus que de 10 % environ (tableau VIII-6) puisque les deux essais ont duré environ 25 h. Il semble donc se confirmer que le temps de maintien sous contrainte joue un rôle primordial, à défaut d'exclusif, sur la dégradation de résistance du matériau. C'est pendant ce temps de sollicitation que s'exerce l'activité plastique localisée et erratique résultant du phénomène PLC.

### VIII.5.b. Microstructure EH

Rappelons que la limite d'élasticité tangente de cette microstructure est de 760 MPa et sa limite d'élasticité à 0,2 % de 920 MPa, soit 60 MPa supérieures à celles de la microstructure AA, à la vitesse de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (figure VIII-2).

Pour une même contrainte de 900 MPa, la microstructure EH a une durée de vie en fatigue-fluage supérieure d'un facteur 6,5 environ par rapport à la microstructure AA en raison de ses meilleures propriétés mécaniques (figure VIII-20). En effet, la plus grande finesse de ses lattes par rapport à la microstructure AA lui confère une limite d'élasticité plus élevée, sans toutefois diminuer ses capacités plastiques : son écart plastique de 150 MPa ou 1,25 en valeur corrigée de  $E(T)$  est même plutôt plus élevé que celui de la microstructure AA.

Si par contre, on raisonne non pas à contrainte constante, mais à comportements équivalents, on constate que la courbe verte de la figure VIII-21, et qui correspond à la microstructure AA sous 880 MPa, suit de très près la courbe rouge de la microstructure EH sous 900 MPa. Or, pour la microstructure AA, la contrainte de 880 MPa se situe à 20MPa au-dessus de la limite d'élasticité à 0,2 %, alors que pour la microstructure EH, cette contrainte se situe à 40 MPa au-dessous de cette même limite. Ainsi, la capacité intrinsèque de résistance au fluage rupture de la microstructure à grosses lattes semblerait supérieure à celle de la microstructure à lattes fines.

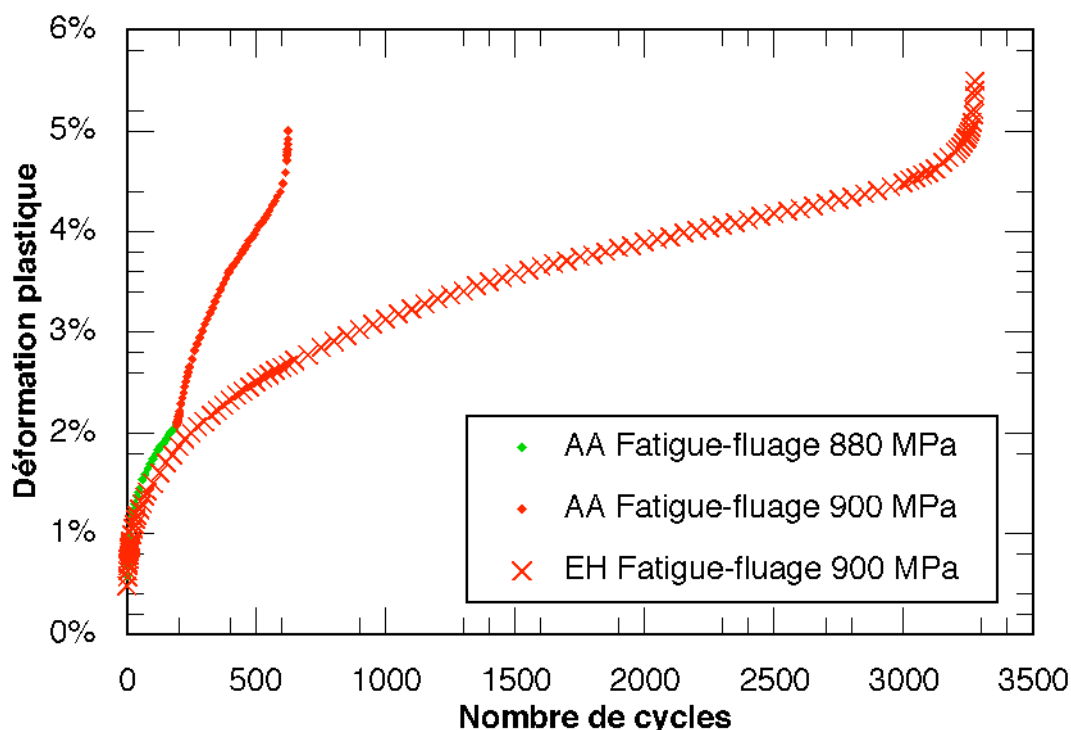


Figure VIII-20 : Essais de fatigue-fluage à température ambiante. Comparaison des microstructures AA et EH pour une contrainte de 900 MPa. Déformation plastique en fonction du nombre de cycles.

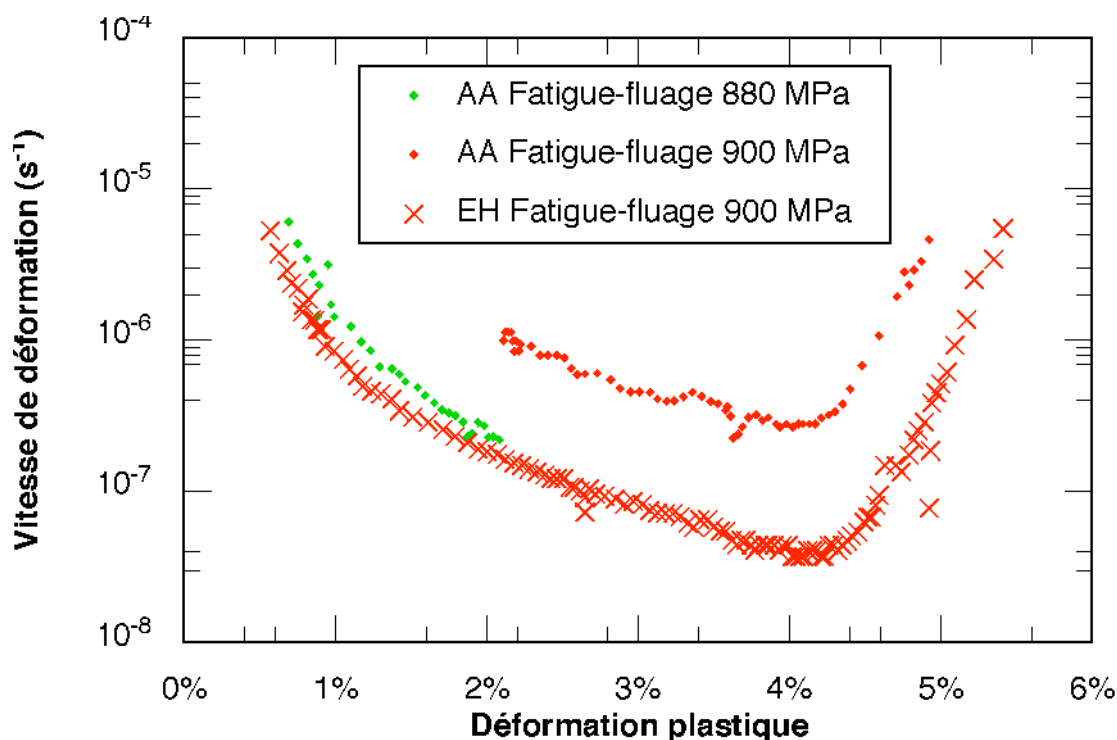


Figure VIII-21 : Essais de fatigue-fluage à température ambiante. Comparaison des microstructures AA et EH pour une contrainte de 900 MPa. Vitesse de déformation plastique en fonction de la déformation plastique.

## VIII.6. COMPARAISON FLUAGE, FATIGUE ET FATIGUE-FLUAGE

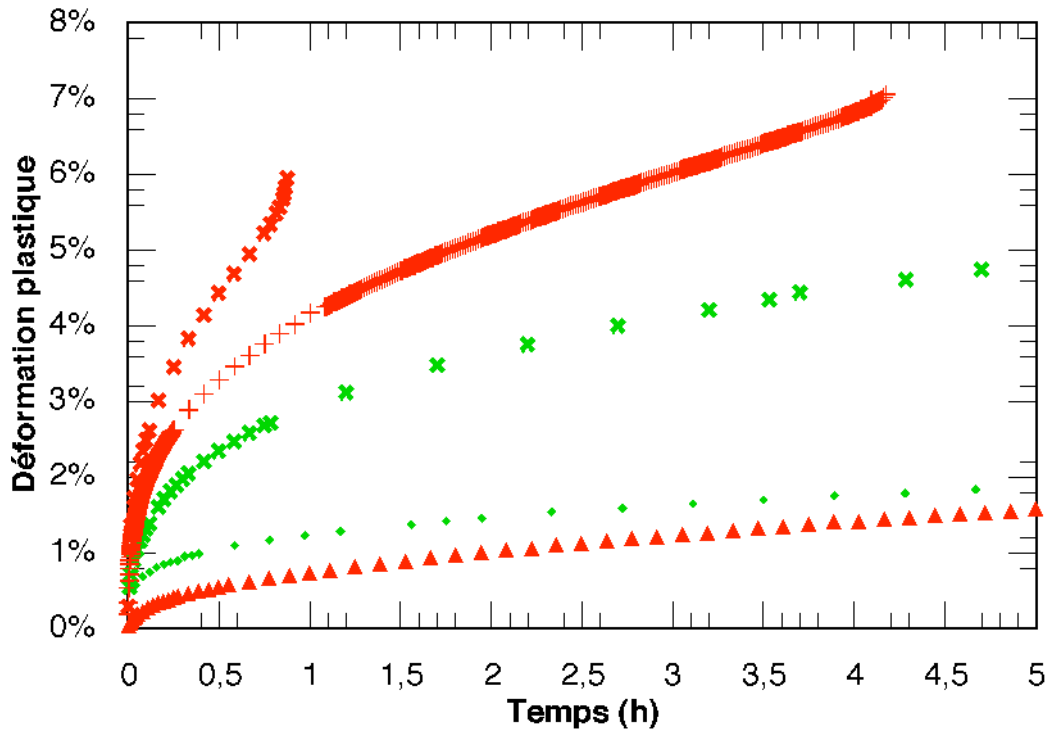
### VIII.6.a. Fortes contraintes : 880 – 900 MPa

Nous examinerons tout d'abord les courbes des essais et ensuite les faciès d'endommagement et de rupture ainsi que les divers modes de localisation de la plasticité : bande de déformation plastique de type PLC et instabilité mécanique de type striction.

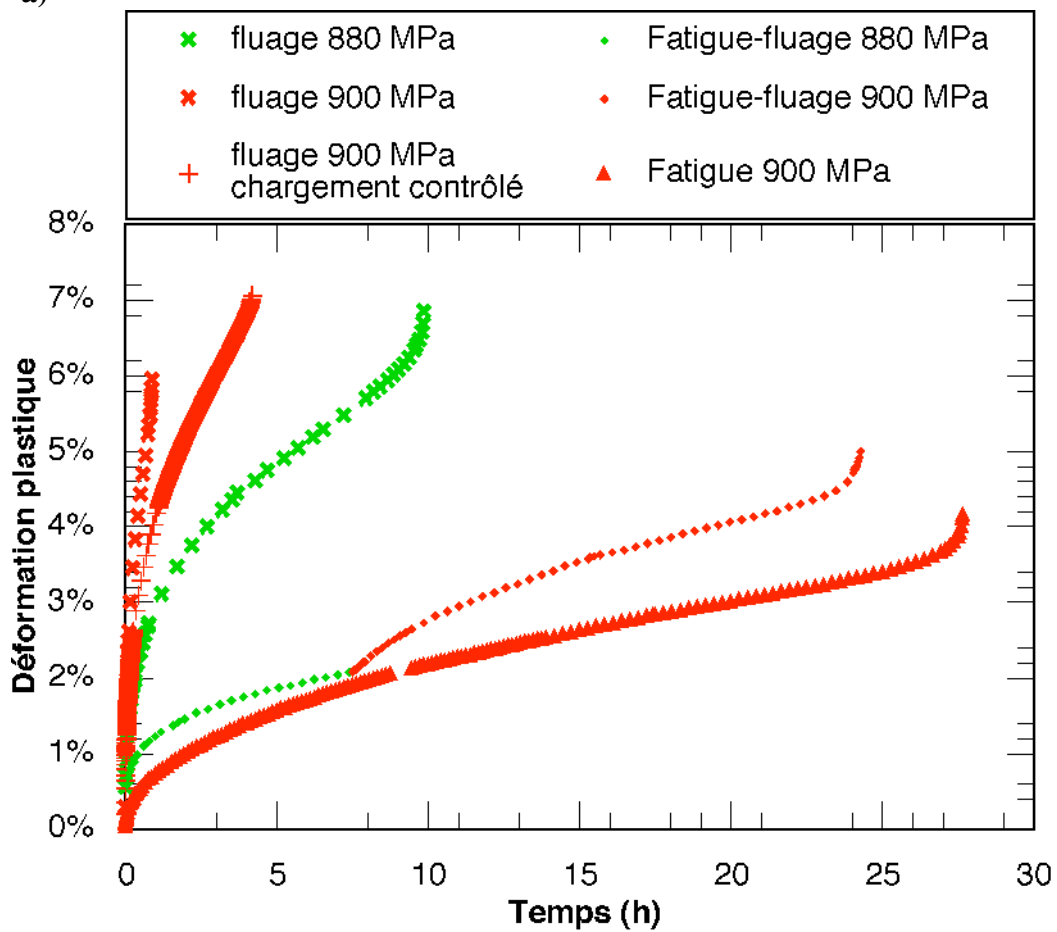
#### 6.a.1. Présentation et analyse des courbes

Les figures VIII-22a et b, et la figure VIII-23 permettent de comparer l'évolution de la déformation plastique en fonction du temps d'une part, et d'autre part de la vitesse de déformation en fonction de la déformation plastique pour les essais de fluage, fatigue-fluage et fatigue réalisés à température ambiante sur la microstructure AA sous des contraintes se situant juste au-dessus de la limite d'élasticité à 0,2 %.

On constate tout d'abord que les courbes concernant les essais de fluage se situent toujours bien au-dessus des courbes concernant les essais de fatigue-fluage ou de fatigue pure. La vitesse de déformation minimale est de  $2 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$  pour l'essai de fluage avec mise en charge en 10 s, de  $3 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$  pour l'essai de fatigue-fluage, et enfin de  $2 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$  pour l'essai de fatigue pure. Les essais de fatigue-fluage et de fatigue pure conduisent donc, dans l'ordre, à des vitesses de déformation beaucoup plus faibles que la sollicitation de fluage. Ceci implique



a)



b)

Figure VIII-22 : Résultats obtenus en fluage, fatigue-fluage et fatigue sous forte contrainte. T.A. Microstructure AA.  $\epsilon_p = f(t)$  : **a)** de 0 à 5h, **b)** de 0 à 30h



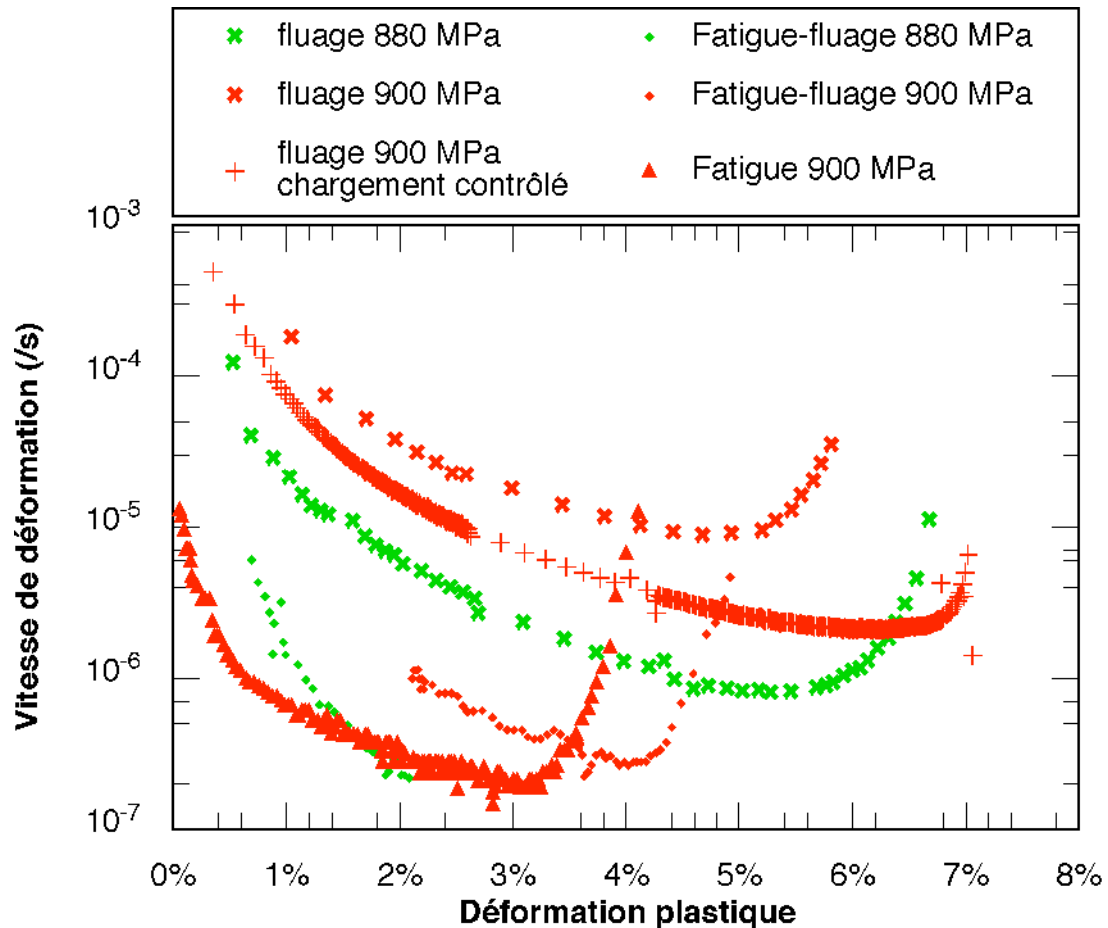


Figure VIII-23 : Résultats obtenus en fluage, fatigue-fluage et fatigue sous forte contrainte. Température ambiante. Microstructures AA. Vitesse de déformation plastique en fonction de la déformation plastique.

donc que les microstructures résultant de la fatigue et de la fatigue-fluage sont vraisemblablement plus denses et plus enchevêtrées, donc plus résistantes à la plasticité que les microstructures que nous avons rencontrées en traction monotone ou en fluage. Malheureusement, nous n'avons pas d'observation pour confirmer cette suggestion.

On peut d'autre part noter l'effet très marqué du niveau de contrainte sur la vitesse de déformation calculée, pour un type de sollicitation donné : une augmentation de contrainte de 20 MPa, de 880 MPa à 900 MPa, multiplie par un facteur proche de 5 la vitesse de déformation, qu'il s'agisse d'un essai de fluage ou de fatigue-fluage. En termes de loi de Norton écrite directement avec la contrainte appliquée :

$$\dot{\epsilon} = A.(\sigma_a)^{n_a} \quad \text{Eq. VIII-1}$$

l'exposant de contrainte  $n_a$  vaudrait environ 70. Il s'agit effectivement d'une valeur extrêmement élevée, même pour un matériau à fort durcissement structural. C'est bien cette valeur qu'il faudra retenir pour les conditions de stabilité mécanique des éprouvettes, des structures et pour l'ingénierie.

Comme l'ont suggéré de nombreux auteurs, pour ce type de matériau à très forte contrainte interne  $\sigma_i$ , la loi de Norton doit être écrite sous la forme :

$$\dot{\varepsilon} = B.(\sigma_a - \sigma_i)^n \quad \text{Eq. VIII-2}$$

ce qui permet, pour une valeur de  $\sigma_i = 840 \text{ MPa}$ , de revenir à un exposant de contrainte de  $n = 4$  généralement observé en fluage dans les métaux purs.

Tous ces essais ayant conduit à la rupture, il est indispensable maintenant de se tourner vers l'endommagement et l'instabilité macroscopique de la striction pour comprendre l'enchaînement des mécanismes induisant la rupture finale.

### 6.a.2. Endommagement et fissuration

Examinons successivement les coupes longitudinales effectuées sur les trois éprouvettes sollicitées sous 900 MPa respectivement en fatigue, en fatigue-fluage et en fluage.

L'éprouvette de fatigue pure qui a rompu en 28 h présente des fissures inclinées de  $30^\circ$  à  $50^\circ$  sur l'axe de sollicitation. Leur direction et leur surface semblent peu affectées par la microstructure du matériau qu'elles traversent. Elles sont nombreuses sous la surface de rupture, prennent naissance à l'intérieur du matériau et peuvent déboucher sur la surface de l'éprouvette (figure VIII-24a) ou bien s'initient à la surface et profitent d'un intense cisaillement local pour y pénétrer à  $45^\circ$  (figure VIII-24b). La surface de l'éprouvette apparaît profondément sculptée par les bandes de plasticité qui y débouchent et contient de nombreuses fissures inclinées. Tous ces faciès sont typiques du comportement plastique conventionnel d'un matériau métallique fortement sollicité mécaniquement.

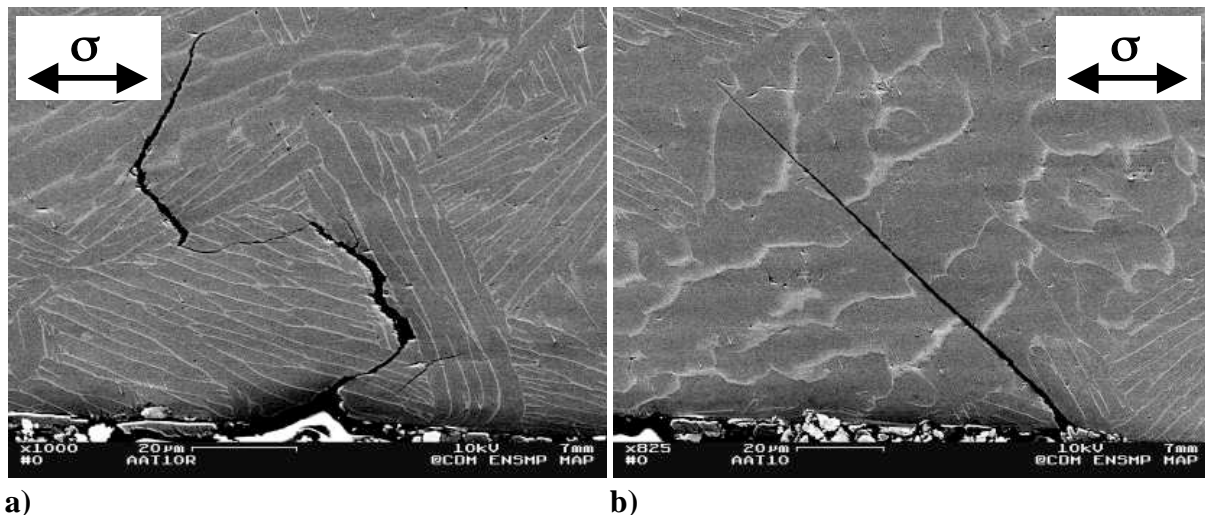


Figure VIII-24 : Endommagement à température ambiante en fatigue sous 900MPa.

Par contre, en fatigue - fluage, les fissures sont moins fréquentes, plus longues et d'orientation générale perpendiculaire à la direction de sollicitation (figure VIII-25). Elles peuvent s'initier à la surface du matériau (figure VIII-25a) et il est vraisemblable que leur

propagation est associée à des interactions avec l'environnement (oxygène et surtout hydrogène). Elles peuvent également s'initier à l'intérieur de l'éprouvette, et leur surface, ainsi que leur direction de propagation tiennent compte localement de la microstructure et du comportement des diverses phases du matériau (lattes  $\alpha$  plastiques-fragiles, couloirs  $\beta_t$  ductiles, interface  $\alpha$ - $\beta$  fragile).

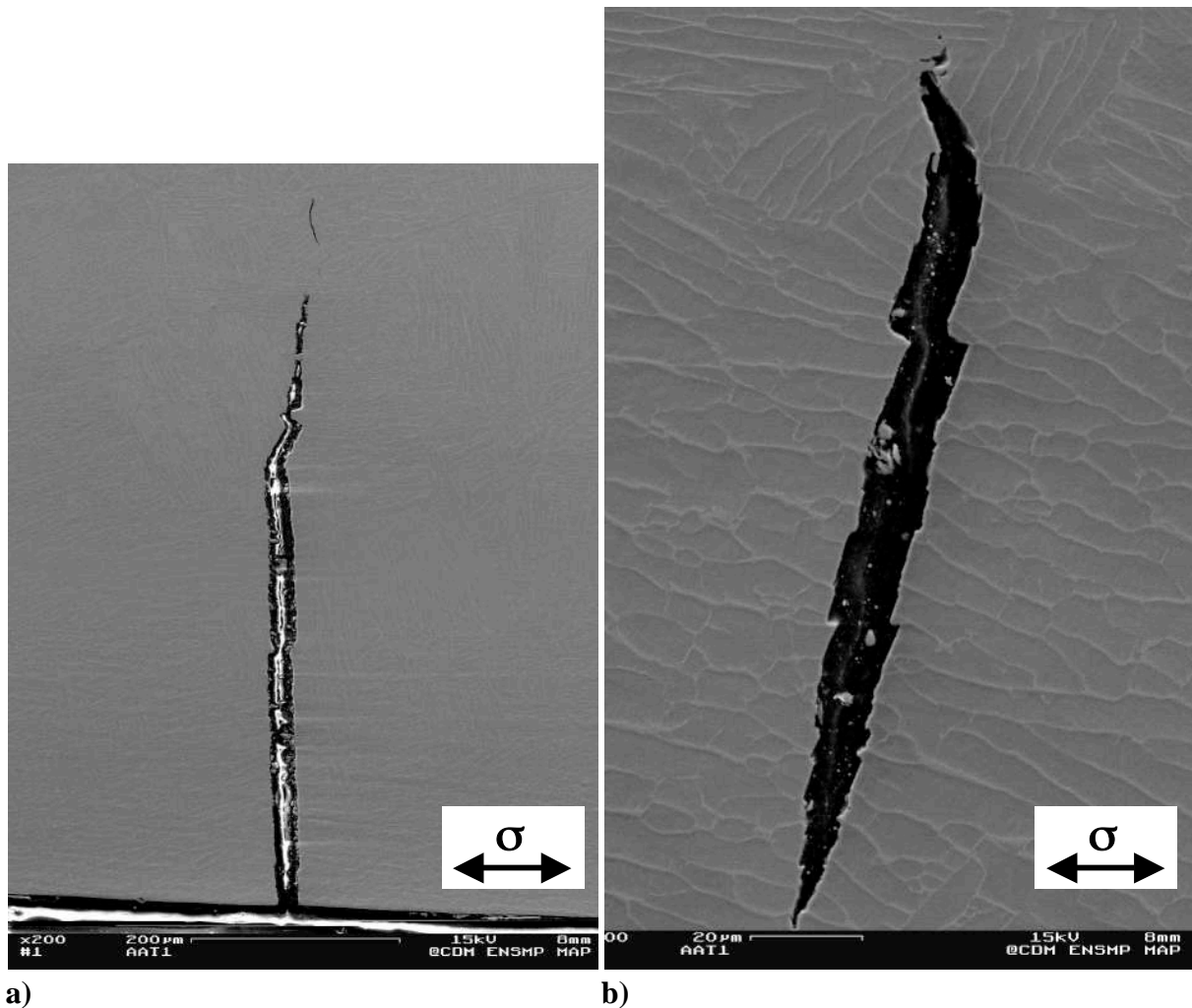


Figure VIII-25 : Endommagement à température ambiante en fatigue-fluage sous 900MPa.

