



HAL
open science

Méthodologie d'analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X sur des pièces d'alliage de titane de nuance Ti-10V-2Fe-3Al

Camille Deleuze

► **To cite this version:**

Camille Deleuze. Méthodologie d'analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X sur des pièces d'alliage de titane de nuance Ti-10V-2Fe-3Al. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Arts et Métiers ParisTech, 2010. Français. NNT : 2010ENAM0031 . pastel-00537861

HAL Id: pastel-00537861

<https://pastel.hal.science/pastel-00537861>

Submitted on 19 Nov 2010

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

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

École doctorale n° 432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

Doctorat ParisTech

T H È S E

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers

Spécialité " Mécanique-Matériaux "

présentée et soutenue publiquement par

Camille DELEUZE

le 1^{er} octobre 2010

Méthodologie d'analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X sur des pièces d'alliages de titane de nuance Ti-10V-2Fe-3Al.

Directeur de thèse : **Laurent BARRALLIER**
Co-encadrement de la thèse : **Michel PIERANTONI**

Jury

Mme Marie-Hélène MATHON, HDR, LLB, CEA de Saclay
M. André CHRYSOCHOOS, Professeur, LMGC, USTL Montpellier 2
M. Louis CASTEX, Professeur, INSA Toulouse
M. Laurent BARRALLIER, Professeur/HDR, MécaSurf, Arts et Métiers ParisTech
Mme Agnès FABRE, Maître de Conférences/HDR, MécaSurf, Arts et Métiers ParisTech
M. PIERANTONI, Directeur Qualité Matériaux, EQTTL, EUROCOPTER
M. Olivier MOLINAS, Responsable Qualité Matériaux, EQTTL, EUROCOPTER
M Christian ESBERARD, EQTTL, EUROCOPTER

Rapporteur
Rapporteur
Examineur
Examineur
Examineur
Examineur
Invité
Invité

**T
H
È
S
E**

*"La véritable éducation consiste à tirer le meilleur de soi-même."
Gandhi*

Remerciements

Ce travail a été réalisé au laboratoire MécaSurf d'Arts et Métiers ParisTech, Aix-en-Provence, et soutenu par la société Eurocopter du groupe EADS. Je tiens à les remercier de m'avoir proposé ce sujet de thèse et de m'avoir accompagnée durant ces trois années.

Je tiens à exprimer ici toute ma reconnaissance à Monsieur Laurent BARRALLIER, Professeur des Universités, du laboratoire MécaSurf, des Arts et Métiers ParisTech d'Aix-en-Provence, pour m'avoir accueillie au sein de son équipe et offert l'opportunité de réaliser ces travaux dans de bonnes conditions. Son recul, ses remarques toujours justes et pertinentes, ainsi que sa confiance m'ont été d'une aide précieuse tout au long de la réalisation de ces travaux.

Je remercie également Madame Agnès FABRE, Maître de Conférences et HDR, du laboratoire MécaSurf des Arts et Métiers ParisTech d'Aix-en-Provence, pour son rôle et ses conseils en tant que co-encadrante. Son aide, son énergie et sa patience m'ont souvent été d'un grand soutien.

Je remercie sincèrement Monsieur le Professeur Louis CASTEX de l'Université de Toulouse, pour m'avoir fait l'honneur d'examiner mon travail de thèse et faire partager sa grande expertise en analyses des contraintes par diffraction.

Je remercie aussi vivement et chaleureusement Madame Marie-Hélène MATHON, du Laboratoire Léon Brillouin, C.E.A. de Saclay, ainsi que Monsieur le Professeur André CHRY-SOCHOOS, du laboratoire de Mécanique et Génie Civil de l'Université des Sciences et Techniques du Languedoc, pour avoir accepté de juger ce travail en tant que rapporteurs.

Je remercie grandement Messieurs Michel PIERANTONI et Olivier MOLINAS, du laboratoire EQTTL d'Eurocopter Marignane, pour m'avoir accordé leur confiance pour ces travaux, m'avoir accueillie dans leur laboratoire, et m'avoir accordé leur temps et leur intérêt pour ce sujet d'étude.

Je n'oublie pas Monsieur Christian ESBERARD, du laboratoire EQTTL d'Eurocopter Marignane, pour sa grande disponibilité, sa patience et ses précieux conseils.

Que l'ensemble du personnel du laboratoire EQTTL d'Eurocopter soit ici remercié pour l'ambiance au quotidien, les coups de main et les échanges qui ont agrémenté ces trois années de travail. Je remercie aussi Messieurs Philippe DURAND, Eric GRECO, Olivier RAYMOND, Jérôme PANTER et Marc TAILLANDIER pour les informations échangées, les discussions et leur motivation à faire en sorte que nos activités avancent dans le bon sens.

Je remercie toutes les personnes ayant contribué à ces travaux : Myriam DUMONT, IM2NP, Université Paul Cézanne, Marseille, pour sa gentillesse et son apport pour les analyses en MET et FEG ; Tanguy BIZET de EADS Innovation Works, Suresnes, pour toutes ses analyses en FEG ; Matthieu DUBOIS, Laboratoire Léon Brillouin, CEA Saclay, pour toute sa gentillesse et sa grande disponibilité pour les analyses en diffraction des neutrons sur 6T1 ; Thilo Pirling, Institut Laue Langevin, Grenoble pour son aide et ses connaissances pour les analyses en traction sur SALSA.

Je tiens à remercier très sincèrement mes collègues du laboratoire MécaSurf, avec lesquels j'ai partagé 3 années : merci à Jean-François MATHIEU, Jean-Philippe MARTIN, Pascal CHALAGIRAUD pour les cafés et les grandes rigolades, merci à Régis KUBLER, Jean-Eric MASSE, Marc DESVIGNES pour leur expérience et leurs remarques, merci à Michèle RICHARD pour sa gentillesse, son aide, toute sa patience dans les dédales administratifs, et merci à Soumia MEJD pour tous les bons moments passés ensemble.

Un grand merci au grand sage Gérard BARREAU, Professeur Tournesol des Arts et Métiers, pour son humour, ses histoires délirantes et sa grande expérience.

Enfin, un grand merci à tous mes collègues doctorants avec qui j'ai partagé les bons et les mauvais moments, et surtout beaucoup de café. Je leur souhaite une très bonne continuation et j'espère que nous nous recroiserons.

Un immense merci et très grande reconnaissance à ma famille et à mes amis pour leur soutien très précieux. De Montpellier à Paris, en passant par Rochefort-du-Gard, Bordeaux et Cuxac, merci d'être là. Enfin merci Christophe. de m'avoir soutenue et "supportée" durant ces 3 années.

Table des matières

Remerciements	iii
I Introduction	5
II Synthèse bibliographique	9
1 Le titane et ses alliages	11
1.1 Cristallographie de l'élément titane	11
1.2 Classification des alliages de titane	12
1.3 Caractéristiques chimiques et mécaniques des alliages de titane et de la nuance Ti-10V-2Fe-3Al	13
2 Approche mécanique des polycristaux	17
2.1 Introduction	17
2.2 L'échelle de départ	17
2.3 Origine des contraintes	19
2.4 Echelles d'observation	19
2.5 Homogénéisation du comportement microscopique et macroscopique d'un matériau polyphasé	21
2.5.1 Choix du modèle	21
3 Techniques diffractométriques	27
3.1 La diffraction des rayons X - Notions	27
3.1.1 Approche géométrique	27
3.1.2 Définition de la largeur de pic	28
3.2 L'analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X	29
3.2.1 Cas général : contraintes biaxiales dans un matériau monophasé	29
3.2.2 Contraintes dans les matériaux polyphasés	31
3.3 Les textures cristallographiques	31
3.3.1 Principe d'analyse	32
3.3.2 Les textures des alliages de titane biphasés	35
4 Influence des procédés de fabrication sur la microstructure et sur les pics de diffraction	37
4.1 Influence des procédés de fabrication sur la microstructure	37
4.1.1 Forgeage	37
4.1.2 Usinage	38
4.1.3 Traitement mécanique de surface	40

4.2	Impact de la microstructure sur les pics de diffraction	40
5	Conclusion partielle	43
III	Partie expérimentale	45
1	Présentation des échantillons et des techniques expérimentales	47
1.1	Ebauche de moyeu forgée	47
1.1.1	Gamme d'élaboration	47
1.1.2	Caractéristiques chimiques et mécaniques	48
1.1.3	Origine de la l'ébauche	48
1.1.4	Observation macroscopique de l'ébauche	49
2	Préparation des échantillons et instrumentation	51
2.1	Préparation des échantillons	51
2.1.1	Découpage et enrobage	51
2.1.2	Gamme de polissage	51
2.1.3	Solution d'attaque chimique pour les micrographies	51
2.2	Matériel utilisé pour les observations micrographiques	52
2.3	Matériel diffractométrique	52
2.3.1	Set X	52
2.3.2	Seifert PTS 3000	53
3	Etude des microstructures de l'alliage de titane de désignation Ti-10V-2Fe-3Al en fonction des états de surface	55
3.1	Observations des échantillons forgés en fonction du taux de réduction de forgeage	55
3.1.1	Analyses par microscopie optique	56
3.1.2	Analyses en microscopie électronique à balayage et en transmission	56
3.2	Observations des échantillons grenailés et usinés	60
3.2.1	Présentation des échantillons	60
3.2.2	Analyses par microscopie optique	61
3.2.3	Analyses en microscopie électronique à balayage	63
3.3	Analyses de la taille, de la morphologie et de la répartition des grains	65
3.4	Conclusion	70
4	Analyse des contraintes par diffraction des rayons X	71
4.1	Tests préliminaires sur Set X	71
4.2	Choix des paramètres d'acquisition	73
4.3	Analyses avec le Seifert PTS 3000	74
4.3.1	Cas n°1 : matériau de base - ébauche forgée	75
4.3.2	Cas n°2 : état fraisé	75
4.3.3	Cas n°3 : état grenailé	76
4.4	Discussion	77

IV	Optimisation des calculs et validation d'une méthodologie adaptée	81
1	Optimisation de la diffraction des rayons X	85
1.1	Réévaluations des constantes d'élasticité radiocristallines	85
1.1.1	Diffraction des rayons X : analyse des textures cristallines	85
1.1.2	Essais en traction uniaxiale : diffraction des neutrons	95
1.2	Analyse des textures cristallines en diffraction des neutrons	100
1.2.1	Description de l'expérience	101
1.2.2	Résultats	102
1.3	Conclusion	107
2	Validation d'une méthodologie d'analyse adaptée	109
V	Conclusion générale	113
1.1	Conclusion	115
1.2	Application industrielle de l'étude	117
A	Les phases cristallines des alliages de titane biphasés	121
B	Intensité des faisceaux diffractés	123
C	Gammes de polissage et d'attaque chimique utilisées pour l'observation du Ti-10V-2Fe-3Al	125
D	Positions théoriques des pics α et β avec un rayonnement de Cuivre	127
E	Diffraction des Rayons X : Fonctions de Distributions des Orientations Cristallographiques des échantillons forgés, fraisés et grenailés.	129
F	Diffraction des neutrons : Fonctions de Distributions des Orientations Cristallographiques des échantillons forgés.	145
G	Moyens complémentaires pour les analyses des contraintes résiduelles	149
H	Modèle micromécanique auto-cohérent	151
I	Détermination des contraintes dans les phases α et β par des essais de traction en diffraction des neutrons	153

Première partie

Introduction

Bien que les domaines d'utilisation du titane soient très vastes, ce sont dans les milieux les plus exigeants comme les installations off-shore ou les endoprothèses biocompatibles que ses alliages sont les plus prisés. Les hautes performances mécaniques spécifiques de ces alliages de titane associées à leur faible masse volumique en font notamment des composants de choix de l'industrie aéronautique. C'est par exemple le cas de l'alliage de titane biphasé $\alpha - \beta$ de désignation Ti-10V-2Fe-3Al, qui est utilisé pour l'élaboration des moyeux et des arbres des rotors de certaines gammes d'hélicoptères.

Mais dans ce domaine, il est nécessaire de garantir la tenue en service des appareils, tout en optimisant les performances de vol et les coûts de fabrication. Dans cette optique, les mécaniciens doivent évaluer de façon fiable la durée de vie des pièces vitales telles que les moyeux de rotor des hélicoptères (supportant les pales) et les arbres de transmission de ces rotors. Pour cela, ils vont prendre en compte d'une part les sollicitations mécaniques en vol (contraintes externes) déterminées selon un cahier des charges par le bureau des calculs, et d'autre part, les contraintes résiduelles internes à la pièce, dues entre autres à son élaboration et aux traitements thermo-mécaniques subis. La **diffraction des rayons X (DRX)** offre un moyen efficace, rapide et non destructif pour évaluer ces contraintes résiduelles. Cependant, il est nécessaire de savoir interpréter les résultats et surtout d'adapter une méthodologie spécifique au matériau analysé.

Dans le cas de l'alliage de titane biphasé $\alpha - \beta$ de nuance **Ti-10V-2Fe-3Al**, la DRX ne donne a priori pas de résultat satisfaisant. En effet, l'analyse qui permet de remonter aux tenseurs des contraintes résiduelles des phases est difficile, voire impossible, car les pics de diffraction se chevauchent et des phénomènes de fluorescence viennent perturber la réponse. La position et la forme du pic sont donc mal définies, ce qui engendre des incertitudes importantes dans le calcul des déformations. De plus, après sa mise en forme par forgeage, la pièce finale en Ti-10V-2Fe-3Al est usinée et parfois grenillée. Ces traitements modifient plastiquement les grains. Leurs impacts sur la microstructure ajoutent une anisotropie morphologique à une texture cristalline (orientations préférentielles des cristallites diffractant) déjà présente à cause du forgeage dans le matériau. Cela est à l'origine du fort **élargissement des pics de diffraction** dans le matériau. Un exemple de pic complètement éteint, obtenu avec le diffractomètre SetX en surface ($0 \mu\text{m}$) de l'alliage grenillé par choc laser est présenté sur la figure 1 :

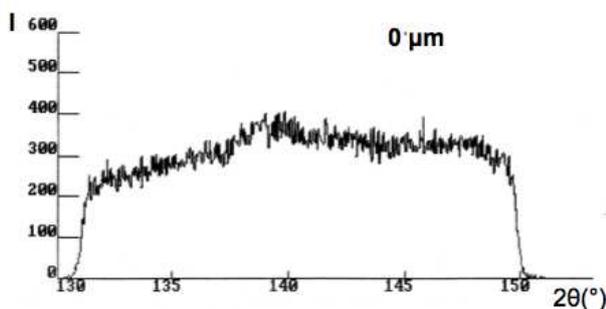


FIGURE 1 – Exemple : pic $\{213\}$ de la phase α obtenu sur SetX avec un tube de cuivre, un filtre de nickel, 9 angles ψ et un temps total d'acquisition de 1h35min.

Une méthodologie d'analyse des contraintes par DRX a été développée afin d'avoir une meilleure résolution du pic de diffraction, donc une analyse plus fine des contraintes résiduelles, pour pouvoir inclure de manière plus fiable ces nouvelles valeurs dans le calcul de la durée des vies des pièces en alliage Ti-10V-2Fe-3Al. Pour parvenir à cet objectif, nous avons cherché à analyser et à comprendre l'impact du **forgeage, de l'usinage et du grenillage** sur la matière, au niveau de la morphologie des grains comme au niveau des **textures cristallines**.

A terme, l'étude doit permettre d'amener une méthodologie adaptée au cas par cas, selon que la pièce est une ébauche forgée, une pièce usinée ou grenillée. Pour cela, une caractérisation complète des effets de la microstructure sur l'évaluation des contraintes résiduelles a été réalisée.

En premier lieu, la **partie II** de ce rapport a été consacrée à l'étude bibliographique. Elle rappelle les notions de base de la chimie et la métallurgie de l'alliage de titane Ti-10V-2Fe-3Al, ainsi que celles de la technique d'analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X. Nous y montrons aussi comment les procédés de fabrication influencent la microstructure d'un matériau, et comment ces modifications microstructurales se traduisent en diffraction des rayons X.

La **partie III** s'intéresse aux résultats expérimentaux des tests réalisés sur des échantillons aux historiques de fabrication différents que nous avons à notre disposition : d'une part une ébauche de moyeu forgée, dont le taux de réduction de forgeage évolue selon la géométrie complexe de la pièce, et d'autre part des morceaux issus d'autres moyeux déjà usinés ou grenillés. Dans le premier chapitre, une analyse détaillée de la microstructure de l'alliage a été faite, en fonction des traitements thermo-mécaniques qu'il a subis. Pour cela, la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage (MEB) et en transmission (MET) ont été utilisées. Nous avons montré que l'impact des procédés de fabrication apporte un gradient de microstructure important, notamment sur les matériaux fraisés et grenillés, sur lesquels un fort allongement des grains parallèlement à la surface traitée est observé en extrême surface (dans les 15 premiers microns). Puis dans le deuxième chapitre les résultats des analyses de contraintes des états forgés, fraisés et grenillés sont exposés. L'évolution de la largeur des pics de diffraction en fonction des échantillons a été étudiée, et nous l'avons reliée aux évolutions microstructurales. En effet la largeur de pic peut être directement reliée aux tailles des cristallites, et donc il est possible d'établir le lien entre usinage et largeur de pic.

La **partie IV** propose ensuite des analyses en diffraction, optimisées en ce qui concerne l'environnement industriel, et décrit une méthodologie d'analyse adaptée aux différents états de l'alliage de titane (ébauches, pièces usinées et grenillées). Dans cette optique, en plus des optimisations des paramètres d'acquisition purement instrumentaux, nous avons fait l'étude des textures cristallines de l'alliage. En effet, la connaissance des orientations préférentielles dans les cristaux engendrées par les procédés d'élaboration ou de traitement permet de déterminer les fonctions de distribution des orientations (FDOC) sur chacune des phases de l'alliage. Or, le calcul des contraintes résiduelles ne peut se faire qu'en connaissant la FDOC de la phase analysée, car elle entre dans la modélisation de type Kröner-Elshelby permettant le calcul des constantes d'élasticité du matériau texturé à partir de celles du monocristal. Des analyses en **diffraction des neutrons** sont venues compléter les rayons X, car les neutrons offrent un volume diffractant dans le titane environ 10^{10} fois supérieur à celui de la diffraction des rayons X. Avec un volume de matière analysé d'à peu près 1 cm^3 , il est donc possible d'englober un très grand nombre de cristallites pour chacune des phases de l'alliage et d'avoir une meilleure réponse dans l'analyse des textures de deux phases du matériau et de leurs relations d'orientation. Enfin, les **constantes d'élasticité radiocristallines (CER)** des phases α et β , qui permettent de passer des déformations du réseau cristallin aux contraintes résiduelles, ont été réévaluées grâce à cette dernière technique. Ces nouvelles constantes ont été intégrées dans la méthodologie d'analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X adaptée à l'alliage de titane Ti-10V-2Fe-3Al.

Deuxième partie
Synthèse bibliographique

Chapitre 1

Le titane et ses alliages

1.1 Cristallographie de l'élément titane

Le titane pur ($^{22}T_i^{47,867}$) est le siège d'une transformation allotropique, de type martensitique au voisinage de 882°C . Cette température de transition $\alpha \rightarrow \beta$ est appelée **transus β** , ou T_β (figure 1.1).

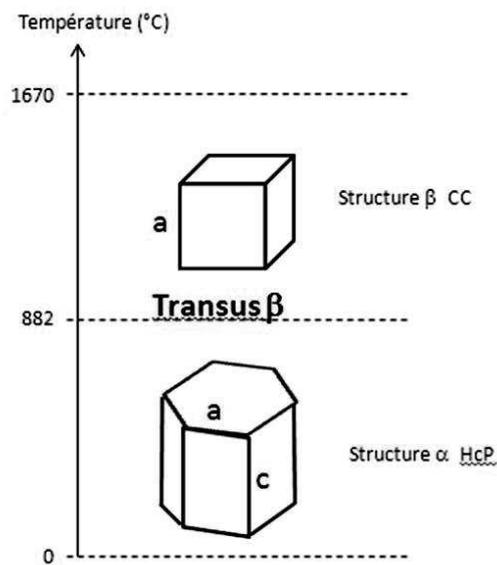


FIGURE 1.1 – Cristallographie du titane pur [1].

- au-dessus de cette température, la structure est cubique centrée ($a = 0,332$ nm) [1]; elle est appelée β ;
- en dessous de cette température, la structure cristallographique est hexagonale pseudo-compacte ($a = 0,295$ nm, $c = 0,4682$ nm, $c/a = 1,587$) [1]; elle est appelée α .

La transition $\alpha \rightarrow \beta$ du titane pur se fait selon le mécanisme proposé par Burgers pour le zirconium [2], [3]. Il s'agit d'un mécanisme de cisaillement avec germination athermique suivi éventuellement d'une croissance thermiquement activée lorsque le refroidissement est suffisamment lent. Les relations cristallographiques liant les deux phases sont $\{110\}_\beta \parallel \{001\}_\alpha$ et $\langle 111 \rangle_\beta \parallel \langle 110 \rangle_\alpha$ (elles sont schématisées sur la figure 3.10 en page 35).

1.2 Classification des alliages de titane

Dans les alliages de titane, la composition chimique influence le pourcentage volumique des phases en jouant sur leur stabilité. Ainsi, une partie des éléments qui s'ajoutent augmentent la température de transus β (T_β) : ce sont les éléments alphagènes, tels que l'aluminium (élément de substitution) ou l'oxygène (élément d'insertion). Ils stabilisent la phase α . D'autres, au contraire, la diminuent : ce sont les éléments bêtagènes, comme le vanadium ou le fer (éléments de substitution), qui stabilisent la phase β . Les propriétés des alliages vont donc évoluer en fonction des stabilités respectives des phases [4].

De plus, les effets des éléments bêtagènes et alphagènes étant approximativement additifs, on peut classer les différents alliages de titane en trois grandes familles selon la proportion de phase α ou β retenue à la température ambiante : les alliages α sont 100% α et les alliages β 100% β , à 20°C. Les alliages $\alpha + \beta$ sont donc mixtes [4]. Dans cette dernière catégorie, on distingue les 4 sous-classes suivantes :

- les alliages quasi- α , possédant très peu de phase β stable (moins de 5 %), et proches des alliages α ;
- les alliages $\alpha + \beta$ proprement dits (teneur en phase β comprise entre 5 et 20 %) ;
- les alliages β
- les alliages quasi- β (ou β métastables) possédant peu de phase α et proches des alliages β .

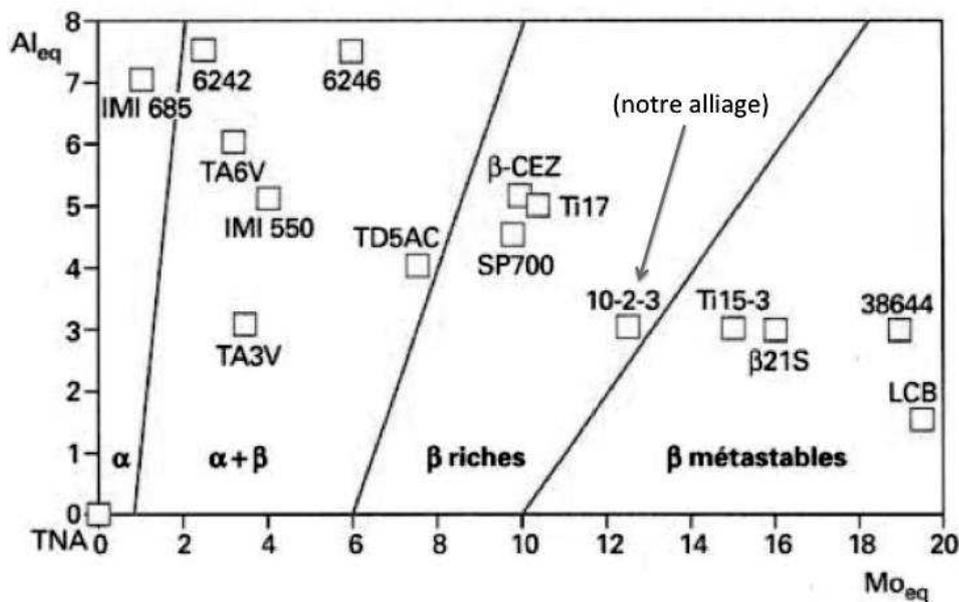


FIGURE 1.2 – Rationalisation du classement des alliages de titane [5]

Cette classification peut être rationalisée par un graphe Al_{eq}-Mo_{eq} où Al_{eq} et Mo_{eq} sont respectivement les équivalents en aluminium et molybdène des éléments alphagènes et bêtagènes. Proche de l'axe vertical, on trouve les alliages α et quasi- α ; pour les fortes valeurs de Mo_{eq} on trouve les alliages β et quasi- β (figure 1.2). Al_{eq} et Mo_{eq} sont définis par les équations 1.1 et 1.2 [5].

$$Al_{eq} = Al\%m + \frac{Sn\%m}{3} + \frac{Zr\%m}{6} + 10 \times (O_2\%m + C\%m + 2N\%m) \quad (1.1)$$

$$Mo_{eq} = Mo\%m + 1,5V\%m + \frac{Cr\%m}{0,6} + \frac{Fe\%m}{3,5} + \frac{Cu\%m}{1,3} + \frac{Nb\%m}{3,6} \quad (1.2)$$

Remarque : dans ce graphe, on remarque la catégorie d'alliage " β riche". Selon les Techniques de l'Ingénieur ([5]), ils correspondent "aux alliages susceptibles de retenir une phase métastable à la température ambiante par refroidissement très rapide". Après traitement thermique et transformation de la phase métastable en α et β , la teneur de phase β à l'équilibre est comprise entre 20 et 25 %. Dans le cas des alliages β -métastables, la teneur est comprise entre 25 et 35 %. Plus généralement, on peut considérer les alliages β riches comme β -métastables (appelés aussi quasi- β).

1.3 Caractéristiques chimiques et mécaniques des alliages de titane et de la nuance Ti-10V-2Fe-3Al

Les nuances dites à hautes caractéristiques mécaniques telles que le Ti-10V-2Fe-3Al contiennent un certain pourcentage d'éléments d'addition (jusqu'à 25%). Ce sont ces éléments qui leur confèrent leur bonne résistance à la rupture, leur tenue en fatigue, et leur ténacité à la rupture. Dans l'alliage de nuance Ti-10V-2Fe-3Al, les éléments de substitution sont :

- **le vanadium (10 %m.)** : bêtagène, il augmente la ductilité mais diminue la tenue à la corrosion ;
- **le fer (2 %m.)** : bêtagène, il améliore le compromis résistance-ductilité-fluage à moyenne température ;
- **l'aluminium (3 %m.)** : alphagène, il durcit la phase α , augmente la résistance et la tenue au fluage mais diminue la ductilité. Si sa teneur dépasse les 7%*m* dans un alliage de titane, il engendre une précipitation locale de phase α_2 fragilisante (composé intermétallique Ti_3Al , voir page suivante).

Dans les alliages β -métastables tels que le Ti-10V-2Fe-3Al, la concentration en éléments bêtagènes est suffisante pour déplacer les points de transformation martensitique M_f (température à laquelle la transformation est totale) et M_s (température maximale à laquelle la transformation de la phase β en structure de type martensitique a lieu lors d'un refroidissement) en dessous de la température ambiante. Cela est caractéristique des alliages de titane β -métastables, comme le montre le diagramme pseudo-binaire applicables aux alliages de titane ci-dessous (figure 1.3). Cela confère à l'alliage une grande stabilité. Ainsi, la cinétique de germination de la phase α est ralentie, si bien qu'il est possible de retenir 100% de la phase β sous sa forme métastable. Pour stabiliser mécaniquement l'alliage il faudra cependant "vieillir" l'alliage, c'est-à-dire accélérer la décomposition de la phase β métastable en une phase β stable et une phase α secondaire.

Les propriétés mécaniques d'un alliage de titane vont dépendre de sa composition chimique [6], mais aussi de sa microstructure. Or, dans le cas des alliages de titane, contrairement au titane pur, le mécanisme de transformation de phase est soumis aux lois de la diffusion. Par conséquent la rapidité de refroidissement de l'alliage va directement agir sur la

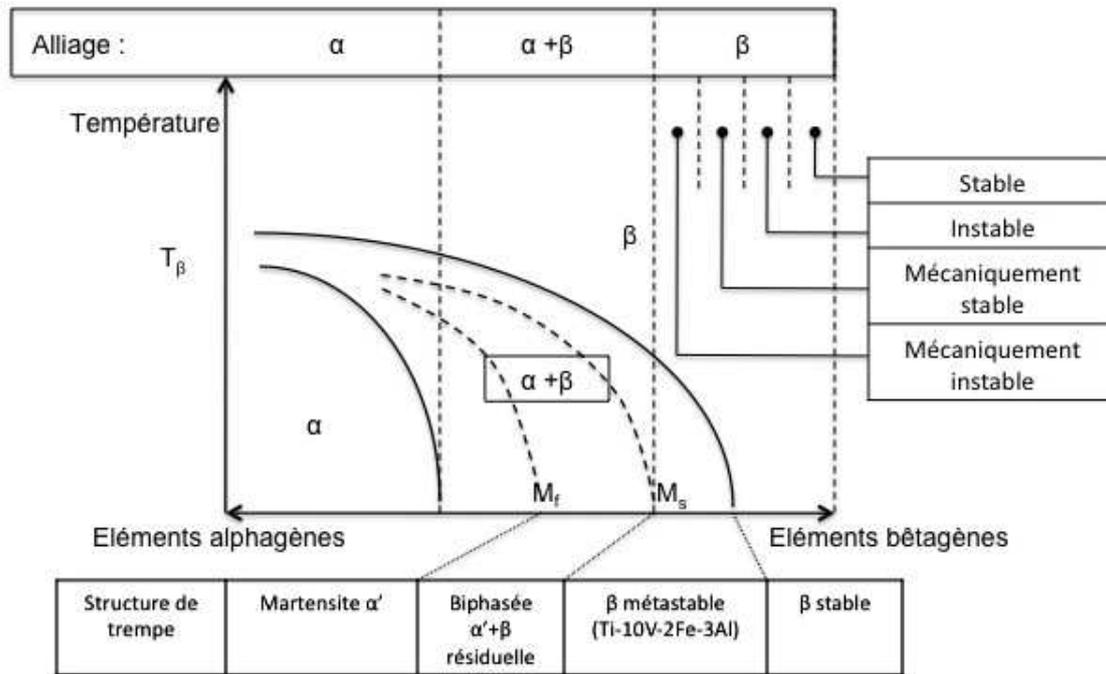


FIGURE 1.3 – Diagramme pseudo-binaire applicable aux alliages de titane [1].

finesse et la morphologie de la microstructure. En agissant sur les gammes d'élaboration et de traitement thermo-mécanique, on peut faire évoluer cette microstructure et ainsi modifier les propriétés mécaniques de l'alliage [7, 8, 9]. Il est ainsi possible d'améliorer d'un facteur 1 à 2 la résistance à la traction, de 1 à 10 la ductilité, de 1 à 2 la ténacité à la rupture et de 1 à 5 la tenue au fluage, en amenant une microstructure la plus fine et la plus homogène possible [10, 11, 12, 13, 14].

Ce qui a fait de l'alliage Ti10V-2Fe-3Al un excellent candidat pour les pièces vitales de l'aéronautique est son excellent compromis entre sa masse volumique (60% d'un acier classique) et ces propriétés : résistance mécanique (1240 MPa), ténacité à la rupture et limite d'élasticité (82 MPa.m^{1/2} pour 1170 MPa) et résistance en fatigue [15]. Les propriétés mécaniques restent correctes jusqu'à environ 600°C. Enfin, il possède une bonne trempabilité et il peut être durci facilement par traitement thermique. De plus, grâce à sa température de transus bêta T_β se situant aux alentours des 800°C, on le forge à une température inférieure à celle du Ti-6Al-4V, plus répandu jusqu'alors. C'est pourquoi dès les années 80, l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al a suscité l'intérêt du monde aéronautique [16, 17].

Plusieurs gammes d'élaboration sont utilisées chez les constructeurs. On parle notamment de gamme "tout β " ou " $\alpha + \beta$ ". La gamme tout β consiste en des cycles de forgeage au dessus du transus β , là où le matériau est le plus ductile. Mais cette gamme est mal adaptée pour notre composant car elle engendre un pourcentage d'allongement à la rupture $A\%$ trop faible. De plus cette gamme de transformation en β n'est pas adaptée aux pièces massives car le refroidissement après le forgeage n'est pas assez rapide. Ceci engendre la formation de phase alpha primaire α_p aux joints de grain, sous la forme de liserés continus, ce qui diminue l'allongement à la rupture $\%A$ à environ 2%. La gamme d'élaboration $\alpha + \beta$, comportant un forgeage dans le domaine β , puis une transformation dans le domaine α/β , est donc utilisée, sous réserve d'appliquer d'une déformation suffisante pour respecter un allongement à

la rupture $A\% \geq 6\%$ [18], [19].

Le type de microstructure obtenu sur l'alliage de nuance Ti-10V-2Fe-3Al avec une telle gamme de fabrication doit ainsi correspondre à celui normalisé dans le document ASNA6117 [20], c'est-à-dire une microstructure équiaxe correspondant à la figure 1.4, composée de nœuds de phase alpha primaire α_p (en clair sur la figure 1.4) et d'une "matrice" composée de phase bêta β stabilisée par la précipitation de phase alpha secondaire α_{sec} (en gris sur la figure 1.4).

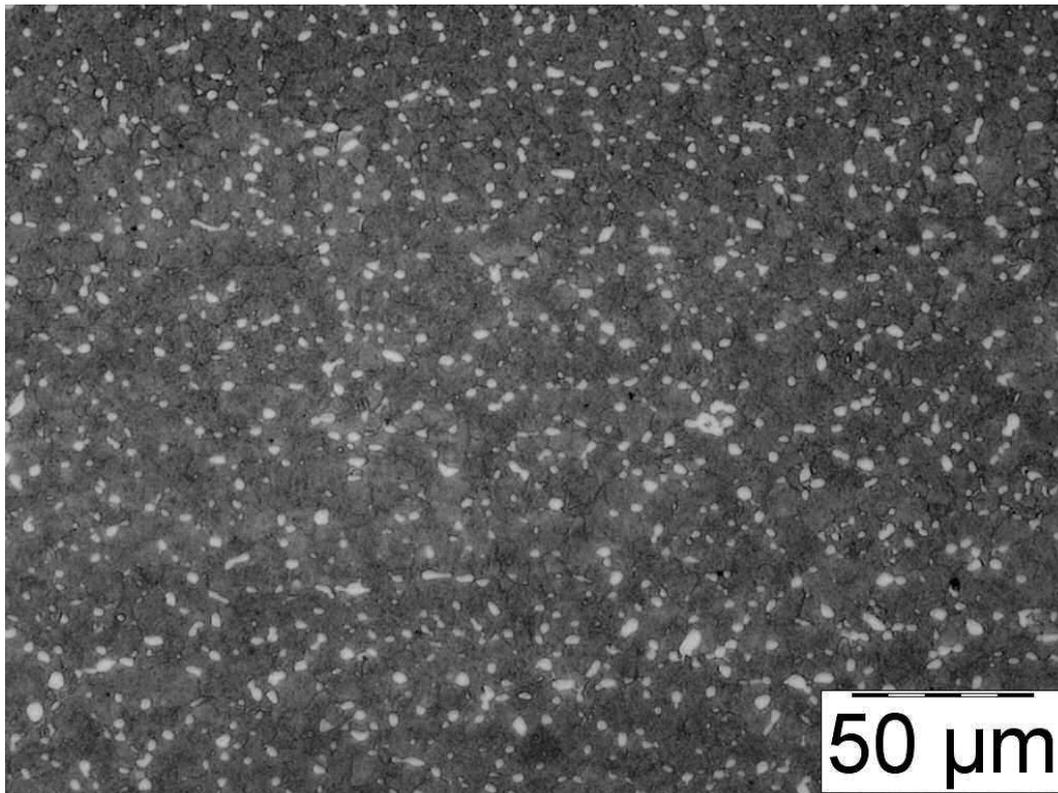


FIGURE 1.4 – Microstructure équiaxe du Ti-10V-2Fe-3Al

Cette microstructure peut évoluer lorsqu'on fait varier les éléments suivants [15, 21, 22, 23] :

- le taux de phase α : varie en fonction de la température de mise en solution ;
- la morphologie de la phase α : évolue avec la vitesse de trempe et le taux de corroyage ;
- la taille des grains de la phase α ou β : varie avec la température et le temps de maintien au cours des traitements thermiques.

Enfin, sur l'ensemble des alliages de titane et en fonction des traitements thermiques ou mécaniques et des éléments d'addition, d'autres phases pourront apparaître [4, 24, 15, 25, 26, 27, 28, 29]. Elles ont été résumées dans le tableau 1.1. D'après la gamme utilisée pour le composant en Ti-10V-2Fe-3Al que nous allons étudier, ces phases ne sont pas présentes à l'état final dans notre matériau.

Il est donc indispensable de parfaitement maîtriser les gammes d'élaboration des alliages de titane β -métastables tels que le Ti-10V-2Fe-3Al, car ces alliages sont très sensibles aux

Structure cristalline	Phase	Notation	Caractéristiques et domaine d'existence
Hexagonale	alpha primaire	α_p (ou α_I)	Groupe d'espace $P6_3/mmm$. Phase intergranulaire d'équilibre issue d'une mise en solution dans le domaine $\alpha + \beta$
	alpha secondaire	α_{sec} (ou α_{II})	Phase intragranulaire issue de la transformation de β_m au revenu.
	alpha prime	α'	Martensite aciculaire. Même composition que β_m dont elle est issue par trempe (transformation non diffusionnelle).
	omega athermique	ω_{ath}	Groupe d'espace $P6_3/mmm$. Apparaît au cours des trempes rapides depuis le domaine β . Catalyse la formation de ω_{iso} au revenu.
	alpha 2	α_2	Composé intermétallique de type Ti_3Al ($P6_3/mmm$). Apparaît lors d'un maintien prolongé entre 450°C et 700°C si $Al\%m \geq 7$. Très durcissante et fragilisante.
Cubique centrée	bêta	β	Phase stable à haute température, de groupe d'espace $Im3m$.
	bêta métastable	β_m	Phase instable qui se transforme totalement ou partiellement en martensite α'' , ou en produits de décomposition eutectoïdes par apport d'énergie thermique ou mécanique.
Orthorhombique	alpha seconde	α''	Groupe d'espace $Pmma$. Martensite précipitant sous contraintes dans la phase β_m lors d'un refroidissement très rapide. Diminue la limite de rupture en traction.
Cubique Faces Centrées	gamma	γ	Composé intermétallique $TiAl$ ($L1_0$).

TABLE 1.1 – Phases pouvant apparaître dans les alliages de titane biphasés [25, 30]

traitements thermo-mécaniques, et la microstructure obtenue va largement influencer les propriétés mécaniques de la pièce élaborée [31, 10, 32]. De façon générale, comme pour l'ensemble des matériaux, des spécifications existent et doivent être respectées par les élaborateurs [33]. Les propriétés mécaniques sont ensuite contrôlées à travers divers essais mécaniques, notamment des essais en fatigue. La distribution des contraintes résiduelles dans les pièces doivent aussi être contrôlées. Pour cela, la diffraction des rayons X est utilisée. Mais la diffraction des rayons X ne permet d'analyser les contraintes que dans une phase cristallite. Dans le cas d'un polycristal biphasé tel que l'alliage de titane Ti-10V-2Fe-3Al, on n'analyse donc les phases α et β que séparément. De plus, le volume analysé est faible devant le volume total de la pièce mécanique dont on veut connaître le comportement. Un modèle mécanique de transition d'échelle sera donc nécessaire pour faire le lien entre les analyses locales en diffraction des rayons X et le comportement global macroscopique de la pièce.

Chapitre 2

Approche mécanique des polycristaux

2.1 Introduction

Les mécaniciens souhaitent connaître les contraintes macroscopiques du matériau. La diffraction des rayons X (DRX) offre un moyen rapide, non destructif, pour accéder à ces contraintes. Un faisceau de rayons X est envoyé sur l'échantillon et diffracte selon des angles propres au matériau analysé. Le principe de l'analyse des contraintes se base sur la mesure du déplacement d'un pic de diffraction du matériau contraint. Ce déplacement varie en fonction des contraintes. Un matériau métallique est défini par un assemblage cristallin. Il peut être constitué d'un seul et unique cristal (monocristal), ou d'une multitude de petits cristaux de taille et d'orientation variées (polycristal). Ces cristaux peuvent être de structures cristallines différentes, l'ensemble des cristaux de même structure constituant une phase cristalline. Dans le cas du Ti-10V-2Fe-3Al, deux phases sont présentes : la phase α de structure hexagonale et la phase β de structure cubique centrée.

Or, la DRX ne permet d'atteindre que localement les contraintes. En effet, le volume analysé en DRX (environ $2 \times 2 \text{ mm}^2$ sur une profondeur inférieure à $10 \mu\text{m}$ en moyenne dans le titane) est très petit par rapport au volume de la pièce forgée de notre étude. De plus, la DRX ne donne accès qu'aux pseudo-macrocontraintes, c'est-à-dire aux macrocontraintes moyennées dans une seule phase du matériau polyphasé, en sachant que cette phase est aussi fragmentée en plusieurs grains et en plusieurs domaines cohérents de diffraction. Afin de décrire le comportement mécanique global de la pièce analysée, il est donc nécessaire, dans un premier temps, d'analyser ces pseudo-macrocontraintes dans chacune des phases du matériau. Puis, dans un deuxième temps, il faut déterminer si ces pseudo-macrocontraintes permettent de décrire correctement l'état mécanique macroscopique. Pour cela, on utilise un modèle micromécanique qui va permettre de relier le comportement du matériau à l'échelle microscopique et celui de l'échelle macroscopique. La difficulté qui se pose est de définir un volume élémentaire représentatif de l'échelle microscopique et du cristallite auquel il appartient.

2.2 L'échelle de départ

Afin de calculer les contraintes macroscopiques du matériau à partir des contraintes d'une phase, une modélisation micromécanique doit être utilisée, issue de la mécanique des milieux hétérogènes. Pour comprendre et vérifier si cette dernière est applicable en diffraction des

rayons X, on définit tout d'abord un **domaine cohérent de diffraction** (DCD).

Un DCD correspond à la partie d'un cristallite qui est favorablement orienté selon la loi de Bragg pour diffracter sous un faisceau de rayons X. Afin de pouvoir appliquer les lois de la mécanique classique, il faut que le comportement mécanique de chaque DCD soit représentatif du comportement moyen du cristallite auquel il appartient [34, 35]. Cela suppose donc que les champs de contraintes et des déformations à l'intérieur du cristallite soient homogènes.

Lors d'une analyse en diffraction des rayons X, dans une direction et pour une longueur d'onde donnée, seuls les volumes cristallins des DCD favorablement orientés selon les conditions de Laue vont engendrer un pic de diffraction. Ce pic sera lui-même constitué de pics de diffraction élémentaires, qui sont le résultat des contributions de plusieurs DCD inclus dans le volume analysé. La figure 2.1 représente schématiquement un pic de diffraction dans le cas d'un matériau biphasé [34, 36, 37].

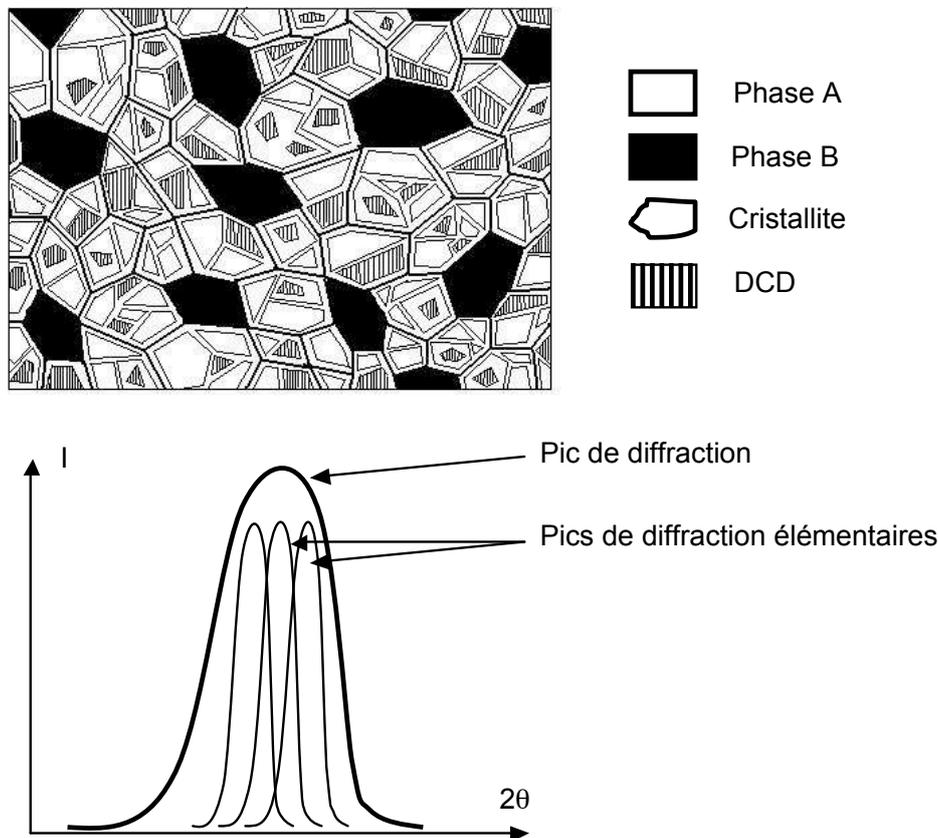


FIGURE 2.1 – Représentations d'un domaine cohérent de diffraction (DCD) et d'un pic de diffraction [38], [34].

Il est nécessaire de définir aussi les **volumes élémentaires pour la mécanique** (VEM), qui correspondent à des volumes pour lesquels les équations de compatibilité mécanique sont vérifiées, c'est-à-dire un volume supposé sans discontinuité mécanique (telle qu'un plan de glissement, un précipité continu ou discontinu, etc). Or, les frontières de ces VEM vont constituer des défauts en diffraction des rayons X. Un DCD est par définition inclus dans un VEM (voir schéma 2.1).

Si un DCD est choisi comme VEM de départ, on fait l'hypothèse que le comportement mécanique de chaque DCD est représentatif du comportement mécanique moyen du cristallite auquel il appartient. On suppose donc que les contraintes et les déformations à l'intérieur du cristallite sont homogènes [34, 39].

2.3 Origine des contraintes

Dans les matériaux polyphasés, les structures cristallines des phases sont généralement différentes, ce qui conduit à l'existence d'un champ de déformation local. En effet, les différents constituants d'un matériau polyphasé ont des caractéristiques mécaniques propres, ce qui entraîne une hétérogénéité mécanique et donc l'apparition de contraintes résiduelles. Celles-ci sont issues des incompatibilités des déformations plastiques entre les cristallites. On ne peut donc plus définir les caractéristiques mécaniques (E , ν , ...) ou l'état mécanique (σ , ϵ) du matériau sans faire référence à un volume de matière.

Pour l'analyse mécanique de la pièce, les mécaniciens prennent en compte les contraintes résiduelles globales **macroscopiques**. Ce sont les contraintes qui s'équilibrent sur la pièce, considérées comme homogènes. Ces caractéristiques mécaniques macroscopiques seront la moyenne des caractéristiques mécaniques de chaque constituant du matériau.

Dans un matériau polyphasé, on ne peut pas accéder directement à ces contraintes macroscopiques. La diffraction des rayons X va permettre d'accéder aux contraintes d'une phase particulière. Il faut donc utiliser une modélisation micromécanique qui permettra de calculer les contraintes macroscopiques à partir de celles d'une phase. Pour une phase, on parlera alors de contraintes **pseudo-macroscopiques** (ou pseudo-macrocontraintes). Celles-ci vont être différentes des contraintes globales pour plusieurs raisons :

- l'hétérogénéité élastique entre les phases conduit à une localisation des contraintes macroscopiques.
- chaque grain du polycristal est contraint de façon différente à cause des désorientations cristallines entre les grains, et des glissements plastiques. Des contraintes résiduelles locales sont alors engendrées par ces déformations libres de contraintes qui sont incompatibles avec les différentes phases du matériau.
- au sein même d'un grain du polycristal, des sources de discontinuité (dislocations, sous-grains, empilements...) créent des champs de contraintes très variables sur une échelle de 1nm à quelques μm .

L'extension de la méthode radiocristallographique de mesure des contraintes au cas des matériaux polyphasés ne peut être faite que lorsque le solide possède des propriétés mécaniques quasi-isotropes, c'est-à-dire une répartition homogène des phases et une orientation aléatoire des cristallites. Les déformations $\epsilon_{\Phi\Psi}$ du réseau vont être étudiées à partir de la détermination de la position du pic de diffraction de la famille de plans $\{hkl\}$ de l'une des phases de l'agrégat polycristallin.

2.4 Echelles d'observation

Les matériaux métalliques présentent un caractère hétérogène polycristallin dont les contraintes et déformations internes dépendent de l'historique de chargement [40]. L'état final

du champ de contraintes et de déformation peut alors être décrit selon 3 échelles : macroscopique, mésoscopique et microscopique [41] (figure 2.2).

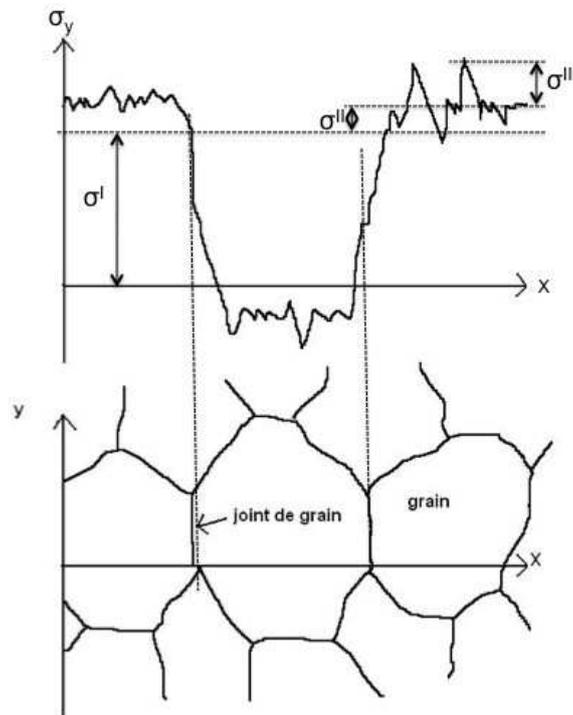


FIGURE 2.2 – Schématisation des 3 ordres de contraintes.

Macroscopiquement, certaines zones d'une même pièce peuvent atteindre localement un état de contraintes de grande intensité. Ces états apparaissent sous sollicitations mécaniques particulières, comme le grenailage. Ces macrocontraintes du 1^{er} ordre (σ^I , figure 2.2) sont homogènes sur un grand nombre de domaines du matériau (plusieurs grains, donc une échelle de quelques dixièmes de millimètres à quelques millimètres). Elles correspondent à la moyenne des contraintes d'ordre II.

A une échelle mésoscopique, on rencontre les microcontraintes homogènes d'ordre II (σ^{II} , figure 2.2) dues la structure granulaire du polycristal. A cause des désorientations cristallines entre les grains et du glissement plastique, la déformation plastique est incompatible de grain à grain et responsable de contraintes internes ([38]). Les contraintes résiduelles du 2^{eme} ordre seront alors considérées comme homogènes seulement sur des petits domaines du matériau, c'est-à-dire un grain ou une phase (quelques microns). Elles moyennent les contraintes d'ordre III.

Enfin, à l'échelle microscopique, on trouve des microcontraintes hétérogènes d'ordre III (σ^{III} , figure 2.2) : la déformation plastique n'est plus uniforme au sein même d'un grain. il existe en effet des discontinuités microscopiques comme les bandes de glissement, les atomes de substitution, lacunes ou même des précipités. Celles-ci vont engendrer des champs de contraintes très variables localement (à l'échelle atomique).

Quelle que soit l'échelle à laquelle on considère le matériau, on peut donc mettre en évidence des contraintes résiduelles ayant pour origine des déformations élastiques et plastiques

assurant la continuité du matériau. Or, dans le cas d'un polycristal multiphasé, le matériau n'est plus continu car il peut exister des anisotropies élastiques entre les cristallites et des interactions entre ces cristallites. Le comportement plastique du volume discontinu que constitue une phase est donc en général différent de celui d'un matériau monophasé de même nature [35]. L'analyse des pics et des distances interréticulaires peut donc devenir complexe suivant l'état mécanique du polycristal.

2.5 Homogénéisation du comportement microscopique et macroscopique d'un matériau polyphasé

2.5.1 Choix du modèle

Les modèles d'homogénéisation sont issus de la mécanique des matériaux hétérogènes. Les modèles classiques tels que ceux de Voigt [42] et Reuss [43] relient, dans le domaine élastique, les grandeurs macroscopiques aux grandeurs locales par l'intermédiaire d'un tenseur de localisation. Pour cela, ces modèles font l'hypothèse de l'uniformité des contraintes ou des déformations. Ils utilisent une description statistique du matériau, en intégrant généralement aux calculs les fonctions de distribution et la taille des cristallites [34]. Mais ces modèles aboutissent à une description incomplète du comportement macroscopique dans le cas d'un matériau complexe comme un polycristal multiphasé. Il faut alors compléter ces modèles par des hypothèses qui les adapteront au matériau complexe étudié.

Les modèles autocohérents amènent des hypothèses supplémentaires et permettent d'estimer l'état de contrainte d'un cristallite subissant une déformation plastique différente de la déformation macroscopique.

Ces modèles sont décrits brièvement ci-dessous [44, 39, 34, 45]. Toutefois, pour être applicable, ce type de modèle doit respecter les hypothèses de calcul suivantes :

- Les orientations des cristallites doivent être aléatoires, ce qui implique l'isotropie à la fois cristalline et morphologique ;
- La distribution spatiale des cristallites doit être aussi aléatoire ;
- Les interactions plastiques entre domaines diffractant voisins sont inexistantes, sinon le schéma d'inclusion de la matrice infinie est inapplicable. D'après Berveiller et Zaoui [46], il faut donc que la distance intersites soit supérieure à 2,5 fois le diamètre des sites ;
- Enfin, le volume des interfaces entre les DCD doit être très petit devant le volume de l'agrégat considéré.

2.5.1.1 Modèles classiques :

- *Modèle de Voigt :*

Le modèle de Voigt [42] suppose l'uniformité des déformations dans le matériau ; alors les déformations moyennes $\hat{\underline{\epsilon}}$ sont égales aux déformations locales dans l'inclusion $\underline{\epsilon}_I$:

$$\hat{\underline{\epsilon}} = \underline{\epsilon}_I \quad (2.1)$$

Dans le cas d'un matériau polyphasé, les déformations moyennes et les déformations dans les différentes phases ϕ_i sont identiques :

$$\widehat{\underline{\epsilon}} = \underline{\epsilon}_{\phi_I} \quad (2.2)$$

- Modèle de Reuss :

Le modèle de Reuss [43] suppose l'uniformité des contraintes dans le matériau, c'est-à-dire l'égalité des contraintes moyennes $\widehat{\underline{\sigma}}$ et des contraintes locales dans l'inclusion $\underline{\sigma}_I$:

$$\widehat{\underline{\sigma}} = \underline{\sigma}_I \quad (2.3)$$

(2.3) équivaut à :

$$\underline{C} \widehat{\underline{\epsilon}} = \underline{C}_I \underline{\epsilon}_I^e \quad (2.4)$$

où le tenseur des modules d'élasticité est noté $\widehat{\underline{C}}$ pour la matrice et \underline{C}_I pour l'hétérogénéité. Donc :

$$\underline{\epsilon}_I^e = \underline{C}_I^{-1} \underline{C} \widehat{\underline{\epsilon}} \quad (2.5)$$

2.5.1.2 Modèles autocohérents

Dans les modèles autocohérents, la transition entre l'échelle macroscopique et l'échelle microscopique fait l'hypothèse de l'existence d'un tenseur de localisation qui relie les macrodéformations \mathbb{E} aux microdéformations ϵ_{ϕ_I} . A l'échelle macroscopique, le matériau réel polycristallin est approximé par un matériau fictif homogène équivalent mécaniquement. De cette façon les champs de contraintes et de déformations dans les structures du niveau macroscopique sont les mêmes que dans les structures réelles qui ont été homogénéisées. Généralement on utilise le modèle autocohérent de type Kröner-Eschelby, utilisant le modèle de l'inclusion dans une matrice infinie homogène. Ces modèles sont fréquemment appliqués aux alliages métalliques multiphasés complexes tels que les aciers austénitiques ou nitrurés.

Un modèle d'homogénéisation se développe en 3 grandes étapes :

- Définition des constituants mécaniques : on définit les plus petits éléments (VEM) dans lesquels le comportement mécanique sera homogène ;
- Localisation des grandeurs mécaniques : modélisation des contraintes internes et des hétérogénéités d'une phase par rapport à l'autre ;
- Homogénéisation : la moyenne des grandeurs locales doit correspondre aux grandeurs macroscopiques.

La figure 2.3 ci-dessous schématise les grandes étapes du modèle d'homogénéisation.

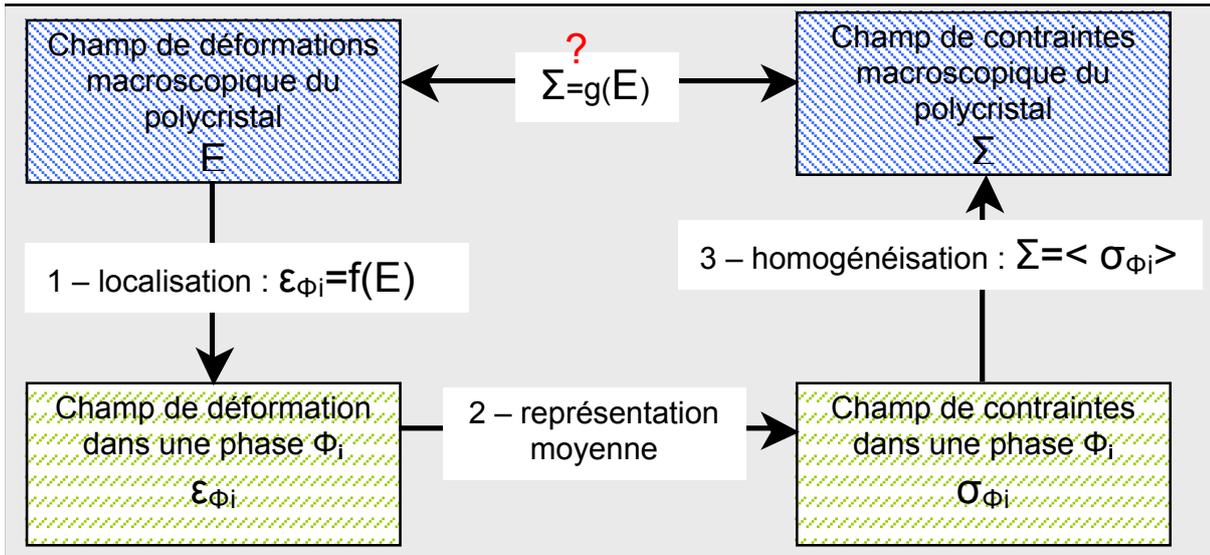


FIGURE 2.3 – Représentation schématique du modèle d'homogénéisation [47].

