



Etude d'un alliage de titane β "transformable par déformation": lien entre propriétés mécaniques, microstructures de déformation et mécanismes de rupture

Chloé Varenne

► To cite this version:

Chloé Varenne. Etude d'un alliage de titane β "transformable par déformation": lien entre propriétés mécaniques, microstructures de déformation et mécanismes de rupture. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Paris sciences et lettres, 2020. Français. NNT : 2020UPSLM030 . tel-03427468

HAL Id: tel-03427468

<https://pastel.hal.science/tel-03427468>

Submitted on 14 Nov 2021

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.



THÈSE DE DOCTORAT
DE L'UNIVERSITÉ PSL

Préparée à MINES ParisTech

Etude d'un alliage de titane β "transformable par déformation" : lien entre propriétés mécaniques, microstructures de déformation et mécanismes de rupture

Soutenue par

Chloé VARENNE

Le 13 novembre 2020

Ecole doctorale n° 621

**Ingénierie des Systèmes,
Matériaux, Mécanique,
Energétique**

Spécialité

**Sciences et génie des
matériaux**

Composition du jury :

Eric HUG *Président du jury*
Professeur, Université Caen Normandie

Stéphane GODET *Rapporteur*
Professeur, Université Libre de Bruxelles

Patrick VILLECHAISE *Rapporteur*
Directeur de recherches, Institut P',
ISAE - ENSMA

Anna FRACZKIEWICZ *Examinatrice*
Directrice de recherches, MINES Saint-Etienne

Anne-Françoise GOURGUES-LORENZON *Directrice de thèse*
Professeur, MINES ParisTech

Frédéric PRIMA *Co-directeur de thèse*
Professeur, IRCP - Chimie ParisTech

Jacques BESSON *Co-encadrant*
Directeur de recherches, MINES ParisTech



THÈSE DE DOCTORAT
DE L'UNIVERSITÉ PSL

Préparée à MINES ParisTech et Chimie ParisTech

Etude d'un alliage de titane β "transformable par déformation" : lien entre propriétés mécaniques, microstructures de déformation et mécanismes de rupture

Soutenue par

Chloé VARENNE

Le 13 novembre 2020

Ecole doctorale n° 621

**Ingénierie des Systèmes,
Matériaux, Mécanique,
Energétique**

Spécialité

**Sciences et génie des
matériaux**



Composition du jury :

Eric HUG Professeur, Université Caen Normandie	<i>Président du jury</i>
Stéphane GODET Professeur, Université Libre de Bruxelles	<i>Rapporteur</i>
Patrick VILLECHAISE Directeur de recherches, Institut P', ISAE - ENSMA	<i>Rapporteur</i>
Anna FRACZKIEWICZ Directrice de recherches, MINES Saint-Etienne	<i>Examinatrice</i>
Anne-Françoise GOURGUES-LORENZON Professeur, MINES ParisTech	<i>Directrice de thèse</i>
Frédéric PRIMA Professeur, IRCP - Chimie ParisTech	<i>Co-directeur de thèse</i>
Jacques BESSON Directeur de recherches, CNRS	<i>Co-encadrant</i>
Immanuel FREIHERR VON THÜNGEN Docteur-Ingénieur, Constellium Valais S.A.	<i>Membre invité</i>
Yvon MILLET Directeur R&D, TIMET Europe	<i>Membre invité</i>

PhD is a life packed in a degree. It is a practical guide of learning how to not give a fuck.
Dr Nivedita Basu

Grandir, c'est dépasser ce que vous êtes aujourd'hui.
Swami Prajnanpad

Un jour j'irai vivre en théorie car en théorie tout se passe bien.
Pierre Desproges

*A Marie-Joseph et Paul Desgranges : Grand-mère et Grand-père,
A Maria et Jean Varenne : Mamie et Papy,*

Parce qu'il ne faut jamais oublier d'où l'on vient.

Remerciements

Une randonnée, un marathon, une enquête... les mots ne manquent pas pour décrire cette aventure qu'est une thèse, et quelle aventure ! Ces remerciements sont, à l'instar du manuscrit, d'une longueur conséquente mais nécessaire à mes yeux, car cette thèse n'aurait pas été ce qu'elle est sans les personnes remerciées ici.

Pour commencer ces remerciements, je souhaiterais remercier ceux qui ont participé à cette aventure en dernier, les membres du jury, **Stéphane Godet, Patrick Villechaise, Anna Fraczekiewicz et Éric Hug**. Ces remerciements ne sont pas que formels mais réellement sincères tant vos compliments et la discussion de la soutenance ont donné tout son sens à mon travail. La Covid-19 n'aura pas réussi malgré la visioconférence à rendre cette soutenance moins belle mais je garde espoir que nous nous reverrons de visu à l'avenir.

Plus particulièrement, **Stéphane et Patrick**, merci d'avoir rapporté ce long manuscrit !

Merci **Éric** d'avoir présidé le jury et ainsi « bouclé la boucle » qui a commencé en 2013 à l'ENSICAEN, a continué lors de ton encadrement d'un de mes stages et qui, au fil de tes cours, m'a mené à l'envie de poursuivre en thèse.

Également membres du jury mais surtout collaborateurs industriels, je remercie chaleureusement **Immanuel Freiherr von Thüngen et Yvon Millet**. Cette double collaboration a été très enrichissante pour moi, et je serai ravie de la réitérer à l'avenir.

Immanuel, tout d'abord, pour l'ensemble de ton accompagnement tout au long de cette thèse, composé de discussions toujours pertinentes lors des réunions. Je souhaiterais également étendre ces remerciements à **Michael Piellard, Jérôme Delfosse** et aux autres collaborateurs de Safran Tech ayant suivi ce projet.

Yvon, ensuite, et plus largement TIMET, pour avoir fourni le matériau de cette thèse mais aussi pour tes compétences industrielles, ton accessibilité, ton suivi, ta convivialité et ta bonne humeur tout au long de cette thèse lors des réunions de travail comme en dehors. Tu es pour moi un véritable modèle de personnalité au travail, à qui j'espère ressembler au fil de ma carrière.

Enfin un merci tout particulier à mon encadrement de thèse, **Anne-Françoise Gourgues, Frédéric Prima et Jacques Besson**. On m'a souvent dit que c'était l'encadrement parfait et bien ce n'était pas une blague !

Jacques, malgré votre frustration à ne pas avoir fait autant de simulation que vous l'auriez souhaité, sachez que vous avez été d'une aide (et d'une efficacité) incroyable dans la réalisation des nombreux essais mécaniques de cette thèse. Je n'oublierai également jamais les discussions « hors-thèse » de littérature, d'opéra ou de plongée et aussi d'avoir dévalé les pistes d'Aussois avec vous, ce qui constituent de beaux souvenirs de thèses.

Anne-Françoise, je dois t'avouer que tu n'as pas manqué à la réputation qu'on t'a faite/te fait, d'une directrice de thèse remarquable, la plus réactive jamais connue dans le monde de la recherche, ce qui était très appréciable, surtout au moment de la rédaction. Merci aussi de t'être aventurée, à deux yeux et deux oreilles à nous deux, dans la jungle fractographique de cet alliage, pas si proche que ça du zirconium finalement !

Fred, un énorme merci de m'avoir confié pendant 3 ans un de tes bébés TRIP/TWIP, je te serai toujours reconnaissante de la confiance et de l'autonomie que tu m'as accordé sur ce projet. Je n'oublierai également jamais ton écoute et cette convivialité constante durant toute la thèse, au travail comme en dehors, rendant notre collaboration d'égal à égal plutôt que d'étudiant à directeur de thèse. Enfin, je crois que cette thèse a également montré une vision partagée de la science et je serai ravie de poursuivre cette aventure des TRIP/TWIP avec toi !

En parlant de TRIP/TWIP, je remercie le TCS (ou Ti-8,5Cr-1,5Sn comme il se fait aussi appeler) pour ses macles, ses cupules vides et sa résistance à l'endommagement qui ont rendu

« le travail d'investigation du comportement mécanique digne d'Hercule Poirot ou autre Sherlock Holmes ».

Je remercie particulièrement et de tout mon cœur

- **Tom**, qui a su me transmettre le goût de la recherche, de la pédagogie et du travail convivial par son encadrement, et qui est maintenant un ami, toujours prêt pour une petite mousse ;

- **Kamila**, d'abord stagiaires ensemble puis coéquipières de foot ensuite, nos discussions sans fin auront été d'un soutien hors pair et j'espère rester en contact encore longtemps, j'ai la Pologne à visiter ! ;

- **Yolaine**, compagnon(ne) de galère TRIP/TWIP. Je ne te remercierai jamais assez pour ton aide, présente du début à la fin de cette thèse et pour les intermèdes en chansons qui nous auront rendues aussi tenaces et résilientes que nos alliages. Cœur cœur love et pour encore longtemps j'espère ! ;

- **Rossen et Lenny**, BFF du CdM, pour les cafés sans fin, les discussions métallurgico-céramico-simulo-financières, les chinois, et tous ces petits riens qui ont rendu les galères de la recherche nettement plus supportables. Même si je n'ai pas pu m'empêcher de faire ma femme forte en devenant docteur la première, je suis fière de notre trio et j'espère que même dispersés aux quatre coins de la France ou du monde, notre amitié perdurera ;

- le Thésarium, composé de **Constance, Laury-Hann, Adrien, Romain, Nicolas J et Jean-Baptiste** et précédemment d'**Hélène, Nicolas C et Frank**, ainsi que les doctorants de l'IRCP, **Régis, Odeline, Romain, Benoit Bingnan** et précédemment **Yolaine, Alexander et Maxime**. Vous avez été ma deuxième famille pendant ces trois années et cette thèse a aussi pu se finir grâce à vous, grâce à votre soutien (*et à mes bavardages que vous avez supportés*) et aux moments de détente partagés ensemble. Un bravo tout particulier à Régis, copain docteur à 4 jours près, je reste admirative de ta performance d'avoir soutenu deux mois en avance (*même si c'était sur du titane α , je te pardonne ...*). Bon courage aussi à **Arthur et Edouard**, et **Fabienne et Julie** qui débutent leur aventure thésardesque, et à ceux qui la continuent, la route est parfois longue mais à la fin vous n'en retiendrez que le positif !

Je remercie également l'ensemble des personnes avec qui j'ai collaboré dans mes deux laboratoires, au Centre des Matériaux et au Laboratoire de Métallurgie de l'Institut de Recherche de Chimie Paris :

- Mes stagiaires : **Márcia, Sarah, Paul, Léo et Malo** pour leur super travail au cours de cette thèse ;

- L'équipe permanente de Métallurgie Structurale : **Lola, Philippe, Fan, Stéphanie, Laurence, Richard, Denis et Marianne** pour votre aide « titanique » et les discussions toujours très conviviales partagées au labo ;

- Les copains du CdM : **Mélanie, Théo** (et Ulysse), **Jonathan, Jean-Michel, Clément B, David, Amar, Hugo D, Nathan, Laurent A, Chiraz**, et aux anciens, **Laurannne, Alexiane, Mariem, Laurent L, Raphaël, William, Juan**, pour tous les bons moments partagés au centre ou en dehors. Un merci tout particulier à **Hugo L** toujours plein de surprise à Aussois et à **Robin** le BesTi doctorant du CdM ;

- L'atelier du CdM, **René, Vasco, Fred, Christophe et Matteo**, qui ont utilisé leurs outils pour transformer un gros bloc de titane en éprouvettes utilisables et qui ont aussi égayé mes pauses café d'une bonne viennoiserie ou d'un bon gâteau ;

- Le personnel des plateformes techniques : **Abdenmour, Régis, Jean-Christophe, Franck B, Stéphanie, Fédérica, Fabrice, Maria, Gérard, Antoine, Kévin, Lynh-Thy et Mohamed** pour votre aide et votre assistance lors de l'utilisation des divers équipements (machines d'essais, MEB, MET ...), ainsi que le personnel administratif : **Véronique, Claudine, Sandrine, Odile, Catherine et Zak** pour leur aide logistique nécessaire au bon déroulement de la thèse.

Enorme merci à **Sylvain**, qui a toujours été présent et disponible pendant ces trois ans que ce soit pour une impression 3D, pour réparer une bêtise à toute heure, ou pour trinquer autour d'une bonne bière ;

- Aux « collaborateurs expérimentaux » : **Julie Bourgon et Loïc**, pour les observations MET de l'impossible, **Vladimir** pour ton aide pour Thermocalc et en DSC, **André Galtier et Michel Luzzza**, et **Ludek Stratil** pour les essais de résilience instrumentés.

Pour finir ces remerciements, sortons du monde scientifique, car il faut des personnes de tous horizons pour faire un monde. Aussi je souhaiterais remercier mes amis qui ont toujours répondu présents pour me changer les idées :

- **Estelle**, 12 ans que l'on se connaît, 12 ans que tu conserves haut la main ta place de meilleure amie. « *Les amis sont comme les étoiles, ce n'est pas parce qu'on ne les voit pas qu'ils ne sont pas là* » et bien, il faut dire que tu es ma plus belle étoile. Depuis Saint-Etienne nous n'avons jamais été aussi éloignées entre Grenoble et Caen, puis Dublin et Paris et maintenant Clermont, mais toujours aussi voire plus proches d'années en années, partageant nos tristesses mais surtout célébrant nos joies. Je te sais fière de moi et je veux graver ici que je suis tellement fière de toi aussi et chanceuse de t'avoir dans ma vie. Alors, à nous et à ce que nous réservent nos prochaines années, jusqu'à vieillir ensemble, toujours meilleures amies ;

- **Kamel, Nathan, Kévin et Lisa**, rencontrés à cet anniversaire où je ne connaissais personne il y a 10 ans, nous voilà maintenant liés comme les 5 doigts d'une main ! Malgré la distance, ces dix ans ont été remplis de moments plus fous les uns que les autres et surtout rien n'a jamais changé ! Tous différents mais toujours unis et c'est ça qui nous rassemble, et pour longtemps encore je l'espère !

- Mes amis de différents horizons - musique, prépa, ingénieur, Auvergne : **Cédric, Adam, Rudy, Maxime D, Josepha, Maxime R, Flavien, Arthur, Loïc, Thomas, Elodie et Florent**, pour les bons moments partagés même s'ils sont parfois rares, ils n'en restent pas moins précieux et nombreux à venir !

Enfin, je ne serai pas qui je suis et là où j'en suis aujourd'hui sans ma famille. Tout d'abord ma belle-famille, **Karine, Stéphane et Lya, Jeanine et Valérie et Béatrice**, qui m'ont toujours extrêmement bien accueillie et m'ont fait découvrir la chaleur...humaine du Nord/de Picardie. Une pensée émue et affectueuse pour **Jean-Claude**, parti trop tôt et dont les moments passés ensemble me (nous) manquent. Ensuite ma **famille Varenne/Desgranges**, toujours en quête de nouvelles de l'ingénieure partie s'exiler à Caen puis à Paris et maintenant revenue dans la région !

A very particular thanks to my sister, **Sandrine**, who widely contributed to my love of English, and my actual level in this language today, by beginning English talks when I was 5. Ta force, ta combativité et ta positivité m'inspireront également toujours.

Restent mes trois piliers, **Papa, Maman et Vincent**, pour qui tous les discours de la Terre ne suffiraient pas.

Papa et Maman, merci pour votre éducation, pleine de principes et de découvertes, qui ont fait celle que je suis aujourd'hui.

Papa, merci notamment pour les nombreux ateliers bricolage de mon enfance qui, au fond, ont contribué à cette envie de devenir ingénieure (même si colleuse d'affiche restera mon métier de rêve !).

Maman, merci pour ton soutien infaillible, j'ai appris de toi la bonté, l'amour des gens mais aussi l'affirmation de soi, qui m'ont permis d'être une femme dans un monde professionnel plutôt masculin.

Vincent, merci pour tout. Vraiment. Tout. Depuis 6 ans maintenant, tu remplis tous les rôles : meilleur ami, collègue de travail, soutien hors-pair et surtout conjoint. Tu n'as jamais failli à ta promesse : « *Je ne te laisserai jamais tomber* », qui est devenue notre promesse. Et même si la vie a été et sera toujours composée de hauts et de bas, j'ai la certitude que je pourrais toujours compter sur toi. A toi, à nous et aux années merveilleuses passées et à venir...

Table des matières

Chapitre 1 : Etat de l'art sur le titane et ses alliages	4
I. Le titane et ses alliages.....	5
I.1. Physico-chimie du titane et de ses alliages	5
II. Phases hors équilibre des alliages de titane.....	10
II.1. Les phases martensitiques.....	11
II.2. Les phases oméga ω	12
III. Mécanismes de déformation dans les alliages β -métastables	16
III.1. Le glissement des dislocations.....	16
III.2. Le maclage mécanique.....	17
III.3. La transformation de phase sous contrainte dans les alliages β -métastables	19
IV. Endommagement et rupture des alliages de titane β	21
IV.1. Rupture ductile	22
IV.2. Rupture macroscopiquement fragile	24
Chapitre 2 : Les alliages de titane TRIP/TWIP : de la genèse aux mécanismes de déformation et de rupture	31
I. Présentation générale des alliages de titane transformables par déformation	32
I.1. Effets TRIP/TWIP : plasticité induite par transformation de phase et par maclage	32
I.2. Conception des alliages de titane TRIP/TWIP.....	36
II. Les alliages de titane TRIP/TWIP déjà développés : propriétés chimiques et mécaniques.....	40
II.1. Les alliages base Ti-Mo	40
II.2. Les alliages base Ti-Cr.....	50
Chapitre 3 : Etude du comportement mécanique d'un alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn TRIP/TWIP : mise au point d'une méthodologie	75
I. Présentation du matériau de l'étude.....	76
I.1. Etat de la matière à réception.....	76
I.2. Critères de mise en forme d'un alliage de titane TRIP/TWIP	79
II. Etude du comportement mécanique à l'échelle macroscopique	92
II.1. Choix du type d'essais mécaniques	92
II.2. Etude du comportement mécanique.....	98
II.3. Etude de la résistance à la localisation de la déformation	109
III. Etude de la ruine.....	110
III.1. Etude du chemin de fissuration.....	110
III.2. Etude de la rupture	110
IV. Etude du comportement en fissuration.....	113
IV.1. Méthode de dépouillement des essais de propagation de fissure.....	114

Chapitre 4 : Etude approfondie du comportement à température ambiante.....	119
I. Comportement quasi-statique	120
I.1. Comportement mécanique macroscopique	120
I.2. Physique de la rupture.....	124
I.3. Évolution de la déformation : localisation et lien avec la rupture.....	138
II. Résistance à la fissuration quasi-statique.....	148
II.1. Résultats des essais J- Δa	148
II.2. Mécanismes de propagation de fissure	153
III. Comportement sous chargement à grande vitesse.....	160
III.1. Procédure expérimentale des essais de TGV	160
III.2. Propriétés mécaniques à vitesse de déformation élevée.....	162
III.3. Physique de la rupture.....	168
III.4. Physique de la déformation	177
Chapitre 5 : Etude de l'effet des températures négatives sur le comportement mécanique .	
.....	193
I. Comportement quasi-statique	195
I.1. Comportement mécanique macroscopique	195
I.2. Physique de la rupture.....	198
I.3. Physique de la déformation	200
II. Résistance à la fissuration stable	203
II.1. Effet de la diminution de température sur l'amorçage et la propagation de fissure	
.....	203
II.2. Détermination des paramètres de la loi de comportement en fonction de la	
température	205
III. Comportement mécanique sous chargement à grande vitesse.....	211
III.1. Propriétés mécaniques macroscopiques.....	211
III.2. Physique de la rupture.....	222
III.3. Évolution des mécanismes de déformation avec la température	238
Annexes.....	250

Introduction générale

Le titane a longtemps été peu utilisé comme matériau de structure car réservé à des secteurs d'activités pointus tels que la bijouterie de luxe ou l'armement. Aujourd'hui le titane et ses alliages sont plus largement utilisés pour leurs multiples propriétés physiques et mécaniques telles que la résistance à la corrosion, la biocompatibilité et une faible masse volumique.

Parmi les différentes familles d'alliages de titane, les alliages de titane β sont utilisés pour des applications de structure diverses [Timet] :

- dans l'aéronautique pour des disques de turbines moyenne température en Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr (Ti17) ou pour des rotors d'hélicoptères en Ti-10V-2Fe-3Al (Ti 10-2-3) ;
- pour des éléments de structure en service sous environnement corrosif, comme des gaines en Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al ;

Néanmoins l'écrouissage moyen des alliages β est de 75 MPa et leur allongement à rupture moyen est de 8 % [Timet], ce qui limite leur utilisation pour d'autres applications notamment aéronautiques, de type carter de rétention. Ainsi, il y a une dizaine d'années, le développement d'alliages de titane β transformables par déformation a vu le jour au laboratoire de Métallurgie Structurale (MS) de l'Institut de Recherche de Chimie Paris (IRCP).

Les alliages de titane β dits transformables par déformation sont des alliages, développés en collaboration avec TIMET dans notre cas, qui présentent du maclage et de la transformation de phase parmi leurs mécanismes de déformation. La présence de la plasticité induite par maclage (effet TWIP) et par transformation de phase (effet TRIP) dans cette famille d'alliages s'inspire des aciers TRIP/TWIP, qui présentent un écrouissage et un allongement à rupture supérieurs aux aciers conventionnels.

Au sein du laboratoire MS, l'historique de la recherche sur ces alliages comprend plusieurs étapes, qui seront détaillées dans le chapitre 2 :

- établissement d'une méthode de conception robuste [Abd06] [Mor88] [Mar12] afin de prédire les mécanismes de déformation déclenchés pour une composition. En effet, nous verrons que des alliages de titane β présentant du maclage était déjà étudiés dans les années 1980 mais le déclenchement de ce mécanisme n'était pas prévu mais simplement observé ;
- preuves de concept sur des compositions binaires, ternaires et quaternaires sélectionnées grâce à la méthode de conception (mentionnée ci-dessus) et élaborées en laboratoire. Au cours de cette étape, les propriétés mécaniques des alliages en traction ont été étudiées ainsi que les mécanismes de déformation mis en jeu afin de déterminer l'adéquation avec la méthode de conception [Sun13] [Sun15] [Bro16] ;
- caractérisation mécanique préliminaire du Ti-8,5Cr-1,5 Sn afin de définir les voies d'étude prometteuses pour cette composition chimique [Bro17]. Parallèlement à cela une étude multi échelles (mésoscopique, microscopique et sub-micrométrique) des mécanismes de déformation a été réalisée tout en corrélant les observations effectuées aux propriétés mécaniques observées [Dan19].

En plus des études menées au laboratoire, nous avons fait le constat que la plupart des études récentes sur les alliages de titane TRIP /TWIP portaient majoritairement sur le lien entre propriétés mécaniques et mécanismes de déformation mis en jeu.

Toutefois, l'étude des mécanismes de rupture est trop rarement répertoriée dans la littérature, notamment en lien avec les mécanismes de déformation et les propriétés mécaniques observées. Partant de ce constat, et considérant la perspective d'avancer vers l'industrialisation de ces alliages, il nous a paru nécessaire de caractériser les mécanismes de rupture de ce même alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn qui présente *a priori* les effets TRIP et TWIP [Bro17] et de les corrélérer aux propriétés mécaniques observées et aux mécanismes de déformation déclenchés.

Ce manuscrit s'articule autour de cinq chapitres :

Un état de l'art sur les alliages de titane est présenté dans le **Chapitre 1**. Nous nous sommes limités aux caractéristiques spécifiques des alliages de titane β , sans toutefois nous restreindre à ceux transformables par déformation, afin d'apporter les connaissances nécessaires à la lecture de ce manuscrit.

Ensuite, nous proposons dans le **Chapitre 2** une synthèse des résultats essentiels de la littérature sur les alliages de titane β TRIP/TWIP.

Le **Chapitre 3** s'attache à établir la méthodologie expérimentale en détaillant les essais préliminaires effectués sur un premier bloc de l'alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn. Cette méthodologie est établie sur un produit semi-industriel (d'une dizaine de kilogrammes), ce qui nous a amenés à prendre en compte les différences de comportement liées au changement d'échelle de production. Nous avons sélectionné les essais nécessaires et suffisants pour une étude du comportement mécanique, qui se veut déclinable suivant le niveau de caractérisation souhaité, de la preuve de concept à la caractérisation détaillée du comportement mécanique. Nous avons également mis en évidence les éléments caractéristiques de la rupture et de la déformation et détaillé l'étude quantitative qui a été menée dans le reste du projet.

Le **Chapitre 4** traite de la caractérisation à température ambiante du comportement mécanique de deux blocs de la composition Ti-8,5Cr-1,5Sn présentant des historiques thermomécaniques différents. Pour chaque type de sollicitation considéré et pour chaque bloc, les propriétés mécaniques sont recensées et les éléments de la rupture et de la déformation sont mesurés et comparés et ce, d'une échelle macroscopique à une échelle sub-micrométrique. Il s'agit d'enrichir l'existant en déterminant les paramètres clés de la synergie entre rupture et déformation qui expliquent les propriétés obtenues et les éventuelles variations observées. Au terme de ce chapitre, un scénario de rupture est proposé.

Enfin, le comportement mécanique de l'alliage de notre étude est étudié sur une gamme de températures négatives comprise entre -196 °C et la température ambiante dans le **Chapitre 5**. Nous évaluons l'effet de la diminution de température, sur les propriétés mécaniques et la modification des mécanismes de rupture et de déformation qui en résultent, toujours grâce à une étude quantitative et multi-échelles des deux phénomènes. Ici encore, nous utiliserons les corrélations établies pour expliquer le scénario de rupture à température négative, ce qui constitue une étude jamais reportée pour une telle gamme d'essais sur les alliages de titane β TRIP/TWIP.

Ces travaux de recherche ont été effectués au sein du Centre des Matériaux des Mines de Paris (UMR CNRS 7633) en collaboration avec le Laboratoire de Métallurgie Structurale de l'Institut de Recherche de Chimie ParisTech et la société TIMET Savoie.