Enfin, pour l'éprouvette de fluage, dont la fin de vie (comptée à partir du point de réaccélération) est la plus courte, la coupe longitudinale (figure VIII-26) montre peu de fissures, assez courtes et dont il est difficile de préciser l'orientation moyenne compte tenu de la faible statistique dont on dispose. Elles disparaissent dès que l'on s'éloigne d'une centaine de microns de la surface de rupture (figure VIII-26b).

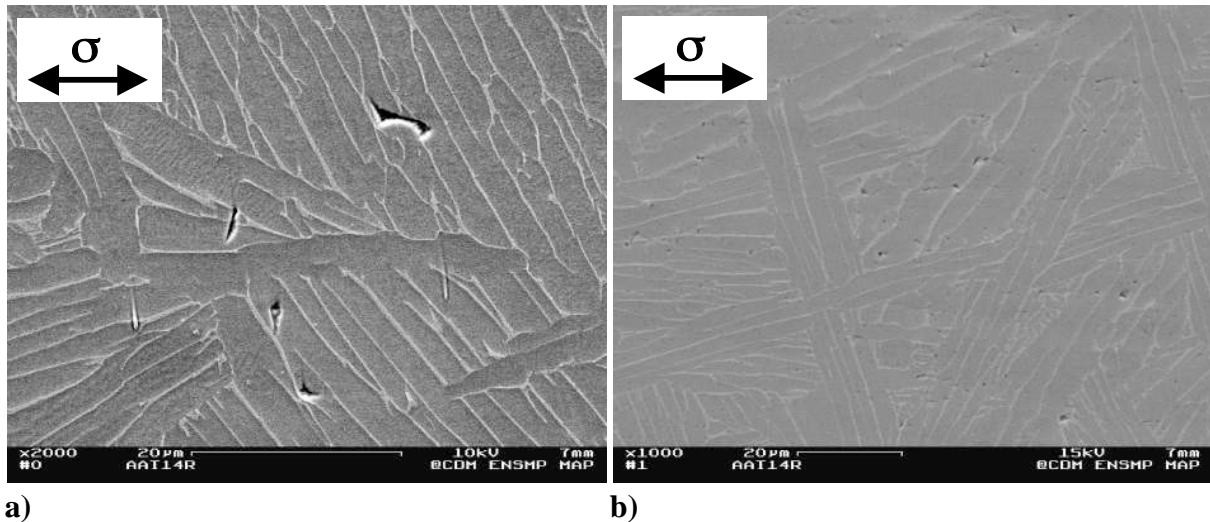


Figure VIII-26 : Endommagement à température ambiante en fluage sous 900MPa.

Remarquons enfin sur les courbes de la figure VIII-23 que la réaccélération est d'autant plus répartie et progressive que la contrainte est élevée ou l'essai court. C'est le cas, par exemple, des deux essais de fluage sous 900 MPa : l'un a duré moins de 1h alors que celui dont la mise en charge a été contrôlée a duré plus de 4 h. En examinant la dimension de la zone de striction le long du fût de l'éprouvette, on constate qu'elle s'étend d'autant plus que la durée de vie est courte. Les figures VIII-27 a et b donnent deux exemples de l'étendue des zones de striction pour l'éprouvette de fluage testée sous 900 MPa et rompue en 52 mn et pour l'éprouvette de fluage rompue sous 870 MPa à 150°C après 6 mn d'essai. Cette dernière présente d'ailleurs une double striction dont une seulement a conduit à la rupture.

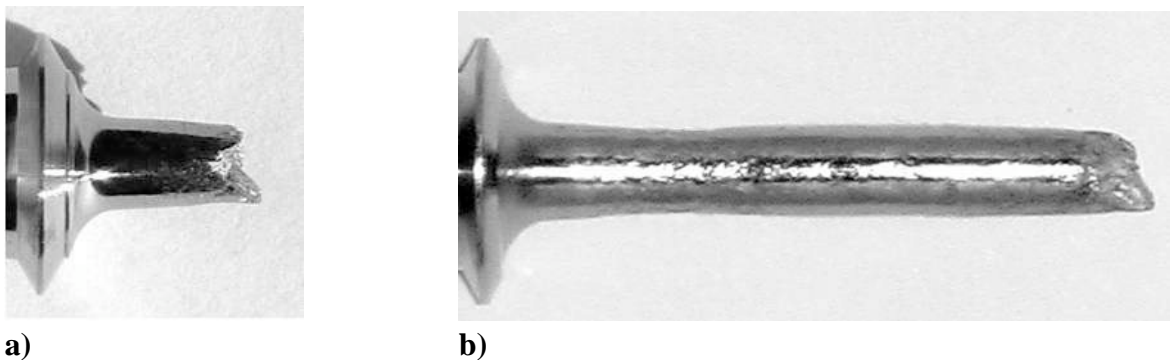


Figure VIII-27 : Zone de striction **a)** éprouvette de fluage testée sous 900 MPa à température ambiante, **b)** éprouvette de fluage testée sous 870 MPa à 150°C

Il apparaît donc clairement que la localisation de la plasticité inhérente au phénomène PLC interagit en synergie avec l'instabilité mécanique provoquant la striction. La mobilité des « bouffées de plasticité » élémentaires décroît fortement aux contraintes et aux températures décroissantes, ce qui les conduit à se concentrer dans une seule région. L'endommagement, concomitant aux importantes valeurs locales de la déformation plastique suit le même schéma de répartition et de concentration que pilote cette double localisation.

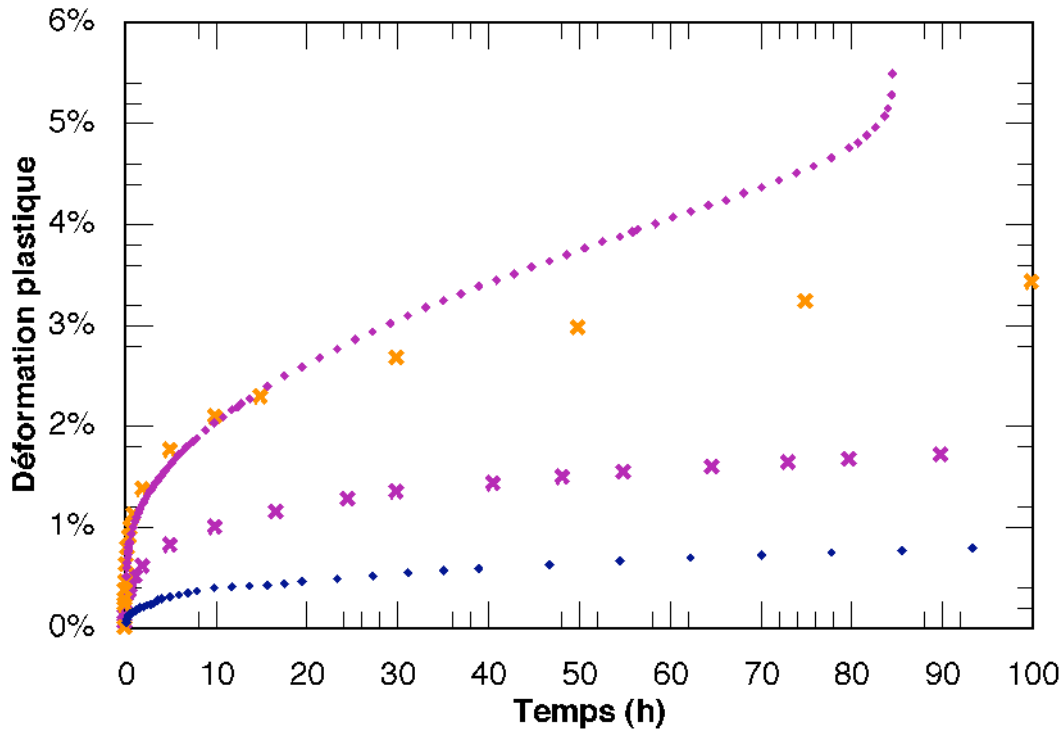
## VIII.6.b. Faibles contraintes : 780 – 860 MPa

### 6.b.1. Présentation et analyse des courbes

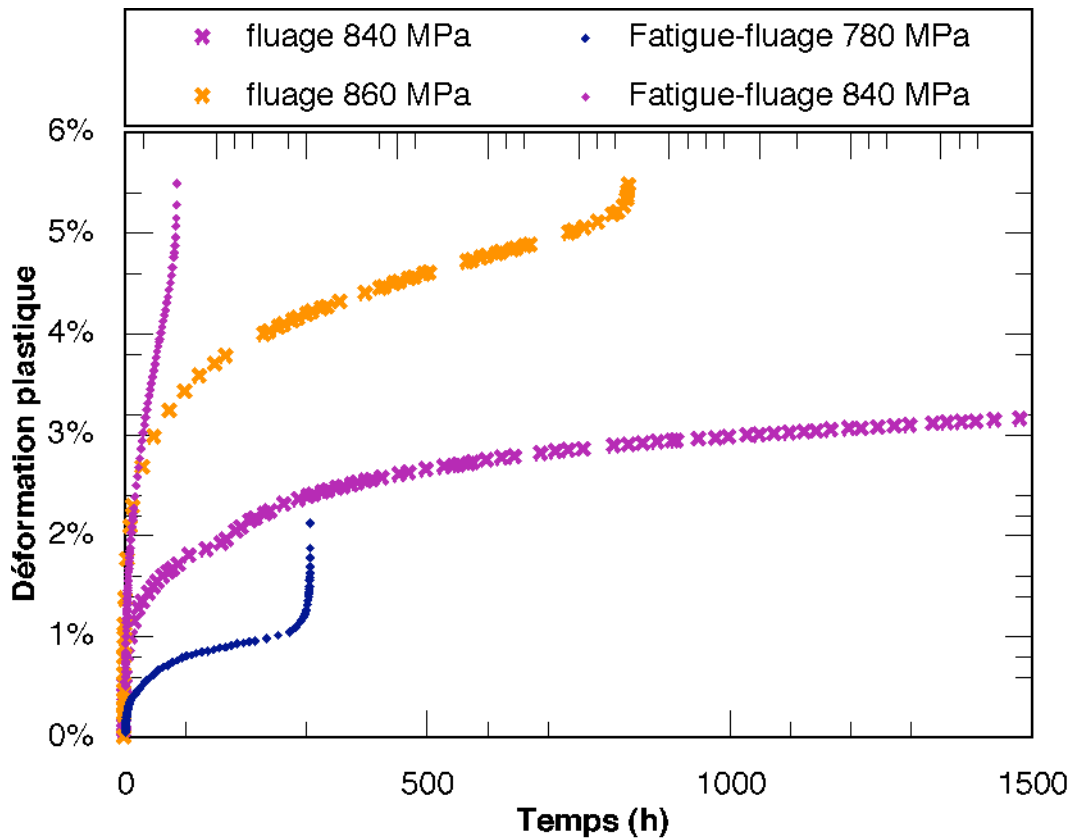
Notons tout d'abord que toutes les contraintes appliquées se situent dans la partie haute de l'intervalle limite d'élasticité tangente (700 MPa) - limite d'élasticité à 0,2 % (860 MPa). Nous constatons sur les figures VIII-28 et 29 que les courbes des essais de fatigue-fluage (sous 780 et 840 MPa) encadrent les courbes de fluage pur (sous 840 et 860 MPa). Enfin, à l'exception de l'essai de fatigue-fluage sous 780 MPa, aucune des courbes ne présente de tendance au blocage de la déformation plastique.

Comme à 150°C, il paraît donc possible de définir pour les essais de fatigue-fluage une contrainte critique de l'ordre de 800 MPa partageant les essais dans lesquels la plasticité se fige aux basses contraintes, des essais où la plasticité s'entretient pour les plus fortes contraintes. Ce n'est pas le cas en fluage à 20°C, dans la gamme de contraintes explorées (restreinte, il est vrai, du côté des faibles valeurs) : bien que la vitesse de fluage ne cesse de décroître, l'activité plastique s'entretient tout au long de l'essai qui a été interrompu après 2850h. Concernant le fluage, la même constatation avait été faite par Pujol (1994) sur le zirconium.

Notons enfin que sous la même contrainte de 840 MPa (courbes violettes, figure VIII-29), la sollicitation de fatigue-fluage accélère la plasticité d'un facteur 10 au moins par rapport à la sollicitation monotone, en fluage, et conduit à la rupture en une centaine d'heures alors qu'en fluage plusieurs milliers d'heures seraient nécessaires. A contrario, la sollicitation de fatigue-fluage développe vraisemblablement des microstructures plus aptes au blocage de la plasticité, ainsi qu'on l'avait déjà constaté à 150°C. L'insistance de la sollicitation en fatigue-fluage provoque cependant un endommagement, qui vient se substituer à la plasticité et conduit à la ruine de la structure, alors qu'en fluage l'essai se termine par une immobilisation concomitante des structures et des microstructures consolidées par le *vieillissement statique*.



a)



b)

Figure VIII-28 : Résultats obtenus en fluage et fatigue-fluage à basse contrainte. Température ambiante. Microstructure AA. Déformation plastique en fonction du nombre de cycles : **a)** de 0 à 100 cycles, **b)** de 0 à 1500 cycles.

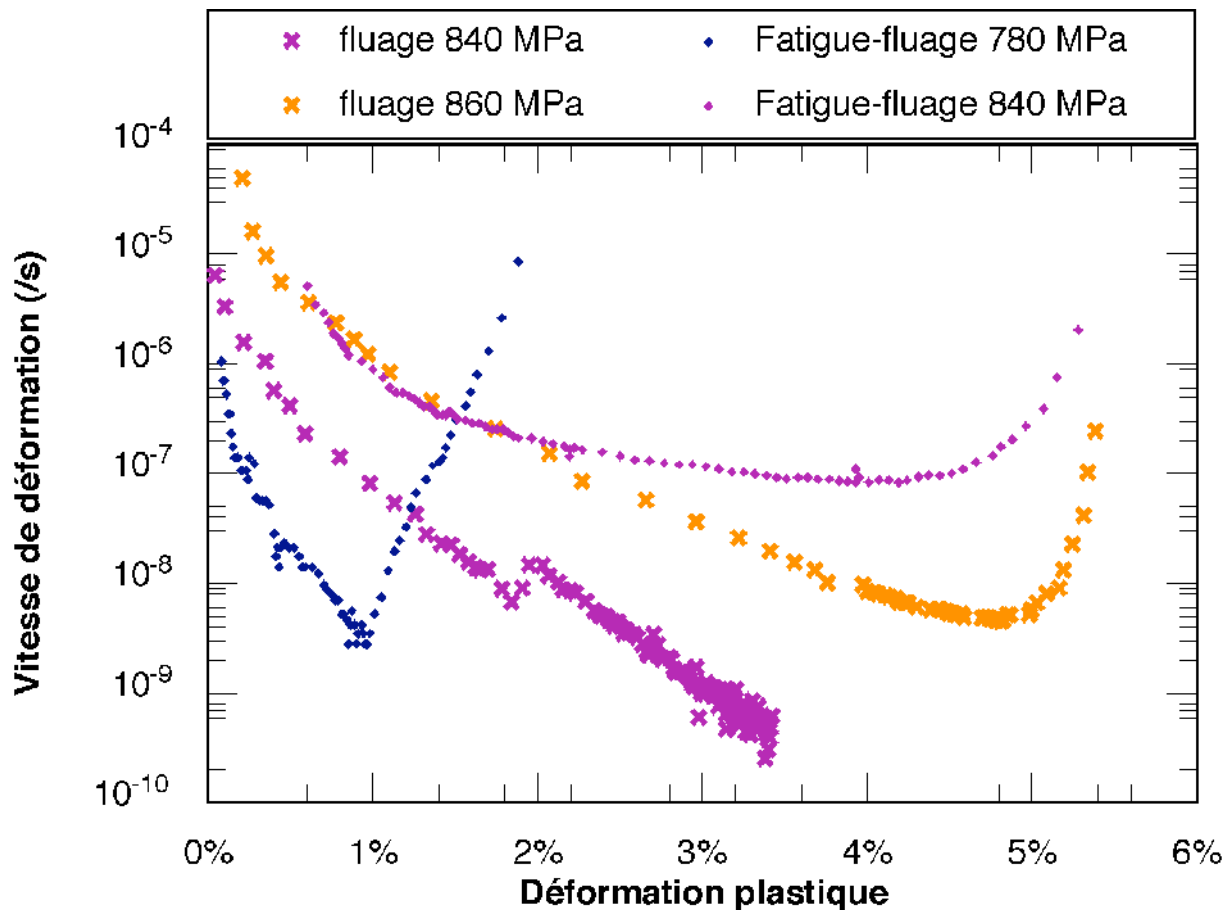


Figure VIII-29 : Résultats obtenus en fluage et fatigue-fluage à basse contrainte. Température ambiante. Microstructures AA. Vitesse de déformation plastique en fonction de la déformation plastique.

### VIII.6.2.b Endommagement et fissuration

Comme aux fortes contraintes, les faciès de rupture finale par cisaillement inclinés à environ  $45^\circ$  remplissent 90 % de la section rompue. Les zones d'amorçage, d'orientation généralement normale à l'axe de sollicitation sont peu nombreuses (en A, figure VIII-30a). Observées à fort grandissement, ces régions présentent soit un caractère de clivage où la microstructure en lattes du matériau n'est plus perceptible (figure VIII-31), soit un caractère fragile - semi ductile (figure VIII-30b) dans lequel les lattes  $\alpha$  présentent une rupture fragile débouchant sur des couloirs  $\beta$  ductiles, ces deux constituants étant séparés par des interfaces fragiles profondément sculptées et parfois même fissurées.



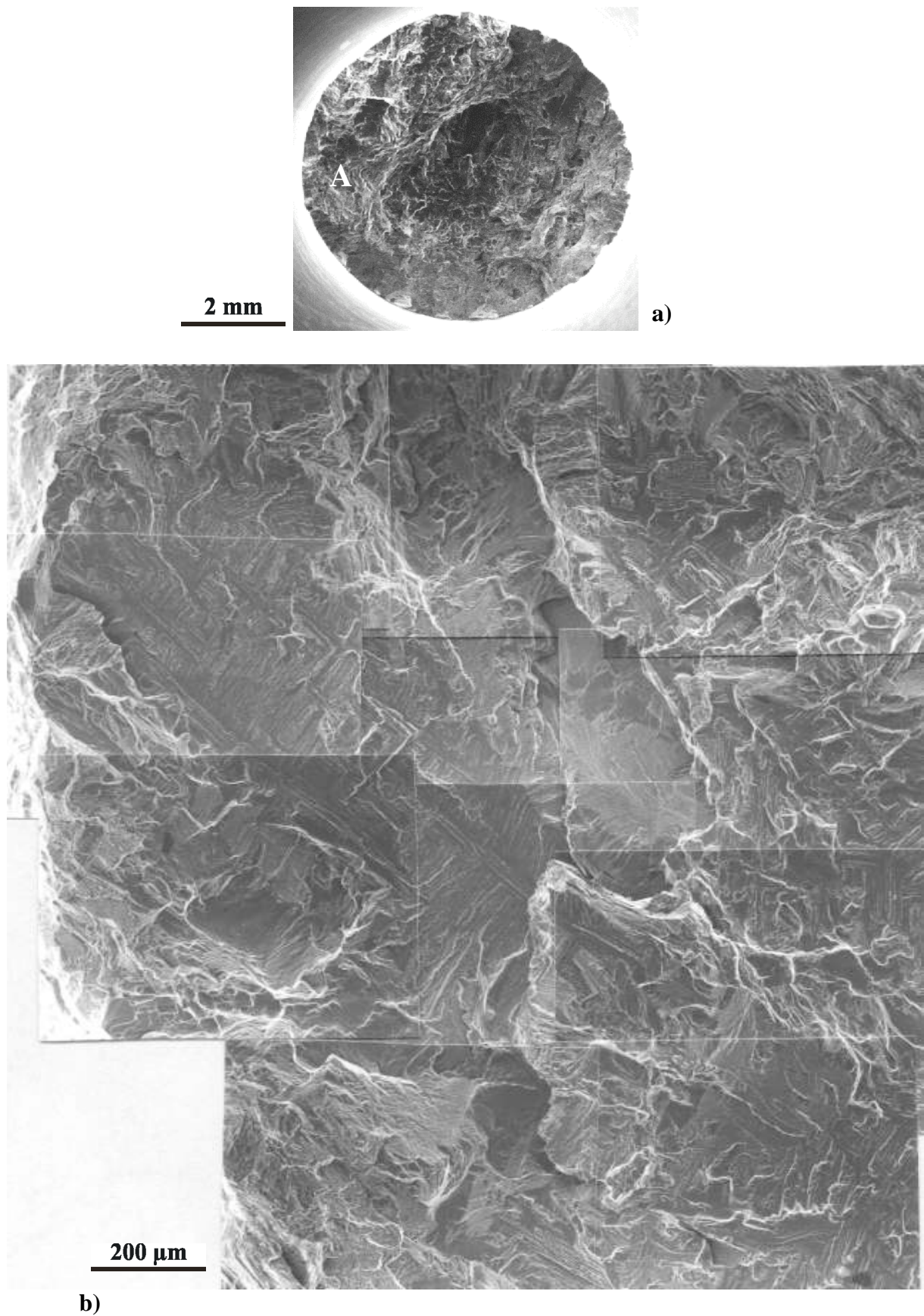


Figure VIII-30 : Faciès de rupture, fatigue-fluage,  $\sigma_{max}=780$  MPa, température ambiante,  $N_f=7872$  cycles. **a)** vue globale, **b)** site probable d'amorçage.



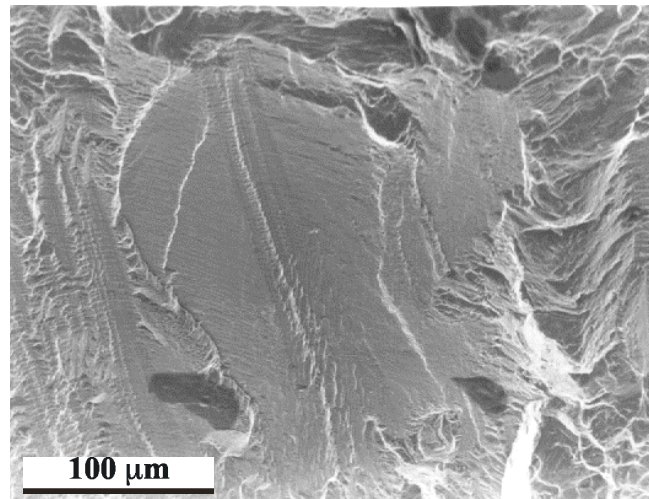


Figure VIII-31 : Faciès de rupture, fatigue-fluage,  $\sigma_{max}=840$  MPa, température ambiante,  $N_f = 2173$  cycles, zone de clivage.

Des coupes longitudinales situées immédiatement sous la surface de rupture ont été examinées pour l'essai de fatigue - fluage sous 780 MPa ayant conduit au blocage et pour les deux essais effectués sous la même contrainte de 840 MPa. Les conclusions sont les suivantes :

- en fatigue - fluage sous faible contrainte (figure VIII-32a) l'endommagement est bien présent, très fin ( $<1 \mu\text{m}$ ) et abondant. D'autre part, la section moyenne au niveau de la rupture est inchangée. Il n'existe pas de trace de striction.

- en fatigue - fluage sous 840 MPa (figure VIII-32b) les microfissures sont également nombreuses et vont jusqu'à des tailles supérieures au micron. Une zone de striction de 1 à 2 mm ayant conduit à rupture est observée au voisinage de la section de l'éprouvette.

- en fluage sous 840 MPa (figure VIII-32c) de nombreuses traces d'activité plastique localisée sont présentes mais aucune ne conduit à la fissuration, même microscopique. La zone de striction, très étroite ( $<1$  mm), est limitée au voisinage immédiat de la région fracturée.

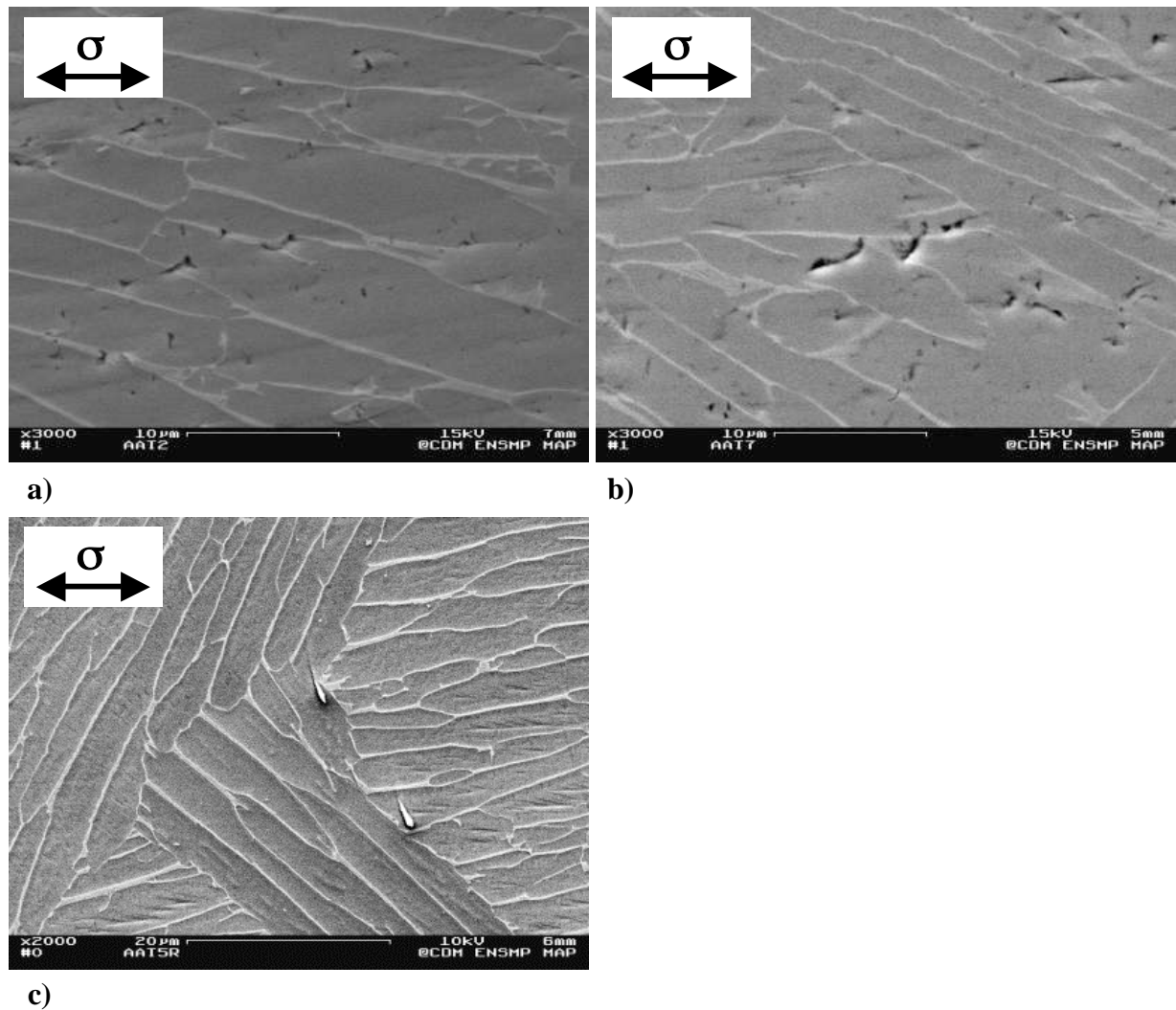


Figure VIII-32 : Endommagement à température ambiante sous faible contrainte :  
**a)** fatigue-fluage sous 780 MPa, **b)** fatigue-fluage sous 840 MPa, **c)** fluage  
 sous 840 MPa.