- Inclusion hétérogène soumise à un champ de contraintes :

Soit une inclusion ellipsoïdale homogène de même géométrie qu'une hétérogénéité, possédant une déformation libre ϵ_I^{l*} qui crée les mêmes perturbations que l'hétérogénéité dans une matrice chargée à l'infini (figure 2.4). Il faut déterminer quelles sont les perturbations des champs d'élasticité de déplacements, de déformations et de contraintes, dus à la présence de l'hétérogénéité, lorsque la matrice est sollicitée uniformément à l'infini.

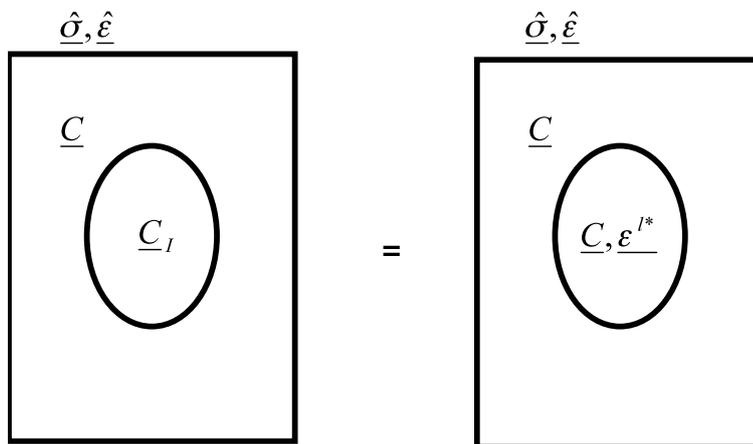


FIGURE 2.4 – Modèle autocohérent : inclusion soumise à un champ de contraintes [44].

On note $\hat{E}, \hat{\nu}$ les constantes d'élasticité de la matrice et $\hat{E}_I, \hat{\nu}_I$ celles de l'hétérogénéité. Le tenseur des modules d'élasticité est noté \hat{C} pour la matrice et \hat{C}_I pour l'hétérogénéité. La sollicitation uniforme à l'infini de la matrice est notée $\hat{\sigma}$ pour les contraintes et $\hat{\epsilon}$ pour les déformations.

Alors, dans l'inclusion, on peut relier les contraintes σ_I et la déformation élastique ϵ_I^e de l'inclusion à la déformation élastique moyenne $\hat{\epsilon}^e$, par les relations suivantes :

$$\underline{\sigma}_I = \underline{C} \left(\underline{\epsilon}_I^e - \underline{\epsilon}_I^{l*} \right) = \underline{C}_I \underline{\epsilon}_I^e \quad (2.6)$$

$$\underline{\epsilon}_I^e = \widehat{\underline{\epsilon}}^e + \underline{W}^{-1} \underline{\epsilon}_I^{l*} \quad (2.7)$$

$$\underline{\epsilon}_I^e = \left(\underline{I} + \underline{U}_I \right) \widehat{\underline{\epsilon}}^e \quad (2.8)$$

où \underline{U}_I est le tenseur de polarisation défini par la relation 2.9 :

$$\underline{U}_I = \left[\underline{E} \left(\underline{C}_I - \underline{C} \right) + \underline{I} \right]^{-1} - \underline{I} \quad (2.9)$$

\underline{E} est le tenseur de Green modifié et \underline{W}^{-1} est le tenseur d'Eshelby défini par $\underline{W}^{-1} = \underline{E} \underline{C}$.

- Inclusion hétérogène soumise à des déformations libres de contraintes :

Supposons une hétérogénéité identique à celle du paragraphe précédent, soumise à une déformation libre de toute contrainte extérieure (figure 2.5). L'hétérogénéité est remplacée par une inclusion de mêmes caractéristiques élastiques que la matrice, de déformation libre fictive $\underline{\epsilon}_I^{l*}$. Alors les relations suivantes sont obtenues :

$$\underline{\epsilon}_I = \widehat{\underline{\epsilon}}^I + \underline{W}^{-1} \left(\underline{\epsilon}_I^{l*} - \widehat{\underline{\epsilon}}^I \right) \quad (2.10)$$

$$\underline{\sigma}_I = \underline{C}_I \left(\underline{\epsilon}_I - \underline{\epsilon}_I^l \right) = \underline{C} \left(\underline{\epsilon}_I - \underline{\epsilon}_I^{l*} \right) \quad (2.11)$$

Les déformations dans l'inclusion sont donc données par la relation 2.12 suivante :

$$\underline{\epsilon}_I = \left(\underline{I} + \underline{U}_I \right) \left[\underline{E} \underline{C}_I \underline{\epsilon}_I^l + \left(\underline{I} - \underline{W}^{-1} \right) \widehat{\underline{\epsilon}}^I \right] \quad (2.12)$$

Or, $\underline{\epsilon}_I = \underline{\epsilon}_I^e + \underline{\epsilon}_I^l$, d'où :

$$\underline{\epsilon}_I^e = \left(\underline{I} + \underline{U}_I \right) \left(\underline{I} - \underline{W}^{-1} \right) \left(\widehat{\underline{\epsilon}}^I - \underline{\epsilon}_I^l \right) \quad (2.13)$$

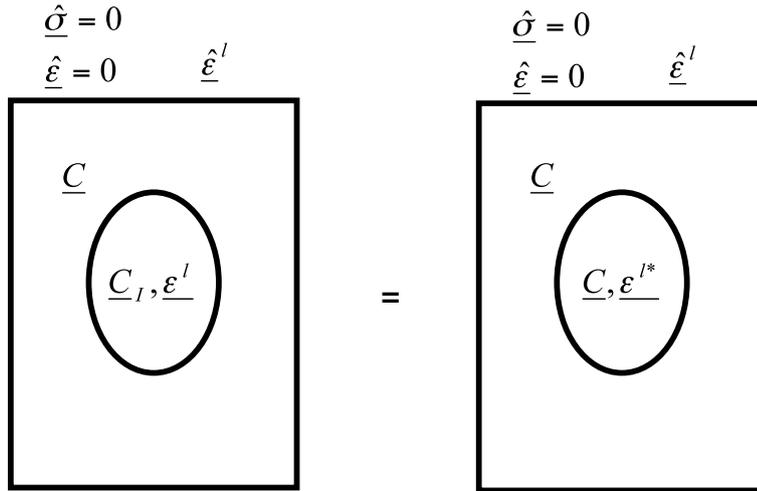


FIGURE 2.5 – Modèle autocohérent : inclusion soumise à des déformations libres de contraintes [44]

- Généralisation aux chargements réels :

Un modèle autocohérent applicable à un chargement réel doit prendre en compte les déformations compatibles et les déformations incompatibles dans l'inclusion. Les déformations compatibles correspondent aux déformations élastiques. Les déformations incompatibles sont les déformations libres de contraintes extérieures. C'est par exemple le cas des déformations plastiques.

Les déformations élastiques $\underline{\epsilon}_I^e$ sont reliées aux contraintes par la loi de Hooke. Dans l'inclusion et dans la matrice les relations suivantes existent :

$$\underline{\epsilon}_I = \underline{\epsilon}_I^e + \underline{\epsilon}_I^l \tag{2.14}$$

$$\underline{\hat{\epsilon}} = \underline{\hat{\epsilon}}^e + \underline{\hat{\epsilon}}^l \tag{2.15}$$

Alors grâce aux relations précédentes, on peut écrire la relation liant les déformations élastiques de l'inclusion aux déformations élastiques de la matrice et aux déformations libres de contraintes de la matrice et de l'inclusion (équation 2.16).

$$\underline{\epsilon}_I^e = (\underline{\mathbb{I}} + \underline{\mathbb{U}}_I) \underline{\hat{\epsilon}}^e + (\underline{\mathbb{I}} + \underline{\mathbb{U}}_I) (\underline{\mathbb{I}} - \underline{\mathbb{W}}^{-1}) (\underline{\hat{\epsilon}}^l - \underline{\epsilon}_I^l) \tag{2.16}$$

Chapitre 3

Techniques diffractométriques

3.1 La diffraction des rayons X - Notions

3.1.1 Approche géométrique

La diffraction des rayons X a pour origine un phénomène de diffusion cohérente des photons X du faisceau incident [48]. Chaque atome du matériau est excité par des photons X et diffuse une onde cohérente. Des interférences se produisent alors entre ces ondes. En raison de la périodicité des atomes de la maille cristalline, il se produit alors une diffusion intense dans des directions discrètes (figure 3.1). Les pics de diffraction sont l'observation des figures d'interférence (cônes de diffraction) des photons X secondaires diffusés par les atomes de la maille par le détecteur.

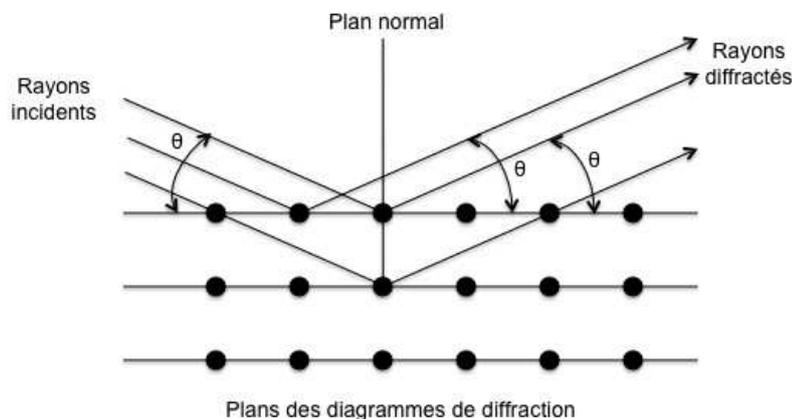


FIGURE 3.1 – Diffraction des rayons X sur un cristal d'après la loi de Bragg

En général, on assimile un matériau métallique à un polycristal, où chaque cristal est constitué d'un empilement régulier d'atomes. Cet empilement est décrit par une famille de plans cristallins $\{hkl\}$, les plans d'une même famille étant séparés d'une distance d_{hkl} appelée distance interréticulaire. Cette distance est du même ordre de grandeur que les longueurs d'onde des rayons X utilisés, c'est-à-dire de l'ordre de 10^{-10} m, ce qui rend possible le phénomène de diffraction sur les matériaux métalliques. Toutefois, il n'y a diffraction que pour certaines ondes, celles qui vérifient la loi de Bragg :

$$2.d.\sin\theta = n.\lambda \quad (3.1)$$

où

- n est l'ordre de diffraction ($n \in \mathbb{N}$);
- λ est la longueur d'onde du rayonnement;
- θ est l'angle de réflexion, demi-angle de diffraction.

En combinant la loi de Bragg aux équations reliant la distance interréticulaire d'un cristal aux indices de Miller h,k,l , il est possible de connaître les angles pour lesquels les plans $\{hkl\}$ diffractent, pour une longueur d'onde et des paramètres de maille donnés. Les directions de diffraction vont donc dépendre de la structure et de la taille des mailles élémentaires. L'intensité de diffraction va par contre dépendre seulement de la nature du rayonnement et des positions des atomes dans la maille élémentaire. L'annexe B page 123 décompose les facteurs qui entrent en jeu dans le calcul de l'intensité diffractée.

3.1.2 Définition de la largeur de pic

Lorsqu'un spectre monochromatique de rayons X balaye une surface diffractante, une famille de plans favorablement orientés diffracte, selon la loi de Bragg définie précédemment. L'intensité diffractée peut être représentée en fonction de la position angulaire 2θ du détecteur, par un pic de diffraction, dont la position 2θ est représentative du cristal analysé (figure 3.2). On définit la hauteur maximale du pic par son intensité maximale I_{max} . Ce pic de diffraction peut être perturbé par un bruit de fond (B_f) issu de la fluorescence X émise par l'échantillon, par la diffusion incohérente ou encore par la diffusion des systèmes optiques, des supports de l'échantillon, de l'air, etc.). La hauteur nette du pic d'intensité I_{nette} est définie alors par la différence entre I_{max} et B_f , pour la position 2θ correspondant à I_{max} .

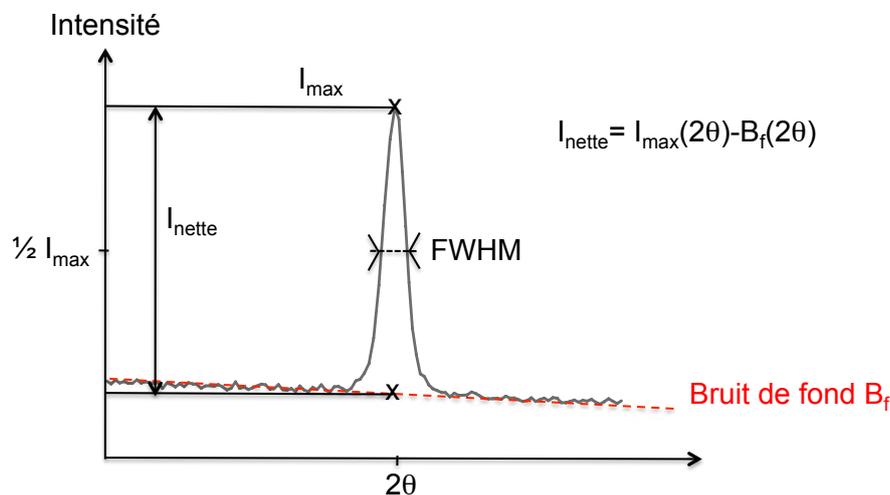


FIGURE 3.2 – Représentation de l'intensité diffractée en fonction de la position 2θ du détecteur; grandeurs associées au pic de diffraction.

Pour quantifier la largeur du pic de diffraction, deux grandeurs sont généralement utilisées : la largeur à mi-hauteur, définie par FWHM (Full Width Half Maximum), et la largeur intégrale (LI). La première (FWHM) correspond à la largeur en degré du segment qui intercepte la raie à la moitié de sa hauteur nette ($\frac{1}{2}I_{max}$) (figure 3.2). La largeur intégrale représente la surface sous le pic, pondérée par son intensité nette.

3.2 L'analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X

3.2.1 Cas général : contraintes biaxiales dans un matériau monphasé

L'analyse des contraintes par diffraction des rayons X se base sur la mesure de la variation de la distance interréticulaire d'une famille de plans cristallins. Cette distance varie de Δd_{hkl} en fonction des contraintes volumiques engendrées par les variations de l'espace occupé par une espèce sous l'action des espèces complémentaires présentes dans le matériau, en conditions isothermes [45]. Cela va conduire à un déplacement $\Delta\theta_{hkl}$ du pic de diffraction. Par différenciation de la loi de Bragg (équation 3.1), on connaît alors la relation fondamentale permettant de relier le déplacement du pic à la déformation normale aux plans réticulaires de la famille hkl sélectionnées (équation 3.2) :

$$\epsilon_{hkl} = -\cotan\theta_{hkl} \cdot \Delta\theta_{hkl} \quad (3.2)$$

Seule la déformation élastique mésoscopique est prise en compte dans cette équation. C'est elle qui engendre un déplacement du pic de diffraction, contrairement à la déformation plastique qui engendre un élargissement du pic de diffraction ([49]). On peut alors relier les contraintes aux déformations, en se basant sur les équations connues en mécanique des milieux continus isotropes et homogènes. La déformation $\epsilon_{hkl}^{\phi\Psi}$ mesurée pour une direction ϕ , Ψ par rapport à un référentiel rattaché à la pièce (figure 3.3, [50]) vaut alors :

$$\epsilon_{hkl}^{\phi\Psi} = \frac{1+\nu}{E} \cdot \sigma_{\Phi} \cdot \sin^2 \Psi - \frac{\nu}{E} \cdot (\sigma_1 + \sigma_2) = \frac{1}{2} S_{2,hkl} \cdot \sigma_{\Phi} \cdot \sin^2 \Psi + S_{1,hkl} \cdot (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (3.3)$$

$$\text{avec } \sigma_{\Phi} = \sigma_1 \cos^2 \Phi + \sigma_2 \sin^2 \Phi$$

Cette équation est définie comme la loi des $\sin^2 \Psi$, où $S_{1,hkl}$ et $S_{2,hkl}$ sont les constantes élastiques radiocristallographiques du matériau étudié, pour une famille de plans diffractants {hkl}. E représente le module d'Young du matériau et ν son coefficient de Poisson. La représentation graphique de $\epsilon_{\phi\Psi}$ en fonction de $\sin^2 \Psi$ est une droite de pente $\frac{1}{2} S_{2,hkl} \cdot \sigma_{\phi}$ et d'ordonnée à l'origine $S_{1,hkl} \cdot (\sigma_1 + \sigma_2)$ (figure 3.4-a).

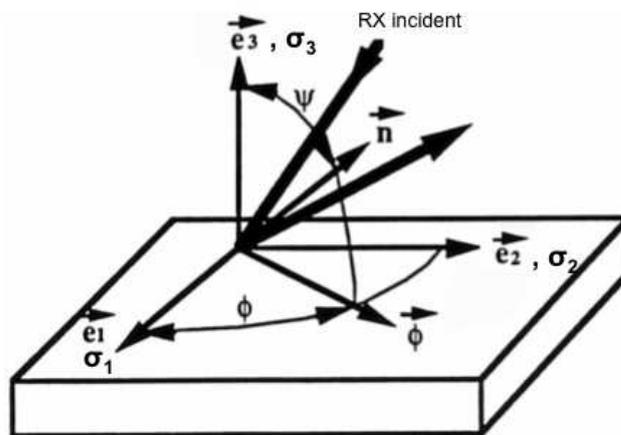


FIGURE 3.3 – Définition des angles Ψ et ϕ par rapport au référentiel rattaché à la pièce, pour la mesure de la déformation $\epsilon_{\phi\Psi}$. \vec{n} est le vecteur directeur de cette déformation

En toute rigueur, la relation 3.3 est valable si les hypothèses suivantes sont vérifiées :

- la mesure est superficielle, c'est-à-dire l'état de contrainte est supposé biaxial dans le volume irradié. Donc la composante σ_3 est considérée comme nulle.
- le matériau polycristallin est homogène (donc monphasé), continu et isotrope.
- l'état macroscopique de contraintes et de déformations est homogène dans le volume irradié.
- les déformations et contraintes sont de nature élastique.

Les limites d'application de cette méthode sont directement liées à ces hypothèses. Si elles ne sont pas toutes vérifiées, alors la représentation graphique de la loi des $\sin^2 \Psi$ n'est plus linéaire [38], [34]. Si le matériau n'est pas quasi-isotrope mais texturé, c'est-à-dire si les cristallites ne sont pas orientés de façon aléatoires, on obtient alors une courbe dite "en serpent" (figure 3.4-b). L'écart à la linéarité augmente d'autant plus que la texture est forte. Dans le cas de contraintes importantes ou d'un gradient de composition, la courbe est parabolique (figure 3.4-c). Si l'état de contrainte est triaxial, ce qui est le cas par exemple dans le cas de la rectification, le cisaillement amène une forme plus particulière des courbes, et les angles ϕ positifs et négatifs sont différenciés (figure 3.4-d). Enfin si les cristallites sont trop gros, la position de la courbe est mal définie, ce qui augmente l'incertitude de mesure (figure 3.4-e).

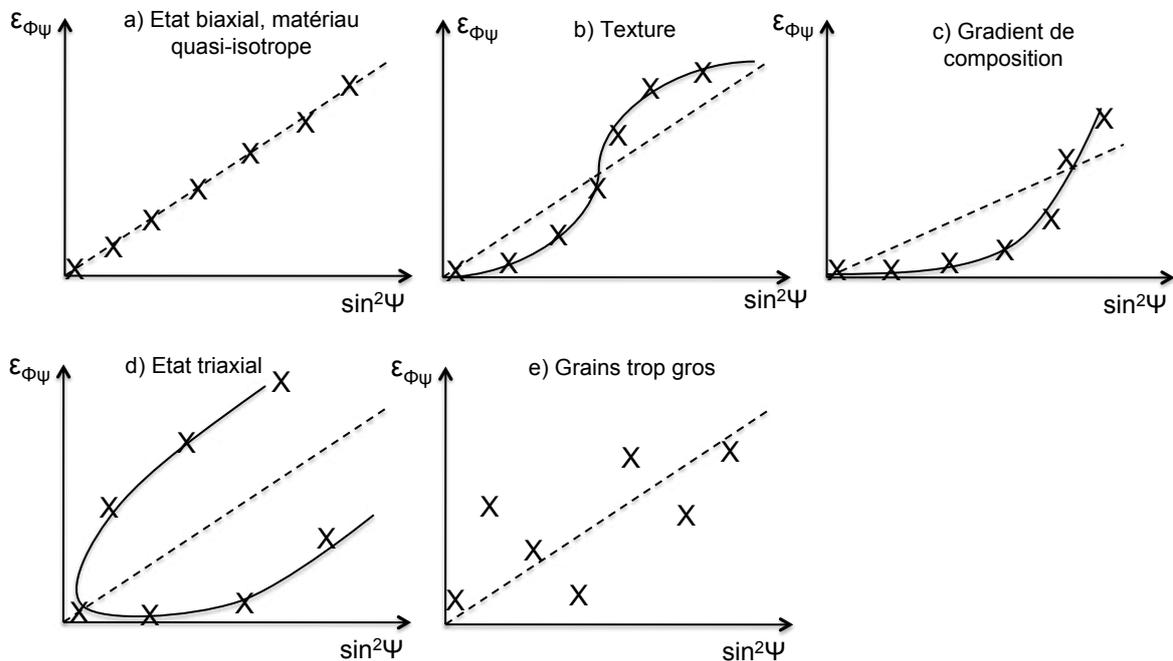


FIGURE 3.4 – Distribution de $\epsilon_{\phi\Psi}$ en fonction de $\sin^2 \Psi$ [38], [34].

La figure 3.5 montre le cas d'un aluminium grenailé, pour lequel la distance interréticulaire $d_{\phi\psi}$ des familles de plans $\{311\}$ est linéairement dépendante du $\sin^2 \psi$ [51].

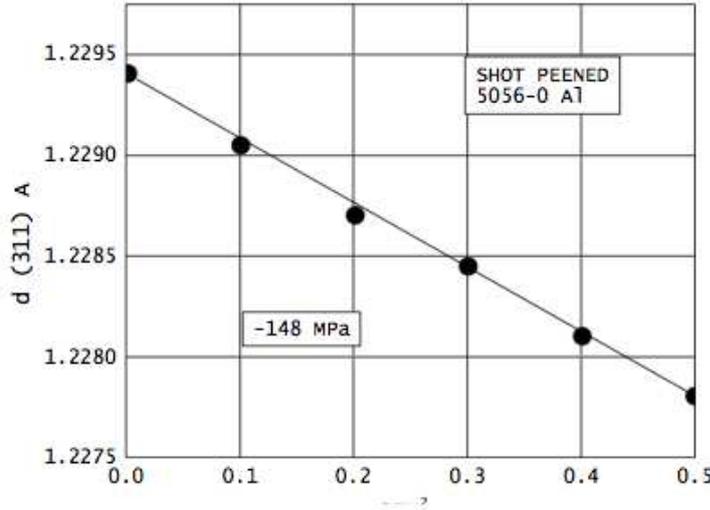


FIGURE 3.5 – Relation linéaire entre $d_{\{311\}}$ et $\sin^2 \psi$ pour un aluminium de type 5056-0 grenailé [51].

3.2.2 Contraintes dans les matériaux polyphasés

Dans le cas des matériaux polyphasés, on étudie les contraintes dans une phase cristalline. Dans la phase x_i étudiée et sans connaissance de l'état de contrainte, la relation contrainte-déformation élastique devient alors :

$$\epsilon_{hkl}^{\phi\Psi, x_i} = \frac{1}{2} S_{2,hkl}^{x_i} \cdot ((\sigma_{\phi}^{x_i} - \sigma_3^{x_i}) \cdot \sin^2 \Psi + \sigma_3^{x_i}) + S_{1,hkl}^{x_i} \cdot (\sigma_1^{x_i} + \sigma_2^{x_i} + \sigma_3^{x_i} + \epsilon^{II}) \quad (3.4)$$

où $\sigma_j^{x_i}$ sont les contraintes moyennes pseudo-macroscopiques de la phase x_i étudiée, $\sigma_{\phi}^{x_i}$ les contraintes normales de la phase x_i dans la direction (ϕ, Ψ) de mesure et $S_{1,hkl}^{x_i}, \frac{1}{2} S_{2,hkl}^{x_i}$ les constantes élastiques radiocristallographiques de la phase x_i étudiée. ϵ^{II} sont les déformations d'ordre 2.

Mais la détermination des contraintes dans une phase ne suffit pas toujours pour décrire l'ensemble du matériau. Il faut alors utiliser un modèle micromécanique qui permette ensuite de déterminer le comportement effectif élastique et plastique du matériau hétérogène ([42], [43], [52], [53], [54]). Ce type de modélisation peut être utilisé pour l'étude de notre matériau.

C'est ce modèle qui permettra de déterminer si les pseudo-macrocontraintes permettent de décrire correctement l'état mécanique macroscopique. De façon plus précise, il faut savoir établir la relation entre les contraintes macroscopiques et la différence $(\sigma_{\phi}^{x_i} - \sigma_3^{x_i})$ établie dans la relation 3.4 page 31.

3.3 Les textures cristallographiques

Les propriétés physiques, chimiques et mécaniques d'un polycristal dépendent de l'arrangement des grains mais aussi des caractéristiques (forme, taille, arrangement) des cristallites dans ces grains [55, 56, 57]. Dans un polycristal isotrope, les cristallites ont généralement

des orientations cristallines différentes les unes des autres, et aléatoires. Lorsque ces cristallites ont des orientations préférentielles voisines, alors on dit qu'il y a une **texture cristallographique**. Ces dernières trouvent leur origine dans les étapes de déformation mécanique (laminage, forgeage,...) et/ou de traitement thermique (recristallisation,...). Cette anisotropie cristalline influence les propriétés du matériau.

La connaissance de ces textures, ainsi que de la **fonction de distribution des orientations cristallographiques (FDOC)** sur chacune des phases de l'alliage, est nécessaire. En effet, le calcul des contraintes résiduelles ne peut se faire qu'en connaissant la FDOC de la phase analysée, car elle entre dans la modélisation de type Kröner-Elshelby permettant le calcul des constantes d'élasticité du matériau texturé à partir de celles du monocristal. Au cours de notre étude, nous ferons donc des analyses des textures et des FDOC sur les phases α et β . Même si notre alliage n'est pas laminé, on sait qu'il a subi des déformations importantes lors du forgeage. Il est donc probable de retrouver certaines composantes des textures que nous avons vues dans les différentes publications et qui sont décrites dans le paragraphe 3.3.2 page 35.

3.3.1 Principe d'analyse

Caractériser la texture cristallographique d'un matériau polycristallin revient à déterminer les orientations préférentielles des grains par rapport à un référentiel extérieur (OXYZ) lié au mode de mise en forme de l'échantillon. Par convention on utilise le cas d'une tôle laminée, dont l'orientation est définie par le repère (O,DL,DT,DN) avec DL direction de laminage (parallèle à OX), DT la direction transverse (parallèle à OY) et DN la direction normale (parallèle à OZ). Comme l'illustre la figure 3.6, le repère lié au cristallite diffractant est défini par un trièdre de référence (Oxyz).

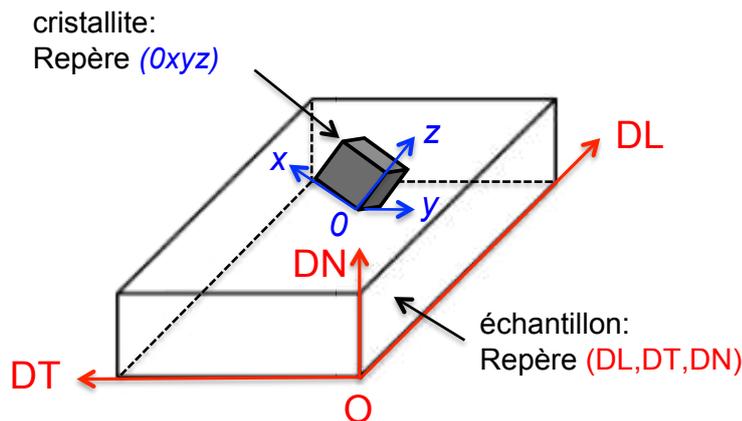


FIGURE 3.6 – Définition des repères cristallographiques liés à l'échantillon et au cristallite [55].

Dans cette étude, la pièce est forgée à partir d'un lopin et l'allongement de la matière s'observe à travers le fibrage¹. On définit donc la direction DL comme la direction parallèle à la fibre du matériau. DT et DN correspondent alors aux directions radiales autour de la fibre.

1. Le fibrage est défini ici par une anisotropie morphologique des grains du matériau, à l'échelle macroscopique.

Dans le cas d'un matériau dont la surface a été usinée, on définit DL comme la direction d'avance de l'outil, DT comme la direction perpendiculaire à DL dans le plan de la surface modifiée, et DN comme la direction normale à la surface modifiée.

Le principe de l'acquisition des textures cristallines consiste à enregistrer l'intensité diffractée par une famille de plans cristallographiques $\{hkl\}$ donnée, dans toutes les directions de l'échantillon. Ces variations, enregistrées sur un diffractomètre, sont projetées dans le plan de l'échantillon (projection stéréographique) et constituent des figures de pôles directes (FDP).

Dans une FDP, les variations de distributions des densités des pôles sont données pour l'ensemble des couples (χ, φ) , χ et φ repérant le plan cristallographique $\{hkl\}$ par rapport aux axes du référentiel échantillon (figure 3.7). Cette densité de pôles en un point (χ, φ) , à une rotation γ près, est donnée par l'équation 3.5.

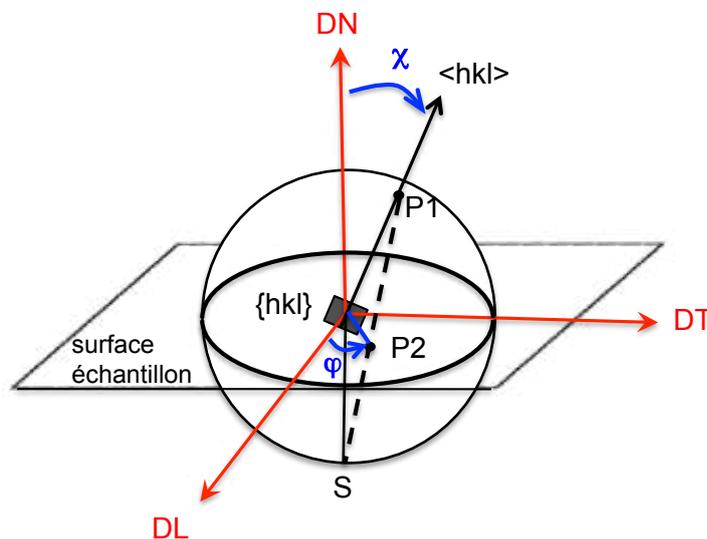


FIGURE 3.7 – Principe de la projection stéréographique et définition des angles (χ, φ) repérant le plan cristallographique $\{hkl\}$ par rapport au référentiel échantillon

$$q_{hkl}(\chi, \varphi) = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} f(g) d\gamma \quad (3.5)$$

L'acquisition de figures de pôles pour plusieurs familles de plans permet le calcul de la Fonction de Distribution des Orientations cristallines (FDOC, équation 3.6), qui donne une répartition statistique de chaque grain dans un volume du polycristal donné [55, 58] :

$$\frac{dV(g)}{V} = f(g) dg \quad (3.6)$$

où $dV(g)/V$ représente la fraction volumique des grains ayant une orientation g à dg près. Cette orientation g est définie selon un trièdre de référence lié au solide OXYZ : ce sont les angles d'Euler $(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$ qui définissent ce trièdre (figure 3.8).

La figure 3.9 présente un exemple de représentation de FDOC obtenue sur une phase α dans un alliage de titane [59].

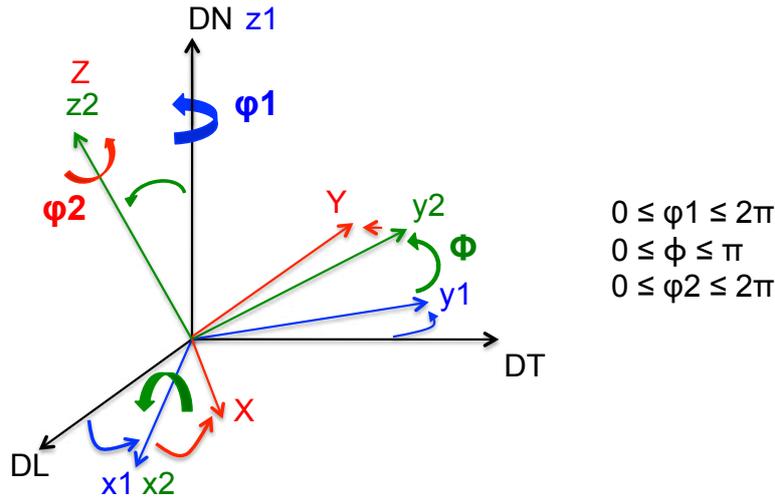


FIGURE 3.8 – Définition des angles d'Euler ($\varphi_1, \Phi, \varphi_2$) (selon la convention de Bunge) par rapport au trièdre de référence lié au cristallite Oxyz

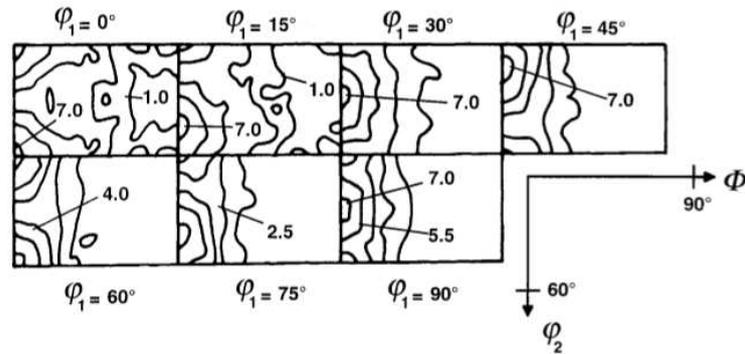


FIGURE 3.9 – Représentation d'une section bidimensionnelle à travers l'espace d'Euler avec un pas constant de 15° selon l'axe φ_1 , d'une FDOC obtenue sur la phase α d'un alliage de titane [59].

Dans ce trièdre, appelé espace d'Euler (G), les points représentent chacun une orientation cristalline $g(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$ à laquelle est associée une densité d'orientation $f(g)$. Le volume élémentaire dans l'espace d'Euler, dg , vaut :

$$dg = \frac{1}{8\pi^2} \sin\Phi d\Phi d\varphi_1 d\varphi_2 \quad (3.7)$$

Pour un polycristal texturé, la fonction de densité est normalisée en multiples de la fonction aléatoire $f_{alatoire}(g) = 1$, c'est-à-dire la fonction de densité pour un polycristal dont les cristallites sont orientés de façon aléatoire. L'unité utilisée pour $f(g)$ est le m.r.d. (multiples of the random density). Les orientations cristallographiques préférentielles (représentées par une famille de plans et une direction perpendiculaire à ces plans) $g = \{hkl\}\langle uvw \rangle$ sont alors repérées à travers les renforcements de cette FDOC. Il existe des relations de passage permettant de relier les plans cristallins $\{hkl\}\langle uvw \rangle$ aux angles ($\varphi_1, \Phi, \varphi_2$) [55, 58].

Deux paramètres sont importants dans une analyse des textures. Le premier est l'indice de texture (I). Il caractérise l'état global de la texture dans l'espace d'Euler, toutes orientations préférentielles confondues. Pour un matériau isotrope il vaut 1. Il est défini par l'équation

3.8 ci-dessous :

$$I = \frac{1}{8\pi^2} \int_G f^2(g) dg \quad (3.8)$$

Le deuxième paramètre est l'erreur relative $RP\{hkl\}$ sur le calcul de la FDOC pour chaque figure de pôles. Cette erreur relative vaut :

$$RP_{hkl} = \frac{1}{N} \left| \sum_{i=1}^N \frac{\{PF_{exp}\}_i - \{PF_{calc}\}_i}{\{PF_{exp}\}_i} \right| \cdot 100\% \quad (3.9)$$

Dans l'équation 3.9, $\{PF_{exp}\}_i$ et $\{PF_{calc}\}_i$ sont respectivement les densités de pôles expérimentales et recalculées au point i , et N est le nombre de points mesurés pour chaque figure de pôles. La moyenne des erreurs relatives sur l'ensemble des figures est donnée par l'équation 3.10 suivante :

$$RP = \frac{1}{M} \sum_{j=1}^M RP_{\{hkl\}_i} \quad (3.10)$$

3.3.2 Les textures des alliages de titane biphasés

De nombreuses études font l'état des textures présentes sur des alliages de titane ou du titane pur laminé à chaud ou à froid [59, 57, 60], recuit, forgé [61] ou au cours de la transformation cyclique $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ [62, 63]. Dans certains cas, la phase β est peu présente, et il est difficile de retrouver les textures de cette phase. Des approches originales comme celles de N.Gey et M.Humbert ont permis d'étudier les textures de cette phase à partir des textures relevées dans la phase α [64, 65], ou de séparer l'étude des textures des phases α_p et α_{sec} [66].

Nous ne présentons ici que les textures généralement relevées dans l'ensemble de ces études. Celles-ci mettent notamment en évidence les relations de Burgers qui lient les phases α et β par des relations d'épitaxie (figure 3.10). Rappelons ces relations, basées sur celles du zirconium pur : $\{110\}_\beta \parallel \{001\}_\alpha$ et $\langle 111 \rangle_\beta \parallel \langle 110 \rangle_\alpha$ ([2]). Toutefois, des études ont montré que dans certains alliages de titane, les relations d'orientations entre les phases sont légèrement différentes de celles de Burgers ([67]).

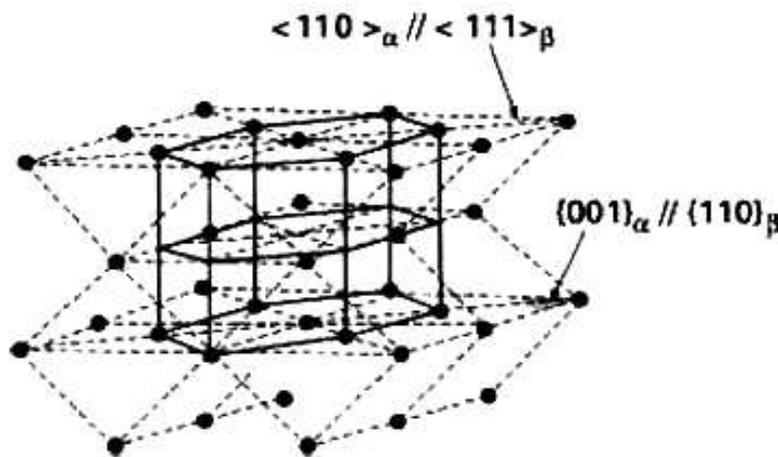


FIGURE 3.10 – Transformation allotropique $\alpha \rightarrow \beta$ du titane pur [1]

Sur le titane pur, l'alliage Ti-6Al-4V, l'alliage Ti17 et l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al, les textures relevées sont :

- **Phase α :**
 - texture PYRAMIDALE à 2 composantes :
 - *texture de laminage* $(\bar{3}05)[\bar{1}\bar{2}0]$
 - *texture de recristallisation* $(\bar{2}\bar{1}3)[0\bar{1}0]$
 - texture DE FIBRE $[\bar{1}00]//ND$ (de type $[hkl]//ND$)
 - texture BASALE $(002)[\bar{2}30]$ (type $(002)[uvw]$)
- **Phase β :**
 - texture DE FIBRE $\langle 110 \rangle //ND$ et $\langle 111 \rangle //ND$

Les textures liées à l'axe (001) par une rotation de 30° vont engendrer une anisotropie des propriétés mécaniques.

L'étude de Zilm [68] porte sur l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al trempé depuis les domaines β et $\alpha - \beta$. Les textures analysées correspondent à des textures de fibre $\langle 112 \rangle_\beta //ND$ et $\langle 210 \rangle_\alpha //ND$. Enfin, l'étude de Li sur l'alliage Ti-6Al-4V usiné montre une évolution des textures dans la proche surface usinée, par rapport aux textures cristallines du matériau de base. En effet, l'alliage en coeur montrait des textures cristallines présentes dans la phase α du type $(100)[uvw]$, $(002)[uvw]$ et $(110)[uvw]$. Avec l'usinage, la texture sur la phase α est moins marquée et les composantes $(100)[uvw]$ et $(002)[uvw]$ diminuent en intensité au profit de la composante $(101)[uvw]$. Les composantes β existant en coeur disparaissent dans la proche surface usinée.

Chapitre 4

Influence des procédés de fabrication sur la microstructure et sur les pics de diffraction

4.1 Influence des procédés de fabrication sur la microstructure

4.1.1 Forgeage

Comme nous l'avons déjà observé dans le chapitre précédent, la microstructure d'un alliage de titane est gouvernée par la gamme d'élaboration, comportant une ou plusieurs étapes de forgeage suivies de traitements thermiques. Grâce à ces gammes il est possible de maîtriser la microstructure globale de la pièce forgée. Cependant certaines disparités peuvent apparaître dans la microstructure, à cause du forgeage ou de l'usinage. En effet, le taux et la vitesse des déformations appliquées sur la pièce peuvent varier à cause de la géométrie de la pièce plus ou moins complexe.

Les pièces forgées sont, la plupart du temps, issues de lopins qui sont ensuite déformés par plusieurs étapes de forgeage et de traitements thermiques. Le matériau acquiert alors une orientation globale des grains qui est visible en observations optiques à faible échelle. C'est le fibrage macroscopique.

En plus du fibrage classique observé habituellement sur les pièces forgées, d'autres phénomènes, attribués à une mise en forme au dessus du transus β , ont pu être constatés sur d'autres alliages biphasés [69, 70, 71, 72]. Plusieurs auteurs ont en effet noté des sur-structures, appelées aussi macrozones ou macrostructures, notamment sur du TA6V ou du Ti17 [73, 74, 75], comme l'illustre la figure 4.1. D'après Delfosse ([73]), ces macrozones seraient issues de rotations intergranulaires du réseau cristallin pendant la phase de forgeage de la phase β . Une telle évolution s'expliquerait par la convergence de deux directions cristallographiques des grains, caractéristique commune aux matériaux de maille cubique centrée. De plus, selon Le Biavant ([74, 75]), ces macrozones jouent un rôle dans la réponse mécanique de l'alliage TA6V et notamment dans les premiers stades d'amorçage des fissures en fatigue. Des dispersions ont été constatées dans les résultats, attribuées aux différences de densité de sites d'amorçage en fonction de l'orientation cristallographique par rapport à l'axe de sollicitation. Cela se traduit par une différence de vitesse de coalescence. Aucun effet de ces macrozones

sur la phase de propagation n'a toutefois été constaté dans cette dernière étude.

D'autres auteurs se sont penchés sur l'étude de ces macrozones et leur influence sur les propriétés en fatigue des alliages de titane quasi-alpha (TIMETAL834, [76, 77]). Ils ont notamment montré que les grains α_p présentent de fortes textures cristallographiques, et ont tendance à avoir la même orientation au sein d'un même cluster (agrégat), malgré une seconde étape de compression pour transformer les grains lamellaires en nodules. Les colonies α_{sec} voisines des grains α_p sont supposées par ailleurs avoir la même orientation cristalline, puisque la phase α_{sec} est issue de β et que les phases β et α sont reliées par les relations de Burgers.

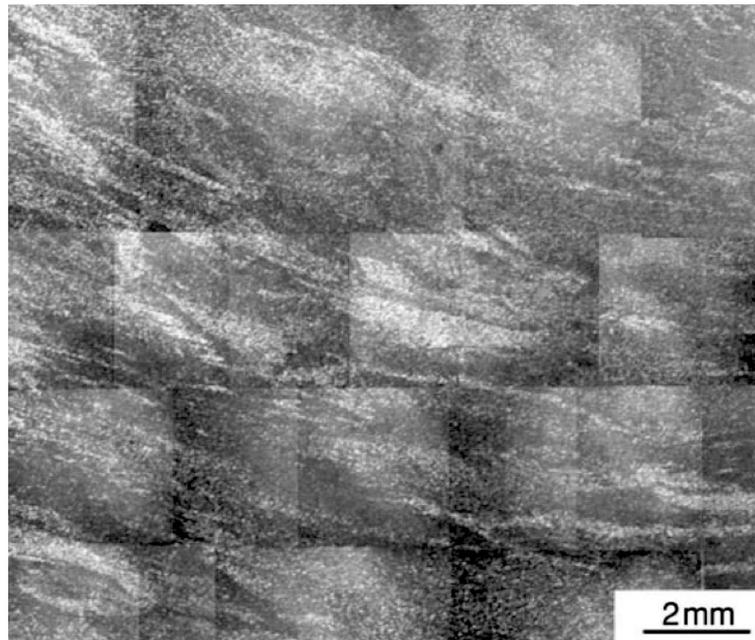


FIGURE 4.1 – Exemple de macrozones (grains millimétriques visibles ici en blanc) dans l'alliage Ti-6Al-4V [75].

4.1.2 Usinage

L'usinage consiste en des opérations de mise en forme par enlèvement de matière, destinées à donner à une pièce ses dimensions finales [78]. Les surfaces usinées doivent présenter un état de surface situé dans une fourchette de tolérance donnée (au niveau de l'écart de forme et de la rugosité). La nature de la couche de proche surface est importante car elle influence de manière essentielle les propriétés mécaniques de la pièce. On parle d'intégrité de surface. Différentes altérations de cette proche surface peuvent être en effet générées par les opérations d'usinage, comme des entailles, des déformations plastiques, des évolutions de la microdureté, des micro et macrofissuration. Ces défauts sont des zones de concentration des contraintes et sont réputées pour correspondre aux sites d'initiation des fissures [79].

L'impact de l'usinage sur la microstructure de proche surface et sur les propriétés mécaniques des alliages a déjà été étudié et nous ne rentrerons pas dans les détails techniques associés aux paramètres. Seul l'impact au niveau de la microstructure et de la microdureté sera observé.

Plusieurs références rapportent les impacts du tournage ou du fraisage sur la proche surface des alliages de titane [80, 81]. Les études de Che-Haron sur les alliages Ti-6246 et Ti-6Al-4V [82, 83] ont montré des effets de température : la chaleur générée lors des opérations peut être tellement importante qu'il y a formation d'une couche blanche en surface, dont la microdureté est généralement supérieure à celle du matériau de base. Dans cette couche de proche surface des arrachements de matière et de fortes déformations plastiques avec écoulement de la matière sont engendrés, surtout lorsqu'e l'usinage se prolonge dans le temps et qu'il y a un défaut de lubrification (exemple sur sur Ti-6Al-4V, [83], figure 4.2). Au départ de l'usinage, lorsque les outils sont neufs, aucun écoulement de matière n'a été observé. L'impact est toutefois observé sur une épaisseur inférieure à 10 μm .

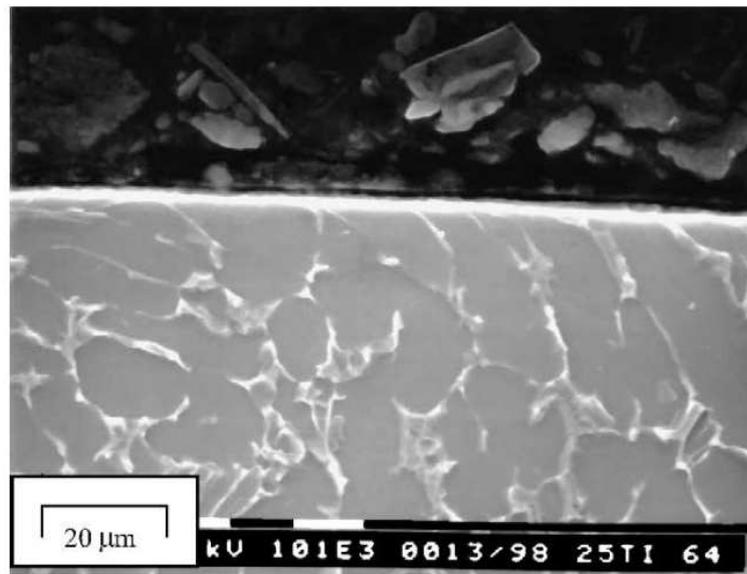


FIGURE 4.2 – Exemple d'écoulement de matière en proche surface sur l'alliage Ti-6Al-4V usiné [83].

Dans l'étude de Sun [84] sur le fraisage du Ti-6Al-4V, les analyses des microstructures ont montré que la taille de la phase β diminue sous la surface usinée par rapport au coeur de l'échantillon, et que l'usinage plastifie très fortement cette couche de proche surface. Dans cette zone, la microdureté augmente de 70% à 90% par rapport à celle du matériau de base. Cependant, aucune transformation de phase n'a été mise en évidence. Mais d'autres études reportent une transformation sans diffusion de la phase β en phase α à cause des hautes températures qui peuvent être générées par usinage sans lubrification [85, 86]. Même si avec un refroidissement approprié, la transformation reste réduite, elle a été mise en évidence par des analyses en diffraction des rayons X couplées avec des nanoindentations.

Enfin, d'autres études liées aux alliages de titane ou au titane pur montrent qu'au contraire, la microdureté de la couche blanche peut chuter en proche surface. Dans ce cas, la température locale du métal est tellement importante lors de la déformation (parfois supérieure à 850 °C), qu'elle prend le pas sur le durcissement lié à la déformation lors de l'usinage [87, 88].

Ces résultats pourront être comparés à ceux obtenus sur l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al au cours de l'étude des microstructures en fonction des conditions de forgeage ou d'usinage.

4.1.3 Traitement mécanique de surface

Pour renforcer mécaniquement la surface d'un matériau soumis à de la fatigue, le grenailage est généralement utilisé pour introduire des contraintes de compression dans la proche surface [89]. Comme pour une surface usinée, ce traitement a pour conséquence d'écrouir la surface et donc de modifier l'orientation et la morphologie des grains dans la proche surface. Cet écoulement de la matière en surface provoque des déformations plastiques de cisaillement, appelées aussi effet de martelage. Il a été mis en évidence notamment dans les travaux de Lillamand sur le Ti-6Al-4V [90, 91]. Ces modifications microstructurales peuvent aussi être mises en évidence par la variation de la microdureté par rapport à celle du matériau de base dans une couche de proche surface d'environ 20 μm de profondeur.

L'augmentation de la microdureté traduit une concentration en défauts du réseau cristallin, particulièrement les dislocations, dans la zone affectée par les modifications plastiques (issues du grenailage mais aussi de l'usinage). Ces empilements de défauts vont introduire des gradients de contraintes résiduelles et vont induire un élargissement des pics de diffraction en analyses par diffraction des rayons X. Wagner and al. ont notamment étudié cet élargissement à mi-hauteur de corde dans le cas du Ti-6Al-4V grenailé [92]. Il est donc impératif d'analyser précisément l'impact du forgeage, de l'usinage ou du forgeage sur les microstructures et d'analyser l'impact sur les contraintes résiduelles qui peuvent être introduite en proche surface par ces opérations. En effet ces contraintes et ces hétérogénéités des microstructures vont avoir un impact important sur la tenue en fatigue du matériau. Pour cela, la diffraction des rayons X est une solution bien adaptée à l'analyse des polycristaux.

4.2 Impact de la microstructure sur les pics de diffraction

La microstructure intrinsèque du matériau va jouer un rôle important sur la position, l'intensité et l'élargissement du pic de diffraction. Ces facteurs microstructuraux sont, entre autres, les variations de compositions, l'état cristallin des phases, la répartition de ces phases cristallines, les défauts de structures tels que les dislocations, ou encore la taille et la forme des grains. Leur impact sur le pic de diffraction peut être résumé par le tableau 4.1 ([50], [93]).

La largeur d'un pic de diffraction pourra être particulièrement analysée et reliée au taux de dislocations dans le volume de matière analysé. Comme nous l'avons vu auparavant, ce taux de dislocations est aussi directement relié à la microdureté du matériau. Les analyses des largeurs de pic sont donc très riches en informations et doivent être étudiées dans le cas d'un matériau fortement perturbé par des déformations plastiques telles que celles rencontrées sur un matériau usiné ou grenailé.

De plus, l'élargissement des pics de diffraction est lié à la géométrie et aux paramètres d'acquisition du pic. Si un faisceau de rayons X frappe un monocristal infini parfaitement homogène, alors une seule et unique position θ - 2θ répondrait selon la loi de Bragg. Cependant, à cause des erreurs engendrées par la géométrie même du diffractomètre et du rayonnement, il est impossible d'obtenir cette unique position angulaire. De façon pratique, pour corriger cette composante instrumentale, il est nécessaire d'utiliser une poudre recristallisée, de taille de grain supérieure au micron et dont la position de diffraction est la plus proche possible de celle du matériau étudié. Le pic instrumental est alors corrigé par la fonction instrumentale réalisée à partir de la poudre.

PIC DE DIFFRACTION	INFORMATIONS RENVOYÉES
Position	<ul style="list-style-type: none"> - Aberrations géométriques de l'appareillage - Composition moyenne du volume diffractant - Contraintes macroscopiques du volume diffractant - Etat cristallin des phases
Intensité du pic	<ul style="list-style-type: none"> - Répartition des phases - Distribution des DCD - Textures cristallines
Elargissement et forme du pic	<ul style="list-style-type: none"> - Elargissement instrumental (fonction de la géométrie du faisceau incident, de la forme des fentes de réception, de la source spectrale). Peut être corrigé par déconvolution. - Distribution non homogène des compositions du matériau. - Anisotropie élastique et incompatibilités plastiques des DCD. - Taille des DCD et hétérogénéité des déformations élastiques internes.

TABLE 4.1 – Informations renvoyées par la position, l'intensité et la forme des pics de diffraction [50], [93]

En outre, la source de rayons X est aussi génératrice d'un élargissement supplémentaire, ainsi que la forme des fentes de réception ou la géométrie du faisceau incident. La raie K_β du rayonnement peut être éliminée grâce à un filtre approprié mais il reste toujours le doublet $K_{\alpha 1}/K_{\alpha 2}$. Il peut néanmoins être corrigé par l'intermédiaire d'un modèle tel que celui de Rachinger [94].

Chapitre 5

Conclusion partielle

Dans cette partie nous avons fait le résumé des notions et des connaissances nécessaires pour l'étude de l'alliage de titane biphasé Ti-10V-2Fe-3Al. La microstructure de l'alliage type pourra être comparée à l'ébauche de la pièce forgée que nous avons à notre disposition. Les notions de diffraction des rayons X, ainsi que les notions de mécanique des matériaux hétérogènes, sont essentielles à la compréhension de l'analyse des contraintes résiduelles de notre alliage. La modélisation micromécanique pourra y être directement appliquée. Enfin, les connaissances des impacts des procédés sur la microstructure et sur les orientations des cristallites vont permettre de mieux appréhender les résultats de notre étude.

Troisième partie
Partie expérimentale

Chapitre 1

Présentation des échantillons et des techniques expérimentales

En règle générale, dans l'aéronautique, les pièces vitales sont élaborées par forgeage, puis traitées thermiquement, usinées et éventuellement grenillées (partiellement ou totalement). C'est le cas des moyeux et des arbres de rotors de certaines gammes d'hélicoptères, qui sont en alliage de titane Ti-10V-2Fe-3Al.

1.1 Ebauche de moyeu forgée

1.1.1 Gamme d'élaboration

La gamme d'élaboration dite $\alpha + \beta$, comportant un forgeage dans le domaine β (au dessus du transus β , donc à une température supérieure à 810°C), puis une transformation dans le domaine α/β (en dessous du transus β), est utilisée, sous réserve d'appliquer d'une déformation suffisante pour respecter un allongement à la rupture suffisant (supérieur à 6% selon les spécifications). Cette gamme est schématisée par la figure 1.1.

Un lingot est dégrossi dans le domaine β , dans lequel le matériau est le plus ductile. Une phase α_p aciculaire est obtenue, répartie dans des gros grains de phase β . Puis la forme est corroyée dans le domaine $\alpha + \beta$, de sorte qu'il y ait recristallisation des grains. On peut alors observer des grains α_p nodulaires (équiaxes) dans des grains β_m recristallisés. Puis, avec une première étape de mise en solution, près du transus β , la taille et la proportion des nodules α_p sont contrôlés. La phase α_p est en partie dissoute dans la phase β . Enfin, avec la dernière étape de revenu, la phase β_m est stabilisée en lamelles $\alpha_{sec} + \beta$. C'est l'étape de vieillissement.

Au final, le taux de phase α_p doit être environ de 16% selon la spécification ASNA 6117 [20].

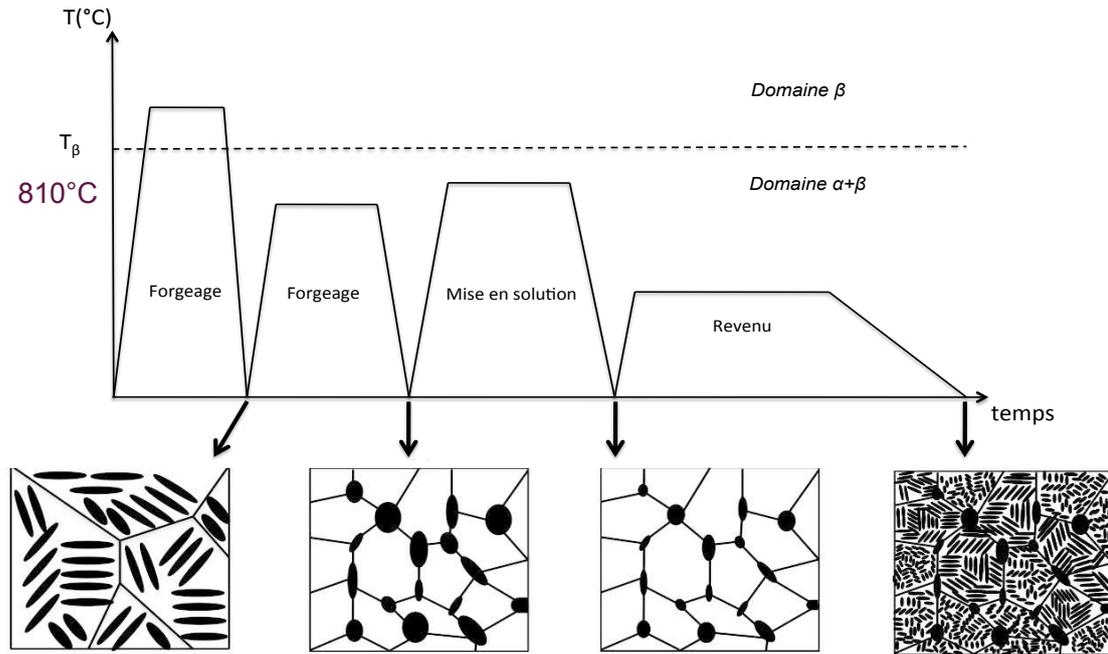


FIGURE 1.1 – Schématisation de la gamme d'élaboration des moyeux de rotor en Ti-10V-2Fe-3Al.