Références

- [Abd06] Abdel-Hady, M., Hinoshita, K., Morinaga, M. (2006) *General approach to phase stability and elastic properties of β -type Ti-alloys using electronic parameters*. Scripta Materialia, 55, p. 477-480
- [Bro16] Brozek, C., Sun, F., Vermaut, P., Millet, Y., Lenain, A., Embury, D., et al. (2016) *A β -titanium alloy with extra high strain-hardening rate: Design and mechanical properties*. Scripta Materialia, 114, p. 60-64.
- [Bro17] Brozek, C. (2017) *Conception et développement de nouveaux alliages de titane à haute ductilité et fort écrouissage*. Thèse, Université Pierre et Marie Curie.
- [Dan19] Danard, Y. (2019) *Développement d'alliages de titane « transformables par déformation » : étude des relations microstructure/propriétés mécaniques*. Thèse, Université Paris Sciences et Lettres.
- [Mor88] Morinaga, M., Yukawa, N., Maya, T., et al. (1988) *Theoretical design of titanium alloys*. Sixth World Conference on Titanium. III, Société française de métallurgie, p. 1601-1606.
- [Mar12] Marteleur, M., Sun, F., Gloriant, T. et al. (2012) *On the design of new β -metastable titanium alloys with improved work hardening rate thanks to simultaneous TRIP and TWIP effects*, Scripta Materialia, 66(10), p. 749-752.
- [Sun13] Sun, F., Zhang, J.Y., Marteleur, M., et al. (2013) *Investigation of early stage deformation mechanisms in a metastable β titanium alloy showing combined twinning-induced plasticity and transformation-induced plasticity effects*. Acta Materialia, 61, p. 6406-6417.
- [Sun15] Sun, F., Zhang, J.Y., Marteleur, M., et al. (2015) *A new titanium alloy with a combination of high strength, high strain hardening and improved ductility*. Scripta Materialia, 94, p. 17-20.
- [Timet] www.timet.com, en date du 27/09/2020

Chapitre 1 : Etat de l'art sur le titane et ses alliages

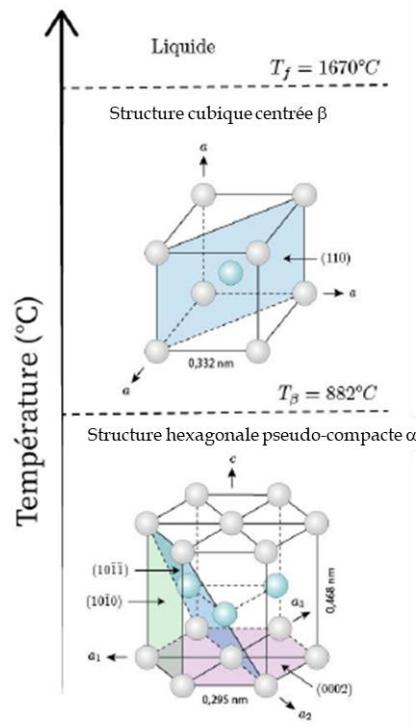
Ce chapitre s'attache à donner au lecteur les clés nécessaires à la compréhension des différents points développés dans la suite de cette étude. Aussi, il traitera de plusieurs aspects sur les alliages de titane dits conventionnels et nous nous concentrerons sur les alliages de titane transformables par déformation dans le chapitre 2. Il permettra tout d'abord d'avoir une vue d'ensemble succincte sur l'élaboration, la physico-chimie et les problématiques liées à l'utilisation du titane. Nous approfondirons ensuite l'aspect thermodynamique des alliages de titane en s'intéressant à leur classification (critère de stabilité thermodynamique, diagramme de phases) ainsi qu'à l'importance et aux difficultés des traitements thermomécaniques sur les alliages de titane β , au cœur de cette étude. Cette partie se terminera par la présentation des phases hors équilibre du titane dont nous verrons l'importance dans les alliages de titane transformables par déformation dans le chapitre 2. Un second axe s'attachera à détailler les mécanismes de déformation et de rupture de ces alliages, et plus particulièrement les alliages de titane β .

I. Le titane et ses alliages

I.1. Physico-chimie du titane et de ses alliages

I.1.a. Physico-chimie du titane pur

Le titane est un métal de transition (colonne IVB du tableau périodique) et existe sous deux formes allotropiques différentes : la phase basse température α , stable jusqu'à 882 °C et la phase haute température β , stable à partir de 882 °C (Figure 1.1).



Relations cristallographiques :

Plan : $(0001)_\alpha // (110)_\beta$

Direction : $[11\bar{2}]_\alpha // [111]_\beta$

Figure 1.1 – Représentation schématique de la structure cristallographique de la phase α et de la phase β du titane pur en fonction de la température et relations cristallographiques entre les deux phases, d'après [Lüt07];

Tout d'abord, la phase α , stable notamment à température ambiante et sous pression atmosphérique, s'arrange selon une structure hexagonale pseudo-compacte (Figure 1.1) de paramètres de maille $a = 2,95 \text{ Å}$ et $c = 4,68 \text{ Å}$ à 25 °C [Wel93]. Le rapport $\frac{c}{a}$ vaut 1,587. Il est donc inférieur au rapport de compacité idéal de 1,633. Cela entraîne une multiplicité de plans de glissement et de maillage potentiels à l'origine de la ductilité relativement élevée du titane α par rapport à d'autres systèmes hexagonaux plus classiques comme le zinc ou le magnésium [Com13]

Au-dessus de la température de transus β (T_β), c'est-à-dire 882 °C pour le titane pur, la phase stable est la phase β . Cette phase se caractérise par une structure cubique centrée (CC, Figure 1.1.) de paramètre de maille $a = 3,32 \text{ Å}$, de plans denses du type $\{110\}$ et de directions denses de type $\langle 111 \rangle$.

I.1.b. Alliages de titane : effets des éléments et classification

➤ *Effets des éléments d'alliage*

Les deux phases sous lesquelles se présente le titane peuvent être préférentiellement choisies suivant l'application souhaitée. Le premier rôle des éléments d'addition sera donc de stabiliser l'une ou l'autre des phases, chimiquement et cristallographiquement pour ainsi fixer ainsi certaines des caractéristiques mécaniques de l'alliage obtenu (l'ordre de grandeur du module d'élasticité, par exemple).

Lorsqu'un élément d'addition contribue à abaisser la valeur de T_β , c'est-à-dire que le domaine de stabilité, en température, de la phase β augmente, il est qualifié d'élément β -gène. Dans cette famille d'éléments nous pouvons trouver des métaux de transition comme le chrome (Cr) ou le fer (Fe) ou des métaux nobles comme le palladium (Pd). Ils ont un effet durcissant moins conséquent que les éléments α -gènes mais une meilleure solubilité [DeG76]. Ils sont de deux types : les eutectoïdes (Cr, Fe ...) qui peuvent former des éléments intermétalliques et les isomorphes (Mo, V, Nb ...) qui présentent avec le titane une solution solide étendue (Figure 1.2). A l'inverse, lorsqu'un élément d'addition augmente la valeur de T_β , il est qualifié d' α -gène.

Certains éléments ne modifient pas notablement la valeur de T_β et sont donc qualifiés de « neutres ». Cette catégorie d'éléments d'addition, qui comprend l'étain (Sn) et le zirconium (Zr) par exemple, permet essentiellement de renforcer la stabilité de la phase β lorsqu'elle est dans un état métastable, c'est-à-dire à basse température, figée par un refroidissement rapide par exemple. Ces éléments retardent la décomposition de la phase β en phase ω , présentée dans la partie II.2 [Nic96], ou en martensite, par abaissement de la température M_s . Ils permettent également de limiter la forte croissance des grains β au cours de traitements thermiques à haute température (voir paragraphe I.2.d). Les effets de chaque type d'éléments d'alliage sur le diagramme d'équilibre de phases du titane sont explicités sur la Figure 1.2.

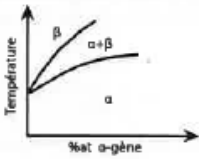
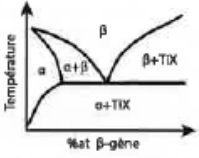
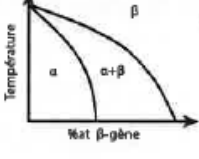
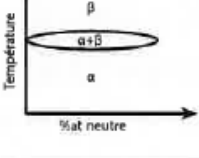
Éléments	Diagramme d'équilibre	Solutions solides d'insertion	Solutions solides de substitution
α -gènes		O, N, B, C	Al
β -gènes eutectoïdes		H	Cr, Fe, Mn, Co, W, Ni, Cu, Au, Ag, Si
β -gènes isomorphes			Mo, V, Nb, Ta
Neutres			Sn, Zr

Figure 1.2 – Effet des éléments d'addition sur la stabilité des phases dans les alliages de titane [DeG76]

Les éléments d'alliage ont également un effet sur les propriétés mécaniques. Nous pouvons répertorier ici l'effet des éléments d'alliage pertinents pour notre étude en distinguant les éléments se trouvant en insertion dans la maille du titane de ceux qui se positionnent en substitution dans cette maille. [Com10].

Les éléments en insertion tels que l'oxygène et l'azote, α -gènes, durcissent généralement très fortement le matériau et entraînent une perte de ductilité. A hautes températures, supérieures à 500 °C, le titane peut dissoudre du dioxygène et du diazote en grande quantité. Au vu de la fragilisation apportée par ces éléments, les applications haute température du titane sont donc limitées.

Pour les éléments substitutionnels :

- Le molybdène, β -gène, améliore la résistance mécanique, la ductilité, la résistance au fluage à moyenne température et la tenue à l'oxydation. Il présente néanmoins comme inconvénient de ségréger facilement.
- Le chrome, β -gène, améliore la résistance mécanique et la résistance à l'oxydation mais diminue généralement la ductilité.
- Le fer, β -gène, améliore le compromis résistance mécanique-ductilité-tenue en fluage à moyenne température mais présente une forte tendance à ségréger chimiquement.

- L'étain, neutre, améliore le compromis résistance-ductilité aux températures cryogéniques.

➤ *Classification des alliages de titane, propriétés et applications respectives*

En fonction des quantités respectives d'éléments ajoutés au titane (qui modifient donc individuellement la stabilité de l'une ou l'autre des phases du Ti pur) une classification empirique des alliages de titane en différentes familles peut être établie. Ainsi, trois classes d'alliages de titane sont classiquement distinguées : les alliages α , $\alpha + \beta$ et β .

Si la classification des alliages binaires est facile, Welsch *et al.* [Wel93] donnent un paramètre pour la classification des alliages ternaires (et plus) qui additionne les contributions des éléments β -gènes en pondérant leurs effets respectifs par rapport à une référence choisie qui est le Mo. Suivant la littérature les définitions empiriques de ces critères peuvent différer.

L'équivalent Molybdène $[\text{Mo}]_{\text{eq}}$, plus couramment utilisé, de formule :

$$[\text{Mo}]_{\text{eq}} = [\text{Mo}] + \frac{[\text{Ta}]}{5} + \frac{[\text{Nb}]}{3,6} + \frac{[\text{W}]}{2,5} + \frac{[\text{V}]}{1,5} + 1,25[\text{Cr}] + 1,25[\text{Ni}] + 1,7[\text{Mn}] + 1,7 [\text{Co}] + 2,5[\text{Fe}] \quad (1)$$

Avec $[\text{X}]$, la concentration en élément X en pourcentage massique.

Un autre paramètre thermodynamique proposé par Hume-Rothery [Hum48] permet de prédire la stabilité des alliages. Ce paramètre, nommé « électrons de valence par atome » e/a est défini par l'équation suivante :

$$e/a = \sum X_i \cdot (n)_i \quad (2)$$

avec X_i la fraction atomique de l'élément i dans l'alliage, et $(n)_i$ le nombre d'électrons de valence de l'élément i dans l'alliage.

Ce ratio peut être utilisé pour mieux comprendre la stabilité des phases d'un alliage comme montré dans des travaux sur la théorie électronique [Mot58] [Rah83].

A titre d'exemple, il faut un ratio minimum de e/a égal à 4,20 pour stabiliser la phase β à température ambiante [Lah14].

Ces deux paramètres, le $[\text{Mo}]_{\text{eq}}$ et les règles de concentration électronique de Hume-Rothery, pour e/a [Hum48], s'appuient sur la composition chimique et ne permettent en aucun cas de prédire directement les mécanismes de déformation pouvant se produire (même s'ils permettent facilement de « classer » les alliages selon leurs degrés de stabilité respectifs). Nous verrons donc, dans le chapitre 2, un autre paramètre prenant en compte cette dernière composante.

Trois familles d'alliages peuvent alors être distinguées : les alliages α , les alliages $\alpha+\beta$ et les alliages β (Figure 1.3).

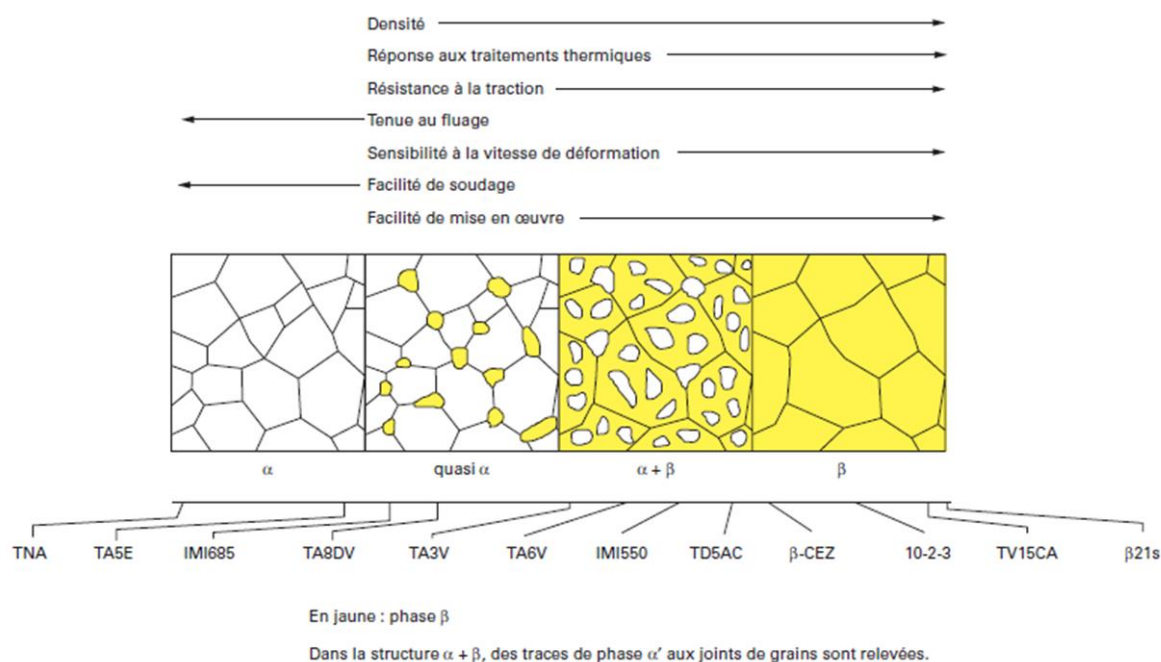


Figure 1.3 – Représentation schématique des microstructures typiques des différentes familles d'alliages de titane et classification en fonction du $[Mo]_{eq}$, les flèches horizontales indiquent des valeurs croissantes ou une amélioration de chaque propriété - [Com13].

Chacune de ces familles d'alliages de titane présente une microstructure et des propriétés spécifiques présentées sur la Figure 1.3. Dans le cadre de notre étude, nous ne détaillerons pas plus les propriétés des alliages α et $\alpha + \beta$.

Dans le cas des alliages β , il faut distinguer deux sous-groupes étant donné que la phase β n'est habituellement pas stable à température ambiante.

Lorsque le titane est allié avec une grande quantité d'éléments β -gènes ($[Mo]_{eq} > 27 \text{ \%mass.}$), la phase β devient stable à température ambiante. D'un point de vue thermodynamique, un alliage de titane β stable est alors obtenu. La microstructure de ces alliages restera donc généralement inchangée lors de traitements thermiques, étant donné la grande quantité d'éléments qui stabilisent la phase β et aux conditions qui y sont associées (température, vitesse de refroidissement, ...).

Pour une concentration plus réduite en éléments β -gènes ($11,5 \text{ \%mass.} < [Mo]_{eq} < 27 \text{ \%mass.}$) une mise en solution dans le domaine β (à $T > T_{\beta}$) suivie d'une trempe permet de maintenir à température ambiante une microstructure monophasée β métastable.

Ces alliages β -métastables sont utilisés pour leur mise en œuvre facile et présentent une résistance à la traction élevée. Par comparaison avec les alliages α , leur densité est plus importante et ils sont plus sensibles à la vitesse de déformation. Ils sont également très sensibles aux traitements thermomécaniques. En effet, une des problématiques majeures est le contrôle de la taille du grain β , qui a tendance à fortement croître avec la température, ce qui rend la métallurgie des alliages β relativement complexe.

À titre d'information, le Tableau 1.1 montre des exemples d'applications pour chaque famille d'alliages.

Tableau 1.1 – Principales applications des différents types d’alliages de titane [Mil18]

Alliage de Titane	Applications
Non allié - "commerciallement pur"	Industrie, Architecture
α	Tuyauterie aéronautique et sous-marine
	Disques moteur de zones Moyenne Température
$\alpha+\beta$	Pièces de structures et pièces tournantes aéronautique
	Énergie
	Prothèses médicales
	Boulonnerie
	Armement
β	Disques de turbine Moyenne Température
	Rotors d’hélicoptères
	Éléments de structure, notamment résistants à la corrosion
	Boulonnerie Haute Résistance et ressorts

II. Phases hors équilibre des alliages de titane

La grande variété de microstructures possibles pour les alliages de titane ainsi que la complexité des traitements thermiques proviennent notamment de la précipitation de phases hors équilibre dans les alliages de titane, qui peuvent être représentées sur un diagramme pseudo-binaire (Figure 1.4).

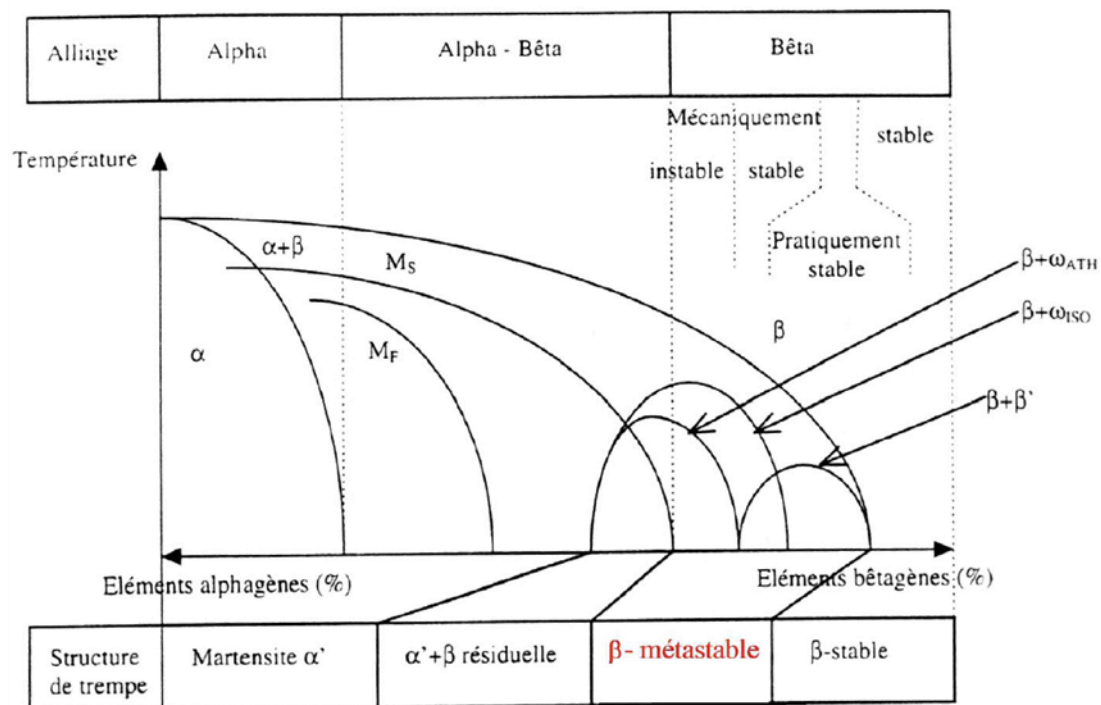


Figure 1.4 – Classification des alliages de titane en fonction de leur teneur en éléments bêtagènes. Les microstructures de trempe sont indiquées sous le diagramme [Ban94]

L'apparition d'une ou de plusieurs de ces phases va modifier les propriétés de l'alliage et conditionner sa microstructure finale. Nous étudierons les phases martensitiques et oméga (ω) dans la suite de cette partie, où leur structure cristallographique, les conditions et mécanismes de leur apparition seront présentés. En effet, comme l'indique la dénomination « hors équilibre », la formation de ces phases s'obtient en jouant sur les paramètres des traitements thermiques (temps de maintien, vitesse de refroidissement, ...).

Il existe également la phase β' , résultat d'une décomposition spinodale de la phase β en $\beta+\beta'$ [Wil71]. Cependant, l'alliage de cette étude ne présente pas ce type de transformation, nous ne développerons donc pas l'étude de cette phase dans cette partie.

II.1. Les phases martensitiques

Les phases martensitiques présentes dans des alliages de titane tirent leur nom de la transformation austénite $\rightarrow$ martensite présente dans les aciers, découverte par Martens en 1879 et dont le nom a été généralisé aux phases présentant un mécanisme de formation displacif analogue. Deux types de phases martensitiques sont distinguées dans les alliages de titane : les phases α' et α'' , respectivement. Dans la suite de ce paragraphe, nous utiliserons de manière indifférenciée la dénomination phase martensitique ou martensite.

II.1.a. La phase martensitique α'

La martensite α' possède une structure cristallographique hexagonale pseudo-compacte identique à celle de la phase α stable. Elle se forme généralement dans les alliages α et $\alpha+\beta$ car les alliages β ont un point M_s (Martensite Start : température d'apparition de la martensite) situé au-dessous de la température ambiante. Elle se forme par refroidissement très rapide depuis le domaine β , pour des alliages présentant un équivalent molybdène inférieur à 5 $[Mo]_{eq}$, et selon un mécanisme purement displacif. Elle possède la composition chimique de la phase β parente et une microstructure de type aciculaire ou lamellaire fine [Wel93].

II.1.b. La phase martensitique α''

La martensite α'' (Figure 1.5), parfois aussi appelée « soft-martensite » [Wel93] car mécaniquement moins dure que la martensite α' , présente une structure cristallographique orthorhombique (Cmcm). Elle se forme dans les alliages α binaires [Mor72] et les alliages $\alpha+\beta$ [Bag58] après une trempe rapide mais aussi **dans les alliages β métastables à température ambiante lors de l'application d'une contrainte** [Due82] [Gros0400] [Gro1000] [Ohm01] [Sun13] [Kim06]. Dans tous les cas, sa formation résulte de faibles déplacements atomiques coordonnés depuis la phase β parente. Cette transformation peut être réversible, ce qui confère des propriétés de superélasticité aux alliages où elle se produit.

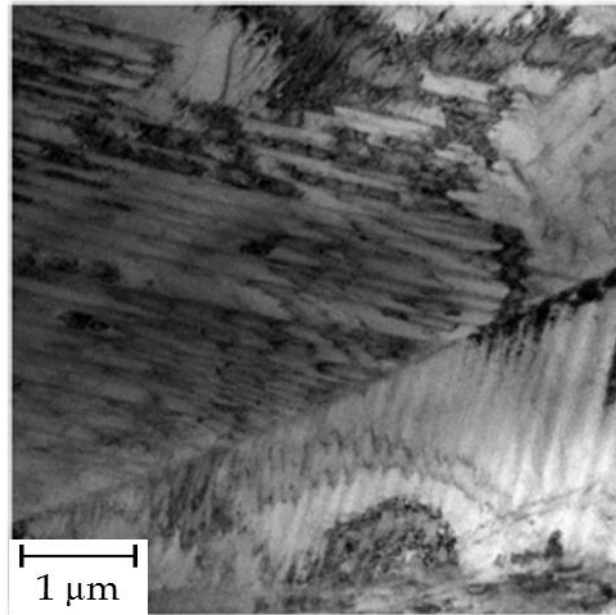


Figure 1.5 – Image en champ clair en microscopie électronique en transmission montrant des paquets de martensite α' le long d'un joint de grains β dans un échantillon de Ti-19Nb-1,5Mo-4Zr-8Sn (%mass.) déformé de 5 % [Zha18]

II.2. Les phases oméga ω

Les phases ω se forment dans les alliages β métastables. À l'inverse, certains éléments d'alliage dits neutres retardent l'apparition de ces phases. Mis en évidence pour la première fois en 1954 par Frost *et al.* [Fro54], les mécanismes de formation et de croissance de ce type de phases ont été largement étudiés depuis [Cre11] [Pri00].

Trois types de phase ω sont distingués dans les alliages de Ti β -métastables, qui sont toutes de structure cristallographique hexagonale : la phase oméga athermique (ω_{ath}), la phase oméga isotherme (ω_{iso}) et la phase oméga induite sous contrainte (ω_{s}). Cette dernière sera présentée dans la partie III.3.b.

II.2.a. La phase oméga athermique ω_{ath}

La phase ω_{ath} se forme au cours d'une trempe dans certains alliages β -métastables [Pri00] [DeF71] [Due82]. Sa formation par mécanisme displacif est si rapide qu'elle ne peut être évitée, quelle que soit la vitesse de refroidissement [Due82].

De composition chimique identique à celle de la phase β parente, la phase ω_{ath} est cohérente avec cette dernière. Elle est seulement observable par Microscopie Électronique en Transmission (MET) [Bor73] [Liu16], étant donnée sa taille nanométrique (Figure 1.6.a).