On peut aussi résumer les résultats comparés de ces trois types d'essais à température ambiante dans une représentation contrainte/temps à rupture. La figure VIII-33 indique bien que :

- sous forte contrainte, la sollicitation en fatigue-fluage augmente la résistance du matériau par rapport à la sollicitation monotone, vraisemblablement du fait de la plus grande stabilité de ses configurations microstructurales à l'échelle du grain ou du paquet de lattes.

- à faible contrainte, les cycles de chargement/déchargement de la fatigue - fluage au mieux stimulent la plasticité et au pire, lorsque celle-ci tend à se bloquer produit de l'endommagement.

- pour des contraintes inférieures à une valeur critique voisine de la limite d'élasticité tangente, il semble néanmoins possible de réaliser le blocage de la plasticité dans l'un comme dans l'autre des cas de sollicitation, comme il a été montré clairement à 150°C. Par conséquent, l'extrapolation de ces courbes vers les plus faibles contraintes ne doit pas se faire

linéairement mais en tenant compte des asymptotes fixées par les valeurs critiques des contraintes propres à chacun de ses modes de sollicitation. Elles sont indiquées par des flèches de couleur sur la figure VIII-33.

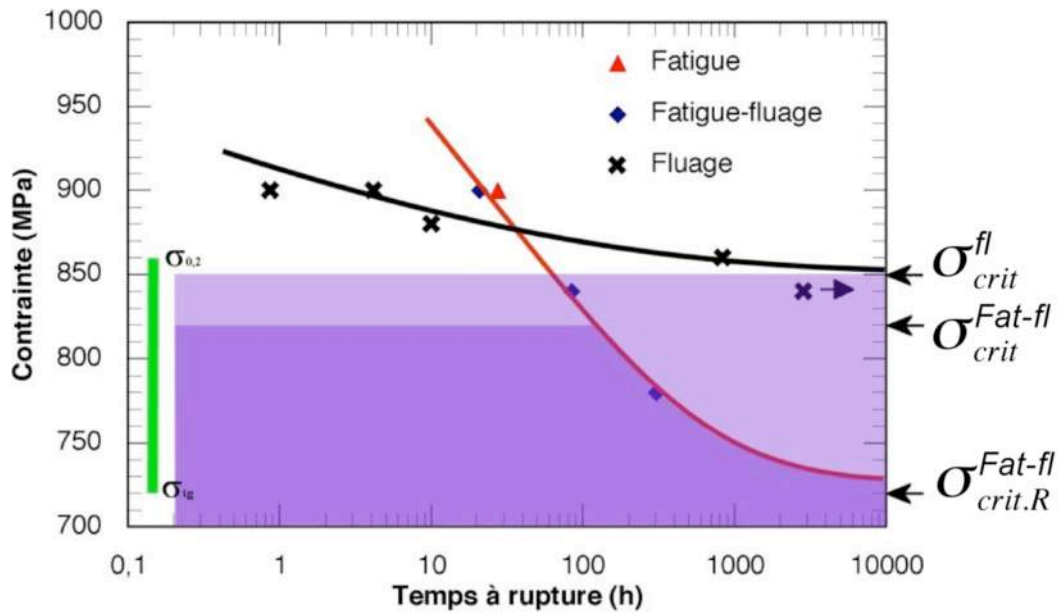


Figure VIII-33 : Temps à rupture en fonction de la contrainte pour les essais de fatigue, fatigue-fluage et fluage réalisés à température ambiante.

De façon à fixer plus clairement la position de ces diverses contraintes critiques par rapport aux limites d'élasticité tangente et à 0,2 % ainsi qu'aux contraintes de service qui intéressent l'ingénieur, leurs valeurs ont été rapportées sur le schéma de la figure VIII-34 pour les deux températures auxquelles nous avons pu les évaluer : 150°C et 20°C.

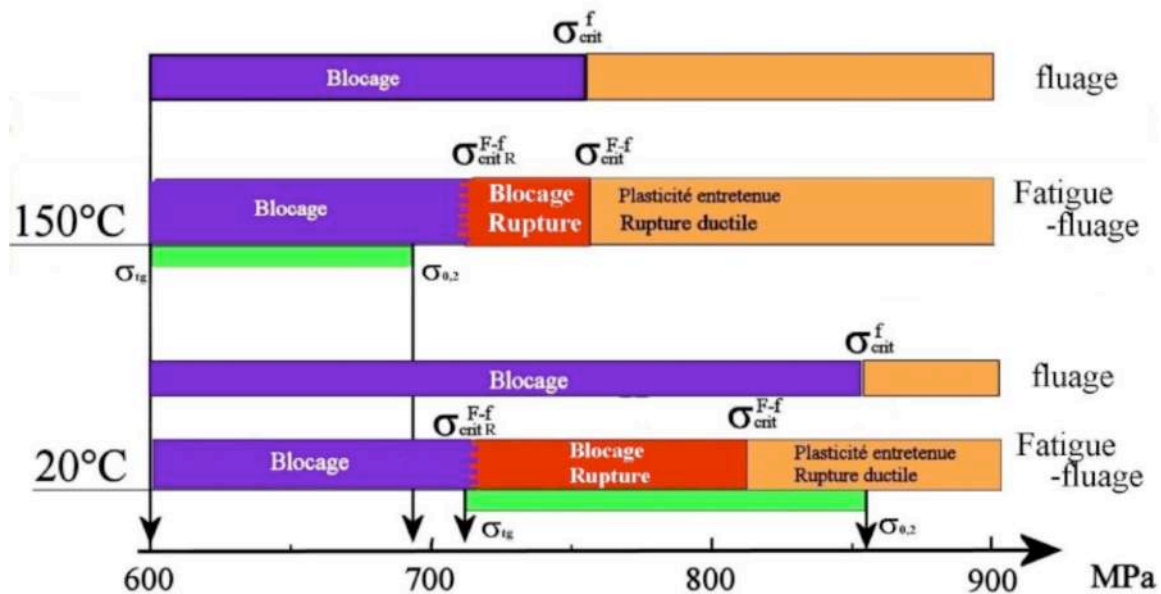


Figure VIII-34 : Position des contraintes critiques et des régimes d'endommagement pour les essais de fluage et de fatigue-fluage à 150° C et 20° C. Microstructure AA.

### VIII.7. INTERPRETATION ET DISCUSSION DES RESULTATS OBTENUS ET DES OBSERVATIONS FAITES A BASSE TEMPERATURE.

Au-dessus de 300°C, les « bouffées de plasticité » localisées :

- bénéficient d'une germination facile
- jouissent d'une grande mobilité et auraient tendance à se regrouper en bandes PLC se propageant rapidement le long du corps de l'éprouvette (« hopping bands »)
- disparaissent et réapparaissent à nouveau où se réactivent en sens inverse : « renversement de déformation ». Elles ont une courte durée de vie.
- la consolidation complémentaire par vieillissement dynamique qu'elles effacent par leur passage, se reconstitue vite du fait de la rapidité de diffusion des interstitiels.

A contrario, à 150°C et plus encore à 20°C, les « bouffées de plasticité » présentent les caractères suivants :

- leur germination est difficile : la nécessité d'un surcroît de contrainte que traduit le crochet de traction marqué à ces températures est révélateur
- leur mobilité est réduite, leur front de propagation est progressif et lent
- l'activité plastique, une fois déclenchée, jouit d'une grande durée de vie et tend à s'entretenir, donc les bandes d'activité plastique ont tendance à s'étaler le long du fût de l'éprouvette. Le passage du *mode friction* vers le *mode traînage* des zones élémentaires constitutives des bandes actives s'effectue d'autant plus lentement que la température est basse comme le montrent les courbes de relaxation à ces deux températures (figure VII-5 et VIII-3).
- les contraintes critiques aussi bien en fluage qu'en fatigue fluage décroissent avec la température au-dessous de la limite d'élasticité à 0,2 % alors que les contraintes macroscopiques appliquées sont généralement plus élevées. Le niveau de ces points de bifurcation de comportement est un critère important à prendre en compte en ingénierie dans l'évaluation des risques.
- enfin l'amplitude des renversements de plasticité décroît avec la température, donc les contraintes internes semblent rencontrer plus de difficultés à se relaxer.

Pour toutes ces raisons, les risques d'endommagement par création de fissures dans les zones où les hétérogénéités de déformation plastique et donc les gradients de contrainte sont les plus élevés deviennent importantes et d'autant plus localisés que les contraintes appliquées sont basses.

Enfin, si l'on prend en compte la particularité macroscopique d'une valeur de *l'écart plastique* décroissante à 20°C, combinée à un *taux d'écrouissage* parmi les plus bas du domaine PLC, on peut tracer les courbes de traction schématisées sur la figure VIII-35. On

voit ainsi que toute réactivation de la plasticité dans une zone spécifique de l'échantillon déjà sollicitée pour une raison quelconque va conduire à une déformation plastique plus importante à 20°C qu'à 150°C. Après plusieurs rechargements dans une zone où la plasticité tend à se rassembler pour des raisons géométriques (congé à faible rayon, défaut d'usinage ou déformation accidentelle de la structure), cette déformation excessive s'accroîtra et l'endommagement n'en deviendra que plus intense. Inversement, dans les zones voisines de la structure où l'activité plastique ne se sera pas rassemblée, le vieillissement dynamique viendra consolider le matériau, augmentant ainsi l'hétérogénéité des propriétés mécaniques entre zones très voisines du matériau. Les instabilités de type PLC et celles d'origine mécanique en venant se combiner avec les localisations également provoquées par le mode de sollicitation en fatigue-fluage aboutissent à ces courbes de comportement présentant un rebroussement après seulement 1 % de déformation plastique macroscopique et conduisant à la rupture. La température de 20°C apparaît ainsi comme plus dangereuse que celle de 150°C, en particulier pour une sollicitation en fatigue fluage, même au dessous de la limite d'élasticité à 0,2%.

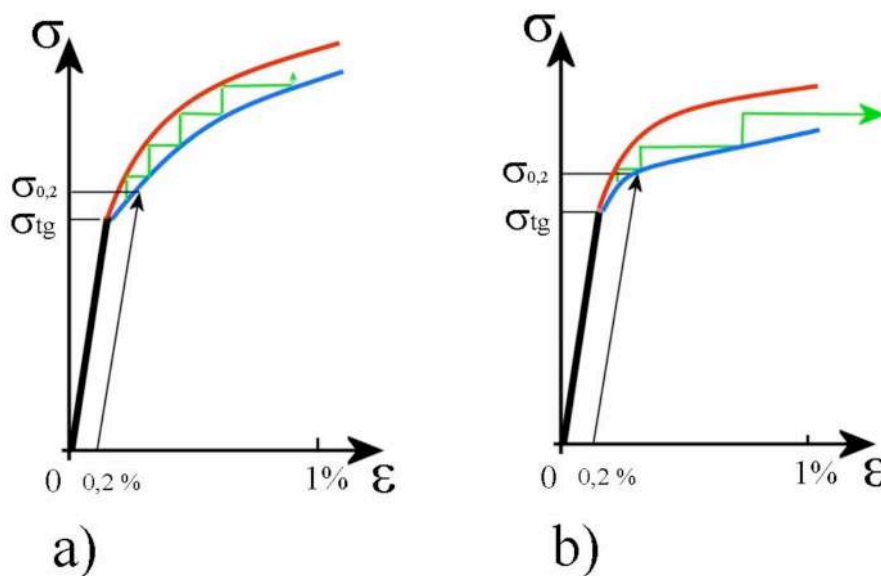


Figure VIII-35 : forme des courbes de traction à 150°C et 20°C en relation avec la plasticité excessive localisée et d'endommagement.

Le bilan qui vient d'être fait sur la concomitance des phénomènes de localisation et de phénomènes de bifurcation conduisant à la concentration de l'endommagement et à la rupture reste très global et ne peut se situer à une autre échelle que macroscopique. S'il peut conduire l'ingénieur à éviter certains créneaux de conditions de service particulièrement risqués, il relève plutôt du constat que de l'explication des mécanismes sous-jacents au développement de détériorations locales des structures conduisant à des situations de risque. Afin de progresser dans la compréhension des mécanismes mis en jeu, il sera indispensable maintenant de :

- décrire avec précision, à l'échelle mésoscopique (0,1 à 10  $\mu\text{m}$ ), par exemple, les microstructures de dislocations internes aux lattes  $\alpha$ , la taille et la morphologie des paquets de lattes et les microtextures décrivant les arrangements locaux de grain particulier aux alliages de structure cristalline hexagonale. Ce dernier point a commencé à être examiné dans le cas du zirconium alpha monphasé à température ambiante en relation avec un modèle viscoplastique approprié par Héripré et al. (2007).

- recueillir avec une résolution suffisante, la distribution spatiale et la structure interne des bandes de déformation (répartition des vitesses, durée de vie des « bouffées de plasticité ») de façon à pouvoir les mettre en relation avec la cartographie précédente.

- acquérir une connaissance de la dynamique temporelle des « bouffées de plasticité », fréquences de germination, de propagation, de répétition, durée de vie, corrélée avec une description leur morphologie, de leur longueur d'onde. L'évolution de ces grandeurs avec la température est essentielle pour tenter de comprendre les phénomènes de résonance entre les mécanismes de plasticité localisée et les microstructures métallurgiques à l'échelle mésoscopique. « Les modes propres » de plasticité qui régissent les phénomènes spatio-temporels inhérents au phénomène PLC pourraient ainsi en être éclairés et leurs effets, souvent délétères, un peu mieux *prévus*, peut-être même *orientés*, au lieu d'être simplement *subis*, comme c'est le cas à l'heure actuelle.

Enfin, bien qu'il n'ait pas été considéré dans cette étude, le rôle de l'hydrogène doit être pris en compte dans le comportement et l'endommagement en fatigue-fluage de ces alliages au voisinage de la température ambiante. Sa grande mobilité est rappelée dans le schéma de synthèse de la figure VIII-13. Cet interstitiel se trouve à température ambiante dans une situation comparable à l'oxygène à 600°C : il accompagne la plasticité et la facilite plutôt que de la retarder ou de l'inhiber. Il ressort ainsi du travail de thèse de Frédéric Mignot (2003) que :

- la résistance au fluage et en particulier au fluage primaire décroît avec les teneurs croissantes en hydrogène. La viscoplasticité de la phase  $\beta$  en particulier, mais également celle de la phase  $\alpha$  en sont exacerbées. Compte tenu du coefficient de partition de l'hydrogène entre ces deux phases ( $\beta/75\%$  -  $\alpha/25\%$ ), l'effet sera plus marqué dans les alliages riches en  $\beta$ , néanmoins, le taux de saturation de la phase  $\alpha$  étant bas (40 ppm) et la fraction volumique de la phase  $\beta$  dans le l'alliage Ti-6242 étant très restreinte, de faibles concentrations d'hydrogène pourront avoir un effet sensible sur le comportement de cet alliage

- l'hydrogène se rassemble dans les zones plastifiées d'une éprouvette entaillée ou fissurée. Ces surconcentrations, liées à la plasticité, peuvent apparaître au-dessous du seuil de fissuration et provoquer une « fissuration sous-critique » en se rassemblant dans des interfaces ou interphases du matériau dont elles font chuter la cohésion. Pour l'alliage Ti-6246 plus riche en  $\beta$  qui faisait l'objet de cette étude, ce phénomène de « fissuration sous-critique » se produisait pour des teneurs en hydrogène aussi faibles que 10 ppm.

Le fluage, sollicitation statique et monotone conduit à la formation de microstructures de dislocations relativement simples (très peu de dislocations redondantes) et développant des contraintes internes voisines des contraintes appliquées et capables d'écranter efficacement ces dernières. Lorsque la température s'abaisse, l'écroûissage a tendance à l'emporter sur la restauration au lieu de l'équilibrer (stade de fluage secondaire) et la vitesse de déformation plastique tend à décroître indéfiniment (fluage logarithmique). Par contre, dans un matériau présentant une bifurcation de comportement, un nouveau phénomène apparaît. Le ralentissement initial présenté par le stade primaire débouche sur une alternative très contrastée : soit le ralentissement se poursuit et le « vieillissement » vient accentuer jusqu'au « blocage » strict de la déformation plastique, soit la vitesse de déformation se stabilise, la viscoplasticité s'entretient et s'accroît même, se concentrant dans les zones de faiblesse et conduisant à la rupture.

La sollicitation en fatigue, sollicitation dynamique et cyclique conduit à la formation de microstructures de dislocations plus complexes et plus enchevêtrées que le fluage (très nombreuses dislocations redondantes et dipôles) et, du fait du retournement des contraintes appliquées, les contraintes internes s'établissent généralement à des niveaux inférieurs à ceux du fluage. De plus, les sollicitations cycliques ont une tendance intrinsèque à localiser leur impact plastique dans les zones les plus faibles et/ou les plus endommagées de la structure.

Comme le fluage sous fortes contraintes, mais de façon encore beaucoup plus efficace, la fatigue pure a tendance à entretenir l'activité plastique et viscoplastique du matériau, donc d'entretenir la *mode friction* dans tout le corps de l'éprouvette pour un matériau présentant une bifurcation de comportement.

La sollicitation en fatigue - fluage, en introduisant un temps de maintien sous une contrainte voisine de la contrainte critique de bifurcation, exacerbe le phénomène de bifurcation auquel est sujet le matériau, donc l'hétérogénéité de comportement d'un matériau ayant déjà tendance à localiser sa plasticité sous forme de bande de vitesses. Au cours de ce maintien sous contrainte, les zones ayant tendance à diminuer leur activité plastique et passer en *mode traînage* vont conforter cette option par vieillissement, augmenter leur résistance mécanique et se mettre ainsi à l'abri de toute nouvelle plastification. Elles profitent ainsi du fait que les « zones actives plastiquement » assument la plasticité requise par la sollicitation. Par contre, ces zones actives, en entretenant la *mode friction*, sont tenues à l'écart d'un renforcement par vieillissement. Ce dernier type de zone sera donc plus exposé à une nouvelle activité plastique lors du prochain cycle de sollicitation. Ainsi, le contraste d'hétérogénéité de comportement ira croissant avec la sollicitation et débouchera sur un endommagement fortement localisé.





## CONCLUSIONS

Le comportement mécanique du Ti 6242-Si est dominé par celui de la phase  $\alpha$ . La matrice  $\beta$  partitionne et structure la morphologie de la phase  $\alpha$ , elle lui apporte également une cohérence cristalline sous-jacente (macrozones).

Les bouffées de plasticité («strain bursts») ont été détectées dans tout le domaine de température étudié. La plasticité du matériau reste hétérogène à une échelle mésoscopique, mais toujours suffisamment importante pour être détectée par un extensomètre longitudinal (sur une éprouvette à collerettes) et par une cellule de charge sensible ( $\Delta\varepsilon = 10^{-6}$  et  $\Delta\sigma = 0,01$  MPa).

À 600°C, le *mode traînage* (Tr) est facile, dominant et omniprésent. Cependant, ceci n'exclut pas la subsistance de zones plastiques élémentaires se déformant et se déplaçant à grande vitesse en *mode friction* (Fr) ainsi qu'en témoigne la présence de «strain bursts». Ils sont rapides, erratiques et ne révèlent aucune organisation.

Dans la représentation  $\log(\dot{\varepsilon}_p) = f(\sigma)$ , toutes les courbes de relaxation se confondent en une seule courbe maîtresse, quelles que soient la vitesse de chargement et la déformation plastique cumulée. Seule la contrainte d'écoulement dépend de la vitesse de sollicitation.

Les microstructures de dislocations observées en fin de relaxation (90 MPa) sont très peu denses, signe d'une restauration importante, rapide et efficace se produisant essentiellement par montée (de type Weertmann). Aucune sous-structure de dislocations n'a été observée. Les lignes de dislocations sont souvent arquées. Cependant on remarque la tendance à l'alignement préférentiel des dislocations de vecteur de Burgers  $\mathbf{c} + \mathbf{a}$  selon leur direction coin.

Dès 500°C, les bouffées de plasticité s'organisent sous forme d'avalanches provoquant d'importants sauts de vitesse au-delà et en deçà de la vitesse de sollicitation. La partition des vitesses et des espaces occupés par les modes propres de la plasticité (Tr et Fr) ne se fait pas de manière lisse, de façon à ce que leur composition pondérée produise exactement la vitesse de sollicitation visée, mais par à-coups, du fait de la coordination spatio-temporelle des bouffées plastiques élémentaires sous forme d'avalanches macroscopiques. La sensibilité à la vitesse (SRS) macroscopique devient négative alors qu'elle était positive à 600°C.

À 400°C, les «strain bursts» sont omniprésents et plus finement organisés qu'à 500°C. Les avalanches sont plus lentes, mais elles n'en sont pas moins intenses, surtout aux plus basses vitesses ou après vieillissement. La SRS reste clairement négative à cette température. La restauration est moins importante et moins rapide qu'à plus haute température : les courbes

de relaxation se décalent vers les plus fortes contraintes avec la déformation plastique cumulée. Le blocage de la plasticité est très rapide : la transition  $Fr \rightarrow Tr$  sous contrainte quasi-constante est le seul stade enregistré au cours des essais de relaxation. La capacité de relaxation du matériau est donc extrêmement réduite, alors que sa capacité d'écrouissage a augmenté par rapport aux températures précédentes.

Les essais de fluage présentent, après une plasticité de mise en charge importante, un stade de fluage primaire très court (< 50 h), rapidement suivi par un blocage strict de la viscoplasticité.

Les microstructures de dislocations montrent de très nombreuses dislocations **a** d'orientation vis pouvant utiliser plusieurs plans de glissement du fait de glissements déviés très fréquents donc faciles. Dans leur sillage, elles laissent de nombreux dipôles et multipôles d'orientation coin qui pourraient résulter du pincement des boucles d'hélices se formant parfois au cours de leur progression. Les dislocations de vecteur de Burgers **c** + **a** sont également présentes dans leurs plans de glissement pyramidaux, et ont tendance à s'aligner selon des directions coins dans des plans cristallins aussi inhabituels que le plan basal, pour y former des configurations de blocage. Cependant, même après des recuits de 48 h, de nombreuses sources de Frank-Read de type **a**, ainsi que le cortège d'empilements de dislocations vis qui les accompagne, sont encore présentes dans le matériau. En dépit du blocage constaté à l'échelle macroscopique, elles stigmatisent une capacité à contribuer à la déformation plastique, soit dans le sens de la contrainte qui les a créées, soit au contraire en sens inverse, lorsque la contrainte s'inverse, du fait qu'elles ne semblent pas impliquées dans des sous-structures qui les en empêcheraient.

À 300°C, un crochet de traction de quelques MPa suivi d'un palier de type Lüders apparaît. La coordination des événements plastiques élémentaires sous forme d'avalanches, beaucoup moins importante qu'aux températures précédentes, est donc amplifiée par un vieillissement préalable. L'activité plastique imposée par un chargement à la vitesse de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  en relaxation, ou bien la mise en charge en fluage est rapidement suivie d'un blocage à l'échelle macroscopique. La transition  $Fr \rightarrow Tr$  reste suffisamment rapide et massive pour constituer encore la partie principale des courbes de relaxation. Cependant l'étude fine des courbes montre qu'une activité plastique résiduelle subsiste après 24 h en relaxation (sous contrainte décroissante), alors qu'elle semble disparaître totalement en fluage (sous contrainte constante). En fluage, des rechargements successifs de 10 MPa ne provoquent aucune réactivation de la plasticité, jusqu'à ce que leur cumul atteigne environ 40 MPa. Une plasticité macroscopique de 1 à 3 % se produit subitement et durcit l'éprouvette par écrouissage. Ainsi, une courbe de mise en charge lente en machine molle prend effectivement la forme de marches d'escalier venant s'appuyer sur deux courbes limites correspondant respectivement au *mode friction* pour la plus basse et au *mode traînage* pour la plus haute. Ceci avait également été constaté à 400°C.

La valeur de la SRS macroscopique est devenue légèrement positive à cette température, néanmoins la valeur « locale » reste bien négative puisque des avalanches de

plasticité continuent à se produire ici comme dans tout le domaine de température exploré, avec des échelles de temps et de volumes concernés variant dans de grandes proportions.

À 150°C, le crochet de traction à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  est plus arrondi, et suivi d'une déconsolidation lente qui masque le palier de Lüders. Les courbes de relaxation ne sont plus de simples verticales, comme aux températures précédentes, mais une activité plastique soutenue et prolongée, en *mode friction*, fait suite à la mise en charge et précède pendant une vingtaine d'heures la transition  $\text{Fr} \rightarrow \text{Tr}$ .

Il semble donc qu'un nouveau mode de restauration du matériau, distinct de celui invoqué à 600°C, soit apparu à cette température, et qu'il permette de relaxer le matériau en *mode friction*. Il mettrait en jeu le fonctionnement en retour des sources de Frank-Read, l'annihilation par glissement dévié des dislocations vis redondantes dans les empilements ainsi que des annihilations par montée pour les plus fortes déformations (type Essmann-Mughrabi).

Le blocage du fluage est encore possible aux plus basses contraintes, par contre une contrainte critique de fluage ( $> \sigma_{0,2\%}$ ) apparaît, au-dessus de laquelle la plasticité s'entretient et conduit à la rupture.

C'est le cas également en fatigue - fluage. Mais pour ce mode de sollicitation, la phase de blocage de la déformation est brusquement interrompue par un processus d'endommagement à croissance rapide, par suite de localisations multiples agissant en synergie, et conduisant à la rupture pour des allongements macroscopiques inférieurs à environ 1 % seulement. Les fortes hétérogénéités spatiales de comportement que présente ce type de matériau conduisent à des gradients de déformation plastique et de contrainte qui sont en grande partie responsables de ces modes d'endommagement très particuliers.

Les segments de dislocations de vecteur de Burgers **a** présentent une tendance générale à s'aligner selon la direction vis. De même, les lignes de dislocations de vecteur de Burgers **c + a** ont une tendance, encore plus marquée que les segments précédents, à s'aligner selon la direction coin de leurs plans de glissement pyramidaux. Comme aux températures précédentes, les interactions entre systèmes de glissements distincts semblent se restreindre à des blocages ou des intersections de type forêt. La constitution de jonctions fortement attractives et/ou de parois de cellules n'a jamais été observée à l'intérieur des lattes qui pourtant atteignent plusieurs microns dans leur plus petite dimension.

À la température ambiante, les divers phénomènes décrits à 150°C se produisent également, mais avec une cinétique plus lente. Le *mode friction*, par bouffées de plasticité apparemment erratiques et de petite amplitude, est longtemps dominant dans les essais de relaxation. La viscoplasticité hétérogène a tendance à s'affiner spatialement par rapport aux températures précédentes et à s'entretenir plus longtemps. La pente des courbes de relaxation est plus faible :  $V_{\text{app}}$  passe de  $1 \text{ nm}^3/\text{at.}$  à 150° C, à  $0,5 \text{ nm}^3/\text{at.}$  à 20°C.

La transition  $\text{Fr} \rightarrow \text{Tr}$  est repoussée vers des temps supérieurs à 24 h et des vitesses de déformation inférieures à  $10^{-9} \text{ s}^{-1}$ .

À cette température, les contraintes critiques de fluage et de fatigue - fluage au-dessous desquelles le blocage de la plasticité apparaît descendent au-dessous de la limite d'élasticité à 0,2 %. Le niveau des contraintes de service acceptables se trouve ainsi limité. Par ailleurs, une plasticité entretenue risque d'apparaître dans les zones critiques de la structure où les contraintes locales, par effet de concentration, se situent au-dessus des valeurs critiques.

Les microstructures de dislocations observées en MET montrent clairement la concomitance de deux modes distincts de blocage :

- pour les dislocations de vecteur de Burgers **a**, blocage de la direction vis, par dissociation de cœur, d'autant plus importante que la température s'abaisse.

- pour les dislocations de vecteur de Burgers **c + a**, blocage de la direction coin par interaction avec les atomes de solutés présents dans l'alliage.