1.1.2 Caractéristiques chimiques et mécaniques

Afin de maîtriser le mieux possible la nuance de l'alliage, la spécification ASNA 6100 [18] a été mise en place chez EADS. Elle impose :

- des critères et suivis de paramètres d'élaboration ;
- une caractérisation métallurgique, statique et dynamique sur pancake forgé selon une gamme bien définie. La fourniture d'ébauches est donc réalisée à partir de demi-produits destinés à la forge, définis par la spécification ASNA 6100 [18] mais aussi la spécification AMS 2380E [19].

Ces critères ne sont pas donnés ici par soucis de confidentialité. Les propriétés mécaniques en traction (entre autres) sont contrôlées grâce à des éprouvettes prélevées dans le matériau forgé, et doivent respecter les conditions données dans le tableau 1.1 [18], [19].

La composition chimique de l'alliage selon l'ASNA 6117 utilisé dans l'étude doit correspondre à celle du tableau 1.2 [20].

1.1.3 Origine de la l'ébauche

L'ébauche forgée dont nous disposons est issue d'une coupe longitudinale d'un moyeu entier (circulaire) qui a subi la gamme de transformation présentée précédemment (figure 1.2). Le lopin original doit respecter des caractéristiques chimiques, métallurgiques et mécaniques données dans la normalisation AMS 2380E [19].

Sens du prélèvement			Longitudinal	Travers Long	Travers Court
Température	θ	$^{\circ}C$	Température ambiante		
Limite conventionnelle d'élasticité	$R_{p0,2}$	MPa	≥ 1000	≥ 1000	≥ 1000
Résistance	R_m	MPa	$1100 \leq R_m \leq 1250$	$1100 \leq R_m \leq 1250$	$1075 \leq R_m \leq 1250$
Allongement	A_{5d}	%	≥ 6	≥ 4	≥ 4
Striction	Z	%	≥ 10	≥ 10	≥ 10

TABLE 1.1 – Propriétés mécaniques en traction de l’alliage de titane Ti-10V-2Fe-3Al forgé et traité thermiquement [20].

Composition chimique de l’alliage %	Elément	Al	V	C	Fe	H ₂	N ₂	O ₂	Y	Autres		Ti
		min.	9,0	-	1,6	-	-	-	-	Chaque	Total	le
	max.	3,4	11,0	0,05	2,2	0,010	0,05	0,13	0,005	0,10	0,30	reste

TABLE 1.2 – Composition chimique (%m) de l’alliage de titane de nuance Ti-10V-2Fe-3Al [20].

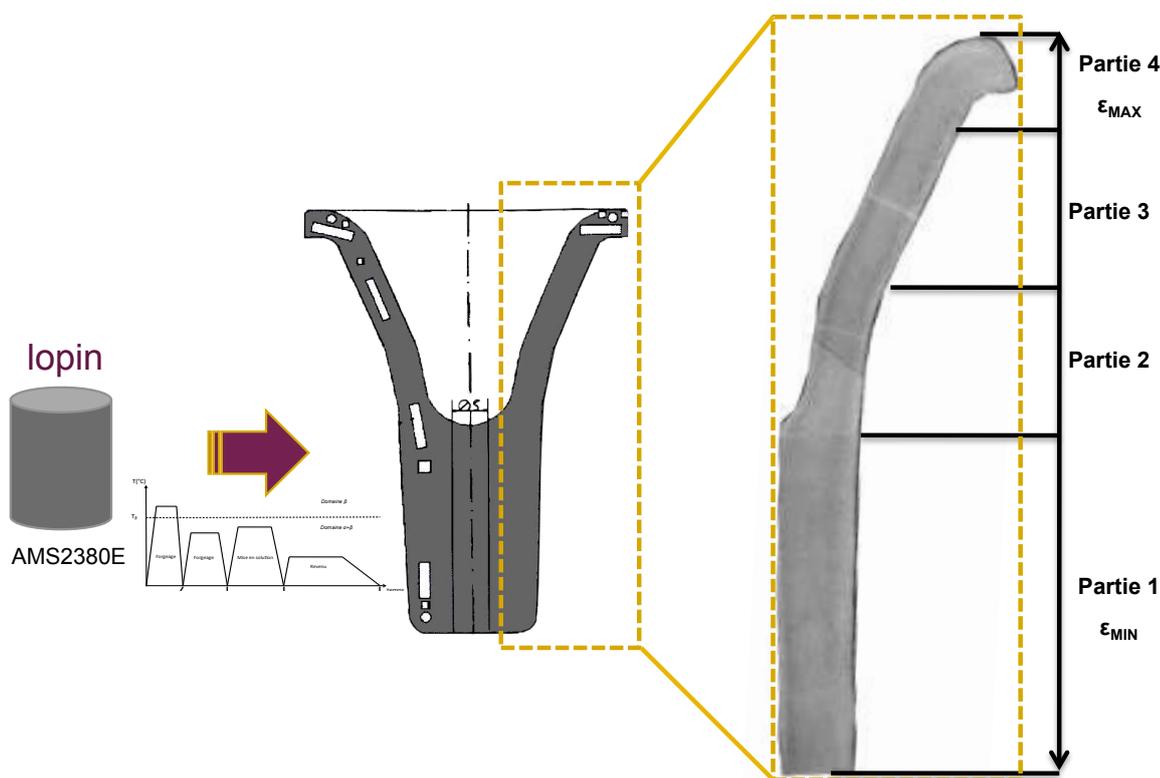


FIGURE 1.2 – Origine de l’ébauche du moyeu de rotor en Ti-10V-2Fe-3Al

Dans la réalité la pièce se présente de façon verticale. Dans la suite du rapport celle-ci sera positionnée horizontalement pour des raisons pratiques.

1.1.4 Observation macroscopique de l’ébauche

La figure 1.3 ci-dessous montre le fibrage obtenu sur une coupe de l’ébauche en Ti-10V-2Fe-3Al qui a été étudiée pendant le projet.

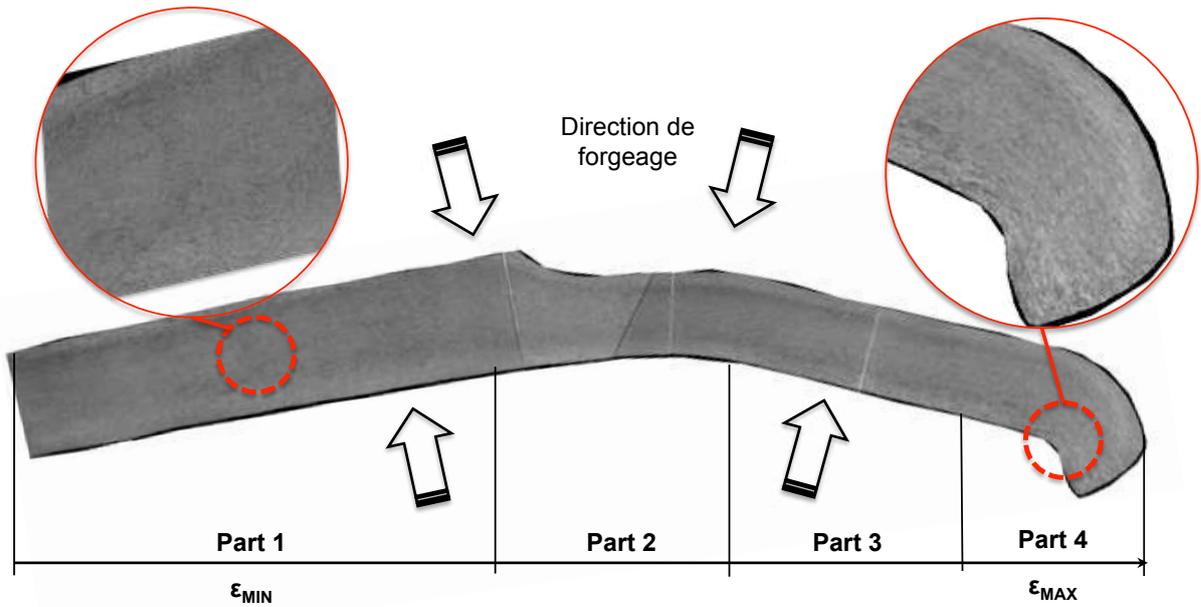


FIGURE 1.3 – Fibrage de l'ébauche du moyeu de rotor en Ti-10V-2Fe-3Al

Comme on peut le constater, la pièce a une géométrie complexe qui s'affine progressivement. Par conséquent les niveaux de déformations rationnelles¹ pendant le forgeage évoluent le long du moyeu. Les déformations exactes ne peuvent pas être révélées ici pour des raisons de confidentialité des données des élaborateurs et constructeurs industriels. En observant de plus près la macroscopie on constate l'effet de l'augmentation de la déformation, avec un fibrage² de plus en plus marqué. Nous avons donc divisé la pièce en 4 parties afin de qualifier ces états de déformation. La partie 1 correspond à la partie la plus épaisse de la pièce avec un taux de déformation minimal. A l'inverse, la partie 4 est la plus déformée et la plus fine. On a donc : $\varepsilon_1 < \varepsilon_2 < \varepsilon_3 < \varepsilon_4$.

1. La déformation rationnelle ε est définie par $\varepsilon = \ln\left(\frac{L}{L_0}\right)$, où L_0 est la longueur initiale du lopin et L la longueur finale, de l'ordre du mètre dans notre cas.

2. Le fibrage est défini ici par une anisotropie morphologique des grains du matériau, à l'échelle macroscopique.

Chapitre 2

Préparation des échantillons et instrumentation

2.1 Préparation des échantillons

2.1.1 Découpage et enrobage

Les échantillons ont été prélevés avec la tronçonneuse automatique Buehler équipée de disques abrasifs Struers de dureté 40TRE (matériaux ductiles type titane). Une lubrification avec un mélange lubrifiant + eau permettait de ne pas échauffer les échantillons pendant la découpe. Puis, ils ont été enrobés à chaud avec une résine phénolique conductrice Buehler Konductomet. La température d'enrobage est comprise entre 140 et 180 °C et ne présente aucun risque de modification structurale de la surface des échantillons en alliage Ti-10V-2Fe-3Al traités thermiquement.

2.1.2 Gamme de polissage

Les échantillons préalablement enrobés ont été polis avec une polisseuse automatique Buehler Motopol 12. Le tableau C décrit la gamme de polissage utilisée sur les échantillons de Ti-10V-2Fe-3Al.

Papier/Drap	Catégorie abrasif	Lubrifiant	Temps	Tr/min	Pression - Bars (lbf/in ²)
SiC	240/400/800/1200	eau	2' 30"	250	2,2/2,4 (30/35)
Mecaprex TOP (Presi)	Prépa. diamantée Mecaprex 30 μ	MM702 (Presi)	2'	150/200	1,7/2,1 (25/30)
Mecaprex SUPRA (Presi)	Sol. SPM (Presi)	eau	5'	150/200	1,7/2,1 (25/30)

TABLE 2.1 – Gamme de polissage des échantillons en Ti-10V-2Fe-3Al

2.1.3 Solution d'attaque chimique pour les micrographies

La solution utilisée se constitue de 3ml d'acide nitrique HNO₃, de 1ml d'acide fluorhydrique HF et elle est complétée d'eau distillée jusqu'à un volume total de 100ml. Le temps d'attaque pour révéler les grains ne dépasse pas 10 secondes.

2.2 Matériel utilisé pour les observations micrographiques

Les éprouvettes enrobées, polies et attaquées ont été observées dans un premier temps en microscopie optique avec un microscope Leitz Laborlux 12MES et un microscope Leitz Aristomet au laboratoire MécaSurf.

Les observations ont été poursuivies à plus fort grossissement avec le microscope électronique à balayage (MEB) du laboratoire MécaSurf, de type JEOL JSM 6400. Le MEB de type JEOL JSM 5900 du laboratoire Qualité Matériaux EQTTL d'Eurocopter Marignane a aussi été utilisé. Enfin, pour une meilleure résolution et un grossissement encore plus important, les échantillons forgés, grenillés et fraisés ont été observés en MEB à canon à émission de champ Gun (FEG), de type Hitachi Su-70, chez EADS Innovations & Works, à Suresnes.

Les échantillons forgés ont été passés en microscopie électronique en transmission (MET) pour détecter si d'autres phases que α et β étaient présentes et pour essayer de mieux comprendre l'agencement de la phase α_{sec} dans la phase β . Ces observations ont été réalisées sur un MET de type Tecnai au laboratoire CP2M de l'Université Paul Cézanne de Marseille. Pour la préparation de ces échantillons, des lamelles de quelques microns d'épaisseur ont été découpées à la microtrancheuse. Puis, à l'aide d'un poinçon, des lamelles de 4mm de diamètre ont été découpées puis électropolies afin de les affiner au maximum.

2.3 Matériel diffractométrique

2.3.1 Set X

Un Set X est habituellement utilisé au laboratoire Qualité Matériaux d'Eurocopter Marignane. Les premiers tests réalisés sur l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al ont été faits sur cet appareil, en parallèle d'essais réalisés sur le Set X du laboratoire MécaSurf.

Le Set X Elphyse est un goniomètre transportable dont la licence a été développée à l'ENSAM de Paris, permettant les analyses de contraintes résiduelles sur métaux pour l'industrie directement sur le site. Le générateur de rayons X peut atteindre une tension de 25 kV et une intensité de 10 mA. Le goniomètre, en configuration Ψ , possède une variation angulaire de $\pm 44^\circ$, avec une précision de $0,01^\circ$. Il est possible de donner jusqu'à 15 orientations ψ aux analyses, avec des oscillations de 0° à 10° . Sur le SetX, 3 angles 2θ sont disponibles, avec un support de tube et un compteur linéaire à choisir en fonction du matériau étudié. Dans notre cas, on choisit le tube de cuivre en configuration 141° , car le pic étudié est le plan $\{213\}$ de la phase α , à $140,5^\circ$. Enfin, le compteur utilisé est un détecteur à localisation linéaire (type PSD), à discrimination en énergie afin de diminuer la fluorescence du matériau étudié. Sa définition angulaire est de $0,09^\circ$. Un filtre K_β est placé devant la fenêtre du détecteur.

Pour le traitement des pics et le calcul des contraintes à partir des déplacements des pics, le logiciel STRESS développé à l'ENSAM est utilisé.

Puis, devant les difficultés d'analyse sur cet appareil, le reste des tests a été réalisé sur un goniomètre 4-cercles, le Seifert PTS 3000.

2.3.2 Seifert PTS 3000

Le Seifert PTS 3000 (GE Technologies [95]) est utilisé au laboratoire MécaSurf. En plus des analyses de contraintes résiduelles, ce type d'appareil en configuration Bragg-Brentano est conçu aussi pour l'analyse de phase, à travers la réalisation de spectre sur une large fenêtre angulaire, ce qui permet d'accéder à tous les pics de diffraction d'un matériau. De plus, grâce à ses axes d'inclinaison φ (n rotations de 360°) et Ψ ($\pm 90^\circ$) supplémentaires, on peut coupler des analyses des textures cristallines aux analyses de contraintes (figure 2.1).

L'angle polaire Ψ est l'angle entre le vecteur normal à la surface de l'échantillon et le vecteur normal aux plans diffractants $\{hkl\}$. L'axe de rotation Ψ est confondu avec celui de χ , angle d'inclinaison entre la surface de l'échantillon et le plan horizontal. Ω est l'angle d'incidence du faisceau par rapport au plan surface de l'échantillon ; il est confondu avec θ . Enfin, φ est l'angle azimutal, définissant la direction de mesure.

La majeure partie des mesures a été faite avec un tube de cuivre à foyer ponctuel, dont la tension peut être au maximum de 40 kV et l'intensité de 40 mA, ce qui permet d'obtenir un rayonnement plus puissant qu'avec le Set X.

Plusieurs types de détecteurs peuvent être montés sur ce type d'appareil. Nous avons testé plusieurs d'entre eux, notamment un détecteur à localisation, un détecteur à scintillation ou un compteur proportionnel, nécessitant un refroidissement continu au gaz. C'est ce dernier qui a été employé pour la plupart des essais.

Les analyses de routine (hors tests d'optimisation) sur l'ensemble des échantillons ont été faits sur le Seifert PTS 3000, c'est-à-dire les spectres de diffraction, les acquisitions des pics pour les calculs de contraintes, et les analyses des textures cristallines. Cependant, le logiciel Analyse associé au Seifert et permettant l'analyse des contraintes semble manquer de fiabilité. Les calculs sont mal maîtrisés. C'est pourquoi une fois les données acquises, nous avons converti ces dernières afin de les traiter avec le logiciel STRESS habituellement utilisé sur les autres diffractomètres. Les figures de pôles et les fonctions de distribution des orientations ont été traitées avec le logiciel LaboTex v3 (LaboSoft).

Pour nos analyses, nous avons aussi testé un montage avec un monochromateur arrière (c'est-à-dire placé entre l'échantillon et le détecteur) constitué d'un monocristal Ge $\{200\}$. Cela apporte une résolution meilleure des pics de diffraction. Cependant, le temps d'acquisition plus important a été considéré comme rédhibitoire pour les essais.

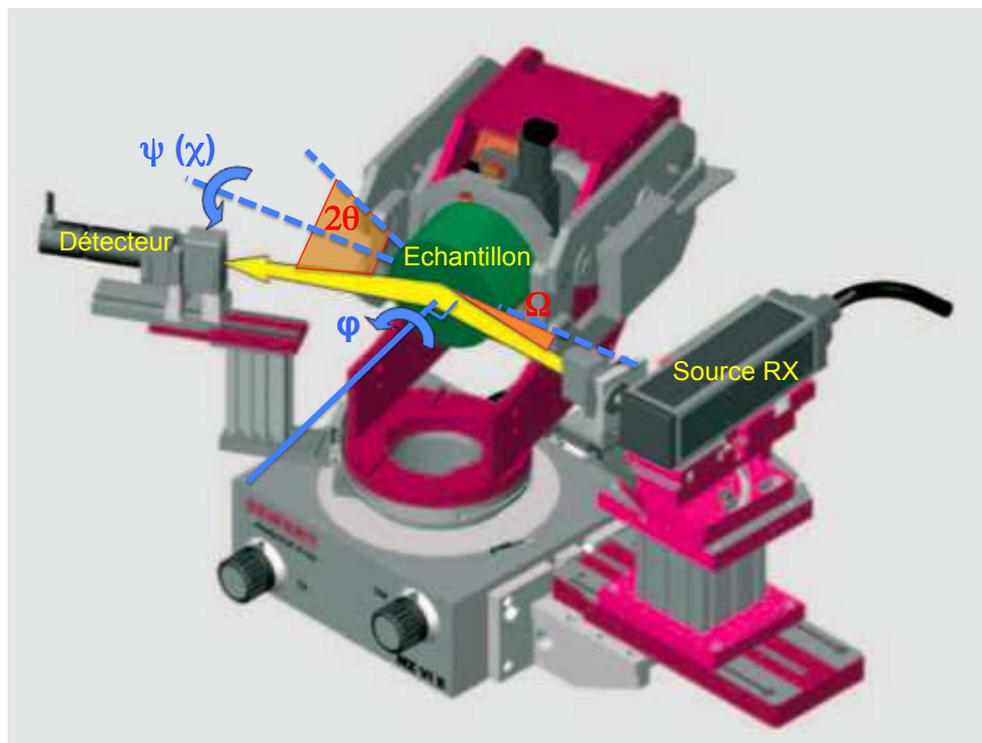


FIGURE 2.1 – Schématisation du goniomètre Seifert PTS 3000

Chapitre 3

Etude des microstructures de l'alliage de titane de désignation Ti-10V-2Fe-3Al en fonction des états de surface

Au cours des premières analyses de contraintes résiduelles par diffraction des rayons X, des disparités en terme de largeur de pic et d'intensité de pic ont été observées sur l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al, mais aussi sur du Ti-6Al-4V. Or, les largeurs de pics dépendent notamment de la taille des cristallites diffractants. Afin de mieux comprendre le phénomène, différents types d'échantillon ont été regroupés, en fonction de leur état de surface. Tout d'abord, des prélèvements le long de l'ébauche forgée et traitée thermiquement ont été faits, afin d'observer s'il existe une évolution de la microstructure le long du moyeu, en fonction de la déformation appliquée pendant le forgeage. Puis deux autres types d'échantillons ont été analysés et comparés à la matière brute. Ils correspondent à 2 états de surface : un état fraisé et un état grenaille. Les paramètres exacts associés à l'usinage et au grenailage ne seront pas développés ici pour des raisons de confidentialité des données du constructeur. L'évolution des microstructures depuis la surface jusqu'au cœur de ces 3 types d'échantillon a été observée.

3.1 Observations des échantillons forgés en fonction du taux de réduction de forgeage

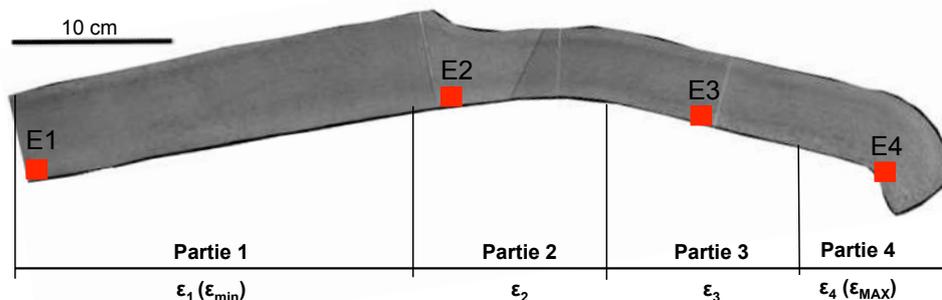


FIGURE 3.1 – Références des prélèvements le long d'une coupe longitudinale de l'ébauche de moyeu forgée Ti-10V-2Fe-3Al.

Quatre prélèvements ont été effectués le long du moyeu Ti-10V-2Fe-3Al brut de forgeage (figure 3.1). On rappelle que la base du moyeu (partie 1) est la moins déformée lors de l'opération de mise en forme, car c'est la partie la plus épaisse du moyeu. Au contraire, lorsqu'on s'approche de la partie 4, les déformations appliquées sont de plus en plus importantes. Les échantillons prélevés dans l'ébauche forgée et traitée thermiquement ont été référencés par E1 (prélevé dans la partie la moins déformée de l'ébauche), E2, E3 et E4 (prélevé dans la partie la plus déformée).

Les observations des microstructures ont permis d'évaluer l'influence de ces déformations plus ou moins importantes sur la microstructure.

L'axe de forgeage est défini perpendiculairement à la fibre de la matière. C'est dans cette direction que le lopin initial a été forgé pour être déformé.

3.1.1 Analyses par microscopie optique

Les observations microscopiques le long du moyeu (figures 3.2, 3.3, 3.4 et 3.5 page 57) ont permis de dégager les tendances suivantes :

- la microstructure est globalement équiaxe ;
- sur chaque échantillon, la microstructure ne change pas entre le cœur et le bord de l'éprouvette ;
- le fibrage est marqué par des zones plus claires ou plus foncées. Les zones les plus claires correspondent aux zones les moins déformées, avec des nodules α_p de forme plus allongée dans le sens du fibrage ;
- dans les zones les plus foncées et les plus déformées on voit des ex-grains β qui ont une taille de plusieurs centaines de micromètres démarqués par des liserés discontinus de α_p (échantillon E4).

Les liserés de phase α_p sont en théorie la marque d'un refroidissement trop lent aux étapes de forgeage. Or l'échantillon E4 correspond à la partie la plus fine de la pièce, donc celle qui, au contraire, doit se refroidir le plus vite. Toutefois, nous pouvons supposer qu'à la mise en forme (avant les traitements thermo-mécaniques) la pièce de départ a été plus déformée en cet endroit qu'à sa base. C'est cet état de départ qui peut expliquer le fait qu'il y ait quand même des liserés discontinus de phase α_p , malgré la gamme de traitement thermo-mécanique appliquée par la suite.

3.1.2 Analyses en microscopie électronique à balayage et en transmission

Afin de voir à plus faible échelle quelle est l'influence des traitements thermomécaniques sur la microstructure, nous avons observé les mêmes éprouvettes au microscope électronique à balayage (MEB) JEOL JSM6400. Nous avons vu que, d'après les micrographies optiques, le forgeage n'avait pas d'influence directe sur la microstructure en surface, puisque il n'y avait pas de différence entre les cœurs et les surfaces des zones analysées. En revanche, la microstructure évolue en fonction des déformations appliquées, avec l'apparition de sur-structures β de taille millimétriques délimitées par des liserés de grains α_p .

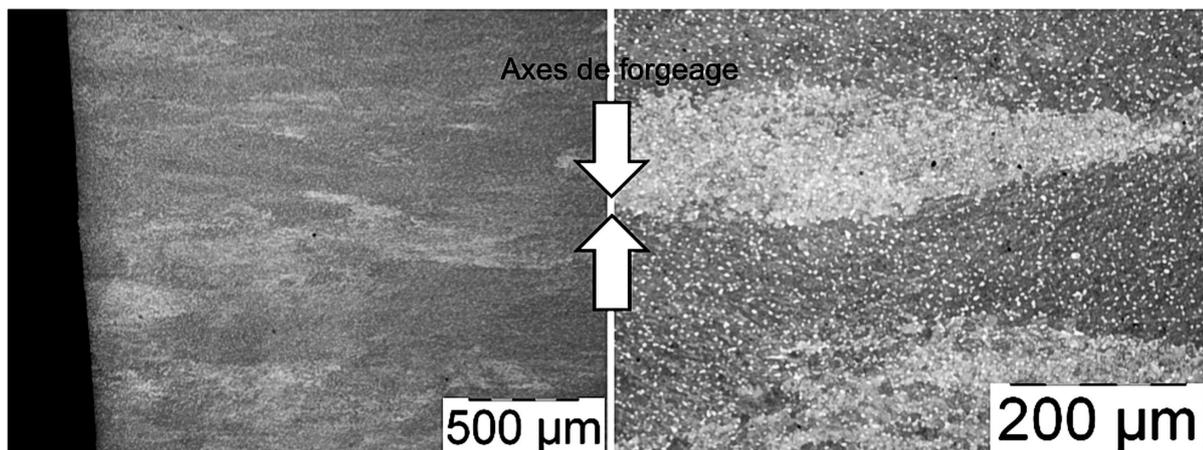


FIGURE 3.2 – Analyses en microscopie optique de l'échantillon E1 prélevé sur l'ébauche de moyeu Ti10V-2Fe-3Al.

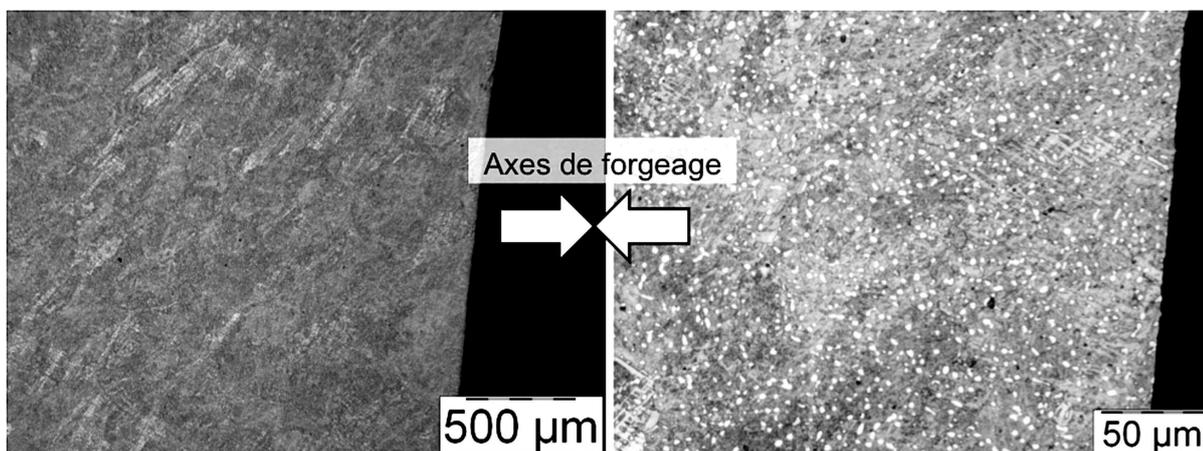


FIGURE 3.3 – Analyses en microscopie optique de l'échantillon E2 prélevé sur l'ébauche de moyeu Ti10V-2Fe-3Al.

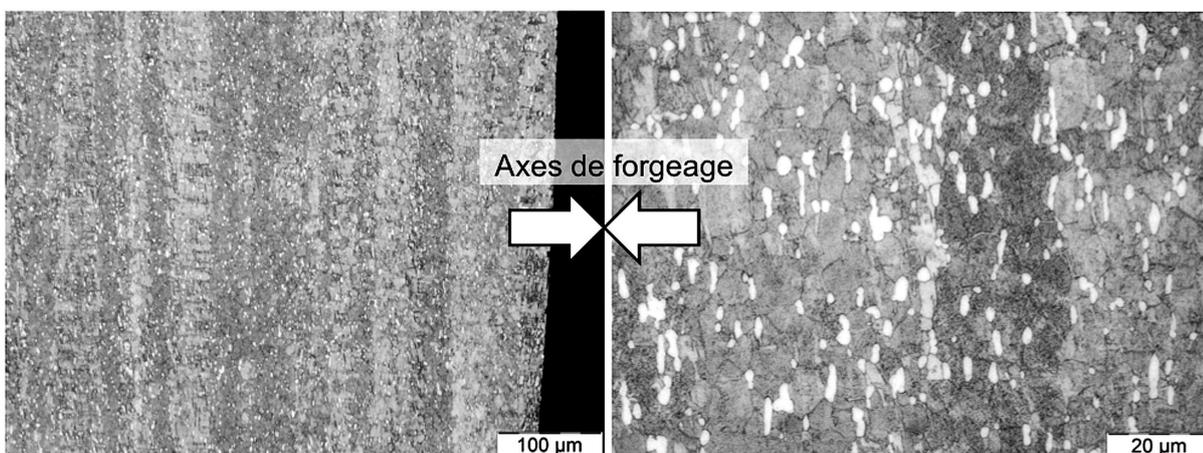


FIGURE 3.4 – Analyses en microscopie optique de l'échantillon E3 prélevé sur l'ébauche de moyeu Ti10V-2Fe-3Al.

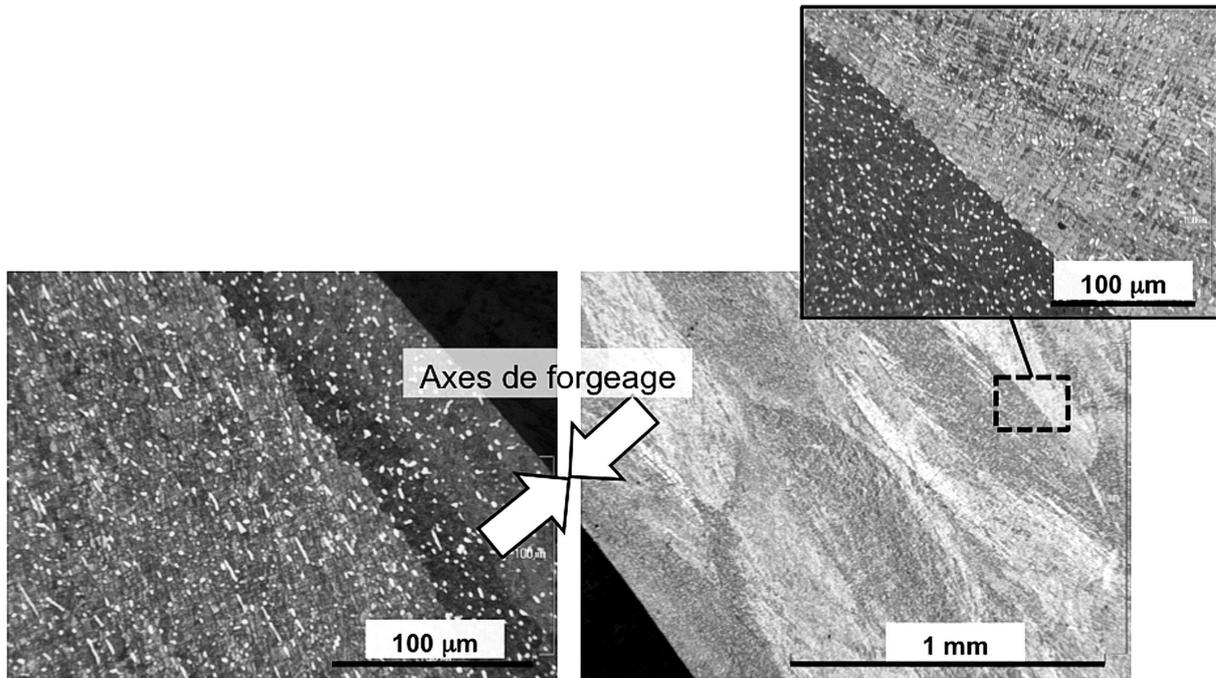


FIGURE 3.5 – Analyses en microscopie optique de l'échantillon E4 prélevé sur l'ébauche de moyeu Ti10V-2Fe-3Al.

Lorsqu'on observe ces zones à plus grande échelle, on voit l'évolution de la morphologie de la phase α_{sec} , qui s'oriente en colonies dans les zones les plus déformées. Cette organisation est beaucoup moins marquée dans la partie la moins déformée du moyeu. La figure 3.6 page 59 montrent l'évolution de la microstructure à fort grossissement, en fonction de la zone de prélèvement le long du moyeu forgé, et donc en fonction du taux de corroyage appliqué à l'élaboration du moyeu.

L'organisation des grains α_{sec} dans les grains β recristallisés a aussi été observée en microscopie électronique en transmission (MET). La figure 3.7 montre les clichés obtenus. Les analyses en MET ont été réalisées dans un premier temps afin de déceler d'éventuels défauts dans les grains, tels que des plans de glissement ou des dislocations dans une phase, qui peuvent ensuite être reliés à la morphologie des pics de diffraction. Très peu de défauts ont été constatés sur les échantillons prélevés, hormis dans les grains α_p , comme on peut le voir sur la figure 3.7 en a.1. Des figures de diffraction ont été faites en parallèle sur l'instrument pour déceler d'éventuelles phases cristallines différentes des phases α et β , mais aussi afin de connaître les relations d'orientation au sein d'un grain entre la phase β et la phase α_{sec} . Les orientations qui ont été relevées ne correspondent pas aux relations connues entre les 2 phases dans les alliages de titane. Enfin, on relève sur les figures 3.7 a.2 et b.2 les différences dans l'organisation des phases β et α_{sec} , avec l'allongement des grains et leur organisation en colonies, comme nous l'avons déjà constaté en microscopie électronique à balayage.

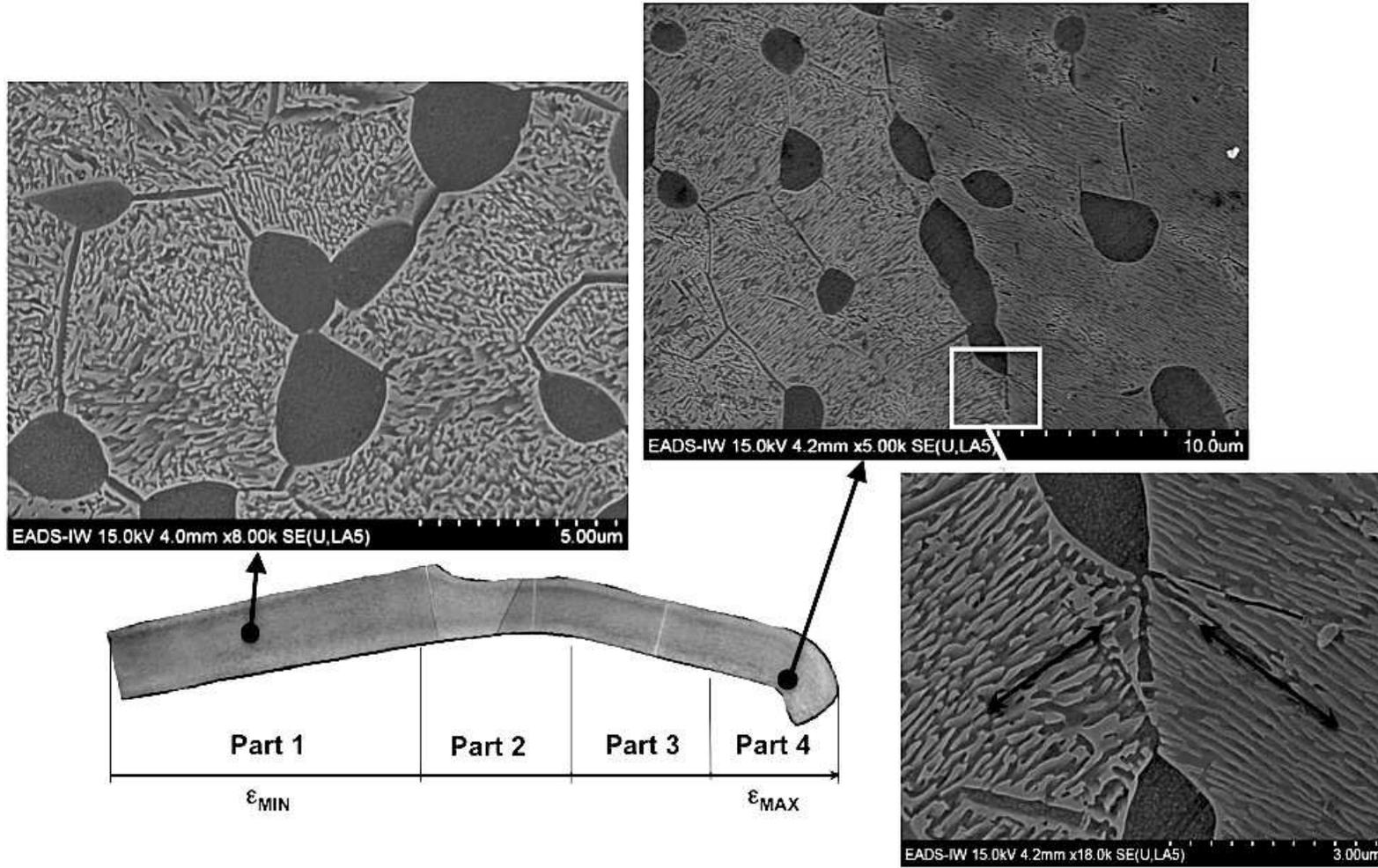


FIGURE 3.6 – Observations FEB le long du moyeu Ti10V-2Fe-3Al forgé : l'organisation des lamelles α_{sec} s'amplifie dans la partie la plus déformée du moyeu.

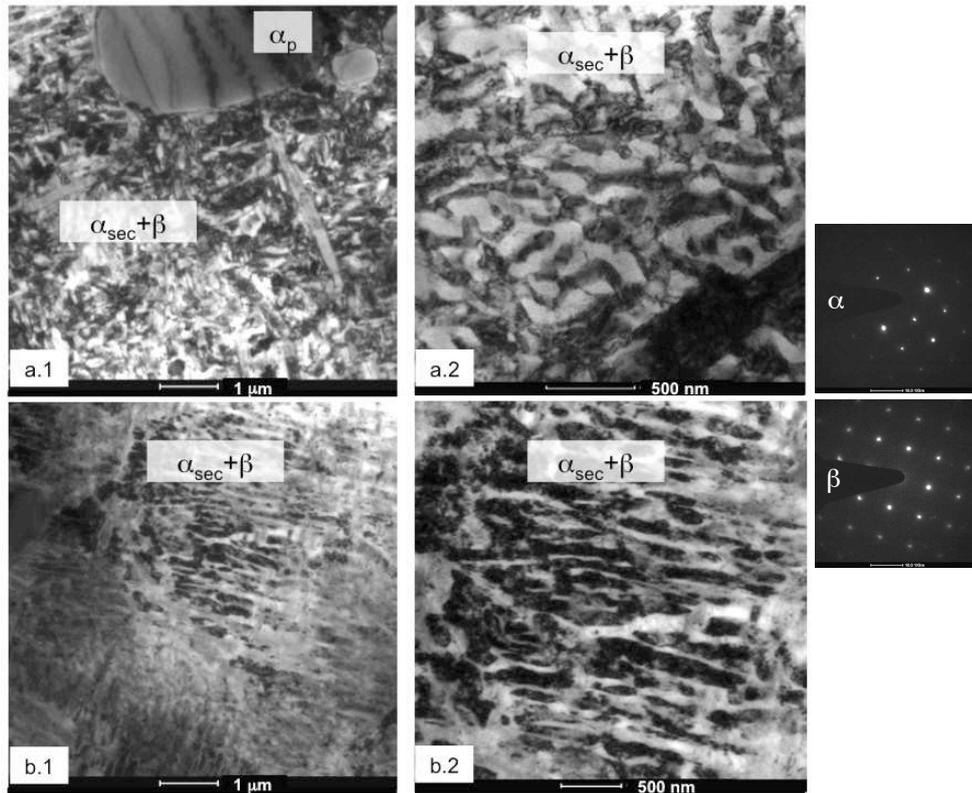


FIGURE 3.7 – Analyses en microscopie électronique en transmission des échantillons E2 (a.1&2) et E4 (b.1&2) prélevés sur l'ébauche de moyeu Ti10V-2Fe-3Al.

3.2 Observations des échantillons grenailés et usinés

3.2.1 Présentation des échantillons

Deux éprouvettes grenailées ont été observées. La première a été prélevée sur l'ébauche forgée. Cette pièce, est désignée comme l'éprouvette type A, a subi la gamme de forgeage et les traitements thermiques présentés auparavant. Elle a ensuite été tournée et grenailée. La deuxième éprouvette grenailée, désignée comme l'éprouvette de type B, est une éprouvette test parallélépipédique forgée et traitée thermiquement selon les mêmes critères que l'ébauche, et rectifiée. Puis des essais de grenailage ont été faits. Mais les paramètres de grenailage ne sont pas les mêmes d'un échantillon à l'autre.

L'éprouvette usinée est issue d'une pièce différente de l'ébauche forgée initialement analysée, mais elle a été élaborée grâce à la même gamme de forgeage. Puis, sa surface a été fraisée en bout. L'échantillon fraisé a été prélevé dans cette éprouvette, selon le schéma présenté sur la figure 3.8 ci-dessous :

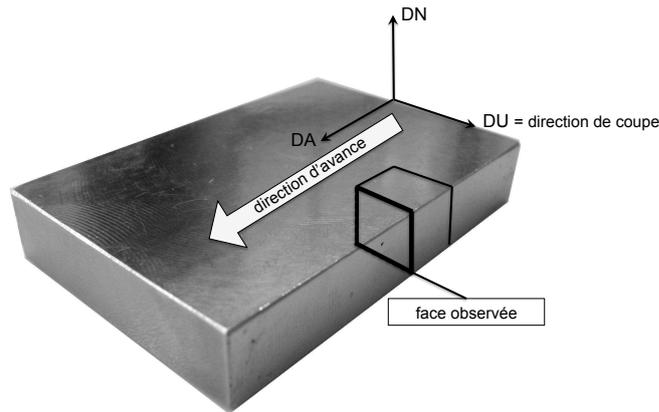


FIGURE 3.8 – Représentation du prélèvement effectué sur l'échantillon fraisé.

3.2.2 Analyses par microscopie optique

Les observations faites dans les 2 cas ont permis d'observer les mêmes tendances dans les cas des échantillons fraisés ou grenailés. Les résultats sont présentés dans ce paragraphe.

3.2.2.1 Impact du grenailage

La figure 3.9, observée sur l'échantillon grenailé type A, présente la microstructure observée depuis la face grenailée jusqu'au cœur de l'éprouvette. La microstructure est équiaxe et régulière. En ce qui concerne l'influence du grenailage sur la microstructure, nous observons de légères différences dans la forme, la taille et la répartition des grains α_p . Les grains tendent à rétrécir, à s'allonger dans un sens parallèle à la face grenailée, et à être moins nombreux. Cela s'observe sur une épaisseur d'environ $15 \pm 2 \mu\text{m}$ selon la zone observée (moyenne et écart type sur 10 mesures). Localement l'épaisseur peut atteindre $22 \mu\text{m}$ au maximum. Mais malgré l'utilisation d'un logiciel d'analyse d'images (le freeware **ImageJ** [96]) pour mesurer cette couche déformée, la limite de la couche est définie uniquement par analyse visuelle des grains. Cela explique la dispersion dans l'évaluation de l'épaisseur de cette couche.

L'échantillon grenailé de type B a été observé. La coupe de sa microstructure depuis la surface grenailée vers le cœur est présentée sur la figure 3.10. De la même façon que l'échantillon grenailé de type A, la microstructure change sur une épaisseur d'environ $26 \pm 3 \mu\text{m}$. Très localement, la modification atteint une profondeur au maximum de $34 \mu\text{m}$.

3.2.2.2 Impact du fraisage

L'impact du fraisage sur la morphologie des grains est peu visible à cette échelle, mais détectable dans des zones isolées. De la même façon que pour la matière grenailée, la microstructure est déformée en extrême surface. La zone affectée mesure en moyenne $9 \pm 1 \mu\text{m}$ (moyenne et écart type sur 10 mesures).

Une étude complémentaire au microscope électronique à balayage a été réalisée afin d'analyser plus localement l'impact de l'usinage et du grenailage sur la microstructure, et pour voir les morphologies de la phase α_{sec} , qui n'est pas visible à l'échelle du microscope optique.



FIGURE 3.9 – Observations en microscopie optique du Ti-10V-2Fe-3Al grenailé échantillon type A- Coupe d'une surface grenailée.



FIGURE 3.10 – Observations en microscopie optique du Ti-10V-2Fe-3Al grenailé échantillon type B- Coupe d'une surface grenailée.

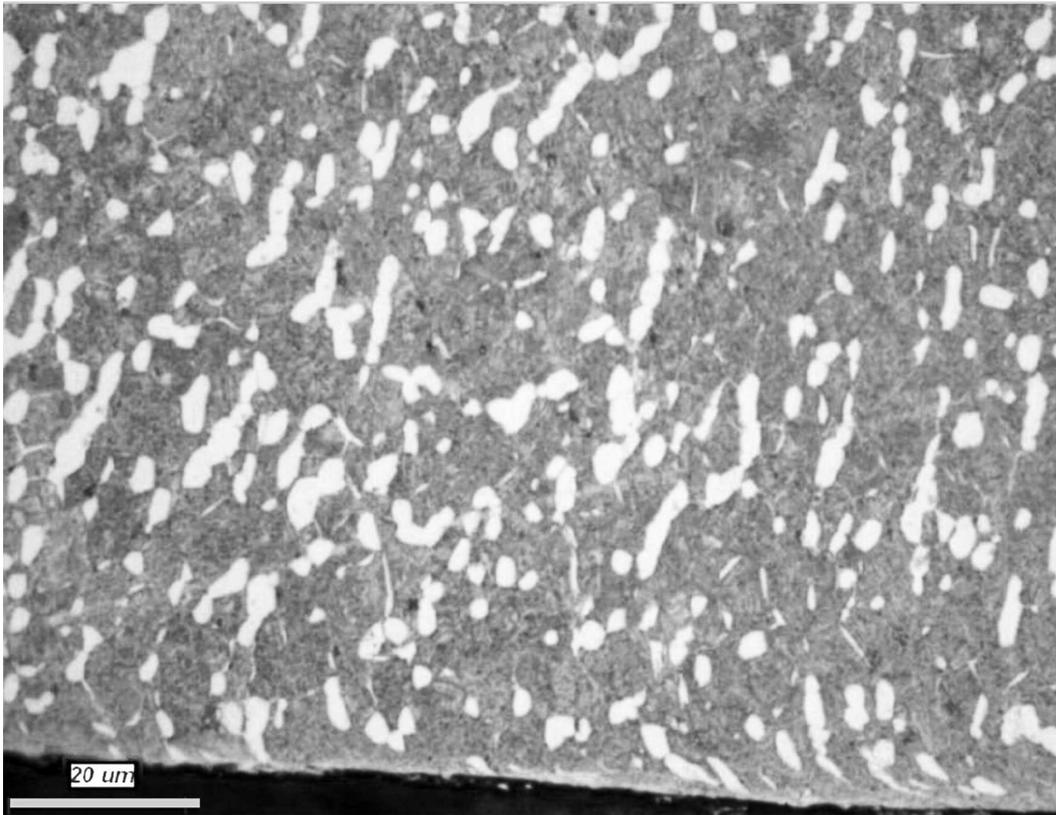


FIGURE 3.11 – Observations en microscopie optique du Ti-10V-2Fe-3Al fraîsés en boût.

3.2.3 Analyses en microscopie électronique à balayage

3.2.3.1 Echantillons grenailés

Des études en MEB et en FEG ont été faites sur les échantillons grenailés. Seuls les résultats obtenus en FEG sont présentés ici, car les clichés réalisés ont la meilleure résolution.

Les figures 3.12 et 3.13 montrent que dans les zones très déformées et écrouties en surface par le grenailage, les particules de phase α_p et α_{sec} (en noir ici) sont de forme très allongée, et orientées parallèlement à la surface grenailée. Les précipités α_{sec} s'orientent en colonies. Ces orientations de phase qui étaient déjà visibles dans les zones les plus déformées du moyeu sont encore plus marquées au niveau des surfaces des échantillons grenailés.

De plus, on constate que 2 niveaux de déformation existent. On distingue nettement à cette échelle une première couche extrêmement fine, évaluée à $0,9 \pm 0,3 \mu\text{m}$ sur l'échantillon grenailé type A, et à $0,8 \pm 0,2 \mu\text{m}$ sur l'échantillon grenailé type B.

3.2.3.2 Echantillon fraîsés

De la même façon que pour les échantillons grenailés, l'échantillon fraîsés a été observé au FEG. Il présente dans des zones très localisées une proche surface très déformée avec une orientation et un allongement des grains parallèlement à la surface usinée. Deux niveaux de modification de la microstructure sont mis en évidence. Le premier, en très proche surface et dans lequel on ne distingue plus de grain α_p , a été évalué à $1,0 \pm 0,3 \mu\text{m}$. Le deuxième, dans

lequel on distingue l'écoulement des grains α_p , mesure $9,3 \pm 2,0 \mu\text{m}$. Les mesures sont en accord avec celles effectuées sur les photographies en microscopie optique.

FIGURE 3.12 – Observation FEG de la proche surface de l'échantillon grenailé type A.

FIGURE 3.13 – Observation FEG de la proche surface de l'échantillon grenailé type B.

FIGURE 3.14 – Observation FEG de la proche surface de l'échantillon fraisé.

3.3 Analyses de la taille, de la morphologie et de la répartition des grains

Les analyses des fractions surfaciques, de la taille et de la forme des particules ont été réalisées grâce aux clichés réalisés en microscopie optique et FEG.

La démarche pour les analyses de particules avec le logiciel ImageJ est la suivante. Tout d'abord, les photos sont converties en niveaux de gris 8 bit (*Image* → *Type* → *8-bit*). Puis l'échelle de la photo est calibrée grâce à l'échelle déjà présente sur la photo (*Analyse* → *Echelle*). Par un traitement binaire de l'image (*Procédé* → *Binaire* → *Binarisation*), ou par l'option Seuillage (*Image* → *Ajuster* → *Seuillage*), on fait ressortir en noir les particules que l'on veut analyser. Si nécessaire, il faut auparavant régler le contraste de l'image pour faciliter ces traitements. La barre d'échelle doit être effacée sinon elle sera comptée en tant que particule dans les analyses. Pour cela on la sélectionne et on prend l'option *Editer* → *Effacer*. Enfin, l'image est traitée et les particules sont analysées par l'option *Analyse* → *Analyse des particules*. L'option "*Montrer les contours*" permet d'afficher les particules traitées et de les numéroter. Les résultats apparaissent dans un tableau que l'on peut copier dans un tableau Excel. On peut ainsi accéder à la taille moyenne des particules, la fraction surfacique, la répartition des tailles, ainsi qu'à la circularité des particules. La circularité \mathcal{C} est ici définie par la formule 3.1 [96].

$$\mathcal{C} = 4\pi \cdot \left(\frac{\text{aire}}{\text{perimetre}^2} \right) \quad (3.1)$$

Une particule parfaitement circulaire aura une circularité de 1. Au contraire, plus la particule s'allonge, plus \mathcal{C} tend vers 0. Les analyses ont été refaites au minimum 3 fois et moyen-

nées sur chaque échantillon afin d'avoir une meilleure approximation. L'incertitude associée à la fraction surfacique des particules est estimée à $\pm 2,5\%$ sur la phase α_p , et à $\pm 4\%$ sur les phases α_{sec} et β , qui sont plus petites et donc plus difficiles à estimer.

Le tableau 3.1 donne l'estimation de l'aire des grains des phases α_p , α_{sec} et β , en μm^2 .

Echantillon	Zone analysée	α_p		α_{sec}		β	
		surface (μm^2)	\pm	surface (μm^2)	\pm	surface (μm^2)	\pm
Forgé	E1	3,783	0,693	0,170	0,045	0,147	0,053
	E2	2,938	0,514	0,034	0,007	0,121	0,035
	E3	3,918	0,611	0,039	0,013	0,037	0,013
	E4	3,291	0,519	0,056	0,018	0,084	0,029
Fraisé	0-20 μm	4,401	0,549	0,022	0,009	0,026	0,010
	20-50 μm	5,322	0,593	0,029	0,009	0,052	0,018
	Cœur	5,574	0,766	0,030	0,011	0,064	0,019
Grenailé A	0-20 μm	2,016	0,214	0,012	0,006	0,030	0,007
	20-50 μm	2,721	0,321	0,021	0,009	0,039	0,009
	Cœur	3,679	0,346	0,027	0,008	0,046	0,009
Grenailé B	0-20 μm	2,088	0,264	0,017	0,007	0,021	0,007
	20-50 μm	2,534	0,236	0,021	0,009	0,033	0,008
	Cœur	2,620	0,281	0,029	0,006	0,044	0,009

TABLE 3.1 – Surface des grains α_p , α_{sec} et β le long de l'ébauche forgée en Ti-10V-2Fe-3Al, ainsi que sur les échantillons fraisé, grenailé A et grenailé B.

Ces valeurs sont représentées graphiquement sur la figure 3.15.

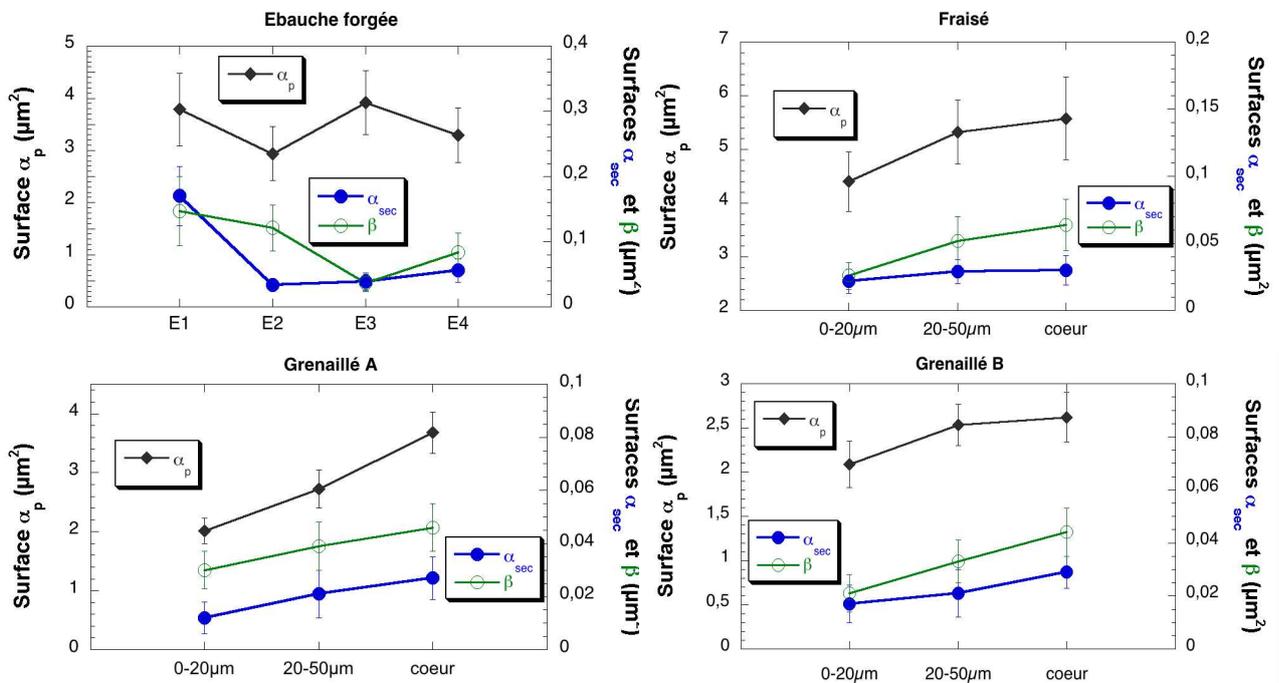


FIGURE 3.15 – Analyse des surfaces des particules sur les différents échantillons.

Le tableau 3.2 présente les résultats des fractions surfaciques et de la circularité des particules le long de l'ébauche forgée, pour le matériau de base.

Zone analysée	α_p			α_{sec}			β		
	%	\mathcal{C}	\pm	%	\mathcal{C}	\pm	%	\mathcal{C}	\pm
Forgé E1	12,4	0,675	0,116	47,9	0,626	0,282	38,7	0,633	0,241
Forgé E2	12,0	0,651	0,168	37,2	0,576	0,263	51,8	0,559	0,284
Forgé E3	13,2	0,530	0,149	41,2	0,538	0,259	40,6	0,550	0,207
Forgé E4	12,8	0,509	0,139	42,3	0,540	0,208	41,1	0,509	0,203

TABLE 3.2 – Analyse de la fraction surfacique et de la circularité \mathcal{C} des grains α_p , α_{sec} et β le long de l'ébauche forgée en Ti-10V-2Fe-3Al, sur les échantillons E1, E2, E3 et E4.

Le tableau 3.3 donne les fractions surfaciques ainsi que la circularité des grains de l'échantillon fraisé, en coeur et dans la proche surface usinée.

Zone analysée	α_p			α_{sec}			β		
	%	\mathcal{C}	\pm	%	\mathcal{C}	\pm	%	\mathcal{C}	\pm
0-20 μm	16,8	0,295	0,212	38,2	0,577	0,342	43,2	0,585	0,265
20-50 μm	16,9	0,472	0,119	40,6	0,584	0,264	44,2	0,513	0,298
Coeur	19,1	0,567	0,194	40,5	0,579	0,307	42,3	0,493	0,311

TABLE 3.3 – Analyse de la fraction surfacique et de la circularité \mathcal{C} des grains α_p , α_{sec} et β dans l'échantillon fraisé, en proche surface et en coeur d'échantillon.