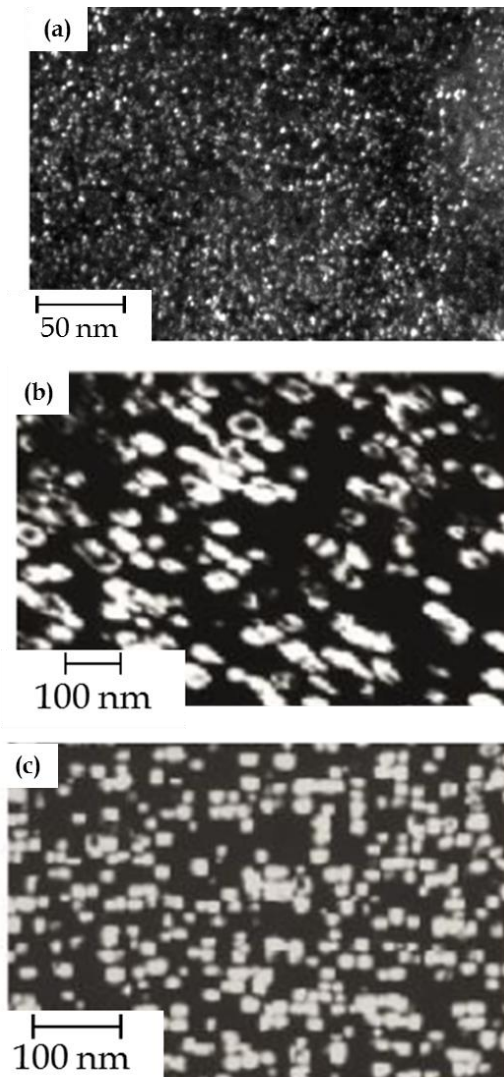


Figure 1.6 -Images en microscopie électronique en transmission en champ sombre de précipités de (a) ω_{ath} dans un alliage Ti-2Al-9,2Mo-2Fe (% mass.) [Xia19] ; ω_{iso} de forme (b) ellipsoïdale dans un alliage Ti-16Mo (%mass.) vieilli à 450 °C, 48h ; (c) cuboïdale dans un alliage Ti-8Fe (%mass.) vieilli à 400 °C, 4h [Ban94]

II.2.b. La phase oméga isotherme ω_{iso}

A l'inverse de la phase ω_{ath} qui se forme notamment lors de refroidissements rapides, la phase ω_{iso} se forme au cours d'un maintien isotherme dans un intervalle de température compris entre 200 et 400 °C. La taille de la phase ω_{iso} varie avec la température et le temps de maintien, et peut atteindre une centaine de nanomètres (Figure 1.6.b et c) [Wil71]. Cela rend donc la détection de ω_{iso} possible par Diffraction des Rayons-X (DRX) en plus de la détection au MET. La formation de ω_{iso} reste encore aujourd'hui discutée [Kua76] [Li16] [Pri00] [San75] [Zhe16]. Cette phase peut aussi apparaître lors d'un refroidissement à l'air libre, notamment sur des pièces de forte épaisseur, car le titane a une faible conductivité thermique et une faible trempabilité (épaisseur maximale pour laquelle la dureté est stabilisée après un traitement thermique). La présence de cette phase induit un durcissement important (augmentation de la résistance mécanique R_m et diminution de la ductilité). Deux cas sont observés selon la fraction volumique de phase ω_{iso} précipitée : en dessous de 25 %vol. le durcissement n'est pas

significatif mais au-delà de 60 %vol., ce qui est fortement susceptible de se produire dans le cas de cette étude, la précipitation de ω_{iso} induit une fragilisation importante du matériau [Ahm15] [Hic69] [Nej16]. Cette fragilisation induite par la précipitation de ω_{iso} au cours d'un maintien isotherme à basse température justifiera aussi l'absence d'essais mécaniques à température supérieure à l'ambiante dans cette étude.

Nous avons vu que les propriétés mécaniques du matériau peuvent être modifiées en présence de phase ω_{iso} , à cause du champ de contrainte interfacial qui résulte de la cohérence entre la phase ω_{iso} et la phase β [Nej16] [Hon03] [Kim06]. Ainsi, pour durcir un alliage β -métastable, la précipitation contrôlée de ω_{iso} peut être une stratégie plus efficace qu'un durcissement par la trempe, peu concluant comme expliqué dans la partie II.2.c.

II.2.c. Importance et difficultés des traitements thermomécaniques sur les alliages de titane β

Dans le cadre de cette étude, cette partie se concentrera sur les alliages de titane β car le matériau de cette étude appartient à cette famille d'alliages.

➤ *Les différents types de traitement thermiques du titane*

Au vu de la large gamme d'utilisation du titane et de ses alliages, les propriétés attendues ne seront pas les mêmes en fonction du domaine dans lequel l'alliage sera employé. Ainsi deux types de traitements thermiques sont distingués [Com13] :

- les traitements thermiques de durcissement, pour améliorer la résistance et la tenue au fluage ;
- les traitements thermiques d'adoucissement pour améliorer l'usinabilité.

Comme c'est le cas communément, nous pourrions penser que les traitements thermiques de durcissement vont se faire grâce à la trempe depuis le domaine β , haute température. Or, ici, la trempe a un faible pouvoir durcissant puisque la microstructure reste monophasée β .

De plus, une hérédité structurale importante découle de la transformation $\alpha \rightarrow \beta$. En effet, une conservation de l'orientation et parfois de la taille des grains β initiaux est reportée. Cela s'explique car après des transformations de phase successives ($\beta \rightarrow \alpha \rightarrow \beta$), une seule orientation cristallographique privilégiée est retrouvée, qui se trouve être l'orientation initiale [Com13][Gle54][Bro55]. De ce fait, cet effet mémoire empêchera le passé thermomécanique de l'alliage d'être totalement effacé. Ce paramètre devra donc être pris en compte lors de la réalisation de traitements thermiques et mènera parfois à la modification de ceux classiquement utilisés en métallurgie.

➤ *Effet des traitements thermiques sur la phase β du titane*

Au cours des traitements thermiques sur des alliages de titane β , deux types de phases β sont distinguées :

- Une phase β stable retenue à température ambiante et stabilisée grâce aux éléments d'alliage β -gènes, **impossible à transformer par traitement thermique** ;
- Une phase β métastable retenue par trempe à température ambiante avec sa composition chimique haute température, susceptible de se transformer au cours de

traitements thermiques ultérieurs (notamment en phase ω pour des traitements thermiques à basse température) ou lors d'une sollicitation mécanique.

Notre étude est réalisée sur un alliage β -métastable car la capacité de transformation de la microstructure révèle ainsi tout son intérêt. Comme mentionné dans les paragraphes précédents, un paramètre clé pour maîtriser la taille de grains β est le contrôle de la température et du temps du traitement thermique. Il faut également distinguer l'effet de chacun des paramètres sur la croissance du grain.

Tout d'abord en l'absence de pré-déformation à chaud (Figure 1.7.a), et pour une température donnée, supérieure à T_β , la cinétique de croissance des grains β évolue de façon logarithmique en fonction de la durée du traitement thermique. La croissance de grains est très rapide : en 10 min, le grain a grossi de 50 à 60 % de sa taille initiale (d'après une interpolation entre 0 et 100 min) pour le β -CEZ et le TA6V respectivement. Cette croissance excessive, à une température supérieure à T_β , s'explique par l'absence de phase α intergranulaire qui ne permet donc plus de limiter la croissance du grain β .

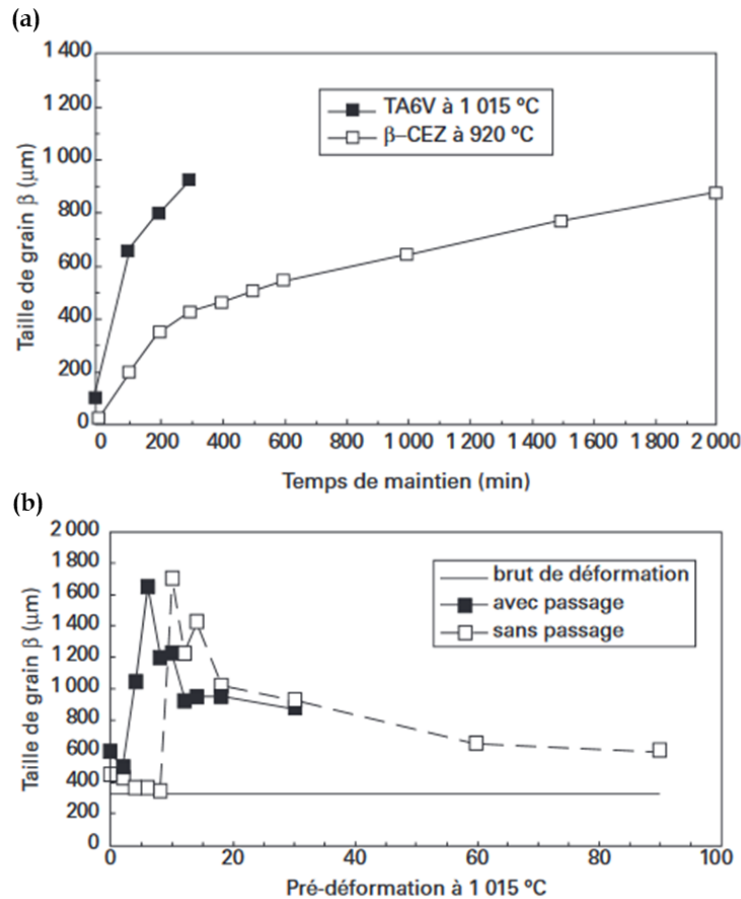


Figure 1.7 – (a) Cinétique de croissance normale des grains β à $T_\beta + 30^\circ\text{C}$ pour le TA6V et le β -CEZ ; (b) Recristallisation du grain β dans le TA6V traité à 1015°C , 30 min, en fonction de la pré-déformation à chaud avec et sans passage par la température ambiante [Com13]

Ensuite, lorsqu'une pré-déformation à chaud est appliquée, cela conduit à un pic d'explosion de la taille de grains pour un taux de déformation critique (Figure 1.7.b), puis une diminution

de la taille de grain pour des taux de déformation supérieurs. Cette diminution est attribuée à un réarrangement des dislocations qui permettent la formation de nouveaux grains (ou sous-grains) faiblement désorientés [Com13]. Notons toutefois que la taille de grains n'est jamais inférieure à 300 μm .

Enfin, il est utile de rappeler que pour obtenir un produit final avec une microstructure entièrement β , il est nécessaire d'effectuer un refroidissement rapide de type trempe à l'eau afin de ne pas permettre la formation de la phase ω_{iso} (partie II.2.b), ce qui modifierait les propriétés finales de l'alliage.

III. Mécanismes de déformation dans les alliages β -métastables

La structure cubique centrée de la phase β , donc les nombreux plans de glissement possibles pour ce réseau, pourraient laisser penser que le glissement des dislocations est le principal mode de déformation des alliages de titane β . Si c'est bien le cas des alliages β stables, les alliages β -métastables présentent deux autres modes de déformation possibles, dont le déclenchement dépend principalement de la stabilité de la phase β (Figure 1.8).

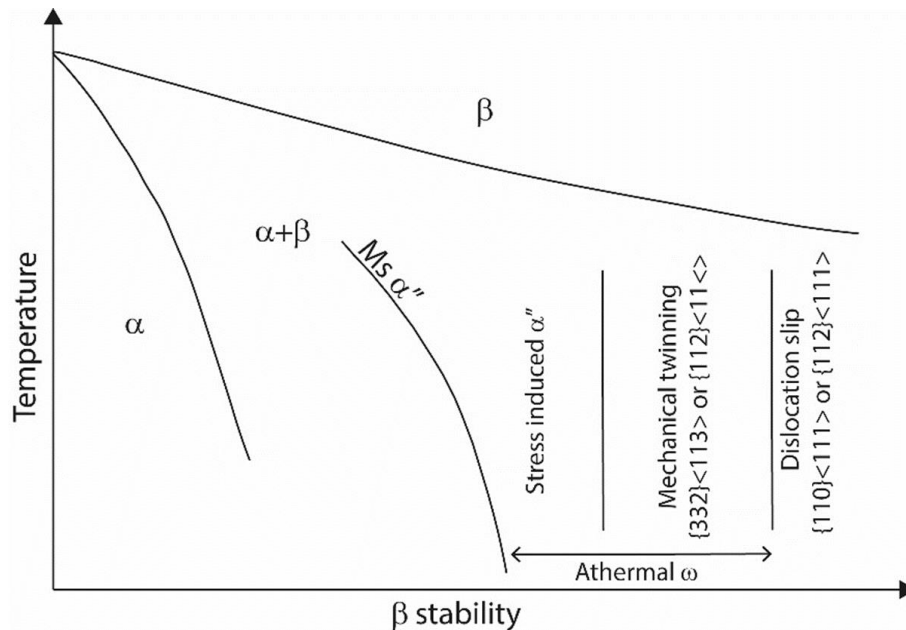


Figure 1.8 - Représentation schématique des mécanismes de déformation en fonction de la stabilité de la phase β [Ban13]

III.1. Le glissement des dislocations

Mécanisme de déformation plastique le plus répandu dans les matériaux métalliques, le glissement des dislocations est très présent dans les structures cubiques centrées telles que celle de la phase β . En effet, sous l'application d'une contrainte externe, les dislocations glissent le long de plans et de directions préférentiels pour assurer la déformation. Ces plans et directions préférentiels constituent des systèmes de glissement et sont propres à chaque réseau cristallin. La structure cubique centrée possède le plus grand nombre de systèmes de glissement, 48, identifiés selon les familles suivantes (Figure 1.9.a) :

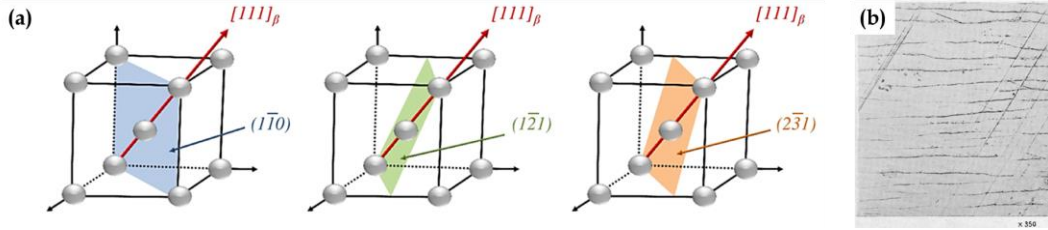


Figure 1.9 - (a) Systèmes de glissement pour un réseau cubique centré [Dan19]
(b) Lignes de glissement dans un monocristal de fer cubique centré [Tay26]

Ces systèmes de glissement partagent tous la direction de type $\langle 111 \rangle$, ce qui permet aux dislocations de glisser facilement d'un système à l'autre. Ce changement fréquent de plan de glissement est un phénomène appelé glissement dévié, mis en évidence par Taylor *et al.* en 1926 [Tay26] avec l'apparition de bandes de glissement sinueuses (Figure 1.9.b). Les dislocations interagissent donc peu entre elles, ce qui est à l'origine du faible écrouissage généralement présent dans les alliages de titane β -métastables. La déformation se localise facilement, ce qui explique l'allongement à rupture réduit observé pour cette famille d'alliages (8 % en moyenne) [Timet].

III.2. Le maclage mécanique

Contrairement au glissement des dislocations qui ne met en jeu qu'un seul plan à la fois, le maclage est un autre mode de déformation qui fait intervenir toute une partie du cristal [Lah14].

Une macle est définie comme « l'association de cristaux de même nature selon des lois géométriques précises, liées aux éléments de symétrie du système cristallin considéré » [Fou18]. Plus simplement, une macle peut s'imaginer comme l'image selon un plan miroir d'un réseau cristallin (Figure 1.10), et ce plan de symétrie est alors appelé joint de macle.

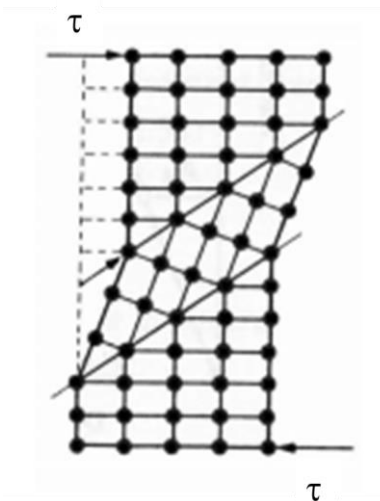


Figure 1.10 - Représentation schématique du maclage [Mar12]

Lorsque ce mécanisme de déformation résulte d'une sollicitation extérieure (et non pas de la formation des cristaux lors d'un recuit de recristallisation par exemple), il s'agit de maclage

mécanique, qui rentre donc en compétition avec le glissement de dislocations comme mécanisme de déformation « activable » lors de l'application d'une contrainte externe.

Un système de maclage se définit par un plan de maclage et une direction de maclage. Dans les structures cubiques centrées, le système de maclage le plus couramment rencontré comprend les plans de type $\{112\}_\beta$ et les directions de type $\langle 11\bar{1} \rangle_\beta$ [Chr95] (Figure 1.9). Toutefois un système de maclage de type $\{332\}_\beta \langle 11\bar{3} \rangle_\beta$ a été observé dans des alliages de titane β -métastables [Bla71] [Chr95] [Lah14], parfois accompagné de précipitation de phase ω dans d'autres alliages cubiques centrés pouvant présenter du maclage mécanique, comme les alliages de type Fe-Be [Ric64].

La distinction entre ces deux types de systèmes de maclage peut être facilement faite grâce à la mesure des désorientations entre la matrice et la macle (Figure 1.11). Pour une macle de type $\{112\} \langle 11\bar{1} \rangle$ une désorientation de 60° autour d'une direction $\langle 111 \rangle$ sera observée, ce qui correspond à une désorientation de type $\Sigma 3$ (type de joints appelés Coincidence Site Lattice - CSL). D'un autre côté, pour une macle de type $\{332\} \langle 11\bar{3} \rangle$ une désorientation de $50,5^\circ$ autour d'une direction $\langle 110 \rangle$ sera observée, c'est-à-dire de type $\Sigma 11$ [Lai16] [Tob14]. La connaissance de ces CSL permettra lors d'une caractérisation en Microscopie Électronique à Balayage (MEB) couplée à de la diffraction d'électrons rétrodiffusés (Electron Backscatter Diffraction - EBSD) d'identifier plus facilement l'un ou l'autre type de macles, notamment dans les alliages transformables par déformation qui, comme nous le verrons dans le chapitre 2, peuvent présenter une densité de macles importante.

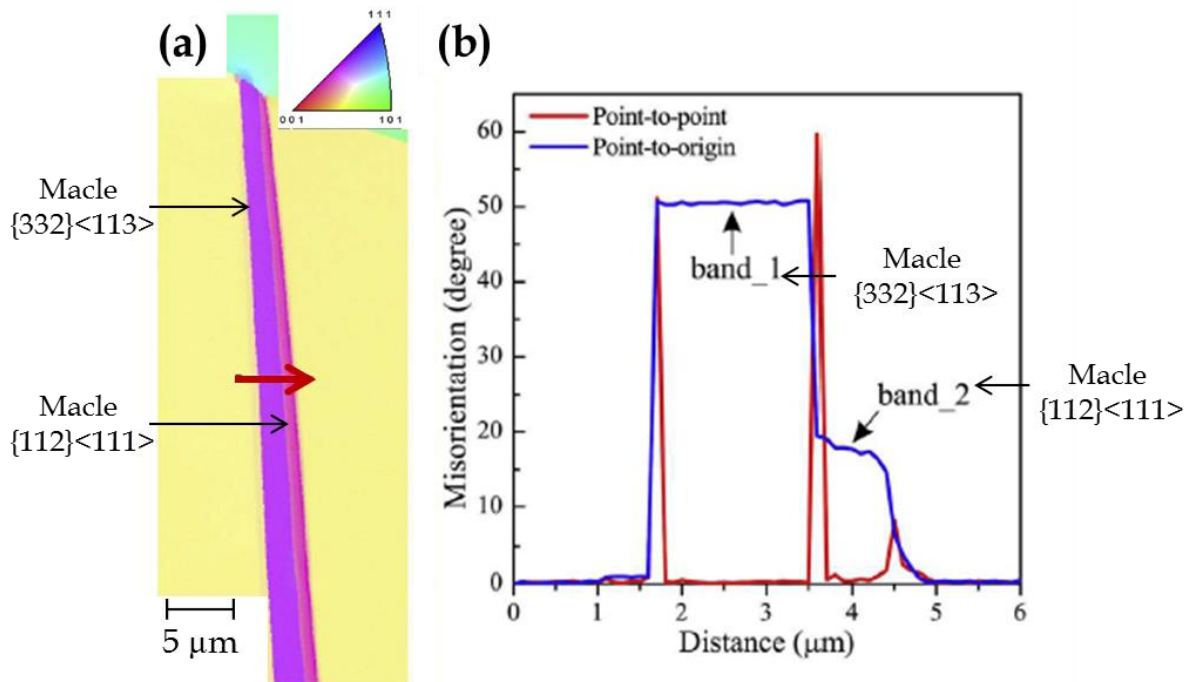


Figure 1.11 - Analyse EBSD d'une bande de déformation dans un alliage Ti-36Nb-2Ta-3Zr (% mass.) : (a) figure inverse de pôles; (b) profil de désorientation le long de la flèche rouge de la figure (a) - d'après [Lai16]

Nous verrons plus en détail l'apparition de ce mécanisme de déformation dans les alliages de titane transformables par déformation dans le chapitre 2 (effets sur la microstructure et les propriétés mécaniques).

III.3. La transformation de phase sous contrainte dans les alliages β -métastables

III.3.a. Martensite induite sous contrainte

Nous avons vu dans la partie II.1.a que les alliages de titane β avaient un point M_s situé en dessous de la température ambiante, ce qui les rend particulièrement aptes à la déformation à froid en comparaison aux alliages α et $\alpha+\beta$ (car l'apparition spontanée de la martensite est retardée) [Sér65].

De ce fait, dans les cas des alliages β -métastables, l'instabilité thermodynamique de la phase β permet le déclenchement d'une transformation martensitique, sous l'effet d'une contrainte et ce, à température ambiante. La formation de martensite α'' sous contrainte, aussi appelée SIM (Stress-Induced Martensite), a été surtout étudiée dans le cas des alliages à mémoire de forme car elle possède des propriétés de réversibilité qui permettent d'accéder à des propriétés élastiques particulières (superélasticité, mémoire de forme) en fonction des alliages considérés. [Due82] [Gar75] [Gro1000] [Liu98] [Moh77] [Par07] [Par08] [You74].

Pour expliquer qu'elle puisse être déclenchée sous contrainte à une température supérieure à M_s il faut considérer les énergies libres de formation de α'' et de β et leur évolution avec la température et la contrainte. La phase α'' est chimiquement plus stable à basse température ($T < M_s$) tandis que la phase β est stable à haute température ($T > T_\beta$), et il existe une température T_0 où les deux phases de même composition chimique présentent la même valeur d'enthalpie libre de Gibbs (Figure 1.12.a).

En l'absence de contrainte, la transformation $\beta \rightarrow \alpha''$ génèrera une création d'interfaces ainsi que des distorsions élastiques dans la phase β . Un refroidissement à partir de T_0 est donc nécessaire afin de fournir une force motrice dW_1 pour réaliser la transformation. Lorsqu'une contrainte est appliquée, il va y avoir une distinction des courbes d'énergie libre des différents variants de martensite. Les variants orientés défavorablement par rapport à la contrainte appliquée (cisaillement intrinsèque défavorable énergétiquement) vont voir leur courbe d'énergie libre décalée vers les hautes énergies tandis que la courbe sera décalée vers les basses énergies pour les variants orientés favorablement (droite $G'\alpha''$ sur la Figure 1.12). L'abaissement en énergie conduit alors à un décalage du point de début de transformation M_s vers les hautes températures [Ver01] [Wil72] (Figure 1.12.b).

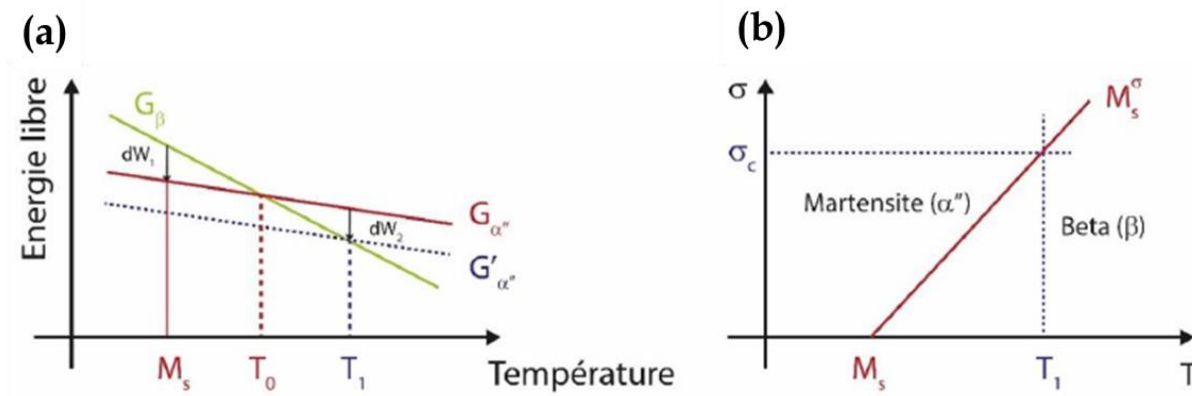


Figure 1.12 – (a) Energie libre de Gibbs des phases α'' et β en fonction de la température*; (b) Diagramme de phase de la loi Clausius-Clapeyron*
*[Dan19]

D'un autre point de vue, l'évolution de la contrainte de déclenchement de la martensite en fonction de la température, d'après la loi de Clausius-Clapeyron, montre qu'il existe une contrainte critique σ_c pour laquelle la martensite sera formée à température ambiante [Pat94]. La martensite peut se former à une température supérieure à M_s grâce à l'application d'une contrainte. Ce phénomène peut s'étendre jusqu'à une autre température appelée M_d et définie comme la température maximum à laquelle la martensite est formée par une déformation en traction uniaxiale. En effet, à $T > M_d$, d'autres mécanismes, comme le glissement de dislocations ou le maillage mécanique, présenteront une contrainte critique de déclenchement inférieure à celle de la formation de α'' .

Nous pouvons donc noter par cette dernière observation que les trois mécanismes de déformation, glissement des dislocations, maillage mécanique et transformation de phase sous contrainte sont finalement en compétition, sur la base de leur contrainte critique de déclenchement, lors de l'application d'une contrainte externe sur un alliage de titane β -métastable. Cette compétition sera un véritable paramètre à maîtriser lors de la conception des alliages de titane transformables par déformation. En effet, dans cette famille d'alliages le déclenchement de ces trois mécanismes de déformation dépendra de la métastabilité de la phase β , comme nous le verrons dans le chapitre 2.

III.3.b. Phase oméga induite sous contrainte ω_s

La phase ω_s est de structure hexagonale comme les autres types de phase ω . Elle se forme par un mécanisme displacif, sans diffusion individuelle d'atomes et sous forme de fines plaquettes (Figure 1.13) [Kua75].