Des densités de dislocations beaucoup plus importantes qu'aux autres températures peuvent maintenant être observées. Les longs segments alignés selon leur direction d'énergie minimale présentent généralement de nombreux doubles crans (ou macro crans pour les vis) ou de nombreux doubles décrochements (ou macro décrochements pour les coins), ce qui leur permet de prendre la forme d'arcs à grand rayon de courbure sous l'effet des contraintes appliquées.

Les valeurs moyennes des énergies d'activation apparentes (environ 190 kJ/mole) sont plus basses au voisinage de la température ambiante que dans la partie haute température du domaine. À l'inverse, les volumes d'activation apparents (0,5 à 1,2 nm<sup>3</sup>/at.) sont beaucoup plus élevés. Ces valeurs ne peuvent en aucun cas être interprétées comme correspondant à des mécanismes de plasticité élémentaire bien précis. En effet, nous avons constaté à toutes les températures que plusieurs systèmes de glissements, mettant en jeu plusieurs vecteurs de Burgers et plusieurs plans de glissements, sont actifs simultanément, et que leur capacité à multiplier la densité de dislocations est contrecarrée par des mécanismes de restauration. Les mesures macroscopiques des énergies et des volumes d'activation intègrent donc simultanément toutes ces contributions. Par ailleurs, si nous portons notre attention sur une source de Frank-Read de vecteur de Burgers **c+a** et sur l'empilement de dislocations coins qu'elle génère, et qu'à l'instant  $t_0$  où nous l'observons cette configuration est en train de vieillir (les surconcentrations en atomes interstitiels au voisinage de dislocations coins sont en train d'augmenter), à l'instant  $t_0 + \Delta t$  elle est active et produit de nouveaux segments coins alors que ceux déjà constitués sont désancrés et en mouvement. Ces deux phases successives d'une même configuration de dislocations mettent en jeu des mécanismes physiques très différents qui seront intégrés dans la même mesure macroscopique. Par ailleurs, pour que cette dernière ait un sens, il est indispensable de se trouver en régime permanent dans un milieu homogène. Or, ces deux hypothèses sont clairement violées dans le cas de localisation de la plasticité, qui de plus, se déplace à travers la jauge de mesure.

Si ces valeurs des grandeurs d'activation apparentes n'ont aucun sens physique directement accessible, elles fixent par contre l'ordre de grandeur des relations d'équivalence temps - température, c'est-à-dire entre vitesse de sollicitation ou durée de vieillissement et la

température d'essai ou de service. Par ailleurs, leurs variations à travers le domaine de température étudié apportent des indications précieuses dans la construction de modèles de comportement à l'échelle mésoscopique et macroscopique, ainsi que dans l'identification des paramètres qu'ils contiennent.

## **PERSPECTIVES**

- Dans le modèle de McCormick qui s'adapte bien aux techniques de calcul par éléments finis, l'écriture d'équations de plasticité et de diverses cinétiques de restauration prenant en compte l'activation thermique devraient permettre d'introduire une dépendance en température à travers le domaine PLC, fondée sur des bases physiques acceptables ;

- Des mesures de champs de déformation à plusieurs échelles (du  $\mu\text{m}$  au mm) couplées à des déterminations préalables d'orientations cristallines par EBSD sont indispensables pour caractériser la distribution spatiale des localisations. L'évolution des caractères de cette distribution avec la température, la vitesse de déformation et la déformation plastique cumulée permettra une investigation des caractéristiques de ces « bouffées de plasticité », des phénomènes de coordination entre évènements plastiques localisés et une détermination des échelles et/ou longueurs d'onde.



**ADENSTEDT H. K. (1949).**

"Creep of titanium at room temperature", Met. Prog., Vol 65, pp 658-660.

**AIYANGAR A.K., NEUBERGER B.W. and ANKEM S. (2003).**

"Ambient temperature creep deformation behavior of an alpha-Ti-1,6 Wt.V alloy", Ti 2003 : Science and Technology, Vol III, pp 2019-2026.

**ANKEM S., GREENE C.A. and SINGH S. (1994).**

"Time dependant twinning during ambient temperature creep of alpha Ti-Mn alloy", Scr. Metall. Mater, Vol 30 (6), pp 803-808.

**BACHE M.R., EVANS W.J. and DAVIES H.M. (1997).**

"Electron back scattered diffraction (EBSD) analysis of quasi-cleavage and hydrogen induced fractures under cyclic and dwell loading in titanium alloys", Journal of Materials Science, Vol. 32, pp. 3435-3442.

**BHARATHI M.S., LEBYODKIN M., ANANTHAKRISHNA G., FRESSENGEAS C. and KUBIN L.P. (2002).**

"The hidden order under jerky flow", Acta Materialia, Vol 50, pp. 2813-2824.

**BERANGER A.S. (1991).**

Thèse de doctorat, Université de Technologie de Compiègne.

**BLANC D. (1987).**

"Effet de soluté et déformation plastique d'un acier inoxydable austénitique", Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris.

**BREUTINGER F. and BLUM W. (2001).**

"Effect of dynamic strain ageing on deformation of commercially pure titanium", Proc. 9th Int. Conf on Creep and Fracture of Engineering materials and structures, J.D. Parker ed, The Institute of Metals, London, 2001, pp. 39-48.

**BOURGEOIS M. (1997).**

Thèse de doctorat, Université de Technologie de Compiègne.

**BRANDES M.C., MILLS M.J. (2003).**

"Recovery of strain hardening at low temperature in alpha Ti-6Al and Ti-6242", Ti 2003 : Science and Technology, Vol III, pp 2011-2018.

**BURGERS W.G. (1934).**

Physica 1, p 561.

**CAILLARD D. and COURET A. (1996).**

"Dislocation cores and yield stress anomalies", Dislocations in solids, Edited by F.R.N. Nabarro and M.S. Duesbery

**CASTANY P., PETTINARY-STURMEL F., CRESTOU J., DOUIN J. and COUJOU A. (2007).**

"Experimental study of dislocation mobility in a Ti-6Al-4V alloy", Acta Materialia Vol 55, pp 6264-6291.

**CHU H.P. (1970).**

"Room temperature creep and stress relaxation of  $\alpha$  titanium alloy", J. of Mater. Vol 5 (3), pp 633-642.

**COMBRES Y. (1999).**

"Propriétés du titane et de ses alliages", Techniques de l'Ingénieur, M557.

**COMBRES Y. et CHAMPIN B. ().**

"Traitements thermiques des alliages de titane", Techniques de l'Ingénieur, M1335.

**COMBRES Y. et CHAMPIN B. (1991).**

"La transformation des alliages de titane : état actuel et perspectives", Matériaux et techniques, N°5-6, pp 31-41.

**CONRAD H. (1981).**

"Effect of the interstitial solutes on the strength and ductility of titanium", Progress in Materials Science, Vol. 26, pp. 123-403.

**COURET A. and CAILLARD D. (1989).**

Phil. Mag. A59, pp 783 & 801

**COURET A. and CAILLARD D. (1991).**

J. Phys. III (Paris), Vol 1 , pp 885

**CUDDY L. and LESLIE W (1972).**

"Some aspects of serrated yielding in substitutional solid solutions of iron", Acta Metallurgica, Vol 20, pp. 1157-1167.

**DICKSON J., BOUTIN J. and HANDFIELD L. (1984).**

Mat. Sc. and Eng., Vol. 64 , pp L7-L11

**DONOSO J.R. and REED-HILL R.E. (1977).**

"Static Strain-Aging in commercial purity  $\alpha$  titanium", Metallurgical Transactions A, Vol 8A, pp. 945-948.

**DORAISWAMY D. and ANKEM S. (2003).**

"The effect of grain size and stability on ambient temperature tensile and creep deformation in metastable beta titanium alloys", Acta Mater., Vol 51, pp 1607-1619.

**ESSMANN V. and MUGHRABI H. (1979).**

"Annihilation of dislocations during tensile and cyclic deformation and limits of dislocation densities", Phil. Mag. A, Vol 40 N°6, pp 731-756.

**ESTRIN Y and KUBIN L. (1988).**

"Plastic instabilities : classification and physical mechanisms." Res. Mechanica, Vol 23, pp. 197.

**EVANS W.J. (1987 a).**

"Stress relaxation and notch fatigue in Ti 6Al-4V", Scripta Metallurgica, Vol. 21, pp. 1223-1227 .



**EVANS W.J. (1987 b).**

"Dwell-sensitive fatigue in a near alpha titanium alloy", Journal of Materials Science Letters, Vol. 6, pp. 571-574.

**EVANS W.J. (1987 c).**

" Creep-fatigue interactions in Ti-6Al-4V at ambient temperatures", Proceedings of the third International Conference on Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures, Pineridge Press Ltd, Swansea, Wales .

**EVANS W.J. and BACHE M.R. (1995).**

"Hydrogen and fatigue behaviour in a near alpha titanium alloy", Scripta Metallurgica et Materialia, Vol. 32, pp. 1019-1024.

**EVANS W.J. and GOSTELOW C.R. (1979).**

"The effect of hold time on the fatigue properties of a  $\beta$ -processed titanium alloy", Metallurgical Transactions A, Vol. 10A, pp. 1837-1846.

**EYLON D. and HALL J.A. (1977).**

"Fatigue Behavior of a beta processed titanium alloy IMI 685", Metallurgical Transactions A, Vol. 8A, pp. 981-990.

**FEAUGAS X. (1994).**

Thèse de doctorat, Université de Technologie de Compiègne.

**FEAUGAS X. (1999).**

Mémoire d'habilitation à diriger des recherches.

**FUJITA H. and TABATA T. (1977).**

"Discontinuous deformation of Al-Mg alloys under various conditions", Acta Metallurgica, Vol 25, pp. 793-800.

**GRAFF S., FOREST S., STRUDEL J.-L., PRIOUL C., PILVIN P. and BECHADE J.-L. (2004).**

"Strain localization phenomena associated with static and dynamic strain ageing in notched specimens : experiments and finite element simulations", Material science and Eng. A, Vol. 387, pp. 181-185.

**GRAY G.T., LUETJERING G. AND WILLIAMS J.C. (1990).**

"The influence of oxygen on the structure, fracture and fatigue crack propagation behavior of Ti-8,6 wt pct Al", Metallurgical Transactions A, Vol 21A, pp. 95-105.

**HACK J.E. and LEVERANT G.R. (1982).**

"The influence of microstructure on the susceptibility of titanium alloys to internal hydrogen embrittlement", Metallurgical Transactions A, Vol. 13A, pp. 1729-1738.

**HERIPRE E., DEXET M., CREPIN J., GELEBART L., ROOS A., BORNERT M. and CALDEMAISON D. (2007).**

"Coupling between experimental measurements and polycrystal finite element calculations for micromechanical study of metallic materials", International Journal of Plasticity, Vol 23, pp 1512-1539.

**HONG Q., QI Y.L., ZHAO Y.Q. and YANG G.J. (2003).**

"Study of creep mechanisms and precipitated particle role of Ti-600 alloy", *Ti 2003 : Science and Technology*, Vol III, pp 2027-2032.

**IMAM M.A. and GILMORE C.M. (1979).**

"Room temperature creep of Ti-6Al-4V", *Metallurgical transactions A*, Vol 10A, pp 419-425.

**KELLY P. and SMITH P. (1973).**

"Strain ageing in zirconium-oxygen alloys", *Journal of Nuclear Materials*, Vol 46, pp 23-34.

**KUBASCHEWSKI O. (1993).**

*Ternary alloys*, Edited by G. Petzow and G. Effenberg .

**KUBIN L.P., ESTRIN Y. and SPIESSER Ph. (1984).**

"Low-temperature Plastic Deformation of Metals and the Bifurcation Theory", *Res Mechanica*, Vol 10, pp 25-38.

**KUBIN L.P. and ESTRIN Y (1985).**

"The Portevin-Le Chatelier effect in deformation with constant stress", *Acta Metallurgica*, Vol 33, pp 397-407.

**LEBYODKIN M., DUNIN-BARKOWSKII L., BRECHET Y., ESTRIN Y. and KUBIN L.P. (2000).**

"Spatio-temporal dynamics of the Portevin-Le chatelier effect : experiment and modelling", *Acta Mater*, Vol 48, pp 2529-2541.

**LEGRAND B. (1984 a).**

"Influence de la structure électronique sur la facilité relative des glissements dans les métaux de structure hexagonale compacte", Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie.

**LEGRAND B. (1984 b).**

"Relations entre la microstructure électronique et la facilité de glissement dans les hexagonaux compacts", *Phil. Mag.*, B49 (2), p 171-174.

**McCORMICK P.G. (1971).**

"The Portevin-Le Chatelier effect in an Al-Mg-Si alloy", *Acta Metallurgica*, Vol 19, pp 463-471.

**McCORMICK P.G. (1973).**

"The Portevin-Le Chatelier effect in pressurized low carbon steel", *Acta Metallurgica*, Vol 21, pp 873-878.

**MIGNOT F. (2003).**

"Contributions de l'hydrogène interne et du fluage à froid à l'anomalie de fissuration sous chargement cyclique du Ti 6246 à fort  $K_{max}$ ", Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique.

**MILLER W.H., CHEN R.T. and STARKE E.A. (1987).**

"Microstructure, creep, and tensile deformation in Ti-6Al-2Nb-1Ta-0,8Mo", *Met. Trans. A*, Vol 18A, p1451-1467.

**MISHURDA J.C. AND PEREPEZKO J.H. (1991).**

Microstructure/Property Relationships in Titanium Aluminides and Alloys, Edited by Y.-W. Kim and R. R. Boyer, The Minerals, Metals & Materials Society, p. 3.

**MURRAY J.L. (1986).**

Binary alloys phase diagrams, Edited by T.B. Massalski.

**MURTY K.L. (2003).**

"Effects of alloying and cold-work on anisotropic biaxial creep of titanium tubing", Ti 2003 : Science and Technology, Vol III, pp 2033-2040.

**NAKA S. and LASALMONIE A. (1982).**

"Prismatic slip in the plastic deformation of  $\alpha$ -Ti single crystals below 700K", Materials science and engineering, Vol 56, pp 19-24.

**NAKA S. (1983).**

"Etude des mécanismes de déformation plastique à basse température de monocristaux de phase  $\alpha$ " Thèse de doctorat, Université de Paris Sud (Orsay).

**NEERAJ T., HOU D.-H., DAEHN G.S. and MILLS M.J. (2000).**

"Phenomenological and microstructural analysis of room temperature creep in titanium alloys", Acta Mater., Vol 48, pp 1225-1238.

**ODEGARD B.C. and THOMPSON A.W. (1974).**

"Low temperature creep of Ti-6Al-4V", Metallurgical Transactions , Vol. 7A, pp. 1207-1213.

**PATON N.E. and MAHONEY M.W (1976).**

"Creep of titanium-silicon alloys", Metallurgical Transactions A, Vol. 5, pp. 1685 .

**PENNING P. (1972).**

"Mathematics of the Portevin – Le Chatelier effect", Acta Metallurgica, Vol 20, pp 1169-1175.

**PONSONNET L., QUESNE C. and PENELLE R. (1999).**

"Microstructure and creep deformation of a near beta titanium alloy  $\beta$ -CEZ", Mat. Science and Eng., A262, pp 50-63.

**PUJOL C. (1994).**

"Etude des mécanismes de déformation en traction et fluage du zirconium  $\alpha$  entre 20°C et 300°C", Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.

**RANC N. and WAGNER D. (2008).**

"Experimental study by pyrometry of Portevin-Le Châtelier plastic instabilities – Type A to Type B transition", Metallurgical Science and Engineering A, Vol 474, pp. 188-196.

**REGNIER P. and DUPOUY J.M. (1970).**

"Prismatic slip in beryllium and the relative ease of glide in h.c.p. metals", Phys. Stat. Sol., 39, 79.

**RHODES C.G. and PATON N.E. (1979).**

"Formation characteristics of the  $\alpha/\beta$  interface phase in Ti-6Al 4V", Metallurgical Transactions A, Vol. 10A, pp. 209-216.

**RICHETON T., DOBRON P., CHMELIK F., WEISS J. and LOUCHET F. (2006).**

"On the critical character of plasticity in metallic single crystals", Metallurgical Science and Engineering A, Vol 424, pp. 190-195.

**ROHDE R.W. and NORDSTROM T.V. (1973).**

"On stress relaxation experiments", Scripta Met, Vol 7, pp. 317-322.

**SANTHANAM A.T. and REED-HILL (1971).**

Met Trans, Vol. 2, p 2619

**SAVAGE M., NEERAJ T. and MILLS M. (2002).**

"Observations of room-temperature creep recovery in titanium alloys", Metallurgical Trans. A, Vol 33A, pp 891-898.

**SCHWANDER P., SCHÖNFELD B. and KOSTORZ G. (1992).**

Phys. Stat. Sol. (b), Vol 172, pp 73-85

**SHIH D.S., ROBERTSON I.M. and BIRBAUM H.K. (1988).**

"Hydrogen embrittlement of a  $\alpha$  titanium : in-situ TEM studies", Acta Metall., Vol 36 N°1, pp 111-124.

**SONG Z. and HOEPPNER D.W. (1988).**

"Fatigue review : dwell time effects on the fatigue behaviour of titanium alloys" Int. J. Fatigue, No 4, pp. 211-218.

**SRIDHAR G., KUTUMBARAO, V.V. and SARMA D.S. (1987).**

"The influence of the heat treatment on the structure and properties of a near- $\alpha$  titanium alloy", Metallurgical Transactions A, Vol. 18A, pp. 877-891.

**STRUDEL J.L. (1979).**

"Interactions des dislocations avec des impuretés mobiles", Dislocations et déformation plastique, Ecole d'été d'Yrvals, Editions de Physique, Orsay pp 199-221.

**SURI S., NEERAJ T., DAEHN G.S., HOU D.-H., SCOTT J.M., HAYES R.W. and MILLS M.J. (1997).**

"Mechanisms of primary creep in  $\alpha/\beta$  titanium alloys at lower temperatures", Mat. Science and Eng., A234-236, pp 996-999.

**SURI S., VISWANATHAN G.B., NEERAJ T., HOU D.-H. and MILLS M.J. (1999).**

"Room temperature deformation and mechanisms of slip transmission in oriented single-colony of an  $\alpha$ - $\beta$  titanium alloy", Acta Mater., Vol 47, No . 3, pp 1019-1034.

**TAUPIN V. (2007).**

"Incompatibilité de réseau et organisation collective des dislocations", Thèse de doctorat, Metz.

**THOMPSON A.W. and ODEGARD B.C. (1973).**

"The influence of microstructure on low temperature creep of Ti-5Al-2,5Sn", Met. Trans., Vol 4, pp 899-908.

**TRICOT R. (1988).**

"Traitements thermomécaniques des alliages de titane pour l'aéronautique" Matériaux et techniques, N°1-2, pp. 47-64.

**VAN DEN BEUKEL A. (1975).**

"Theory of the effect of dynamic strain aging on mechanical properties", Acta Metallurgica, Vol 23, pp 197-206.

**VAN DEN BEUKEL A. and KOCKS U.F. (1982).**

"The strain dependance of static and dynamic strain-aging", Acta Metallurgica, Vol 30, pp 1027-1034.

**WEERTMAN J. (1968).**

"Dislocation climb theory of steady-state creep", Trans. of the ASM, Vol 61, pp 681-694.

**YOO M.H. and WEI C.T. (1967).**

J. of Appl. Phys., 38, 4317.

**YOSHINAGA H and MOROZUMI S. (1971).**

"The solute atmosphere around a moving dislocation and its dragging stress", Phil. Mag. Vol 23, pp. 1367-1385.

**YU Y.H., ZENG W.D. and ZHOU Y.H. (2003).**

"Low-cycle dwell-time fatigue in Ti-6.5Al-3.5Mo-1,5Zr-0,3Si titanium alloy", Ti 2003 : Science and Technology, Vol III, pp 1987-1993.



## ANNEXE 1 : PRELEVEMENT DES EPROUVETTES.

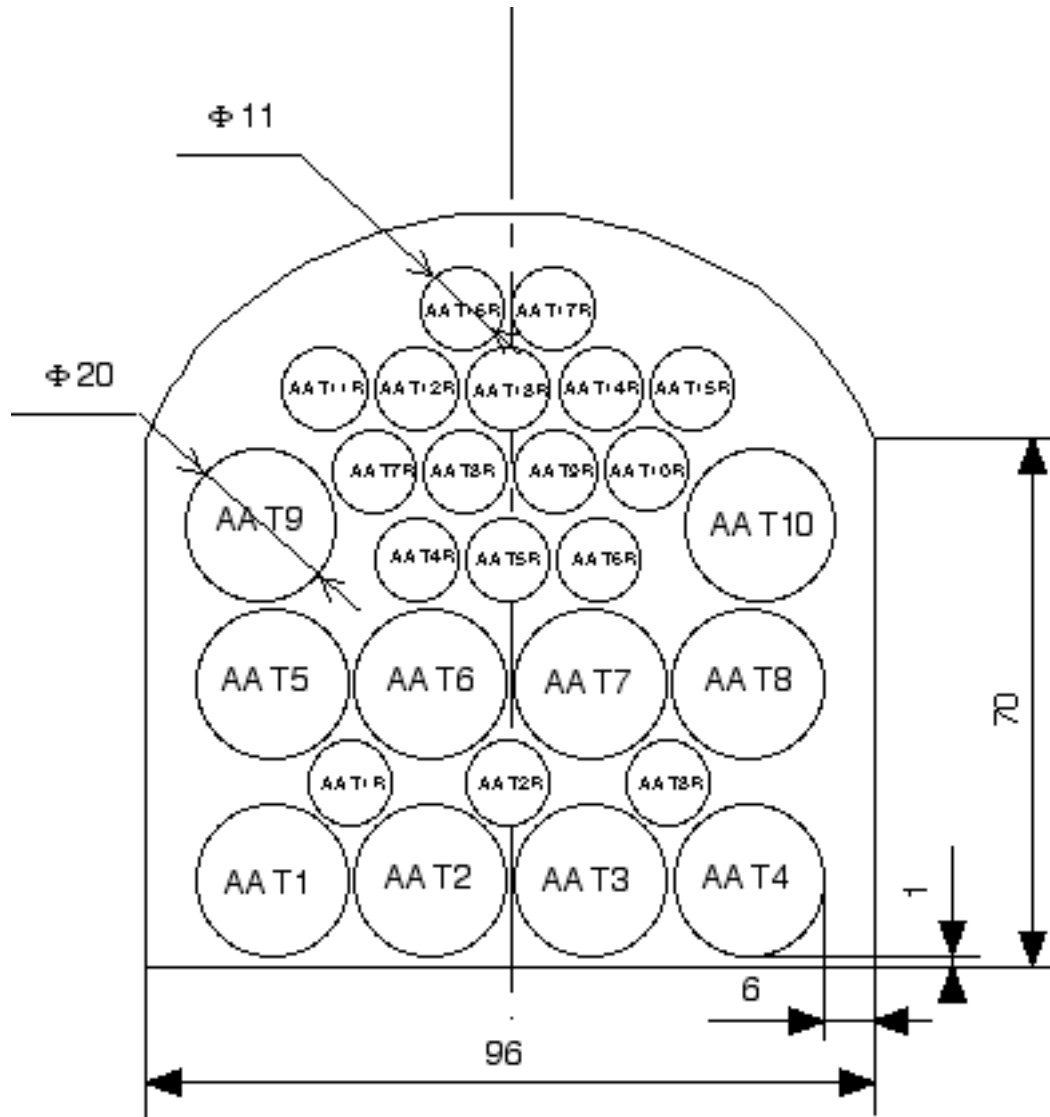


Figure A1-1 : Prélèvement des barreaux dans le galet de Ti 6242 de microstructure AA.

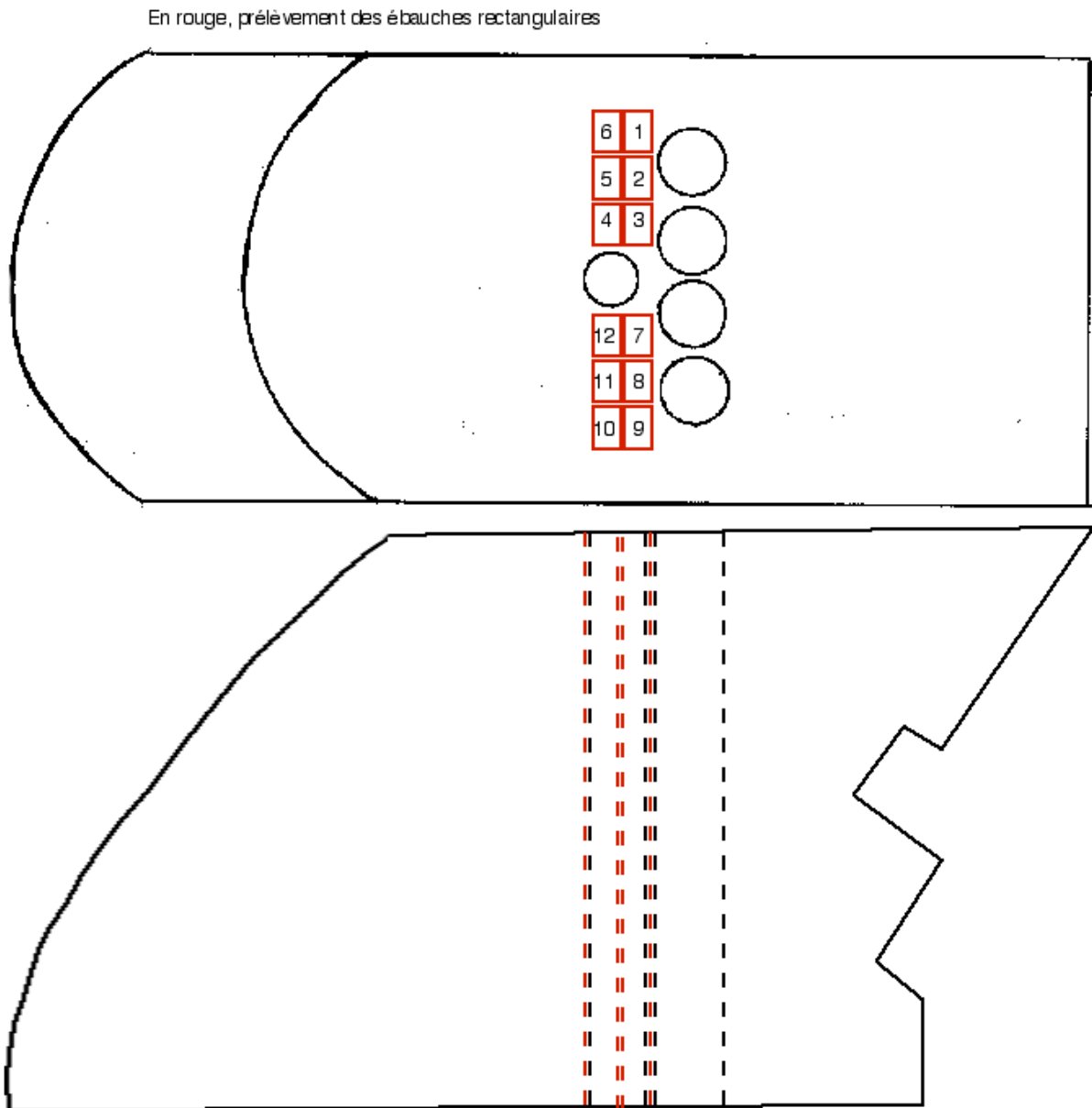


Figure A1-2 : Prélèvement des éprouvettes de fatigue mécano-thermique dans le galet de Ti 6242 de microstructure AA.