L'évolution de la circularité sur l'échantillon fraisé est représentée sur la figure 3.16.

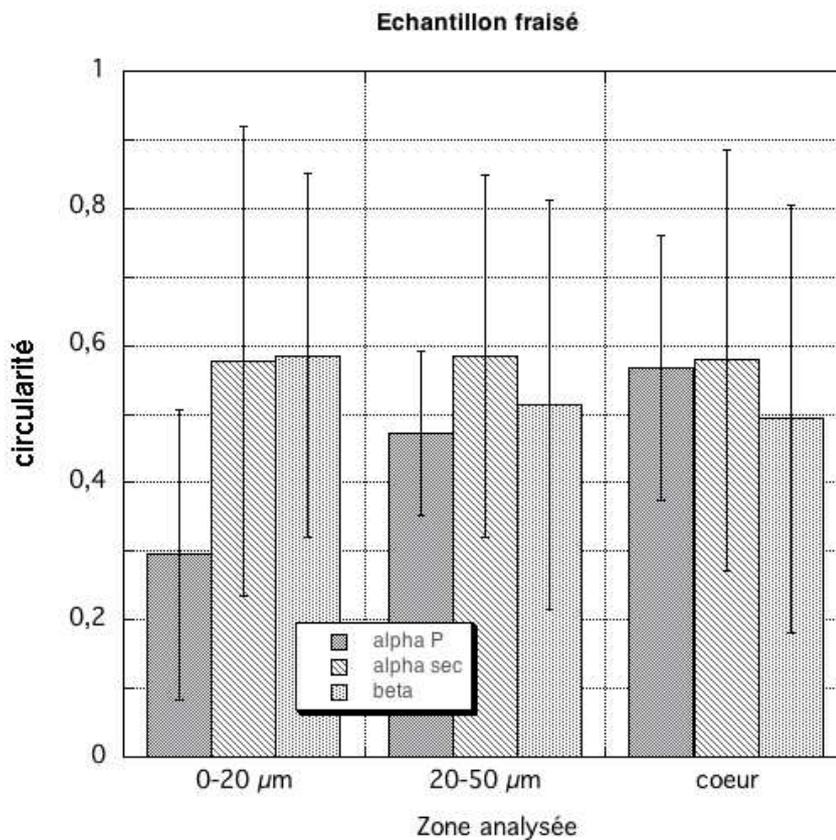


FIGURE 3.16 – Evolution de la circularité des grains α_p , α_{sec} et β dans l'échantillon en Ti-10V-2Fe-3Al fraisé.

Enfin, le tableau 3.4 montre les résultats obtenus sur les échantillons grenailés type A et B, en coeur et dans la proche surface impactée par le grenailage.

Ech.	Zone analysée	α_p			α_{sec}			β		
		%	\mathcal{C}	\pm	%	\mathcal{C}	\pm	%	\mathcal{C}	\pm
A	0-20 μm	19,5	0,301	0,232	36,9	0,566	0,296	42,1	0,602	0,312
	20-50 μm	16,8	0,528	0,173	42,1	0,564	0,291	41,3	0,490	0,331
	Coeur	23,5	0,568	0,223	41,2	0,594	0,301	39,6	0,517	0,327
B	0-20 μm	17,8	0,293	0,256	42,3	0,578	0,342	41,6	0,596	0,367
	20-50 μm	18,9	0,713	0,212	37,1	0,625	0,28	38,6	0,618	0,279
	Coeur	18,3	0,691	0,190	41,7	0,616	0,296	40,3	0,631	0,296

TABLE 3.4 – Analyse de la fraction surfacique et de la circularité \mathcal{C} des grains α_p , α_{sec} et β dans les échantillons en Ti-10V-2Fe-3Al grenailés de type A et B.

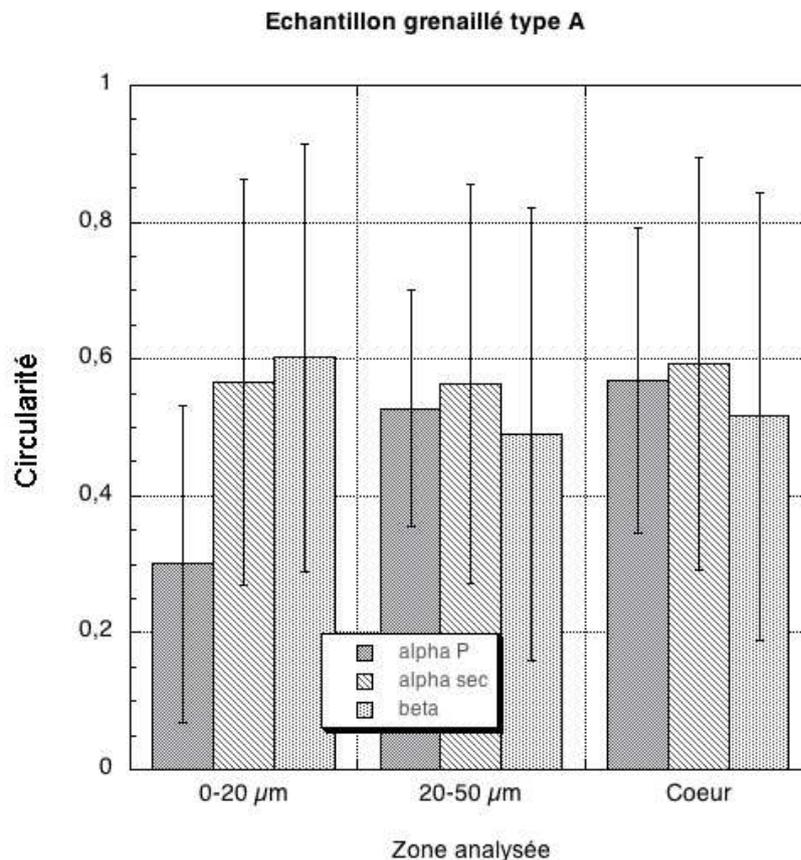


FIGURE 3.17 – Evolution de la circularité des grains α_p , α_{sec} et β dans l'échantillon en Ti-10V-2Fe-3Al grenailé de type A.

Les analyses d'images mettent en évidence que dans la couche de proche surface, entre 0 et 20 μm de profondeur, les grains α_p ont une circularité plus faible, donc une forme plus allongée, qu'en coeur d'échantillon. L'impact du fraisage et du grenailage est donc bien visible dans cette phase. En revanche, les analyses dans les phases α_{sec} et β ont été beaucoup plus difficiles, car les particules sont très petites. La dispersion associée aux analyses de la circularité est grande. Seule les analyses visuelles permettent de voir un aspect plus écrasé en proche surface.

La figure 3.19 résume les analyses des fractions surfaciques réalisées sur les 4 types d'échantillons. On peut constater que les taux des phases sont plutôt réguliers le long de l'ébauche forgée ou en profondeur des échantillons usinés ou grenailés. Il faut surtout considérer la phase α_P , car les incertitudes associées aux analyses des phases α_{sec} et β sont importantes, compte tenu de la difficulté de traiter l'image numériquement pour cette taille de grains.

Une légère tendance peut s'observer sur l'échantillon grenailé A, avec une diminution de la fraction de phase α_P dans les couches de proche surface, par rapport au coeur de l'échantillon. Cette même tendance s'observe aussi sur l'échantillon fraisé, mais avec une amplitude moindre.

Si tous les échantillons ont bien la même histoire thermo-mécanique avant d'être ensuite usinés ou grenailés, alors on peut supposer que l'échauffement apporté par la plastification de la matière en proche surface redissout la phase α_P et il est possible qu'il y ait une transformation de phase. Afin de s'en assurer, des investigations complémentaires pourraient être menées dans ces zones, telles que des analyses diffractométriques en MET.

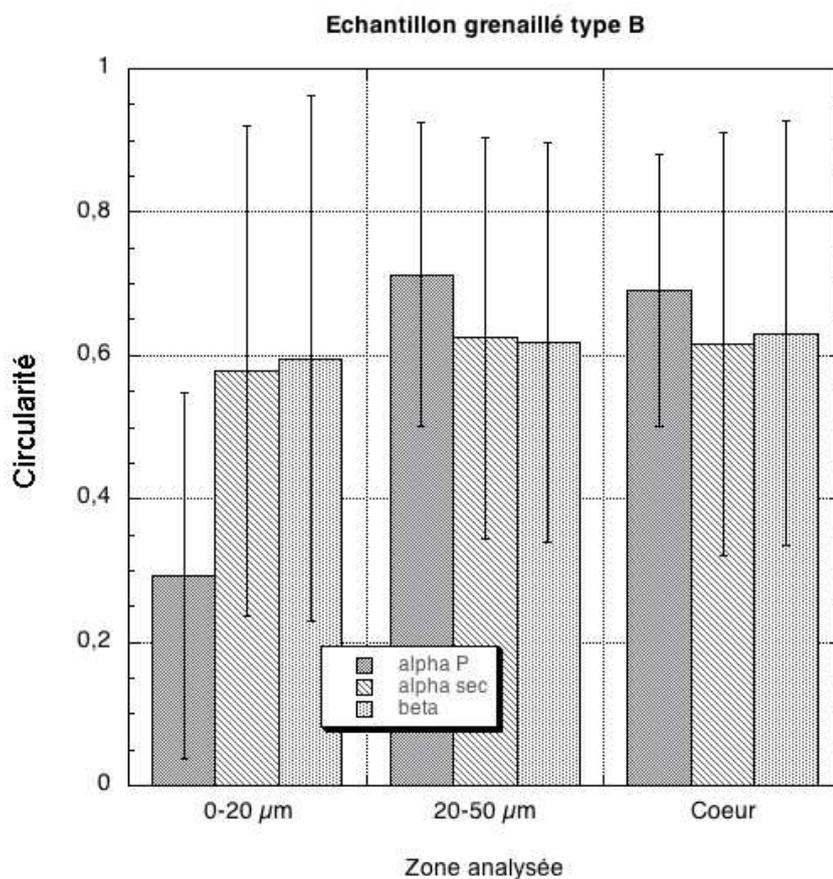


FIGURE 3.18 – Evolution de la circularité des grains α_P , α_{sec} et β dans l'échantillon en Ti-10V-2Fe-3Al grenailé de type B.

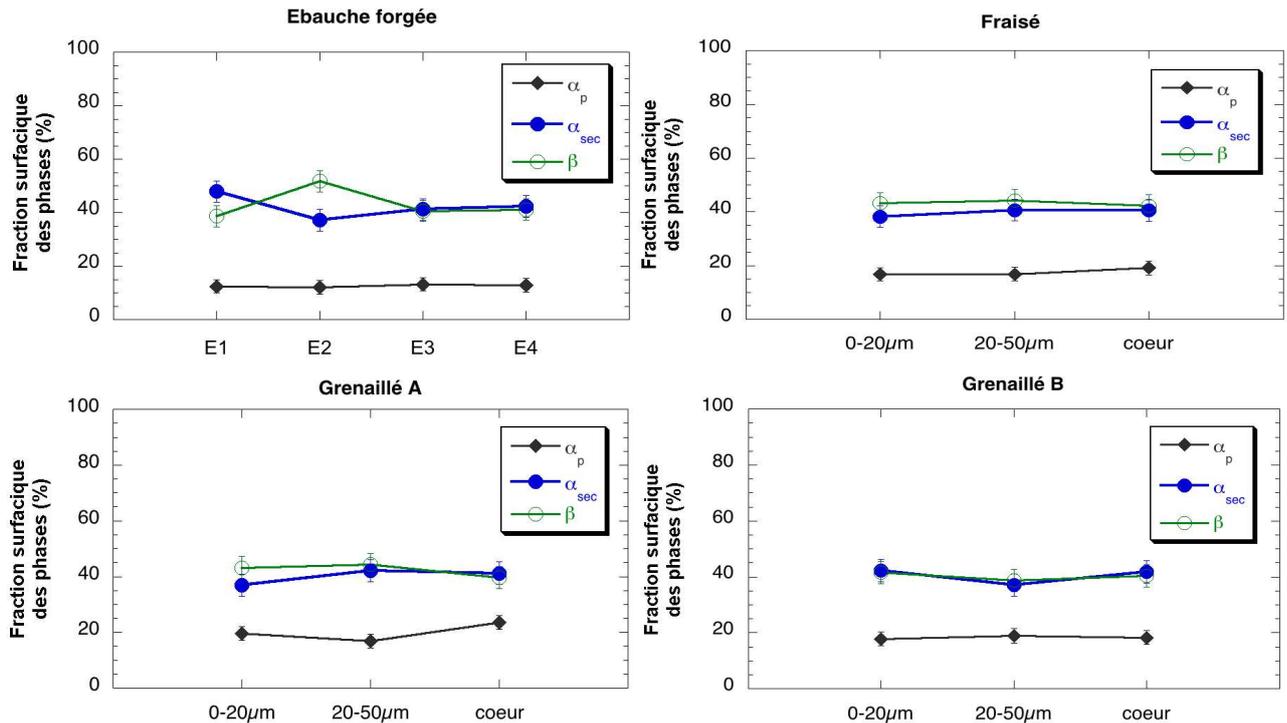


FIGURE 3.19 – Evolution des fractions surfaciques des phase α_p , α_{sec} et β dans les échantillons.

3.4 Conclusion

On constate une forte évolution de la microstructure au niveau du moyeu brut de forgeage, avec un fibrage de plus en plus marqué lorsqu'on va vers les zones les plus déformées. Dans les zones les plus déformées, les ex-joints de grain β issus de la première étape de forgeage sont encore visibles. Cela est dû à la mémoire de forme de cette phase.

En ce qui concerne les différences entre les surfaces usinées et traitées, et le cœur des échantillons, seul le grenailage de précontrainte influence réellement la microstructure en surface, en diminuant les tailles des nodules alpha primaire sur une épaisseur variant de 10 à 40 μm . Ces nodules tendent à être plus disparates, et de forme plus allongée, parallèlement à la surface grenillée, surtout lorsque l'angle d'impact au grenailage diminue.

Cette tendance a été plus particulièrement observée au MEB, où l'on voit nettement les précipités de la phase α_{sec} s'orienter et se regrouper en colonies dans les zones les plus déformées au forgeage, ou en surface des échantillons grenillés. On peut donc penser que la croissance des précipités de alpha secondaire se fait en fonction du taux de déformation et de l'orientation de la déformation de la matrice beta métastable. Par des analyses MET et EBSD complémentaires, ainsi que par des analyses de textures, on pourrait mieux étudier ce phénomène.

Les profils de contraintes réalisés en parallèle sur ces zones donneront la profondeur affectée avec plus d'exactitude, et nous pourront savoir si la profondeur affectée par la modification morphologique des grains correspond à la profondeur affectée mécaniquement.

Chapitre 4

Analyse des contraintes par diffraction des rayons X

Au début du projet, nous souhaitons avoir un aperçu des difficultés rencontrées chez Eurocopter pour faire les analyses de contraintes. Nous commencerons donc par présenter les tests préliminaires réalisés sur le Set X.

4.1 Tests préliminaires sur Set X

Trois catégories ont été observées : l'échantillon fraisé présenté dans les analyses micro-structurales et les échantillons grenailés de type A et B. Les paramètres d'acquisition pour les analyses de contraintes sont décrits dans le tableau 1.2. Ces paramètres ont été choisis après avoir passé un échantillon de Ti-6Al-4V sur le Set X. Ce dernier, qui se rapproche du Ti-10V-2Fe-3Al à travers sa structure biphasée $\alpha + \beta$, présente aussi des pics de diffraction larges et peu intenses, mais mieux définis que ceux du Ti-10V-2Fe-3Al. C'est pourquoi nous avons calé les paramètres d'acquisition sur cet alliage afin de pouvoir observer au mieux les pics du Ti-10V-2Fe-3Al.

Caractéristiques du goniomètre		Conditions d'acquisition	
Rayon goniométrique	144,00 mm	Mode de balayage	Pas à pas
Montage	Psi	Tension	20 kV
Calibration du détecteur		Courant	4 mA
Position du détecteur	141	$2\theta_0$	141,00°
Largeur du détecteur	512 canaux	1 ^{er} angle	135°
Pas moyen	0,0467°	Dernier angle	147°
Fenêtre	300	Temps d'acquisition	300s
Seuil	100	Oscillations en PHI	0°
Caractéristiques de diffraction		Oscillations en PSI	4°
Choix du rayonnement	cuivre	angle Phi	0°
Filtre	nickel	angles Psi	39,23°, 33,21°, 26,57°
$K_{\alpha 1}$	0,15406 nm		18,43°, 0,0°, -12,92°
$K_{\alpha 2}$	0,15444 nm		-22,79°, -30,0°, -36,27°
Pic de diffraction	{213} _{α}		

TABLE 4.1 – Paramètres d'analyse du Ti-10V-2Fe-3Al sur Set X.

Les résultats obtenus sont brièvement présentés sur la figure 4.1, qui représente le pic de

diffraction des plans $\{213\}$ de la phase α pour l'échantillon fraisé. Le 1^{er} pic correspond à la réponse du matériau en surface, et le 2^{eme} correspond à la même zone d'analyse, mais après un enlèvement de matière par polissage électrolytique ; 100 μm ont été retirés. Les pics de diffraction relatifs aux échantillons grenillés ne sont pas illustrés ici, car les résultats sont très ressemblants à ceux de l'échantillon fraisé.

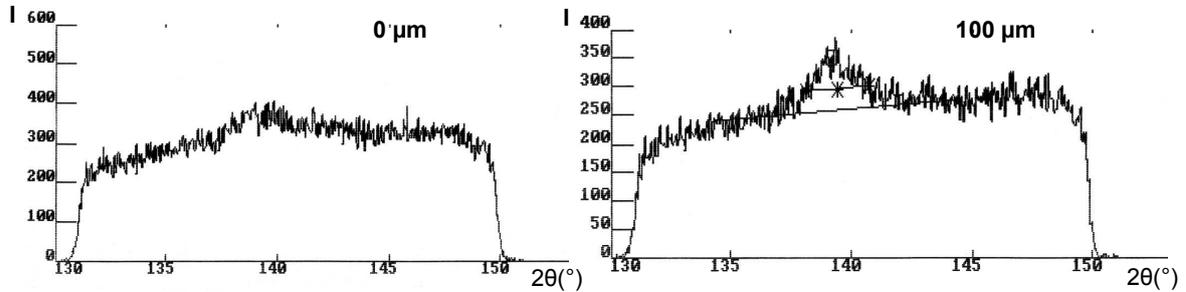


FIGURE 4.1 – Evolution de pics de diffraction en surface (0 μm) et à 100 μm de profondeur, obtenus sur l'échantillon fraisé de Ti-10V-2Fe-3Al ($\{213\}_\alpha$) avec le Set X et les paramètres du tableau 1.2.

Le tableau 4.2 montre les résultats des traitements numériques appliqués aux pics par le logiciel STRESS associé au Set X. Le RI donne le rapport des intensités maximales des pics sur la moyenne du bruit de fond. Les largeurs de pics sont les largeurs à mi-hauteur.

Echantillon	Zone d'analyse	RI	largeur moyenne (°)
Fraisé	0 μm	1,60	$3,791 \pm 0,569$
	100 μm	1,78	$2,403 \pm 0,321$
Grenillé A	0 μm	1,30	$4,848 \pm 1,264$
	100 μm	1,35	$2,682 \pm 0,994$
Grenillé B	0 μm	1,80	$4,753 \pm 1,087$
	100 μm	1,83	$3,126 \pm 0,779$

TABLE 4.2 – Résultats des traitements de pics obtenus sur 3 types d'échantillons de Ti-10V-2Fe-3Al, avec le Set X et les paramètres d'acquisition du tableau 1.2.

Comme on peut le constater, les pics obtenus en surface ne sont pas exploitables pour une analyse de contrainte car STRESS ne peut pas les traiter numériquement (le lissage par une fonction de type pseudo-Voigt est peu probant). Lorsqu'on enlève de la matière, les pics sont mieux définis, mais le rapport signal/bruit reste trop faible, et les résultats des analyses ont une grande dispersion. Par exemple, pour l'échantillon fraisé, les valeurs de contraintes obtenues à 100 μm de profondeur sont de -222 ± 81 MPa, avec un coefficient de détermination $r^2 = 0,972$.

Les tests ont été poursuivis avec le pic $\{103\}_\alpha$ avec un rayonnement de vanadium ($\lambda_{K\alpha} = 0,25037$ nm) et des paramètres identiques à ceux décrits pour le rayonnement de cuivre. Un rayonnement de vanadium permet de doubler la profondeur impactée par le faisceau de rayons X dans l'alliage. Cependant, les résultats sont à peine meilleurs. On constate toutefois que 2 pics se profilent. Le premier correspond bien au pic $\{103\}$ de la phase alpha, et le deuxième est le pic $\{211\}$ de la phase beta, qui en théorie sort à $142,03^\circ$ pour un tube de vanadium.

Lorsqu'on augmente le temps d'acquisition à 600 secondes avec une oscillation en ψ de $\pm 5^\circ$, le rapport signal/bruit augmente, et le pic est traité numériquement par lissage. Cependant les résultats obtenus ne sont pas fiables compte tenu de l'écart-type associé aux analyses de contraintes (plus de 150%). Ces résultats prouvent les difficultés existantes dans l'analyse de contraintes en surface d'un alliage tel que le Ti-10V-2Fe-3Al.

A la suite des résultats obtenus avec le SetX sur ces différents échantillons, nous avons recommencé les tests avec un goniomètre 4 cercles Seifert PTS-C3000. En plus d'offrir une puissance de rayonnement plus importante que le Set X, le Seifert permet d'apporter des inclinaisons supplémentaires, ce qui permet de faire des analyses de textures cristallines en plus des analyses des contraintes. Enfin, le Seifert peut accueillir un monochromateur arrière et différents types de détecteurs. Nous avons donc exploré plusieurs montages sur le Seifert afin de déterminer quels étaient les paramètres d'acquisition les mieux adaptés à l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al.

4.2 Choix des paramètres d'acquisition

Plusieurs anodes sont disponibles pour les analyses sur les matériaux. Chacune d'elles possède un rayonnement qui lui est propre. Mais il est nécessaire de sélectionner le rayonnement en fonction du matériau que l'on souhaite analyser. En effet, l'absorption du matériau va dépendre de sa propre masse, de son volume, mais aussi de la longueur d'onde du rayonnement utilisé [38]. De plus, il faut éviter la fluorescence du matériau étudié, car elle entraîne un bruit de fond important. Pour cela, la longueur d'onde $\lambda_{K\alpha}$ du rayonnement doit, en théorie, avoir une longueur d'onde plus courte que celle de la discontinuité λ_K du matériau étudié ($\lambda_K(Ti) = 0,274\text{nm}$). Afin de sélectionner uniquement la composante K_α , un filtre de discontinuité doit être placé entre l'anode et l'échantillon ou entre l'échantillon et le détecteur. Ce filtre permet d'éliminer la composante K_β . Sinon, un monochromateur cristallin est une alternative, et permet de sélectionner la longueur d'onde voulue.

La profondeur de matière pénétrée par les rayons X peut être calculée, en fonction de la longueur d'onde et du coefficient d'absorption massique μ/ρ du matériau analysé. Nous avons fait les calculs pour un montage ψ , dans le cas de l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al (figure 4.2). Le coefficient d'absorption massique de l'alliage a été calculé à partir des tables NIST [97], et vaut $\mu/\rho = 243,35 \text{ cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ pour un rayonnement de cuivre.

Les choix les plus judicieux pour l'analyse du titane sont en théorie les rayonnements de vanadium et de titane. Mais pour avoir une meilleure discrétisation des analyses dans la profondeur de l'alliage, et aussi par rapport aux tubes disponibles à Eurocopter et aux angles analysés pour la détermination des contraintes, nous avons choisi d'effectuer la majorité des tests avec le rayonnement de cuivre. Un filtre de nickel permettra de diminuer la fluorescence.

Les analyses en diffraction sur le Seifert se sont déroulées en plusieurs phases. Quelques tests ont été faits avec un monochromateur arrière Ge {220} et un compteur à scintillation. Au cours de cette étape, 2 échantillons forgés, l'échantillon fraisé et l'échantillon grenailé de type B ont été observés. Mais le temps d'acquisition pour obtenir des profils fins était trop important, et donc non envisageable lorsqu'un profil de contraintes doit être effectué. Les résultats ne sont pas présentés. Enfin, la troisième et dernière phase a amené des observations de ces mêmes échantillons mais sans monochromateur arrière et avec un détecteur de type PSD (Position Sensitive Detector, à localisation linéaire). Les paramètres les mieux adaptés

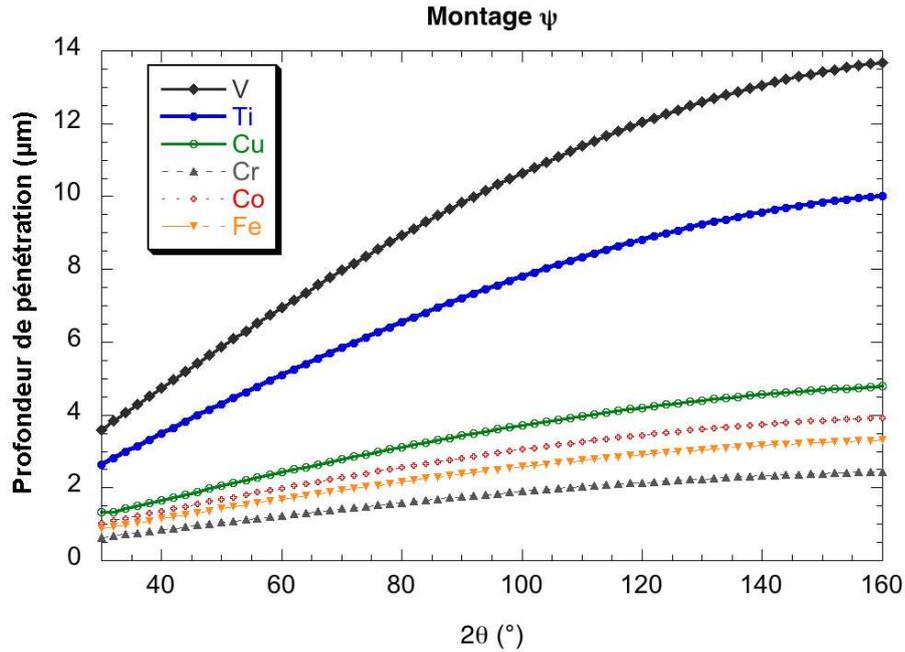


FIGURE 4.2 – Profondeur de pénétration des rayons X dans l’alliage Ti-10V-2Fe-3Al, en montage ψ .

pour nos analyses ont été utilisés. Ils sont décrits dans la table 4.3.

Caractéristiques du goniomètre		Conditions d’acquisition	
Rayon goniométrique	320 mm	Mode de balayage	pas à pas
Montage	Psi	Tension	40 kV
Calibration du détecteur		Courant	30 mA
Type de détecteur	PSD	$2\theta_0$	141,00°
Largeur du détecteur	15°	1 ^{er} angle	136°
Pas moyen	0,05°	Dernier angle	146°
Fenêtre	-	Temps d’acquisition	300s
Seuil	-	Oscillations en PHI	0°
Caractéristiques de diffraction		Oscillations en PSI	4°
Choix du rayonnement	cuiivre	angle Phi	0°, 30°, 60°
Filtre	nickel	angles Psi	39,23°, 33,21°, 26,57°
$K_{\alpha 1}$	0,15406 nm		18,43°, 0,0°, -12,92°
$K_{\alpha 2}$	0,15444 nm		-22,79°, -30,0°, -36,27°
Pic de diffraction	{213} _α		
Constantes d’élasticité		$\frac{1}{2}S_2=12,09.10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$	$-S_1=3.10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$

TABLE 4.3 – Paramètres d’analyse du Ti-10V-2Fe-3Al sur Seifert.

4.3 Analyses avec le Seifert PTS 3000

Les campagnes d’analyse des contraintes résiduelles avec le Seifert PTS 3000 sont présentées dans ce chapitre. Les bornes d’erreur sur les valeurs des contraintes correspondent à 2 écarts types.

4.3.1 Cas n°1 : matériau de base - ébauche forgée

Le niveau zéro des contraintes a été vérifié le long de l'ébauche forgée. Mais comme nous pouvons le constater, les largeurs intégrales, qui correspondent sur le graphe 4.3 à la direction d'analyse $\psi = \varphi = 0$ vont légèrement évoluer le long du moyeu. Lorsque les niveaux de déformation augmentent, atteignant un maximum pour l'échantillon E4, les largeurs intégrales ont tendance à augmenter.

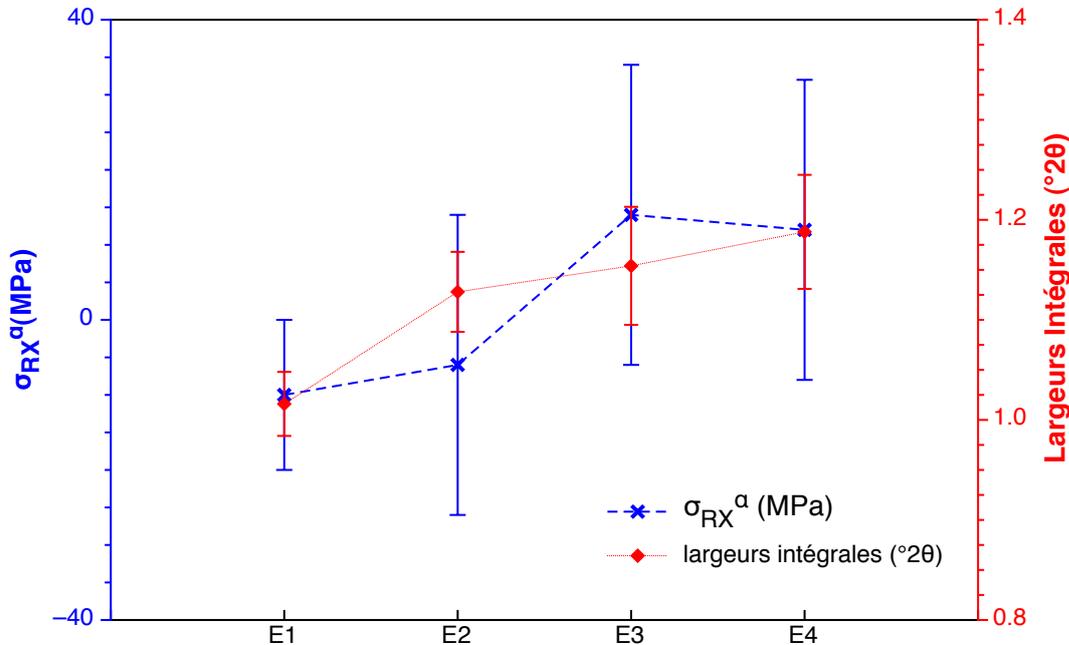


FIGURE 4.3 – Contraintes résiduelles et largeurs intégrales obtenues le long de l'ébauche forgée dans la phase α .

Cet élargissement correspond aux modifications microstructurales que nous avons pu observer le long de l'ébauche, avec d'une part l'apparition de macrostructures issues des ex-grains β dans la partie la plus fine du moyeu, et d'autre par l'augmentation des niveaux des déformations dans le moyeu dans ces mêmes zones, avec des particules plus allongées. En effet, les largeurs intégrales des pics donnent des informations sur les tailles des cristallites analysés. Si la forme des particules varie et s'allonge, alors il est probable que les cristallites soient aussi modifiés. Une diminution de leur taille entraîne un élargissement des pics de diffraction.

4.3.2 Cas n°2 : état fraisé

Un profil de contraintes résiduelles a été réalisé sur l'échantillon fraisé préalablement observé en microscope. Le gradient de contraintes en profondeur est mis en parallèle avec l'évolution des largeurs intégrales du pic correspondant à la direction $\psi = \varphi = 0$. Les pics ont été lissés par une fonction de type pseudo-Voigt (produit de convolution entre une fonction gaussienne et une fonction lorentzienne) et leur position a été déterminée à partir de la fonction lissée. Les valeurs de contraintes et des largeurs de pic sont présentées sur la figure 4.4.

Nous pouvons constater que le fraisage amène des contraintes de compression importantes, d'environ 500 MPa, jusqu'à une profondeur de 70 μm . En couplant les observations

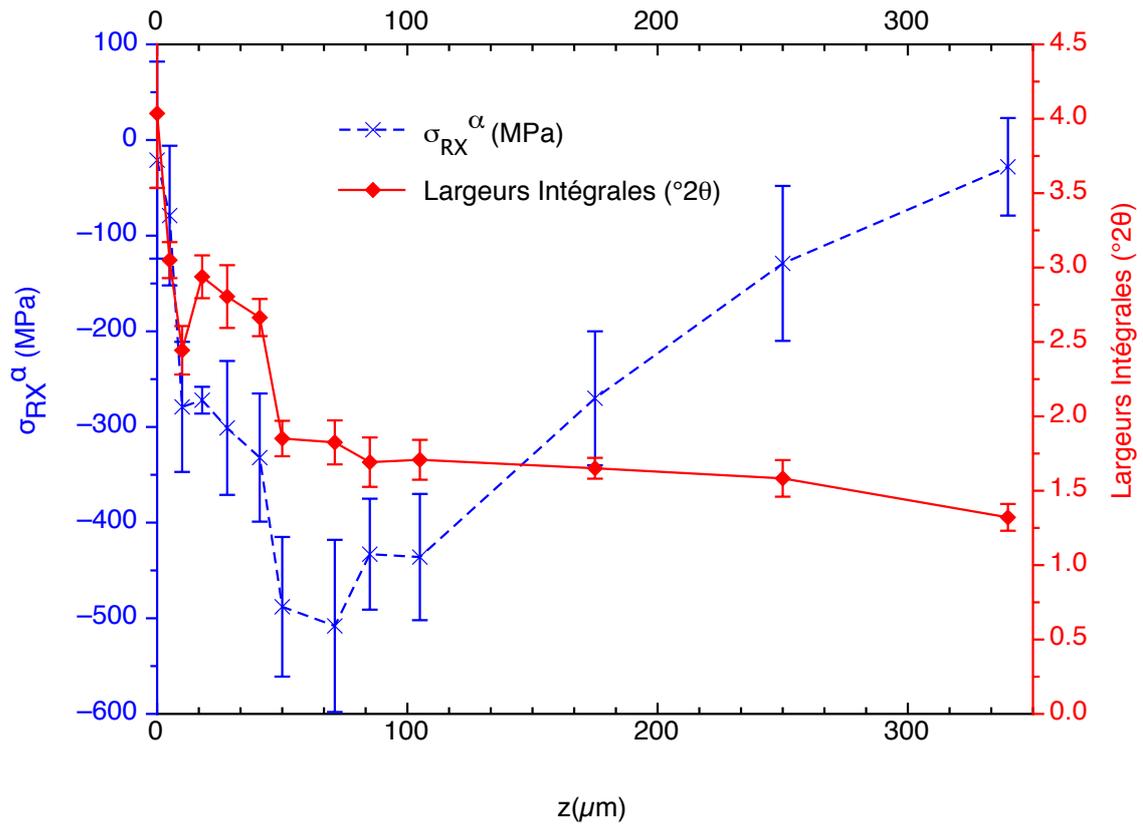


FIGURE 4.4 – Profil des contraintes résiduelles et largeurs intégrales associées obtenues sur l'échantillon fraisé dans la phase α .

avec les évolutions des largeurs intégrales, on peut constater le fort gradient des largeurs intégrales dans l'extrême surface du matériau usiné, c'est-à-dire dans les 20 premiers microns. Or, cela correspond à la zone impactée par l'usinage au niveau de la morphologie des grains. La forte compression des grains de la phase α dans cette couche engendre une très forte diminution de la largeur intégrale ainsi qu'une forte mise en compression de la zone. Au niveau du premier point d'analyse à $0 \mu\text{m}$, qui correspond à une profondeur d'environ $10 \mu\text{m}$ analysée, on peut constater aussi que l'incertitude associée au calcul des contraintes est très importante. Elle correspond à 490%. Elle n'est plus que de 92% à $5 \mu\text{m}$ et de 24% à $10 \mu\text{m}$. Les largeurs intégrales se stabilisent dès le maximum de contrainte atteint, traduisant bien l'impact de l'usinage à la fois sur les niveaux de contraintes et sur les largeurs du pic $\{213\}_{\alpha}$.

4.3.3 Cas n°3 : état grenailé

De la même façon que pour l'échantillon fraisé précédent, un profil de contraintes résiduelles a été réalisé sur l'échantillon grenailé de type B. Le gradient de contraintes profondeur est mis en parallèle avec l'évolution des largeurs intégrales du pic correspondant à la direction $\psi = \varphi = 0$. Les pics ont aussi été lissés par une fonction Pseudo-Voigt et leur position déterminée à partir de la fonction lissée. Les valeurs de contraintes et des largeurs de pic sont présentées sur la figure 4.5.

Des contraintes de compression de 730 MPa ont été amenées jusqu'à une centaine de micromètres de profondeur grâce aux paramètres de grenailage utilisés sur cette éprouvette. En parallèle, on peut constater le gradient des largeurs intégrales dans cette couche en compres-

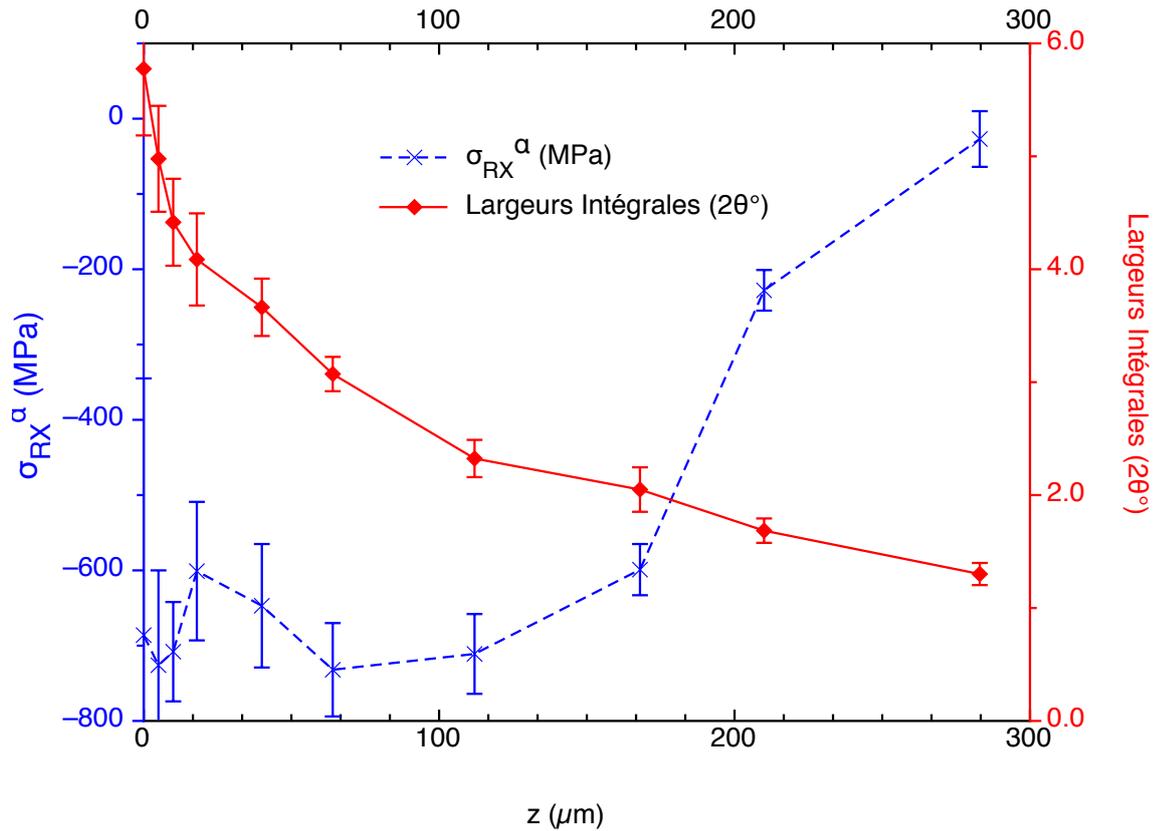


FIGURE 4.5 – Profil des contraintes résiduelles et largeurs intégrales associées obtenues sur l'échantillon grenailé de type B, dans la phase α .

sion. La forte compression des grains de la phase alpha dans cette couche engendre une très forte diminution de la largeur intégrale ainsi qu'une forte mise en compression de la zone. Au premier point d'analyse, à $0 \mu\text{m}$, l'incertitude associée au calcul des contraintes est grande, avec $\pm 49\%$ de la valeur de contrainte. Cette incertitude n'est plus que de 17% à $5 \mu\text{m}$ et de 9% à $10 \mu\text{m}$. En revanche, la zone impactée mécaniquement par le grenailage apparaît donc comme supérieure en profondeur par rapport aux modifications morphologiques des grains que nous avons pu observer.

4.4 Discussion

Nous avons pu mettre directement en évidence l'impact de l'usinage ou du grenailage de précontraintes sur les largeurs intégrales et sur les incertitudes associées aux valeurs de contraintes calculées à partir des déplacements des pics de diffraction. Sur l'échantillon usiné par fraisage, les largeurs intégrales des pics se stabilisent dès une cinquantaine de micromètres de profondeur, profondeur à laquelle le maximum de contraintes en compression est atteint.

De même, pour l'échantillon grenailé, les largeurs intégrales sont en constante décroissance en profondeur. Lorsque l'état nul de contrainte est de nouveau atteint, les largeurs intégrales rejoignent celle du matériau de base forgé.

Cela nous conduit à penser qu'une simple analyse en diffraction, dans une seule direc-

tion, peut nous donner un indice sur la faisabilité d'un profil de contrainte. Un simple point en surface associé à un pic dont la largeur intégrale est supérieure à 3° peut nous indiquer qu'il y aura de grandes difficultés à effectuer les acquisitions dans plusieurs directions pour les analyses de contraintes.

De plus, les largeurs intégrales des pics nous donnent aussi des indications sur la taille des domaines cohérents de diffraction (DCD) diffractants. En effet, la relation taille des DCD / largeurs des pics peut être traduite par la formule de Scherrer (équation 4.1) pour les petits DCD [49] :

$$H = \frac{k \cdot \lambda}{\tau \cdot \cos(\theta)} \quad (4.1)$$

où k est un facteur de forme qui vaut 1 si H est la largeur intégrale des pics et 0,89 si H est la largeur à mi-hauteur. H s'exprime en *radians*. τ (en *m*) est le diamètre du DCD et λ (en *m*) la longueur d'onde du rayonnement utilisé. Cependant, la relation de Scherrer fait l'hypothèse que les DCD sont de forme sphérique et que les analyses sont faites sur une poudre. Les résultats des analyses présentés ici sont donc à considérer avec beaucoup de précaution. Ces analyses ont été faites rapidement pour avoir une idée de l'évolution de la tailles des DCD. Cependant, des analyses avec les méthodes de Warren-Averbach ou de Williamson-Hall seraient bien mieux adaptées [98, 99], mais nous n'avons pu les faire par soucis de temps.

Les calculs ont été faits à partir des données obtenues en diffraction sur nos échantillons. Le rayonnement considéré est celui du cuivre, et le pic observé est le $\{213\}_\alpha$. La figure 4.6 montre les résultats obtenus pour les échantillons forgés. Les DCD ont une taille moyenne inférieure à $0,26 \mu\text{m}$ dans la phase α . Cela englobe les DCD de la phase α_p et ceux de la phase α_{sec} .

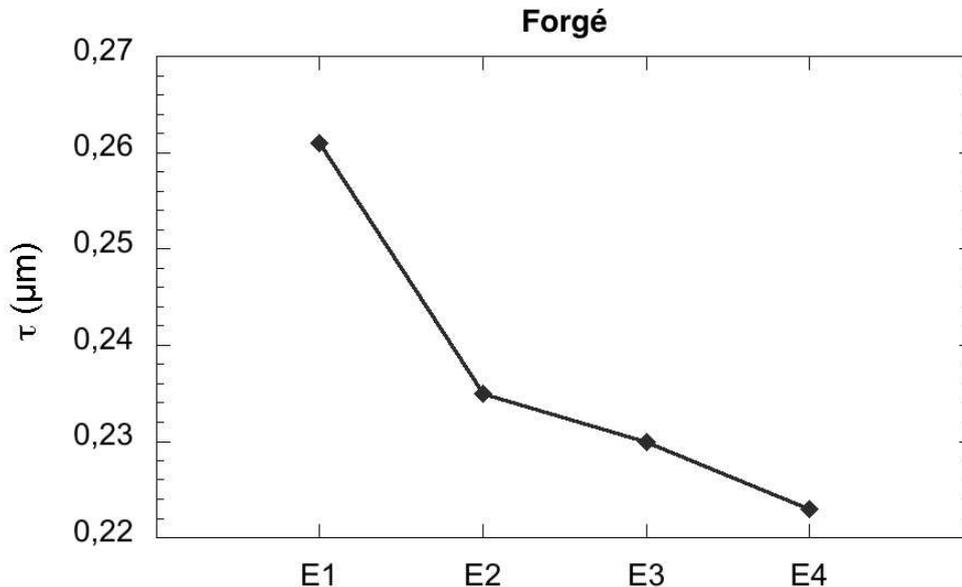


FIGURE 4.6 – Analyse de la taille des DCD de la phase α pour les échantillons forgés E1, E2, E3 et E3.

Cette taille de DCD est très faible, et engendre un élargissement de pic de l'ordre de $1,1^\circ$. A titre de comparaison, un DCD de diamètre égal à $10 \mu\text{m}$ engendre un élargissement de l'ordre de $2,4 \cdot 10^{-3}^\circ$, ce qui est très faible. Les détecteurs ont en général une sensibilité de

0,01° et ne détecterait donc pas un élargissement de pic dans ce dernier exemple.

Nous avons fait l'étude de l'évolution de ces DCD dans le cas de l'échantillon fraisé et de l'échantillon grenailé B. Les figures 4.7 et 4.8 présentent les résultats.

A travers ces deux échantillons nous retrouvons le comportement observés au niveau des largeurs intégrales sur les profils de contraintes. On voit bien la démarcation à 50 μm de profondeur pour l'échantillon fraisé, et 100 μm de profondeur pour l'échantillon grenailé B. Cependant, le diamètre des DCD diffractants augmente en proche surface (jusqu'à 1 μm pour le fraisé et 0,85 μm pour le grenailé B. Cela devrait se traduire par une diminution de la largeur intégrale du pic, mais ce n'est pas le cas puisque nous avons constaté qu'en proche surface, la largeur intégrale était maximale, lors des analyses de contraintes. La taille de DCD n'est donc pas le seul facteur entrant en compte dans l'élargissement des pics de diffraction. Il existe aussi un élargissement dû au montage expérimental. De plus, une distribution non homogène des compositions du matériau entre aussi en compte. Enfin, les incompatibilités plastiques et l'anisotropie élastique des DCD sont des facteurs très importants. Dans le cas des échantillons grenailés et fraisés analysés, nous avons constatés une déformation morphologique des grains en proche surface. Il est très probable que de nombreux défauts et incompatibilités soient présents, et donc, élargissent les pics.

Enfin, même si l'hypothèse de DCD de taille sphérique limite l'étude dans notre cas, il est important de considérer que la taille des DCD, à ne pas confondre avec la taille des grains, est très limitative pour nos analyses en diffraction des rayons X. De façon générale, des DCD dont la taille est inférieure à 1 μm vont engendrer un élargissement de pic conséquent.

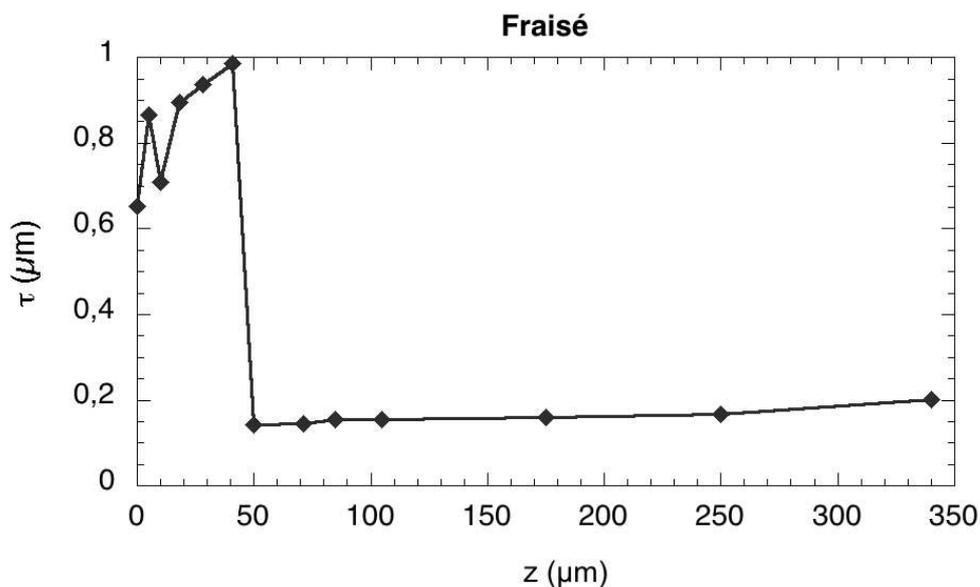


FIGURE 4.7 – Analyse du gradient de la taille des DCD de la phase α pour l'échantillon fraisé.

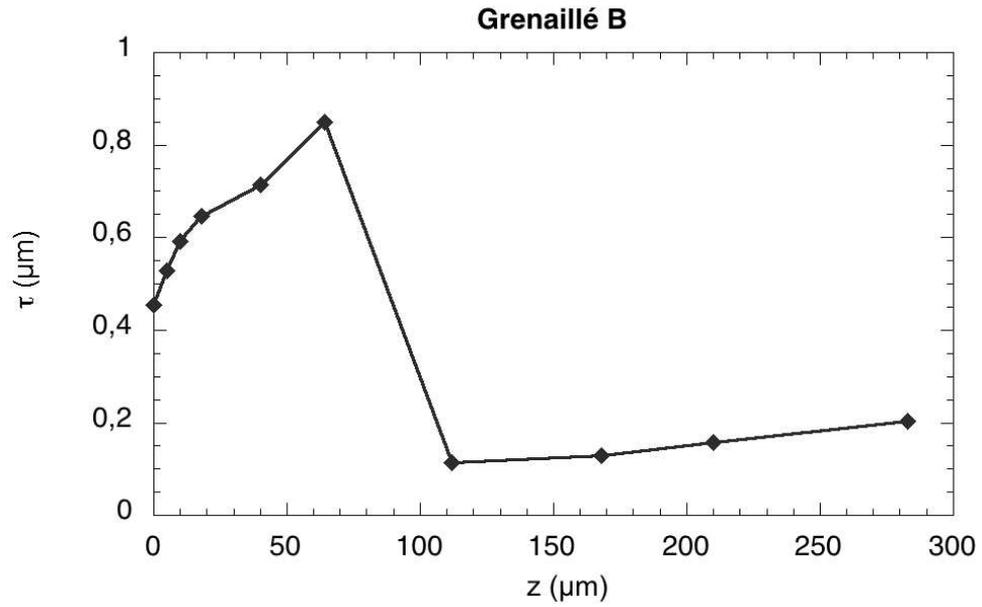


FIGURE 4.8 – Analyse du gradient de la taille des DCD de la phase α pour l'échantillon grenailé B.

Quatrième partie

Optimisation des calculs et validation d'une méthodologie adaptée

Introduction

Une étude des textures cristallines des phases α et β a été réalisée. Les figures de pôles obtenues permettent d'accéder aux fonctions de distributions des orientations (FDOC). Ces FDOC sont nécessaires d'une part pour déterminer dans quelle direction l'intensité de diffraction sera maximale, ce qui permet de maximiser les conditions d'acquisition sur cet alliage peu diffractant. D'autre part, les FDOC permettent de relier les déformations aux contraintes, en accédant aux constantes d'élasticités radiocristallines (CER) des phases. Le modèle de calcul des contraintes est ainsi affiné pour notre cas d'étude.

Deux moyens d'analyse ont été utilisés pour accéder à ces FDOC et à ces CER : la diffraction des rayons X et la diffraction des neutrons. Dans cette optique, 15 jours d'expériences ont été utilisés au laboratoire Léon Brillouin du CEA de Saclay, sur l'instrument 6T1, pour accéder aux textures cristallines, puis 5 jours ont été utilisés sur Salsa à l'Institut Laue Langevin de Grenoble, avec une analyse des CER par la méthode des $\sin^2\psi$ sur des éprouvettes de Ti10-2-3 forgé en traction uniaxiale. Le principal avantage des neutrons est sa grande pénétration dans la matière par rapport aux rayons X. Ainsi, le volume sonde analysé en diffraction des neutrons est d'environ 1 cm^3 , contre $2 \text{ mm} \times 2 \text{ mm} \times 10 \mu\text{m}$ en diffraction des rayons X. Un très grand nombre de grains peut donc être analysé en neutrons. On accède à un volume représentant statistiquement mieux l'ensemble de la pièce, alors qu'en diffraction des rayons X l'analyse reste plus locale.

Les résultats des analyses en diffraction des neutrons ont ensuite été comparés à ceux exécutés en diffraction des rayons X. Les résultats sont présentés dans cette partie.

Chapitre 1

Optimisation de la diffraction des rayons X

1.1 Réévaluations des constantes d'élasticité radiocristallines

1.1.1 Diffraction des rayons X : analyse des textures cristallines

Nous avons effectué des analyses des textures cristallines sur les échantillons observés en microscopie et analysés en diffraction des rayons X. Pour cela, nous avons étudié les échantillons au Seifert PTS3000 et nous avons examiné des profils de textures en parallèle des profils de contraintes réalisés sur les échantillons forgés, fraisés et grenillés.

1.1.1.1 Paramètres instrumentaux

Dans l'optique de calculer les constantes d'élasticité radiocristallines (CER), il est nécessaire de déterminer les fonctions des orientations cristallographiques (FDOC). Pour cela, des figures de pôles doivent être réalisées, au nombre de 5 pour la phase α hexagonale et de 3 pour la phase β cubique. Les paramètres d'acquisition utilisés sur le Seifert sont donnés dans le tableau 1.1.

Anode		Filtre	Détecteur	Collimation	
cuivre		nickel	PSD	0,1°	
Phase	{hkl}	$2\theta_0$ (°)	χ° (pas°)	ψ° (pas°)	t (s) / point
α	100	35,15	de 0 à 70 (5)	de 0 à 360 (10)	10
	002	38,35			
	101	40,30			
	102	53,00			
	110	63,10			
β	002	57,20	de 0 à 70 (5)	de 0 à 360 (10)	10
	211	72,00			
	310	98,60			

TABLE 1.1 – Paramètres d'acquisition des figures de pôles sur les phases α et β des échantillons de Ti-10V-2Fe-3Al en diffraction des rayons X.

Les plans sélectionnés sont visibles sur le spectre présenté en figure 1.1. On peut constater qu'il est difficile de sélectionner 3 pics isolés pour la phase β .

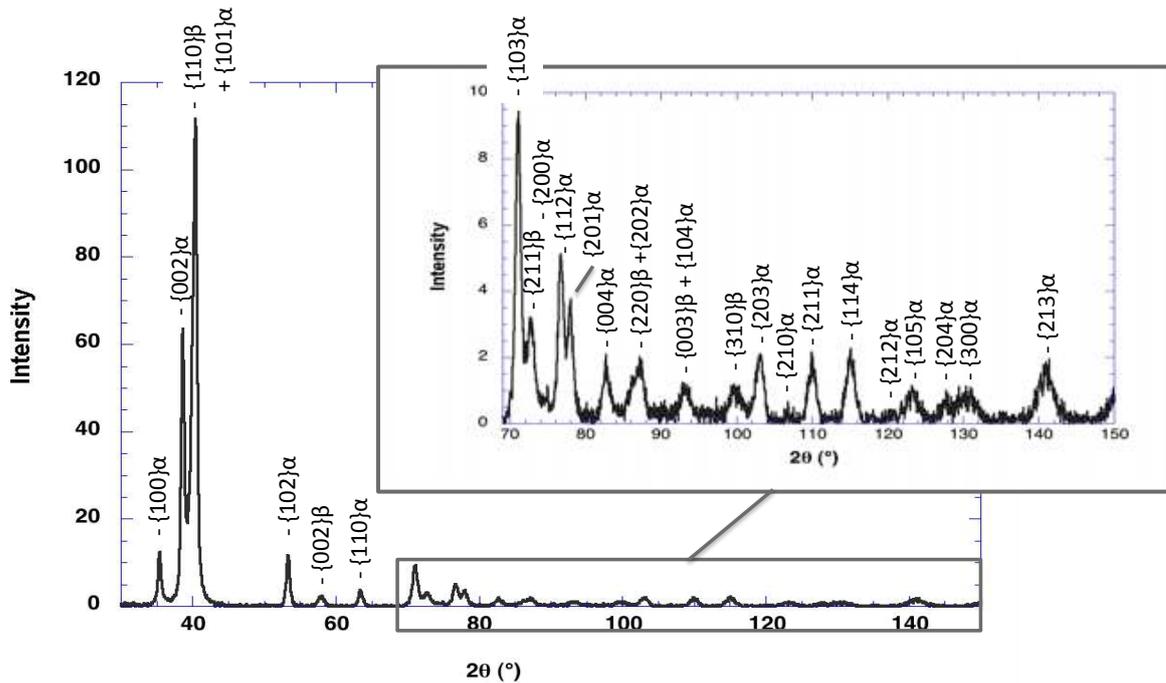


FIGURE 1.1 – Spectre de diffraction de l’alliage Ti-10V-2Fe-3Al, réalisé sur Seifert avec un rayonnement de cuivre.

1.1.1.2 Figures de pôles

- Matériau de base :

Les figures de pôles normalisées de la phase α obtenues le long de l’ébauche de Ti-10V-2Fe-3Al sont présentées dans la figure 1.2.

Les FDOC obtenues après analyse des figures de pôles sous LaboTex sont présentées en annexe E. Les indices de textures de la phase α , calculés à partir des familles de plans $\{100\}_\alpha$, $\{002\}_\alpha$, $\{110\}_\alpha$, $\{101\}_\alpha$, varient entre 5,1 et 14,8 (figure 1.3). La famille $\{102\}_\alpha$ n’a pas été considérée dans les calculs, car elle est source d’une importante erreur relative. Les figures de pôles de l’échantillon n’ont pas été symétrisées pour les calculs. L’erreur relative moyenne sur l’ensemble des directions prises en compte est importante, avec RP compris entre 30,1 % et 50,2 %. La phase α est texturée, mais des écarts autour des orientations préférentielles sont présents. C’est cela qui engendre des erreurs conséquentes dans la détermination des FDOC.

Les directions préférentielles relevées dans la phase α sont une fibre partielle $\langle 001 \rangle$, qui se renforce dans les zones les plus déformées, ainsi qu’une fibre partielle $\langle 010 \rangle$. Puis, on retrouve majoritairement des composantes des familles $\{001\}$, avec les textures $\{001\}\langle 010 \rangle$, $\{001\}\langle 110 \rangle$ et $\{001\}\langle 340 \rangle$, et la direction $\{010\}\langle 10\bar{1} \rangle$. D’autres directions minoritaires telles que $\{101\}\langle 010 \rangle$, $\{120\}\langle 0\bar{1}1 \rangle$, ont été analysées.