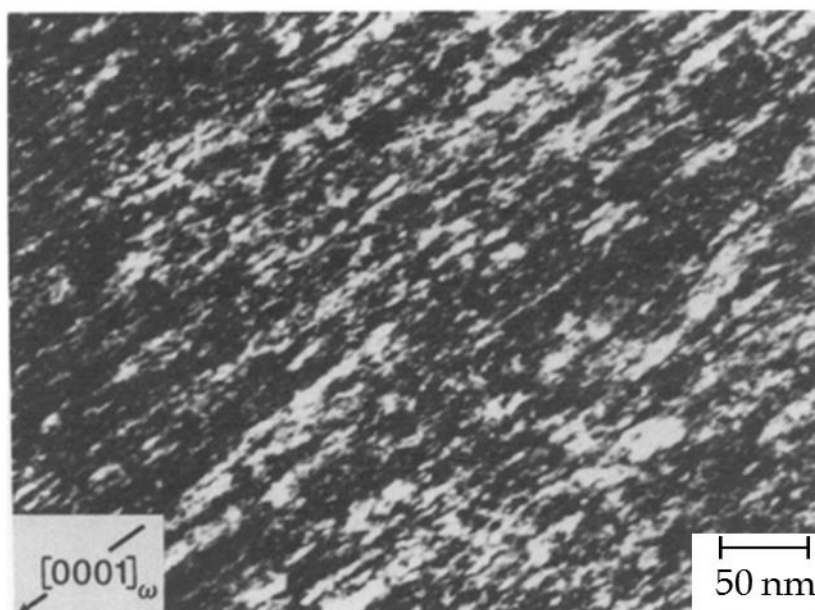


Figure 1.13 – Image MET en champ sombre des plaquettes de ω_s dans un monocristal de Ti-15V (% at.) [Kua75]

L'apparition de ω_s peut se produire au cours de déformations rapides ou de chocs [Han85] [Han1286] [Kua75] [Xin08]. Sa formation serait étroitement liée à la stabilité de la phase β [Han0886] et s'ajoute généralement aux deux types de maclage observés dans les alliages β [Ric64].

Les mécanismes de déformation de ω_s sont discutés [Ban06] [Liu17] [Xin08] mais plusieurs auteurs ont observé la présence de cette phase au cours d'essais de traction sur des alliages β -métastables à l'interface macle/matrice pour chaque système de maclage [Cas16] [Han0886] [Kua75] [Lai15] [Sun13] [Wan15] [Wu14] [Xin08] [Yan18].

Ainsi, cette famille d'alliages dont fait partie le matériau de cette étude peut se déformer par glissement de dislocations (III.1), par maclage (III.2), par précipitation de martensite (III.3) et/ou de phase ω sous contrainte. Ces éléments sont pour l'instant à titre d'information pour la suite du chapitre, nous détaillerons les spécificités liées aux alliages β -métastables transformables par déformation dans le chapitre 2.

IV. Endommagement et rupture des alliages de titane β

Au vu du contexte général de l'étude il nous paraît important de donner au lecteur les clés pour comprendre l'étude du comportement mécanique d'un alliage de titane transformable par déformation. Cette partie vise donc à faire un état de l'art des connaissances liées à la rupture, en centrant le discours sur les alliages de titane β . Nous verrons notamment dans cette partie que la rupture des alliages de titane β est peu étudiée et difficilement comprise.

IV.1. Rupture ductile

La rupture ductile est le mode de rupture le plus fréquemment observé dans les alliages de titane β , notamment à température ambiante. La rupture ductile est définie comme la germination, la croissance et la coalescence de cavités qui vont générer une fissure macroscopique précipitant la ruine finale de la structure. Ce mode de rupture se caractérise macroscopiquement par une forte déformation à rupture, accompagnée d'une réduction d'aire locale élevée du matériau testé. À cela s'ajoute la propagation stable d'une fissure.

IV.1.a. Cas général

Plusieurs scénarios de rupture ductile sont possibles (Figure 1.14) [Tek15] :

- La rupture par localisation de la déformation sans endommagement. Ce scénario se produit généralement sur certains monocristaux et métaux purs ;
- La rupture par localisation de la déformation suivie d'un endommagement (germination puis croissance de cavités) [Mor13] ;
- La rupture par endommagement suivie d'une localisation de la déformation dans une partie de la zone endommagée ;
- La rupture par coalescence de cavités, semblable à une localisation de la déformation à l'échelle microscopique.

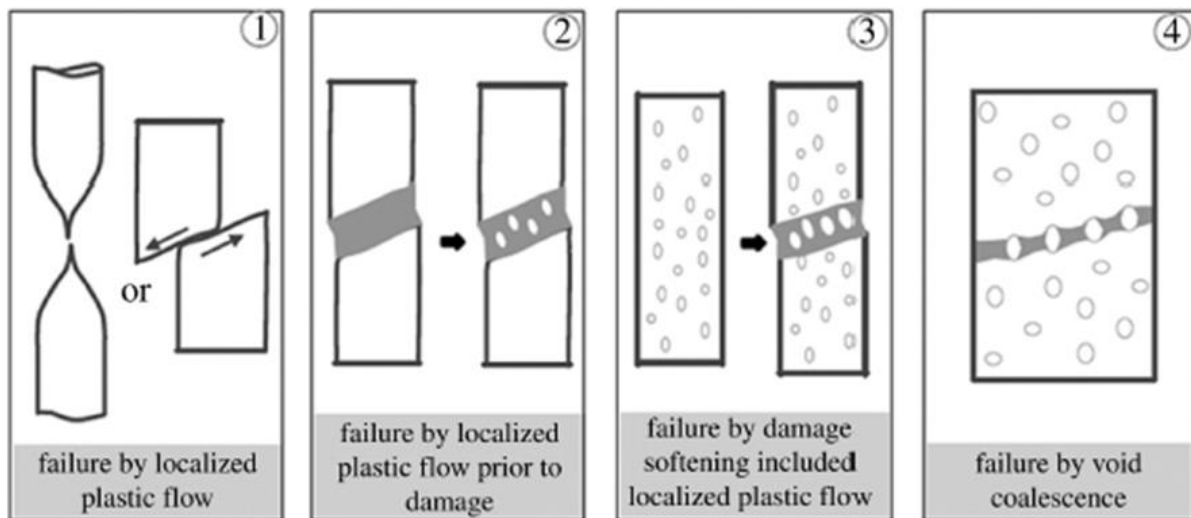


Figure 1.14 – Scénarios de rupture ductile proposés par [Tek15]

Généralement, l'origine de la rupture ductile s'explique par la présence de précipités ou d'inclusions dans le matériau. Ces singularités seront repérables par analyse du faciès de rupture, ou fractographie, car elles pourront se trouver en fond de cupules et parfois également montrer des signes de rupture intrinsèque.

IV.1.b. La rupture ductile dans les alliages de titane β

Contrairement au cas général, l'étude de la rupture des alliages de titane β pourra rarement s'appuyer sur la présence de singularités telles que des précipités ou inclusions. En effet, nous étudions ces alliages dans leur microstructure de trempe β qui est donc monophasée. De plus, comme mentionné dans la partie I.1.b, les éléments β -gènes ont une forte solubilité dans le titane. Les alliages étudiés sont donc généralement des solutions solides, ce qui ne conduit pas à la présence de précipités ou d'inclusions.

Gysler *et al.* ont étudié la rupture d'un groupe d'alliages β Ti-(11-17at.%)Mo (non transformables par déformation) contenant des précipités durcissants de phase ω et sollicités en traction uniaxiale [Gys74]. Ils recensent bien une rupture ductile mais qui ne s'amorce pas depuis les précipités de phase ω . Dans cette étude, la déformation a lieu par glissement de dislocations et les auteurs ont déterminés deux sites d'amorçage de fissure potentiels :

soit l'intersection des bandes de glissement forme des fissures au sein de la matrice en générant une densité locale de dislocations importante associée à une forte concentration de contrainte (Figure 1.15.a) ;

soit l'intersection de ces bandes avec les joints de grains amène un amorçage de fissure suite aux fortes contraintes locales générées par l'empilement de dislocations (Figure 1.15.b).

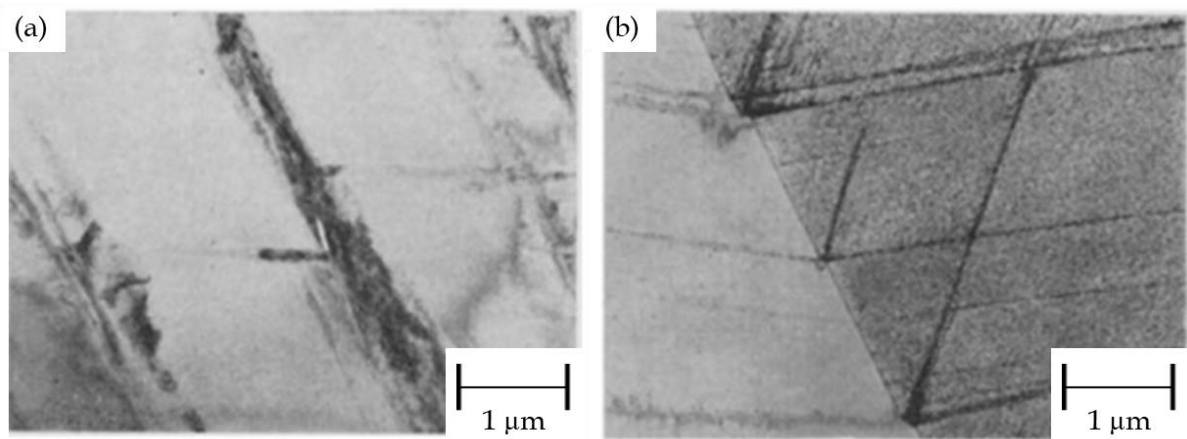


Figure 1.15 – Micrographies MET en champ clair [Gys74]

- (a) Germination de cavités à l'intersection de bandes de glissement dans un alliage Ti-11at.%Mo à un taux de déformation proche de la rupture ;
- (b) Rupture de joints de grains par intersection avec des bandes de glissement d'un alliage Ti-14at.%Mo, vieilli 2h à 400 °C, déformé à 2 %

Enfin, ils mentionnent une corrélation entre la distance entre cupules et la distance moyenne entre bandes de glissement, sans étude quantitative précise, qui leur permet de justifier que les intersections joint de grain/bande de glissement constituent des sites d'amorçage de cavités.

IV.2. Rupture macroscopiquement fragile

Bien que les alliages de titane β ne présentent pas de transition ductile-fragile [Sér65], une rupture dite « macroscopiquement » fragile a été observée sous certaines conditions de chargement. La rupture fragile se caractérise d'un point de vue macroscopique par une propagation de fissure brutale à partir d'un certain niveau de contrainte atteint.

IV.2.a. Cas de rupture macroscopiquement fragile dans les alliages de titane β .

Lorsque certains paramètres varient, tels que le temps d'un traitement thermique, la surface de rupture observée après chargement est modifiée.

Gysler *et al.* [Gys74] ont appliqué sur le groupe d'alliages β Ti-(11-17at.%)Mo des traitements thermiques de plus en plus longs, entre 1 et 220 h (iso température : 350 °C). L'allongement du temps de traitement amène dans leur étude à faire précipiter une quantité importante de phase ω_{iso} . Ils observent une diminution de la ductilité, accompagnée d'un durcissement de l'alliage, allant jusqu'à une rupture sans déformation plastique macroscopique pour le temps de traitement le plus long. L'étude des faciès de rupture des alliages aux différents traitements thermiques montre une évolution de la rupture qui s'effectue par la formation de cupules dans la matrice pour les temps de vieillissement courts (Figure 1.16.a « Après trempe »), puis évolue vers une rupture le long des joints de grains (Figure 1.16.a « 3h » et « 20h ») pour finir par une rupture en forme de « marches » au travers de la matrice (Figure 1.16.a « 60h » et « 220h »). Cette évolution se déroule avec un temps de traitement thermique croissant (iso température) mais le passage d'un type à l'autre de rupture est progressif en fonction des temps de vieillissement.

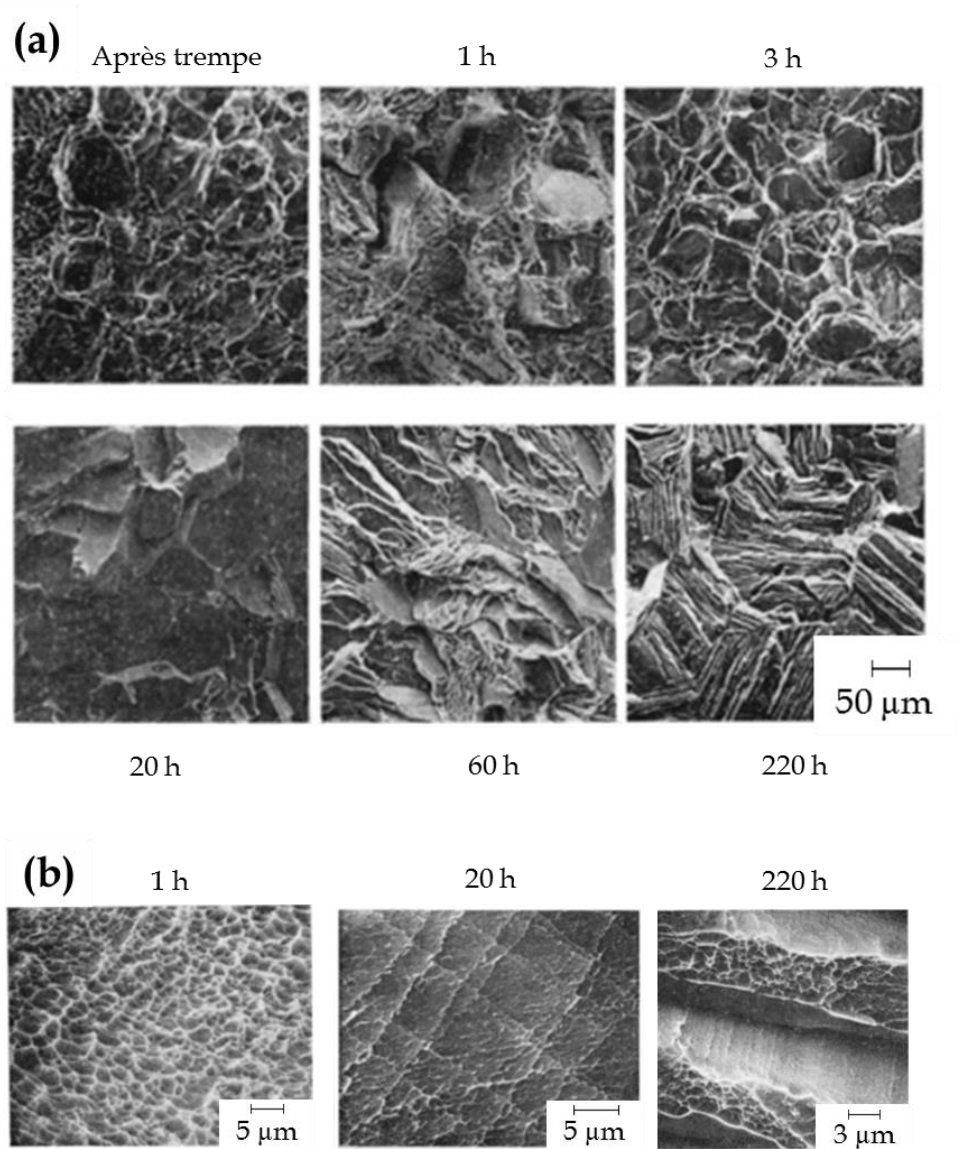


Figure 1.16 – Images en microscopie électronique à balayage (a) (même grossissement) montrant la variation de la topographie de la surface de rupture du Ti-11Mo (%at.) avec le temps de vieillissement à 350 °C ; (b) zoom sur certains faciès de rupture (le temps de vieillissement est inscrit au-dessus ou en dessous de chaque micrographie) [Gys74]

Quoi qu'il en soit, dans ces deux cas où le mode de rupture change, et peut apparaître comme fragile, notamment au vu des données mécaniques (pas de déformation plastique macroscopique en traction par exemple), la présence de cupules est toujours observée (Figure 1.16.b) par les auteurs mais met en jeu la déformation et la rupture d'un très faible volume de matière. C'est pourquoi nous avons choisi le terme de rupture macroscopiquement fragile pour les alliages de titane β , qui se révèle finalement toujours microscopiquement ductile, mais pour laquelle peu d'énergie de formation des cupules semble mise en jeu.

Synthèse

Ce chapitre a tout d'abord permis de dresser un état de l'art sur les alliages de titane conventionnels en rappelant la physico-chimie du titane, en présentant ses deux formes allotropiques d'équilibre et les phases hors-équilibre des alliages de titane qui pourront parfois apparaître dans la suite de cette étude et qui modifient significativement les propriétés mécaniques des alliages β -métastables. Nous avons également pointé la croissance rapide du grain β dans ce type d'alliages de titane. **La modification de la microstructure constitue tout l'intérêt des alliages β métastables mais soulève l'enjeu de déterminer les paramètres critiques de mise en forme pour obtenir une microstructure exploitable pour la réalisation d'essais mécaniques.**

Nous avons également présenté les mécanismes de déformation des alliages de titane β -métastables et quelques théories actuellement disponibles car de nombreuses questions restent encore en suspens. A la suite des mécanismes de déformation, nous avons rappelé les mécanismes de rupture des alliages de titane β et les spécificités qui leur sont propres. Ce dernier paragraphe a permis de montrer que la rupture de cette famille d'alliages est connue dans une moindre mesure, comparée aux mécanismes de déformation. Cette constatation, faite pour l'ensemble des alliages de titane β , est d'autant plus valable pour les alliages de titane transformables par déformation, comme nous le verrons dans le chapitre 2. **Le principal enjeu réside donc dans la détermination du lien entre rupture et déformation afin d'avancer sur la compréhension du comportement mécanique de ces alliages.**

Le prochain chapitre visera à présenter plus spécifiquement la famille des alliages de titane β -métastables transformables par déformation ainsi qu'à capitaliser les résultats déjà obtenus sur ce type d'alliages particulier.

Références

- [Ahm15] Ahmed, M., Wexler, D., Casillas, G., et al. (2015) *The influence of β phase stability on deformation mode and compressive mechanical properties of Ti-10V-3Fe-3Al alloy*, Acta Materialia, 84, p. 124-135.
- [Bag58] Bagariatskii, I.A., Nosova, G.I., Tagunova, T.V. (1958) *Factors in the Formation of Metastable Phases in Titanium-Base Alloys*, Soviet Physics Doklady, 3, p. 1014-1018.
- [Ban06] Banerjee, S., Tewari, R., Dey, G.K. (2006) *Omega phase transformation – morphologies and mechanisms*, International Journal of Materials Research, vol. 97 n° 7, p. 963-977.
- [Ban94] Bania, P.J. (1994) *Beta titanium alloys and their role in the titanium industry*, The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society (TMS), vol. 46, p. 16-19.
- [Ban13] Banerjee, D., Williams, J.C. (2013) *Perspectives on Titanium Science and Technology*, Acta Materialia, vol. 61 (3), p. 844-879,
- [Bla71] Blackburn, M.J., Feeney, A. (1971) *Stress-induced transformations in Ti-Mo alloys*, Journal of the Institute of Metals, 99, p. 132-134.
- [Bor73] Borie, B., Sass, S. L., Andreassen, A. (1973) *The short-range structure of Ti and Zr b.c.c. solid solutions containing the ω phase. II. Solution of the structure determination*, Acta Crystallographica Section A, 29 (6), p. 594-602.
- [Bro55] Brock, E.G. (1955) *Field-emission microscopy of an allotropic transformation: α - β titanium*. Physcial Review 100 n°6 p.1619-1626

- [Cas16] Castany, P. Yang, Y., Bertrand, E. et al. (2016) *Reversion of a Parent {130}{310} α'' Martensitic Twinning System at the Origin of {332}{113} β Twins Observed in Metastable β Titanium Alloys*, Physical Review Letters, vol. 117 n° 24, 245501.
- [Chr95] Christian, W., Mahajant, S. (1995) *Deformation twinning*, Progress in Material Science, 39 p. 1-157
- [Com10] Combres, Y.(2010). *Propriétés du titane et de ses alliages*. Techniques de l'Ingénieur M4780
- [Com13] Combres, Y.(2013). *Traitements thermiques des alliages de titane*. Techniques de l'Ingénieur M1335
- [Cre11] Cremasco, A., Andrade, P.N., Contieri, R.J., et al. (2011), *Correlations between aging heat treatment, w phase precipitation and mechanical properties of a cast Ti-Nb alloy*, Materials and Design, 32 (4), p. 2387-2390.
- [Dan19] Danard, Y. (2019) *Développement d'alliages de titane "transformables par déformation" : étude des relations microstructure/propriétés mécaniques*, Thèse, Université PSL.
- [DeF71] De Fontaine, D., Paton, N.E., Williams, J.C. (1971) *The omega phase transformation in titanium alloys as an example of displacement controlled reactions*, Acta Metallurgica, vol. 19 n°11, p.1153-1162.
- [DeG76] De Gélas, B., Armand, M., Séraphin, L. et al. (1976). *Titane et alliages de titane*. Techniques de l'Ingénieur M557.
- [Due82] Duerig, T.W., Terlinde, G.T., Williams, J.C. (1982) *The w phase reaction in titanium alloys*, Proceedings of the International Conference on Titanium, 4, p. 1299-1308.
- [Fou18] a.foucault.free.fr/macle.htm , Site internet (en date du 25 novembre 2020), A. Foucault Professeur émérite au Muséum national d'histoire naturelle
- [Fro54] Frost, P.D., Parris, W.M., Hirsch, L.L., et al. (1954) *Isothermal transformation of Ti-Cr alloys*, Transactions of American Society for Metals, 46, p. 231-256.
- [Gar75] Garvie, R.C., Hannink, R.H., Pascoe, R.T. (1975) *Ceramic steel*, Nature, 258 (5537), p. 703-704.
- [Gle54] Glen, J.W., Puch, S.F. (1954) *The effect of phase transformation on the orientation of zirconium crystals*. Acta Metallurgica, 2(3), p.520-529.
- [Gro1000] Grosdidier, T., Philippe, M.J. (2000) *Deformation induced martensite and superelasticity in α/β -metastable titanium alloy*, Materials Science and Engineering A, 291, p. 218-223.
- [Gys74] Gysler, A., Lütjering, G., Gerold, V. (1974) *Deformation behavior of age-hardened Ti-Mo alloys*, Acta Metallurgica, 22, p.901-909.
- [Han0886] Hanada, S., Izumi, O. (1986) *Transmission electron microscopic observations of mechanical twinning in metastable beta titanium alloys*, Metallurgical Transactions A, vol. 17 n°8, p. 1409-1420.
- [Han1286] Hanada, S., and Izumi, O. (1986) *Deformation behaviour of retained beta phase in beta-eutectoid Ti-Cr alloys*. Journal of Materials Science, 21, p. 4131-4139.
- [Han85] Hanada, S., Ozeki, M., Izumi, O. (1985) *Deformation characteristics in β phase Ti-Nb alloys*, Metallurgical Transactions A, vol. 16 n°5, p. 789-795.
- [Hic69] Hickman, B.S. (1969) *The formation of omega phase in titanium and zirconium alloys: A review*, Journal of Materials Science, vol. 4 n° 6, p. 554-563.
- [Hon03] Hon, Y.H., Wang, J.Y., Pan, Y.N. (2003) *Composition/Phase Structure and Properties of Titanium-Niobium Alloys*, Materials Transactions – Japan Institute of Metals, vol. 44 n° 11, p. 2384-2390.
- [Hum48] Hume-Rothery, W. (1948) *Electrons, Atoms, Metals and Alloys*. Dover Publications.

- [Kim06] Kim, H.Y., Ikehara, Y., Kim, J.I., et al. (2006) *Martensitic transformation, shape memory effect and superelasticity of Ti-Nb binary alloys*, Acta Materialia, 54, p. 2419-2429.
- [Kua75] Kuan, T.S., Ahrens, R.R., Sass, S.L. (1975) *The stress-induced omega phase transformation in Ti-V alloys*, Metallurgical Transactions A, 6, p. 1767-1774
- [Kua76] Kuan, T.S., Sass, S.L. (1976) *The structure of a linear omega-like vacancy defect in Zr-Nb B.C.C. solid solutions*, Acta Metallurgica, vol. 24 n° 11, p. 1053-1059.
- [Lah14] Laheurte, P., Elmay, W., Prima, F. et al. (2014). *Titane et alliages - Des matériaux de choix pour les applications médicales*. Techniques de l'Ingénieur M4781.
- [Lai15] Lai, M. J., Tasan, C.C., Zhang, J., et al. (2015) *Origin of shear induced β to ω transition in Ti-Nb-based alloys*, Acta Materialia, 92, p. 55-63.
- [Lai16] Lai, M.J., Tasan, C.C., Raabe, D. (2016) *On the mechanism of 332 twinning in metastable β titanium alloys*, Acta Materialia, 111, p.173-186.
- [Li16] Li, T. et al. (2016) *New insights into the phase transformations to isothermal ω and ω -assisted α in near β -Ti alloys*, Acta Materialia, 106, p. 353-366.
- [Liu16] Liu, H., Niinomi, M., Nakai, M., et al.(2016) *Athermal and deformation-induced ω -phase transformations in biomedical beta-type alloy Ti-9Cr-0.2O*, Acta Materialia, 106, p. 162-170.
- [Liu17] Liu, H., Niinomi, M., Nakai, M., et al. (2017) *Deformation-induced ω -phase transformation in a β -type titanium alloy during tensile deformation*, Scripta Materialia, 130, p. 27-31.
- [Liu98] Liu, Y., Xiang, H. (1998) *Apparent modulus of elasticity of near-equiatomic NiTi*, Journal of Alloys and Compounds, 270, p. 154-159.
- [Lüt07] Lütjering, G., Williams, J. C. (2007) Titanium, Springer.
- [Mar12] Martin, G. (2012) *Simulation numérique multi-échelles du comportement mécanique des alliages de titane bêta-métastable Ti5553 et Ti 17*, Thèse, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Mil18] Millet, Y. (2018, janvier). *Alliages de titane, classification et applications*. Cours de Mastère spécialisé « Design des Matériaux et des Structures » MINES ParisTech.
- [Moh77] Mohamed, H.A., Washburn, J. (1977) *Deformation behaviour and shape memory effect of near equi-atomic NiTi alloy*, Journal of Materials Science, 12 (3), p. 469-480.
- [Mor13] Morgeneyer, TF., Helfen, L., Mubarak, H. et al. (2013) *3D Digital Volume Correlation of Synchrotron Radiation Laminography Images of Ductile Crack Initiation : An Initial Feasibility Study*, Experimental Mechanics, vol. 53 n° 4, p; 543-556.
- [Mor72] Morniroli, J-P., Gantois, M. (1972) *Etude des martensites α' et α'' des alliages titane-niobium*, Comptes rendus hebdomadaires des séances de l'Académie des sciences, 275, p. 869-871
- [Mot58] Mott, S. NF., Jones H. (1958) *The theory of the properties of metals and alloys*. New York: Dover Publications
- [Nej16] Nejezhlebová, J. Janovská, M., Seiner, H., et al. (2016) *The effect of athermal and isothermal ω phase particles on elasticity of β -Ti single crystals*, Acta Materialia, 110, p. 185-191.
- [Nic96] Nicotra-Barbe, A.M. (1996) *Transformations de phase et mécanismes de déformation dans les alliages de titane beta*. Thèse, Université de Metz.
- [Ohm01] Ohmori, Y., Ogo, T., Nakai, K., et al. (2001) *Effects of ω -phase precipitation on $\beta \rightarrow \alpha$, α' transformations in a metastable β titanium alloy*, Materials Science and Engineering A, vol. 312 n° 1, p. 182-188.
- [Par07] Paradkar, A.G., Kamat, S.V., Gogia, A.K., et al. (2007) *Various stages in stress-strain curve of Ti-Al-Nb alloys undergoing SIMT*, Materials Science and Engineering A, 456 (1-2), p. 292-299.