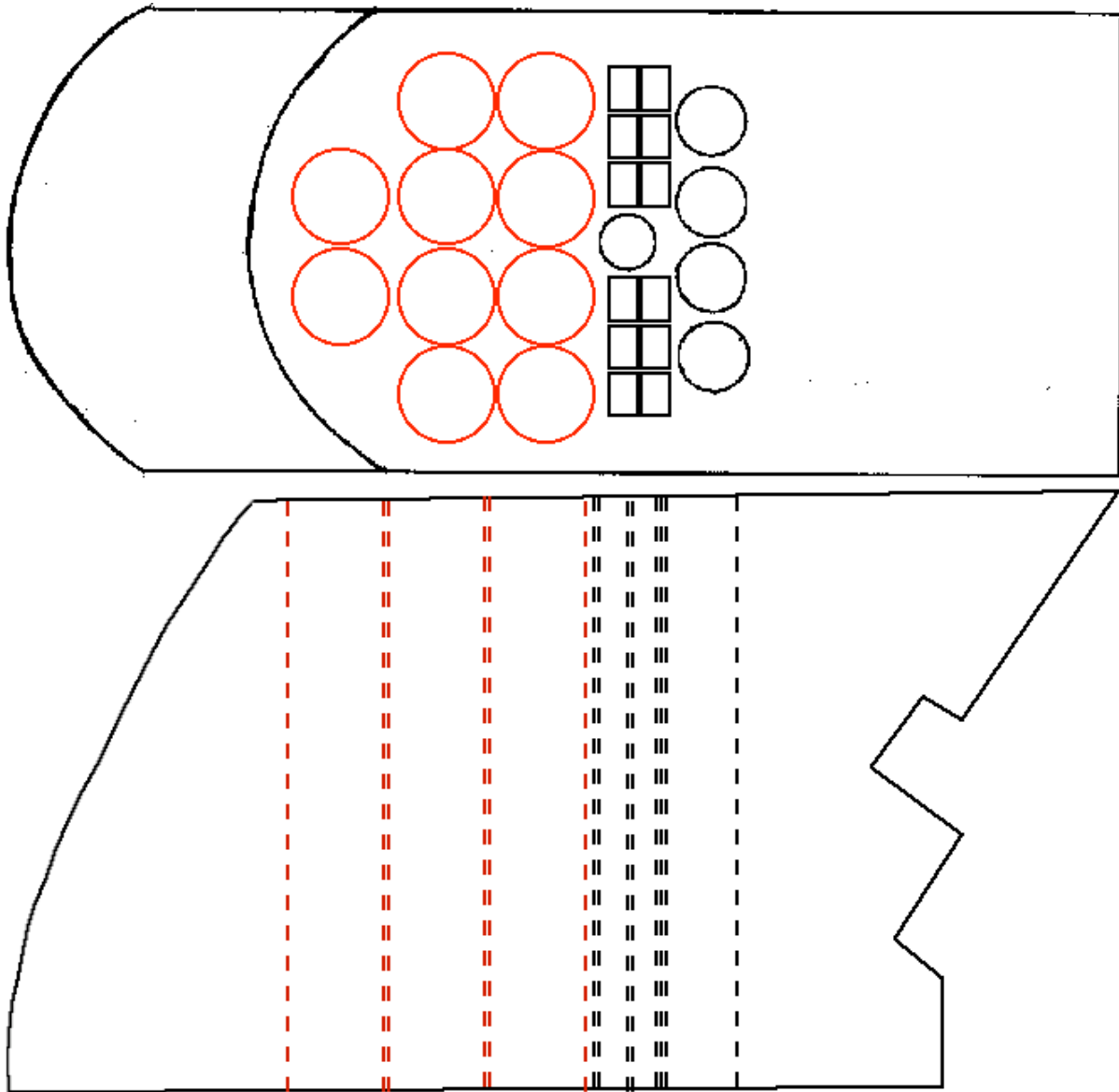


Figure A1-3 : Prélèvement des derniers barreaux dans le galet de Ti 6242 de microstructure AA.

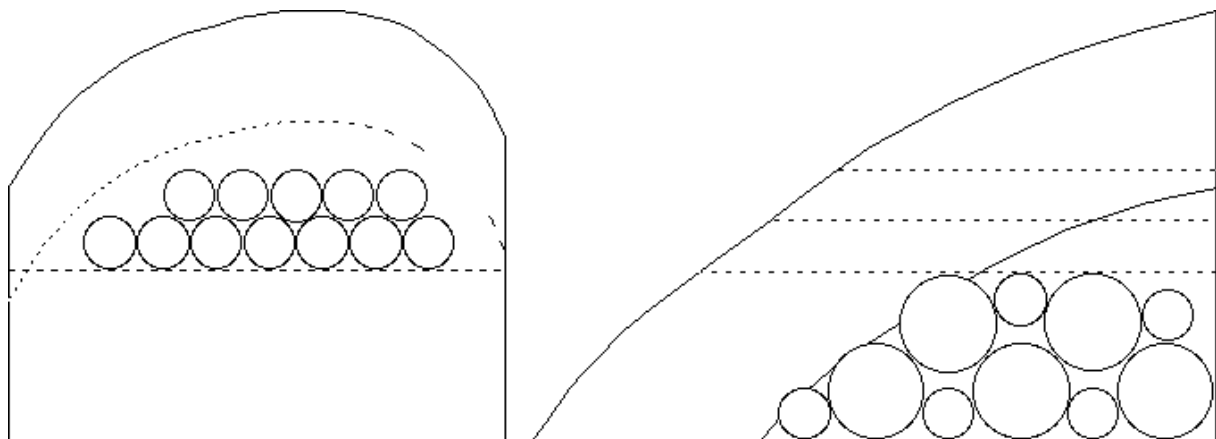


Figure A1-4 : Prélèvement des bruts des éprouvettes de fluage (direction transverse et longitudinale) dans le galet de Ti 6242 de microstructure AA.

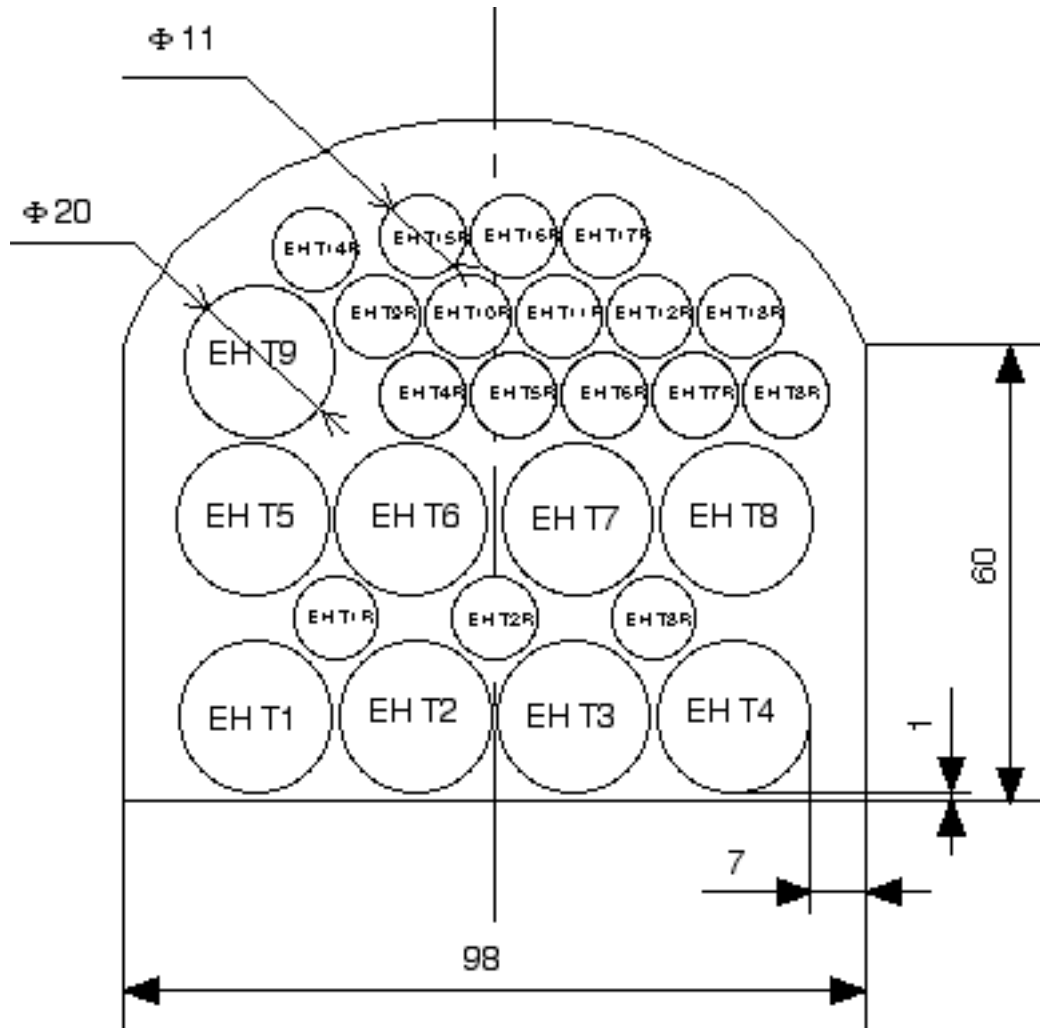


Figure A1-5 : Prélèvement des barreaux dans le galet de Ti 6242 de microstructure EH.

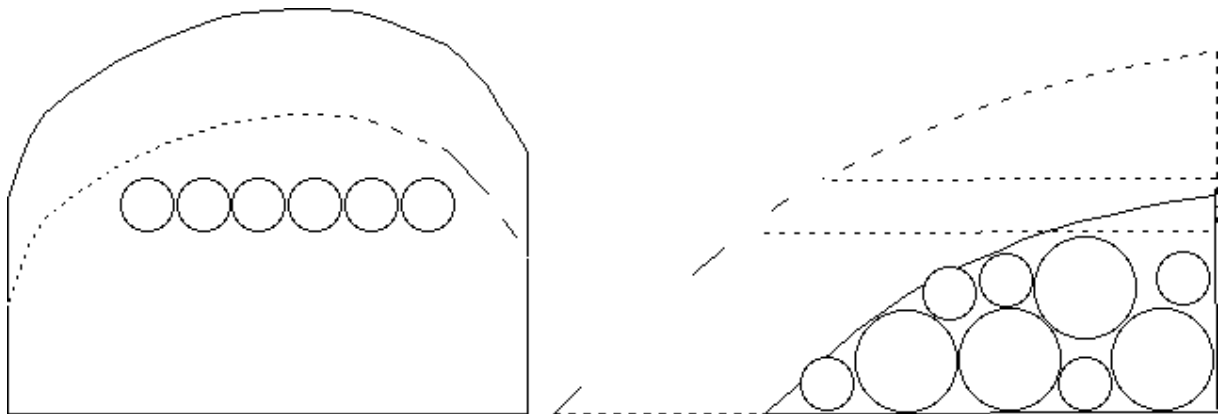


Figure A1-6 : Prélèvement des bruts des éprouvettes de fluage (direction transverse et longitudinale) dans le galet de Ti 6242 de microstructure EH.

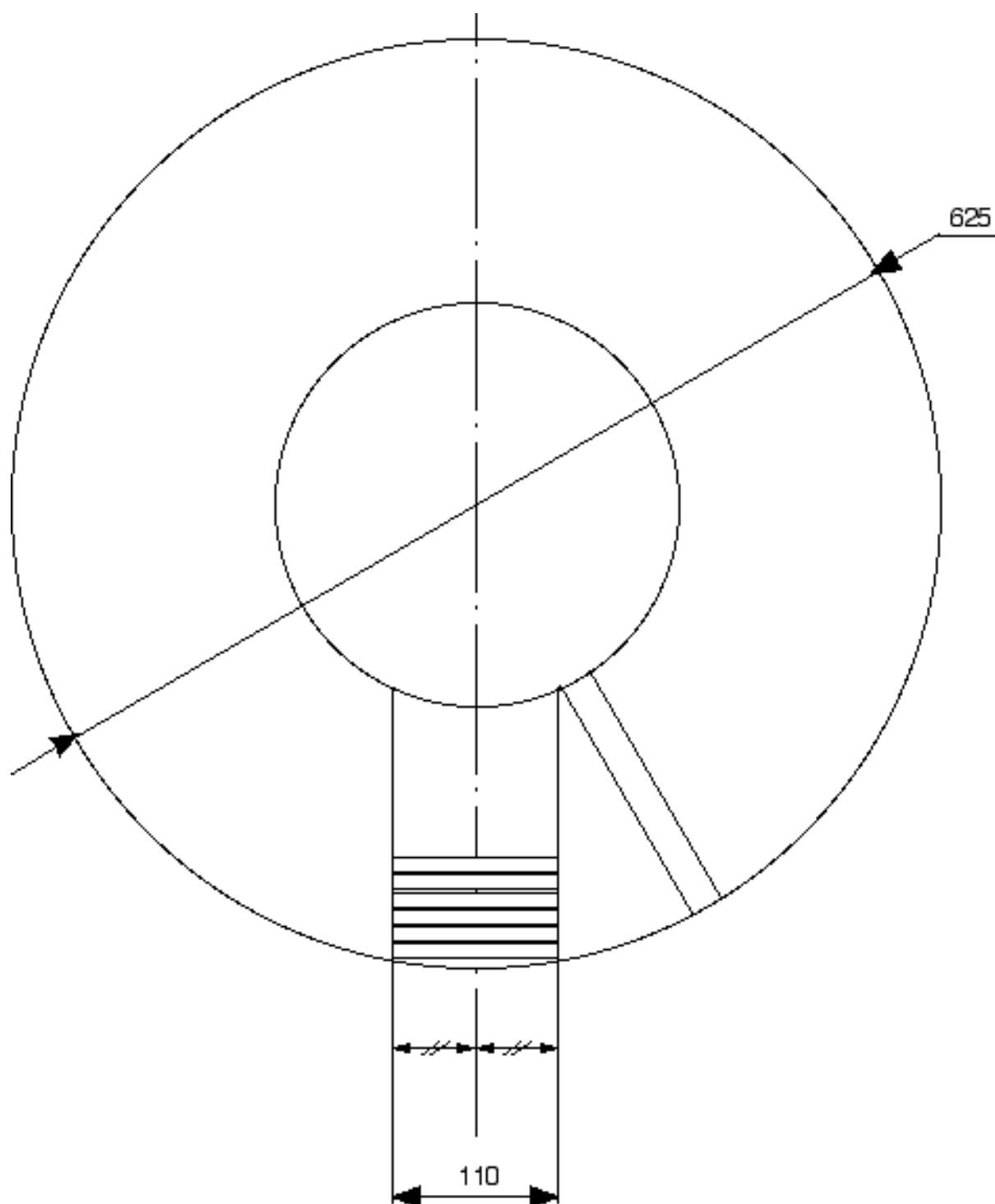


Figure A1-7 : Prélèvement des éprouvettes de fatigue mécano-thermique dans un disque en Ti 6242 de microstructure proche de EH.



## ANNEXE 2 : PROCEDURES EXPERIMENTALES.

### A2.1. ESSAI DE RELAXATION

L'essai de relaxation consiste à suivre la décroissance de la contrainte macroscopique appliquée à une éprouvette qui a été soumise à une déformation totale initiale qui est ensuite maintenue constante pendant le reste de l'essai. Il permet de caractériser le comportement plastique aussi bien que viscoplastique du matériau dans une large gamme de contrainte en un temps assez court. Il est ainsi possible d'explorer plusieurs décades de vitesses d'écoulement plastique et de dégager des domaines de comportement afin d'identifier les mécanismes de déformation actifs.

La machine utilisée, conçue au laboratoire à partir d'un bâti de machine de fluage de type ADAMEL TR, est présentée figure A2-1. La mise en charge est effectuée à l'aide d'un moteur et d'un vérin et transmise à l'éprouvette par un câble d'acier fixé à l'extrémité du bras de levier de rapport 20. Une cellule de charge permet de mesurer la force appliquée au bout du bras et par conséquent à l'éprouvette.

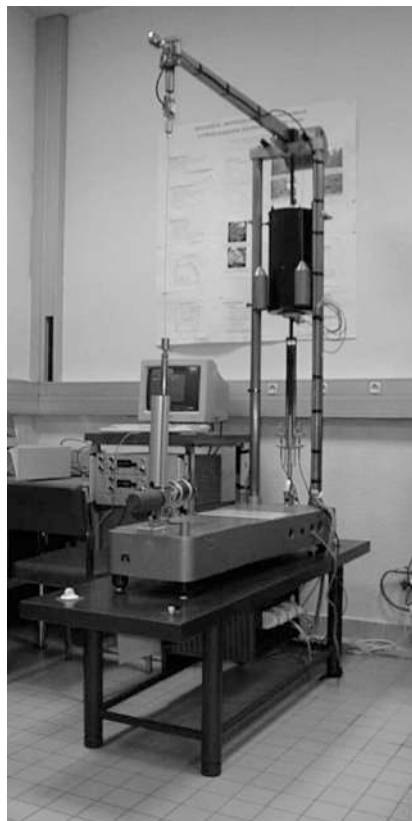
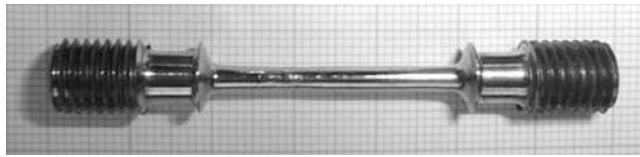


Figure A2-1 : Dispositif expérimental de relaxation des contraintes.

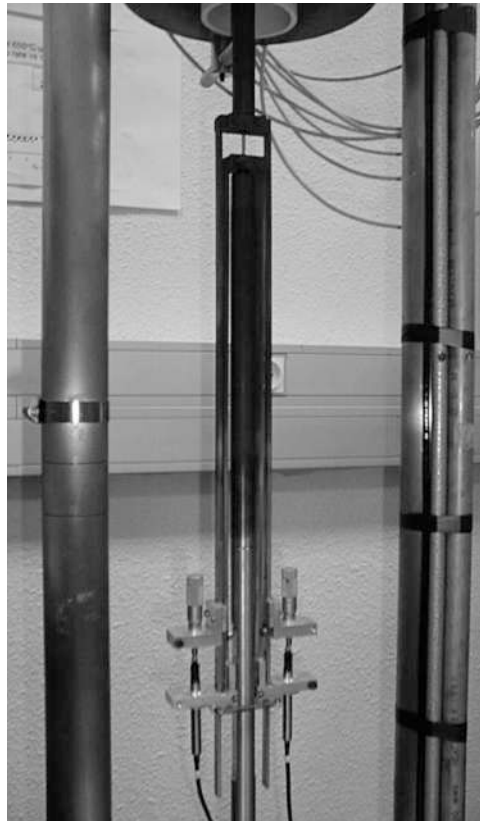
La mise en charge (ou plutôt en déformation) est réalisée à vitesse de déformation totale constante, égale à  $10^{-4}$ /s dans la plupart des cas. Après un premier chargement, jusqu'à une déformation plastique initiale donnée (0,2 ou 0,5 % suivant les essais), on laisse le matériau se relaxer, puis l'éprouvette est déchargée jusqu'à 50 ou 100 MPa, puis rechargée jusqu'à atteindre un nouveau niveau de déformation plastique...

L'éprouvette à collerettes présentée figure A2-2 mesure 3 mm de diamètre pour une longueur utile de 30 mm.



*Figure A2-2 : Eprouvette utilisée pour les essais de fluage.*

L'extensomètre (figure A2-3) vient se fixer sur les collerettes de l'éprouvette, et permet de mesurer l'allongement grâce à deux capteurs inductifs de 2,5 mm de course. La base de mesure est de 30 mm.



*Figure A2-3 : Extensomètre utilisé pour les essais de relaxation.*

La machine est équipée d'un four à trois zones réglables indépendamment. La température est mesurée au moyen de deux thermocouples K (chromel-alumel) fixés à chaque extrémité de la partie utile de l'éprouvette, et le gradient ainsi détecté est minimisé (valeur du gradient visée : 1°C).

La machine est pilotée par un micro-ordinateur à l'aide du logiciel ATS qui permet également l'acquisition simultanée des données. Un enregistrement papier de la contrainte est effectué en parallèle.

Les caractéristiques de la machine sont les suivantes :

Cellules de charge :

KYOWA de capacité 981 N  
CELTRON de capacité 432 N

Extensomètre :

2 capteurs LVDT  
course 2\*2,5 mm  
stabilité : 1 µm / 24 h

Informatique :

PC 486  
carte d'acquisition AX5412 12 bits 4  
entrées 2 sorties.  
logiciel ATS pour le pilotage et  
l'acquisition.

## **A2.2. ESSAI DE FLUAGE**

La plupart des essais de fluage de cette étude ont été réalisés sur une machine MAYES dite à poids mort de type TC 30 et de capacité 30 kN. Cette machine ne nous permettait pas de piloter la mise en charge de l'essai de fluage. C'est pourquoi au cours de l'étude, cette machine a été améliorée : l'application de la charge n'a plus été réalisée par des poids morts, mais par l'intermédiaire d'un moteur et d'un vérin relié au bras de levier par un câble en acier.

Dans un premier temps, nous allons donner les caractéristiques de la machine de fluage telle qu'elle a été utilisée au début de l'étude, puis dans le paragraphe suivant, nous détaillerons les modifications réalisées sur cette machine.

### 2.2.a. Machine à poids mort

Les essais sont réalisés à charge constante et la transmission de la charge est assurée par l'intermédiaire d'un bras de levier de rapport 14,94 (figure A2-4). Les poids sont déposés sur un plateau reposant sur une coupelle solidaire du bâti de la machine. Lors de la mise en charge, on descend manuellement la coupelle de manière progressive et régulière. La vitesse de mise en charge n'est donc pas contrôlée. On estime toutefois que la vitesse de déformation plastique à la fin de la mise en charge est de l'ordre de  $10^{-3}$  à  $10^{-4}\text{s}^{-1}$ . Le dispositif pour assurer l'horizontalité du bras n'étant pas automatique, il faut débiter l'essai avec le bras de levier légèrement au-dessus de l'horizontale, pour qu'au cours de l'essai, lorsque l'éprouvette s'est allongée, le bras atteigne l'horizontale.



Figure A2-4 : Machine de fluage à poids mort.

Le type d'éprouvette utilisé est le même qu'en relaxation (figure A2-2), et là encore, l'allongement est mesuré à l'aide d'un extensomètre muni de deux capteurs inductifs de 5 mm de course et fixé sur les collerettes de l'éprouvette (figure A2-3). La base de mesure est de 30 mm.

Cette machine est équipée d'un four à trois zones qui peut couvrir la gamme de température 80-1000°C. La température est mesurée au moyen de deux thermocouples K (chromel-alumel) fixés à chaque extrémité de la partie utile de l'éprouvette. On essaie de minimiser le plus possible ( $1^\circ\text{C}$ ) le gradient ainsi estimé.

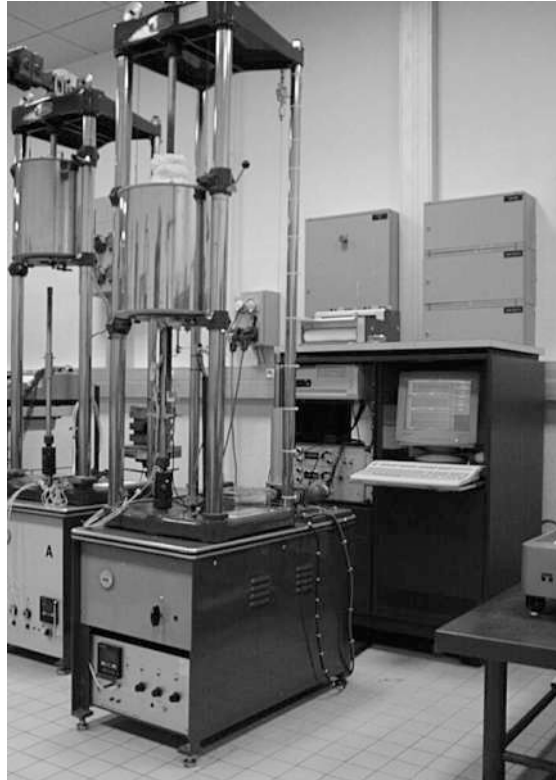
Les variations de l'allongement et de la température sont enregistrées sur papier.

### 2.2.b. Machine de fluage modifiée

La machine de fluage décrite dans le paragraphe précédent a été rénovée : l'application de la charge ne se fait plus par des poids morts, mais par l'intermédiaire d'un moteur et d'un vérin relié au bras de levier par un câble en acier (figure A2-5). Une cellule de charge permet de mesurer la force appliquée au bout du bras et par conséquent à l'éprouvette. Le pilotage peut être réalisé par l'électronique de la machine ou par un micro-ordinateur, via



une carte d'acquisition, grâce au logiciel WinATS. Ce dernier permet également l'acquisition simultanée des données. La régulation du four trois zones a également été changée et est plus adaptée aux basses températures telles que celles utilisées dans notre étude. Le système d'extensométrie est, quant à lui, identique (changement des capteurs LVDT uniquement). Cette machine permet d'appliquer des sollicitations diverses et complexes, mais surtout de contrôler la vitesse de mise en charge qui est un paramètre prépondérant pour le comportement de notre alliage de titane.



*Figure A2-5 : Machine de fluage après modifications : mise en charge par l'intermédiaire d'un moteur et d'un vérin.*

### **A2.3. ESSAIS DE FATIGUE ET FATIGUE-FLUAGE**

Les essais de fatigue et fatigue-fluage isothermes ont été réalisés sur des machines électromécaniques ou hydrauliques de marque Instron, d'une capacité en charge de  $\pm 50$  kN, comme le montre la figure A2-6. Suivant la machine utilisée, le pilotage peut être réalisé par la machine elle-même ou par un micro-ordinateur. Lorsque le pilotage et l'asservissement sont réalisés par la machine elle-même, il suffit de régler les valeurs des consignes hautes et basses en contrainte, ainsi que la vitesse de chargement et la durée de l'éventuel temps de maintien. Si le pilotage de la machine est réalisé par le programme développé dans un langage orienté objet (LabVIEW), l'asservissement s'effectue en boucle fermée sur la consigne délivrée par le micro-ordinateur.



Figure A2-6 : Un des dispositifs expérimentaux de fatigue et fatigue-fluage.

Les deux cycles les plus couramment utilisés sont représentés figure A2-7.

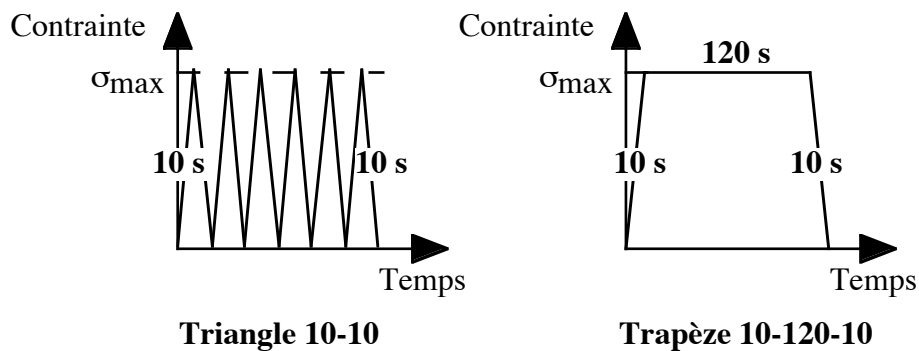


Figure A2-7 : Cycles utilisés pour les essais de fatigue et fatigue-fluage.

Les essais étaient donc menés à charge imposée avec  $R_\sigma=0$ . Le cycle de fatigue pure était un cycle triangle 10-10, qui correspond à une fréquence de 0,05 Hz. Pour le cycle de fatigue-fluage, les temps de mise en charge et de déchargements sont conservés, mais on ajoute un temps de maintien à charge maximale de 120 s. C'est pourquoi ce cycle est appelé trapèze 10-120-10.