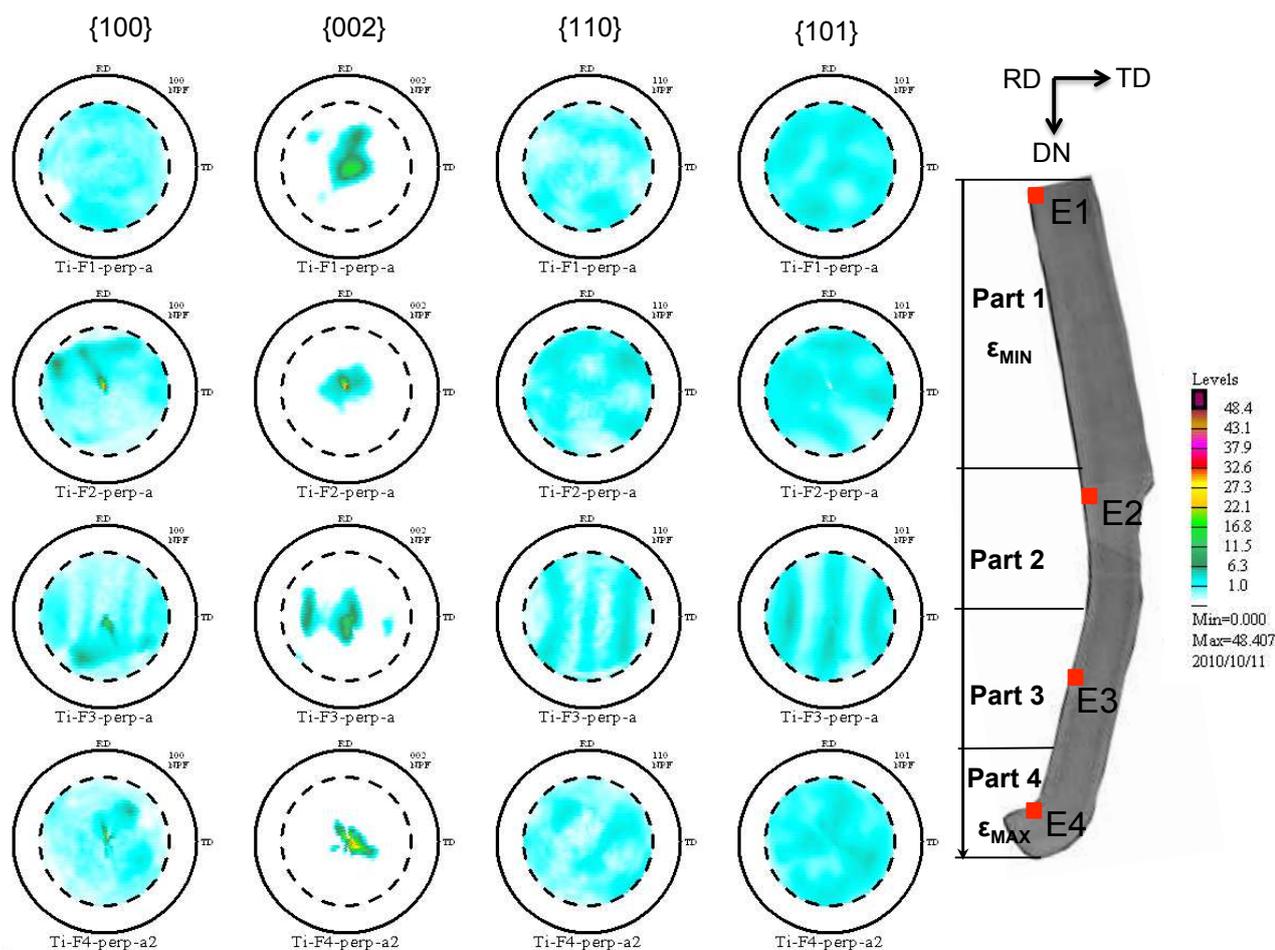


FIGURE 1.2 – Figures de pôles normalisées de la phase α obtenues le long de l'ébauche de Ti-10V-2Fe-3Al forgée, sur les échantillons E1, E2, E3 et E4.

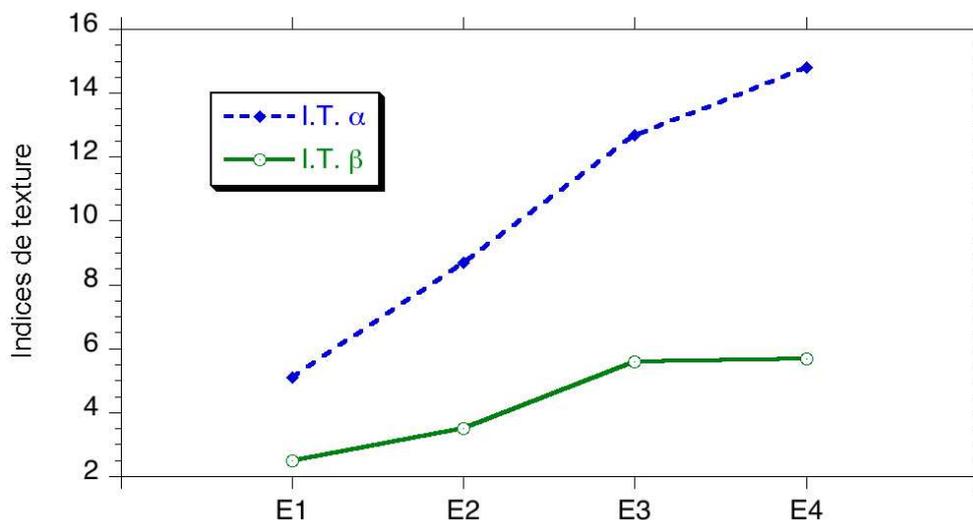


FIGURE 1.3 – Indices de textures des échantillons forgés E1, E2, E3 et E4, calculés à partir des familles de plans $\{100\}$, $\{002\}$, $\{110\}$, $\{101\}$.

De la même façon, la phase β a été analysée. Comme le montre la figure 1.4, les orientations préférentielles sont bien moins marquées que pour la phase α , et les figures de pôles

correspondent presque à celles d'un matériau à gros grains. Des tendances précises sont difficilement extractibles de ces figures de pôles. Cependant, on peut constater une amplification de la direction principale $\{001\}$ dans cette phase, depuis la partie la moins déformée vers la partie la plus déformée du moyeu. Les indices de textures sont moins importants que ceux de la phase α , et varient de 2,5 à 5,7 le long de la pièce (figure 1.3). Ils ont été calculés à partir de $\{002\}_\beta$ et $\{211\}_\beta$ seulement, sans symétrisation de l'échantillon.

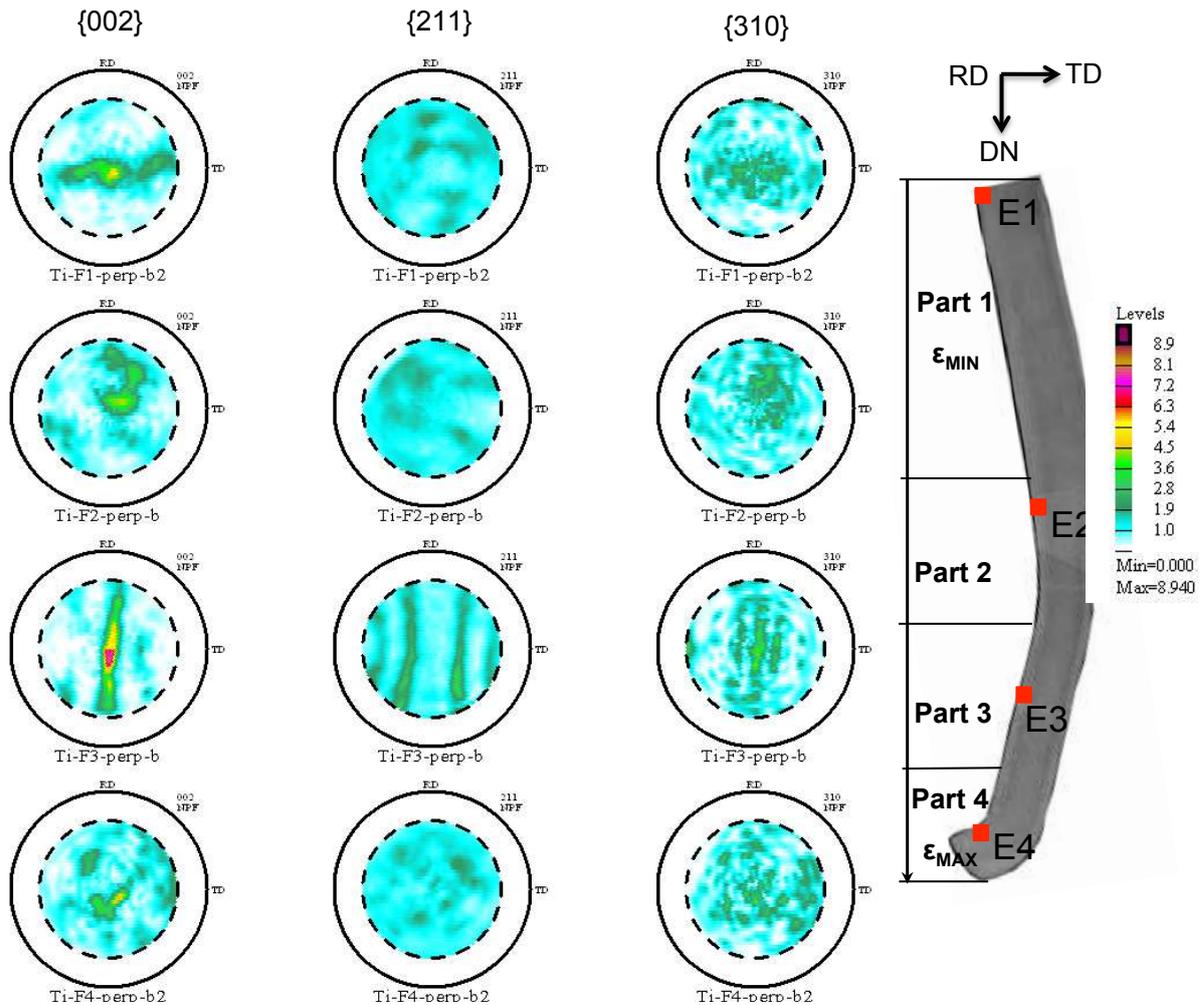


FIGURE 1.4 – Figures de pôles normalisées de la phase β obtenues le long de l'ébauche de Ti-10V-2Fe-3Al forgée, sur les échantillons E1, E2, E3 et E4.

- Matériau fraisé :

Un profil de textures dans la profondeur du matériau fraisé a été réalisé en parallèle du profil de contraintes présenté en partie 3. Nous avons constaté une évolution des figures de pôles dans la profondeur. Seules les profondeurs intéressantes, pour lesquelles les figures de pôles montrent les renforcements ou les changements de directions préférentielles, sont présentées en figure 1.5. L'ensemble des figures de pôles pour chaque profondeur est présenté en annexe E.

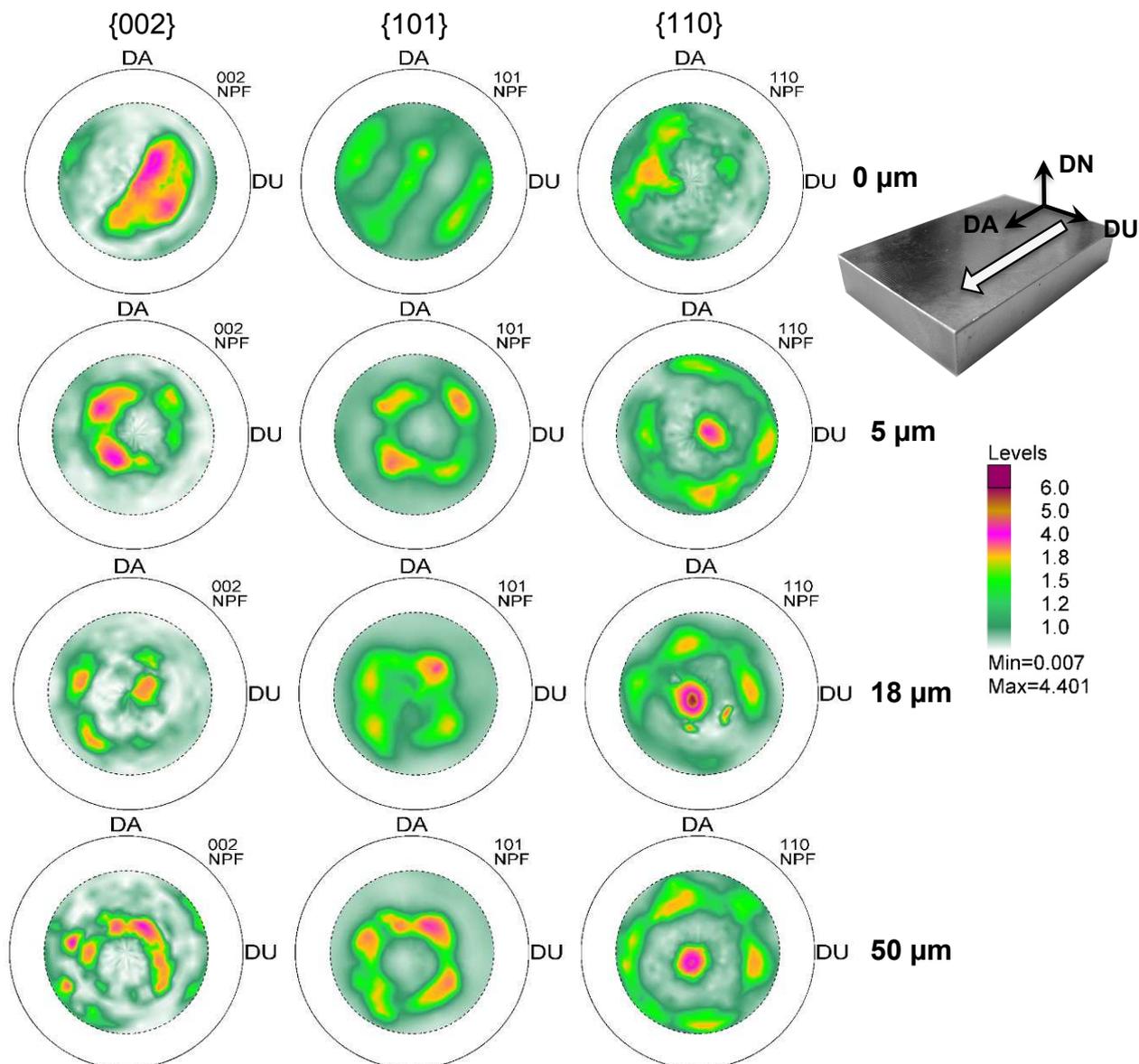


FIGURE 1.5 – Profil des figures de pôles normalisées de la phase α obtenues pour l'échantillon de Ti-10V-2Fe-3Al fraisé.

Nous avons montré dans les analyses de microstructures que l'échantillon fraisé présentait un gradient de microstructure en extrême surface, avec un allongement des grains parallèlement à la surface, dans la première dizaine de microns sous la surface usinée. Les figures de pôles obtenues montrent aussi une évolution en profondeur. Cependant les textures ne sont pas très intenses, avec des indices de textures qui sont compris entre 2,5 et 3,5 (figure 1.6).

Les FDOC ont été calculées à partir de 4 directions et non 5, en supprimant les familles $\{102\}_\alpha$ qui apportent trop d'incertitude dans les calculs. Elles sont présentées en annexe E page 129. Les analyses des directions préférentielles ont montré la présence des composantes $\{001\}\langle 001 \rangle$ à 0 μm de profondeur. Aucune direction préférentielle n'a pu être décelée avec certitude sur les plans $\{100\}$ et $\{110\}$. Puis, certaines orientations apparaissent en surface, entre 5 μm et 18 μm , avec $\{121\}\langle \bar{1}25 \rangle$ et $\{100\}\langle 010 \rangle$ qui s'ajoutent aux composantes $\{001\}\langle 001 \rangle$. Enfin, la texture évolue encore avec l'extinction progressive de $\{100\}\langle 010 \rangle$.

jusqu'à $50 \mu\text{m}$ / $60 \mu\text{m}$, profondeur à laquelle les textures n'évoluent plus jusqu'en coeur du matériau.

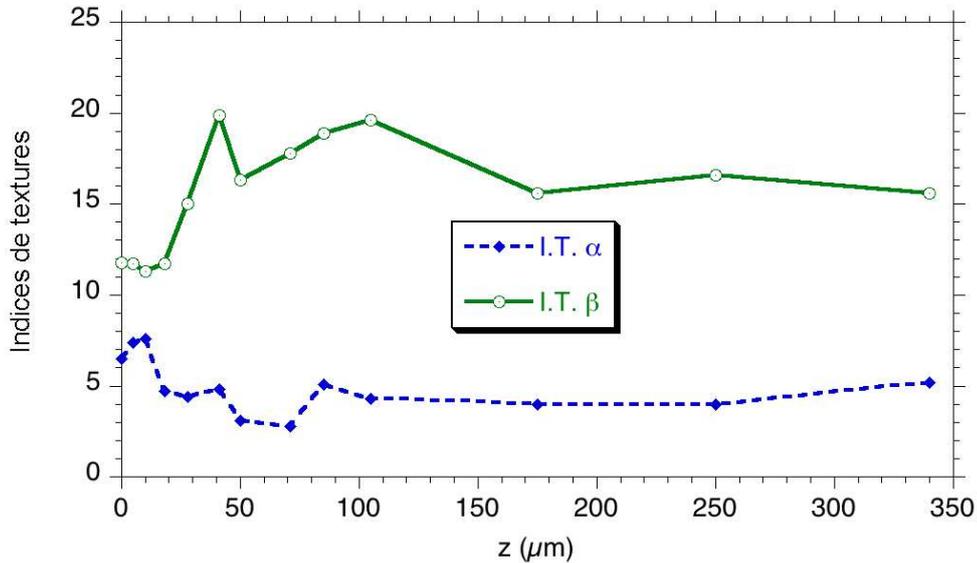


FIGURE 1.6 – Profil des indices de textures relevées sur l'échantillon fraisé, calculés à partir des familles de plans $\{100\}$, $\{002\}$, $\{110\}$, $\{101\}$.

La figure 1.7 présente les figures de pôles obtenues sur la phase β . Les figures des plans $\{211\}_\beta$ n'ont pas été présentées car elles n'apportent pas d'indication pertinente. Ces figures de pôles montrent une texture à gros grains sur les plans $\{310\}$. Mais une évolution en profondeur se distingue sur les plans $\{002\}$. Lorsqu'on couple ces figures aux FDOC, données en annexe E, on ne note que quelques renforcements de textures à $0 \mu\text{m}$, avec des composantes $\{122\}\langle 21\bar{2}\rangle$, $\{001\}\langle \bar{1}20\rangle$ et $\{\bar{1}03\}\langle 331\rangle$. A $5 \mu\text{m}$ les composantes cubiques $\{001\}$ se renforcent accompagnées d'une fibre partielle $\langle 001\rangle$. Jusqu'à $18 \mu\text{m}$, ces composantes se renforcent. Enfin, à environ $50 \mu\text{m}$, des composantes $\{110\}$ s'ajoutent. Les textures n'évoluent plus par la suite, jusqu'en coeur de matière.

Les FDOC sur lesquelles nous nous sommes appuyés pour les analyses des directions préférentielles sont données en annexe E.

- Matériau grenailé :

De la même façon que pour l'échantillon fraisé, un profil des textures a été réalisé en parallèle du profil de contrainte, sur l'échantillon grenailé B. La figure 1.8 présente les figures de pôles obtenues sur la phase α .

Les figures de pôles de la phase β ne sont pas de bonnes qualité : les intensités sont faibles et il est très difficile de voir des directions préférentielles. Elles correspondent plus à des textures de matériaux à gros grains. Nous n'avons pas jugé pertinent de les présenter.

Les FDOC de la phase α sont données en annexe. A cause de la mauvaise qualité des figures de pôles de la phase β , les FDOC n'ont pas pu être calculées correctement dans cette

phase. En effet, l'incertitude associée à l'évaluation des directions préférentielles est importante, et cela engendre une forte incertitude dans la détermination des constantes d'élasticité.

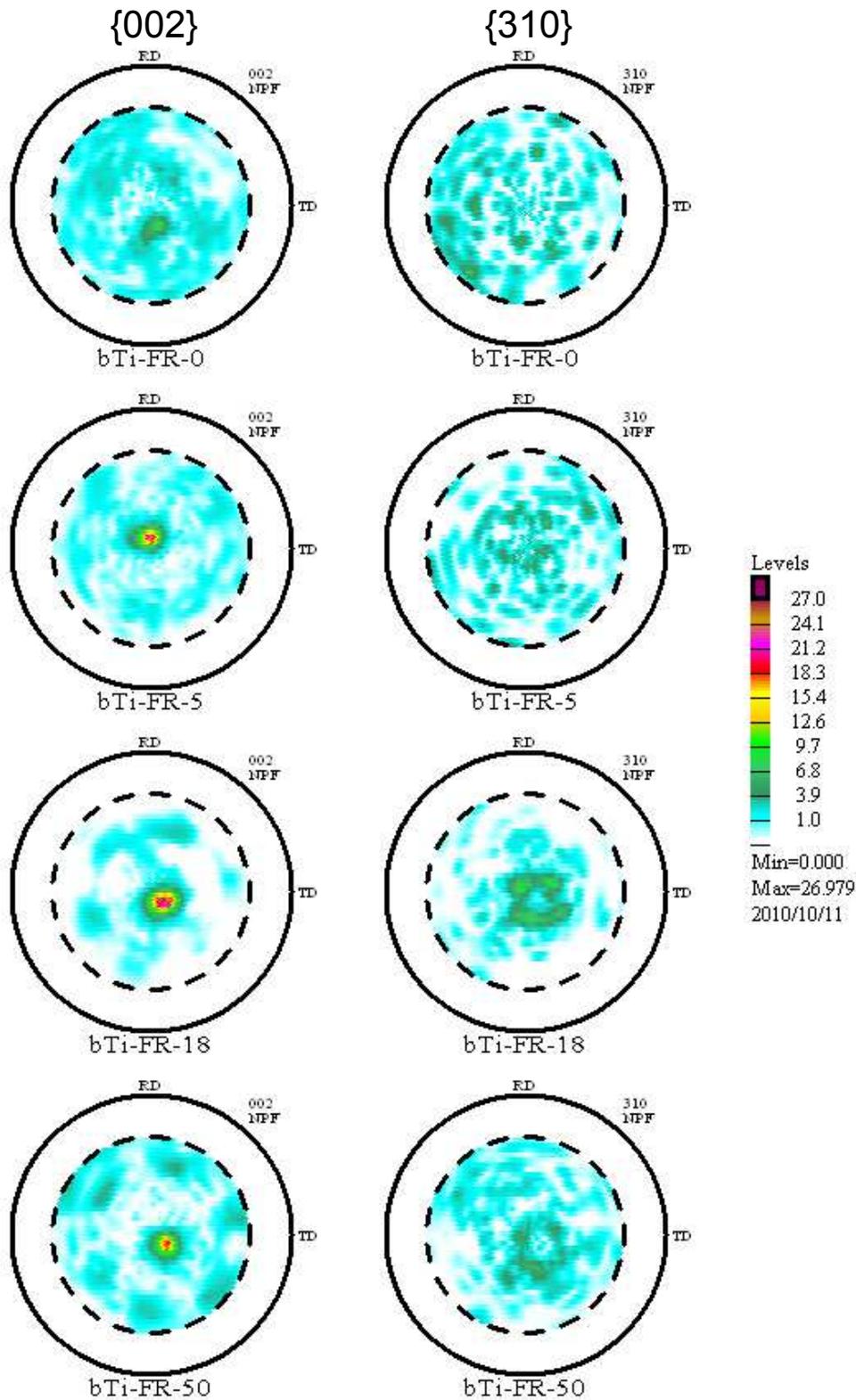


FIGURE 1.7 – Profil des figures de pôles normalisées de la phase β obtenues pour l'échantillon de Ti-10V-2Fe-3Al fraisé.

Sur la phase α , on retrouve en direction préférentielle majoritaire une texture de fibre partielle $\langle 001 \rangle_\alpha$. Celle-ci s'intensifie depuis la surface jusqu'à environ $110 \mu\text{m}$. En surface, entre 0 et $10 \mu\text{m}$, aucune autre composante ne peut être détectée. De 10 à $110 \mu\text{m}$, d'autres directions apparaissent, avec notamment des composantes des familles $\{101\}\langle uvw \rangle$. Enfin, jusqu'en coeur du matériau, la texture basale $\{002\}$ rediminue au profit d'une composante $\{120\}$.

Les indices de texture de la phase α traduisent une évolution entre 0 et $50 \mu\text{m}$, avec l'indice qui varie de 2,6 à 3,8. Puis une seconde étape s'observe avec un indice qui évolue entre 4,1 et 8,5, jusqu'à $210 \mu\text{m}$. Enfin, l'indice rediminue jusqu'en coeur de la matière. Les indices de texture de la phase β sont moins importants (entre 1,5 et 6), mais suivent la même tendance. Cependant, les FDOC étaient très difficiles à calculer sans une forte erreur relative. Donc ces résultats doivent être considérés avec beaucoup de prudence.

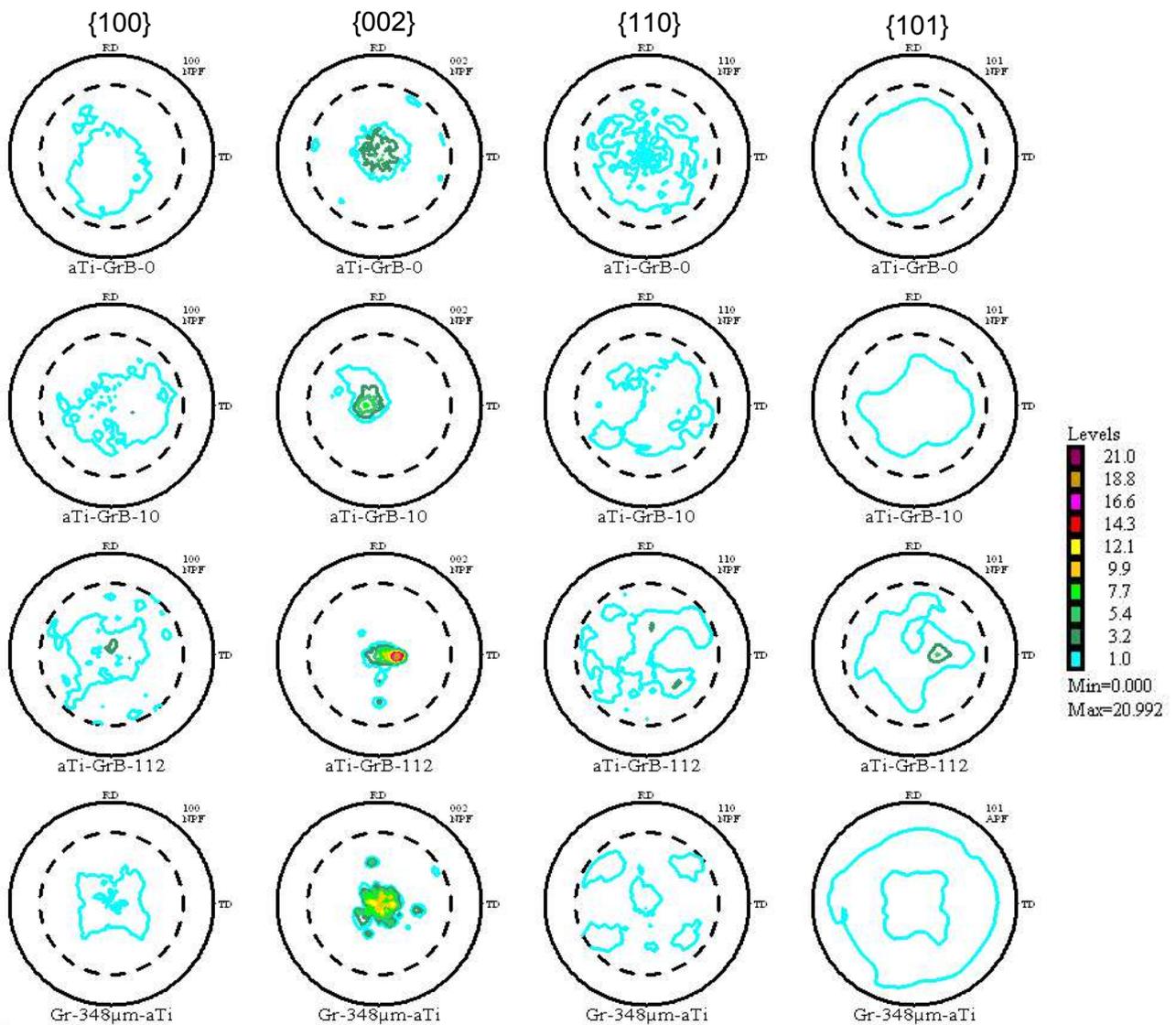


FIGURE 1.8 – Profil des figures de pôles normalisées obtenues sur la phase α de l'échantillon de Ti-10V-2Fe-3Al grenailé B.

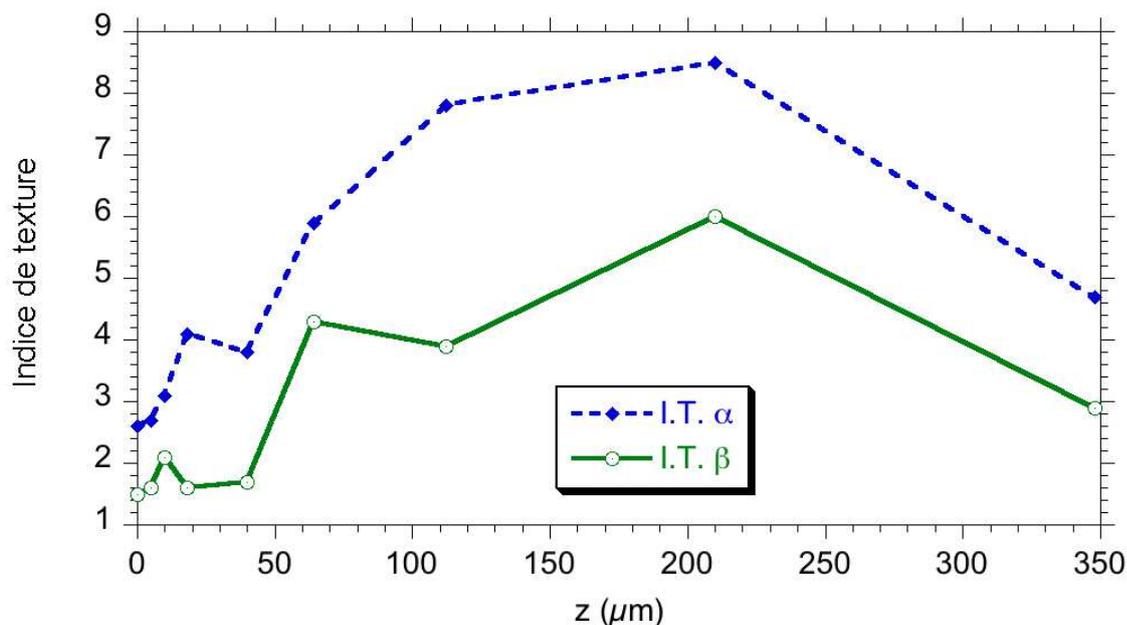


FIGURE 1.9 – Profil des indices de textures relevés sur l'échantillon grenailé type B, calculés à partir des familles de plans $\{100\}$, $\{002\}$, $\{110\}$, $\{101\}$.

1.1.1.3 Traitement des fonctions de distribution des orientations

A la suite du traitement des fonctions de distribution des orientations cristallines, les coefficients F_{ij} du tenseur de complaisance permettant de relier les déformations aux contraintes pour un matériau élastique, ont été recalculés. Ces coefficients permettent d'une part de remonter au module d'Young et coefficient de Poisson des phases, et d'autre part de recalculer les contraintes dans les phases. Le modèle de Kröner-Eshelby a été utilisé, en comportement isotrope et texturé. Les résultats des calculs dans le tenseur des contraintes ont été comparés.

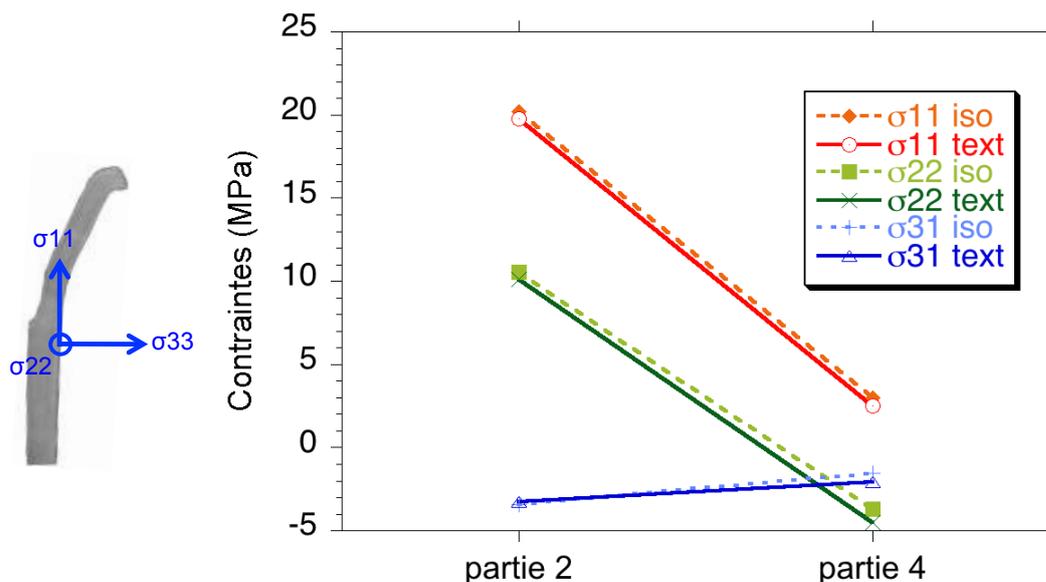


FIGURE 1.10 – Contraintes calculées avec le modèle isotrope (en pointillés) et le modèle texturé (en ligne pleine) pour l'échantillon forgé, zone E2 et zone E4.

Nous avons recalculé le tenseur des contraintes de la phase α dans le cas du matériau

forgé, échantillons E2 et E4 (figure 1.10). Les différences entre le modèle texturé et le modèle isotrope sont très faibles compte tenu de la valeur des contraintes. Par conséquent, les faibles textures relevées dans la phase α des échantillons forgés n'ont pas d'impact sur les calculs des contraintes. Il n'est pas nécessaire donc de choisir une orientation préférentielle pour les analyses en diffraction des rayons X.

De même, les calculs ont été faits pour l'échantillon fraisé. Les figures 1.11 et 1.12 présentent les résultats dans la profondeur des échantillons fraisés et grenailés.

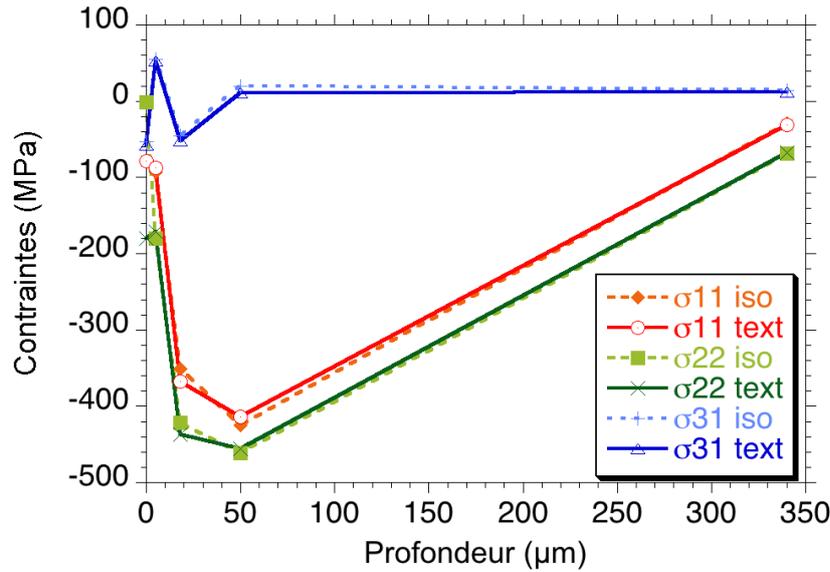


FIGURE 1.11 – Contraintes calculées avec le modèle isotrope (en pointillés) et le modèle texturé (en ligne pleine) pour l'échantillon fraisé.

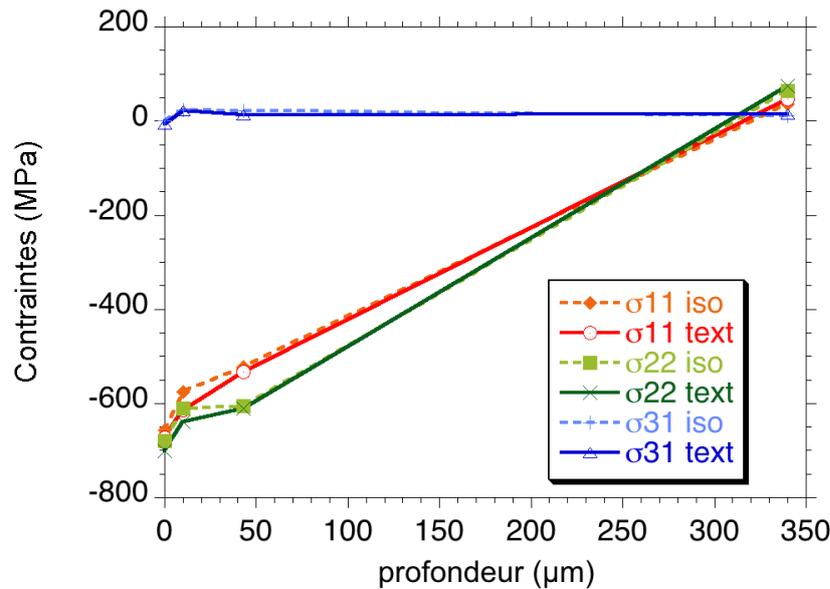


FIGURE 1.12 – Contraintes calculées avec le modèle isotrope (en pointillés) et le modèle texturé (en ligne pleine) pour l'échantillon grenailé.

Lorsque il y a déformation morphologique en proche surface, la différence entre les contraintes calculées par le modèle isotrope et texturé est importante, dans les 50 premiers

microns. L'écart peut atteindre 10% dans le cas de l'échantillon grenailé, ce qui est important pour des valeurs de contraintes de l'ordre de -600 MPa. L'anisotropie du matériau est donc importante. Il faut recalculer les constantes d'élasticité des phases et déterminer si une analyse dans la phase α suffit à décrire le comportement général de l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al.

1.1.2 Essais en traction uniaxiale : diffraction des neutrons

Des essais en traction uniaxiale ont été réalisés en diffraction des neutrons, sur l'instrument SALSA de l'Institut Laue Langevin (ILL), à Grenoble. Le but était d'observer les variations des déformations en traction des phases α et β . Grâce au fort pouvoir de pénétration des neutrons dans un matériau fortement absorbant tel que le titane, un instrument de traction tel que SALSA est un moyen bien adapté pour déterminer les constantes d'élasticité du Ti-10V-2Fe-3Al.

1.1.2.1 Présentation de l'instrument SALSA

SALSA est un diffractomètre à rayonnement monochromatique issu d'un flux de neutrons thermiques (0,1 - 0,3 nm). Il est monté sur un hexapode, ce qui lui permet d'accueillir de très grosses pièces (jusqu'à 500 kg) et de les positionner avec une très grande précision (au micron près).

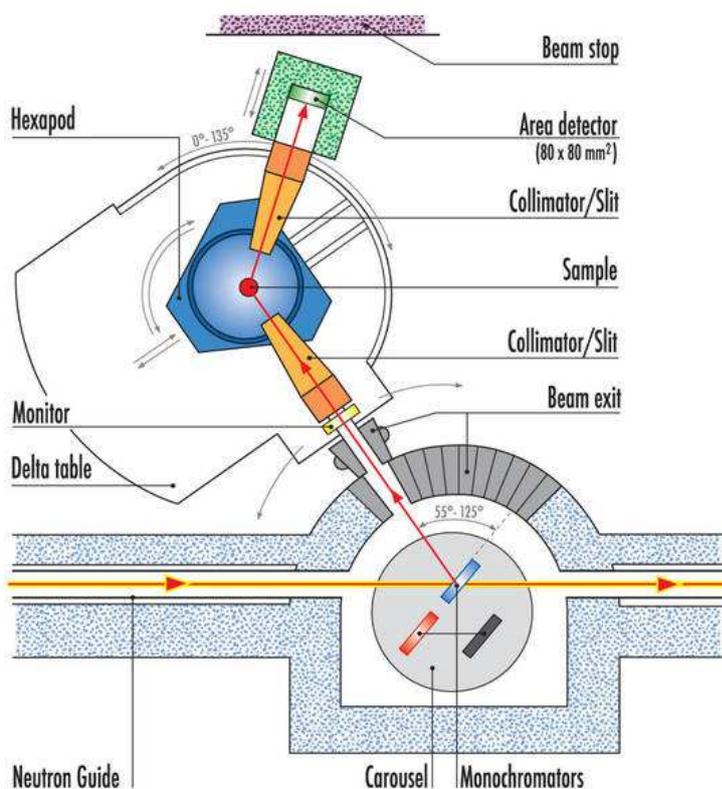


FIGURE 1.13 – Schématisation de l'instrument SALSA, à l'ILL [100].

1.1.2.2 Principe expérimental

Un chargement uniaxial a été appliqué à des éprouvettes cylindriques de traction en Ti-10V-2Fe-3Al. Les déformations correspondantes aux chargements appliqués ont été mesurées

avec des jauges extensométriques fixées longitudinalement sur les éprouvettes. Les chargements appliqués ont été définis et appliqués de façon à ne pas dépasser la limite d'élasticité l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al.

Le but de ces essais est de déterminer les constantes d'élasticité radiocristallographiques $\frac{1}{2}S_2^{hkl}$ et S_1^{hkl} . Les essais consistent à déformer l'échantillon de façon uniaxiale (dans la direction 1). Les chargements σ_1^A sont alors connus et on mesure les variations de la déformation $\epsilon_{\phi\psi}$ au cours du chargement. Tout d'abord, on fait l'hypothèse que le chargement est biaxial dans l'échantillon. Le champ des contraintes macroscopiques $\underline{\sigma}^I$ est égal à la combinaison des contraintes résiduelles $\underline{\sigma}^R$ et des contraintes résultant de la force de traction appliquée $\underline{\sigma}^A$ [38] (équation 1.1).

$$\underline{\sigma}^I = \underline{\sigma}^R + \underline{\sigma}^A \quad \text{avec} \quad \underline{\sigma}^R = \begin{bmatrix} \sigma_1^R & \sigma_{12}^R & 0 \\ \sigma_{12}^R & \sigma_2^R & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad \text{et} \quad \underline{\sigma}^A = \begin{bmatrix} \sigma_1^A & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (1.1)$$

Or, l'échantillon est de faible dimension par rapport à la totalité de la pièce dont elle est issue. Par ailleurs, le volume impacté par son usinage (tournage essentiellement) est très faible devant le volume sonde du faisceau de neutrons incident. On peut donc faire l'hypothèse que les champs des déformations sont nuls sur l'éprouvette, et que le champ des contraintes résiduelles macroscopique $\underline{\sigma}^R$ est nul. Par conséquent, le champ des contraintes macroscopiques $\underline{\sigma}^I$ correspond uniquement aux contraintes de traction $\underline{\sigma}^A$ appliquées lors des essais.

Alors, dans la direction $\phi = 0$ on peut écrire l'expression des déformations $\epsilon_{\phi\psi}$ en fonction des $\sin^2(\psi)$ selon l'équation 1.2 :

$$\epsilon_{\phi\psi}^{hkl} = \frac{1}{2}S_2^{hkl} \cdot \sigma_1^A \cdot \sin^2\psi + S_1^{hkl} \cdot \sigma_1^A \quad (1.2)$$

Pour chaque σ_1^A donnée, il existe donc une droite $\epsilon_{\phi\psi}^{hkl} = f(\sin^2\psi)$ de pente $\frac{1}{2}S_2^{hkl} \cdot \sigma_1^A$ et d'ordonnée à l'origine $S_1^{hkl} \cdot \sigma_1^A$.

On trace ensuite l'ensemble des pentes $\frac{1}{2}S_2^{hkl} \cdot \sigma_1^A$ en fonction de σ_1^A . On obtient une droite de pente $\frac{1}{2}S_2^{hkl}$. De même, on peut tracer une droite représentant l'ensemble des ordonnées à l'origine $S_1^{hkl} \cdot \sigma_1^A$ en fonction des σ_1^A . La pente de cette dernière vaut S_1^{hkl} .

1.1.2.3 Mise en place des essais

- Les éprouvettes :

Des éprouvettes de traction cylindriques (figure 1.14) ont été prélevées sur un arbre de rotor en Ti-10V-2Fe-3Al, dans le sens de la fibre de la matière, et dans la même zone du moyeu afin d'avoir les mêmes niveaux de déformation sur chacune des éprouvettes. La zone de prélèvement est située à la base de la pièce, là où les niveaux de déformations sont les plus faibles.

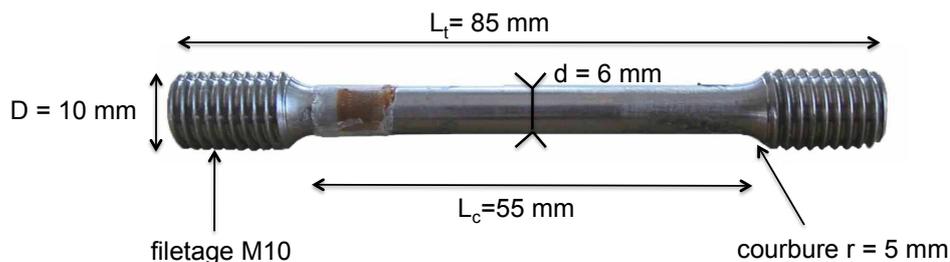


FIGURE 1.14 – Eprouvette de traction cylindrique en Ti-10V-2Fe-3Al pour essais en diffraction des neutrons sur SALSA à l'Institut Laue Langevin de Grenoble.

Dans le but d'observer l'influence des proportions des phases, notamment de la phase α_p , une des deux éprouvettes a été retraitée thermiquement avec une mise en solution à une température supérieure à celle utilisée habituellement, puis avec un revenu à la même température (schéma en figure 1.15). Ainsi, le taux de phase α_p est inférieur sur l'éprouvette traitée thermiquement. On repèrera les deux éprouvettes comme il suit :

- l'éprouvette initiale, sans second cycle de traitement thermique, sera dénommée ZA-ssTTH ;
- l'éprouvette ayant subi le traitement initial plus le second cycle sera appelée ZA-avTTH.

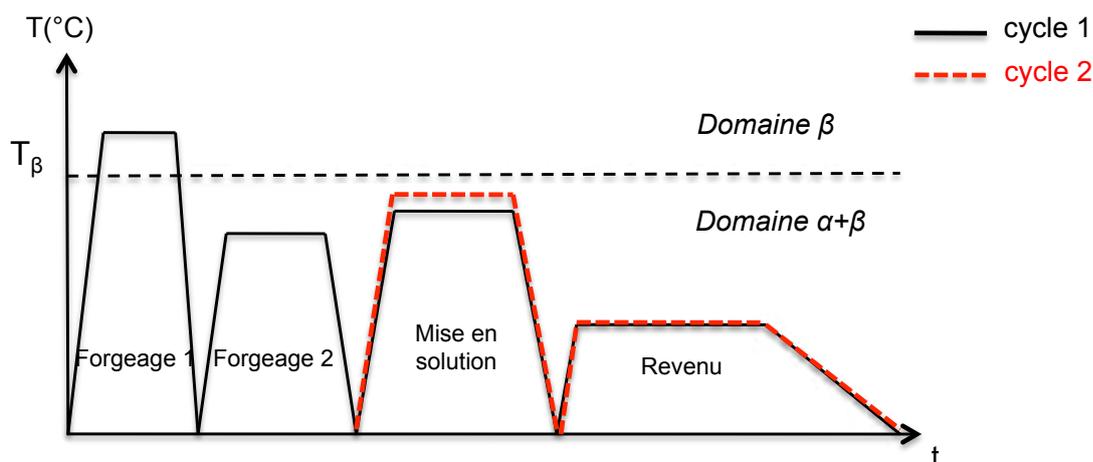


FIGURE 1.15 – Eprouvette non traitée (ZA-ssTTH) = cycle 1 ; Eprouvette traitée (ZA-avTTH) = cycle 1 + cycle 2.

- Les jauges extensométriques :

Afin de suivre l'évolution des déformations de l'éprouvette de traction au cours des essais, nous avons collé des jauges d'extensométrie linéaires (Vishay, [101] référence CEA-06-125UW-120, mettre un tableau avec les caractéristiques). Les jauges ont été reliées à un boîtier amplificateur des mesures de déformation à l'aide d'un montage type pont de Wheatstone, en configuration demi-pont à 3 fils multivoies. Ce montage est constitué de deux jauges actives. Grâce à ce type de montage, les composantes dues aux variations thermiques peuvent être supprimées [102]. Pour cela, une jauge thermique, sur laquelle aucune déformation mécanique n'est appliquée, est reliée au montage.

Caractéristiques des jauges de contraintes	
Désignation	CEA-06-125UW-120
Résistance (Ohm)	$120 \pm 0,3 \%$
Déformation maximale	$\pm 3 \%$

TABLE 1.2 – Caractéristiques des jauges de contraintes utilisées pour les essais de traction sur SALSA à l'ILL.

- Conditions de mesure :

La longueur d'onde utilisée est de 0,169 nm, avec une collimation de 2 mm. Au total, le volume analysé était d'environ 2 x 2 x 15 mm. Nous avons obtenu 5 jours sur l'instrument. Comme le bruit de fond et la fluorescence sont importants en diffraction sur les alliages de titane, nous avons réduit le nombre de directions de mesure afin d'augmenter le plus possible le temps d'acquisition dans le temps qui nous était imparti.

Le tableau 1.3 résume les phases cristallines, les familles de plans, les directions ψ d'analyse, les temps d'acquisition et les charges appliquées pour les 2 éprouvettes observées. Nous n'avons pas pu nous placer au delà de $2\theta = 61^\circ$ car le faisceau neutronique aurait rencontré directement l'appareil de traction in situ au lieu de traverser l'échantillon.

Phase	{hkl}	$2\theta_0$ (°)	F (kN)	ψ (°)	t (min)
α	100	38,82	0, 5, 10, 15	60, 67,5, 75, 82,5, 90	10
α	101	43,47	0, 5, 10, 15	60, 67,5, 75, 82,5, 90	15
α	102	58,82	0, 5, 10, 15	75, 80, 85, 90	15
β	001	30,26	0, 5, 10	60, 75, 90	20

TABLE 1.3 – Paramètres utilisés pour les essais de traction sur SALSA à l'ILL, sur les éprouvettes ZA-ssTTH et ZA-avTTH.

Par déconvolution du pic 101_α , il est possible d'obtenir des données sur 110_β , à $2\theta_0 = 43,23^\circ$.

1.1.2.4 Résultats

Avec des temps d'acquisition les plus grands possibles, le bruit de fond est resté important, et, hormis la raie $\{101\}_\alpha$, les pics sont relativement larges. Mais avec un traitement numérique adapté, nous avons pu déterminer les déformations à partir des déplacements des pics de diffraction par rapport à leur position théorique. La figure 1.16 montre les pics obtenus pour l'échantillon ZA-ssTTH, dans la direction $\psi = 90^\circ$ et une force de traction nulle. Les courbes ont été lissées par une fonction de type Gauss, et le bruit de fond est linéarisé.

La méthodologie d'analyse des déformations décrite en 1.1.2.2 page 95 pour déterminer les constantes d'élasticité radiocristallographiques a été appliquée (figure 1.17). Les déformations $\epsilon_{\phi\psi}$ ont été déterminée à partir des déplacements des pics, dont les positions sont le résultat du lissage par une fonction de Gauss.

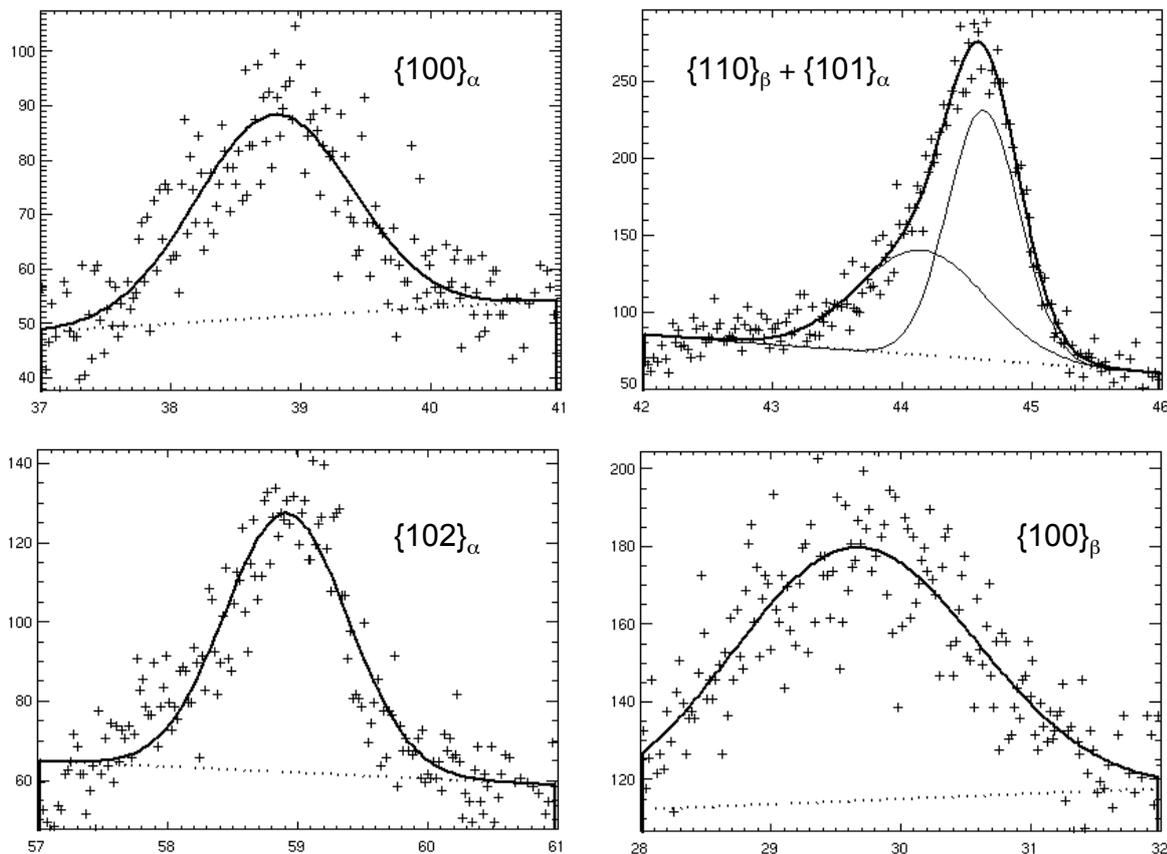


FIGURE 1.16 – Pics et courbes lissées par une fonction de Gauss, obtenus pour les raies 100_α , 101_α , 102_α , 100_β et 110_β sur l'éprouvette cylindrique ZA-ssTTH, en $\psi=90^\circ$, pour une force appliquée de 0 kN. Abscisse = $2\theta(^{\circ})$, ordonnée = Intensité.

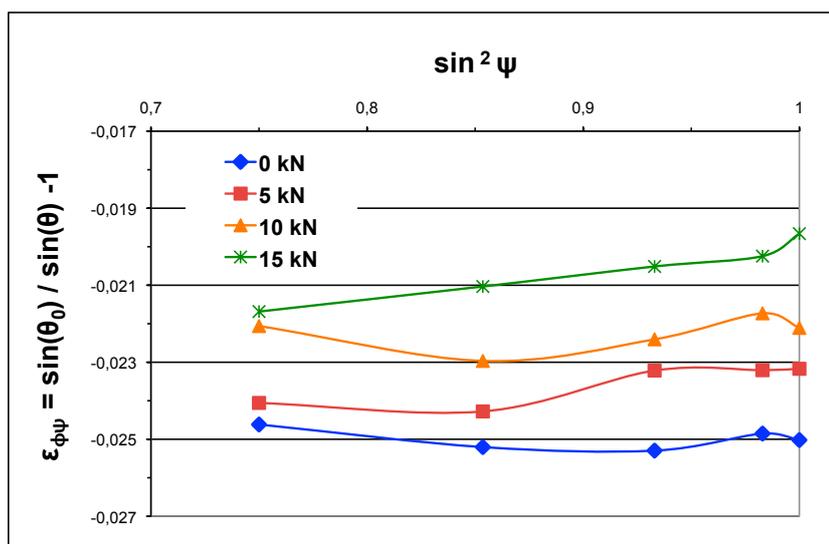


FIGURE 1.17 – Courbes des déformations $\epsilon_{\phi\psi}$ en fonction de $\sin^2\psi$, sur la famille de plans 101_α ; échantillon ZA-ssTTH.

Les résultats des constantes d'élasticité radiocristallographiques $\frac{1}{2}S_2^{hkl}$ et S_1^{hkl} obtenus pour la phase α sur les deux échantillons ZA-ssTTH et ZA-avTTH sont donnés dans le tableau 1.4.

Echantillon	$\frac{1}{2}S_2^{hkl}$ (MPa ⁻¹)	S_1^{hkl} (MPa ⁻¹)
ZA-ssTTH	12,50.10 ⁻⁶	-3,13.10 ⁻⁶
ZA-avTTH	13,94.10 ⁻⁶	-3,37.10 ⁻⁶

TABLE 1.4 – Caractéristiques des jauges de contraintes utilisées pour les essais de traction sur SALSA à l'ILL.

La littérature donne des valeurs proches de celles obtenues sur l'échantillon ZA-ssTTH. Pour du titane pur, les valeurs de $\frac{1}{2}S_2^{hkl}$ sont voisines de 11,54.10⁻⁶ MPa⁻¹ [49]. Concernant les données connues pour la phase α de l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al, elles sont comprises entre 12,62.10⁻⁶ MPa⁻¹ et 12,82.10⁻⁶ MPa⁻¹ [15].