- [Par08] Paradkar, A.G., Kamat, S.V., Gogia, A.K., et al. (2008) *Effect of Al and Nb on the trigger stress for stress-induced martensitic transformation during tensile loading in Ti-Al-Nb alloys*, Materials Science and Engineering A, 487 (1-2), p. 14-19.
- [Pat94] Patoor, E., Berveiller, M. (1994) *Technologie des alliages à mémoire de forme*, Hermès.
- [Pri00] Prima, F., *Etude métallurgique d'un nouvel alliage de titane β -métastable*, Thèse, Université de Rennes, 2000
- [Rah83] Rahman, SMM. (1983) *The role of the electrons-per-atom ratio in the structural stability of certain binary alloys*. Journal of Physics F: Metal Physics vol. 13 p. 303-309
- [Ric64] Richman, R.H. (1964) *The diversity of twinning in body centred cubic structures*, TMS-AIME Conference, Deformation Twinning.
- [San75] Sanchez, J.M., De Fontaine, D. (1975) *Model for Anomalous Self-Diffusion in Group- IV B Transition Metals*, Physical Review Letters, vol. 35 n° 4, p. 227-230.
- [Sér65] Séraphin, L. (1965) *Réponse des alliages de titane aux traitements thermiques*. Mémoires scientifiques, Revue de métallurgie, vol. 62 n° 4, p.291.
- [Sun13] Sun, F., Zhang, J.Y., Marteleur, M., et al. (2013) *Investigation of early stage deformation mechanisms in a metastable β titanium alloy showing combined twinning-induced plasticity and transformation-induced plasticity effects*. Acta Materialia, 61, p. 6406-6417.
- [Tay26] Taylor, G.I., Elam, C.F. (1926) *The Distortion of Iron Crystals*, Proceedings of the Royal Society A - Mathematical, Physical and Engineering Sciences, vol. 112 n° 761, p. 337-361.
- [Tek15] Tekoğlu, C., Hutchinson, J.W., Pardoën, T. (2015) *On localization and void coalescence as a precursor to ductile fracture*, Philosophical Transactions of the Royal Society A, 373 (2038), 20140121.
- [Timet] www.timet.com (en date du 25 novembre 2020)
- [Tob14] Tobe, H., Kim, H.Y., Inamura, T., et al. (2014) *Origin of 332 twinning in metastable β -Ti alloys*, Acta Materialia, 64, p. 345-355.
- [Ver01] Vermaut, P., Portier, R. (2001) *Les alliages à mémoire de forme*, Microscopie des défauts cristallins.
- [Wan15] Wang, X.L., Li, L., Mei, W., et al. (2015) *Dependence of stress-induced omega transition and mechanical twinning on phase stability in metastable β Ti-V alloys*, Materials Characterisation, 107, p. 149-155.
- [Wel93] Welsch, G., Boyer, R., Collings, E.W. (1993) Materials Properties Handbook: Titanium Alloys. ASM International, 1169 pages.
- [Wil71] Williams, J.C., Hickman, B.S., Leslie, D.H. (1971) *The effect of ternary additions on the decomposition of metastable beta-phase titanium alloys*, Metallurgical Transactions, 2, p. 477-484.
- [Wil72] Williams, J.C. (1972) *Kinetics and phase transformation - Critical review*, Proceedings on the 2nd world conference on titanium, p. 1433-1494.
- [Wu14] Wu, S.Q., Ping, D.H., Yamabe-Mitarai, Y., et al. (2014) *{112}<111> Twinning during ω to body-centered cubic transition*, Acta Materialia, 62, p. 122-128.
- [Xin08] Xing, H., Sun, J. (2008) *Mechanical twinning and omega transition by {111} {112} shear in a metastable β titanium alloy*, Applied Physics Letters, vol. 93 n°3, 031908.
- [Yan18] Yang, Y., Castany, P., Bertrand, E., et al. (2018) *Stress release-induced interfacial twin boundary ω phase formation in a β type Ti-based single crystal displaying stress-induced α'' martensitic transformation*, Acta Materialia, 149, p. 97-107.
- [You74] Young, M., Levine, E., Margolin, H. (1974) *The Aging Behavior of Orthorhombic Martensite in Ti-6-2-4-6*, Metallurgical Transactions, 5, p. 1891-1898.

- [Zhe16] Zheng, Y., Williams, R.E.A., Wang, D., et al. (2016) *Role of ω phase in the formation of extremely refined intragranular α precipitates in metastable β titanium alloys*, Acta Materialia, 103, p. 850-858.

Chapitre 2 :

Les alliages de titane TRIP/TWIP :

de la genèse aux mécanismes de

déformation et de rupture

Ce chapitre se concentre sur la présentation de la famille des alliages de titane transformables par déformation aussi appelés TRIP/TWIP. Après avoir présenté les conséquences des effets TRIP et TWIP sur les propriétés mécaniques, la méthode de conception de cette famille d'alliages est détaillée.

Ensuite, une revue des différents alliages TRIP/TWIP et des résultats déjà existants sur chacune des catégories est présentée. Cette revue permettra, pour le groupe des alliages de base Ti-Cr dont fait partie l'alliage de notre étude, de rassembler des données importantes qui seront utiles à la discussion des chapitres suivants.

I. Présentation générale des alliages de titane transformables par déformation

Comme présenté dans le chapitre 1, les alliages de titane β -métastables présentent, selon leur composition chimique, des mécanismes de déformation tels que la précipitation sous contrainte et le maclage mécanique. Ces deux modes de déformation produisent les effets appelés TRIP (Transformation Induced Plasticity) et TWIP (TWinning Induced Plasticity) respectivement. Lorsqu'un alliage de titane présente un ou les deux effets, il est appelé alliage transformable par déformation ou plus communément alliage TRIP/TWIP, car ces mécanismes contrôlent partiellement le comportement en déformation (plastique) de l'alliage. Cette étude porte sur un alliage β -métastable Ti-8.5Cr-1.5Sn (%mass.) qui présente à la fois des effets TRIP et TWIP, mis en évidence dans une étude précédente pour des conditions de chargement quasi-statiques [Bro17]. Il paraît donc important de présenter ici les particularités microstructurales et mécaniques de chacun des effets ainsi que la genèse et les résultats importants acquis dernièrement sur ce groupe d'alliages TRIP/TWIP.

I.1. Effets TRIP/TWIP : plasticité induite par transformation de phase et par maclage

I.1.a. L'effet TRIP

Le rôle de l'effet TRIP sur les propriétés mécaniques des alliages TRIP/TWIP n'est aujourd'hui pas complètement compris. Le déclenchement de la transformation martensitique sous contrainte abaisse la limite d'élasticité (cission critique faible) et permet d'augmenter la ductilité des alliages [Dan19]. Nous supposons que par la présence d'interfaces, l'effet TRIP peut induire un effet composite (lié au contraste mécanique entre les deux phases) par la présence de dislocations d'accommodation aux interfaces. Toutefois, Lai *et al.* [Lai16] ont montré que les dislocations traversaient facilement cette phase martensitique. Elle ne constitue donc pas toujours un obstacle très efficace. Récemment une étude [Dan19] a caractérisé la martensite comme la phase « molle », par rapport aux phases β et ω , qui permet de conserver des taux de déformation élevés, au détriment de la dureté du matériau ($Rp_{0.2}$ et Rm).

La courbe de traction d'un alliage présentant l'effet TRIP présente une allure caractéristique (Figure 2.1).

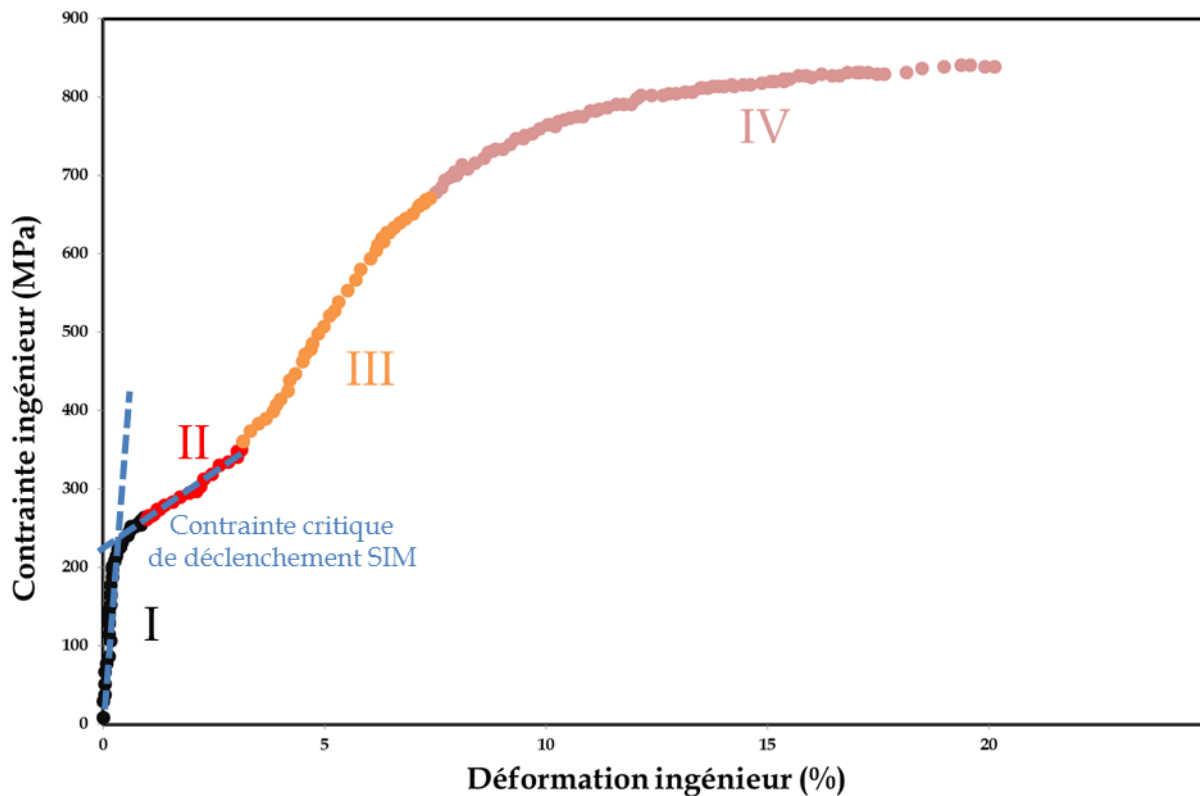


Figure 2.1 - Courbe contrainte-déformation ingénieur d'un alliage Ti-10V-2-Fe-3Al (% mass., mise en solution finale 820 °C, 1h, suivi d'une trempe eau) d'après [Bha06]

Cette courbe contrainte/déformation peut être découpée en quatre parties (numérotées I à IV sur la Figure 2.1) et est caractérisée par deux paliers de contrainte.

- Étape I : déformation élastique (Figure 2.2.a).
Lors de cette étape, la déformation est purement élastique si la microstructure initiale est entièrement β , ou pseudo-élastique si la microstructure β contient de la martensite α'' induite lors de la trempe [Liu98] [Vai99] ;
- Étape II : transformation induite sous contrainte (Figure 2.2.b)
Ce premier plateau correspond à la transformation $\beta \rightarrow \alpha''$ et/ou à la réorientation de la martensite présente initialement dans la microstructure [Liu98] [Moh77] et permet de déterminer la contrainte critique de déclenchement de la transformation martensitique par intersection des tangentes du domaine élastique et du plateau de déformation martensitique (voir « Contrainte critique de déclenchement SIM » sur Figure 2.1). Dans le cas d'une réorientation des variants, ce palier est plat (il s'agit de la croissance de la martensite assistée par déformation ou strain-assisted martensite), tandis que dans le cas où la martensite est induite sous contrainte, ce palier présente une augmentation graduelle de contrainte avec une augmentation de la déformation [Liu89] ;
- Étape III : déformation élastique de $\alpha'' + \beta$
Les mécanismes mis en jeu lors de cette étape divergent suivant les auteurs. Pour certains [Moh77] [Per74] [Vai99] il s'agit de la déformation élastique de la martensite formée à l'étape II. Paradakar *et al.* [Par07] mentionnent également l'absence de bandes de glissement lors de cette étape ce qui prouve que la matrice β se déforme toujours

élastiquement elle aussi (Figure 2.2.c). En revanche pour Miyazaki *et al.* [Miy81] la réorientation de la martensite par rapport à la phase β parente s'ajoute à cette déformation élastique ;

- Étape IV : déformation plastique de $\alpha'' + \beta$ (Figure 2.2.d)
Ce deuxième plateau correspond à la déformation plastique de la martensite et de la matrice β car des études en microscopie électronique ont permis de mettre en évidence l'importante densité de dislocations engendrée lors de cette étape [Moh77] [Tad80] où de la martensite induite sous contrainte peut encore se former sous forme de plaquettes, afin d'accommoder la déformation macroscopique.

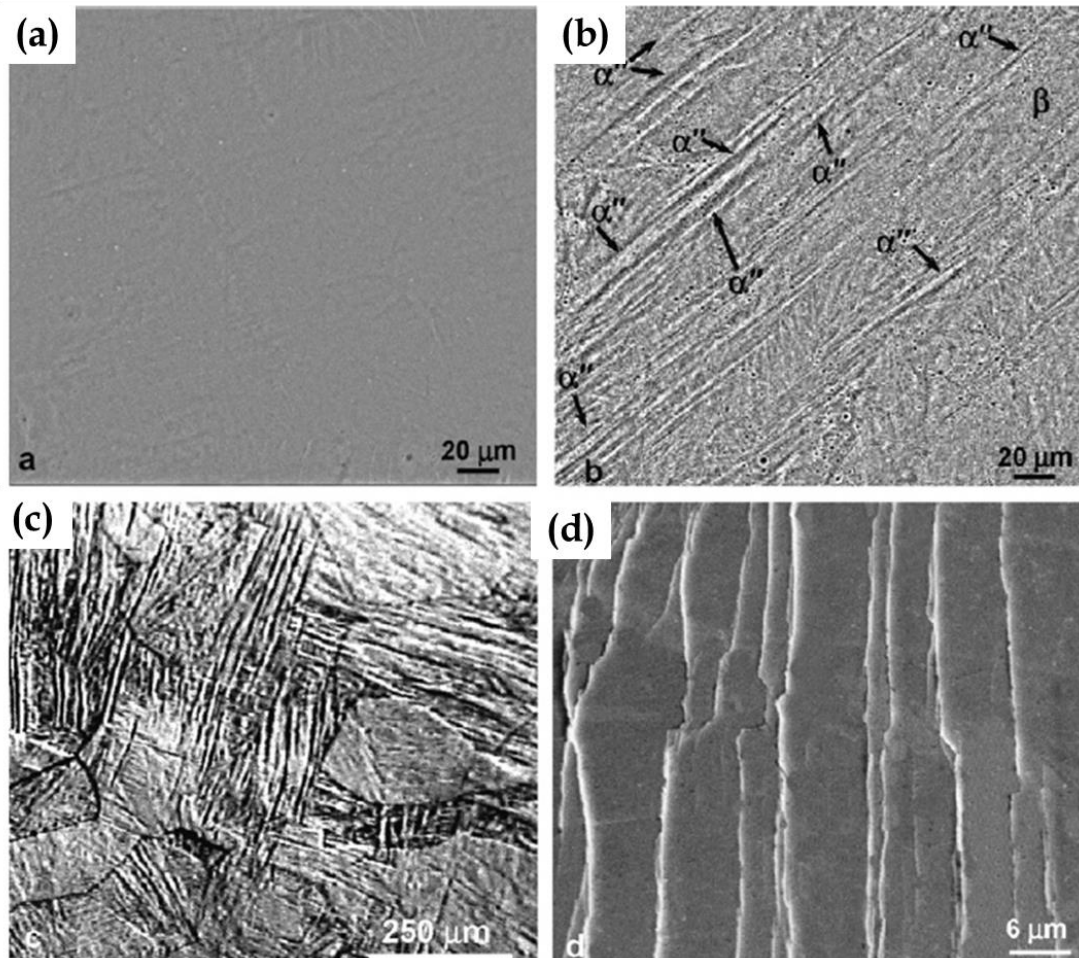


Figure 2.2 – Images MEB d’une éprouvette de traction d’alliage Ti-15Al-8Nb, essai interrompu à plusieurs taux de déformation : (a) région élastique : étape I ; (b) mise en évidence de la transformation martensitique $\beta \rightarrow \alpha''$ au début de l’étape II ; (c) mise en évidence de l’absence de bandes de glissement au cours de l’étape III; (d) au début de l’étape IV, montrant des bandes de glissement – [Par07]

I.1.b. L’effet TWIP

L’effet TWIP résulte du maillage mécanique qui apparaît lors de la déformation plastique. La formation et la croissance des macles vont permettre ici de réduire le libre parcours moyen des dislocations car les macles se présentent comme des obstacles très efficaces à leur mouvement (Figure 2.3). C’est l’effet « Hall-Petch dynamique ». Cet effet, d’abord étudié dans les aciers

[Bou01] [Gut11] a été mis en équation par Min *et al.* [Min13] afin d'exprimer l'évolution de la contrainte :

$$\sigma = \sigma_0 + \frac{K_1}{\sqrt{\lambda}} + K_2\sqrt{\rho} \quad (1)$$

Avec σ_0 la limite d'élasticité du matériau, λ le libre parcours moyen des dislocations et ρ la densité de dislocations.

L'équation (1) montre que la réduction du libre parcours moyen (et donc l'augmentation du deuxième terme de l'équation) couplée avec l'augmentation de la densité de dislocations lors de la déformation mènent à une forte augmentation de la contrainte, qui se traduit par un écrouissage prononcé.

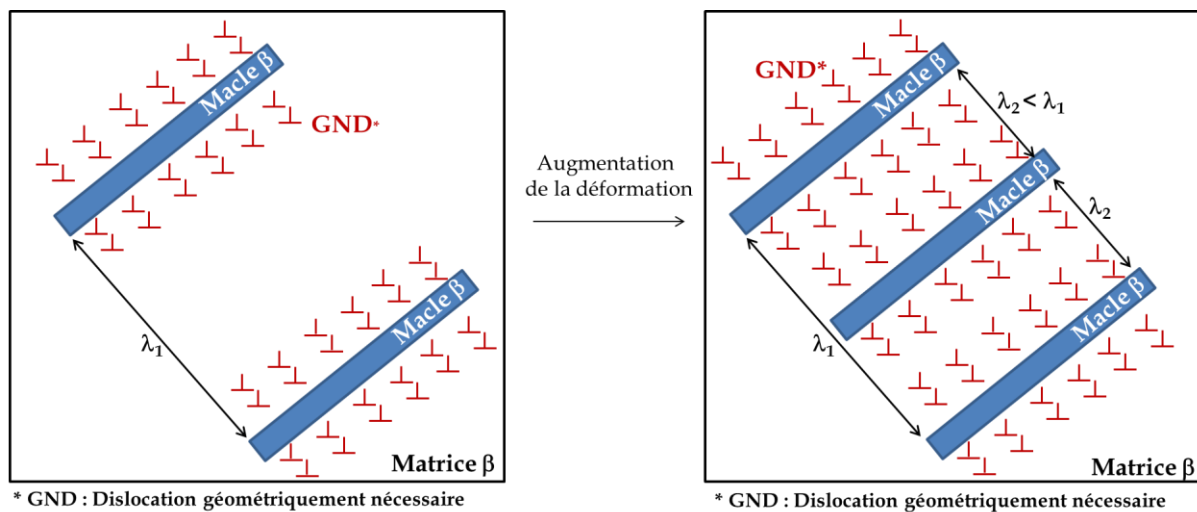


Figure 2.3 – Schéma illustrant la réduction du libre parcours moyen (λ) des dislocations avec l'augmentation de la densité de macles, d'après [Dan19]

De plus, l'effet TWIP va également induire un effet « composite », au même titre que l'effet TRIP. En effet, même si la macle et la matrice β sont de structures cristallines identiques, le titane présente une forte anisotropie (facteur d'anisotropie élastique maximum recensé dans un monocristal de titane : 3,42 [Wan18]). Cette anisotropie est à l'origine d'une différence de module d'élasticité entre la macle et la matrice qui va produire un contraste mécanique important, caractéristique de l'effet composite.

Contrairement à l'effet TRIP, le maclage mécanique ne peut pas se repérer d'une manière caractéristique sur la courbe de traction étant donné qu'il apparaît à tous les stades de déformation, hors domaine élastique. Néanmoins, nous verrons plus en détail dans la suite de ce chapitre qu'à la différence des macles des aciers TWIP, les macles des alliages de titane TWIP ont une grande capacité de déformation, à plusieurs échelles. L'effet TWIP est donc généralement à l'origine d'un écrouissage important pour les alliages de titane β .

La Figure 2.4 synthétise sous forme de schéma, la manifestation physique et les conséquences des deux effets TRIP et TWIP sur les propriétés mécaniques du matériau. Il est toutefois nécessaire de rappeler que le déclenchement de l'un ou l'autre des mécanismes de déformation dépend étroitement, pour les alliages de titane, de la stabilité de la phase β . L'obtention de propriétés mécaniques optimales pour ces alliages reposera sur le contrôle de la stabilité de la phase β et sur la compréhension de la synergie entre les deux effets.

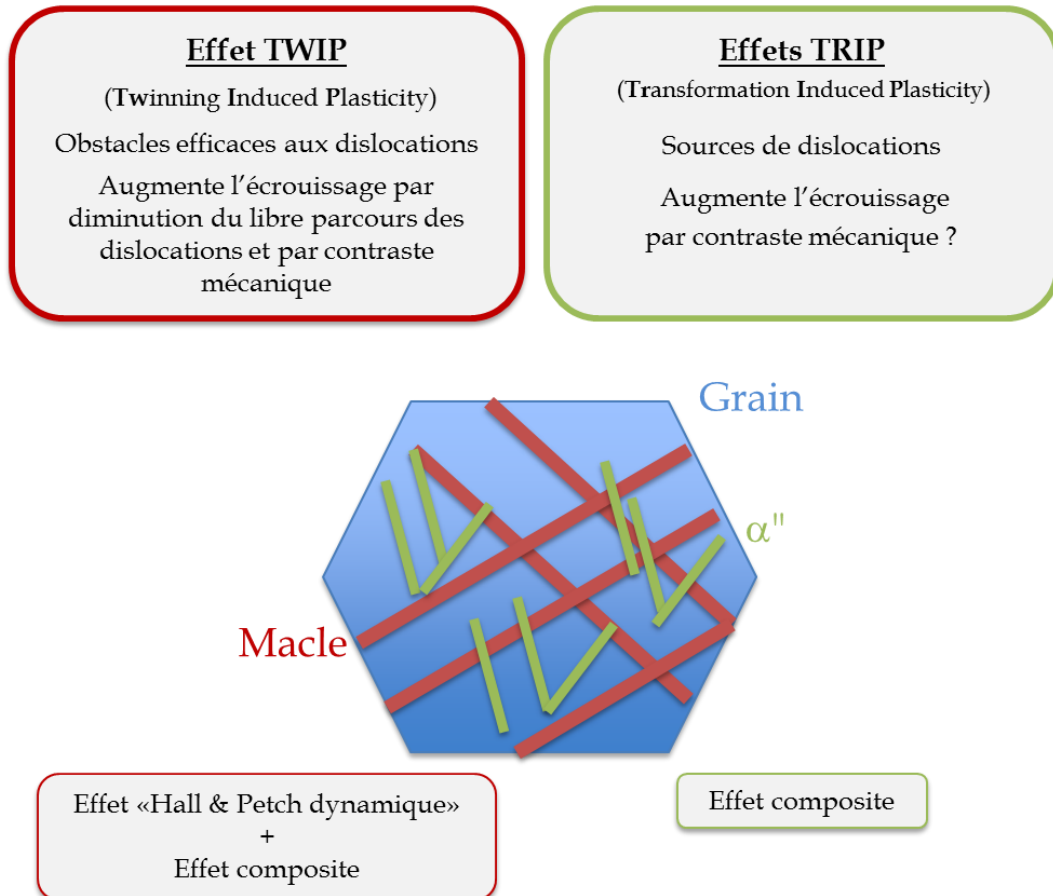


Figure 2.4 – Schéma récapitulatif des effets de la plasticité induite par maillage et par transformation de phase

I.2. Conception des alliages de titane TRIP/TWIP

Avant d'être transposés aux alliages de titane, l'obtention des effets TRIP/TWIP a été étudiée et optimisée sur les aciers. L'amélioration prometteuse d'un certain nombre de propriétés mécaniques (l'écrouissage en particulier), offerte par le déclenchement des effets TRIP/TWIP, a donc mené à une recherche de transposition de ces effets sur les alliages de titane grâce à une méthode de conception électronique appelée méthode Bo-Md. En effet, nous avons vu que les mécanismes de déformation déclenchés dépendent de la stabilité de la phase β . Nous avons également présenté, dans le chapitre 1, des critères de stabilité thermodynamiques : le Molybdène équivalent et le ratio « électrons de valence par atome ». Toutefois, ces deux critères de stabilité ne permettent pas de prédire de manière précise les mécanismes qui se déclencheront lors de la déformation car ils définissent des gammes trop larges, d'où la nécessité d'un autre modèle empirique pour une conception d'alliages plus robuste.