L'éprouvette cylindrique utilisée a un diamètre de 6 mm et une longueur utile de 12 mm. Son plan est donné figure A2-8.

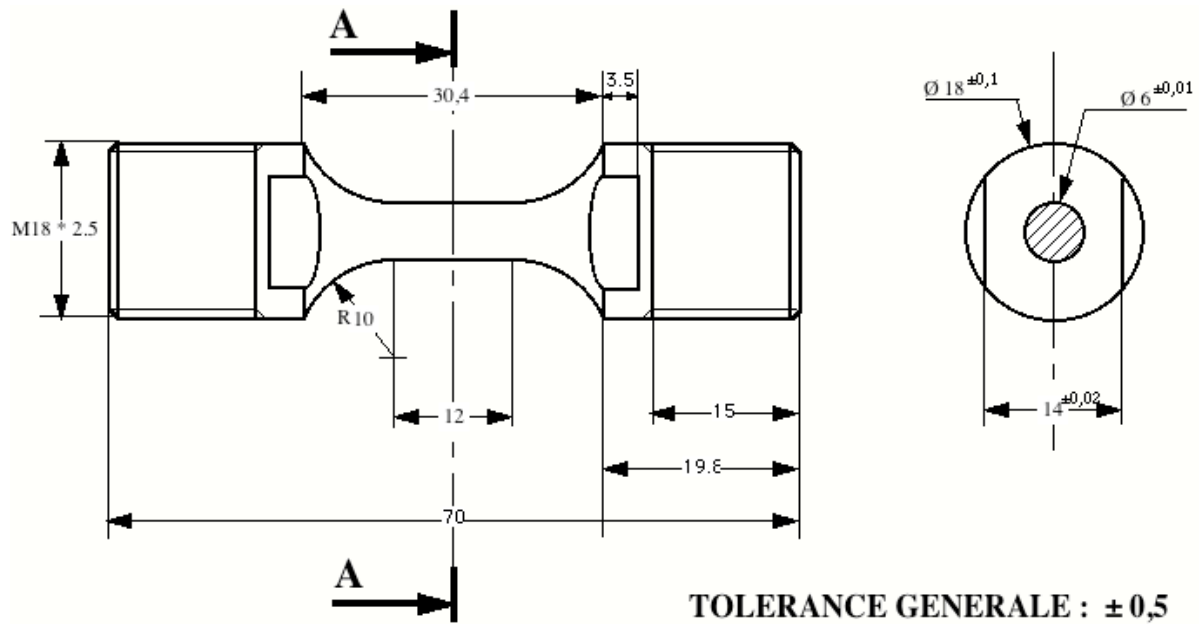


Figure A2-8 : Eprouvette de fatigue et fatigue-fluage

Le four est constitué de quatre lobes elliptiques. L'éprouvette est située au foyer commun des quatre lobes et le chauffage est réalisé au moyen de quatre lampes halogènes de 1,5 kW chacune placées aux autres foyers du four. La température est mesurée par un thermocouple gainé "Thermocoax" de type K (chromel-alumel) maintenu en contact linéique sur la surface de l'éprouvette. L'extrémité du thermocouple coïncide avec le milieu de la zone utile de l'éprouvette.

Pour mesurer la déformation, nous utilisons un extensomètre longitudinal qui a entièrement été développé au laboratoire (figure A2-9) pour des essais à haute température. Le contact avec l'éprouvette est réalisé par l'intermédiaire de deux couteaux en alumine qui transmettent, via un système d'articulation, l'allongement de l'éprouvette à quatre jauges d'extensométrie. Connaissant le coefficient d'amplification du capteur, nous pouvons calculer la déformation pour une valeur donnée de la base de mesure qui est proche de 10 mm. La précision des mesures de déformation est de l'ordre de 0,01 %, ce qui correspond à un déplacement d'environ 1  $\mu\text{m}$ .

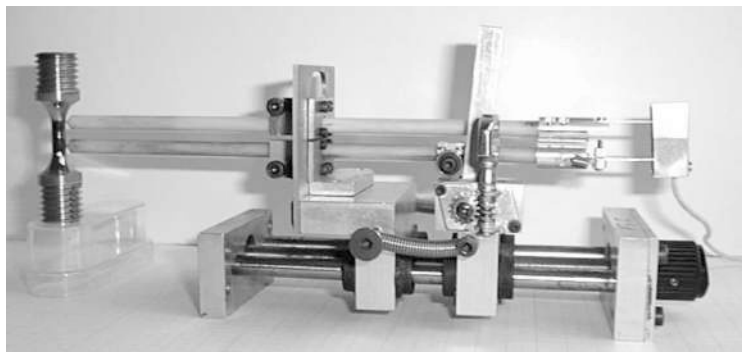


Figure A2-9 : Extensomètre sur son support.

L'extensomètre est positionné sur un support lui-même fixé sur le four dans lequel est pratiquée une ouverture pour le passage des tiges d'alumine. Afin de réduire le moins possible le rendement du four, ce trou débouche au niveau d'une intersection de deux lobes elliptiques.

Outre les enregistrements sur papier, un programme d'acquisition permet d'enregistrer le temps, la contrainte, la déformation mécanique...

## **A2.4. OBSERVATIONS EN MICROSCOPIE ELECTRONIQUE EN TRANSMISSION**

### **2.4.a. Préparation des lames minces**

Des cylindres de diamètre 3 mm sont prélevées, si nécessaire par électro-érosion, dans le fût des éprouvettes d'essais mécaniques, puis découpés en disques de 170 à 200  $\mu\text{m}$  d'épaisseur à l'aide d'une tronçonneuse de précision.

Les disques de 3 mm de diamètre ainsi obtenus sont amincis d'abord mécaniquement jusqu'à une épaisseur de 130  $\mu\text{m}$  environ, puis par amincissement électrolytique dans une cellule à double jet Fishione. La température doit se situer autour de  $-40^\circ\text{C}$  pour éviter la précipitation d'hydrures de titane.

Deux solutions ont été testées ; l'une est constituée de

- 30 ml d'acide perchlorique,
- 175 ml de butanol,
- 300 ml de méthanol.

La seconde a la composition suivante :

- 30 ml d'acide perchlorique,
- 175 ml de butoxyéthanol,
- 300 ml de méthanol.

Diverses conditions de tension ont été essayées, et le meilleur résultat a été obtenu avec la solution contenant du butoxyéthanol, sous une tension proche de 25V. On obtient alors un courant d'environ 6 mA.

### **2.4.b. Observation au MET**

Les lames ont été observées sur un microscope électronique en transmission Philips EM 430T sous une tension d'accélération de 300 kV.

L'objectif était de caractériser la microstructure de dislocations. Or la manipulation des orientations de vecteurs de diffraction, de plans de glissement ou de vecteurs de ligne dans le système hexagonal est beaucoup moins aisée que dans un système cubique. C'est pourquoi il a été nécessaire d'orienter cristallographiquement chaque grain étudié. Nous avons donc travaillé avec un porte-objet double-tilt et construit une projection stéréographique pour chacun de ces grains. Nous avons classiquement utilisé le système d'indexation de Miller-Bravais à 4 indices. Les projections stéréographiques ont été construites à partir de clichés de

diffraction simples et caractéristiques de la structure hexagonale compacte, correspondant à des axes de zones tels que  $\langle 0001 \rangle$ ,  $\langle 1\bar{1}00 \rangle$  ou  $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$ .

Nous avons essentiellement travaillé sur les images obtenues dans des orientations associées aux vecteurs de diffraction  $\bar{g}$  correspondant à (0002) ou l'une des directions de plan de type  $\{1\bar{1}01\}$ . Ces directions de diffraction présentent les facteurs de structure les plus élevés dans une solution solide et permettent d'obtenir des images de dislocations fines et "propres" en champ clair ou en faisceau faible en champ sombre (dark field weak beam) lorsque cela semble nécessaire (faible largeur de dipôles, grande densité de dislocations). Des images complémentaires ont éventuellement été réalisées avec des  $\bar{g}$  de type  $\{1\bar{1}00\}$  et  $\{11\bar{2}0\}$  qui produisent cependant un contraste de qualité médiocre.



## ANNEXE 3 : ESSAIS DE RELAXATION

### ANALYSE MACROSCOPIQUE ET ANALYSE FINE

Lorsqu'un matériau est placé sous une contrainte de tension  $\sigma(t)$ , sa déformation peut s'exprimer sous la forme :

$$\varepsilon_t(t) = \varepsilon_e(t) + \varepsilon_p(t) \quad (\text{Eq. A3-1})$$

où  $\varepsilon_t(t)$  est la déformation totale,  $\varepsilon_e(t)$  la déformation élastique et  $\varepsilon_p(t)$  la déformation plastique. Par dérivation par rapport au temps, il s'ensuit de même que :

$$\dot{\varepsilon}_t(t) = \dot{\varepsilon}_e(t) + \dot{\varepsilon}_p(t) \quad (\text{Eq. A3-2})$$

#### A3.1. LE DISPOSITIF EXPERIMENTAL

La machine d'essais utilisée était à l'origine une machine de fluage de type Adamel TR dont le système de chargement, initialement par poids, avait été remplacé par un vérin électromécanique équipé d'un moteur électrique réversible et à faible inertie. Elle était par ailleurs équipée de deux capteurs de précision :

- un capteur de charge situé à l'extrémité du bras d'amplification
- un extensomètre longitudinal constitué par deux capteurs de type LVDT situés à l'extrémité d'une tringlerie fixée sur les collerettes de l'éprouvette. L'isolation thermique de ce système de mesure a fait l'objet d'une attention toute particulière de façon à limiter les phénomènes de convection et de fluctuations thermiques le long de la tringlerie qui traverse de forts gradients thermiques entre l'éprouvette située dans le four et les capteurs LVDT situés à température ambiante, le long de la ligne de traction.

Ces deux capteurs étaient reliés à une carte d'enregistrement de type AX5412 montée sur un ordinateur et possédant une fréquence d'acquisition de 200 Hertz. Cependant, afin de limiter la taille des fichiers expérimentaux acquis au cours des expériences de rechargements multiples qui pouvaient durer plusieurs jours, divers intervalles d'enregistrement ont été retenus, dont les valeurs avaient été choisies a priori pour tenir compte au mieux des vitesses de variations des signaux enregistrés. Par exemple : 0,1 s ou 0,5 s pour la fin de mise en charge et le début de la relaxation et 0,5 s - 2 s - 5 s - 10 s - 100 s pour les divers stades de la relaxation. Il s'est avéré par la suite, en particulier lors de l'examen fin des essais de relaxation que ces choix « à priori » n'étaient pas les plus judicieux, compte tenu de la fréquence très élevée des phénomènes de plasticité localisée, coordonnées ou non, dont le matériau était le siège.

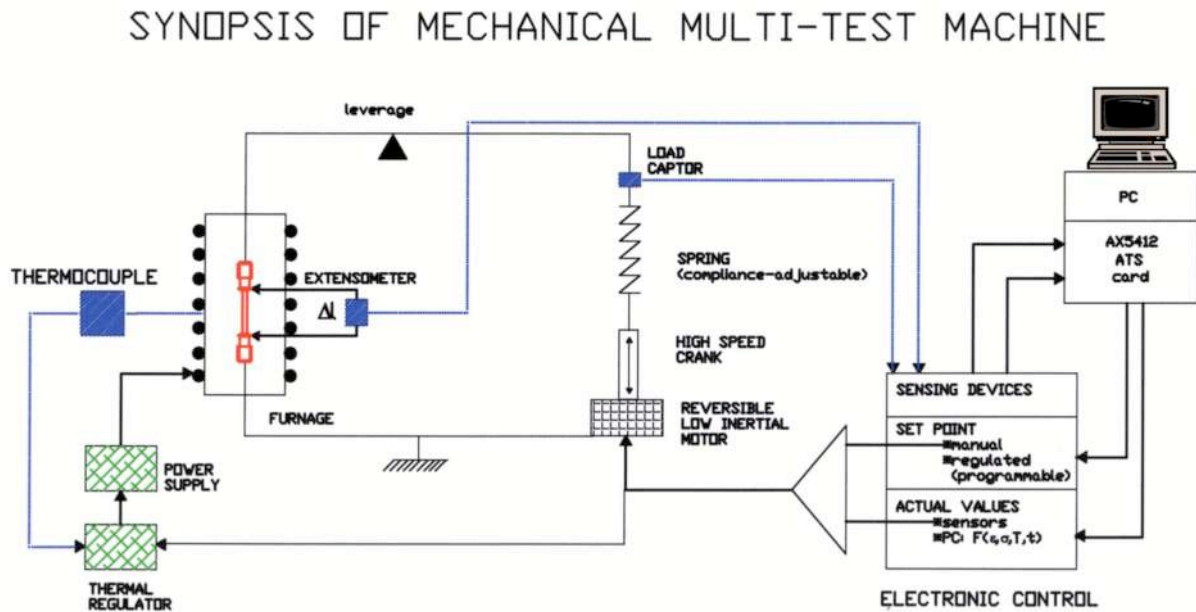


Figure A3-1 : Synoptique du dispositif expérimental de relaxation des contraintes.

Le rôle de l'ordinateur était triple :

- d'une part de calculer à chaque instant la valeur actualisée de la contrainte appliquée  $\sigma(t)$  et de la déformation totale vraie  $\epsilon_t(t)$ .

- d'autre part d'asservir la machine d'essais selon un mode et un programme choisis par l'opérateur : par exemple, dans le cas d'un essai de relaxation, le chargement à vitesse de déformation constante  $\dot{\epsilon}_t(t) = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  est suivi d'un maintien à une valeur programmée constante de la déformation totale pendant un temps donné. La déformation plastique de mise en charge choisie (0,5 % par exemple) est calculée par la formule suivante, à partir de la connaissance de la contrainte de fin de mise en charge  $\sigma(t)$  :

$$\epsilon_p(t) = \epsilon_t(t) - \epsilon_e(t) = \epsilon_t(t) - \sigma(t) / E = 0,5 \% - \epsilon_{pi} \quad (\text{Eq. A3-3})$$

où E est le module d'élasticité à la température de l'essai.

- et enfin d'enregistrer et sauvegarder les fichiers de données expérimentales recueillies par chacun des capteurs aux fréquences préalablement choisies.

### A3.2. L'ESSAI DE RELAXATION : ANALYSE MACROSCOPIQUE.

Seul l'essai à vitesse de déformation constante sera décrit car c'est celui qui a été utilisé au cours de cette étude (la plus fréquente était de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  mais la machine pouvait aller jusqu'à  $10^{-8} \text{ s}^{-1}$ ). L'essai de traction à vitesse de traverse ou à vitesse de chargement constante, bien que souvent utilisé dans la caractérisation des matériaux et les pratiques de l'ingénieur ne sera pas décrit.



### 3.2.a. La phase de chargement

L'évolution des diverses composantes de la déformation totale ainsi que certaines de leurs dérivées par rapport au temps  $t$  sont représentées sur la figure A3-2.

Pendant cette phase, la vitesse de déformation plastique peut être écrite :

$$\dot{\varepsilon}_p(t) = \dot{\varepsilon}_{ch}(t) - \frac{\dot{\sigma}(t)}{E} \quad (\text{Eq. A3-4})$$

où  $\dot{\varepsilon}_{ch}(t)$  est la vitesse de chargement constante, généralement prise égale à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

Les schémas de la figure A3-3 illustrent le cas de deux matériaux simples en établissant la relation entre leur courbe de traction et les variations de la vitesse de déformation plastique en fonction du temps.

### 3.2.b. La phase de relaxation

Pendant cette phase, l'extensomètre commande à la boucle d'asservissement de conserver la longueur totale de l'éprouvette constante. La déformation totale est donc constante, et sa dérivée est nulle. Au cours de cette phase, la déformation élastique de l'éprouvette se transforme en déformation plastique ainsi que le décrit l'équation fondamentale de la relaxation :

$$\dot{\varepsilon}_p(t) = -\frac{\dot{\sigma}(t)}{E} \text{ puisque } \dot{\varepsilon}_t(t) = 0 \quad (\text{Eq. A3-5})$$

On constate en effet (figure A3-2c) que la vitesse de chargement  $\dot{\sigma}(t)$ , qui était constante pendant la phase élastique du chargement, a légèrement décru au-delà de la limite d'élasticité, puis change brusquement de signe lors du changement de phase chargement  $\rightarrow$  relaxation. C'est de l'analyse de ces courbes de  $\dot{\sigma}(t)$  que l'on tire des lois de comportement en vitesse des matériaux testés.

Enfin, on remarque, en comparant les figures A3-2a et A3-2c, que lors du passage chargement  $\rightarrow$  relaxation, la déformation plastique croît de manière continue en passant par un point d'inflexion, alors que sa dérivée passe par un maximum assez pointu pour décroître au cours de la phase de relaxation.

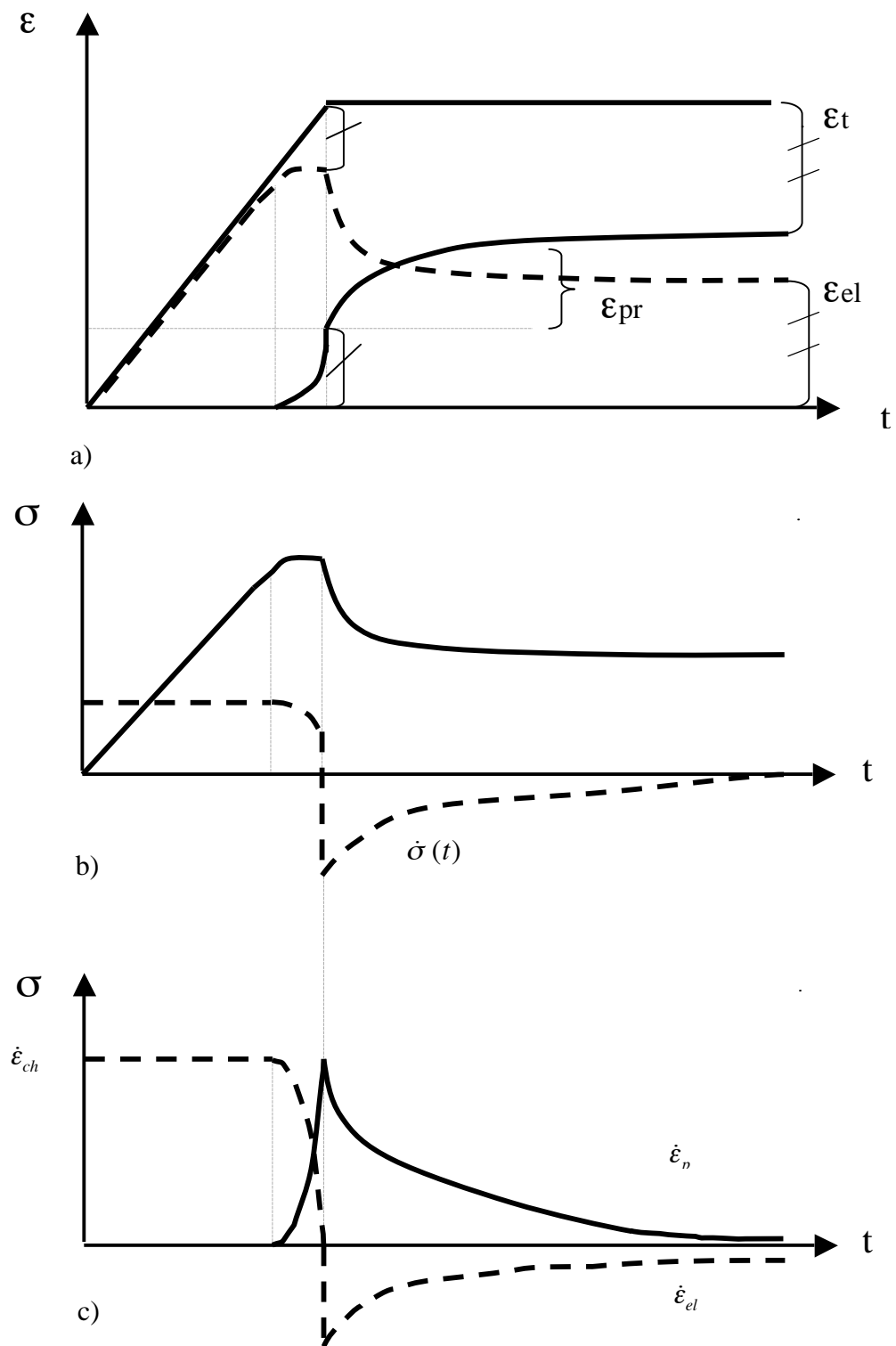


Figure A3-2 : a) Evolution des composantes de la déformation en fonction du temps  
 b) Evolution de la contrainte et de  $\dot{\sigma}$   
 c) Evolution des vitesses de déformation

### 3.2.c. Présentation des résultats

Les résultats des essais isothermes enregistrés via la carte d'acquisition sont introduits dans un fichier Excel qui permet de les traiter et en particulier d'en calculer les dérivées par rapport au temps. Ensuite, cette technique de relaxation permettant d'explorer les vitesses de déformation dans un large spectre couvrant plusieurs ordres de grandeur, une représentation  $\log \dot{\epsilon}_p(t) = f(\sigma)$  a été choisie de façon à rechercher des paramètres d'activation thermique, de préférence à une représentation doublement logarithmique reposant sur une loi puissance de type Norton.

En effet, pour ce type de représentation, la pente des courbes de relaxation n'est autre que le volume d'activation apparent du mode plastique régissant la loi d'écoulement dans le domaine de température et de vitesse considérée :

$$V_a = RT \left( \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_p}{\partial \sigma} \right) \quad (\text{Eq. A3-6})$$

Plusieurs pentes différentes peuvent se présenter au cours d'un essai de relaxation et indiquer ainsi que plusieurs mécanismes successifs distincts contrôlent la plasticité en fonction de la vitesse de sollicitation.

Enfin, pour les matériaux présentant une plasticité hétérogène du type PLC (schémas de la figure A3-4), les courbes de traction présentent des accidents tels que des déchargements provoqués par des vitesses de déformation excessives (trajet BC), ainsi que des rechargements pouvant être purement élastiques (trajet pointillé CD), ou même contenant des bouffées plastiques en retour qui donnent au trajet CD' une pente plus grande que le module d'élasticité (figure A3-4 a) et correspondent à des vitesses de déformation macroscopique négatives pendant le rechargement (figure A3-4 b). Notez que la représentation choisie n'est plus  $\log(\dot{\epsilon}_p) = f(\sigma)$ , mais qu'une échelle linéaire des vitesses de déformation a été retenue, puisque cette dernière variable peut passer par des valeurs négatives, comme on l'a constaté expérimentalement.

### A3.3. ANALYSE FINE DES RESULTATS POUR UN MATERIAU A COMPORTEMENT VISCOPLASTIQUE HETEROGENE OU PRESENTANT DES PHENOMENES DE LOCALISATION PAR BANDES DE VITESSES

Nous avons représenté systématiquement dans les graphiques détaillés les deux vitesses de déformation suivantes, en fonction de la contrainte appliquée :

- la vitesse d'adaptation de la contrainte à la plasticité du matériau, courbe bleue, donnée par l'expression :

$$\dot{\varepsilon}_{ac}(t) = \dot{\varepsilon}_{ch}(t) - \frac{\dot{\sigma}(t)}{E} \quad (\text{Eq. A3-7})$$

ou  $\dot{\varepsilon}_{ch}(t)$  est la vitesse de chargement choisie (ou 0 pendant la phase de relaxation) et le second terme est obtenu par dérivation par rapport au temps du signal du capteur de charge. Cette variable « basse fréquence »  $\dot{\varepsilon}_{ac}(t)$  traduit les tentatives du dispositif expérimental à piloter l'essai. Pour un matériau dont l'érouissage est monotone et la plasticité homogène, ce n'est autre que la vitesse de déformation plastique.

- la vitesse de déformation plastique expérimentale, courbe rose, donnée par l'expression :

$$\dot{\varepsilon}_p(t) = \dot{\varepsilon}_t(t) - \dot{\varepsilon}_e(t) = \dot{\varepsilon}_t(t) - \frac{\dot{\sigma}(t)}{E} \quad (\text{Eq. A3-8})$$

et provenant essentiellement de l'extensomètre, mais corrigée des variations de la contrainte appliquée de façon à minimiser l'effet de la réaction de la machine. Cette variable « haute fréquence »  $\dot{\varepsilon}_p(t)$  traduit assez directement les modes plastiques propres, très particuliers, dont le matériau est le siège.

Les résultats enregistrés peuvent présenter des variations très rapides, en particulier en ce qui concerne l'extensomètre, lorsqu'il est fixé rigidement (par collerettes) sur l'éprouvette. Ainsi, des avalanches plastiques, des événements de maclage se produisant à grande vitesse peuvent être à l'origine d'émissions acoustiques à haute fréquence et parvenir jusqu'au capteur LVDT. De tels accidents très brefs (< 1s) doivent être pris en compte, puis mis à l'écart avant de pouvoir procéder aux dérivations caractérisant le comportement à long terme (ici 22 heures). Mais la situation se complique encore, lorsque ces événements se coordonnent entre eux pour constituer des avalanches plastiques à grande vitesse ayant des effets à l'échelle macroscopique pouvant dépasser les capacités de contrôle des boucles d'asservissement.

Dans ce dernier cas, la vitesse de déformation du matériau excède, localement, très largement la vitesse de déformation contrôlée prévue par le programme. Si elle concerne une fraction volumique suffisamment importante de l'éprouvette, la vitesse de déformation macroscopique dépasse effectivement la vitesse programmée, et les systèmes d'asservissement tentent de contrôler la situation en commandant une décharge de l'éprouvette. Mais cette baisse de contrainte ne suffit pas à provoquer instantanément une décroissance de la vitesse de

déformation plastique qui reste excessive pendant un certain temps, ce qui explique cette boucle fléchée vers le haut dans la représentation linéaire  $\dot{\epsilon}_p(t) = f(\sigma)$  de la figure A3-4.

On remarque ainsi la très forte interaction entre la boucle d'asservissement de la machine et le comportement du matériau régi par ses modes propres de relaxation comprenant des fréquences propres très supérieures aux capacités de réaction de la machine.

Enfin, on comprend, grâce au schéma de la figure A3-5, que des événements plastiques à grande vitesse de chargement ou de déchargement, ne concernant que des fractions volumiques très réduites de l'éprouvette puissent passer inaperçus dans les mesures macroscopiques et/ou lentes (capteur de contrainte) mais être détectées par des capteurs rapides (extensométrie rigide + LVDT). Par contre, des événements de plasticité en retour alors qu'on est en phase de rechargement comme c'est le cas entre les points 10 à 21 de la figure A3-7 peuvent conduire à des courbes de rechargement plus pentues que le rechargement élastique (figure A3-6) et ainsi être détectés.

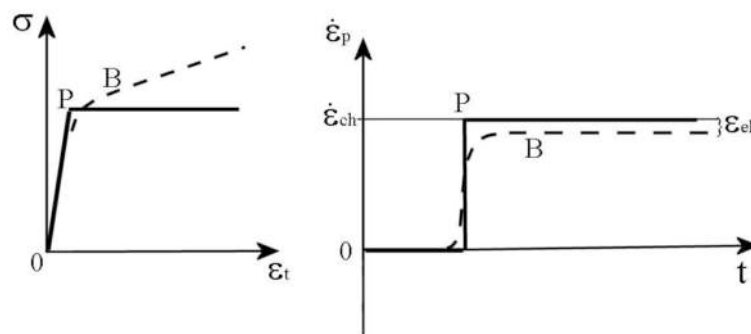


Figure A3-3 : Mises en charge à vitesse de déformation constante d'un matériau « élastique - parfaitement plastique » (courbes en gras) et d'un matériau viscoplastique à taux de durcissement constant (courbes en tirets).