Les valeurs obtenues sur les éprouvettes permettent de constater que le module d'Young diminue lorsque le taux de phase α_p diminue. Cela est cohérent mécaniquement si l'on considère que la déformation est homogène dans l'ensemble des phases du matériau (hypothèse de Voigt). Dans ce cas, on peut écrire que le module d'Young macroscopique \hat{E} vaut (equation 1.3) :

$$\hat{E} = E_\alpha \cdot y_\alpha + E_\beta \cdot (1 - y_\alpha) \quad (1.3)$$

où y_α est la fraction volumique de phase α . D'après nos données expérimentales et les données de la littérature [103], $E_\beta < E_\alpha$. Donc si y_α diminue, \hat{E} diminue.

En ce qui concerne la phase β , malgré les déconvolutions des pics 101 $_\alpha$ et 110 $_\beta$, et malgré les temps d'acquisitions longs, les pics obtenus n'ont pas un rapport bruit de fond/intensité assez important. Les positions sont donc erronées lorsqu'elles sont obtenues par traitement numérique. De plus, les déformations obtenues par l'intermédiaires des jauges donnent des valeurs aberrantes. Nous pensons que les jauges se sont décollées en cours d'expérience. Il n'a donc pas été possible d'obtenir les constantes d'élasticité sur la phase β de manière concluante. Nous devons nous contenter des valeurs de la littérature.

1.2 Analyse des textures cristallines en diffraction des neutrons

Comme nous l'avons vu, les traitements thermo-mécaniques utilisés sur l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al amènent une microstructure complexe constituée de phase β et de grains de phases α sous 2 formes : le α_p et le α_{sec} . De plus, les pièces en Ti10V-2Fe-3Al sont forgées, quelquefois grenillées, ce qui peut engendrer des textures cristallographiques. La diffraction des neutrons a déjà permis de caractériser ce type de texture sur d'autres alliages de titane forgés ([104, 73, 61, 62]).

Or, ce type de microstructure pose problème dans l'évaluation des contraintes résiduelles par DRX. En effet, non seulement la pénétration des rayons X dans le titane est faible (voir les courbes de pénétration en annexe référence annexe), mais aussi les pics de diffraction sont larges, se chevauchent et sont peu intenses à cause des champs de contraintes hétérogènes. La diffraction des neutrons offre un pouvoir de pénétration dans le titane très supérieur à celui de la diffraction des rayons X. Avec un volume de matière analysé d'environ 1x1x1 cm³, il est donc possible d'englober un très grand nombre de cristallites pour chacune des phases de

l'alliage et de mieux étudier en profondeur les textures de deux phases du matériau, ainsi que leurs relations d'orientation [62].

1.2.1 Description de l'expérience

Les textures cristallographiques ont été étudiées sur le diffractomètre "4 cercles" 6T1 du Laboratoire Léon Brillouin au CEA de Saclay [105]. Ce diffractomètre bénéficie d'un faisceau de neutrons thermiques de longueur d'onde $\lambda = 0,1159$ nm. Il se compose d'un berceau d'Euler permettant une rotation φ à 360° et une rotation χ de 0° à 90° (figure 1.18). Des fentes de divergence et une collimation permettent de régler la résolution du faisceau.

Deux échantillons de Ti10V-2Fe-3Al (d'environ $20 \times 20 \times 20 \text{ mm}^3$) ont été analysés aux conditions ambiantes. Ils correspondent à 2 taux de déformation différents lors du forgeage (zone 2 et zone 4), donc à 2 microstructures différentes.

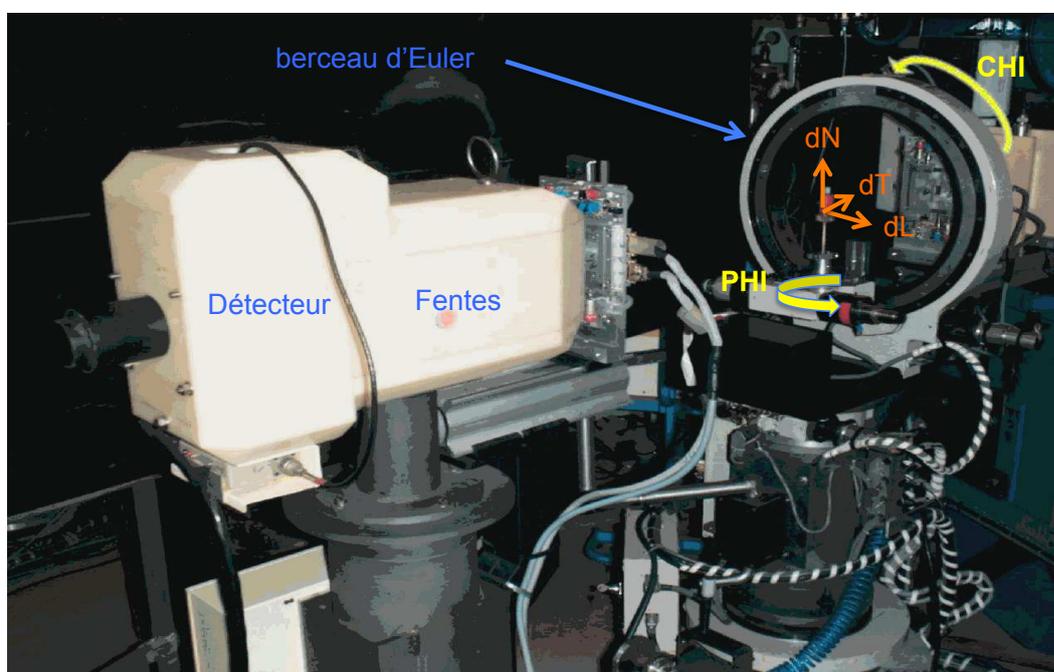


FIGURE 1.18 – Diffractomètre 4 cercles 6T1 du Laboratoire Léon Brillouin, CEA Saclay [105].

Pour faire le calcul des FDOC à partir des figures de pôles, la symétrie cubique de la phase β demande un minimum de 3 figures de pôles alors que celle hexagonale de la phase α nécessite au moins 5 figures de pôles. De plus, une collimation importante est nécessaire pour séparer les pics des phases α_p , α_{sec} et β . Afin de repérer les pics de diffraction, des spectres ont été faits sur les échantillons. Deux d'entre eux sont présentés sur la figure 1.19. Ils ont été faits sur l'échantillon E2, c'est-à-dire un échantillon forgé prélevé en zone 2 du moyeu (partie peu déformée). Les deux spectres correspondent à deux configurations d'analyse (courbe bleue $\chi=90^\circ$ et $\varphi=100^\circ$, courbe rouge $\chi=90^\circ$ et $\varphi=360^\circ$). Le temps d'acquisition est de 30 secondes par point, avec un pas de $0,1^\circ$ et 300 points d'analyses sur un spectre de 30° .

La configuration qui a été utilisée pour les acquisitions est décrite dans le tableau 1.5. Le faisceau incident peut être collimaté avec une divergence horizontale de $54'$, $15'$ ou $10'$.

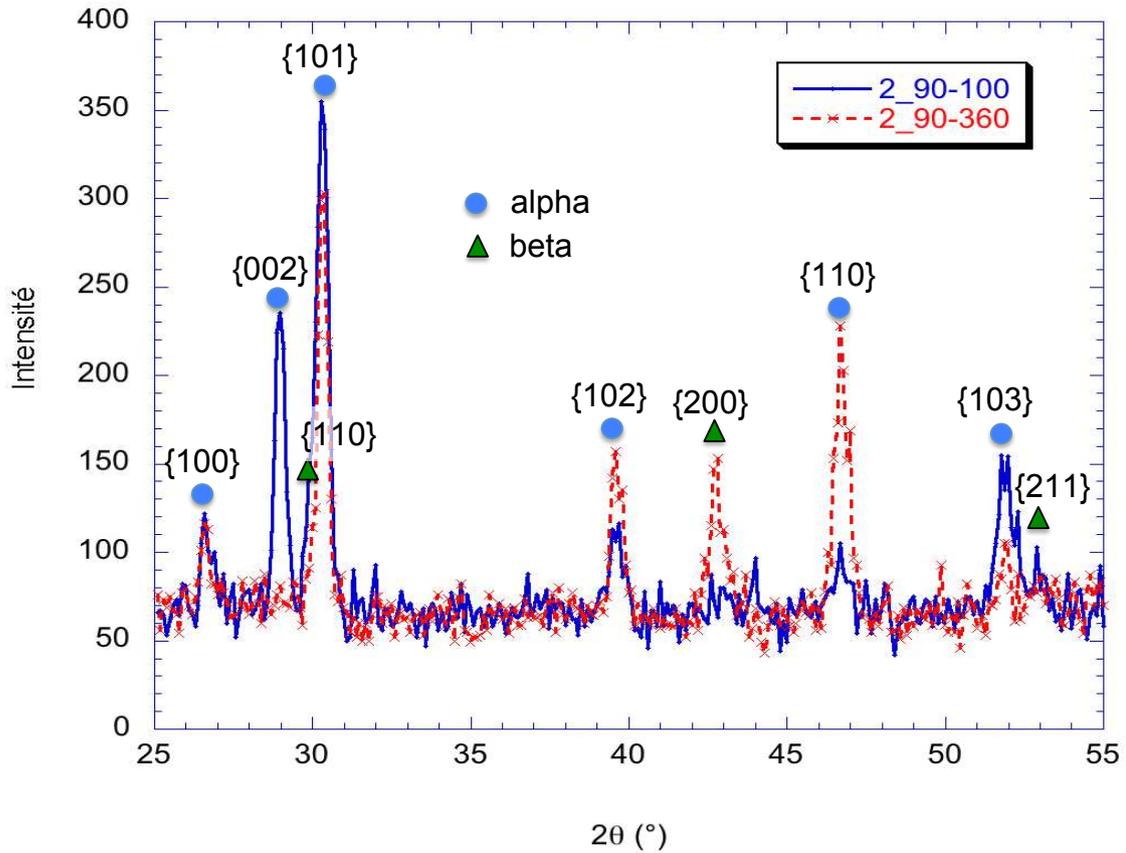


FIGURE 1.19 – Spectres de diffraction de l'échantillon E2 ; courbe bleue $\chi=90^\circ$ et $\varphi=100^\circ$, courbe rouge $\chi=90^\circ$ et $\varphi=360^\circ$.

La divergence correspond à l'ouverture du faisceau de neutrons. Plus elle est fine, meilleure est la résolution, mais l'intensité est diminuée. Devant le compteur ^3He on peut placer des fentes verticales : soit 6 (6FS) soit 20 fentes (20 FS). La configuration en 20 FS amène moins de neutrons, donc moins d'intensité, mais offre une meilleure résolution. Enfin, pour chaque figure de pôle, χ varie de 0° à 90° par pas de 5° et φ de 0° à 355° par pas de 5° .

Phase	{hkl}	2θ (°)	Ω (°)	Pas χ (°)	Pas φ (°)	FS	temps / point (s)
α	100	26,70	13,35	5	5	6	13
α	002	29,00	14,50	5	5	20	47
β	110	30,10	15,05	5	5	20	47
α	101	30,30	15,15	5	5	20	47
α	102	39,70	19,85	5	5	6	13
β	002	42,90	21,45	5	5	6	13
α	110	46,90	23,45	5	5	6	13
β	211	52,20	26,10	5	5	6	13

TABLE 1.5 – Paramètres d'acquisition des figures de pôles pour les échantillons de Ti-10V-2Fe-3Al forgés E2 et E4, sur l'instrument 6T1.

1.2.2 Résultats

Les figures de pôles normalisées (NPF) et recalculées (APF) obtenues sur les échantillons E2 et E4 sont présentées sur les figures 1.20, 1.21 et 1.22.

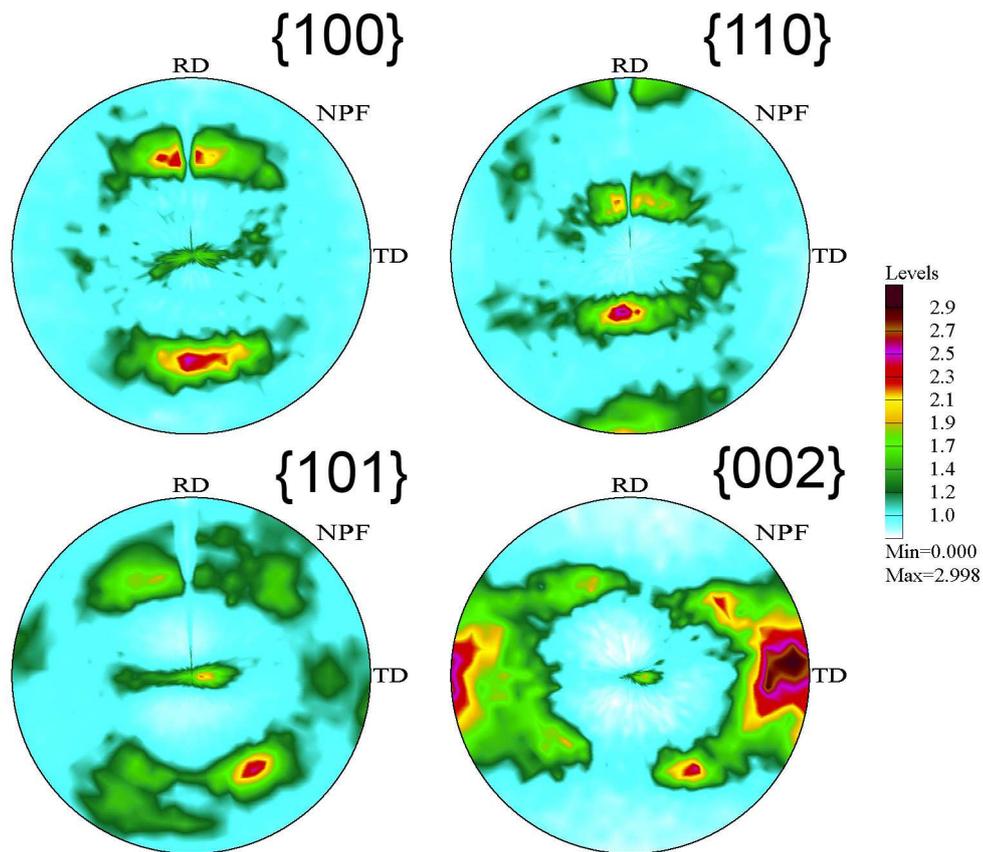
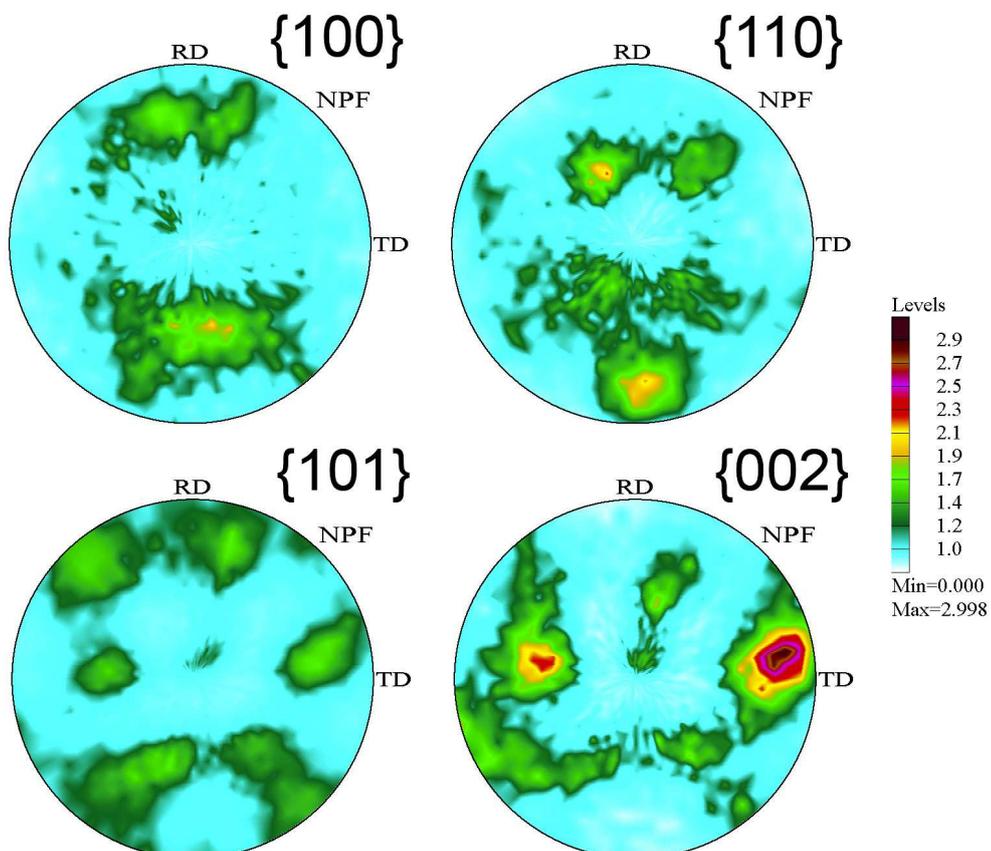
Les résultats montrent que, même avec une forte pénétration des neutrons dans la matière, il est difficile d'obtenir des figures de pôles correctes. Les intensités diffractées sont faibles et de façon générale le matériau semble peu texturé. On peut noter toutefois une évolution des textures dans la phase α entre les deux échantillons analysés (figures 1.20 et 1.21) : l'échantillon E2 présente une texture plus marquée, avec un indice de texture de 1,56 ($R_p=19,7\%$), contre 1,44 sur l'échantillon E4 ($R_p=22,2\%$). Les FDOC ont été calculées sans symétrisation des figures préalables, et à partir des figures de pôles obtenues pour les familles de plans $\{100\}_\alpha$, $\{101\}_\alpha$, $\{110\}_\alpha$ et $\{002\}_\alpha$. Enfin, les orientations préférentielles ont été déterminées à partir des FDOC obtenues.

En revanche, la phase β a été très difficile à analyser. Les pics sont peu intenses ou chevauchent ceux de la phase α . Les FDOC ont été calculées mais les résultats ne sont pas pertinents. La famille de plans $\{211\}$ n'est pas présentée et n'a pas été prise en compte dans les analyses. Les figures de pôle de la famille de plans $\{111\}$ ont été recalculées à partir des FDOC. Cependant, ces calculs sont peu précis, au vue des intensités diffractées. Les figures de pôle de la phase β sont présentées en figure 1.22.

Les textures cristallographiques présentes dans la phase α ont été difficiles à examiner, à cause de la faiblesse des intensités relevées. Les textures les plus marquées sont présentes dans l'échantillon E2, malgré le fait que les niveaux de déformation les plus importants dans le moyeu soient au niveau de l'échantillon E4. Or, c'est dans l'échantillon E4 que nous avons noté une modification dans la morphologie des grains dans cette partie très déformée du moyeu, avec des macrostructures et des grains α de forme plus allongée. Par conséquent, les niveaux importants des déformations ont pu élever les défauts dans les phases, entraînant une perte d'intensité et un élargissement des pics de diffraction. Les figures de pôles obtenues à partir de ces pics sont donc moins marquées, ce qui engendre une diminution de l'indice de texture. De plus, la pièce initiale étant de forme complexe, nous n'avons pas pu pour l'échantillon E4 centrer parfaitement la fibre de la matière perpendiculairement au rayonnement. Cela a désaxé les figures de pôles, amenant des difficultés supplémentaires pour les analyses des directions préférentielles.

Sur l'échantillon E2, 2 fibres partielles ont pu être décelées dans la phase α : la fibre $\langle 010 \rangle$ et la fibre $\langle 101 \rangle$. Ces deux textures sont majoritaires dans l'échantillon et représentent environ 20 % et 35 % respectivement, en fraction volumique. On retrouve aussi les composantes des textures $\{010\}\langle 100 \rangle$ (environ 10 %), $\{011\}\langle 100 \rangle$ (environ 5 %) et $\{001\}\langle 100 \rangle$ (environ 5 %). Les 25 % restants sont des composantes qui n'ont pu être identifiées.

Les textures se rapportant à l'échantillon E4 ont été plus difficiles à identifier. On retrouve cependant des composantes déjà présentes dans l'échantillon E2. Mais les analyses quantitatives n'ont pas pu être calculées de façon fiable. D'une façon générale, la texture semble plus marquée dans l'échantillon E2.

FIGURE 1.20 – Figures de pôles normalisées obtenues sur la phase α des échantillons E2.FIGURE 1.21 – Figures de pôles normalisées obtenues sur la phase α des échantillons E4.

Enfin, en ce qui concerne la phase β , les figures de pôles obtenues sur la famille de plans basal de la phase cubique ($\{002\}$) apportent peu d'information. Elles s'apparentent à un matériau à gros grains. Il y a peu d'évolution entre les échantillons E2 et E4, mais on détecte toutefois une légère fibre de Goss ($\{110\}\langle 001\rangle$) caractéristique des matériaux cubiques. Mais celle-ci disparaît dans l'échantillon E4.

Malgré les difficultés présentes pour les analyses des figures de pôles et les faibles intensités détectées, nous avons calculé les FDOC relatives aux phases α et β sur ces deux échantillons. Les FDOC, présentées en annexe F, ont été par la suite utilisées dans un modèle de calcul auto-cohérent afin de calculer les constantes d'élasticité radiocristallographiques associées aux échantillons. Nous pourrions ainsi confronter ces résultats à ceux obtenus d'après les analyses en diffraction des rayons X.

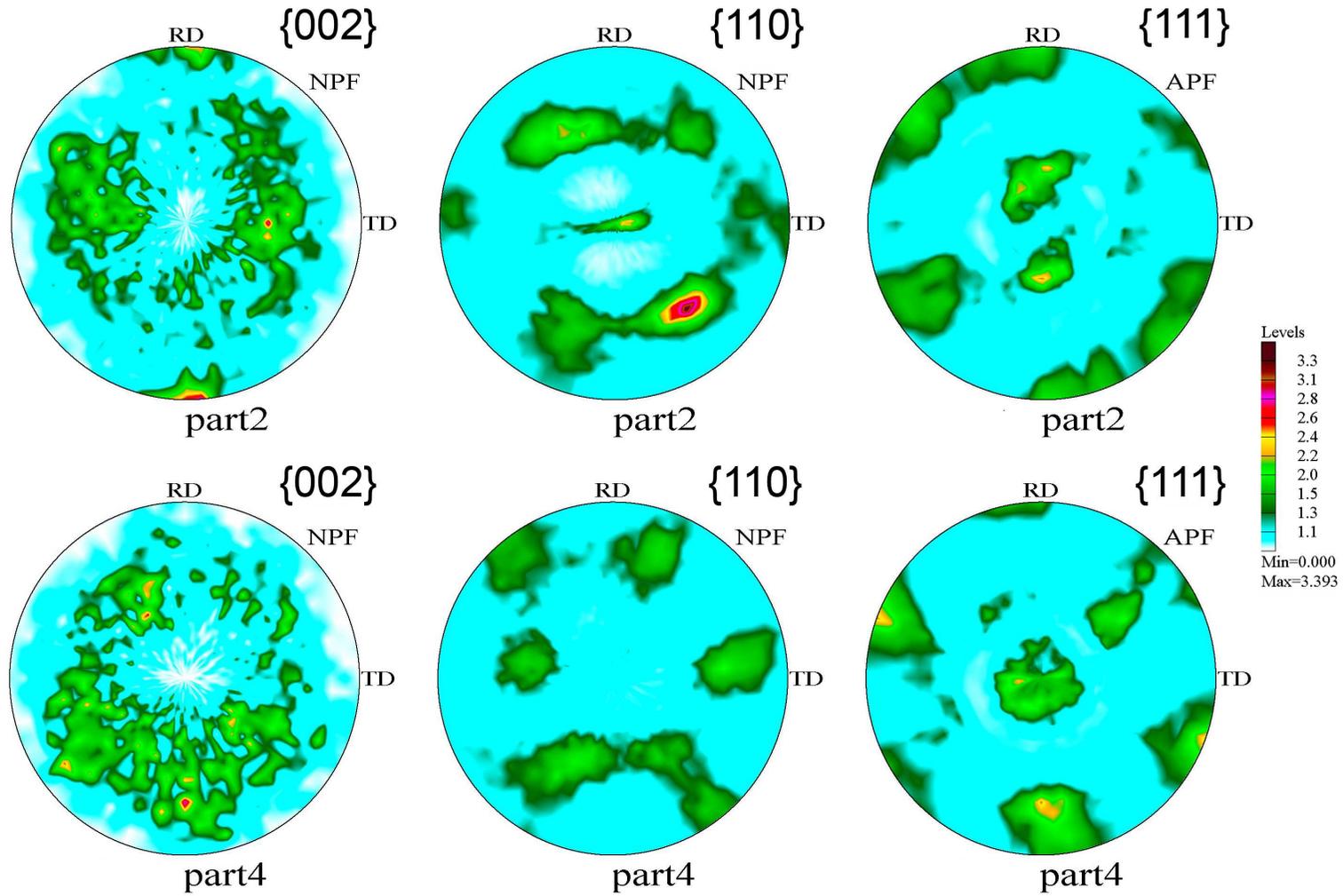


FIGURE 1.22 – Figures de pôles normalisées (NPF) et recalculées (APF) obtenues sur la phase β des échantillons E2 et E4.

1.3 Conclusion

Dans la phase α , les composantes majoritaires des directions préférentielles ($\{010\}\langle 100\rangle$, $\{011\}\langle 100\rangle$ et $\{001\}\langle 100\rangle$) ont été détectées en diffraction des rayons X comme en diffraction des neutrons. Cependant, la diffraction des neutrons offre un plus grand volume d'analyse que la diffraction des rayons X. Le calcul des constantes d'élasticité à partir des FDOC peut donc être considéré comme plus précis. Dans la phase α , grâce aux essais en traction sous faisceau neutronique, nous avons pu recalculer ces constantes. Les valeurs correspondent aux données de la littérature et pourront être réintégrées dans le modèle d'homogénéisation.

Cependant, nous avons pu constater que malgré des temps d'acquisition très importants (2 jours pour 5 figures de pôles en rayons X, 5h par figure de pôle en neutrons), le bruit de fond reste très important pour cet alliage. La phase β est quasi-indétectable dans certaines directions. L'analyse de l'alliage reste donc très sensible et très compliquée, que ce soit pour des contraintes ou pour des textures cristallines.

Chapitre 2

Validation d'une méthodologie d'analyse adaptée

L'impact des niveaux de déformation lors du forgeage, ainsi que celui du fraisage et du grenailage sur la proche surface du matériau a été mis en évidence. La bonne connaissance des niveaux de déformation, de la gamme d'élaboration et des microstructures est extrêmement importante pour la compréhension de la réponse du matériau en diffraction des rayons X. Une analyse en microscopie est donc importante en proche surface du matériau, pour déterminer l'impact des procédés de mise en forme des pièces. Cela conditionnera la réponse en diffraction. Cela donne des indices importants quant à la faisabilité des analyses en diffraction sur l'alliage.

Pour la détermination des contraintes résiduelles macroscopiques $\hat{\sigma}$ dans l'alliage par diffraction des rayons X, nous avons vu qu'il fallait d'abord analyser les contraintes dans chacune des deux phases de l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al : la phase α et la phase β . Alors, il est possible de remonter aux contraintes macroscopiques de l'alliage biphasé. Pour cela, il est nécessaire de connaître les fractions volumiques y_i des phases α et β dans le matériau (équation 2.1). Une analyse d'image permet de bien réévaluer ces dernières, en proche surface impactée par un usinage ou un grenailage, ainsi qu'en coeur de matériau.

$$\hat{\sigma}_{Ti-10V-2Fe-3Al} = y^\alpha \cdot \sigma^\alpha + y^\beta \cdot \sigma^\beta \quad (2.1)$$

avec $y^\alpha + y^\beta = 1$.

Les analyses de la phase β sont toujours problématiques sur l'alliage. Cependant, à l'aide de l'étude des CER à partir des textures cristallines, et d'après les calculs effectués à l'aide du modèle d'homogénéisation auto-cohérent (annexe H), nous pourrions déduire si les analyses de contraintes sur la phase α de l'alliage permettent de s'approcher du comportement global de l'alliage, en considérant que les contraintes dans la phase β valent une constante x les contraintes dans la phase α . En connaissant les fractions volumique y^{phi} des phases, il est donc possible de connaître les contraintes globales de l'alliage. Cela fera l'objet d'une étude complémentaire.

Les constantes d'élasticité ont été réévaluées sur l'alliage de titane Ti-10V-2Fe-3Al. Elles sont données dans le tableau 2.1. Elles seront à prendre en considération dès à présent pour les analyses des contraintes sur l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al. Grâce à ces nouvelles constantes, l'évaluation des contraintes à partir des déplacements des pics de diffraction sera plus précise,

car mieux adaptée à notre alliage.

	E (MPa)	ν	Fraction volumique
Phase α	108300	0,341	0,78
Phase β	97600	0,378	0,22
Ti-10V-2Fe-3Al macro	111375	0,329	-

TABLE 2.1 – Constantes d'élasticité de l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al pour les analyses de contraintes résiduelles.

Nous avons donc pu montrer que le module d'Young et le coefficient de Poisson habituellement utilisés pour le titane ou ses alliages ne correspondent pas à l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al qui est utilisé chez Eurocopter. Jusqu'à présent, on prenait un module d'Young E de 110000 MPa et un coefficient de Poisson ν de 0,29. Or, d'après les analyses des textures que nous avons réalisés, et d'après les données modélisées recueillies dans la littérature ([103]) sur cet alliage, avec un historique de fabrication identique, nous nous situons pour la phase α à $E_\alpha=108300$ MPa et $\nu_\alpha=0,341$, et pour la phase β à $E_\beta=97567$ MPa et $\nu_\beta=0,378$. Sur l'ensemble du matériau, et d'après les calculs à l'aide du modèle de Kröner-Eshelby, le module d'Young sur l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al utilisé est donc de $E=111375$ MPa et $\nu=0,329$ (annexe H). Lorsqu'on réalise les analyses des contraintes sur la phase α , on surestime donc le module d'Young du matériau, et au contraire le coefficient de Poisson est surestimé. Ces nouvelles valeurs sont donc à prendre en compte à partir d'aujourd'hui pour les analyses de contraintes résiduelles sur l'alliage de titane Ti-10V-2Fe-3Al.

Enfin, pour les analyses des contraintes, les paramètres d'acquisition sont décrits dans le tableau 2.2.

Caractéristiques du goniomètre		Conditions d'acquisition	
Rayon goniométrique	144,00 mm	Mode de balayage	Pas à pas
Montage	Psi	Tension	20 kV
Calibration du détecteur		Courant	4 mA
Position du détecteur	141	$2\theta_0$	141,00°
Largeur du détecteur	512 canaux	1 ^{er} angle	135°
Pas moyen	0,0467°	Dernier angle	147°
Fenêtre	300	Temps d'acquisition	300 s
Seuil	100	Oscillations en PHI	0°
Caractéristiques de diffraction		Oscillations en PSI	2°
Choix du rayonnement	cuivre	angle Phi	0°, 45°, 90°
Filtre	nickel	angles Psi	39,23°, 33,21°, 26,57°
$K_{\alpha 1}$	0,15406 nm		18,43°, 0,0°, -12,92°
$K_{\alpha 2}$	0,15444 nm		-22,79°, -30,0°, -36,27°
Pic de diffraction	{213} $_\alpha$		

TABLE 2.2 – Paramètres d'analyse du Ti-10V-2Fe-3Al sur Set X.

Nous avons conservé le rayonnement de cuivre comme rayonnement d'analyse pour l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al. Un filtre de nickel doit être appliqué afin d'éliminer la fluorescence. Comme on le voit dans la table 1.2, les paramètres déjà utilisés ont été conservés. Le temps d'acquisition est de 300 s par direction. Dans l'idéal et si les contraintes temporelles le permettent, on peut encore augmenter ce temps de comptage à 400 s.

En prenant soin d'intégrer les nouveaux paramètres d'analyse et les bonnes constantes d'élasticité, les contraintes doivent donc pouvoir être calculées dans la phase α . De plus, nous avons souhaité grâce aux essais de traction réalisées en diffraction des neutrons, connaître les contraintes dans la phase β à partir de celles déterminées dans la phase α et des contraintes de traction appliquées. Nous sommes arrivés à la conclusion que les contraintes dans la phase β valent approximativement 1,2 fois les contraintes dans la phase α . La méthode est développée plus précisément en annexe I.

Cinquième partie
Conclusion générale

1.1 Conclusion

L'alliage de titane biphasé $\alpha-\beta$ Ti-10V-2Fe-3Al est utilisé pour l'élaboration des moyeux et des arbres des rotors de certaines gammes d'hélicoptères. La microstructure de cet alliage est gouvernée par la gamme d'élaboration, comportant plusieurs étapes de forgeage suivies de traitements thermiques. Cependant certaines disparités apparaissent dans la microstructure, à cause du forgeage, de l'usinage ou du traitement de grenailage de précontraintes. La gamme d'élaboration est donc très sensible aux traitements thermo-mécaniques. Cela va largement influencer les propriétés mécaniques de la pièce élaborée. Pour contrôler les propriétés du moyeu, la diffraction des rayons X est utilisée pour les analyses des contraintes résiduelles. Cependant, il est nécessaire de savoir interpréter les résultats et surtout d'adapter une méthodologie spécifique au matériau analysé.

Dans le cas de l'alliage de titane biphasé $\alpha - \beta$ Ti-10V-2Fe-3Al, la DRX ne donne a priori pas de résultat satisfaisant. En effet, l'analyse qui permet de remonter aux tenseurs des contraintes résiduelles des phases est complexe, car les pics de diffraction se chevauchent et des phénomènes de fluorescence viennent perturber la réponse. La position et la forme du pic sont donc mal définies, ce qui engendre des incertitudes importantes dans le calcul des déformations. Pour comprendre ces phénomènes, une meilleure connaissance de l'**impact de la microstructure** sur la diffraction a été nécessaire. En effet, la microstructure intrinsèque du matériau va jouer un rôle important sur la position, l'intensité et l'élargissement du pic de diffraction. Ces facteurs microstructuraux sont, entre autres, les variations de compositions, l'état cristallin des phases, la répartition de ces phases cristallines, les défauts de structures tels que les dislocations, ou encore la taille et la forme des grains. Pour cela, différents types d'échantillon ont été regroupés, en fonction de leur état de surface. Tout d'abord, des prélèvements le long de l'ébauche forgée et traitée thermiquement ont été faits, afin d'observer s'il existe une évolution de la microstructure le long du moyeu, en fonction de la déformation appliquée pendant le forgeage. Puis deux autres types d'échantillons ont été analysés et comparés à la matière brute. Ils correspondent à 2 états de surface : un état fraisé et un état grenailé. Au cours de l'étude des microstructures, nous avons constaté une évolution de la microstructure au niveau du moyeu brut de forgeage, avec un fibrage de plus en plus marqué lorsqu'on va vers les zones les plus déformées. Dans les zones les plus déformées, les ex-joints de grain β issus de la première étape de forgeage sont encore visibles, formant des macrostructures de taille millimétrique.

L'usinage et le grenailage de précontrainte influencent réellement la microstructure en surface, en diminuant les tailles des nodules alpha primaire sur une épaisseur variant de 10 à $40\mu\text{m}$. Ces nodules tendent à être plus disparates, et de forme plus allongée, parallèlement à la surface grenailée, surtout lorsque l'angle d'impact au grenailage diminue. En très proche surface, une couche dont l'épaisseur est inférieure à $1\mu\text{m}$ a été mise en évidence. Nous supposons qu'elle correspond à une couche dont la composition a évolué. Elle pourrait s'identifier comme la couche de Beilby (ou **couche blanche**). Des analyses supplémentaires seraient intéressantes afin de connaître la composition exacte.

Dans un second temps, nous avons réalisé des analyses en diffraction des rayons X systématiques sur les échantillons observés. Des profils de contraintes ont été faits pour étudier l'impact de l'usinage et du grenailage sur la largeur des pics. Nous avons mis en évidence un fort gradient des largeurs intégrales dans les couches impactées mécaniquement par l'usinage et le grenailage. Il concerne une épaisseur d'environ $50\mu\text{m}$ sur notre échantillon usiné, et

environ 100 μm sur l'échantillon grenailé. Les analyses des gradients de microstructure par microscopie sous-estime donc l'épaisseur concernée. **Les deux méthodes doivent donc être absolument couplées si l'on veut maîtriser les résultats.** Les incertitudes engendrées par l'élargissement des pics sont très importantes lors du calcul des contraintes. On retrouve en surface du matériau des écarts types qui valent jusqu'à 4 fois la valeur de contrainte dans les 50 premiers micromètres.

L'étude des largeurs de pics nous a permis de remonter aux **diamètres des domaines cohérents de diffraction (DCD)** dans la phase α . Nous avons montré que dans tous les cas, les DCD sont inférieurs au micron et atteignent même les 200 nm en moyenne dans le matériau de base forgé. Ces conditions ne sont pas propices pour une bonne diffraction du matériau, et engendrent une partie de l'élargissement des pics. Cependant, d'autres facteurs sont présents, comme une distribution non homogène des compositions du matériau. Les incompatibilités plastiques et l'anisotropie élastique des DCD sont des facteurs très importants. Dans le cas des échantillons grenailés et fraisés analysés, nous avons constatés une **déformation morphologique des grains en proche surface**. Il est très probable que de nombreux défauts et incompatibilités soient présents, et donc, élargissent les pics. Il serait judicieux de réaliser de nouveaux prélèvements dans ces zones et de les observer en microscopie électronique en transmission, afin d'observer s'il y a une présence notable de dislocations ou de plans de glissement dans cette proche surface.

Ces analyses de la taille des DCD ont été faites rapidement, par l'intermédiaire de la loi de Scherrer. Mais celle méthode est mieux adaptée à des particules monocristallines sphérique. Des études par les modèles de Williamson-Hall ou de Warren-Averbach, utilisées notamment par Ungar [98, 99] seraient bien appropriées pour aller plus loin dans l'analyse.

Puis, une étude des textures cristallines des phases α et β a été réalisée. Les figures de pôles obtenues ont permis d'accéder aux fonctions de distributions des orientations (FDOC). **Ces FDOC sont nécessaires pour relier les déformations aux contraintes**, en accédant aux constantes d'élasticités radiocristallines (CER) des phases. Le modèle de calcul des contraintes est ainsi affiné pour notre cas d'étude. Deux moyens d'analyses ont été utilisés : la diffraction des rayons X, et la diffraction des neutrons, qui offre une plus grand volume d'analyse que les rayons X.

Les analyses des directions préférentielles dans la phase α ont montré que les composantes majoritaires des directions préférentielles ($\{010\}\langle 100\rangle$, $\{011\}\langle 100\rangle$ et $\{001\}\langle 100\rangle$) sont présentes en diffraction des rayons X comme en diffraction des neutrons. Cependant, nous avons pu constaté que malgré des temps d'acquisition très importants, le bruit de fond reste très important pour cet alliage. **Cela est intrinsèque à la mesure et au matériau.** En ce qui concerne la phase β , elle est quasi-indéfectable dans certaines directions. L'analyse de l'alliage reste donc très sensible et très complexe, que ce soit pour des contraintes ou pour des textures cristallines.

Les figures de pôles obtenues ont permis d'accéder au calcul des constantes d'élasticité du matériau. Celles-ci ont été confirmées grâce à des essais en traction sous faisceau neutronique. Nous nous situons pour la phase α à $E_\alpha=108300 \text{ MPa}$ et $\nu_\alpha=0,341$, et pour la phase β à $E_\beta=97567 \text{ MPa}$ et $\nu_\beta=0,378$. Sur l'ensemble du matériau, et d'après les calculs à l'aide du modèle de Kröner-Eshelby, le module d'Young sur l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al utilisé est donc de $E=111375 \text{ MPa}$ et $\nu=0,329$. Lorsqu'on réalise les analyses des contraintes sur la phase α ,

on surestime donc légèrement le module d'Young du matériau, et au contraire le coefficient de Poisson est un peu surestimé. Ces nouvelles valeurs sont donc à prendre en compte à partir d'aujourd'hui pour les analyses de contraintes résiduelles sur l'alliage de titane Ti-10V-2Fe-3Al.

Les analyses de la phase β sont toujours problématiques sur l'alliage. Cependant, à l'aide de l'étude des CER à partir des textures cristallines, et d'après les calculs effectués à l'aide du modèle d'homogénéisation auto-cohérent, on pourrait déduire si les analyses de contraintes sur la phase α de l'alliage permettent de s'approcher du comportement global de l'alliage.

D'autres moyens d'analyses existent pour accéder aux contraintes dans les matériaux (annexe G). Cependant, nous pensons que la diffraction des rayons X reste le meilleur moyen de connaître les contraintes résiduelles pour chacune des phases de l'alliage biphasé, surtout dans les 50 premiers microns, où la matière est très déformée et contient beaucoup de défauts. Il serait envisageable de tester encore d'autres diffractomètres de type 4-cercles tels que le Seifert dont nous disposons, mais équipé d'un détecteur courbe. Celui-ci permet d'accéder directement à plusieurs pics de diffraction sur une grande plage angulaire sans qu'il y ait déplacement du détecteur. Cela permettrait d'obtenir un temps de comptage bien plus important, et donc peut-être d'affiner encore les pics de diffraction. Cependant, les difficultés rencontrées pour les analyses de contraintes restent inhérentes à l'alliage et à son historique de fabrication. Par conséquent les avantages d'un détecteur courbe se reflèteraient par le gain de temps lors d'une analyse par rapport à d'autres types de détecteurs, mais pas nécessairement en termes de qualité d'analyse.

1.2 Application industrielle de l'étude

Enfin, les paramètres d'acquisition adaptés à des appareillages de laboratoire sont donnés dans la dernière partie de ce mémoire. En ce qui concerne l'application directe au sein d'Eurocopter, les conclusions et les paramètres à prendre en compte sur le Set X sont résumés dans ce paragraphe.

Les analyses dans la phase α restent possibles dans le cas où le matériau est à l'état forgé et traité thermiquement. En revanche, dès qu'il y a modification de la microstructure en proche surface par un usinage ou un traitement mécanique tel que le grenailage, ces analyses deviennent très difficiles. Les déformations morphologiques constatées amènent une incertitude trop importante dans la valeur de contrainte obtenue. Dans tous les cas, les paramètres à utiliser sont résumés dans le tableau 2.2 page 110. Il est à noter que le temps d'acquisition donné ici est considéré comme optimal dans le cas où il faut réaliser des profils complets de contraintes, dans la profondeur du matériau. Il est clair que, afin d'accroître la qualité de mesure, l'utilisateur pourra augmenter encore ce temps d'acquisition.

Les analyses dans la phase β restent impossibles avec ce type de diffractomètre (SetX). Par contre, il est envisageable de réaliser des analyses avec un autre diffractomètre à partir du pic $\{310\}_\beta$ qui se situe à $2\theta = 97,7^\circ$ dans le cas d'un rayonnement de cuivre, car il se distingue du bruit de fond et ne chevauche pas un pic de la phase α . Généralement, l'analyse des contraintes est menée pour un 2θ supérieur à 120° afin que l'évaluation de la déformation du réseau soit la plus précise possible. Si on choisit un pic de diffraction en dessous de cet angle, l'incertitude sur la valeur de la déformation devient importante, donc la valeur de la

contrainte obtenue est moins bien maîtrisée.

Lorsqu'il faut réaliser des analyses de contraintes en surface de l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al à l'état final, c'est-à-dire forgé, traité thermiquement, et usiné et/ou grenailé, nous proposons de réaliser un test de diffraction à partir des paramètres d'acquisition proposés sur la phase α , dans une seule direction : le temps d'acquisition sera alors de l'ordre de 5 minutes. En observant alors l'allure du pic de diffraction obtenu, deux options seront possibles : soit le pic de diffraction présente un rapport intensité / bruit de fond correct (au moins supérieur à 3) en surface de l'échantillon, alors dans ce cas un profil de contraintes est possible, y compris en proche surface. Soit le pic présente un aspect large et peu intense : alors dans ce cas, il faudra réaliser une coupe transversale sur un échantillon témoin et l'observer en microscopie électronique à effet de champ (MEB-FEG). Il est donc judicieux d'élaborer un échantillon témoin, représentatif de l'histoire du matériau aux zones d'études (ceci évite de devoir découper la pièce sur laquelle on effectue les analyses de contraintes). Après examen de ce témoin, s'il y a un gradient de microstructure en proche surface, alors les déformations plastiques apportées par l'usinage ou le grenailage sont trop importantes et les analyses de contraintes ne seront pas possibles sur une profondeur variant de 10 μm à quelques dizaines de microns en fonction des paramètres d'usinage ou de grenailage. Par contre, si la microstructure n'évolue pas en proche surface par rapport au coeur de l'échantillon, afin de connaître l'état de contraintes le plus précisément possible, il faudra augmenter le temps d'acquisition du pic de diffraction.

Dans tous les cas, dès que l'alliage est usiné et / ou grenailé, l'état de contraintes en proche surface restera très mal maîtrisé, et cela est inhérent au matériau.

Annexes

Annexe A

Les phases cristallines des alliages de titane biphasés

Structure cristalline	Phase	Notation	Caractéristiques et domaine d'existence
Hexagonale	alpha primaire	α_p (ou α_I)	Phase intergranulaire d'équilibre issue d'une mise en solution dans le domaine $\alpha + \beta$
	alpha secondaire	α_{sec} (ou α_{II})	Phase intragranulaire issue de la transformation de β_m au revenu.
	alpha prime	α'	Martensite aciculaire. Même composition que β_m dont elle est issue par trempe (transformation non diffusionnelle).
	omega athermique	ω_{ath}	Groupe d'espace $P_{6/mmm}$. Apparaît au cours des trempes rapides depuis le domaine β . Catalyse la formation de ω_{iso} au revenu.
	alpha 2	α_2	Composé intermétallique de type Ti_3Al (DO_{19}). Apparaît lors d'un maintien prolongé entre 450°C et 700°C si $Al\%m \geq 7$. Très durcissante et fragilisante.
Cubique centrée	bêta	β	Phase stable à haute température.
	bêta métastable	β_m	Phase instable qui se transforme totalement ou partiellement en martensite α'' , ou en produits de décomposition eutectoïdes par apport d'énergie thermique ou mécanique.
Orthorhombique	alpha seconde	α''	Groupe d'espace $Pmma$. Martensite précipitant sous contraintes dans la phase β_m lors d'un refroidissement très rapide. Diminue la limite de rupture en traction.
Tétraogonale	gamma	γ	Composé intermétallique $TiAl$ (L_{10}).

TABLE A.1 – Phases pouvant apparaître dans les alliages de titane biphasés

Annexe B

Intensité des faisceaux diffractés

L'intensité du faisceau diffracté est obtenue d'après la combinaison de plusieurs facteurs ([49]) :

- facteur de Lorentz-polarisation ($LP(\theta)$) ;
- facteur de structure (F_{hkl}) ;
- facteur de multiplicité (p) ;
- facteur d'absorption (A) ;
- facteur thermique (e^{-2m}).

Le facteur de Lorentz-polarisation $LP(\theta)$ regroupe le facteur de polarisation $\frac{1+\cos^2 2\theta}{2}$ qui caractérise la répartition des ondes du faisceau de rayons X, et le facteur de Lorentz qui regroupe plusieurs effets dépendant de θ ayant une influence sur l'intensité intégrée [38]. Il vaut :

$$LP(\theta) = \frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cdot \cos \theta} \quad (\text{B.1})$$

Remarque : Dans le cas où un monochromateur arrière est placé dans le montage du diffractomètre, afin d'éliminer le bruit de fond due aux radiations fluorescentes ou incohérentes de l'échantillon, l'intensité diffractée évolue. Alors il faut prendre en compte l'influence de la polarisation du faisceau par le monochromateur [49]. Pour cela, on prend en compte l'angle du monochromateur dans le facteur de Lorentz-Polarisation. Si 2α est l'angle de diffraction du monochromateur, alors $LP(\theta)$ s'écrit :

$$LP(\theta) = \frac{1 + \cos^2 2\alpha \cdot \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cdot \cos \theta} \quad (\text{B.2})$$

Le facteur de structure F_{hkl} formalise l'effet d'une onde résultante de la diffusion par tous les atomes de la maille élémentaire. Il prend donc en compte le facteur de diffusion atomique f_n , c'est-à-dire la somme des amplitudes diffusées par les électrons d'un atome de la maille. Si N est le nombre d'atomes dans cette maille et (x_n, y_n, z_n) les coordonnées des atomes dans la maille, alors F_{hkl} vaut :

$$F_{hkl} = \sum_{n=1}^N f_n e^{2\pi i(hx_n + ky_n + lz_n)} \quad (\text{B.3})$$

L'intensité du pic de diffraction est proportionnelle à $|F_{hkl}^2|$. Tous les plans $\{hkl\}$ ne diffractent pas : dans ce cas, le facteur de structure est nul pour certaines valeurs de h , k et l . Le tableau B.1 donne les conditions de réflexion pour les réseaux cristallins classiques :

Réseau	Réflexions possibles	$ F^2 $
Cubique centré	$h + k + l$ pair	$4f^2$
Cubique faces centrées	h, k, l tous pairs ou impairs	$16f^2$
Hexagonal	$h + 2k = 3m$ et l pair	$4f^2$
	$h + 2k = 3m \pm 1$ et l impair	$3f^2$
	$h + 2k = 3m \pm 1$ et l pair	f^2

TABLE B.1 – Conditions de réflexion pour les (h,k,l) des structures cristallines classiques

Le facteur de multiplicité, noté p , traduit la proportion relative de plans contribuant à la même réflexion.

Le facteur d'absorption A caractérise la diminution de l'intensité diffractée par un volume. Il dépend notamment du coefficient d'absorption linéaire du matériau.

Enfin, le facteur thermique e^{-2m} tient compte de l'agitation thermique des atomes. Il peut se calculer à partir de tables [49].

Dans un matériau polyphasé, l'intensité diffractée par les plans $\{hkl\}$ d'une phase ϕ_i s'écrira donc comme combinaison de tout ces facteurs :

$$I_{hkl}^{\phi_i} = I_0 \cdot |F_{hkl}^2| \cdot p \cdot A \cdot LP(\theta) \cdot e^{-2m} \cdot V_{maille}^{-2} \quad (\text{B.4})$$

où I_0 est l'intensité incidente et V_{maille} le volume de la maille élémentaire.

En intensité relative intégrée, on obtient :

$$I_{hkl}^{\phi_i} = |F_{hkl}^2| \cdot p \cdot LP(\theta) \cdot e^{-2m} \quad (\text{B.5})$$

Annexe C

Gammes de polissage et d'attaque chimique utilisées pour l'observation du Ti-10V-2Fe-3Al

- Gamme de polissage

Les échantillons sont préalablement enrobés à chaud avec une résine conductrice. Le tableau suivant décrit la gamme de polissage utilisée sur les échantillons de Ti-10V-2Fe-3Al :

Papier/Drap	Catégorie abrasif	Lubrifiant	Temps	Tr/min	Pression - Bars (lbf/in ²)
SiC	240/400/800/1200	eau	2' 30"	250	2,2/2,4 (30/35)
Mecaprex TOP (Presi)	Prépa. diamantée Mecaprex 30 μ	MM702 (Presi)	2'	150/200	1,7/2,1 (25/30)
Mecaprex SUPRA (Presi)	Sol. SPM (Presi)		5'	150/200	1,7/2,1 (25/30)

- Solution d'attaque chimique pour les micrographies

La solution utilisée se constitue de 3ml d'acide nitrique HNO₃, de 1ml d'acide fluorhydrique HF et elle est complétée d'eau distillée jusqu'à un volume total de 100ml.

Annexe D

Positions théoriques des pics α et β avec un rayonnement de Cuivre

Les paramètres de maille utilisés sont [15] :

- phase α (hexagonale pseudo-compacte) : $a=0,293595$ nm et $c=0,467454$ nm ;
- phase β (cubique centrée) : $a=0,32385$ nm.

La longueur d'onde du cuivre est de $\lambda=0,15404$ nm.

Phase	h	k	l	$d_{\{hkl\}}$ théorique (nm)	2θ théorique (°)
alpha	0	0	1	0,4675	18,98
alpha	1	0	0	0,2543	35,30
alpha	0	0	2	0,2337	38,52
beta	1	1	0	0,2290	39,35
alpha	1	0	1	0,2234	40,38
alpha	1	0	2	0,1721	53,23
beta	0	0	2	0,1619	56,87
alpha	0	0	3	0,1558	59,31
alpha	1	1	0	0,1468	63,36
alpha	1	0	3	0,1329	70,94
beta	2	1	1	0,1322	71,35
alpha	2	0	0	0,1271	74,66
alpha	1	1	2	0,1243	76,65
alpha	2	0	1	0,1227	77,87
alpha	0	0	4	0,1169	82,55
beta	2	2	0	0,1145	84,66
alpha	2	0	2	0,1117	87,31
beta	0	0	3	0,1079	91,16
alpha	1	0	4	0,1082	93,10
beta	3	1	0	0,1024	97,68
alpha	2	0	3	0,0985	103,00
alpha	2	1	0	0,0961	106,68
alpha	2	1	1	0,0941	109,96
alpha	0	0	5	0,0935	111,09
beta	2	2	2	0,0935	111,12
alpha	1	1	4	0,0914	114,95
alpha	2	1	2	0,0889	120,30
alpha	1	0	5	0,0877	122,94
beta	3	2	1	0,0885	125,95
alpha	2	0	4	0,0880	127,28
alpha	3	0	0	0,0848	130,89
alpha	2	1	3	0,0818	140,94
beta	0	0	4	0,0810	144,47
alpha	3	0	2	0,0797	150,72

TABLE D.1 – Positions théoriques des pics α et β pour un rayonnement de cuivre.

Annexe E

Diffraction des Rayons X : Fonctions de Distributions des Orientations Cristallographiques des échantillons forgés, fraisés et grenillés.

- Echantillons forgés :

- Phase α :

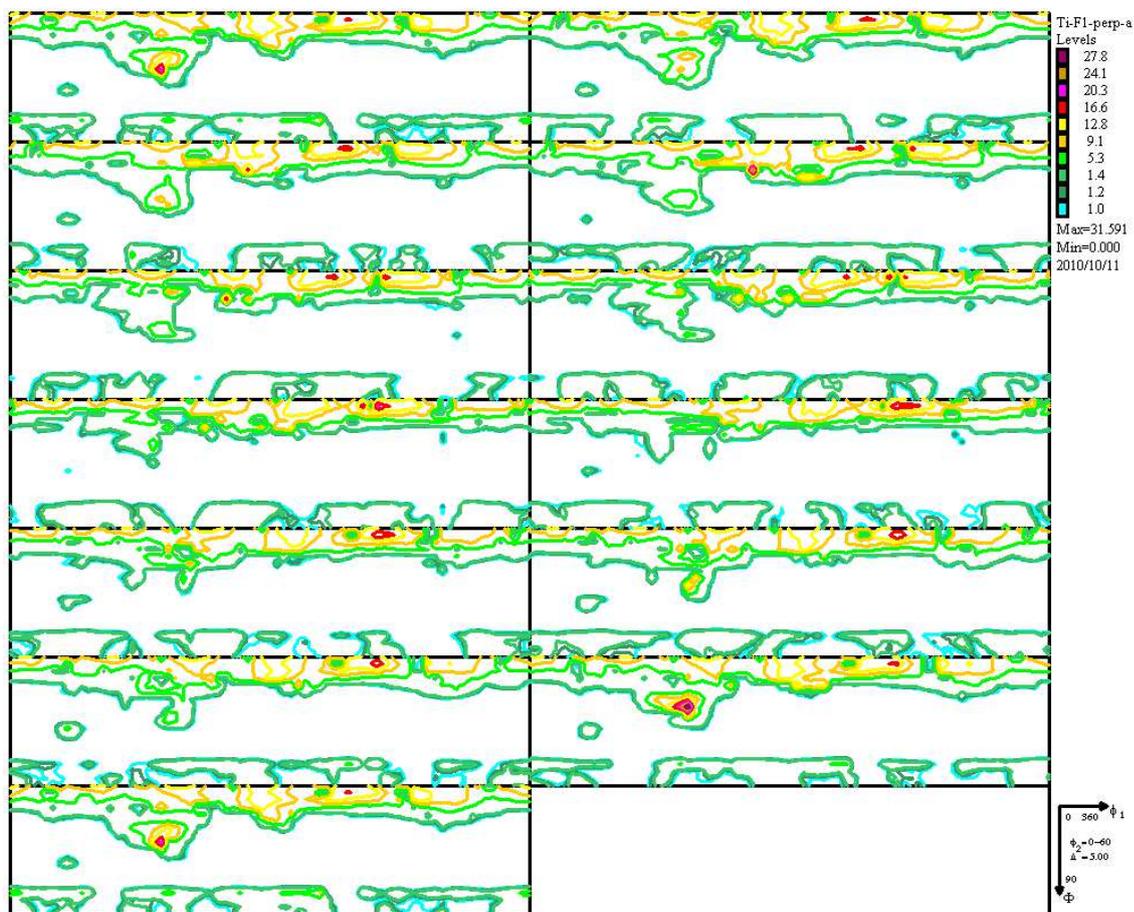


FIGURE E.1 – FDOC de la phase α , échantillon forgé E1. Coupe à φ_2 constant.

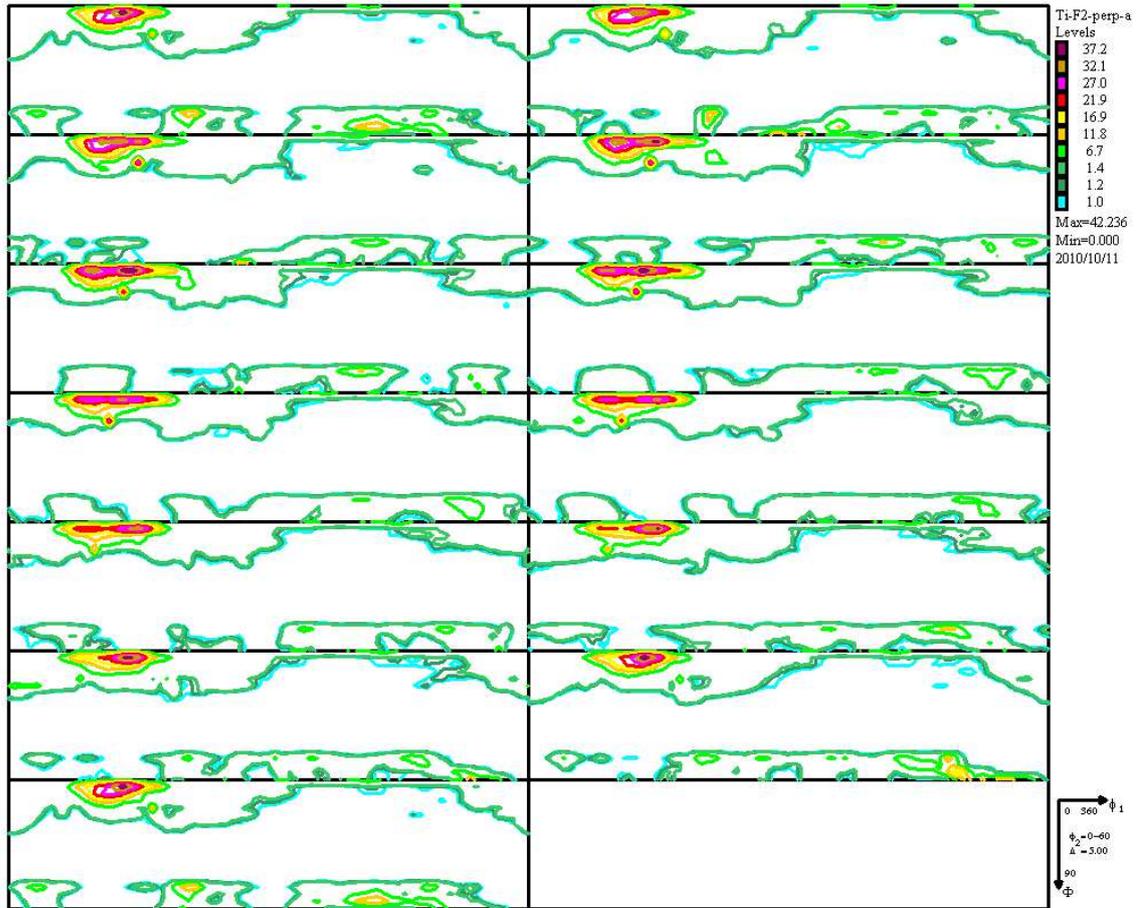


FIGURE E.2 – FDOC de la phase α , échantillon forgé E2. Coupe à φ_2 constant.