I.2.a. Méthode de conception électronique Bo-Md

Cette méthode appelée « d-electron alloy *design* », aussi appelée méthode des amas ou « Discrete-Variation »-X α , a été implémentée dans les années 1980 au Japon [Mor84], initialement pour le développement d'alliages de titane bas module (ex : Ti-Nb [Lai16]).

Cette méthode repose sur le calcul des orbitales moléculaires. La théorie sous-jacente à cette méthode étant très complexe [Ada78] [Ada91] [Mor88] [Sla74], nous ne développerons ici que le principe utile à la compréhension de la méthode de conception.

Considérons tout d'abord un modèle d'amas CC de 15 atomes, prenant en compte les premiers et seconds voisins, constitué uniquement d'atomes de titane (Figure 2.5.a). L'énergie des orbitales moléculaires à température ambiante est calculée, ce qui permet de remonter à l'énergie de cohésion et l'énergie moyenne des orbitales d de cette « molécule » de titane (qui signe la stabilité chimique de la maille CC), respectivement notées Bo et Md.

Ensuite, l'atome central du cluster CC est remplacé par l'élément d'alliage A étudié (Figure 2.5.b). Suivant les modifications créées par A dans la structure électronique de la maille CC (prise jusqu'au deuxième voisin), les paramètres Bo et Md sont à nouveau calculés sur le cluster, ce qui permet d'évaluer la perturbation introduite par chaque élément d'alliage potentiel, individuellement inséré dans le cluster.

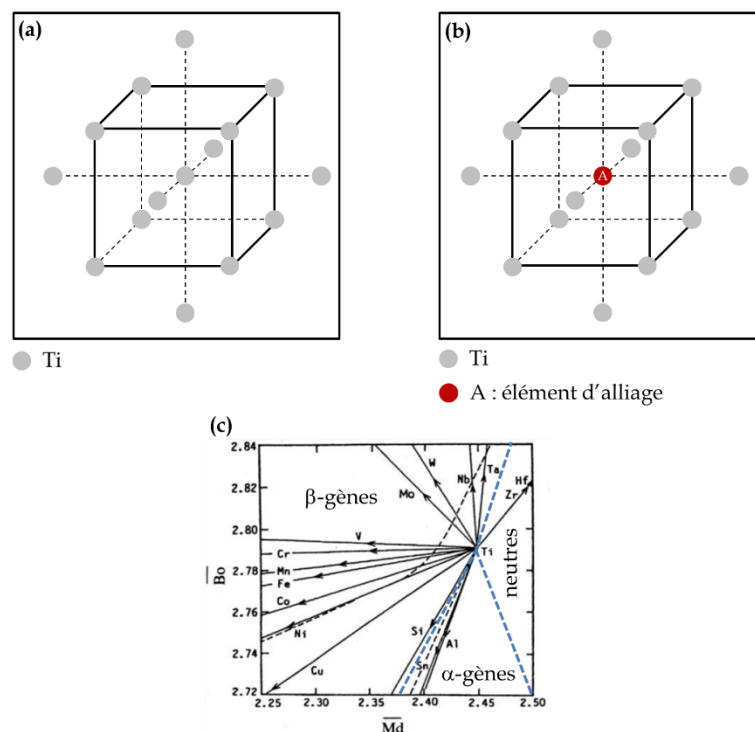


Figure 2.5 - Modèle d'amas d'une structure CC : (a) amas initial constitué uniquement d'atomes de titane et (b) amas avec introduction d'un élément d'alliage ; (c) Carte Bo-Md avec vecteur d'alliages – les lignes pointillées bleues délimitent les domaines d'éléments d'alliage ; d'après [Mor88]

Ces valeurs déterminées, un vecteur d'alliage par élément A testé est défini (Figure 2.5.c) sur une « carte de stabilité » Bo/Md. Leur direction est déterminée par les valeurs de (Bo) et (Md) définies ci-après. Leur norme est définie en fonction de la variation des valeurs (Bo) et (Md) par rapport au pourcentage de l'élément d'alliage A (si la perturbation précédemment calculée est grande, la norme du vecteur d'alliage sera grande). La carte de vecteurs d'alliages obtenue est superposée à une carte empirique délimitant différents modes de déformation (Figure 2.6.b)

Trois domaines correspondants à l'effet de chaque élément sur la phase β peuvent être délimités : les vecteurs des éléments α -gènes pointent en bas à droite de la carte, les vecteurs

des éléments β -gènes pointent vers la gauche de la carte et les vecteurs des éléments neutres pointent en haut à droite de la carte. Seul l'étain, élément neutre, ne suit pas cette règle. Avec l'hypothèse que cette méthode se transpose de 1 à n éléments d'alliage sans prise en compte des interactions entre éléments (donc par combinaison linéaire directe des vecteurs d'alliage), pour un alliage donné, $\overline{Bo}$ et $\overline{Md}$, des valeurs moyennes, sont déterminées grâce aux formules suivantes :

$$\overline{Bo} = \sum X_A \cdot (Bo)_A \quad (2)$$

$$\overline{Md} = \sum X_A \cdot (Md)_A \quad (3)$$

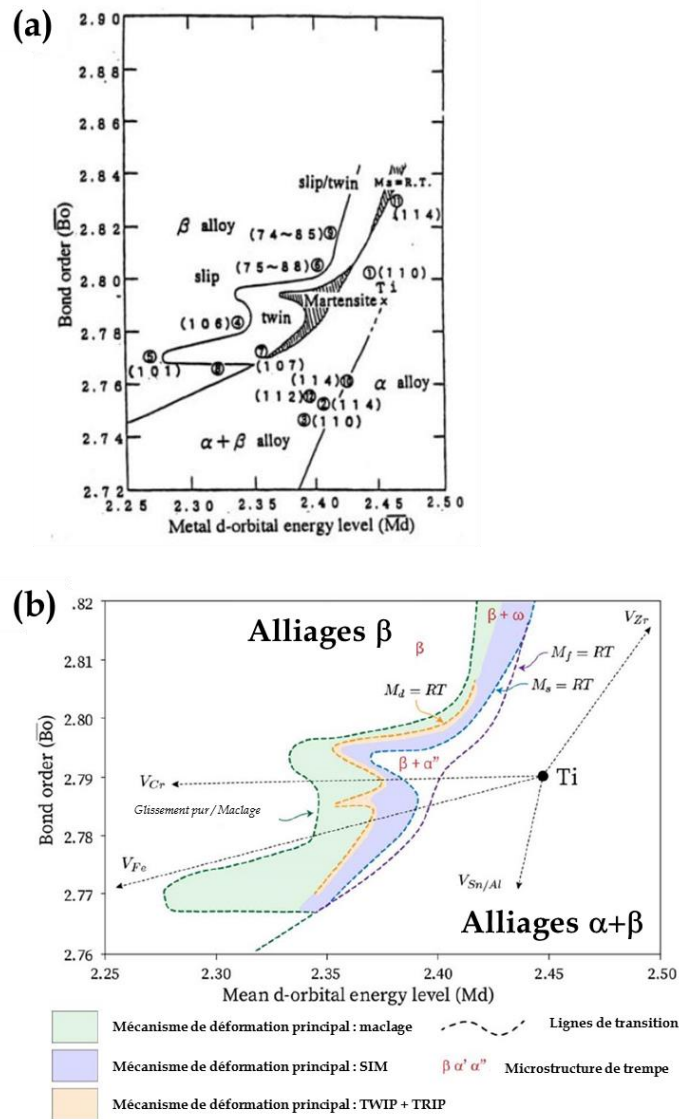
Avec X_A la fraction atomique de l'élément d'alliage A, $(Bo)_A$ et $(Md)_A$ les valeurs de l'amas binaire Ti-A, calculées par la méthode des amas.

Ces deux valeurs sont ensuite replacées sur une carte délimitant les domaines empiriques de stabilité mécanique des phases du titane et les zones d'activation de l'un ou l'autre des mécanismes de déformation. Ainsi les mécanismes de déformations potentiellement déclenchés dans l'alliage conçu sont déterminés, avec l'hypothèse que les valeurs (Bo) et (Md) décrivent à elles seules les effets TRIP et TWIP.

La Figure 2.6.a montre la première carte empirique de ce genre proposée par Morinaga *et al.* [Mor88] en 1988, où les paramètres électroniques sont superposés avec les modes de déformation observés expérimentalement. Cette carte constitue la première méthode semi-empirique pour la conception d'alliages de titane TRIP/TWIP.

D'autres auteurs [Abd06] [Kur98] ont ensuite étendu le domaine de (Bo) et (Md) de cette carte pour qu'elle s'adapte à des applications toujours plus variées et surtout industrialisables. Néanmoins, cet outil se base toujours sur des résultats de la littérature et comporte encore aujourd'hui des zones extrapolées et non vérifiées expérimentalement.

Ainsi, dans une démarche d'affinement de la précision de cette carte, plus communément appelée carte Bo-Md, le laboratoire de Métallurgie Structurale (MS) de l'Institut de Recherche de Chimie Paris (IRCP) propose une carte (Figure 2.6.b) avec les bornes $Bo \in [2,76 - 2,82]$ et $Md \in [2,25 - 2,47]$, qui correspondent à la zone d'instabilité de la phase β et ce, dans une perspective de conception d'alliages TRIP/TWIP industrialisables [Bro17].



**Figure 2.6 – (a) Première carte Bo-Md avec les zones de stabilité de phase et pour la phase β , les mécanismes de déformation déclenchés [Mor88]
(b) Carte Bo-Md remaniée d'après [Bro17]**

La ligne orange $M_d = RT$ (Room Temperature - Figure 2.6.b), ajoutée lors de la thèse de Cédrik Brozek à partir de données expérimentales de la littérature sur différents alliages [Bro17], représente de façon purement empirique le domaine dans lequel il est encore possible de former de la martensite sous contrainte à température ambiante. À gauche de la limite tracée en vert (Figure 2.6.b), se situe le domaine où le glissement des dislocations est prédominant. Ensuite le domaine de prédominance du maclage est encadré par les limites verte et orange, puis celui de la martensite induite sous contrainte se situe entre les frontières orange et bleue. Ainsi dans notre cas, il s'agit de concevoir des alliages dont les paramètres $\bar{B}\bar{o}$ et $\bar{M}\bar{d}$ se situent sur la ligne orange, qui seront donc susceptibles de présenter les deux modes de déformation grâce à l'instabilité contrôlée de la phase β . Cela permettra d'optimiser le compromis entre résistance mécanique, écrouissage et ductilité des alliages conçus, en maximisant la contrainte critique de formation de la martensite sous contrainte.

La première limite de cette méthode réside dans le fait que le modèle des amas ne considère que l'interaction Ti-A (avec A, un seul élément d'alliage) mais pas les interactions entre

éléments d'alliage. Cependant plusieurs travaux au laboratoire MS de l'IRCP [Bro16] [Bro17] [Sun13] ont validé cette méthode pour la conception de plusieurs alliages binaires, ternaires voire quaternaires. De fait, malgré des hypothèses très restrictives, les conclusions de cette méthode concordent avec les observations expérimentales. La validité de l'hypothèse simplificatrice peut s'expliquer par le fait que les alliages conçus restent des alliages « dilués » où la quantité totale d'éléments d'alliage reste faible (moins de 10% massique) et qu'en l'occurrence, il y a une probabilité limitée pour qu'ils interagissent très fortement entre eux. Un seul cas d'alliage haute entropie (donc non dilué) a été conçu grâce à cette méthode et rapporté par Lilensten *et al.* [Lil17].

De plus, ce modèle ne considère pas l'effet des éléments interstitiels, tels que l'oxygène ou l'azote, sur la stabilité de la phase β et donc sur les mécanismes de déformation déclenchés. Cela peut donc mener à des écarts entre prédictions de la carte Bo-Md et résultats expérimentaux, notamment lors de l'addition accidentelle d'oxygène lors d'un traitement thermique par exemple. En effet, un taux d'oxygène trop important diminue fortement la valeur de M_s et conduit alors à une suppression de l'effet TRIP.

Nous avons donc vu que la méthode Bo-Md, bien que reposant sur de fortes hypothèses, a permis la conception d'un nombre conséquent de compositions d'alliages. Il semble donc que cette méthode s'appuie sur des hypothèses valables, ce qui en fait une méthode robuste et plus efficace que la méthode purement empirique « essais-erreurs ». Couplée à des preuves de concept au niveau des propriétés mécaniques, elle a permis le développement de deux groupes d'alliages : les alliages base Ti-Mo et les alliages base Ti-Cr.

II. Les alliages de titane TRIP/TWIP déjà développés : propriétés chimiques et mécaniques

Cette partie propose une revue non-exhaustive des alliages TRIP/TWIP développés et des résultats importants au niveau de la compréhension des mécanismes de déformation. Cela constituera une capitalisation de données pertinentes sur lesquelles nous pourrions nous appuyer lors des discussions des chapitres suivants.

Les alliages de titane TRIP/TWIP sont ici classés en deux groupes étant donné la chronologie de leur conception. Les alliages base Ti-Mo ont été les premiers conçus puis les alliages base Ti-Cr ont émergés dans une perspective d'industrialisation des alliages TRIP/TWIP. Tous les alliages mentionnés sont placés sur la carte Bo-Md (Figure 2.29), en fin de chapitre.

II.1. Les alliages base Ti-Mo

II.1.a. Propriétés mécaniques

Les alliages binaires Ti-xMo ont été les premiers alliages TRIP/TWIP développés comme un alliage modèle pour établir la preuve de concept des propriétés d'alliages TRIP/TWIP conçus par la méthode Bo-Md. Le Ti-12Mo (%mass.) a été le premier alliage binaire étudié par Sun *et al.* en 2013 [Sun13], très rapidement suivi par le premier alliage ternaire Ti-9Mo-6W (%mass.) en 2015 [Sun15]. Ces alliages ont été développés grâce à la méthode Bo-Md présentée dans le paragraphe précédent et présentent la combinaison de propriétés mécaniques recherchées : un

taux d'écroutissage important et un allongement à rupture élevé par comparaison avec les alliages de titane traditionnels (Figure 2.7).

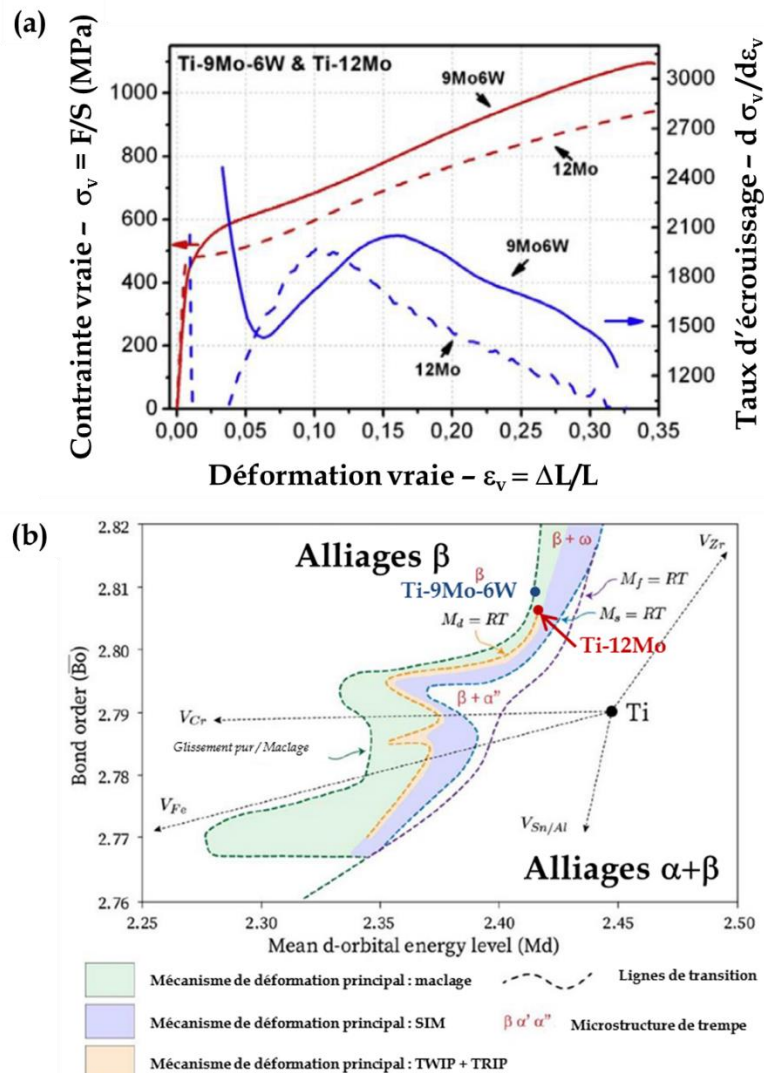


Figure 2.7 – (a) Courbes contrainte vraie – déformation vraie (rouge) et taux d'écroutissage (bleu) des alliages Ti-12 Mo et Ti- 9Mo-6W (%mass.), d'après [Sun15] ; (b) Carte Bo-Md avec pointage des deux compositions d'alliages mentionnées ci-avant, d'après [Bro17]

En plus des courbes contrainte-déformation, les courbes d'écroutissage des alliages Ti-12Mo et Ti-9Mo-6W présentent l'allure caractéristique de celle d'un alliage présentant un effet TRIP avec le saut d'écroutissage (« bosse ») aux déformations intermédiaires.

Notons que l'alliage Ti-9Mo-6W se situe sur le domaine où le mécanisme de déformation principal est le maillage d'après la carte Bo-Md (Figure 2.7.b), or Sun *et al.* [Sun15] ont mis en évidence l'apparition de l'effet TRIP dans cet alliage. Cela montre que la carte Bo-Md doit rester en constante évolution et les limites des domaines doivent être adaptées grâce aux observations empiriques. Ce travail ne sera pas réalisé ici car ce n'est pas le sujet de notre étude.

Si la méthode Bo-Md a facilité la conception des alliages TRIP/TWIP, d'autres auteurs avaient déjà commencé à les étudier avant la mise en place de la première carte Bo-Md en 1992. Ainsi Rack *et al.* [Rac74] étudient la ténacité d'un alliage de titane Beta-III (Ti-10,2Mo-6Zr-4,5Sn), avec

une microstructure ($\beta + \omega_{\text{ath}}$), à température ambiante et à température négative. Les valeurs de ténacité en fonction de la température sont répertoriées dans le Tableau 2.1.

Tableau 2.1 – Valeurs de ténacité d’un alliage Ti-10,2Mo-6Zr-4,5Sn sur une gamme de températures de -196 °C à 200 °C d’après [Rac74]

Température (°C)	Ténacité moyenne (MPa.m ^{0,5})
-196	43 ± 5
0	165 ± 20
24	173 ± 17
200	163 ± 18

Cet alliage, qui peut se déformer par maclage comme nous le verrons dans la partie suivante, possède une excellente résistance à la propagation de fissure, au vu des valeurs de ténacité élevées à partir de 0 °C et jusqu’à 200 °C. En effet, à titre de comparaison le TA6V présente une ténacité comprise entre 59 et 90 MPa.m^{0,5} [Wel93]. Remarquons également que la ténacité augmente entre -196 et 0 °C mais qu’elle varie peu au-dessus de cette température et sans corrélation claire avec l’augmentation de température. Nous pouvons donc déjà supposer qu’il existe une température intermédiaire entre -196 et 0 °C où les mécanismes de déformation changent probablement, ce qui entraîne une modification des propriétés mécaniques. Les mécanismes de déformation et les caractéristiques de la rupture observés sont détaillés dans les paragraphes suivants.

Enfin, plus récemment, Yao *et al.* [Yao19], ont étudié les propriétés en traction et la résilience de deux compositions d’alliage : Ti-15Mo et Ti-15Mo-1Fe (% mass.). Les propriétés extraites de ces essais sont rapportées dans le Tableau 2.2.

Tableau 2.2- Propriétés des alliages Ti-15Mo et Ti-15Mo-1Fe testés en traction et en résilience, et paramètres Bo-Md associés – d’après [Yao19]

Alliage (% mass.)	Rp _{0,2} (MPa)	Rm (MPa)	Allongement homogène (%)	Réduction d'aire à rupture (%)
Ti-15Mo	440 ± 2	701 ± 1	34 ± 1	84 ± 1
Ti-15Mo-1Fe	845 ± 2	845 ± 2	10* (0,2)	75 ± 1
Alliage (% mass.)	Résilience Charpy (J.cm ⁻²)		Bo	Md
Ti-15Mo	252 ± 10		2,812	2,408
Ti-15Mo-1Fe	64 ± 3		2,811	2,394

*Cette valeur de 10 % a été extraite de la courbe de traction associée et n’était pas écrite dans le tableau proposé par Yao *et al.* mais la valeur inscrite (0,2) nous a paru erronée au vu de la courbe de traction du Ti-15 Mo-1Fe et de l’autre valeur d’allongement, donnée pour le Ti-15 Mo.

Cette étude, à la fois à faible et grande vitesse de sollicitation, permet de mettre en évidence la difficulté d’optimiser plusieurs propriétés (certaines étant « mutuellement exclusives »). En effet, si l’ajout de fer à la composition du Ti-15Mo permet d’augmenter la limite d’élasticité et la résistance mécanique de l’alliage, il contribue également à la baisse de l’allongement homogène, de la réduction d’aire à rupture et de la résilience Charpy.

II.1.b. Mécanismes de déformation

Les expertises menées en microscopie sur les alliages Ti-12Mo [Sun13] et Ti-9Mo-6W [Sun15] par Sun *et al.* permettent de valider la méthode Bo-Md car elles confirment la présence de macles et de martensite sur des échantillons déformés à 5 %. Il est important de noter que les expertises des alliages TRIP/TWIP sont souvent menées sur des échantillons peu déformés car l'importante quantité de macles générée rend très vite l'analyse des mécanismes de déformation complexe. Ces expertises, menées à la fois au MEB (Figure 2.8.a et b) et au MET (Figure 2.8.c, d et e), mettent également en évidence une microstructure multi-échelles, où un mécanisme de maclage auto similaire (macles dans les macles – Figure 2.8.c) peut être observé, qui atteste de la grande capacité de déformation des macles dans les alliages de titane TRIP/TWIP, à l'inverse de celles des aciers TRIP/TWIP.

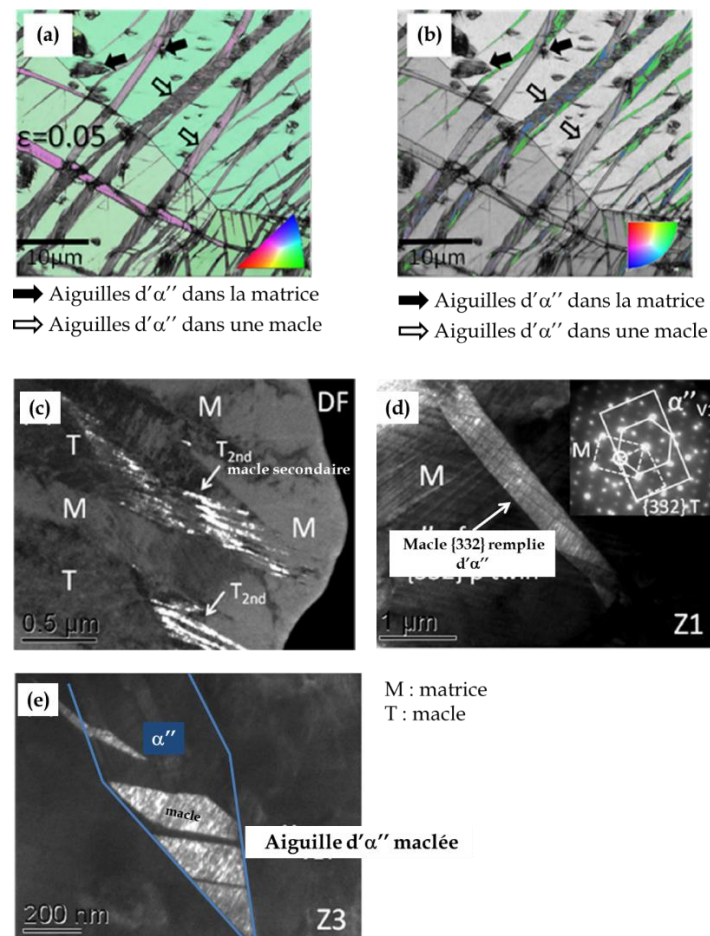


Figure 2.8 – Alliage Ti-12 Mo : (a)(b) Cartographies EBSD figure de pole inversée et Indice Qualité superposées montrant respectivement des macles $\{332\} \langle 11\bar{3} \rangle \beta$ et deux variants de martensite α'' à 5 % de déformation* ; (c)-(e) Images MET en champ sombre de microstructures multi-échelles, respectivement, maclage auto similaire, macle remplie de martensite et aiguille de martensite maclée* – *d'après [Sun13]

Grâce à ces premières études, un premier schéma de déformation a pu être proposé (Figure 2.9). En partant d'une microstructure initiale monophasée β (qui peut contenir des précipités nanométriques de phase ω_{ath}), la phase ω sous contrainte semble formée dès le début du domaine de déformation plastique puis tend à disparaître ensuite, à des taux de déformation plus élevés [Sun13]. Lorsque la contrainte augmente, des premières macles, principalement de type $\{332\} \langle 11\bar{3} \rangle$, et de la martensite induite sous contrainte apparaissent dans la matrice. C'est

ce que nous appellerons des macles et de la martensite primaires, elles sont formées directement à partir de la matrice β initiale. Ensuite, à des niveaux de contrainte et de déformation encore plus élevés, les macles peuvent elles aussi macler ou présenter de la martensite sous contrainte en leur sein. Nous qualifierons ces macles et ces précipités α'' de secondaires.