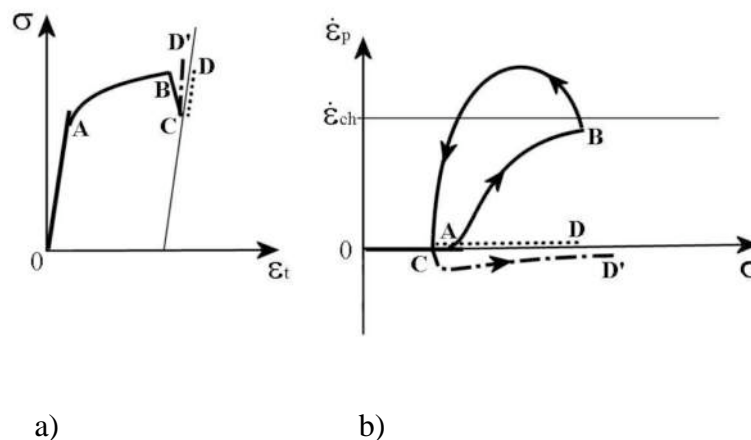


Figure A3-4 : Relations entre courbes de traction et représentation  $\dot{\epsilon}_p(t) = f(\sigma)$  dans le cas d'un matériau présentant des serrations de type PLC.

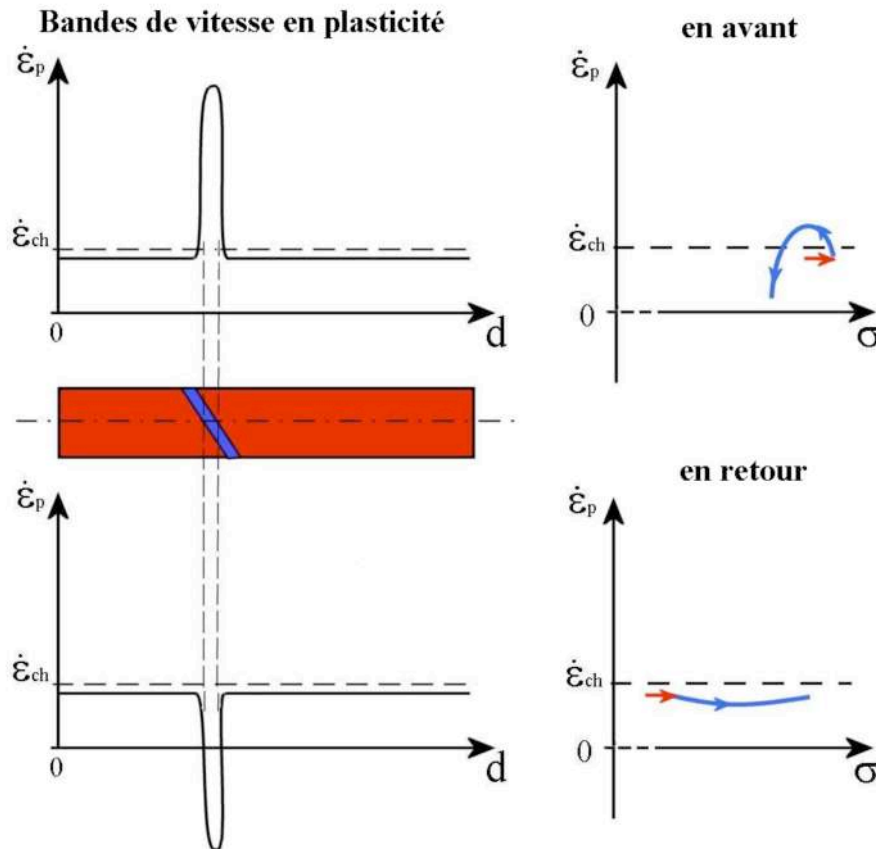


Figure A3-5 : Schéma d'une bande de vitesse en plasticité vers l'avant (en haut) ou en retour (en bas) et des courbes correspondantes dans la représentation linéaire  $\dot{\epsilon}_p(t) = f(\sigma)$

### Remarque concernant la technique de dérivation

La plupart des courbes de vitesse présentées dans ce manuscrit ont été dérivées à partir des fichiers Excel, non pas par points consécutifs  $n$  et  $n+1$ , mais par points enchevêtrés  $n$  et  $n+2$  glissants. Or, les points recueillis par la carte d'acquisition sont déjà le résultat d'une moyenne de plusieurs dizaines où plusieurs centaines de points acquis pendant des temps allant de 0,1 s à 5 s. On peut donc craindre que les phénomènes les plus rapides ne soient pas correctement enregistrés. De plus, la technique de dérivation risque également de les amoindrir. Afin de vérifier ce point, ces deux techniques de dérivation ont été comparées dans le cas de la mise en charge N3 à 500°C, et apparaissent sur les figures A3-7 a et b. On constate effectivement que la dérivation par points successifs rend mieux compte de l'intensité et de la répartition dans le temps des événements rapides.

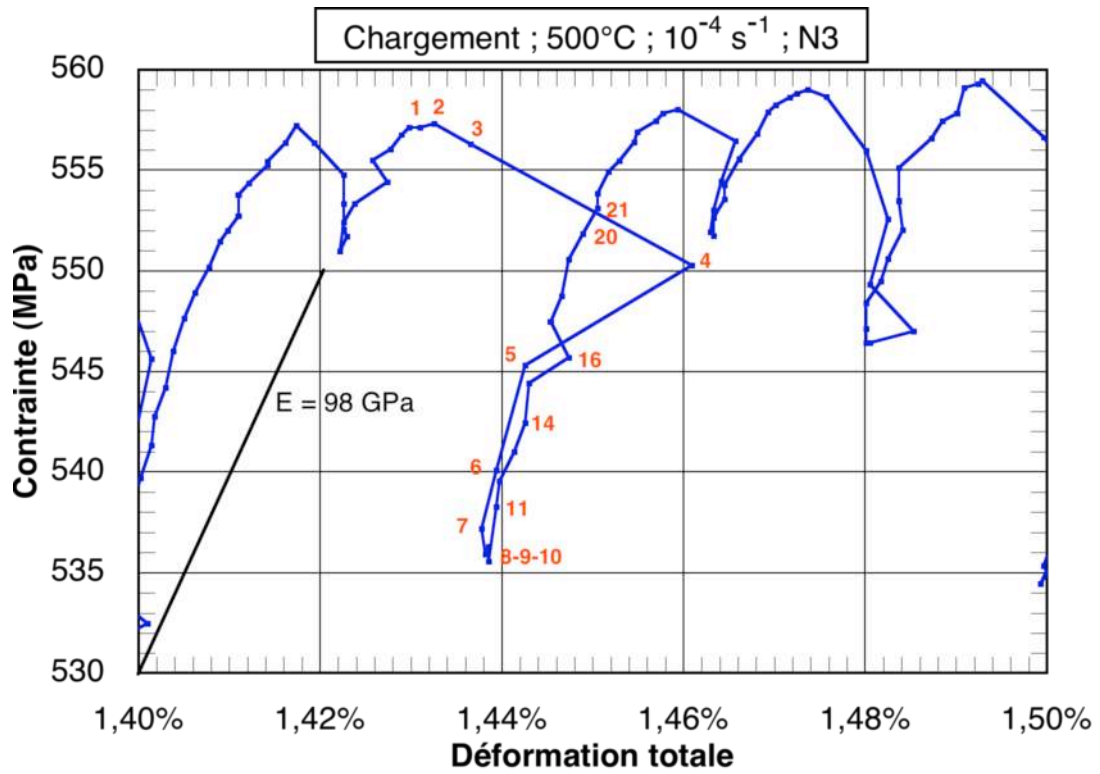
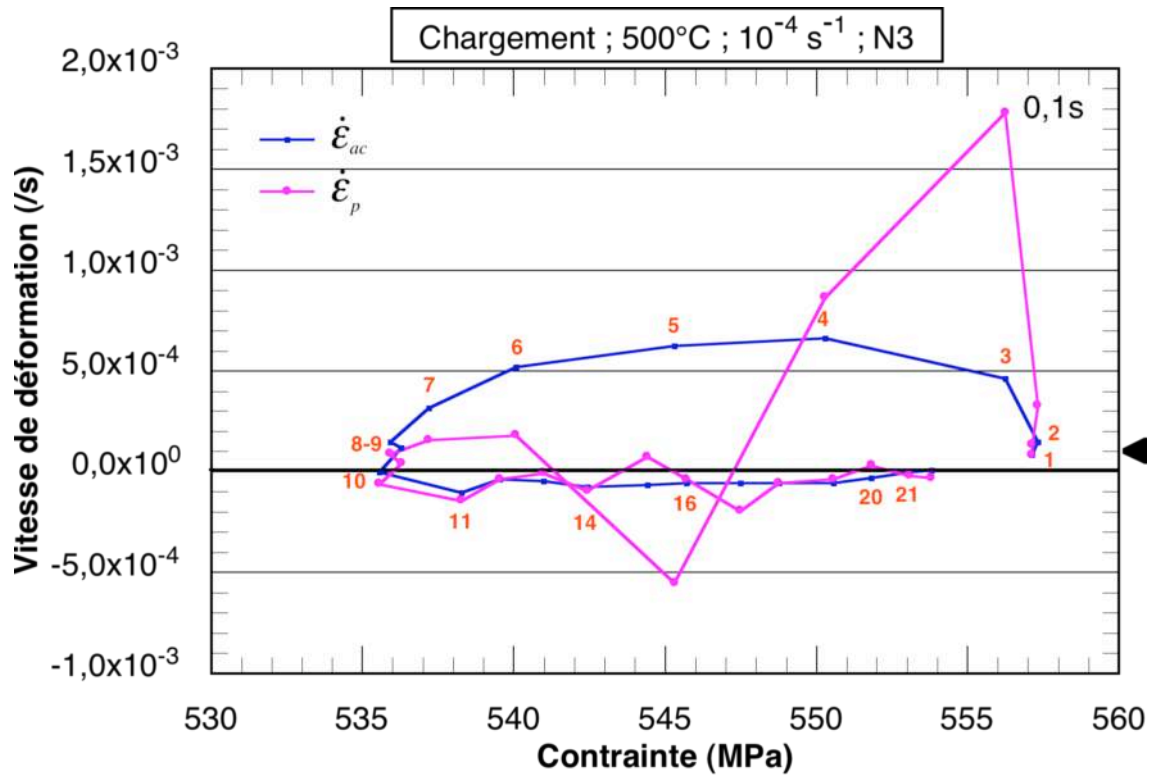
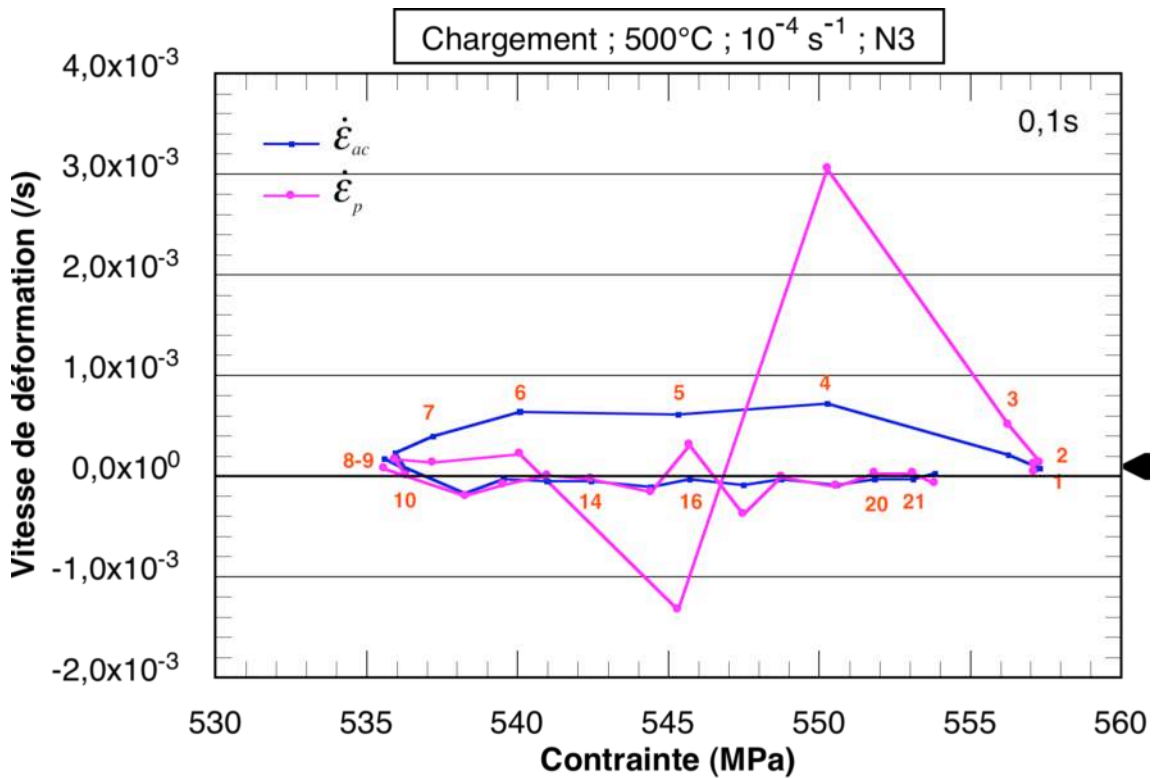


Figure A3-6 : Détail des serrations à 500°C à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  ; accidents plastiques coordonnés dans le sens de la sollicitation puis dans le sens inverse.



a)

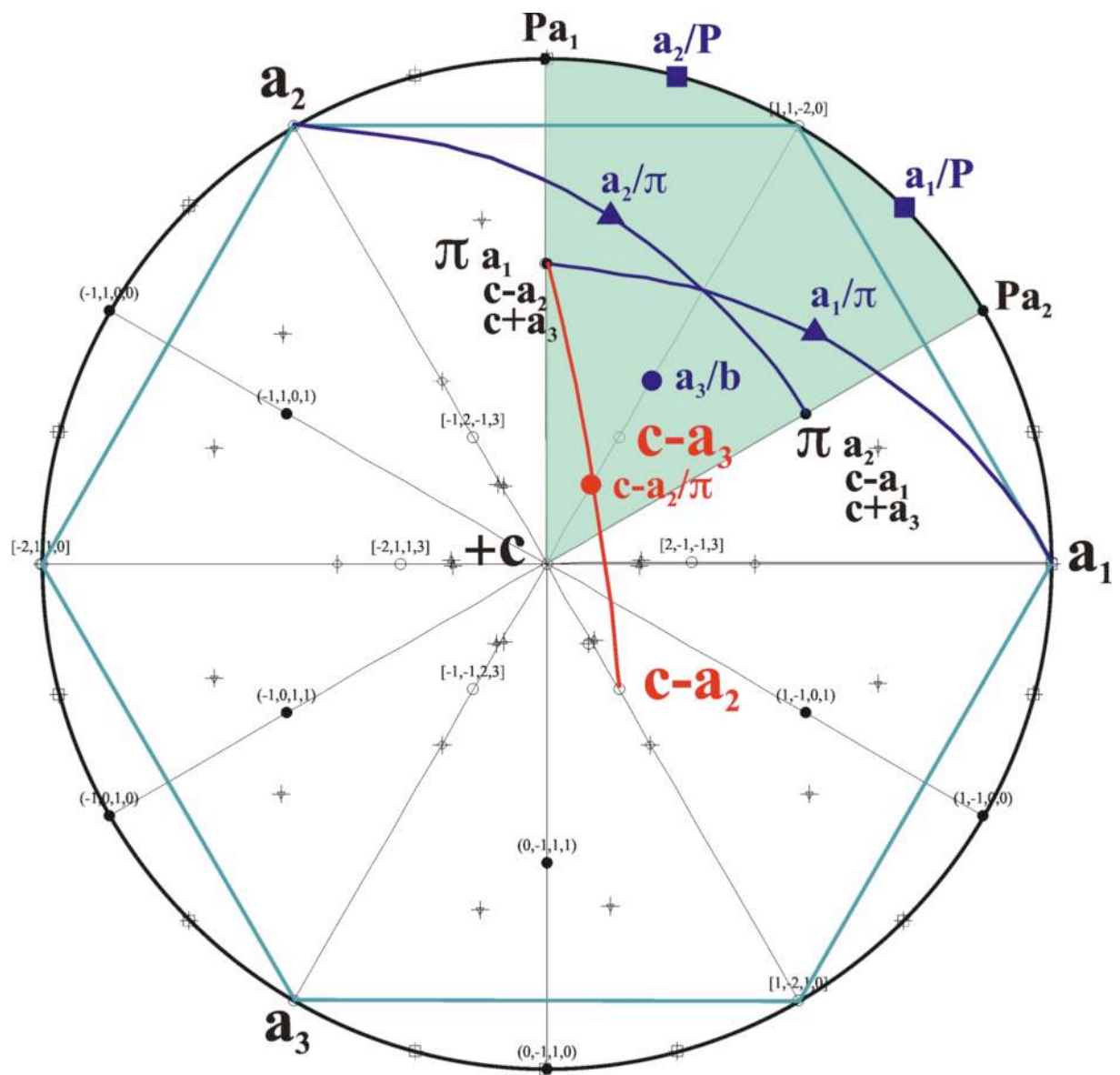


b)

Figure A3-7 : Un cycle de déconsolidation-rechargement a) dérivation entre points  $n$  et  $n+2$ , b) dérivation entre points successifs  $n$  et  $n+1$



ANNEXE 4 : MAXIMA DES FACTEURS DE SCHMID DES SYSTEMES DE GLISSEMENT DANS LE TITANE  $\alpha$  HEXAGONAL





## ANNEXE 5 : EVALUATION DES COMPOSANTES ISOTROPE, CINEMATIQUE ET VISQUEUSE DE LA CONTRAINTE MACROSCOPIQUE.

Par des essais de comportement à différentes vitesses comprenant des chargements en compression et parfois une période de relaxation, on cherche à évaluer les composantes cinématique et isotrope des contraintes dans le régime où le matériau est essentiellement visqueux (température ambiante).

### A5.1. INTRODUCTION

#### 5.1.a. Principe des essais

Le but des essais d'écroutissage est de décomposer la contrainte macroscopique vue par le matériau en une composante cinématique (X), une composante isotrope (R) et une composante visqueuse ( $\sigma_v$ ) selon le schéma de principe présenté figure A5-1. Pour cela, il faut inverser la direction d'écoulement plastique afin d'identifier la taille et la position du domaine d'élasticité pour un niveau de déformation plastique donné.

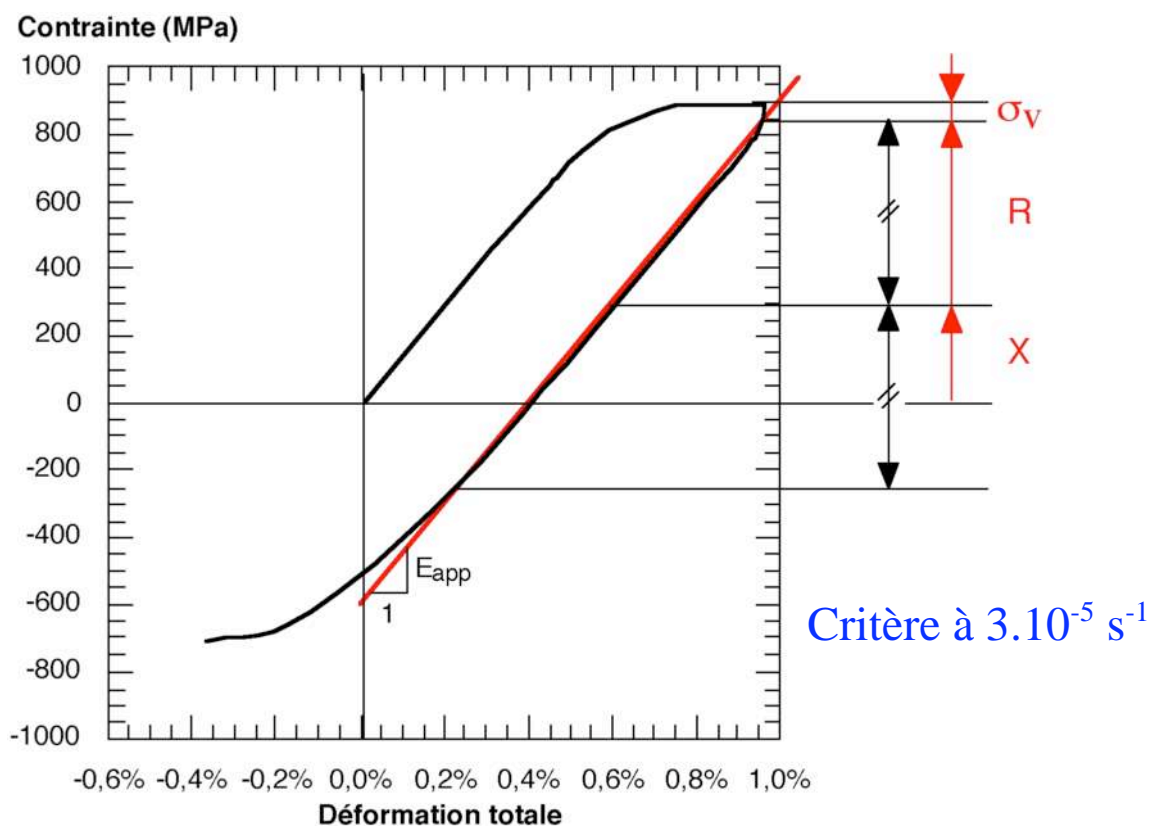


Figure A5-1 : Méthode de dépouillement des essais d'écroutissage.

Cette décomposition s'inspire du dépouillement de Cottrell modifié par Dickson (1984) pour tenir compte de la viscosité du matériau.

Lors d'une séquence de chargement/déchargement à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , l'inversion de la vitesse de déformation conduit à une première phase non linéaire. Celle-ci peut être associée à la contrainte visqueuse sensible à la vitesse de déformation : la vitesse de déformation plastique passe alors d'une valeur proche de la vitesse de déformation totale à 0. On observe ensuite une portion linéaire qui correspond au domaine d'élasticité : l'amplitude de contrainte détermine la taille du domaine d'élasticité ( $2R$ ) et la position du centre d'élasticité ( $X$ ) en est déduite.

Une analyse similaire peut être réalisée à  $10^{-9} \text{ s}^{-1}$  (vitesse après plusieurs heures de relaxation) lors d'une séquence chargement/relaxation/déchargement. On obtient alors une amplitude de contrainte relaxée, que l'on peut rapprocher de la contrainte visqueuse  $\sigma_v$ . La décharge après la phase de relaxation est totalement élastique et permet, là encore, de déterminer la taille et la position du domaine d'élasticité, mesurés à  $10^{-9} \text{ s}^{-1}$ .

Les notions concernant ces différentes composantes de la contrainte et leur interprétation physique ont été exposées par Feaugas (1999). Rappelons juste que la contrainte cinématique (translation du domaine d'élasticité) résulte de phénomènes physiques dégageant un champ d'interaction à longue distance (sous-joints, parois en cellules, empilements, incompatibilités de déformation entre grains, présence d'une seconde phase). La contrainte isotrope (taille du domaine d'élasticité), est la contrainte nécessaire localement (à courte distance) pour que la dislocation puisse franchir une barrière d'énergie liée à un obstacle et se déplacer. Les mécanismes qui s'opposent à la mobilité des dislocations peuvent alors être les suivants : friction de réseau, structures de cœur, forces de Peierls, arbres de la forêt, effets de solution solide, ségrégation d'impuretés, franchissement de précipités.

### **5.1.b. Procédure expérimentale**

Les essais d'écroutissage ont été réalisés avec une machine hydraulique de marque Instron sur des éprouvettes cylindriques de 6mm de diamètre. L'ensemble de la procédure expérimentale et des équipements utilisés ont déjà été décrits dans l'annexe 2. On peut juste noter que le pilotage en déformation (vitesse de déformation totale constante) était réalisé via la console de la machine qui utilise un cycle appelé "trapèze". On définit une vitesse de déformation, le premier point de consigne à atteindre (déformation maximale en traction dans notre cas), et le temps de maintien à cette valeur (valeur qui peut être nulle). Un second jeu de trois paramètres (vitesse de déformation, consigne = déformation minimale, et temps de maintien à cette valeur) permet de définir le déchargement. L'arrêt du cycle s'effectue au passage à force nulle lors de la remise en charge. La charge est alors maintenue constante à 0 pendant la programmation du cycle suivant.

Deux essais d'érouissage à température ambiante ont été réalisés sur des éprouvettes de microstructure AA prélevées dans le sens tangentiel. Le premier a été mené avec  $\dot{\varepsilon}_t = 10^{-4} s^{-1}$  et comportait trois cycles avec une déformation plastique en traction croissante : environ 0,25% pour la première boucle, 0,5% pour la seconde et 1% pour la dernière. Il est nécessaire de plastifier en retour pour déterminer la taille du domaine d'élasticité. Nous avons choisi la déformation plastique en compression de manière à ce qu'elle soit toujours inférieure à la déformation plastique en traction. Elle est proche en général de la moitié de la déformation plastique en traction. Enfin, le second essai, à  $\dot{\varepsilon}_t = 10^{-4} s^{-1}$ , comporte deux boucles avec une déformation plastique en traction de 0,5 %. La première est une séquence de chargement/déchargement, et la seconde comprend en plus une phase de 4h de relaxation à déformation maximale.

### 5.1.c. Dépouillement des boucles obtenues

Les boucles obtenues ont été dépouillées suivant la méthode exposée dans le paragraphe 5.1.a. On trace une droite ayant pour pente le module d'Young du matériau et décalée d'un certain seuil. On détermine ensuite les intersections de cette droite avec la boucle ( $\sigma, \varepsilon$ ). On obtient alors l'amplitude de contrainte qui correspond à la taille du domaine d'élasticité et qui permet d'en déduire ensuite la position du centre du domaine d'élasticité.

La difficulté réside dans la précision avec laquelle on peut déterminer ces valeurs. En effet, les variations des différentes contraintes que nous cherchons à déterminer sont faibles et peuvent être masquées par des artefacts expérimentaux (léger jeu dans le montage, précision des capteurs de déformation...).

Par exemple, le module d'Young varie légèrement suivant la partie de la boucle (chargement, déchargement et rechargement), et même suivant la boucle sur laquelle on l'évalue. Lequel choisir pour déterminer la partie linéaire du déchargement ? Différents essais ont été réalisés avec plusieurs valeurs du module apparent. Dans un premier temps, un module moyen a été calculé à partir de toutes les valeurs déterminées lors d'un essai. Seulement, lorsque ce module moyen diffère trop du module apparent de la décharge étudiée, les intersections entre la droite ayant pour pente ce module moyen et la boucle n'ont rien à voir avec les limites de la zone linéaire correspondant au domaine d'élasticité. C'est pourquoi il a finalement été choisi d'utiliser le module apparent déterminé sur chaque décharge pour le dépouillement.

Un autre point délicat est la valeur du "seuil" dont on décale la droite ayant pour pente le module apparent de la décharge : plus la valeur du critère est faible, plus la détermination du domaine d'élasticité est fine, mais difficile et imprécise. Inversement, si on augmente ce seuil, les intersections entre la droite et la boucle sont faciles à repérer. Par contre, elles sont alors éloignées des vraies limites du domaine linéaire, et l'on ne parvient pas à déterminer la partie visqueuse de la contrainte  $\sigma_v$ . Le meilleur compromis dans notre cas a semblé être la valeur de  $3.10^{-5}$  et c'est celle qui a finalement été retenue.

## A5.2. RESULTATS

Les boucles ( $\sigma, \varepsilon$ ) obtenues lors des deux essais d'érouissage sont présentées dans les figures A5-2 et A5-3.