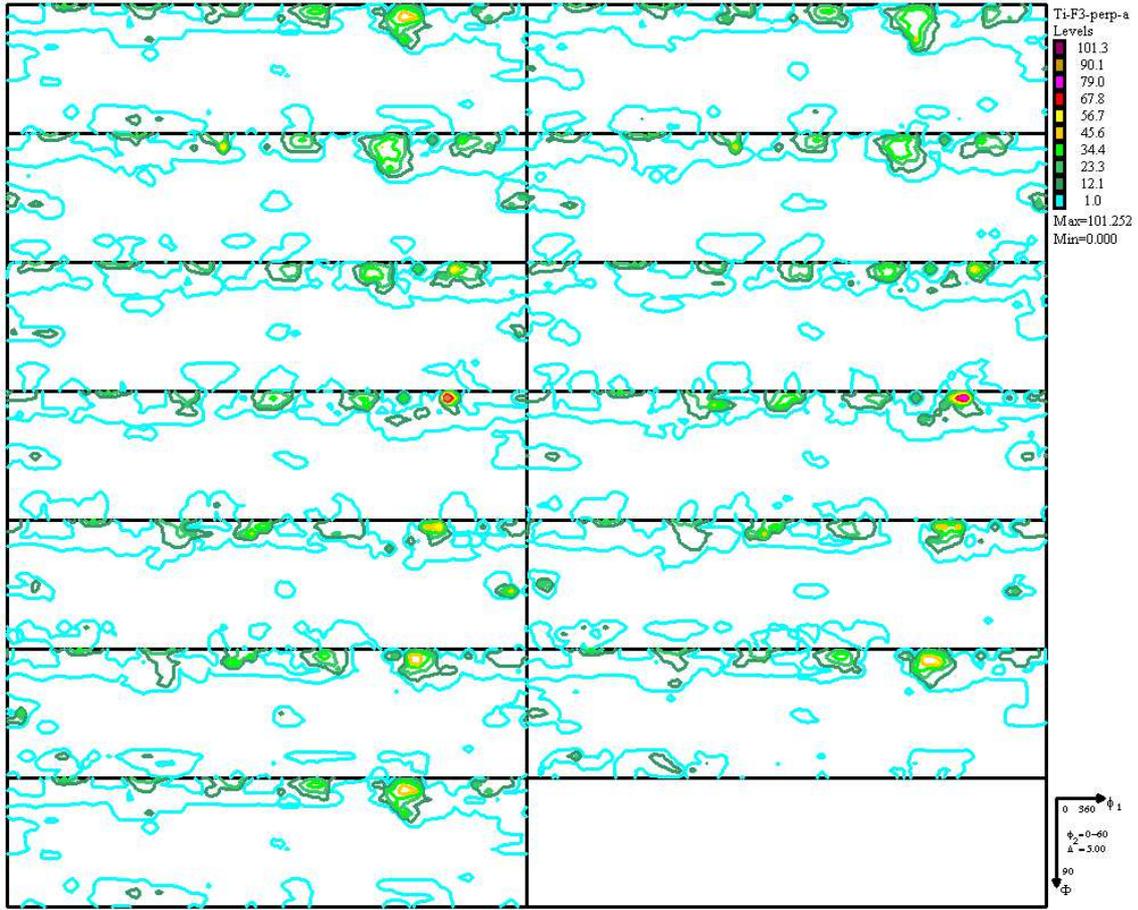


FIGURE E.3 – FDOC de la phase α , échantillon forgé E3. Coupe à φ_2 constant.

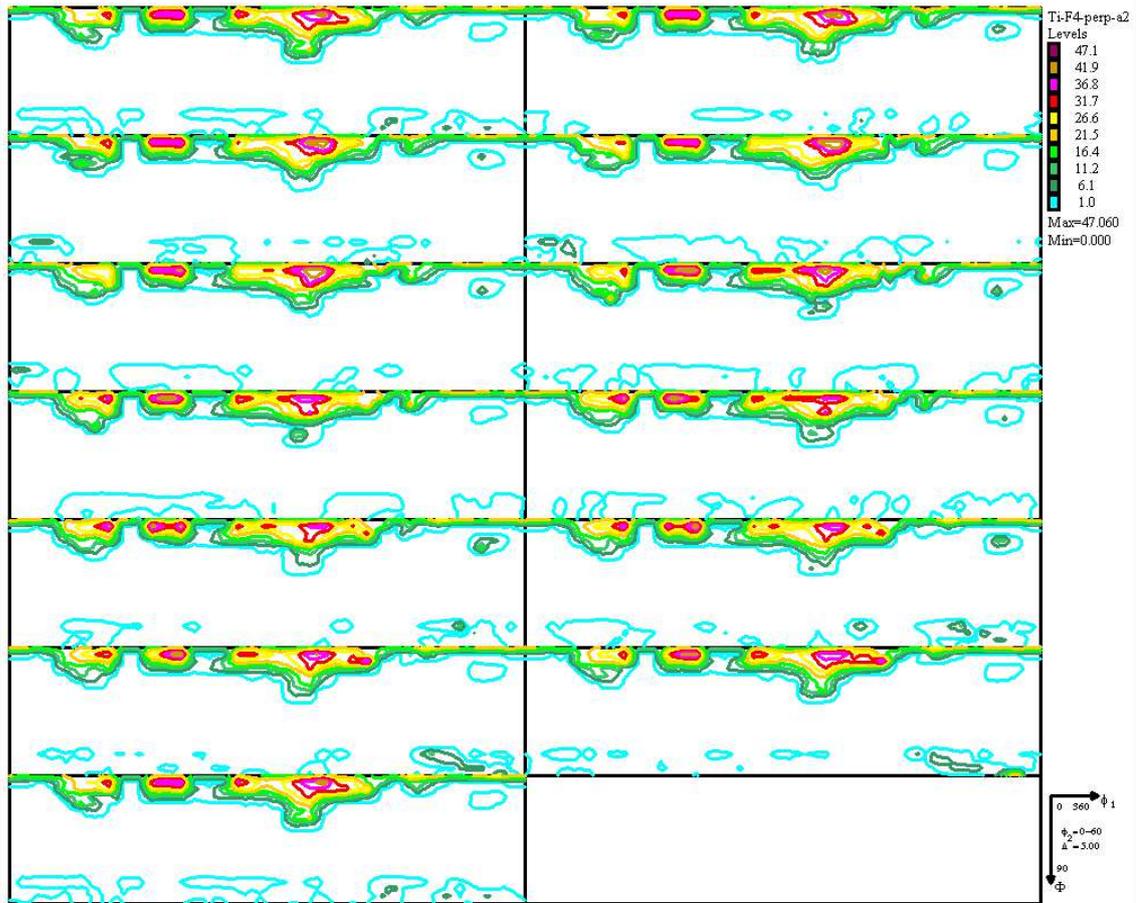


FIGURE E.4 – FDOC de la phase α , échantillon forgé E4. Coupe à φ_2 constant.

- Phase β :

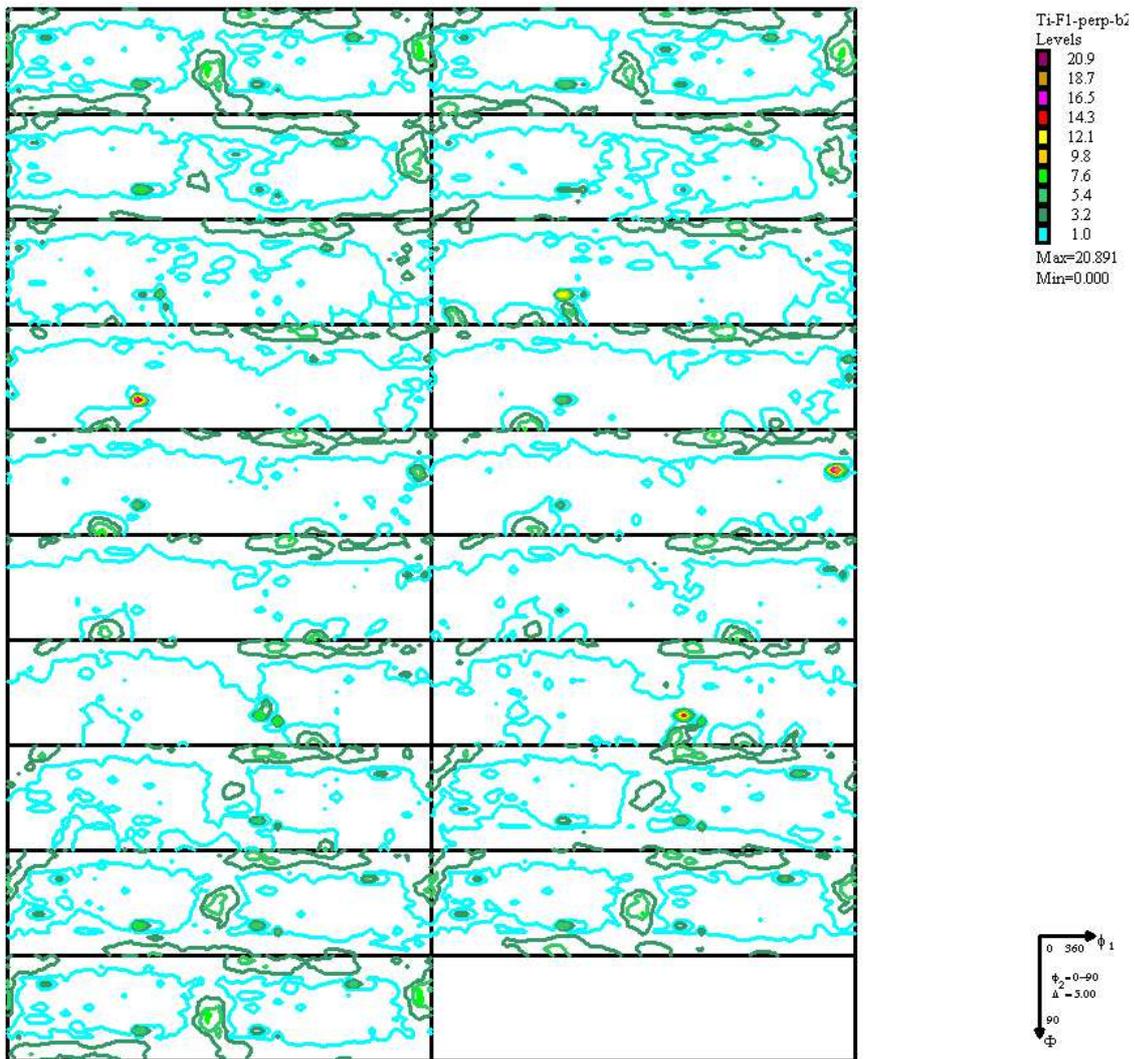


FIGURE E.5 – FDOC de la phase β , échantillon forgé E1. Coupe à φ_2 constant.

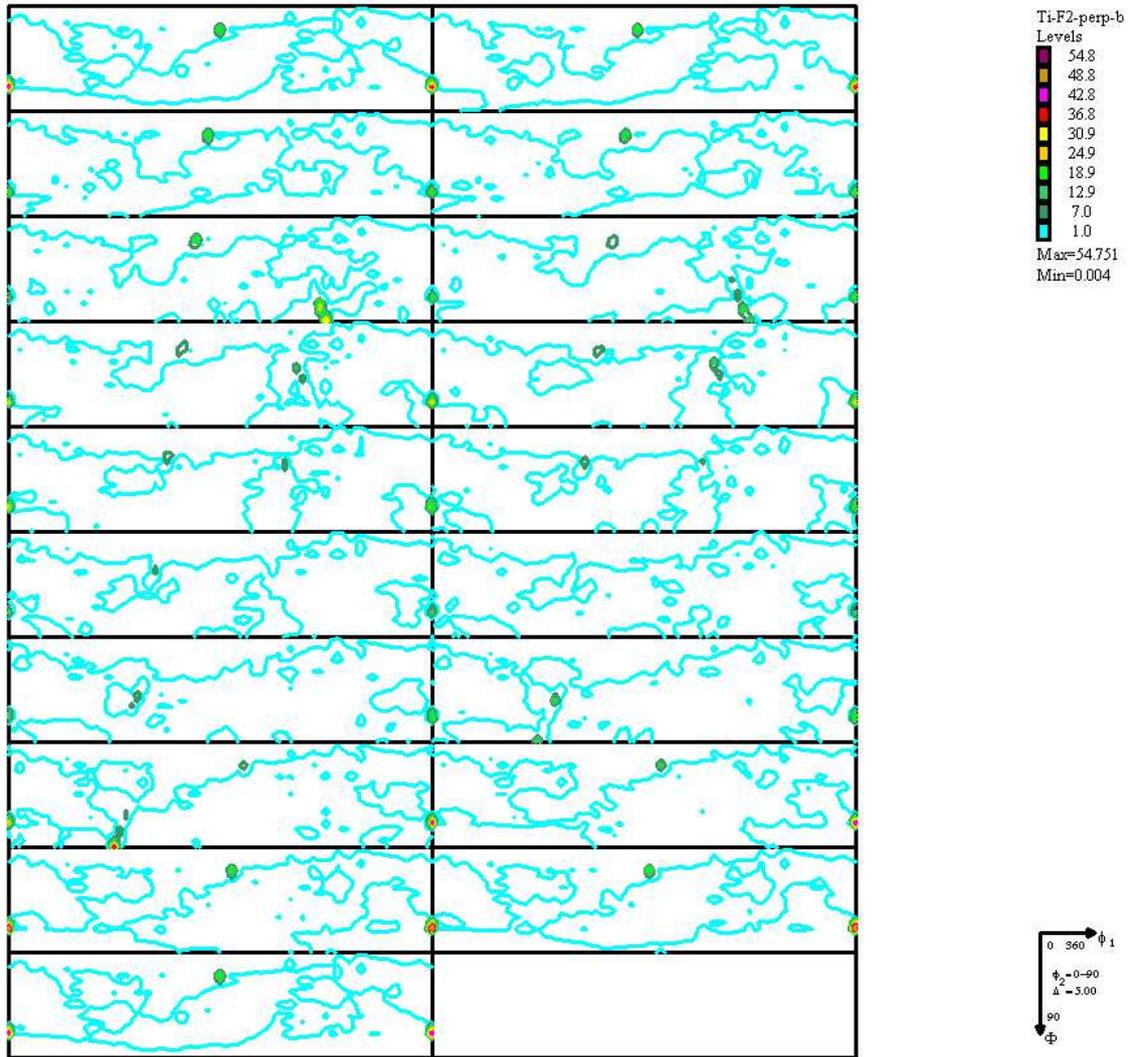


FIGURE E.6 – FDOC de la phase β , échantillon forgé E2. Coupe à φ_2 constant.

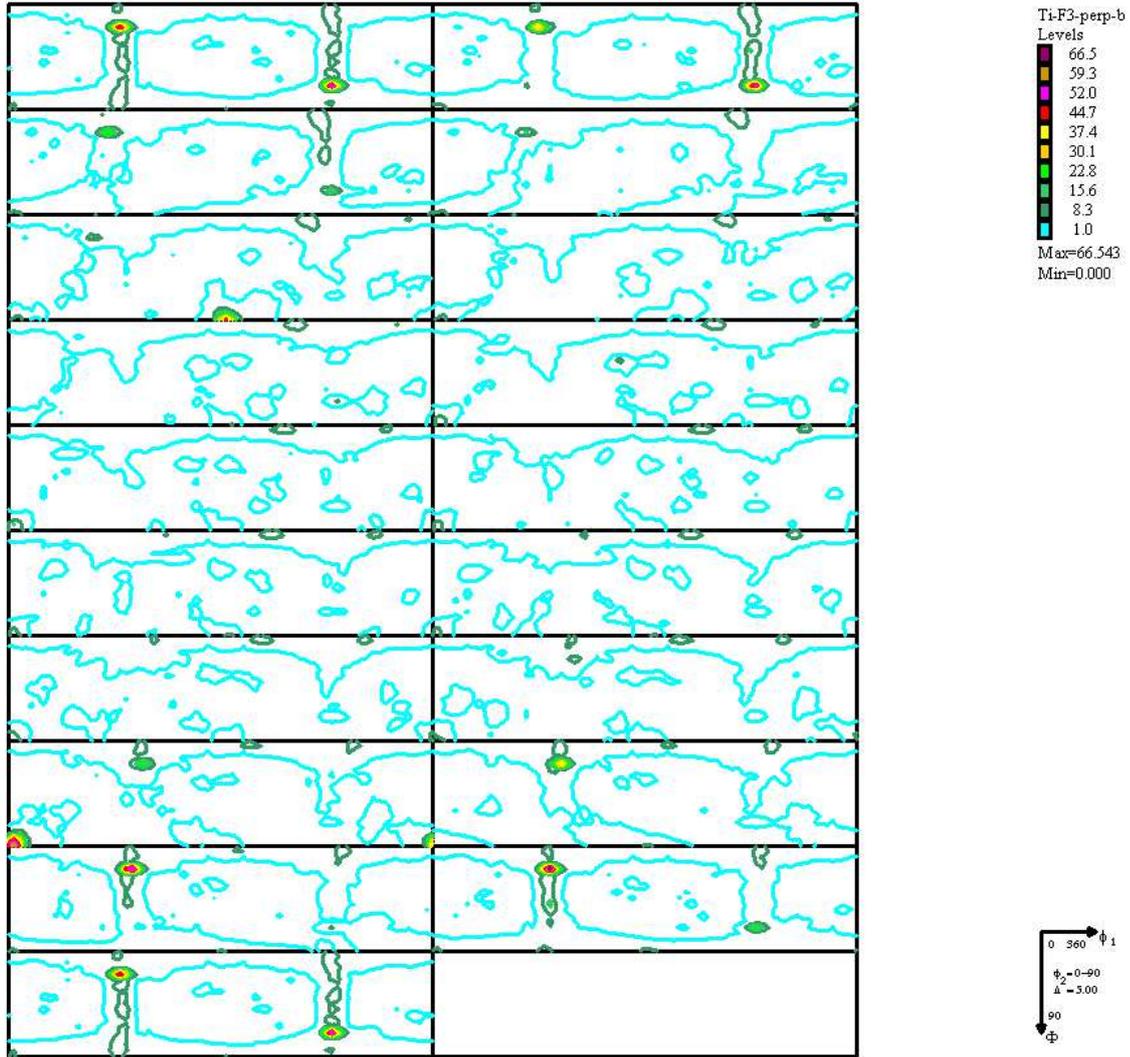


FIGURE E.7 – FDOC de la phase β , échantillon forgé E3. Coupe à φ_2 constant.

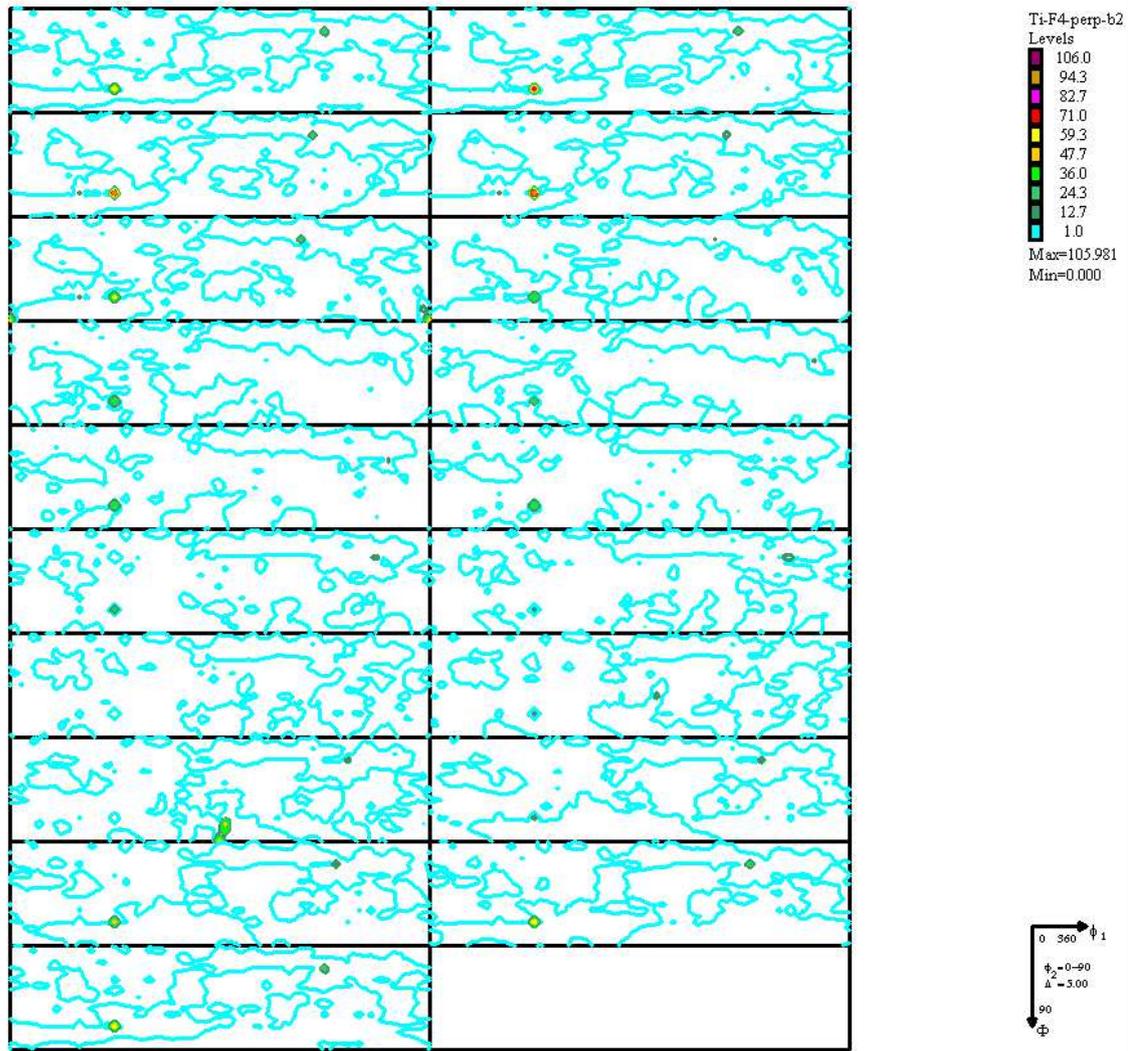


FIGURE E.8 – FDOC de la phase β , échantillon forgé E4. Coupe à φ_2 constant.

- Echantillon fraisé :

- Phase α :

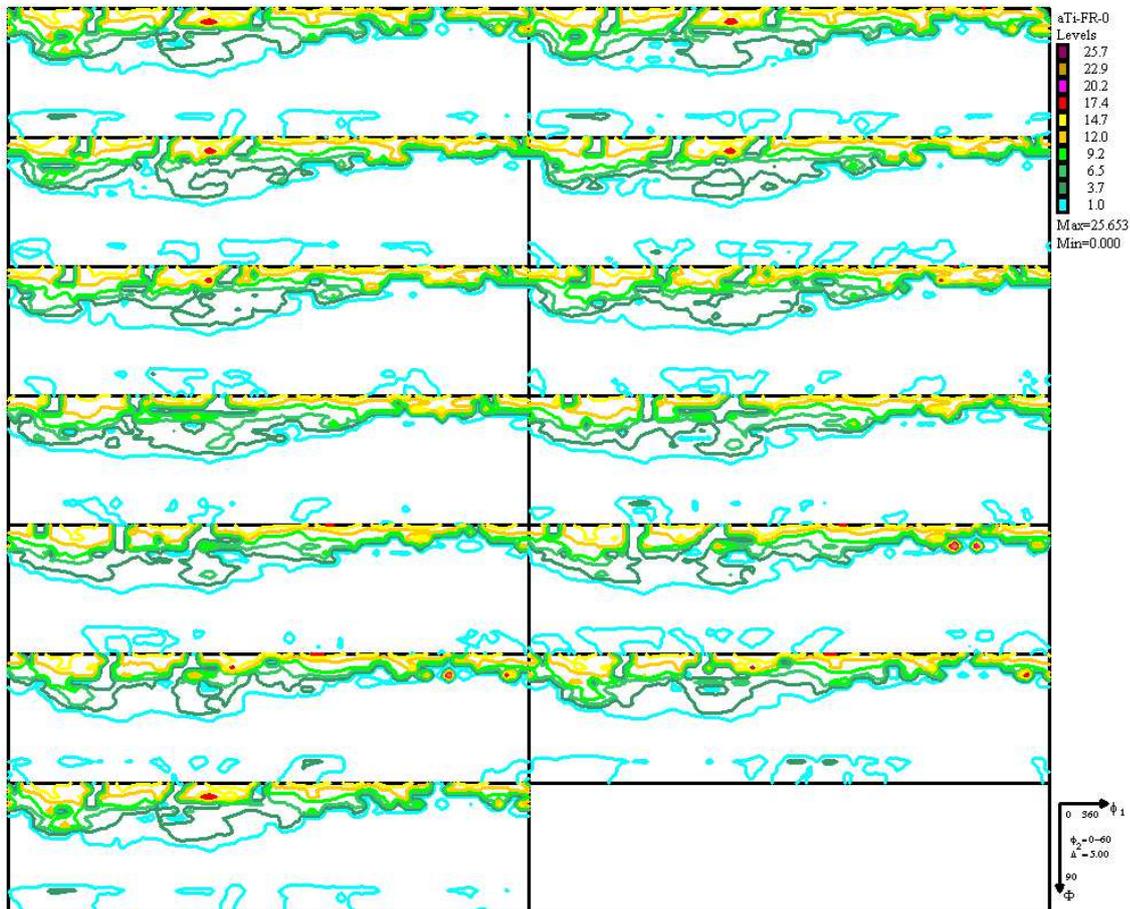


FIGURE E.9 – FDOC de la phase α , échantillon fraisé 0 μm . Coupe à φ_2 constant.

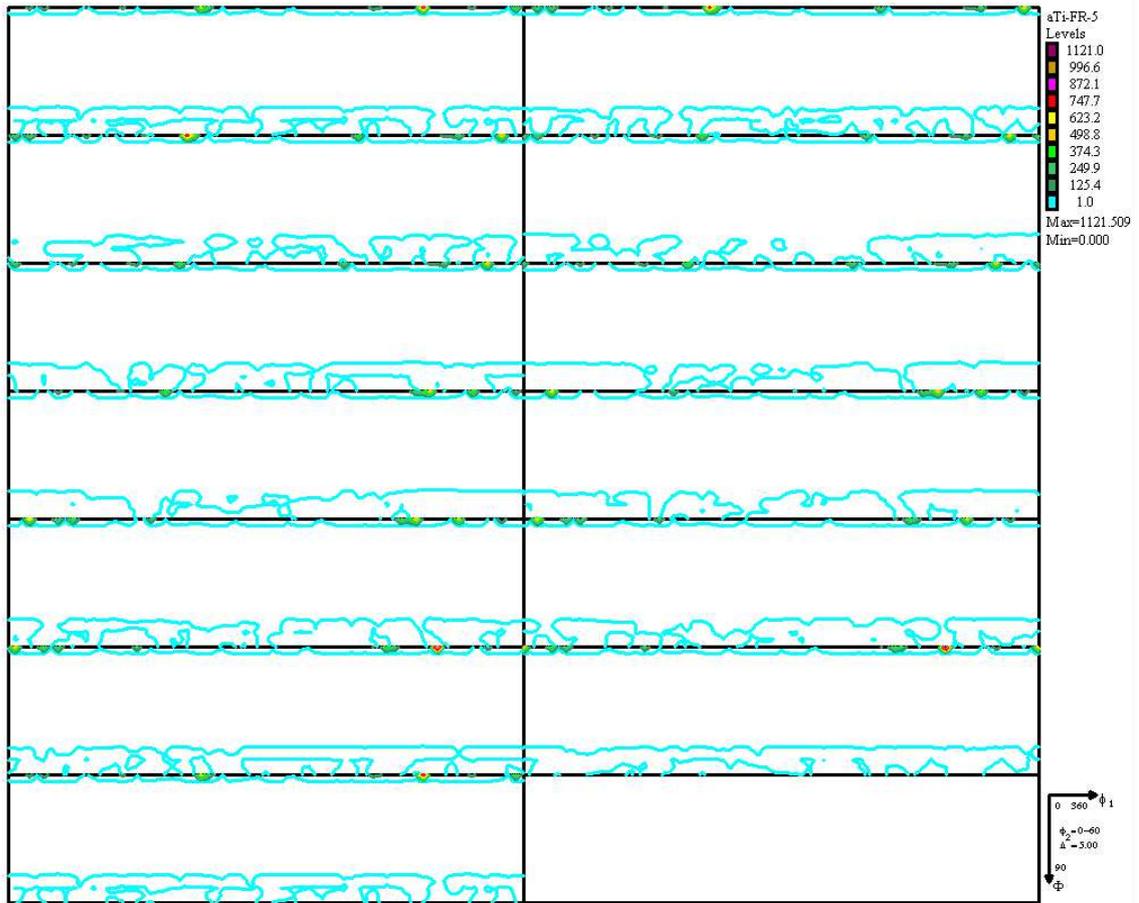


FIGURE E.10 – FDOC de la phase α , échantillon fraisé 5 μm . Coupe à φ_2 constant.

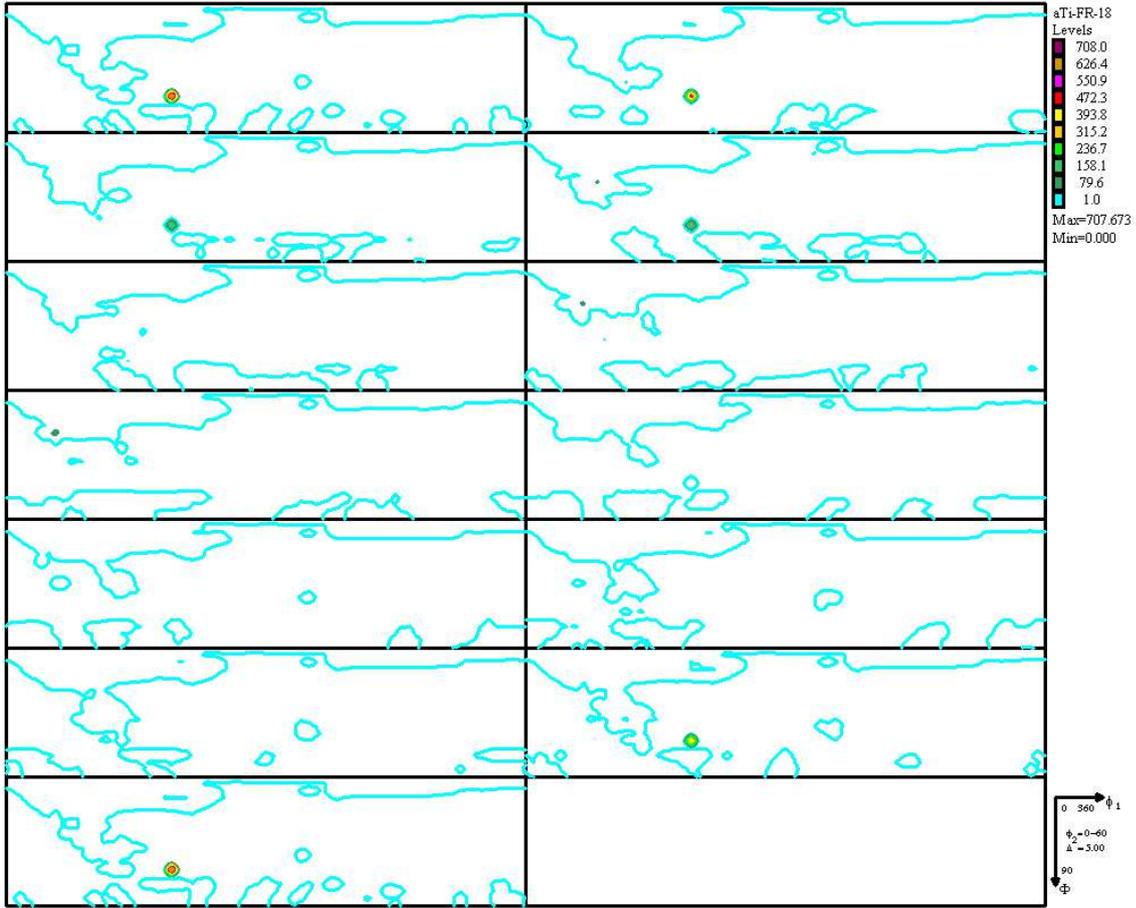


FIGURE E.11 – FDOC de la phase α , échantillon fraisé $18 \mu\text{m}$. Coupe à ϕ_2 constant.

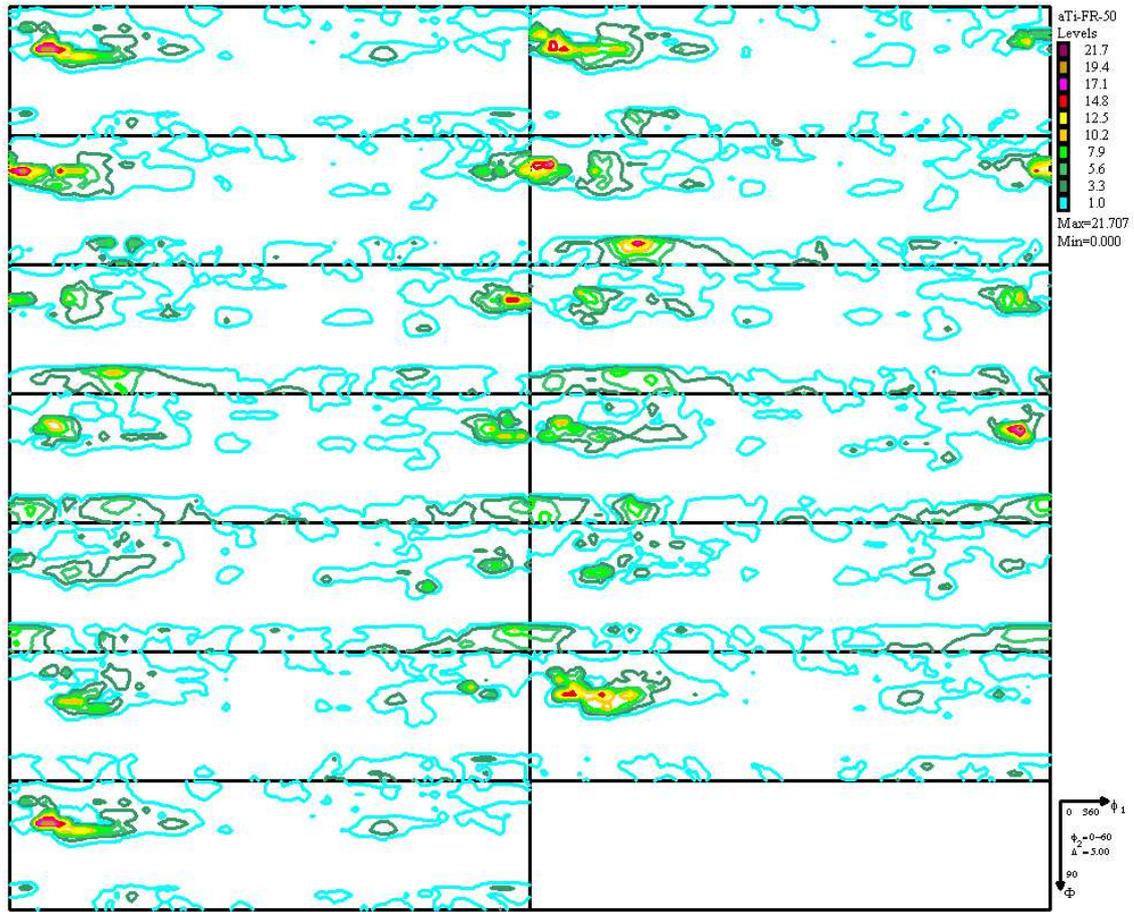


FIGURE E.12 – FDOC de la phase α , échantillon fraisé 50 μm . Coupe à φ_2 constant.

• Echantillon fraisé :

- Phase β :

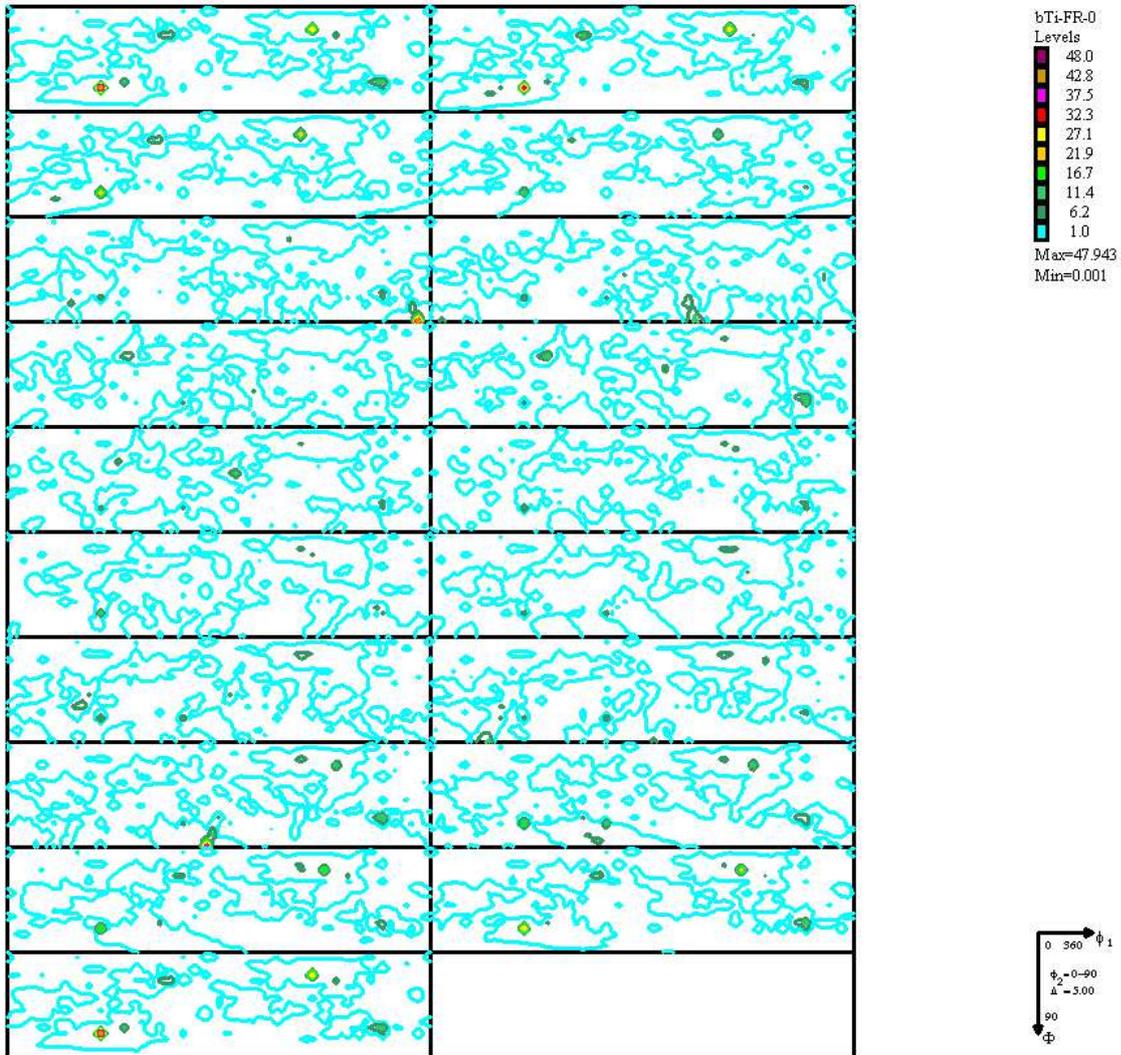


FIGURE E.13 – FDOC de la phase β , échantillon fraisé 0 μm . Coupe à φ_2 constant.

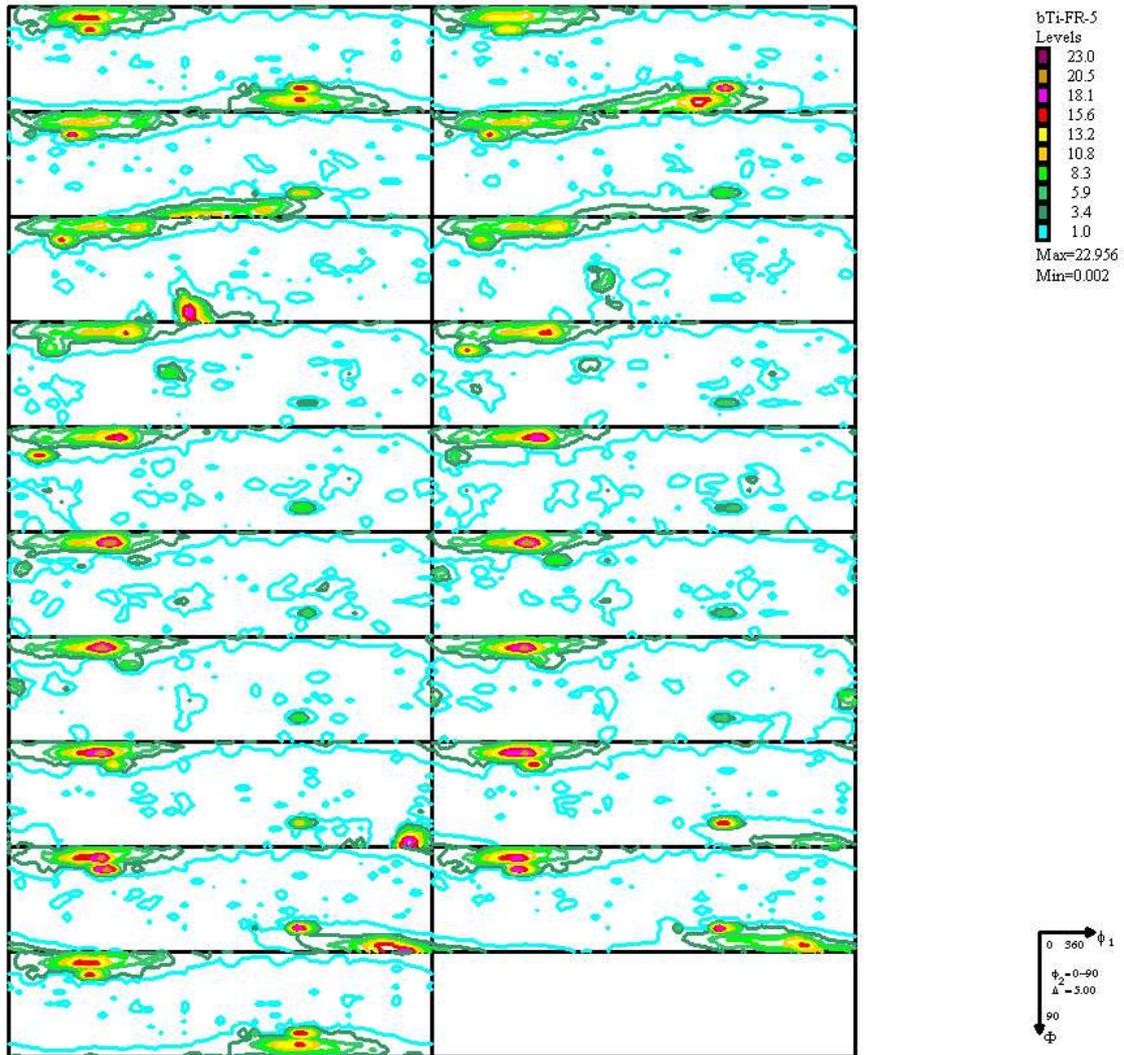


FIGURE E.14 – FDOC de la phase β , échantillon fraisé 5 μm . Coupe à φ_2 constant.

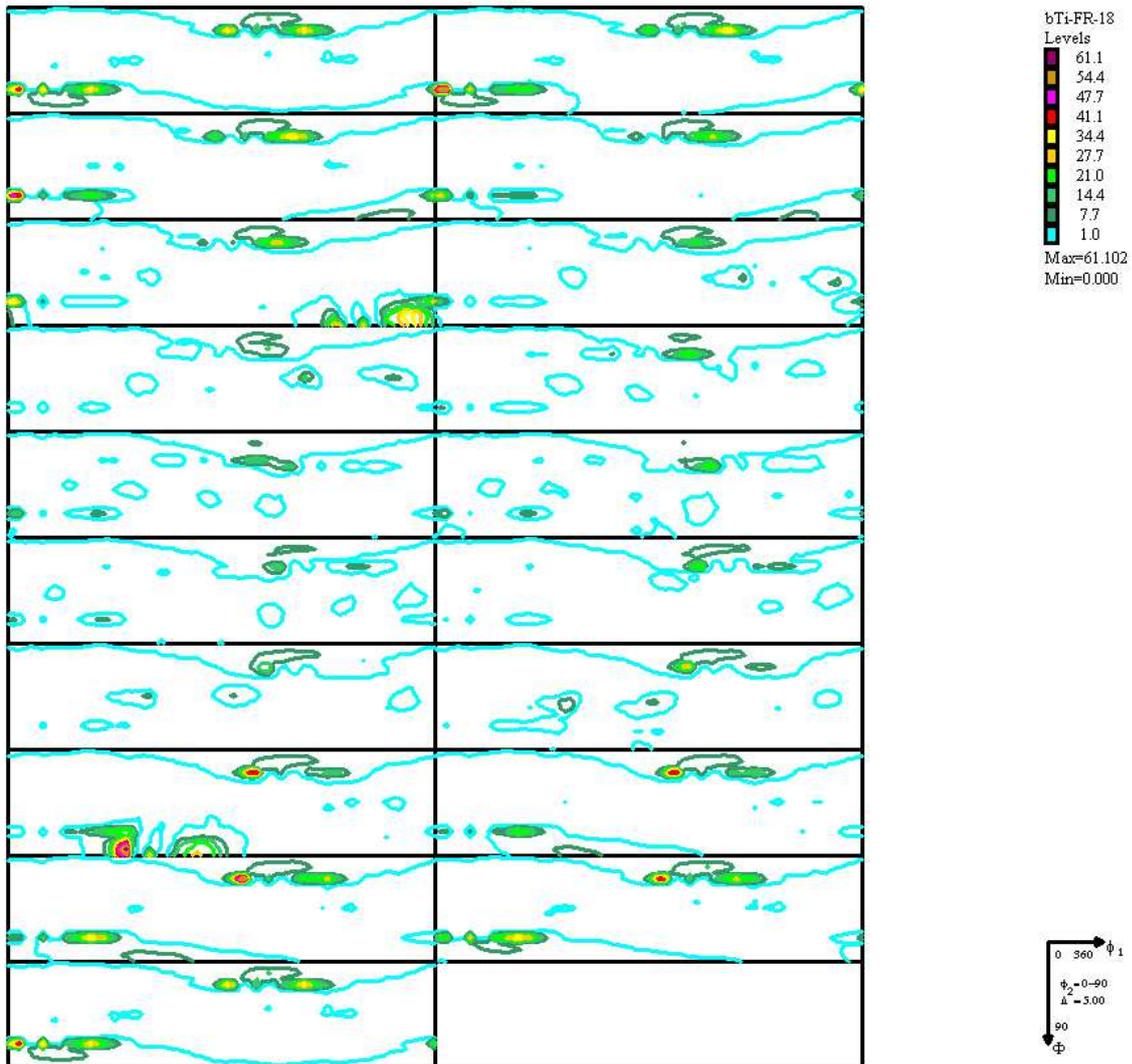


FIGURE E.15 – FDOC de la phase β , échantillon fraisé 18 μm . Coupe à φ_2 constant.

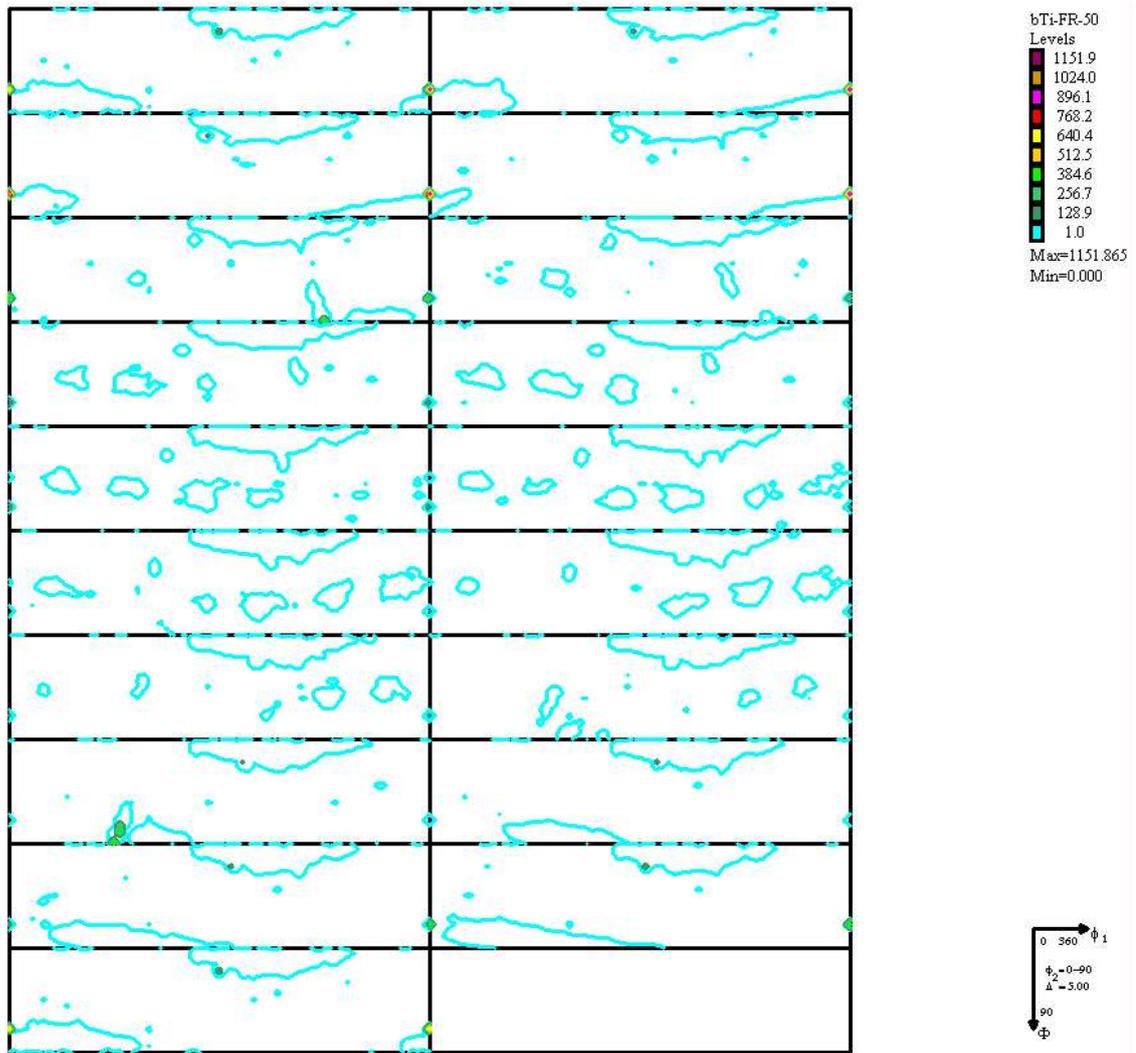


FIGURE E.16 – FDOC de la phase β , échantillon fraisé 50 μm . Coupe à φ_2 constant.

Annexe F

Diffraction des neutrons : Fonctions de Distributions des Orientations Cristallographiques des échantillons forgés.

FDOC obtenues avec l'instrument 6T1 du CEA de Saclay, sur les échantillons forgés E2 et E4, traitées grâce au logiciel LaboTex.

- Phase α :

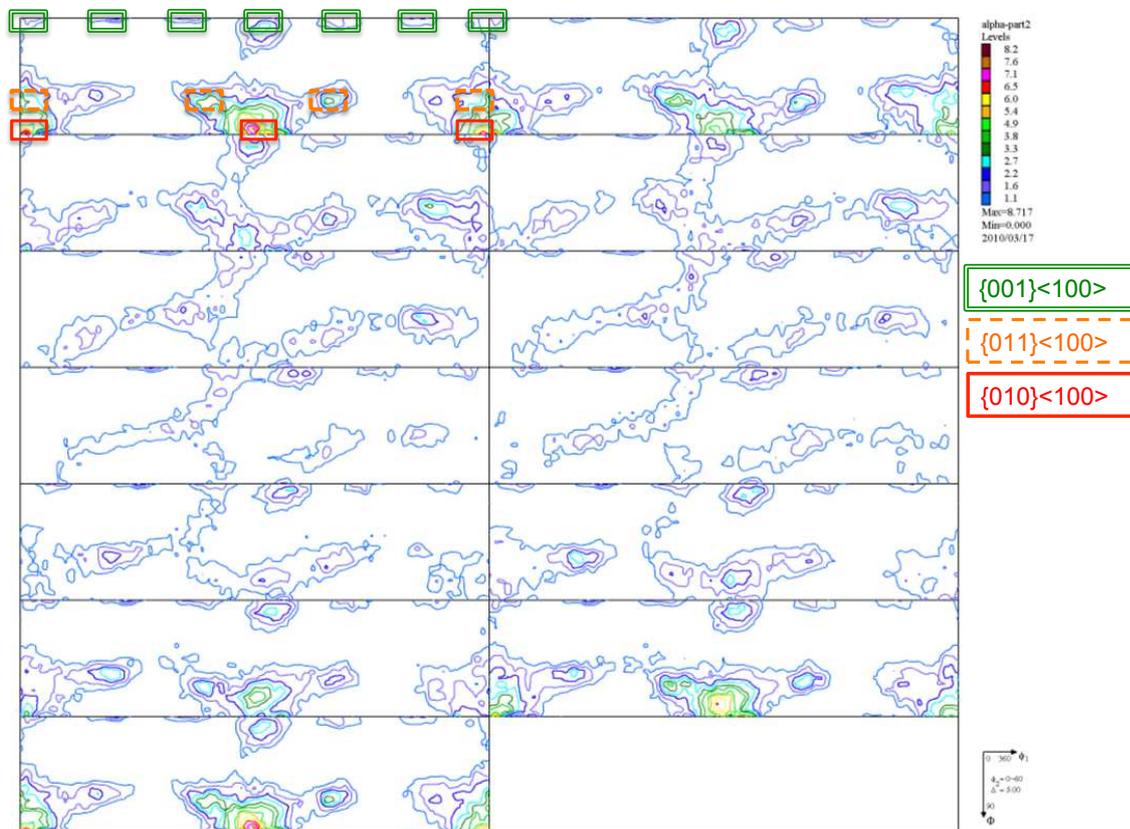


FIGURE F.1 – FDOC de la phase α , échantillon forgé E2. Coupe à φ_2 constant.

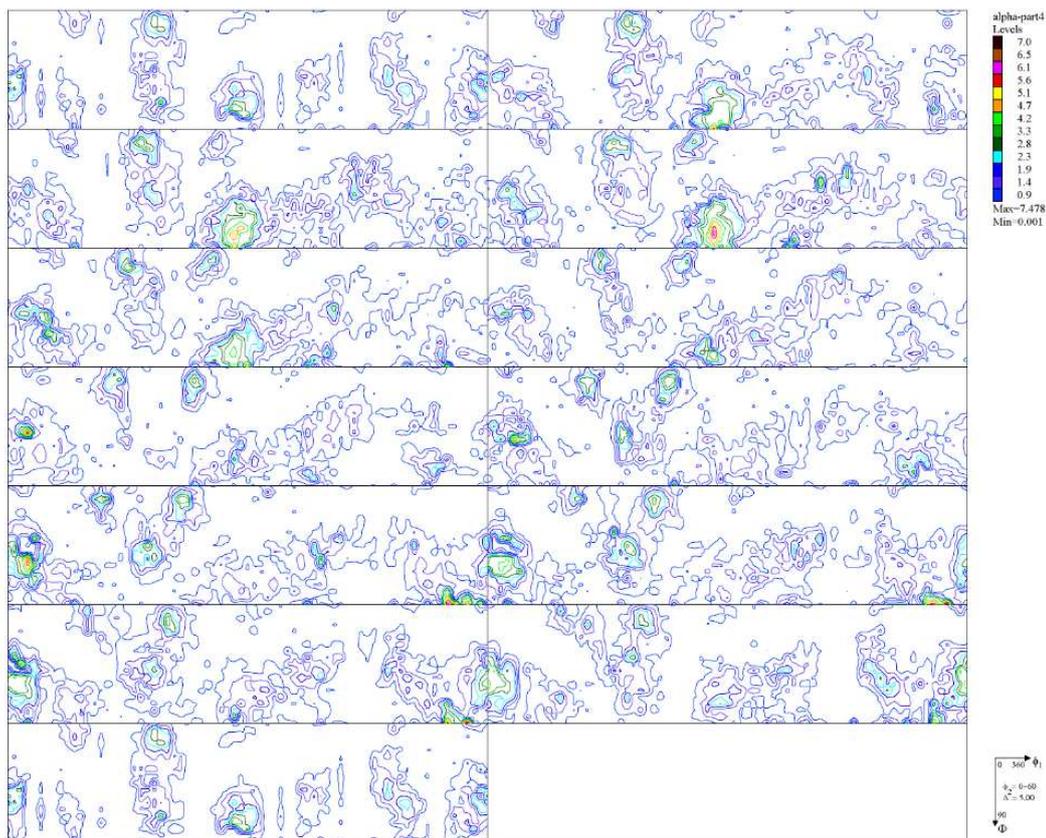


FIGURE F.2 – FDOC de la phase α , échantillon forgé E4. Coupe à φ_2 constant.