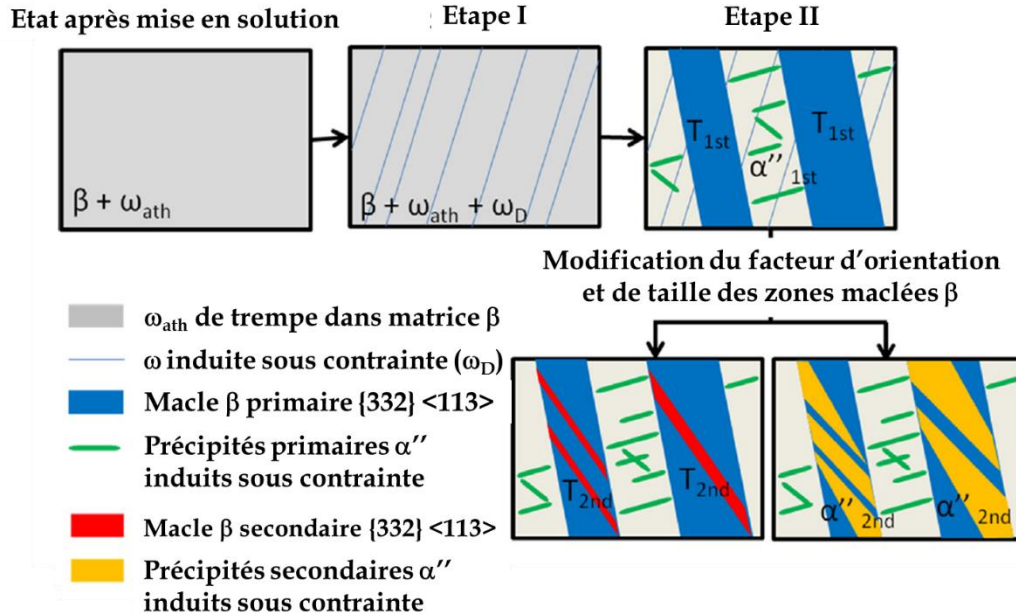


Figure 2.9 – Schéma illustrant l'évolution de la microstructure d'un alliage Ti-12Mo déformé en traction : la séquence d'activation des mécanismes de déformation est présentée depuis l'état après mise en solution jusqu'à la microstructure à des taux de déformation faibles (étapes I et II) – traduit d'après [Sun13]

Dans le cas des éprouvettes testées en ténacité, Rack *et al.* rapportent que le mode de déformation principal sur la gamme de température testée (-196 à 200 °C, pour rappel) est le maclage et qu'il n'est pas restreint à la zone proche de la zone de rupture, sans toutefois donner d'évolution de la densité des macles en fonction de la température. Des macles ont été observées, en microscopie optique sur éprouvette attaquée, bien en avant de la pointe de fissure. Cela peut s'expliquer car la vitesse de croissance des macles est de l'ordre de la vitesse du son dans le métal soit 6100 m.s⁻¹ dans le titane [Elc], ce qui est bien plus rapide que la vitesse de propagation d'une fissure ductile. Ceci constitue une information importante car cela indique que le maclage a lieu avant la propagation de fissure plutôt que comme une conséquence de celle-ci.

L'étude des mécanismes de déformation des alliages Ti-15 Mo et Ti-15Mo-Fe par Yao *et al.* [Yao19] sur les éprouvettes testées en résilience confirme le déclenchement du maclage pour ce type de sollicitation à plus grande vitesse, ce qui était un résultat jusqu'alors inconnu pour les alliages TRIP/TWIP. Nous verrons dans la partie II.2 que cette observation est aussi valable pour les alliages base Ti-Cr [Bro17]. Toutefois, les analyses EBSD menées près du faciès de rupture montrent une plus grande densité de macles pour le Ti-15Mo que pour le Ti-15Mo-1Fe (Figure 2.10.a et b). Or, les propriétés des alliages répertoriées dans le Tableau 2.2 montrent que l'écrouissage de l'alliage contenant du fer est nul, contrairement à celui sans fer qui est de 260 MPa environ. Cela laisse donc entrevoir une corrélation entre la densité de macles et la capacité d'écrouissage d'un alliage. Ce point sera détaillé dans la partie II.2.

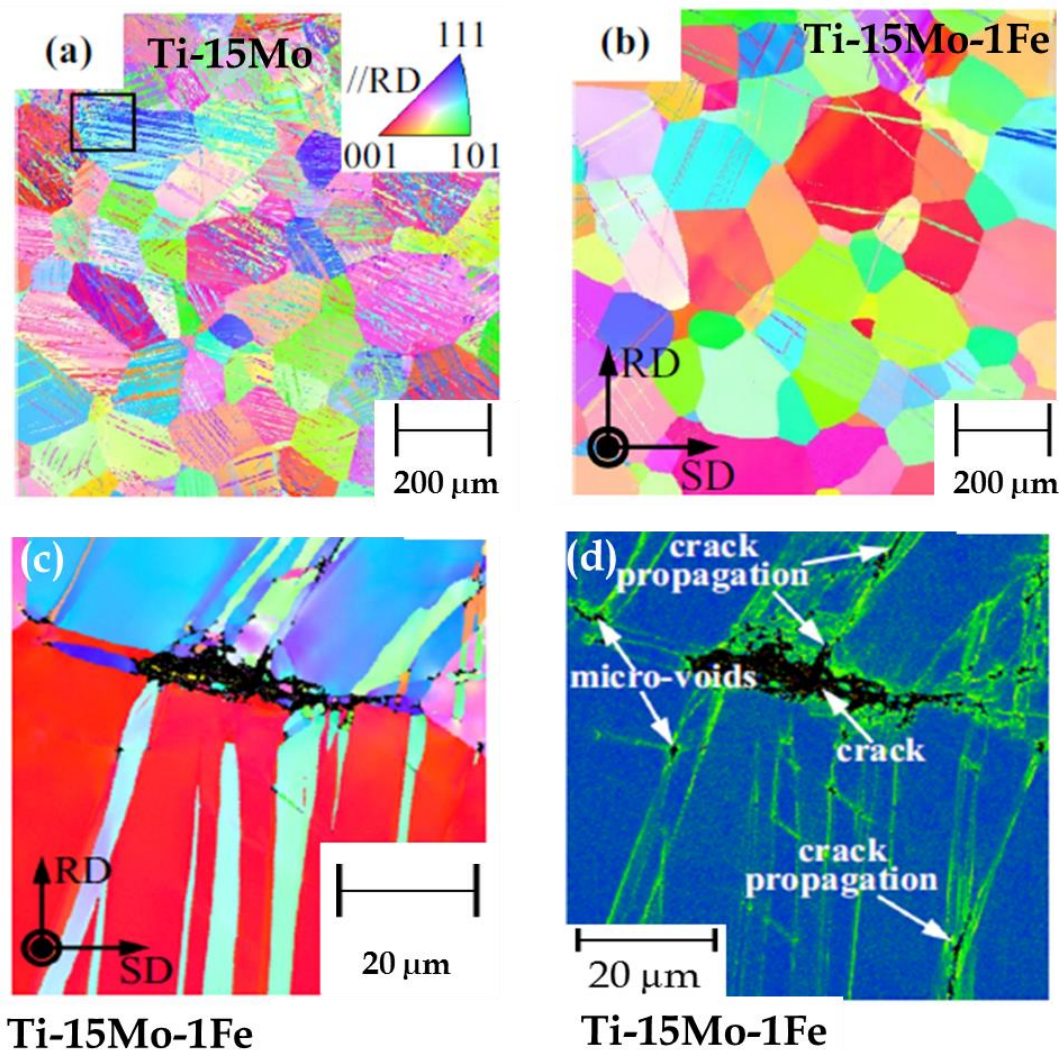


Figure 2.10 – Cartographies EBSD (a)(b) des éprouvettes Charpy de Ti-15Mo et Ti-15Mo-1Fe respectivement ; (c)(d) proche du faciès de rupture d'un alliage Ti-15Mo-1Fe, figure de poles inversée et KAM respectivement – d'après [Yao19]

Enfin, une dernière observation importante effectuée sur l'alliage Ti-15Mo-1Fe est la mise en évidence de fissures le long des joints de macles (Figure 2.10.c et d), ce qui a pour conséquence d'augmenter la longueur du chemin de fissuration et donc la résistance de l'alliage à la propagation de fissure.

II.1.c. Étude de la rupture

Comme cela a déjà été abordé dans le chapitre 1, la rupture des alliages β , et donc plus particulièrement celle des alliages de titane TRIP/TWIP, est encore à ce jour mal documentée et mal comprise. L'étude de la rupture sur les alliages base Ti-Mo permet donc de construire une première base d'observations et d'hypothèses sur la rupture de ce groupe d'alliages.

Les études de Sun *et al.* [Sun13] [Sun15] ne font pas état des faciès ou des mécanismes de ruptures des alliages étudiés. Une autre étude, de Hanada *et al.* [Han82], met en évidence grâce à des essais de traction, une rupture ductile à cupules pour les alliages Ti-15Mo-5Zr et Ti-15Mo-5Zr-3Al à l'état non vieilli (Figure 2.11.a), qui évolue vers une rupture en forme de « marches » pour des temps de vieillissement plus importants (Figure 2.11.b et c), pour

enfin terminer sur une rupture macroscopiquement fragile à cupules (voir chapitre 1) pour les temps de vieillissement les plus longs, associés donc à une précipitation de plus en plus importante de phase ω_{iso} (Figure 2.11.d) et à la disparition du maillage au profit du glissement des dislocations. Cela s'explique car la phase ω rejette les éléments β -gènes dans la matrice β , ce qui augmente la stabilité de la phase β et supprime donc le maillage. Le mécanisme de rupture lié au glissement des dislocations est donc observé.

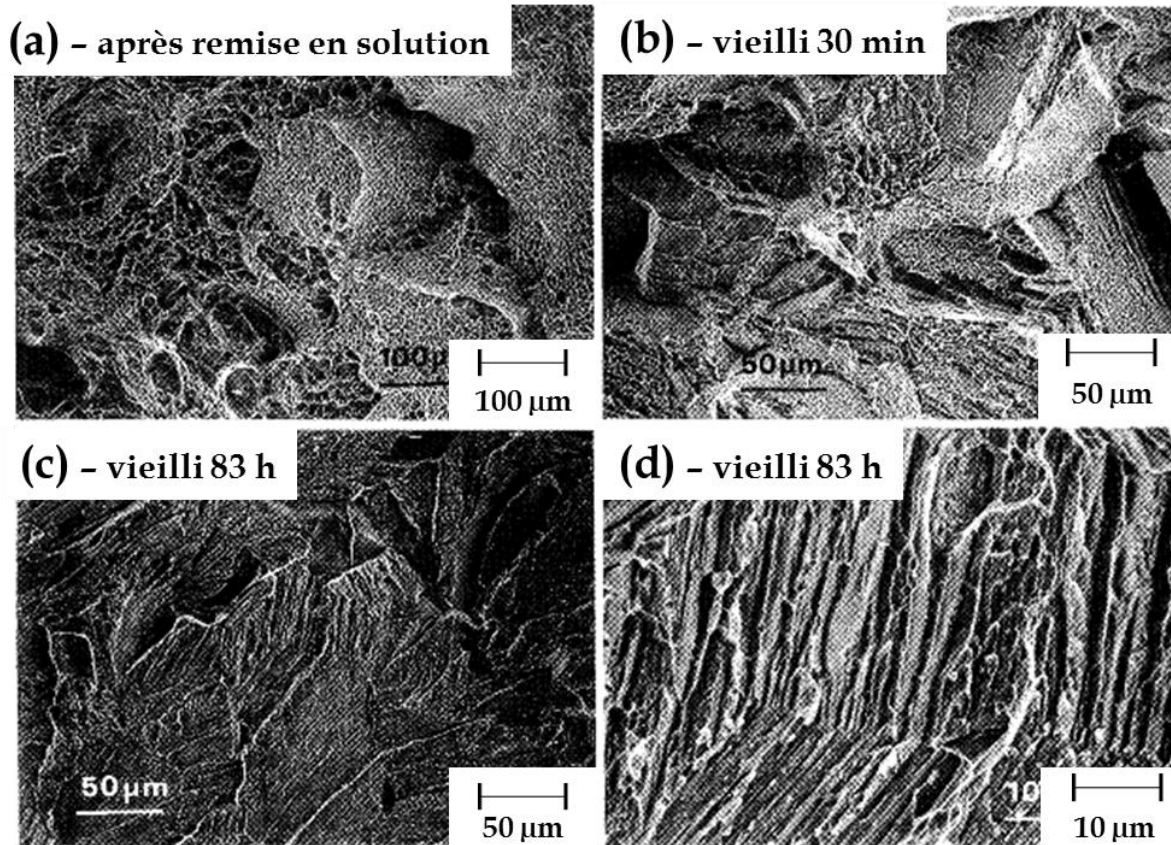


Figure 2.11 – Images MEB du faciès de rupture d'éprouvettes de traction d'un alliage Ti-15Mo-5Zr (a) après remise en solution ; (b)-(d) après vieillissement à 300 °C, 30 min et 83 h respectivement, pour plus de clarté les échelles ont été ajoutées à nouveau sur la figure – d'après [Han82]

Ils mettent également en évidence la présence de cavités au niveau de la zone de striction d'éprouvettes de traction rompues et propose donc un mécanisme de germination/croissance/coalescence de cavités menant à la rupture. Ils supposent donc que les macles produites lors de la déformation ne mènent pas à l'amorçage de fissures et ne sont pas un chemin préférentiel pour la propagation de fissure. En effet, aucune fissure n'est observée le long des joints de macles et les cavités germent aléatoirement, sans lien avec ces mêmes joints de macles.

Dans le cas d'essais de ténacité, Rack *et al.* [Rac74] recensent aussi des faciès de rupture à cupules quelle que soit la température de l'essai. Ils rapportent l'absence de transition ductile-fragile pour l'alliage Beta-III (microstructure initiale β) et observent que la baisse de ténacité est due à une rupture par cisaillement de plus en plus généralisée au fur et à mesure que la température décroît (Figure 2.12). Ces régions de rupture par cisaillement sont localisées, séparées par des crêtes de plasticité qui elles, rompent de manière plus classique, c'est-à-dire

par la formation de cupules. De plus, la distance entre ces crêtes de plasticité diminue avec la température.

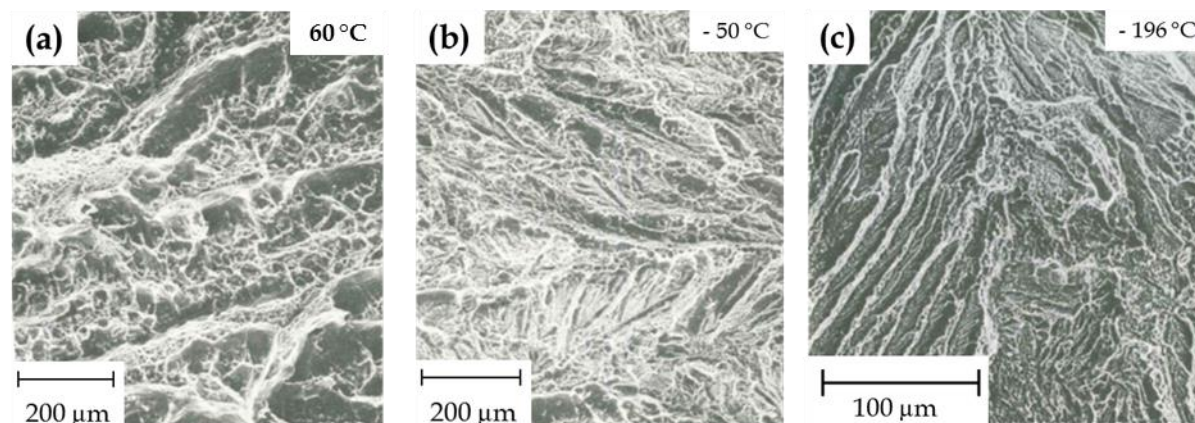


Figure 2.12 - Fractographies d'un alliage Beta-III testé en ténacité
à (a) 60 °C ; (b) -50 °C ; (c) -196 °C [Rac74]

Une observation importante peut alors être réalisée en mettant en relation les Figure 2.11 et Figure 2.12 des études [Han82] et [Rac74] : les faciès de rupture d'alliages vieillis, donc avec une quantité de phase ω plus importante, sont similaires aux faciès de rupture d'alliages non vieillis mais testés à température négative. Il semble donc y avoir une phénoménologie similaire des mécanismes de rupture dans ces deux cas.

L'étude sur le Beta-III [Rac74] mentionne également des concentrations de contrainte aux interfaces macle/macle et macle/joint de grains, qui pourraient servir de sites d'amorçage de rupture, ce qui diffère des observations émises par Hanada *et al.* [Han82]

Enfin, Yao *et al.* [Yao19] ont étudié les faciès de rupture des éprouvettes de traction et de résilience des alliages Ti-15 Mo et Ti-15Mo-1Fe. Des cupules allongées et fines ont été mises en évidence. Elles changent également de morphologie suivant la sollicitation ou la composition. Les cupules des éprouvettes de traction sont « fermées » de forme ronde ou ellipsoïdale (Figure 2.13.a et b). D'un autre côté, jusqu'à une distance de 3,5 mm à partir de l'entaille de l'éprouvette de résilience d'un alliage Ti-15Mo, les cupules ont une forme parabolique (Figure 2.13.c) et ne sont pas « fermées ». Cela indique que la croissance des cupules a été rattrapée par la propagation de fissure et que les cupules se sont donc formées juste en avant du front de fissure. Cette morphologie ne se retrouve pas sur le faciès de l'éprouvette Charpy Ti-15Mo-1Fe (Figure 2.13.d). D'une manière plus générale, Yao *et al.* indiquent un faciès de rupture composé de régions « fibreuses » et de lèvres de cisaillement pour le Ti-15Mo, alors que l'alliage Ti-15Mo-1Fe, qui présente une résilience beaucoup plus faible, présente un faciès seulement « fibreux ».

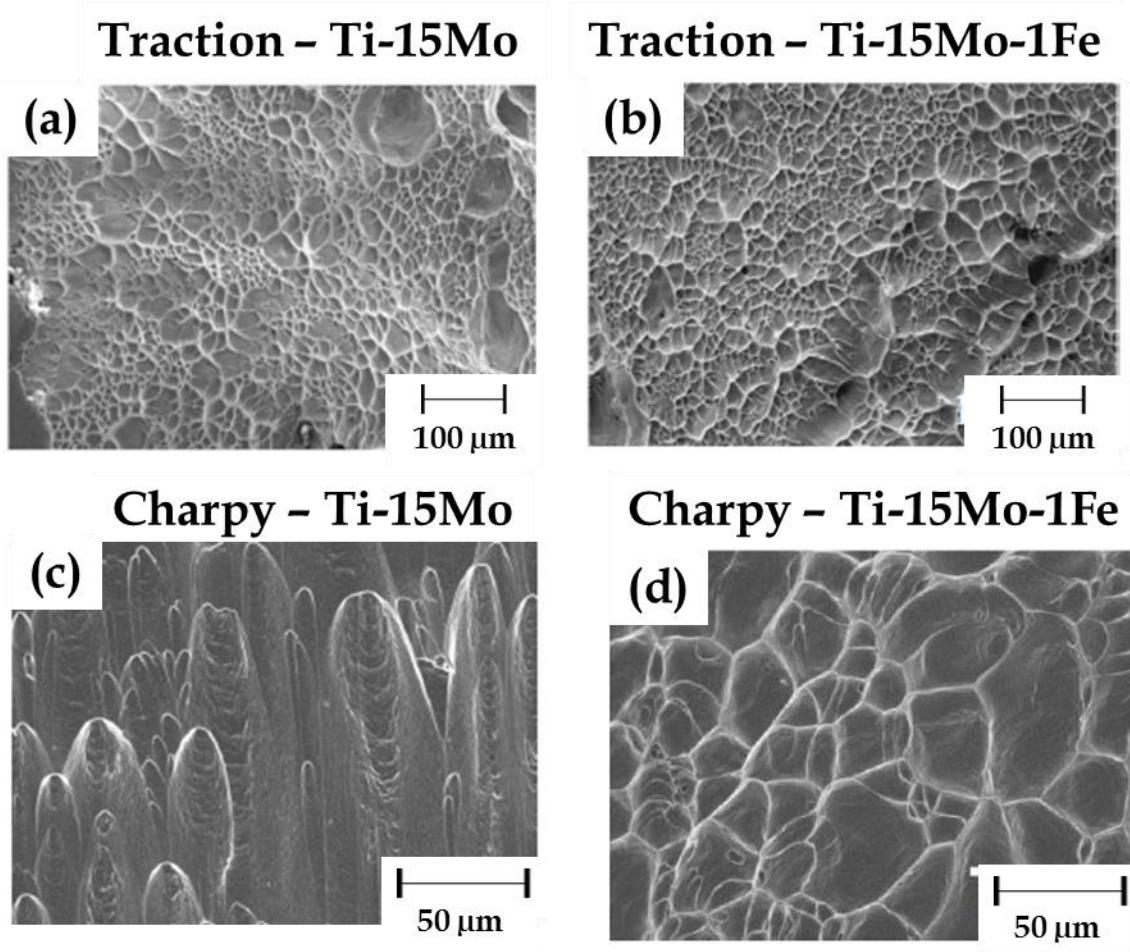


Figure 2.13 – Images MEB des faciès de rupture (a)(b) d'éprouvettes de traction de Ti-15Mo et Ti-15Mo-1Fe respectivement ; (c)(d) d'éprouvettes Charpy de Ti-15Mo à 1 mm et 3,5 mm de l'entaille respectivement – d'après [Yao19]

L'analyse des cupules faite par Yao *et al.* ne donne pas de comparaison quantitative des cupules entre les deux types d'essais et entre les alliages. Aussi nous avons comparé le diamètre des cupules, avec l'outil d'analyse d'objets du logiciel ImageJ, pour chaque alliage et pour chaque type d'essai, à partir d'une image MEB pour l'essai Charpy (Figure 2.13.c et d) et l'essai de traction (Figure 2.13.a et b). Le diamètre des cupules a été déterminé grâce à leur aire. La distribution de taille de cupules en fréquence cumulée est présentée sur la Figure 2.14. Ces mesures sont évidemment à modérer car elles s'appuient sur peu d'images par composition et dépendent aussi de la qualité de chaque image, dégradée lors de notre analyse, mais elles permettent néanmoins une comparaison relative entre les alliages.

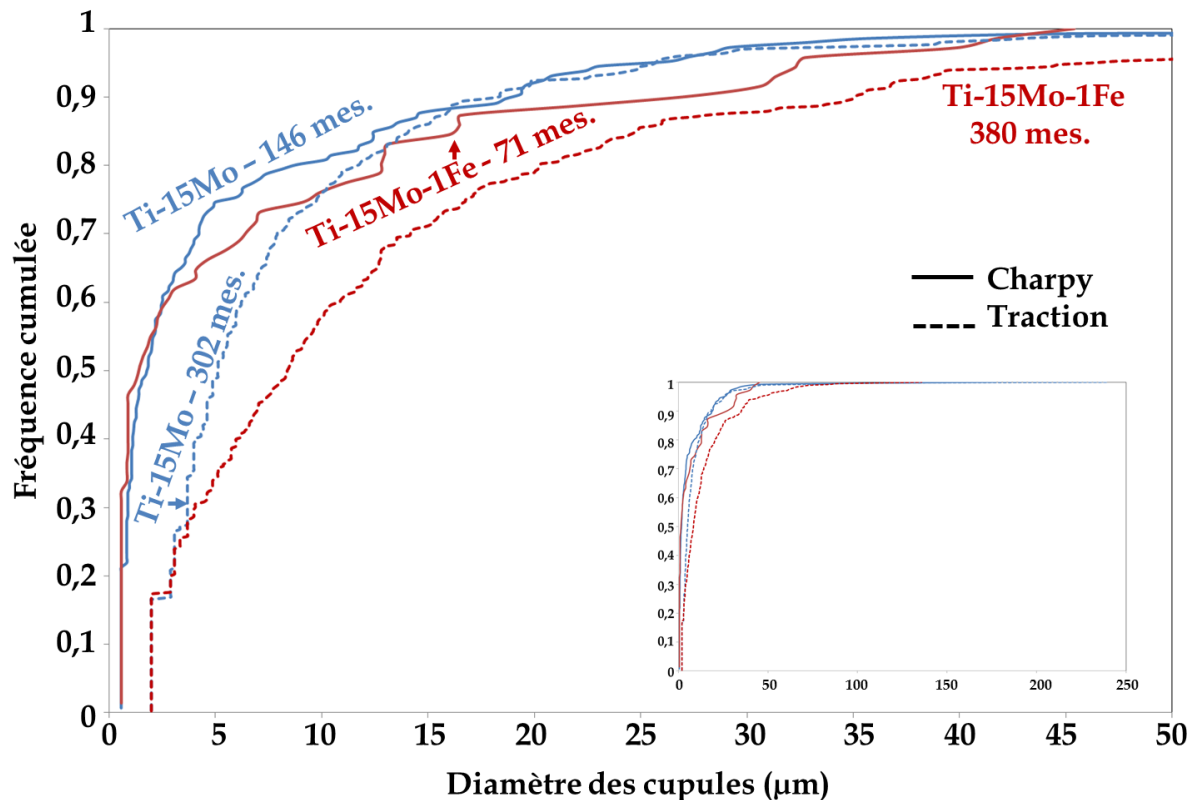


Figure 2.14 - Distribution de diamètre des cupules des alliages Ti-15Mo et Ti-15Mo-1Fe en fréquence cumulée pour une sollicitation en traction et en résilience, la distribution totale est affichée dans l'encart et le nombre de mesures reporté sur chaque courbe, d'après [Yao19]

L'ajout de fer conduit à des cupules plus grandes sur les faciès des éprouvettes de traction mais change peu la distribution de taille des cupules sur les faciès des éprouvettes de résilience. De plus pour une composition donnée, les cupules sont généralement plus grandes en traction que dans le cas de l'essai de résilience. Cela peut être dû à la vitesse de sollicitation qui est plus importante pour l'essai de résilience (10^2 s^{-1}) que pour l'essai de traction (10^{-4} s^{-1}). Nous ne pousserons pas plus les hypothèses étant donné l'imprécision des mesures effectuées.