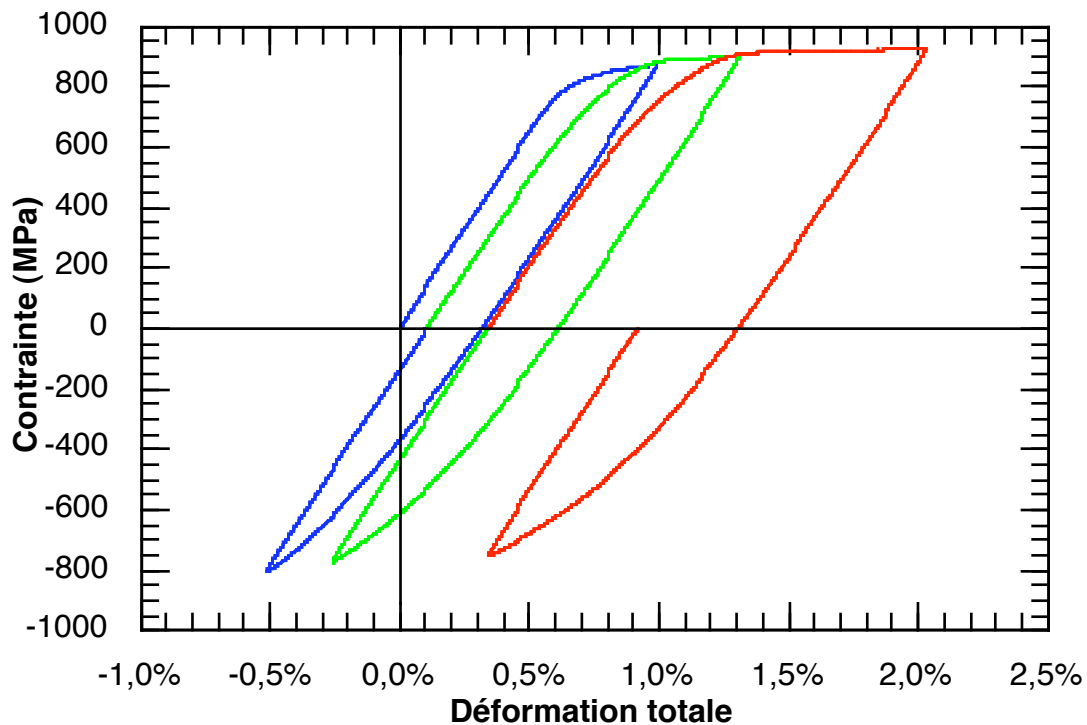


Figure A5-2 : Boucles ( $\sigma, \varepsilon$ ) obtenues avec  $\dot{\varepsilon}_i = 10^{-4} s^{-1}$ . Microstructure AA. T.A.

Après une plastification initiale en traction, la plastification se produit en compression pour une contrainte inférieure, caractéristique d'un effet Bauschinger, et interprétée usuellement en terme d'érouissage cinématique. Les contraintes maximales atteintes en compression sont quasiment aussi élevées que celles de traction. Cependant, les courbes n'ont pas la même allure à la mise en charge et lors de la compression postérieure : en traction, l'érouissage est très faible, et la contrainte n'évolue plus beaucoup après le début de la plastification. Lors de la compression postérieure, la plastification intervient pour une contrainte assez faible, mais la contrainte continue à augmenter de manière assez marquée.

C'est pour éviter les problèmes de reproductibilité que l'on peut rencontrer en changeant d'éprouvette qu'une seule éprouvette a été utilisée pour comparer les contributions des différentes composantes de la contrainte lors d'une séquence chargement/déchargement ou chargement/relaxation/déchargement. Un premier cycle comportant une plastification en traction de 0,5 % et en compression de 0,25 % a été réalisé avant le cycle comprenant lui aussi une plastification en traction de 0,5 %, puis un temps de maintien à déformation maximale de 4h avant la plastification en compression de 0,25 %.

Les boucles ( $\sigma, \varepsilon$ ) obtenues au cours de cet essai sont présentées figure A5-3.

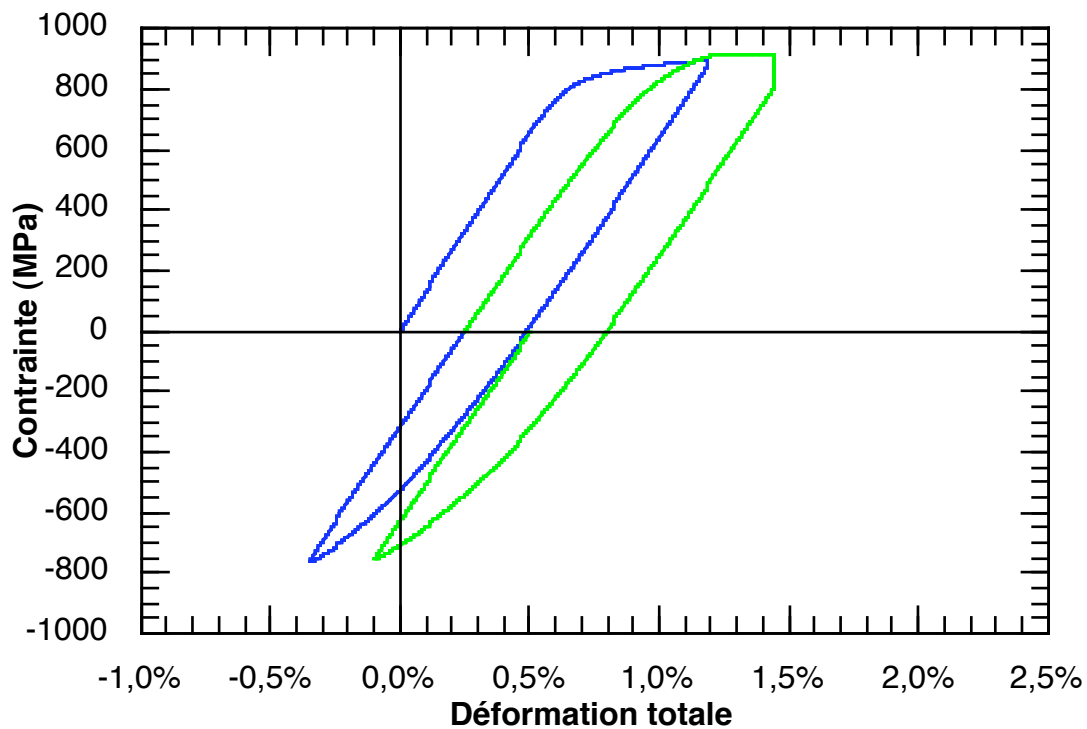


Figure A5-3 : Boucles  $(\sigma, \varepsilon)$  obtenues avec  $\dot{\varepsilon}_i = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Le deuxième cycle comprend un temps de maintien de 4h à déformation maximale. Microstructure AA. T.A.

Le dépouillement évoqué précédemment a été réalisé sur ces deux essais, en utilisant le module apparent de chaque déchargement comme pente, et avec un critère fixé à  $3 \cdot 10^{-5}$ . Les résultats sont présentés en fonction de la déformation plastique cumulée dans les figures A5-4 et A5-5.

La figure A5-4 présente les résultats de la décomposition de la contrainte appliquée en fonction de la déformation plastique cumulée pour l'essai d'écrouissage réalisé à température ambiante avec une vitesse de sollicitation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

Sur la première mise en charge, on a déterminé la taille initiale du domaine d'élasticité (ou  $R_0$ ) par la même méthode que pour les différentes composantes de la contrainte appliquée ; il s'agit donc de la limite d'élasticité à  $3 \cdot 10^{-5}$ . Nous supposons qu'à déformation plastique nulle, la contrainte cinématique est nulle également.

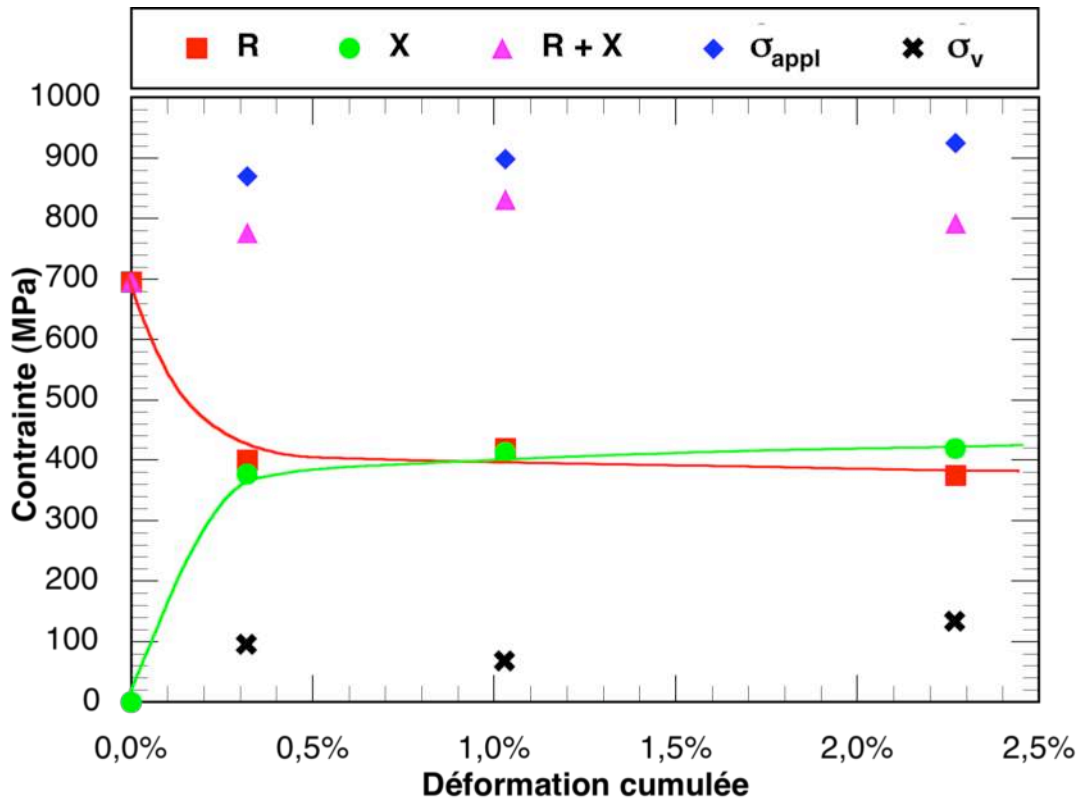


Figure A5-4 : Composantes de  $\bar{\sigma}_{appl}$  déterminées sur les boucles  $(\sigma, \varepsilon)$  obtenues avec  $\dot{\varepsilon}_t = 10^{-4} s^{-1}$ , en fonction de la déformation plastique cumulée. Microstructure AA. T.A.

On constate sur cette figure A5-4 que R chute d'une valeur de  $R_0$  proche de 700 MPa à une valeur moyenne d'environ 400 MPa, et ce, dès une déformation plastique de 0,3 %. Cette valeur reste ensuite relativement constante jusqu'à la déformation plastique cumulée de 2,25 %. La contrainte cinématique X atteint une valeur d'environ 380 MPa dès 0,3 % et continue de progresser légèrement jusqu'à 420 MPa pour une déformation plastique cumulée de 2,3 %. Enfin, l'amplitude de la contrainte visqueuse semble être d'environ 100 MPa, valeur qui approche les 120 MPa d'amplitude relaxée des essais de relaxation isotherme à température ambiante.

Il est intéressant de noter les transitoires par lesquels passent les valeurs de X et R pour les faibles déformations ( $< 0,5$  %). Elles traduisent une plus grande renversabilité des microstructures de dislocations (sources de Frank-Read et leurs empilements) qu'aux plus fortes déformations.

Enfin, la figure A5-5 permet de comparer les différentes composantes de la contrainte macroscopique suivant l'existence ou non d'un temps de maintien de 4h à déformation maximale pour une vitesse de sollicitation de  $10^{-4} s^{-1}$ .



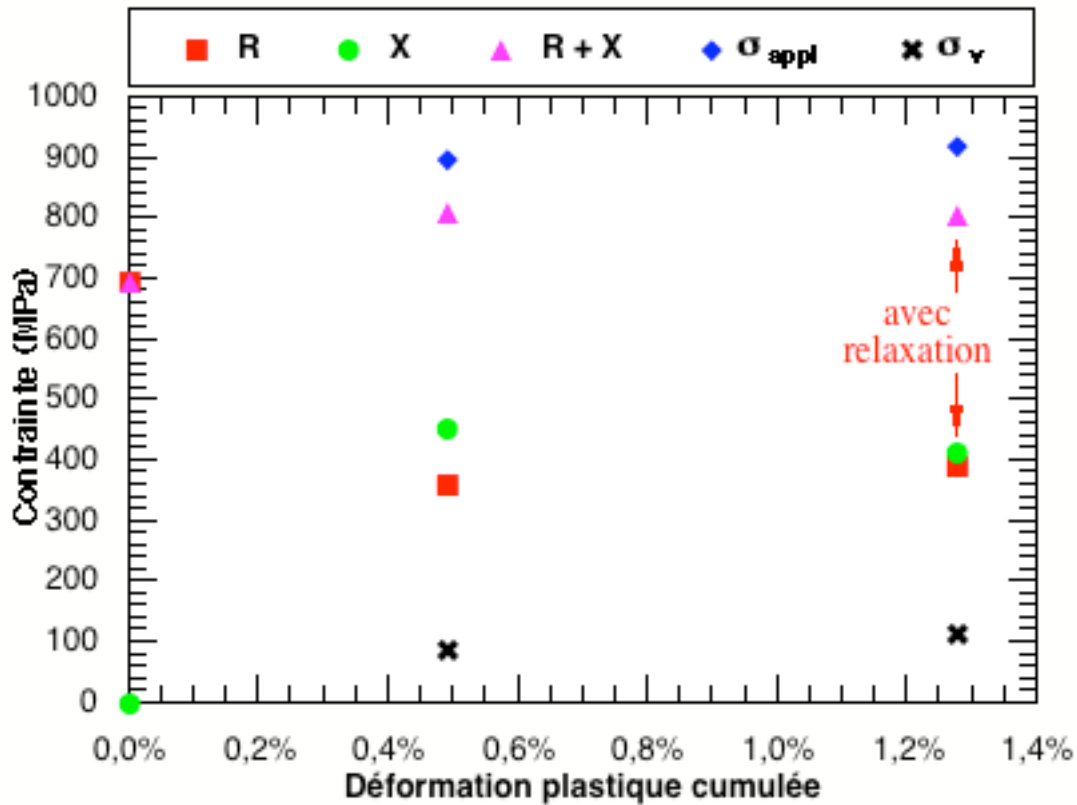


Figure A5-5 : Composantes de  $\sigma_{appl}$  déterminées sur les boucles  $(\sigma, \epsilon)$  obtenues avec  $\dot{\epsilon}_i = 10^{-4} s^{-1}$  en fonction de la déformation plastique cumulée. Le deuxième cycle comprend un temps de maintien de 4h à déformation maximale. Microstructure AA. T.A.

On retrouve pour  $R_0$  la valeur de 700 MPa déjà déterminée auparavant. L'évolution de R ne semble pas ensuite différer de celle observée lors de l'essai sans période de relaxation : R atteint environ 400 MPa pour une déformation plastique cumulée de 1,3 %. De même, 4 h de relaxation ne produisent pas de modification sensible de la position du centre d'élasticité définie par X.

Enfin, la contrainte visqueuse est du même ordre de grandeur pour le cycle avec ou sans relaxation : environ 100 MPa. Le critère de  $3 \cdot 10^{-5}$  semble donc approprié pour la détermination de ces valeurs.

### A5.3. SIMULATION

Le modèle utilisé par SNECMA a été testé, sans ajustement des paramètres, sur les boucles de nos essais d'érouissage<sup>1</sup>.

Les équations de ce modèle qui comporte un érouissage isotrope non linéaire et deux érouissages cinématiques non linéaires sont les suivantes :

$$\begin{aligned}
 R &= R_0 + Q(1 - e^{-bp}) & R_0 &= 600 \\
 \dot{\lambda} &= \left\langle \frac{f}{k} \right\rangle^n & Q &= -200 \\
 X &= \frac{2}{3} C \alpha & b &= 900 \\
 \dot{\alpha} &= \dot{\lambda} m & C_1 &= 1,059 \cdot 10^6 \\
 m &= n - \frac{3}{2} \frac{D}{C} X & D_1 &= 10^4 \\
 & & C_2 &= 3,33 \cdot 10^6 \\
 & & D_2 &= 871 \\
 & & K &= 100 \\
 & & n &= 7
 \end{aligned}$$

Les paramètres sont ceux identifiés par SNECMA pour la température ambiante.

La comparaison expérience-simulation est présentée figure A5-6 pour les boucles réalisées avec une vitesse de déformation totale de  $10^{-4} \text{s}^{-1}$ .

Avec le modèle, la plastification en traction apparaît beaucoup plus tôt que lors des essais, et la contrainte continue à augmenter de manière assez marquée, si bien que la contrainte maximale atteinte lors de la première boucle est plus élevée que celle observée lors de l'expérience. Le fait que la plastification en traction débute trop tôt avec le calcul est encore plus marquée lors des deux boucles suivantes. Par contre, lors de la simulation, la contrainte maximale atteinte en traction n'évolue presque pas avec la déformation plastique cumulée, ce qui n'est pas confirmé par l'expérience. Finalement, donc, au troisième cycle, la contrainte maximale observée est supérieure à celle calculée.

La simulation de la compression de la première boucle est plutôt très satisfaisante. Par contre, le calcul donne ensuite une contrainte maximale en compression qui diminue de façon importante au fil des cycles, ce qui n'est pas observé expérimentalement. L'écart qui en découle entre la valeur expérimentale et la valeur calculée atteint plus de 100 MPa au troisième cycle. En effet, la plastification en compression intervient plus tôt expérimentalement que dans le calcul.

<sup>1</sup> Ce travail a été réalisé par Stéphane Hertz-Clémens.

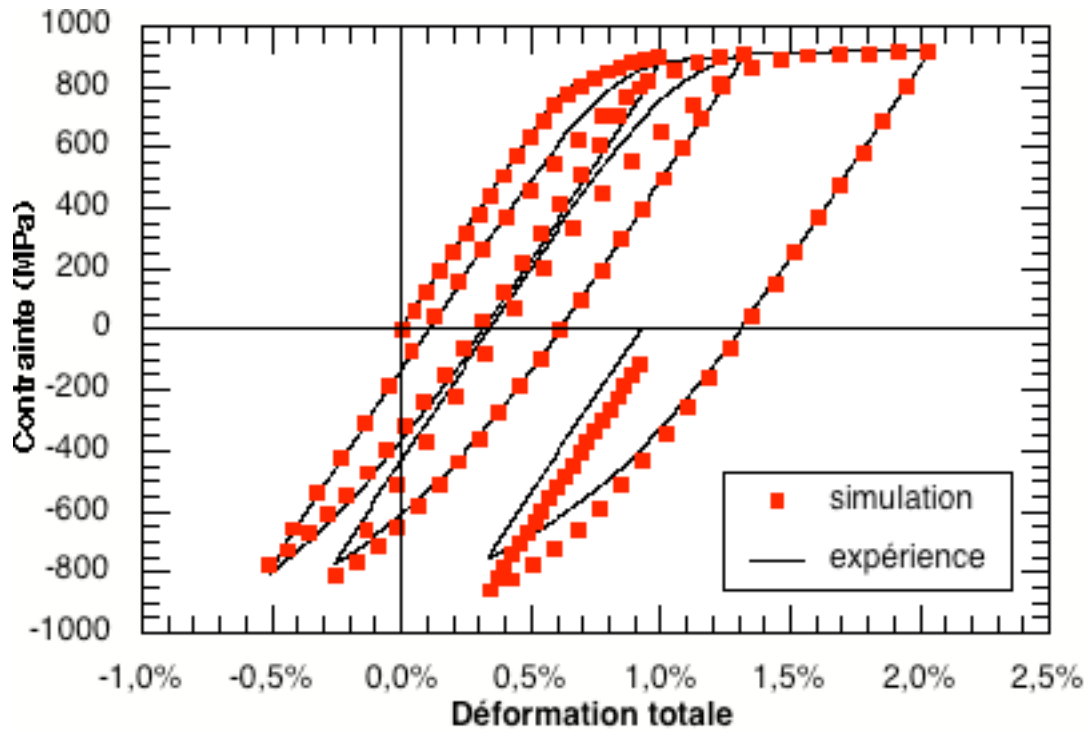


Figure A5-6 : Comparaison simulation/expérience pour les boucles  $(\sigma, \varepsilon)$  obtenues avec  $\dot{\varepsilon}_t = 10^{-4} s^{-1}$ . Microstructure AA. Température ambiante.



# « Viscoplasticité et microstructures d'un alliage de titane : effets de la température et de la vitesse de sollicitation »

## Résumé :

L'étude a pour but de caractériser et d'analyser le comportement mécanique du Ti 6242-Si dans un large domaine de températures, de vitesses de sollicitation et de trajets de chargement. En effet une viscoplasticité plus marquée au voisinage de l'ambiante qu'à plus haute température caractérise de nombreux alliages de titane et de zirconium. Ce comportement inhabituel est à relier à des phénomènes d'interactions entre dislocations et atomes interstitiels (O, C, N, H), généralement décrits par les termes de « vieillissement dynamique » ou « vieillissement statique ».

Les microstructures de déformation observées en microscopie électronique en transmission sur certains de ces états de déformation particuliers choisis au travers de tout le domaine de températures exploré, apportent des éclairages ponctuels sur les bases physiques possibles d'une interprétation à l'échelle microscopique des phénomènes observés et mesurés à l'échelle macroscopique. Les résultats obtenus sont alors interprétés à partir de la mobilité relative des dislocations ou groupements de dislocations, de leur interaction avec des solutés en sursaturation dans ce matériau, ou de la structure de coeur particulière de ces dislocations à basse température.

L'essai de relaxation, grâce à la large gamme de vitesses de déformation qu'il couvre, a permis d'évaluer dans quelles proportions les différents régimes de déformation se mélangent à chaque température. En effet, deux modes plastiques profondément différents, en se combinant, régissent la viscoplasticité macroscopique :

- dans le domaine des hautes températures (ou des faibles vitesses de déformation), le *mode traînage* est dominant : les dislocations coins traînent des atmosphères de solutés.
- dans le domaine des basses températures (ou des vitesses élevées), c'est au contraire le *mode friction* qui prévaut : les dislocations se déplacent rapidement, les atomes de solutés restant quasi-immobiles et ne jouant qu'un rôle de durcissement de solution solide.

Dans le domaine de recouvrement de ces deux modes plastiques propres – domaine d'existence du phénomène PLC – de brusques changements de comportement peuvent donc apparaître, car la plasticité en *mode friction* a tendance à se rassembler localement sous forme de « bandes de vitesse », alors que le reste de la structure ou de l'éprouvette continue à se déformer beaucoup plus lentement en *mode traînage*, jusqu'à atteindre le « blocage » aux plus basses températures. La plasticité du matériau est intrinsèquement hétérogène. L'étude fine des données de relaxation met en évidence la présence de « bouffées de plasticité » (strain bursts) très localisées dans le temps et dans l'espace (échelle mésoscopique). Le taux de corrélation de ces événements élémentaires détermine l'amplitude et la forme des manifestations macroscopiques (bandes de vitesse, serrations, crochets de traction,...).

Les essais mécaniques ont donc permis de déterminer les frontières des différents domaines de comportement de l'alliage étudié et d'y mesurer certains paramètres macroscopiques caractéristiques tels que les énergies et les volumes d'activation apparents de ces modes plastiques.

Aux températures élevées (600°C – 450°C), le *mode traînage* est omniprésent. Le régime de vieillissement dynamique domine au pic du domaine de l'anomalie de comportement, vers 400°C. À cette température, les capacités de restauration du matériau sont très limitées : la faible amplitude de relaxation qu'il présente est suivie d'un blocage strict de la plasticité. Le domaine des températures intermédiaires, entre 300°C et 200°C, est caractérisé par le blocage quasi-instantané de la plasticité. Dans le domaine des basses températures de l'anomalie (autour de 150°C), la plasticité est rétablie grâce à la prédominance du mode friction, et les durcissements de vieillissement et d'écrouissage s'additionnent. Enfin, à température ambiante, c'est-à-dire au voisinage de la limite basse du domaine, le vieillissement statique se manifeste.

## Mots clés :

- alliage base titane
- viscoplasticité
- microstructures de déformation
- effet Portevin–Le Chatelier
- vieillissement statique et dynamique
- relaxation, fluage, fatigue et fatigue–fluage
- déformation plastique hétérogène
- localisation de la plasticité

# “Viscoplasticity and microstructures of a titanium alloy : effects of temperature and strain rate”

## Abstract

The main goal of this research work was to analyze and characterize the mechanical behavior of Ti 6242-Si in a wide range of temperatures, of strain rates and of loading paths. Actually, a more important viscoplastic flow at room temperature than at higher temperatures stands as an intrinsic characteristic of most titanium and zirconium alloys. This unusual behavior is related to interactions phenomena taking place between dislocations and interstitial atoms (O, C, N, H), generally described by expressions such as “dynamic strain ageing” (DSA) or “static strain ageing” (SSA).

Dislocation microstructures observed by transmission electron microscopy on a number of samples appropriately strained and carefully chosen across the entire temperature domain, provide instructive insights regarding possible physical basis for a sound interpretation on the microscopic level of phenomena observed and measured on the macroscopic level. Mechanical test results are then interpreted in terms of the relative mobility of dislocations or dislocations groups in relation, either with their interactions with supersaturated solute atoms (edge dislocations), or with their peculiar core structure at low temperature (screw dislocations).

Due to the large range of strain rates covered by relaxation tests, it was possible to estimate in which proportion various viscoplastic regimes were mixing, within the tested structure, at each temperature. Indeed, two drastically different plastic modes are combining in order to control the macroscopic viscoplastic flow :

- at high temperatures (or low strain rates), the *solute drag mode* is dominant : edge dislocations are dragging their solute atmospheres.
- at low temperatures (or high strain rates), on the other hand, the *friction mode* is prevailing : dislocations move rapidly, solute atoms remain quasi-immobile and simply contribute to solid solution hardening.

In the region where these two plastic *eigenmodes* overlap - PLC domain - sudden changes in the viscoplastic behavior can appear, since the *friction mode* tends naturally to localize plasticity into “speed bands”, while the rest of the structure or of the specimen continues to strain slowly in the *solute drag mode*, until it may even trigger a complete arrest of the plastic flow at low temperatures. Viscoplastic flow in this material is intrinsically heterogeneous. A detailed study of the data collected during relaxation tests reveals the presence of “strain bursts” strictly localized in time and space on a mesoscopic scale. The level of correlation between these elementary events determines the amplitude and the features of the microscopic events (speed bands, serrations, stress peaks...).

The boundaries separating the various domains of viscoplastic behavior were determined for this alloy by way of mechanical testing. Various relevant macroscopic parameters were measured, such as apparent activation energies and apparent activation volumes corresponding to each of these viscoplastic modes.

At high temperature (600°C - 450°C), the *solute drag mode* is easy and spreads out. At the center of the viscoplastic anomaly domain, around 400°C, dynamic strain aging prevails. At this temperature, the restoration processes of the material are very limited : a short and ineffective relaxation period is followed by a complete arrest of plastic flow. At intermediate temperatures, between 300°C and 200°C, strict arrest of plasticity is quasi-instantaneous. In the low-temperature regime, around 150°C and below, viscoplasticity is restored with the full activity of the *friction mode* and strain hardening and age hardening processes are cumulating. Finally, at room temperature or near the lower boundary of the domain, static strain ageing starts operating.

## Key words :

- titanium base alloy
- viscoplasticity
- dislocations microstructure
- Portevin–Le Chatelier effect
- static and dynamic strain ageing
- relaxation, creep, fatigue and creep-fatigue
- heterogeneous plastic strain
- plasticity localisation