- Phase β :

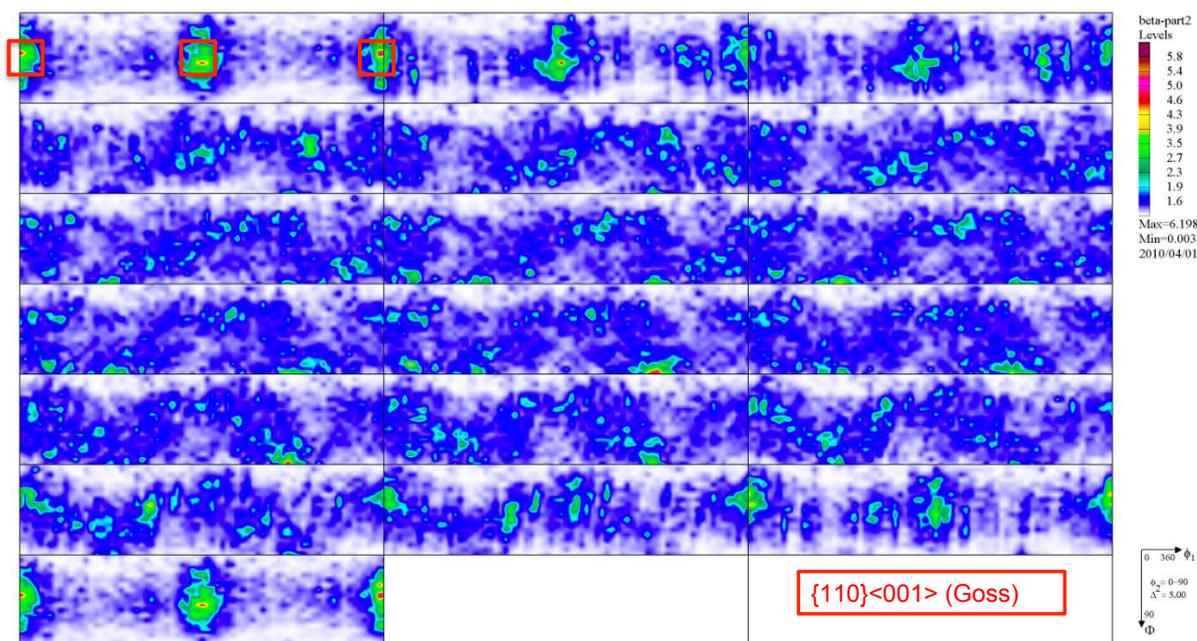


FIGURE F.3 – FDOC de la phase β , échantillon forgé E2. Coupe à φ_2 constant.

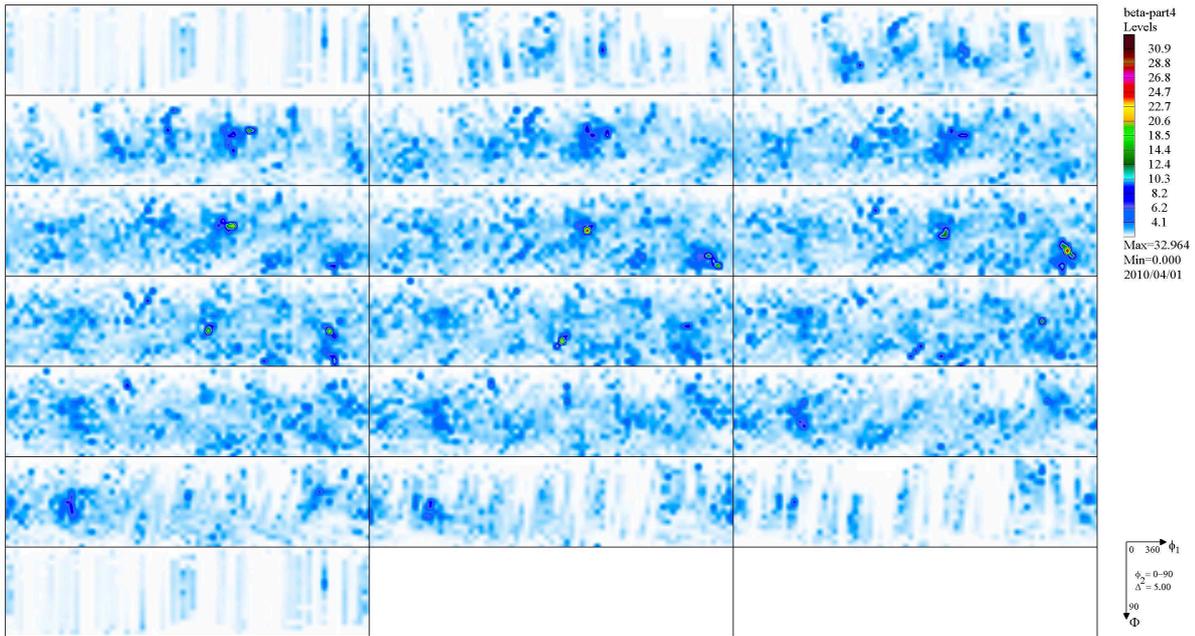


FIGURE F.4 – FDOC de la phase β , échantillon forgé E4. Coupe à φ_2 constant.

Annexe G

Moyens complémentaires pour les analyses des contraintes résiduelles

Le tableau G.1 présente les moyens complémentaires à la diffraction des rayons X pour accéder aux contraintes résiduelles [106, 107].

Méthode	Pénétration	Résolution spatiale	Précision	Commentaires
Trou incrémental (relaxation des contraintes)	~1.2 x Ø trou	50µm (profondeur)	±50MPa	La sensibilité décroît quand la profondeur augmente; Semi-destructrice; σ macro planaire (σI)
Méthode de la flèche	0.1 – 0.5 épaisseur	5% de l'épaisseur	Limite : incurvation minimale mesurée	Plus adaptée aux couches minces et matériaux dont le rapport e/L<0.2; sinon on est en multiaxial et mécaniquement instable; σ macro planaire (σI)
DRX	<50µm (Al), <12µm (Ti)	1mm latéral 20µm profondeur	±20MPa	Influence des textures et des états de surface; σ macro (σI) + σ micro (σII et σIII).
Synchrotron	150-50mm (Al)	20µm latéralement au, 1mm profondeur	±10x10 ⁻⁶ ε Dépend de la taille des grains	σ macro (σI) + σ micro (σII et σIII); Cher; Difficile d'accès.
Neutrons	200mm (Al) 4mm (Ti)	500µm	±50x10 ⁻⁶ ε	Bruit de fond important; Difficile d'accès; σ macro (σI) + σ micro (σII et σIII);
Ultrasons	>10cm	5mm	10%	Sensible à la microstructure; σ macro (σI) + σ micro (σII et σIII);

FIGURE G.1 – Avantages et inconvénients des moyens d'analyses des contraintes résiduelles complémentaires de la DRX [106, 107].

Deux techniques supplémentaires à celles présentées dans le tableau 1 existent :

- la méthode du contour, qui n'est pas détaillée ici (une meilleure analyse de cette méthode doit être envisagée pour notre application) ;
- la spectroscopie micro-raman :
 - Technique non destructive. On focalise un faisceau laser monochromatique sur un cristal ; les contraintes mécaniques modifient la fréquence de Raman.
 - Résolution spatiale d'environ 1µm ;
 - Etude de la cristallinité, composition et contraintes mécaniques locales ;
 - Mieux adaptée aux contraintes dans les MEMS et semi-conducteurs ;

- Modélisation requises pour les états de contraintes complexes ;

Aux vues des résolutions de ces techniques alternatives et des zones à analyser dans le matériau (environ 10 μm), les méthodes de diffractométrie sont les meilleures. Cependant l'accès aux rayonnements synchrotron et neutroniques est très difficile et très coûteux. La diffraction des rayons X reste la méthode la plus adaptée pour l'étude des contraintes résiduelles sur le Ti-10-2-3.

Annexe H

Modèle micromécanique auto-cohérent

Pour décrire mécaniquement le matériau Ti-10V-2Fe-3Al, il est nécessaire de faire des hypothèses simplificatrices, décrites ci-dessous.

Hypothèses :

- Hyp.1 : il n'y a pas de déformation plastique dans les phases α et β ;
- Hyp.2 : les phases α et β sont isotropes ;
- Hyp.3 : les grains de phase α sont sphériques et répartis dans une matrice β .

Le champ de contraintes macroscopique est décrit par l'équation H.1.

$$\hat{\sigma} = \underline{dev}(\hat{\sigma}) + \frac{1}{3} \cdot tr(\hat{\sigma}) \cdot \underline{I} \quad (\text{H.1})$$

$$\text{avec } \left\{ \begin{array}{l} tr(\hat{\sigma}) = \hat{\sigma}_{11} + \hat{\sigma}_{22} + \hat{\sigma}_{33} = \hat{\sigma}_{kk} \\ \underline{dev}(\hat{\sigma}) = \begin{vmatrix} \hat{\sigma}_{11} - \frac{1}{3}\hat{\sigma}_{kk} & \hat{\sigma}_{12} & \hat{\sigma}_{13} \\ \hat{\sigma}_{21} & \hat{\sigma}_{22} - \frac{1}{3}\hat{\sigma}_{kk} & \hat{\sigma}_{23} \\ \hat{\sigma}_{31} & \hat{\sigma}_{32} & \hat{\sigma}_{33} - \frac{1}{3}\hat{\sigma}_{kk} \end{vmatrix} \end{array} \right.$$

Les indices kk correspondent à la trace du tenseur que l'on considère. De la même façon on écrit les déformations macroscopiques :

$$\hat{\varepsilon} = \underline{dev}(\hat{\varepsilon}) + \frac{1}{3} \cdot tr(\hat{\varepsilon}) \cdot \underline{I} \quad (\text{H.2})$$

D'après l'hypothèse 1, les déformations macroscopiques sont égales aux déformations élastiques macroscopiques seulement :

$$\hat{\varepsilon} = \hat{\varepsilon}_e \quad (\text{H.3})$$

D'après la loi de Hooke, on écrit que :

$$\hat{\sigma} = \underline{C} \cdot \hat{\varepsilon}_e \quad (\text{H.4})$$

avec $\underline{C} = f(\hat{E}, \hat{\nu})$.

D'après les équations (H.1), (H.2), (H.3) et (H.4), et en posant $\begin{cases} \hat{\mu} = \frac{\hat{E}}{2(1+\hat{\nu})} \\ 3\hat{K} = \frac{\hat{E}}{(1-2\hat{\nu})} \end{cases}$, on en déduit :

$$\hat{\sigma} = 3\hat{K} \cdot tr(\hat{\varepsilon}) \quad (\text{H.5})$$

$$\widehat{\underline{\sigma}} = 2\widehat{\nu} \cdot \underline{dev}(\widehat{\underline{\varepsilon}}) \quad (\text{H.6})$$

$$\widehat{\underline{\sigma}}_{kk} = 3\widehat{K} \cdot \text{tr}(\widehat{\underline{\varepsilon}}_{kk}) \quad (\text{H.7})$$

Dans le cas où l'on reste dans le domaine d'élasticité pure, alors les équations de passage entre une échelle microscopique et une échelle macroscopique s'écrivent (pour une phase x_i) :

$$\text{tr}(\underline{\sigma}^{x_i}) = \sigma_{kk}^{x_i} = T \cdot \text{tr}(\widehat{\underline{\sigma}}) = T \cdot \widehat{\underline{\sigma}}_{kk} \quad (\text{H.8})$$

$$\underline{dev}(\underline{\sigma}^{x_i}) = D \cdot \underline{dev}(\widehat{\underline{\sigma}}) \quad (\text{H.9})$$

où

$$\begin{cases} T = \frac{K^{x_i}}{\widehat{K} + \widehat{a}(K^{x_i} - \widehat{K})} \\ D = \frac{\mu^{x_i}}{\widehat{\mu} + \widehat{b}(\mu^{x_i} - \widehat{\mu})} \\ \widehat{a} = \frac{1}{3} \cdot \frac{1 + \widehat{\nu}}{1 - \widehat{\nu}} \\ \widehat{b} = \frac{2}{15} \cdot \frac{4 - 5\widehat{\nu}}{1 - \widehat{\nu}} \end{cases} \quad (\text{H.10})$$

Donc, pour chaque phase x_i :

$$\begin{cases} \sigma_{kk}^{x_i} = T \cdot \widehat{\underline{\sigma}}_{kk} \\ \underline{dev}(\underline{\sigma}^{x_i}) = D^{x_i} \cdot \underline{dev}(\widehat{\underline{\sigma}}) \end{cases} \quad (\text{H.11})$$

Des équations (H.5) et (H.6), on déduit que :

$$\begin{cases} \sigma_{kk}^{x_i} = 3K^{x_i} \cdot \underline{\varepsilon}_{kk}^{x_i} \\ \underline{dev}(\underline{\sigma}^{x_i}) = 2\nu^{x_i} \cdot \underline{dev}(\underline{\varepsilon}^{x_i}) \end{cases} \quad (\text{H.12})$$

De plus, la loi des mélanges nous dit que :

$$\begin{cases} \widehat{\underline{\sigma}} = \sum_{x_i} y^{x_i} \cdot \underline{\sigma}^{x_i} \\ \underline{dev}(\widehat{\underline{\sigma}}) = \sum_{x_i} y^{x_i} \cdot \underline{dev}(\underline{\sigma}^{x_i}) \\ \underline{\sigma}_{kk} = \sum_{x_i} y^{x_i} \cdot \underline{\sigma}_{kk}^{x_i} \\ \sum_{x_i} y^{x_i} = 1 \end{cases} \quad (\text{H.13})$$

Des équations (H.8), (H.9) et (H.12) on peut donc écrire :

$$\begin{cases} \sum_{x_i} y^{x_i} \cdot T^{x_i} = 1 \\ \sum_{x_i} y^{x_i} \cdot D^{x_i} = 1 \end{cases} \quad (\text{H.14})$$

Les équations (H.10) et (H.14) permettent d'écrire un système de 2 d'équations à 2 inconnues, donnant les constantes d'élasticité macroscopiques de l'alliage en fonction des constantes de chacune des phases et de leur fraction volumique :

$$\begin{cases} \sum_{x_i} \frac{y^{x_i} \cdot \mu^{x_i}}{\frac{\widehat{E}}{2(1+\widehat{\nu})} + \frac{2}{15} \frac{(4-5\widehat{\nu})}{(1-\widehat{\nu})} \cdot \left[\mu^{x_i} - \frac{\widehat{E}}{2(1+\widehat{\nu})} \right]} = 1 \\ \sum_{x_i} \frac{y^{x_i} \cdot K^{x_i}}{\frac{\widehat{E}}{3(1-2\widehat{\nu})} + \frac{1}{3} \frac{(1+\widehat{\nu})}{(1-\widehat{\nu})} \cdot \left[K^{x_i} - \frac{\widehat{E}}{3(1-2\widehat{\nu})} \right]} = 1 \end{cases} \quad (\text{H.15})$$

Annexe I

Détermination des contraintes dans les phases α et β par des essais de traction en diffraction des neutrons

Lorsqu'on réalise des essais en diffraction et qu'on détermine les déformations d'une famille de plan dans une direction (ϕ, ψ) , en fonction de $\sin^2\psi$, alors la pente de la droite obtenue permet de déterminer les contraintes dans la phase x_i . Ces contraintes valent $(\sigma_\phi^{x_i} - \sigma_3^{x_i})$, selon l'équation (3.4) donnée dans le paragraphe 3.2.2 de la partie II, p 31.

En traction, on considère que les efforts sont appliquées selon la direction 1 ($\hat{\sigma}_1 \neq 0$, et $\hat{\sigma}_2 = \hat{\sigma}_3 = 0$). Les contraintes $\sigma_{DN}^{x_i}$ déterminées en diffraction dans chacune des phases x_i correspondent alors à $(\sigma_1^{x_i} - \sigma_3^{x_i})$. D'après les équations du modèle autocohérent développées en annexe H, on peut écrire que :

$$\begin{cases} y^\alpha \cdot \sigma_1^\alpha + y^\beta \cdot \sigma_1^\beta = \hat{\sigma}_1 \\ y^\alpha \cdot \sigma_3^\alpha + y^\beta \cdot \sigma_3^\beta = 0 \\ y^\alpha + y^\beta = 1 \end{cases} \quad (\text{I.1})$$

On peut donc en déduire que :

$$y^\alpha \cdot (\sigma_1^\alpha - \sigma_3^\alpha) + y^\beta \cdot (\sigma_1^\beta - \sigma_3^\beta) = y^\alpha \cdot \sigma_{DN}^\alpha + (1 - y^\beta) \cdot \sigma_{DN}^\beta = \hat{\sigma}_1 \quad (\text{I.2})$$

Les contraintes σ_{DN}^α ont pu être déterminées correctement dans la phase α , et nous avons évalué les fractions volumiques des phases grâce aux analyses d'image. Les contraintes macroscopiques $\hat{\sigma}_1$ sont connues et correspondent aux contraintes appliquées en traction. On peut donc déduire les contraintes σ_{DN}^β dans la phase β .

Les figures ci-dessous, donnant σ_{DN}^β en fonction de σ_{DN}^α , montrent les résultats obtenus sur nos deux éprouvettes ZA-avTTH et ZA-ssTTH

Bibliographie

- [1] Y. Combres and B. Champin. Traitements thermiques des alliages de titane. Technical report, Techniques de l'Ingénieur.
- [2] W.G. Burgers. *Metallwirtschaft*, volume 13. 1934.
- [3] J.R. Toran and Biederman R.R. Phase transformation study of Ti-10V-2Fe-3Al. In *Titanium '80 Science and Technology - Proceedings of the 4th international*, volume 2, pages 1491–1501, 1980.
- [4] M. Colombié. *Matériaux métalliques*. DUNOD, Paris, 2000.
- [5] Y. Combres. Métallurgie et recyclage du titane et de ses alliages. Technical report, Techniques de l'Ingénieur.
- [6] T. Furuhashi, S. Annaka, Y. Tomio, and al. Superelasticity in Ti10V-2Fe-3Al alloys with nitrogen addition. *Materials Science and Engineering*, A(438-440) :825–829, 2006.
- [7] I. Weiss and S.L. Semiatin. Thermomechanical processing of beta titanium alloys - an overview. *Materials Science and Engineering*, A(243) :46–65, 1998.
- [8] D. Bhattacharyya, S. Bhargava, V.K. Varma, and al. Effect of β grain size on stress induced martensitic transformation in β solution treated Ti-10V-2Fe-3Al alloy. *Scripta Materialia*, 53 :195–200, 2005.
- [9] D. Bhattacharyya, V.K. Varma, A.K. Gogia, and al. Influence of β grain size on tensile behavior and ductile fracture toughness of titanium alloy Ti-10V-2Fe-3Al. *Metallurgical and Materials Transactions*, A(37) :1423–1433, 2006.
- [10] K. Kubiak and J. Sieniawski. Development of the microstructure and fatigue strength of two phase titanium alloys in the processes of forging and heat treatment. *Journal of Materials Processing Technology*, 78 :117–121, 1998.
- [11] Y.G. Zhou, W.D. Zeng, and H.Q. Yu. An investigation of a new near- β forging process for titanium alloys and its applications in aviation components. *Materials Science and Engineering*, A(393) :204–212, 2005.
- [12] P. Laheurte, A. Eberhardt, and M.J. Philippe. Influence of the microstructure on the pseudoelasticity of a metastable β titanium alloy. *Materials Science and Engineering*, A(396) :223–230, 2005.
- [13] R. Filip, K. Kubiak, W. Ziaja, and J. Sieniawski. The effect of microstructure on the mechanical properties of two-phase titanium alloys. *Journal of Materials Processing Technology*, 133 :84–89, 2003.
- [14] R.R. Boyer and G.W. Kuhlman. Processing properties relationships of Ti-10V-2Fe-3Al. *Metallurgical Transactions*, A(18) :2095–2103, 1987.
- [15] R.R. Boyer, E.W. Collings, and G. Welsch. *Materials Properties Handbook - titanium alloys*, chapter Section V : beta and near-beta alloys - Ti-10V-2Fe-3Al (Ti-10-2-3), pages 828–865. American Society for Metals, 1994.

- [16] *Titanium : A Technical Guide*, chapter 2. ASM International, 2nd edition, 2000.
- [17] P.A. Blenkinsop. Titanium alloys. advances in alloys, processes, products and applications. *Journal de Physique IV*, 03(Colloque C7) :161–169, 1993.
- [18] ASNA6100 Indice B. *Alliage de titane T-V10A3Fe2 (Ti10.2.3) - Barres rondes pour forgeage*.
- [19] SAE Aerospace. *Approval and control of premium-quality Titanium alloys*. Aerospace Material Specification AMS2380 Indice E - 04/2003.
- [20] ASNA6117 Indice B. *Alliages de titane T-V10A3Fe2 (Ti10.2.3) - Ebauches corroyées*.
- [21] O.M. Ivasishin, P.E. Markovsky, S.L. Semiatin, and al. Aging response of coarse and fine-grained β titanium alloys. *Materials Science and Engineering*, A(405) :296–305, 2005.
- [22] J. Da Costa Teixeira, B. Appolaire, E. Aeby-Gautier, and al. Modeling of the effect of the β phase deformation on the α phase precipitation in near- β titanium alloys. *Acta Materialia*, 54 :4261–4271, 2006.
- [23] F. Warchomicka, M. Stockinger, and H.P. Degisher. Quantitative analysis of the microstructure of a near β titanium alloy during compression tests. *Journal of Materials Processing Technology*, 177 :473–477, 2006.
- [24] T.W. Duerig, G.T. Terlinde, and J.C. Williams. The ω -phase reaction in titanium alloys. In H. Kimura and O. Izumi, editors, *Titanium'80 Science and Technology - Proceedings of the 4th International Conference on Titanium.*, volume 2, pages 1299–1308, 1980.
- [25] M-H. Campagnac. *Structures et propriétés mécaniques d'alliages de titane à bas transus : Ti-10V-2Fe-3Al et Ti-10V-3Cu-Al*. PhD thesis, Université Pierre et Marie Curie - ONERA, Paris, janvier 1988.
- [26] T.W. Duerig, J. Albrecht, D. Richter, and al. Formation and reversion of stress induced martensite in Ti-10V-2Fe-3Al. *Acta Metallurgica*, 30 :2161–2172, 1982.
- [27] T.W. Duerig, R.M. Middleton, G.T. Terlinde, and al. Stress assisted transformation in Ti-10V-2Fe-3Al. In H. Kimura and O. Izumi, editors, *Titanium'80 Science and Technology - Proceedings of the 4th International Conference on Titanium.*, volume 2, pages 1503–1508, 1980.
- [28] E. Sakedai, H. Yagi, D. Yoshimitsu, and al. Electron microscopy study on a new phase in β -titanium alloys aged at high temperature. *Ultramicroscopy*, 98 :209–218, 2004.
- [29] V. Trinite. *Etude théorique des phases du titane*. PhD thesis, Ecole Polytechnique, 2006.
- [30] C. Leyens, M. Peters, and J. Kumpfert. *Titanium and Titanium Alloys : Fundamentals and Applications*. Wiley-VCH, 2003.
- [31] G.T. Terlinde, T.W. Duerig, and J.C. Williams. The effect of heat treatment on microstructure and tensile properties of Ti-10V-2Fe-3Al. In H. Kimura and O. Izumi, editors, *Titanium'80 Science and Technology - Proceedings of the 4th International Conference on Titanium.*, volume 2, pages 1561–1581, 1980.
- [32] A. Sreeramamurthy, H. Margolin, C.A. Greene, and al. Mechanical properties of alloys consisting of two ductile phases. *Progress in Materials Sciences*, 51 :632–709, 2006.
- [33] International Titanium Association. Specifications book - 4th edition. Technical report, International Titanium Association, 2005.

- [34] P. Hadmar. *Contribution à l'étude par diffractométrie X du comportement mécanique d'alliages métalliques polyphasés*. Mécanique des solides, Université de la méditerranée - Aix-Marseille II, Octobre 1996.
- [35] J.M. Sprauel. Evaluation des contraintes résiduelles dans les matériaux polyphasés. In A. Lodini and M. Perrin, editors, *Analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X et des neutrons*, pages 185–202. C.E.A., C.E.A., 1994.
- [36] J.M. Sprauel and L. Castex. X-ray stress analysis. In *EPDICI, Munich*, 1991.
- [37] L. Castex. *Etude par diffractométrie X d'aciers au voisinage de la limite d'endurance et à différents stades de la fatigue*. PhD thesis, Université de Bordeaux I., 1987.
- [38] L.Castex, J.L.Lebrun, G.Maeder, and J.M.Sprauel. Détermination des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X. Publications scientifiques et techniques, ENSAM, 1981.
- [39] P. Mabelly. *Contribution à l'étude des pics de diffraction. Approche expérimentale et modélisation micromécanique*. Mécanique et matériaux, ENSAM, Octobre 1996.
- [40] R. Dakhlaoui. *Analyse du comportement mécanique des constituants d'un alliage polycristallin multiphasé par diffraction des rayons X et neutronique*. Sciences et métiers de l'ingénieur, ENSAM, 2006.
- [41] E. Macherauch, H. Wohlfahrt, and U. Wolfstieg. Zur zweckmäßigen definition von eigenspannungen. *Härt. Tech. Mitt.*, 28 :201–211, 1973.
- [42] W. Voigt. *Lehrbuch des Kristallphysik*. Leipzig, U.Berlin, Teubner, 1910.
- [43] A. Reuss. Berechnung der fliessgrenze von mischkristallen auf grund der plastizitätsbedingung fur einkristalle. *Z. Angew. Math. Mech.*, (9) :49–59, 1929.
- [44] D. François, A. Pineau, and A. Zaoui. *Comportement mécanique des matériaux*, volume 1. Hermes, 1991.
- [45] L. Barrallier. *Génèse des contraintes résiduelles de nitruration. Etude expérimentale et modélisation*. Mécanique et matériaux, ENSAM, Lab. MécaSurf, 2 cours des Arts et Métiers, 13617 Aix-en-Provence, mai 1992.
- [46] A. Zaoui, M. Berveiller, and C. Rey. Exposés et t.p. école d'été 1979 yravals, plasticité, 1979.
- [47] R. Kubler. *Comportement thermomécanique des aciers à effet trip : approches micro-mécaniques et phénoménologiques*. PhD thesis, ENSAM, Juin 2004.
- [48] J. Barrallis and G. Maeder. *Métallurgie physique*. Collection scientifique, ENSAM, 1983.
- [49] B.D. Cullity and S.R. Stock. *Elements of X-ray diffraction*. Prentice Hall, third edition, 2001.
- [50] I. Chaieb. *Analyse et simulation des contraintes résiduelles induites par des traitements mécaniques de précontrainte en grenailage et choc laser*. PhD thesis, Université de Reims Champagne-Ardenne, 2004.
- [51] P.S. Prevey. Current applications of X-ray diffraction residual stress measurement. In G. Vander Voort and J. Friel, editors, *Developments in materials characterization technologies.*, pages 103–110. ASM International, 1996.
- [52] J.D. Eshelby. *The determination of the elastic field of an ellipsoïdal inclusion and related problems*. Proc. of the royal society London, 1957.

- [53] J.D. Eshelby. *The elastic field outside an ellipsoidal inclusion*. Proc. of the royal society London, 1959.
- [54] J.D. Eshelby. *Elastic inclusions and inhomogeneities*. Prog. in Sol. Mech., 1961.
- [55] M-H. Mathon. Caractérisation des textures par diffraction neutronique. In *SFN 09*, volume 9, pages 49–64. EDP Sciences, 2008.
- [56] D. Battacharyya. *The development of textures and microstructures in α/β titanium alloys*. Materials science and engineering, The Ohio State University, 2004.
- [57] M. Battaini, E.V. Pereloma, and C.H.J. Davies. Orientation effect on mechanical properties of commercially pure titanium at room temperature. *Metallurgical and Materials Transactions*, A(38) :276–285, 2007.
- [58] U.F. Kocks, C.N. Tomé, and H-R. Wenk. *Texture and anisotropy*. Cambridge University Press, 2000.
- [59] N. Gey, M. Humbert, and H. Moustahfid. Study of the $\alpha \rightarrow \beta$ phase transformation of a Ti-6Al-4V sheet by means of texture change. *Scripta Materialia*, 42 :525–530, 2000.
- [60] N. Bozzolo, N. Dewobroto, T. Grosdidier, and al. Texture evolution during grain growth in recrystallized commercially pure titanium. *Materials Science and Engineering*, A(397) :346–355, 2005.
- [61] J. Delfosse. *Forgeage beta du Ti-17 - Propriétés en fatigue*. Sols, structures et matériaux, Centrale Paris, 2005.
- [62] I. Lonardelli, N. Gey, H-R. Wenk, and al. In situ observation of texture evolution during $\alpha \rightarrow \beta$ and $\beta \rightarrow \alpha$ phase transformations in titanium alloys investigated by neutron diffraction. *Acta Materialia*, 55 :5718–5727, 2007.
- [63] Z.S. Zhu, J.L. Gu, and N.P. Chen. Transition textures induced by cyclic phase transformation in titanium sheet. *Scripta Metal. et Mater.*, 32(4) :499–504, 1995.
- [64] M.G. Glavicic, P.A. Kobryn, and S.L. Semiatin. Validation of an automated ebsd method to deduce the β -phase texture in Ti-6Al-4V with a colony- α microstructure. *Materials Science and Engineering*, A(385) :372–376, 2004.
- [65] M. Humbert and N. Gey. The calculation of a parent grain orientation from inherited variants for approximate (B.C.C-H.C.P) orientation relations. *Journal of Applied Crystallography*, 35 :401–405, 2002.
- [66] L. Germain, N. Gey, A. Hazotte, and al. An automated method to analyse separately the microtextures of primary α_p grains and the secondary α_s inherited colonies in bimodal titanium alloys. *Materials Characterization*, 54 :216–222, 2005.
- [67] S. Suri and al. Room temperature deformation and mechanisms of slip transmission in oriented single colony crystals of an $\alpha - \beta$ titanium alloy. *Acta Materialia*, 3(47) :1019–1034, 1999.
- [68] P. Zilm. Analyse des conditions de diffraction sur la nuance de titane Ti10V-2Fe-3Al. Technical report, E.N.S.A.M. Aix-en-Provence, 1994.
- [69] G. Schröder and T.W. Duerig. Forgeability of β titanium alloys under isothermal forging conditions. In G. Lütjering, editor, *Titanium, Science and Technology*, volume 1, pages 585–592, 1985.
- [70] H. Rydstad, T.W. Duerig, and C.R. Boër. Hot-die forging of Ti-10V-2Fe-3Al. In G. Lütjering and al., editors, *Titanium, Science and Technology*, volume 1, pages 641–646, 1985.

- [71] M. Jackson, R.J. Dashwood, L. Christodoulou, and al. The microstructural evolution of a near beta alloy Ti-10V-2Fe-3Al during subtransus forging. *Metallurgical and Materials Transactions*, A(36) :1317–1327, 2005.
- [72] M. Jackson, N.G. Jones, D. Dye, and al. Effect of initial microstructure on plastic flow behaviour during isothermal forging of Ti-10V-2Fe-3Al. *Materials Science and Engineering*, A(501) :248–254, 2009.
- [73] J. Delfosse, C. Rey, and N. Späth. Polycrystalline modelling of forging in β field of Ti-17. In *Titanium 2003 Sciences and Technology*, 10th world conference on titanium., volume II, page 1219, 2004.
- [74] K. Le Biavant. *Etude de l'amorçage de fissures de fatigue dans le TA6V*. PhD thesis, Ecole Centrale Paris, 2000.
- [75] K. Le Biavant, S. Pommiers, and C. Prioul. Local texture and fatigue crack initiation in a Ti-6Al-4V titanium alloy. *Fatigue and fracture of engineering materials and structures.*, 25(6) :527–545, 2002.
- [76] L. Germain, N. Gey, M. Humbert, and al. Texture heterogeneities induced by subtransus processing of near α titanium alloys. *Acta Materialia*, 56 :4298–4308, 2008.
- [77] E. Uta, N. Gey, P. Bocher, and al. Texture heterogeneities in α_p/α_s titanium forging analysed by EBSD-relation to fatigue crack propagation. *Journal of Microscopy.*, 233(3) :451–459, 2009.
- [78] E. Felder. Procédés d'usinage. Technical report, Techniques de l'Ingénieur.
- [79] A. Modgil. Effects of high speed machining on surface topography of titanium alloy (ti6al4v). Master's thesis, University of Florida, 2003.
- [80] B.R. Sridhar, G. Devananda, K. Ramachandra, and Ramaraja Bhat. Effect of machining parameters and heat treatment on the residual stress distribution in titanium alloy IMI-834. *Journal of Materials Processing Technology*, 139 :628–634, 2003.
- [81] A. Eleöd, Y. Berthier, E. Lach, and al. Friction-induced structural modifications of Mg and Ti surfaces. *Tribology International*, (42) :690–698, 2009.
- [82] C.H. Che-Haron. Tool life and surface integrity in turning titanium alloy. *Journal of Materials Processing Technology*, (118) :231–237, 2001.
- [83] C.H. Che-Haron and A. Jawaïd. The effect of machining on surface integrity of titanium alloy ti-6. *Journal of Materials Processing Technology*, (166) :188–192, 2005.
- [84] J Sun and Y.B. Guo. A comprehensive experimental study on surface integrity by end milling ti-6al-4v. *Journal of Materials Processing Technology*, (209) :4036–4042, 2009.
- [85] J.L. Cantero, M.M. Tardio, J.A. Canteli, M. Marcos, and Miguélez M.H. Dry drilling of alloy ti-6al-4v. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, (45) :1246–1255, 2005.
- [86] R. Li, L. Riestler, T.R. Watkins, P.J. Blau, and A.J. Shih. Metallurgical analysis and nanoindentation characterization of ti-6al-4v workpiece and chips in high-throughput drilling. *Materials Science and Engineering*, A(472) :115–124, 2008.
- [87] A.R. Machado and J. Wallbank. Machining of titanium and its alloys - a review. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers - part B*, 204 :53–60, 1990.
- [88] K. Gillespie LaRoux. Surface strategy. *Cutting Tool Engineering*, 61(Issue 6), 2009.

- [89] L. Wagner and G. Lütjering. Influence of the shot-peening parameters on the surface layer properties and the fatigue life of tial6v4. In H.O. Fuchs, editor, *ICSP2*, pages 194–200, Chicago, IL, USA, 1984. The American Society for Shot-peening.
- [90] I. Lillamand. *Evolution d'une couche grenillée sous sollicitations thermiques et mécaniques. Cas de la fatigue oligocyclique*. PhD thesis, ENSAM, 1999.
- [91] I. Lillamand, L. Barrallier, B. Lalanne, and L. Castex. Cyclil modelling of the mechanical state produced by shot-peening. *Fatigue Fract. Engng Mater. Struct.*, (24) :93–104, 2001.
- [92] L. Wagner and J.K. Gregory. Improve the fatigue life of ti alloys, part 1 and 2. *Advanced Materials and Processes*, 1994.
- [93] I.C. Noyan and J.B. Cohen. *Residual stress - Measurement by diffraction and interpretation*. Springer-Verlag, 1987.
- [94] W.A. Rachinger. A correction for the alpha-1 alpha-2 doublet in the measurement of widths of x-ray diffraction lines. *Jour. Sci. Inst.*, 25 :254, 1948.
- [95] General Electric Technologies. <http://www.geinspectionstechnologies.com/fr/index.html>, dernière consultation le 20/05/2010.
- [96] Wayne Rasband. ImageJ <http://rsbweb.nih.gov/ij/>, dernière consultation le 10/05/2010.
- [97] The National Institute of Standards and Technology. NIST <http://www.nist.gov/physlab/data/asd.cfm>, dernière consultation le 23/06/2010.
- [98] T. Ungar, J. Gubicza, G. Ribarik, and al. Crystallite size distribution and dislocation structure determined by diffraction profile analysis : principles and practical application to cubic and hexagonal crystals. *Journal of Applied Crystallography*, 34 :298–310, 2001.
- [99] T. Ungar. Microstructural parameters from X-ray diffraction peak broadening. *Scripta Materialia*, 51 :777–781, 2004.
- [100] D.J. Hugues, G. Bruno, T. Pirling, and P.J. Withers. First impressions of salsa : the new engineering instrument at ill. *Neutrons News*, 17(3) :28–32, 2006.
- [101] Vishay Micro-Measurements. <http://www.vishaypg.com/micro-measurements/stress-analysis-strain-gages/>, dernière consultation le 02/06/2010.
- [102] P. Robert. Des jauges, des ponts et une solution de câblage pour chaque cas. *Mesures*, (767) :57–60, 2004.
- [103] S.L. Raghunathan, AM.M. Stapleton, R.J. Dashwood, and al. Micromechanics of Ti-10V-2Fe-3Al : in situ synchrotron characterisation and modelling. *Acta Materialia*, 55 :6861–6872, 2007.
- [104] J. Delfosse, C. Rey, and M-H. Mathon. Investigation of the alpha and beta texture evolution of hot forged titanium alloy products. Technical report, CEA, Laboratoire Leon Brillouin, Saclay, 2003.
- [105] CEA. <http://www-llb.cea.fr/index.php>, dernière consultation le 07/06/2010.
- [106] P.J. Withers and K.D.H. Bhadeshia. Residual stress - Part I : measurement techniques. *Materials Science and Engineering*, 17 :355–365, 2001.
- [107] K. Tanaka and Y. Akiniwa. Diffraction measurements of residual macrostress and microstress using X-rays, synchrotron and neutrons. In *JSME International Journal*, volume 47 of A, pages 252–263. JSME, 2004.

Table des figures

1	Exemple : pic $\{213\}$ de la phase α obtenu sur SetX avec un tube de cuivre, un filtre de nickel, 9 angles ψ et un temps total d'acquisition de 1h35min.	7
1.1	Cristallographie du titane pur [1].	11
1.2	Rationalisation du classement des alliages de titane [5]	12
1.3	Diagramme pseudo-binaire applicable aux alliages de titane [1].	14
1.4	Microstructure équiaxe du Ti-10V-2Fe-3Al	15
2.1	Représentations d'un domaine cohérent de diffraction (DCD) et d'un pic de diffraction [38], [34].	18
2.2	Schématisation des 3 ordres de contraintes.	20
2.3	Représentation schématique du modèle d'homogénéisation [47].	23
2.4	Modèle autocohérent : inclusion soumise à un champ de contraintes [44].	23
2.5	Modèle autocohérent : inclusion soumise à des déformations libres de contraintes [44]	25
3.1	Diffraction des rayons X sur un cristal d'après la loi de Bragg	27
3.2	Représentation de l'intensité diffractée en fonction de la position 2θ du détecteur ; grandeurs associées au pic de diffraction.	28
3.3	Définition des angles Ψ et ϕ par rapport au référentiel rattaché à la pièce, pour la mesure de la déformation $\epsilon_{\phi\Psi}$. \vec{n} est le vecteur directeur de cette déformation	29
3.4	Distribution de $\epsilon_{\phi\Psi}$ en fonction de $\sin^2 \Psi$ [38], [34].	30
3.5	Relation linéaire entre $d_{\{311\}}$ et $\sin^2 \psi$ pour un aluminium de type 5056-0 grenailé [51].	31
3.6	Définition des repères cristallographiques liés à l'échantillon et au cristallite [55].	32
3.7	Principe de la projection stéréographique et définition des angles (χ, φ) repérant le plan cristallographique $\{hkl\}$ par rapport au référentiel échantillon	33
3.8	Définition des angles d'Euler $(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$ (selon la convention de Bunge) par rapport au trièdre de référence lié au cristallite Oxyz	34
3.9	Représentation d'une section bidimensionnelle à travers l'espace d'Euler avec un pas constant de 15° selon l'axe φ_1 , d'une FDOC obtenue sur la phase α d'un alliage de titane [59].	34
3.10	Transformation allotropique $\alpha \rightarrow \beta$ du titane pur [1]	35
4.1	Exemple de macrozones (grains millimétriques visibles ici en blanc) dans l'alliage Ti-6Al-4V [75].	38
4.2	Exemple d'écoulement de matière en proche surface sur l'alliage Ti-6Al-4V usiné [83].	39

1.1	Schématisation de la gamme d'élaboration des moyeux de rotor en Ti-10V-2Fe-3Al.	48
1.2	Origine de l'ébauche du moyeu de rotor en Ti-10V-2Fe-3Al	49
1.3	Fibrage de l'ébauche du moyeu de rotor en Ti-10V-2Fe-3Al	50
2.1	Schématisation du goniomètre Seifert PTS 3000	54
3.1	Références des prélèvements le long d'une coupe longitudinale de l'ébauche de moyeu forgée Ti-10V-2Fe-3Al.	55
3.2	Analyses en microscopie optique de l'échantillon E1 prélevé sur l'ébauche de moyeu Ti10V-2Fe-3Al.	57
3.3	Analyses en microscopie optique de l'échantillon E2 prélevé sur l'ébauche de moyeu Ti10V-2Fe-3Al.	57
3.4	Analyses en microscopie optique de l'échantillon E3 prélevé sur l'ébauche de moyeu Ti10V-2Fe-3Al.	57
3.5	Analyses en microscopie optique de l'échantillon E4 prélevé sur l'ébauche de moyeu Ti10V-2Fe-3Al.	58
3.6	Observations FEB le long du moyeu Ti10V-2Fe-3Al forgé : l'organisation des lamelles α_{sec} s'amplifie dans la partie la plus déformée du moyeu.	59
3.7	Analyses en microscopie électronique en transmission des échantillons E2 (a.1&2) et E4 (b.1&2) prélevés sur l'ébauche de moyeu Ti10V-2Fe-3Al.	60
3.8	Représentation du prélèvement effectué sur l'échantillon fraisé.	61
3.9	Observations en microscopie optique du Ti-10V-2Fe-3Al grenailé échantillon type A- Coupe d'une surface grenailée.	62
3.10	Observations en microscopie optique du Ti-10V-2Fe-3Al grenailé échantillon type B- Coupe d'une surface grenailée.	62
3.11	Observations en microscopie optique du Ti-10V-2Fe-3Al fraisé en boût.	63
3.12	Observation FEG de la proche surface de l'échantillon grenailé type A.	64
3.13	Observation FEG de la proche surface de l'échantillon grenailé type B.	64
3.14	Observation FEG de la proche surface de l'échantillon fraisé.	65
3.15	Analyse des surfaces des particules sur les différents échantillons.	66
3.16	Evolution de la circularité des grains α_p , α_{sec} et β dans l'échantillon en Ti-10V-2Fe-3Al fraisé.	67
3.17	Evolution de la circularité des grains α_p , α_{sec} et β dans l'échantillon en Ti-10V-2Fe-3Al grenailé de type A.	68
3.18	Evolution de la circularité des grains α_p , α_{sec} et β dans l'échantillon en Ti-10V-2Fe-3Al grenailé de type B.	69
3.19	Evolution des fractions surfaciques des phase α_p , α_{sec} et β dans les échantillons.	70
4.1	Evolution de pics de diffraction en surface (0 μ m) et à 100 μ m de profondeur, obtenus sur l'échantillon fraisé de Ti-10V-2Fe-3Al ($\{213\}_\alpha$) avec le Set X et les paramètres du tableau 1.2.	72
4.2	Profondeur de pénétration des rayons X dans l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al, en montage ψ	74
4.3	Contraintes résiduelles et largeurs intégrales obtenues le long de l'ébauche forgée dans la phase α	75
4.4	Profil des contraintes résiduelles et largeurs intégrales associées obtenues sur l'échantillon fraisé dans la phase α	76
4.5	Profil des contraintes résiduelles et largeurs intégrales associées obtenues sur l'échantillon grenailé de type B, dans la phase α	77

4.6	Analyse de la taille des DCD de la phase α pour les échantillons forgés E1, E2, E3 et E3.	78
4.7	Analyse du gradient de la taille des DCD de la phase α pour l'échantillon fraisé.	79
4.8	Analyse du gradient de la taille des DCD de la phase α pour l'échantillon grenailé B.	80
1.1	Spectre de diffraction de l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al, réalisé sur Seifert avec un rayonnement de cuivre.	86
1.2	Figures de pôles normalisées de la phase α obtenues le long de l'ébauche de Ti-10V-2Fe-3Al forgée, sur les échantillons E1, E2, E3 et E4.	87
1.3	Indices de textures des échantillons forgés E1, E2, E3 et E4, calculés à partir des familles de plans {100}, {002}, {110}, {101}.	87
1.4	Figures de pôles normalisées de la phase β obtenues le long de l'ébauche de Ti-10V-2Fe-3Al forgée, sur les échantillons E1, E2, E3 et E4.	88
1.5	Profil des figures de pôles normalisées de la phase α obtenues pour l'échantillon de Ti-10V-2Fe-3Al fraisé.	89
1.6	Profil des indices de textures relevées sur l'échantillon fraisé, calculés à partir des familles de plans {100}, {002}, {110}, {101}.	90
1.7	Profil des figures de pôles normalisées de la phase β obtenues pour l'échantillon de Ti-10V-2Fe-3Al fraisé.	91
1.8	Profil des figures de pôles normalisées obtenues sur la phase α de l'échantillon de Ti-10V-2Fe-3Al grenailé B.	92
1.9	Profil des indices de textures relevés sur l'échantillon grenailé type B, calculés à partir des familles de plans {100}, {002}, {110}, {101}.	93
1.10	Contraintes calculées avec le modèle isotrope (en pointillés) et le modèle texturé (en ligne pleine) pour l'échantillon forgé, zone E2 et zone E4.	93
1.11	Contraintes calculées avec le modèle isotrope (en pointillés) et le modèle texturé (en ligne pleine) pour l'échantillon fraisé.	94
1.12	Contraintes calculées avec le modèle isotrope (en pointillés) et le modèle texturé (en ligne pleine) pour l'échantillon grenailé.	94
1.13	Schématisme de l'instrument SALSA, à l'ILL [100].	95
1.14	Eprouvette de traction cylindrique en Ti-10V-2Fe-3Al pour essais en diffraction des neutrons sur SALSA à l'Institut Laue Langevin de Grenoble.	97
1.15	Eprouvette non traitée (ZA-ssTTH) = cycle 1 ; Eprouvette traitée (ZA-avTTH) = cycle 1 + cycle 2.	97
1.16	Pics et courbes lissées par une fonction de Gauss, obtenus pour les raies 100_α , 101_α , 102_α , 100_β et 110_β sur l'éprouvette cylindrique ZA-ssTTH, en $\psi=90^\circ$, pour une force appliquée de 0 kN. Abscisse = $2\theta(^\circ)$, ordonnée = Intensité.	99
1.17	Courbes des déformations $\epsilon_{\phi\psi}$ en fonction de $\sin^2\psi$, sur la famille de plans 101_α ; échantillon ZA-ssTTH.	99
1.18	Diffractomètre 4 cercles 6T1 du Laboratoire Léon Brillouin, CEA Saclay [105].	101
1.19	Spectres de diffraction de l'échantillon E2 ; courbe bleue $\chi=90^\circ$ et $\varphi=100^\circ$, courbe rouge $\chi=90^\circ$ et $\varphi=360^\circ$	102
1.20	Figures de pôles normalisées obtenues sur la phase α des échantillons E2.	104
1.21	Figures de pôles normalisées obtenues sur la phase α des échantillons E4.	104
1.22	Figures de pôles normalisées (NPF) et recalculées (APF) obtenues sur la phase β des échantillons E2 et E4.	106
E.1	FDOC de la phase α , échantillon forgé E1. Coupe à φ_2 constant.	129

E.2	FDOC de la phase α , échantillon forgé E2. Coupe à φ_2 constant.	130
E.3	FDOC de la phase α , échantillon forgé E3. Coupe à φ_2 constant.	131
E.4	FDOC de la phase α , échantillon forgé E4. Coupe à φ_2 constant.	132
E.5	FDOC de la phase β , échantillon forgé E1. Coupe à φ_2 constant.	133
E.6	FDOC de la phase β , échantillon forgé E2. Coupe à φ_2 constant.	134
E.7	FDOC de la phase β , échantillon forgé E3. Coupe à φ_2 constant.	135
E.8	FDOC de la phase β , échantillon forgé E4. Coupe à φ_2 constant.	136
E.9	FDOC de la phase α , échantillon fraisé 0 μm . Coupe à φ_2 constant.	137
E.10	FDOC de la phase α , échantillon fraisé 5 μm . Coupe à φ_2 constant.	138
E.11	FDOC de la phase α , échantillon fraisé 18 μm . Coupe à φ_2 constant.	139
E.12	FDOC de la phase α , échantillon fraisé 50 μm . Coupe à φ_2 constant.	140
E.13	FDOC de la phase β , échantillon fraisé 0 μm . Coupe à φ_2 constant.	141
E.14	FDOC de la phase β , échantillon fraisé 5 μm . Coupe à φ_2 constant.	142
E.15	FDOC de la phase β , échantillon fraisé 18 μm . Coupe à φ_2 constant.	143
E.16	FDOC de la phase β , échantillon fraisé 50 μm . Coupe à φ_2 constant.	144
F.1	FDOC de la phase α , échantillon forgé E2. Coupe à φ_2 constant.	145
F.2	FDOC de la phase α , échantillon forgé E4. Coupe à φ_2 constant.	146
F.3	FDOC de la phase β , échantillon forgé E2. Coupe à φ_2 constant.	146
F.4	FDOC de la phase β , échantillon forgé E4. Coupe à φ_2 constant.	147
G.1	Avantages et inconvénients des moyens d'analyses des contraintes résiduelles complémentaires de la DRX [106, 107].	149

Liste des tableaux

1.1	Phases pouvant apparaître dans les alliages de titane biphasés [25, 30]	16
4.1	Informations renvoyées par la position, l'intensité et la forme des pics de diffraction [50], [93]	41
1.1	Propriétés mécaniques en traction de l'alliage de titane Ti-10V-2Fe-3Al forgé et traité thermiquement [20].	49
1.2	Composition chimique (%m) de l'alliage de titane de nuance Ti-10V-2Fe-3Al [20].	49
2.1	Gamme de polissage des échantillons en Ti-10V-2Fe-3Al	51
3.1	Surface des grains α_p , α_{sec} et β le long de l'ébauche forgée en Ti-10V-2Fe-3Al, ainsi que sur les échantillons fraisé, grenailé A et grenailé B.	66
3.2	Analyse de la fraction surfacique et de la circularité \mathcal{C} des grains α_p , α_{sec} et β le long de l'ébauche forgée en Ti-10V-2Fe-3Al, sur les échantillons E1, E2, E3 et E4.	67
3.3	Analyse de la fraction surfacique et de la circularité \mathcal{C} des grains α_p , α_{sec} et β dans l'échantillon fraisé, en proche surface et en coeur d'échantillon.	67
3.4	Analyse de la fraction surfacique et de la circularité \mathcal{C} des grains α_p , α_{sec} et β dans les échantillons en Ti-10V-2Fe-3Al grenailés de type A et B.	68
4.1	Paramètres d'analyse du Ti-10V-2Fe-3Al sur Set X.	71
4.2	Résultats des traitements de pics obtenus sur 3 types d'échantillons de Ti-10V-2Fe-3Al, avec le Set X et les paramètres d'acquisition du tableau 1.2.	72
4.3	Paramètres d'analyse du Ti-10V-2Fe-3Al sur Seifert.	74
1.1	Paramètres d'acquisition des figures de pôles sur les phases α et β des échantillons de Ti-10V-2Fe-3Al en diffraction des rayons X.	85
1.2	Caractéristiques des jauges de contraintes utilisées pour les essais de traction sur SALSÀ à l'ILL.	98
1.3	Paramètres utilisés pour les essais de traction sur SALSÀ à l'ILL, sur les éprouvettes ZA-ssTTH et ZA-avTTH.	98
1.4	Caractéristiques des jauges de contraintes utilisées pour les essais de traction sur SALSÀ à l'ILL.	100
1.5	Paramètres d'acquisition des figures de pôles pour les échantillons de Ti-10V-2Fe-3Al forgés E2 et E4, sur l'instrument 6T1.	102
2.1	Constantes d'élasticité de l'alliage Ti-10V-2Fe-3Al pour les analyses de contraintes résiduelles.	110
2.2	Paramètres d'analyse du Ti-10V-2Fe-3Al sur Set X.	110

A.1	Phases pouvant apparaître dans les alliages de titane biphasés	121
B.1	Conditions de réflexion pour les (h,k,l) des structures cristallines classiques .	124
D.1	Positions théoriques des pics α et β pour un rayonnement de cuivre.	127

Séminaires:

- **Matériaux et Surfaces**, 9 et 10 juillet 2007, ENSAM Aix-en-Provence (presentation orale):
Méthodologie d'analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X sur un alliage de titane biphasé de nuance Ti-10V-2Fe-3Al; C.Deleuze.
- **Matériaux et Surfaces**, 3 et 4 juillet 2007, ENSAM Cluny (presentation orale):
Méthodologie d'analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X sur un alliage de titane biphasé de nuance Ti-10V-2Fe-3Al; C.Deleuze.

Congrès:

Conférences avec actes

Internationales

- **Euromat 2009**, septembre 2009, Glasgow, UK (communication affichée).
Crystallographic textures characterization of a near beta titanium alloy (Ti-10V-2Fe-3Al) by X-rays diffraction, C. Deleuze, L. Barrallier, A. Fabre.
- **ECRS8**, 26-28 june 2010, Riva del Garda, Italy (communication orale).
Forging and shot-peening contribution on residual stresses for a textured biphasic titanium alloy, C.Deleuze, A.Fabre, L.Barrallier, O.Molinas.
- **AMPT2010**, 24-27 october 2010, Paris, France (communication orale).
Forging and Milling Contribution On Residual Stresses For A Textured Biphasic Titanium Alloy, C.Deleuze, A.Fabre, L.Barrallier, O.Molinas.

Nationales

- **Congrès Français de Mécanique 2009**, 27 août 2009, Marseille (communication orale n°276).
Etude de la microstructure d'un alliage de titane biphasé de nuance Ti-10V-2Fe-3Al et de son influence sur l'élargissement des pics de diffraction, C.Deleuze, L.Barrallier, A.Fabre, C.Esberard.
- **GFAC2010**, 15-16 novembre 2010, Aix-en-Provence, France (communication orale).
Alliage Ti-10V-2Fe-3Al fraisé ou grenailé: microstructures et analyses des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X, C.Deleuze, A.Fabre, L.Barrallier, O.Molinas.

Publications :

Proceedings avec reviewers:

- *Forging and Milling Contribution On Residual Stresses For A Textured Biphasic Titanium Alloy, C.Deleuze, A.Fabre, L.Barrallier, O.Molinas, American Institute of Physics, AMPT2010 (accepted on the 27/09/2010).*
- *Forging and shot-peening contribution on residual stresses for a textured biphasic titanium alloy, C.Deleuze, A.Fabre, L.Barrallier, O.Molinas. ECRS8 (proposé pour publication dans Materials Science Forum).*

Reuves de rang A :

- *Microstructures characterisation of a biphasic titanium alloy Ti-10V-2Fe-3Al and effects induced by the heterogeneities on X-ray diffraction peak's broadening, C.Deleuze, L.Barrallier, A.Fabre, O.Molinas, C.Esberard, Materials Science and Technology, accepted on 17/09/2010.*

METHODOLOGIE D'ANALYSE DES CONTRAINTES RESIDUELLES PAR DIFFRACTION DES RAYONS X SUR DES PIECES D'ALLIAGE DE TITANE DE NUANCE TI-10V-2FE-3AL.

RESUME : La tenue en fatigue des pièces en alliage de titane Ti-10V-2Fe-3Al, utilisé sur les hélicoptères, doit être évaluée. Pour cela, on prend en compte les contraintes appliquées et résiduelles. Ces dernières peuvent être déterminées par diffraction des rayons X (DRX). Mais la DRX permet seulement d'évaluer les pseudo-macrocontrainte dans une phase cristalline. Pour des matériaux polyphasés, l'état de contrainte macroscopique pris en compte dans les calculs des mécaniciens correspond aux états de contrainte dans les phases, pondérés par leur fraction volumique. Mais dans le cas de l'alliage biphasé Ti-10V-2Fe-3Al, la DRX ne donne a priori pas de résultat satisfaisant en proche surface à cause de phénomènes inhérents à la diffraction, comme la fluorescence du matériau étudié ou la superposition des pics de diffraction. La position et la forme du pic sont donc mal définies engendrant ainsi des incertitudes importantes dans la détermination des contraintes. Au cours de l'étude, différentes configurations instrumentales ont été traitées pour d'optimiser l'acquisition. D'autre part, la microstructure du matériau a été analysée car l'interaction rayonnement-matière en dépend. L'impact du forgeage, du fraisage et du grenailage sur la microstructure et sur les largeurs intégrales des pics a été étudié. Les textures cristallines engendrées ont été observées. Des analyses en diffraction des neutrons ont complété celles en DRX pour observer un plus grand volume de matière. Enfin, les constantes d'élasticité des phases α et β de l'alliage ont été réévaluées à partir des fonctions d'orientation des distributions et à l'aide d'un modèle auto-cohérent. Ceci a permis de mettre en place une méthodologie d'analyse des contraintes résiduelles par DRX adaptée à l'alliage de titane Ti-10V-2Fe-3Al forgé, grenailé et usiné dans un contexte industriel tout en proposant des résultats compatibles avec les modélisations mécaniques de fatigue par exemple.

Mots clés : diffraction des rayons X ; contraintes résiduelles ; microstructure ; Ti-10V-2Fe-3Al.

METHODOLOGY FOR ANALYZING RESIDUAL STRESSES BY X-RAY DIFFRACTION ON A TITANIUM ALLOY TI-10V-2FE-3AL.

ABSTRACT : The durability of components in titanium alloy Ti-10V-2Fe-3Al, used in components of helicopters such as rotor hubs, relies on the external loading as well as on the residual stress field. These residual stresses can be determined by X-ray diffraction (XRD). However, XRD is only able to evaluate the stresses in one crystallographic phase. Thus, for complex multiphased materials, the macroscopic stress state taken into account in the durability calculations corresponds to a mixture law between the stresses in phases, weighted by their volume fraction. Moreover, in the case of two-phase alloy Ti-10V-2Fe-3Al, results obtained by XRD in the near surface are a priori not satisfactory, because of the diffraction peaks overlapping and fluorescence phenomena. The position of the peaks and their shapes are poorly defined, which creates significant errors in the determination of the stresses. Several instrumental configurations were considered in this study for optimizing the acquisition. Then, interactions between radiations and matter depend on the microstructure. This is why the impact of forging, milling and shot-peening on the microstructure and the full width of the peaks has been studied. The preferred orientations (textures) generated by these processes were observed. The neutron diffraction analysis complemented the XRD analysis in order to observe a larger volume of material. Finally, the elasticity constants of α and β phases of the alloy were reevaluated, based on these measurements and using self-consistent modelling. In the end, we defined a methodology for analysing the residual stresses by XRD on forged, milled or shot-peened titanium alloy Ti-10V-2Fe-3Al, within an industrial environment, while providing results consistent with models mechanical (fatigue as an example).

Keywords : X-ray diffraction; residual stresses; microstructures; Ti-10V-2Fe-3Al.