II.1.d. Limites d'utilisation des alliages base Ti-Mo

Hanada *et al.* [Han82] référencent plusieurs auteurs [Car77] [Hid80] ayant étudié des alliages base Ti-Mo et qui observent des comportements très différents, à savoir l'apparition ou non de maclage selon les traitements thermiques effectués. Cela permet de pointer un des inconvénients des alliages Ti-Mo : la ségrégation du molybdène. En effet, en ségrégant à certains endroits de l'alliage, le molybdène va stabiliser localement la phase β qui va alors seulement se déformer par glissement de dislocations et générer une rupture plus précoce comme observé sur la Figure 2.11.d. A l'inverse, les zones appauvries en molybdène auront plus tendance à se déformer par précipitation sous contrainte, qui est le mécanisme qui intervient lorsque la stabilité de la phase β est la plus basse. De ce fait, un premier frein à l'utilisation industrielle des alliages TRIP/TWIP base Ti-Mo est ici mis en évidence.

À cela, s'additionnent la densité et le coût élevés du molybdène (et d'autres éléments souvent utilisés simultanément tel que le tungstène), qui limitent les applications où un compromis gain de masse/coût est recherché (aéronautique/automobile). Enfin, d'un point de vue de l'élaboration, le haut point de fusion du molybdène pose des problèmes lors de la fabrication

ou des (re)fusions de l'électrode. Face à ces inconvénients, la conception des alliages TRIP/TWIP a évolué en prenant en considération d'autres éléments d'alliage comme le chrome, afin d'évoluer vers une production industrielle plus robuste de ces alliages.

II.2. Les alliages base Ti-Cr

Le matériau de notre étude, que nous présenterons dans le chapitre 3, fait partie du groupe d'alliages base Ti-Cr. Plusieurs alliages de ce groupe ont fait l'objet d'études au laboratoire MS de l'IRCP [Bro17] [Dan19] et ont permis de mettre en évidence leurs propriétés mécaniques sous sollicitation quasi-statique et d'avancer dans la compréhension des mécanismes de déformation, même si de nombreuses questions subsistent toujours, notamment sur le mécanisme de formation des macles $\{332\}\langle 11\bar{3} \rangle$ et sur les paramètres de conception afin d'améliorer encore certaines propriétés mécaniques comme la limite d'élasticité.

Notre étude s'est concentrée sur un seul alliage afin de mieux comprendre les mécanismes de rupture et leur lien avec les mécanismes de déformations sous-jacents. Ainsi, nous nous appuyerons fortement sur les résultats démontrés pendant ces études précédentes, faute de temps pour reproduire les expériences qui ont mené à ces conclusions. De ce fait, cette partie a pour but de présenter un résumé des résultats majeurs de ces études et de la littérature.

II.2.a. Propriétés mécaniques en sollicitation quasi-statique

La première étude des mécanismes de déformation et de la rupture menée sur les alliages base Ti-Cr répertoriée dans la littérature date de 1986 par Hanada *et al.* [Han86]. Elle porte sur des alliages binaires Ti-Cr avec un pourcentage massique de chrome variant de 8 à 20 %. Chaque composition a été testée en traction à température ambiante et à -196 °C. Les évolutions de $R_{p0,2}$, R_m , de l'allongement à rupture et de la réduction de section en fonction du taux de chrome et de la température sont présentées sur la Figure 2.15.

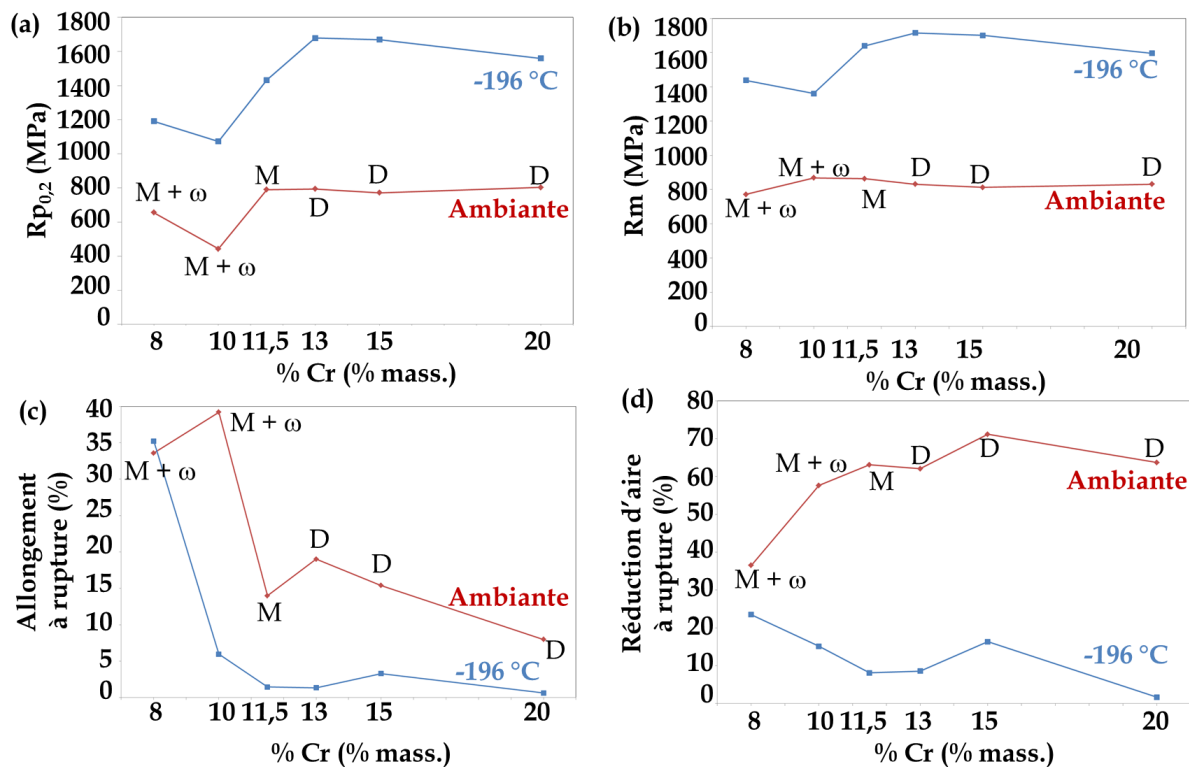


Figure 2.15 - Évolution des propriétés des alliages Ti-xCr en fonction du taux de chrome, pour des essais réalisés à température ambiante et à -196 °C :

(a) limite d'élasticité conventionnelle ; (b) résistance mécanique ; (c) allongement à rupture et (d) réduction d'aire à rupture – les mécanismes de déformation observés à l'ambiante sont annotés pour chaque composition ; M : maclage, ω : précipitation de phase ω sous contrainte, D : glissement de dislocations ; d'après [Han86]

Cette étude fournit des premières valeurs de propriétés pour un groupe d'alliages binaires, répertoriées dans le Tableau 2.3. Pour des taux de chrome de 8 et 10 %, qui sont des compositions TWIP, des taux d'écrouissage supérieurs au taux moyen de 80 MPa des alliages de titane conventionnels [Wel93] sont observés. Notons que l'augmentation du taux de chrome, élément β -gène, conduit à une forte variation des propriétés mécaniques mais qu'aucune corrélation particulière ne peut être faite pour chaque propriété. Nous verrons dans la partie II.2.c comment les mécanismes de déformation mis en jeu pour ces alliages peuvent expliquer les disparités observées.

Tableau 2.3 – Récapitulatif des propriétés des alliages Ti-xCr en fonction du taux de chrome, pour des essais réalisés à température ambiante et à -196 °C – d’après [Han86]

%Cr	Rp _{0,2} (MPa)		Rm (MPa)		Écrouissage (MPa)	
	26 °C	-196 °C	26 °C	-196 °C	26 °C	-196 °C
8	656	1191	771	1438	115	247
10	443	1073	868	1361	425	288
11,5	790	1432	864	1639	74	207
13	794	1679	831	1715	37	36
15	771	1669	813	1701	42	31
20	804	1560	831	1596	28	36
%Cr	Allongement à rupture (%)		Réduction d’aire à rupture (%)		Bo	Md
	26 °C	-196 °C	26 °C	-196 °C		
8	34	35	37	23	2,789	2,375
10	39	6	58	15	2,789	2,357
11,5	14	1	63	8	2,789	2,343
13	19	1	62	9	2,789	2,330
15	15	3	71	16	2,788	2,312
20	8	1	64	2	2,788	2,266

Hanada *et al.* rapportent donc d’importants résultats en température, peu disponibles dans la littérature des alliages TRIP/TWIP. Pour un taux de chrome donné, les propriétés liées à la ductilité de l’alliage (allongement et réduction d’aire à rupture) diminuent drastiquement avec la baisse de température. En revanche la limite d’élasticité, la résistance mécanique et l’écrouissage augmentent quand la température baisse.

Plus récemment, la première étude menée sur les alliages base Ti-Cr à l’IRCP, début 2013, a consisté à choisir quelques compositions d’alliages ternaires ou quaternaires grâce à la méthode Bo-Md, et à établir les preuves de concept, à savoir si ces alliages présentaient de bonnes propriétés mécaniques, s’agissant en particulier des propriétés d’écrouissage. Parmi l’ensemble des compositions testées, deux compositions ont été sujettes à une étude plus poussée (compositions nominales) : Ti-8,5Cr-1,5Sn et Ti-8,5Cr-1,5Al (% mass.). Ces deux compositions d’alliages sont placées sur la carte Bo-Md (Figure 2.17.a) ainsi qu’un alliage Ti-12Mo pour comparaison.

Ces deux alliages ont été tout d’abord élaborés au four à arc sous forme de boutons de 200 g par TIMET UK à Birmingham, afin de réaliser les preuves de concept sur les propriétés mécaniques. Les courbes de traction contrainte-déformation vraie et d’écrouissage sont présentées sur la Figure 2.16, par comparaison avec les courbes des alliages Ti-12 Mo et Ti-6Al-4V (%mass. - TA6V) qui est l’alliage $\alpha+\beta$ le plus commercialisé aujourd’hui. Un alliage Ti-10V-4Cr-1Al également présenté sur cette figure ne sera pas étudié ici.

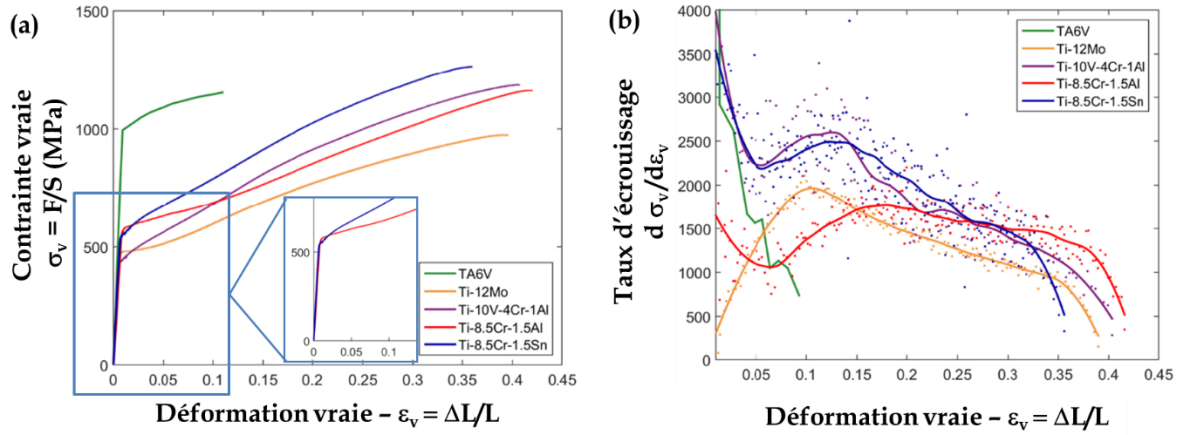


Figure 2.16 – (a) Courbes contrainte-déformation vraies des alliages Ti-8,5Cr-1,5Sn et Ti-8,5Cr-1,5Al (et Ti-10V-4Cr-1Al) traités à 900 °C, 30 min + trempe eau, en comparaison avec des alliages Ti-12Mo et TA6V – les plateaux de contrainte des courbes Ti-8,5Cr-1,5Sn et Ti-8,5Cr-1,5Al sont isolés dans l’encart*

(b) Courbes d’écrouissages associées* – *d’après [Dan19]

Ces premiers essais mécaniques permettent de mettre en évidence l’amélioration de certaines propriétés mécaniques par rapport à des alliages largement commercialisés mais aussi par rapport à un alliage Ti-12Mo. Le Tableau 2.4 rassemble les propriétés qui peuvent être extraites de la Figure 2.16.a.

Tableau 2.4 – Propriétés extraites des courbes de traction de la Figure 2.16 pour les alliages Ti-8,5Cr-1,5Sn et Ti-8,5Cr-1,5Al, comparaison avec le Ti-12Mo et le TA6V et paramètres Bo et Md associés

Alliage	R _{p0,2} (MPa)	R _m (MPa)	Allongement homogène (%)	Ecrouissage : R _m - R _{p0,2} (MPa)	Bo	Md
Ti-8,5Cr-1,5Sn	620	1265	35	645	2,786	2,367
Ti-8,5Cr-1,5Al	610	1150	41	540	2,779	2,365
Ti-12Mo	600	1000	38	400	2,807	2,416
TA6V	1030	1150	12	120	/	/

Nous remarquons une excellente combinaison entre un allongement homogène élevé et un taux d’écrouissage important comparé aux alliages de titane proche β comme le Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr (Ti17) par exemple, qui présente un taux d’écrouissage de 90 MPa et un allongement homogène de 6 % [Ti17] et également comparé à des alliages plus conventionnels tel que le TA6V. La résistance mécanique et l’écrouissage sont également améliorés par rapport aux alliages binaires Ti-Cr étudiés par Hanada *et al.* [Han86]. Pour les deux alliages testés, un plateau caractéristique de l’effet TRIP est observé, en notant toutefois que celui-ci est plus ou moins marqué (encart Figure 2.16.a). Toutefois, ces essais mettent en évidence une des limites des alliages TRIP/TWIP (tous types confondus) : la limite d’élasticité, qui reste généralement inférieure à 600 MPa car celle-ci est intimement liée à la contrainte critique de formation de la martensite, en particulier.

De ce fait, de nouvelles compositions ont été mises au point en considérant le durcissement par effet de solution solide par le fer [Dan19]. En plus de durcir fortement le titane par effet de solution solide, le fer présente la propriété de stabiliser la phase β et donc de retarder le déclenchement de l’effet TRIP, qui semble être le facteur limitant pour une limite d’élasticité plus élevée. A partir des compositions d’alliages prometteuses Ti-8,5Cr-1,5Sn et Ti-8,5Cr-

1,5Al, deux nouvelles compositions ont été élaborées : Ti-7Cr-1Sn-1Fe et Ti-7Cr-1Al-1Fe (% mass). Des essais de traction ont été réalisés pour déterminer les propriétés de ces nouveaux alliages (Figure 2.17.b).

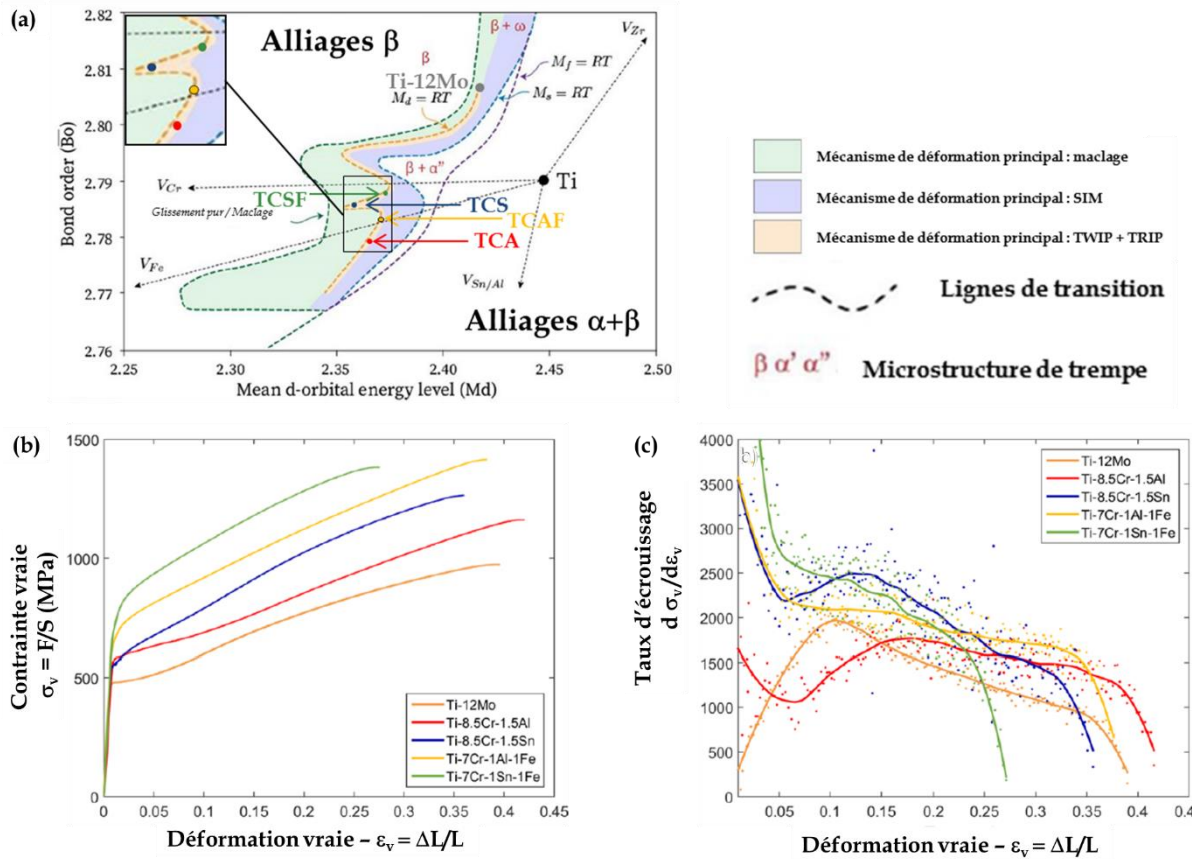


Figure 2.17 – (a) Carte Bo-Md avec pointage des compositions d’alliages Ti-8,5Cr-1,5Sn, Ti-8,5Cr-1,5Al, Ti-7Cr-1Sn-1Fe et Ti-7Cr-1Al-1Fe en comparaison avec un alliage Ti-12Mo ; (b) Courbes contrainte-déformation vraies des alliages Ti-7Cr-1Sn-1Fe et Ti-7Cr-1Al-1Fe en comparaison avec des alliages Ti-12Mo, Ti-8,5Cr-1,5Sn et Ti-8,5Cr-1,5Al* ; (c) Courbes d’écrouissage associées* d’après [Dan19]

Grâce à ces nouvelles compositions, plusieurs nouveautés peuvent être mises en évidence. Tout d’abord, nous remarquons une optimisation de la résistance mécanique et de l’écrouissage simultanément, ce qui est rarement reporté pour les alliages de titane conventionnels, mais également une augmentation de la limite d’élasticité au-dessus de 700 MPa (pour la composition Ti-7Cr-1Sn-1Fe), ce qui faisait défaut aux alliages précédents. Certaines propriétés sont similaires à celles déjà répertoriées par Hanada *et al.* [Han86] mais avec un taux d’écrouissage et une résistance mécanique supérieurs. L’allongement homogène diminue mais reste cependant toujours très supérieur à l’allongement moyen des alliages de titane (15 %). Les propriétés des compositions Ti-7Cr-1Sn-1Fe et Ti-7Cr-1Al-1Fe sont répertoriées dans le Tableau 2.5.

Tableau 2.5 - Propriétés extraites des courbes de traction de la Figure 2.17.b pour les alliages Ti-7Cr-1Sn-1Fe et Ti-7Cr-1Al-1Fe et paramètres Bo et Md associés - les cases colorées indiquent une amélioration de propriétés par rapport à la composition sans fer reportée dans le Tableau 2.4

Alliage	Rp _{0,2} (MPa)	Rm (MPa)	Allongement homogène (%)	Ecouissage : Rm - Rp _{0,2} (MPa)	Bo	Md
Ti-7Cr-1Sn-1Fe	710	1380	28	670	2,786	2,369
Ti-7Cr-1Al-1Fe	645	1415	38	770	2,782	2,368

Une autre observation qui peut être faite à partir de la Figure 2.17.b est la disparition du plateau caractéristique de l'effet TRIP sur la courbe contrainte-déformation, confirmée par la disparition de la bosse caractéristique sur les courbes d'écrouissage (Figure 2.17.c). Ce résultat constitue une avancée importante dans la conception d'alliages TRIP/TWIP, dans le sens où l'effet TRIP ne semble pas ici nécessaire à l'obtention des propriétés mécaniques recherchées : combinaison d'une limite d'élasticité, d'un taux d'écrouissage et d'un allongement homogène élevés.

II.2.b. Propriétés sous sollicitations mécaniques complexes

Dans l'optique d'industrialiser les alliages de titane TRIP/TWIP, il est apparu nécessaire au cours de la première étude réalisée à l'IRCP sur les alliages base Ti-Cr [Bro17], de situer ces alliages sur une gamme de sollicitation complexe, notamment lors de chargement à grande vitesse. Ainsi la composition Ti-8,5Cr-1,5Sn, parmi les premières développées au laboratoire MS, a été testée en résilience, en ténacité et sous impact balistique. Dans un souci de clarté, nous présenterons dans cette partie seulement les résultats des essais réalisés, la méthodologie de chaque essai sera, elle, détaillée dans le chapitre 3.

Chaque type d'essais a été réalisé à température ambiante et aucun n'a été analysé de façon complète dans le cadre de la thèse de C. Brozek [Bro17]. Néanmoins, ces essais balayent une large gamme de sollicitations mécaniques et constituent une première base solide sur laquelle notre étude s'appuiera. Il est également nécessaire de préciser qu'ici, les échantillons sont issus d'un lingot initial de 23 kg fabriqué par TIMET USA, d'où sera également issu le matériau de notre étude. Sans donner plus de détails ici, nous imaginons donc facilement que de nombreuses différences peuvent apparaître par rapport à la fabrication en bouton de 200 g, à commencer par la taille de grains.

- **Résistance aux chocs :** les essais de résilience Charpy ont mis en évidence une énergie absorbée moyenne de $193 \pm 15 \text{ J.cm}^{-2}$. Ici encore, ce résultat contraste fortement avec les valeurs connues pour les alliages de titane conventionnels qui se moyennent à 60 J.cm^{-2} [Wel93].
- **Résistance à la propagation de fissure :** les essais de propagation de fissure J-Δa ont permis d'estimer une valeur de ténacité K_{IC} de $145 \text{ MPa.m}^{0,5}$ ($J_{0,2} = 240 \text{ kJ.m}^{-2}$) quand la littérature rapporte des valeurs pour le TA6V comprises entre 59 et $90 \text{ MPa.m}^{0,5}$ [Wel93]. Même si ce résultat peut s'expliquer par la différence de limite d'élasticité entre les deux alliages, car une limite d'élasticité plus basse va souvent de pair avec une ténacité plus élevée, le rapport entre ténacité et Rp_{0,2} est de 0,23 pour le Ti-8,5Cr-1,5Sn contre 0,05 à 0,08 pour le TA6V avec les valeurs données ci-dessus et dans le Tableau 2.4.

- **Résistance à l'impact :** des essais balistiques ont été réalisés. Ces essais, moins communs que les deux précédents, consistent à tirer un projectile au pistolet à air comprimé sur des tôles d'alliage. Les vitesses de sollicitation atteintes sont de l'ordre de 400 m.s⁻¹. Ces essais sont nécessaires en vue d'une application type carter de rétention, telle que celle couverte par le brevet international [Pel16] établi lors de l'étude [Bro17]. Ils ont permis de mettre en évidence un seuil de fissuration (vitesse de balle maximale pour laquelle une fissure apparaît dans la tôle) et de perforation (vitesse de balle minimale pour laquelle la balle traverse totalement la tôle). Le seuil de fissuration a été déterminé à 288 m.s⁻¹ et le seuil de perforation à 325 m.s⁻¹, contre 225 m.s⁻¹ et 375 m.s⁻¹ respectivement pour le TA6V. Il est difficile de conclure quant à l'avantage ou l'inconvénient d'obtenir de telles valeurs pour un matériau : le peu de connaissances que nous avons sur ces essais ne permet pas de trancher s'il est préférable d'avoir un seuil particulier élevé ou plutôt un écart entre les deux seuils minimal ou maximal. Toutefois, un des résultats importants de ces essais est que la perforation de la tôle de Ti-8,5Cr-1,5Sn se fait sans fissuration secondaire autour du trou (Figure 2.18.a) contrairement aux autres alliages étudiés pour comparaison tel que des alliages TA6V (Figure 2.18.b) ou Ti-5Al-7,5V (%mass.). Ainsi pour une visée applicative de type carter, ce type de perforation empêchera ou retardera la propagation de fissures secondaires et donc la ruine de la pièce.

(a) - Ti-8,5Cr-1,5Sn (β) - 406 m.s⁻¹ (b) - TA6V ($\alpha + \beta$) - 416 m.s⁻¹ (c) - Ti-5Al-7,5V (α) - 414 m.s⁻¹



Figure 2.18 - Tôles d'épaisseur 1,9 mm d'un alliage (a)Ti-8,5Cr-1,5Sn ; (b) TA6V ; (c) Ti-5Al-7,5V après essai balistique à 406, 416 et 414 m.s⁻¹ respectivement - d'après [Bro17]

A l'issue de la présentation des propriétés mécaniques dans une gamme de sollicitations variées, de nombreuses questions sur les mécanismes de déformation ont émergé, auxquelles les études [Bro17] et [Dan19] ont essayé de répondre. En effet, comment expliquer les différences de propriétés mécaniques observées pour des compositions chimiques de stabilités β apparemment proches (paramètres Bo et Md, Tableau 2.4 et Tableau 2.5) ?

II.2.c. Mécanismes de déformation et paramètres de conception

Considérons d'abord l'étude faite par Hanada *et al.* [Han86] sur les alliages Ti-xCr : il est rapporté que les mécanismes de déformation varient selon le taux de chrome, comme annoté sur la Figure 2.15. Notons que pour cette étude, un taux minimum de chrome a été choisi de façon à ne pas déclencher la transformation martensitique. Des macles {332}<113> ont été identifiées par analyse au MET pour les compositions allant de 8 à 11,5 % de chrome, accompagnée de phase oméga induite sous contrainte (ω_s) pour les taux de chrome allant de 8 à 10 %. C'est à la présence de ce maillage et de la phase ω_s au sein des macles, que Hanada *et al.* attribuent les valeurs plus faibles de $R_{p0,2}$ et R_m des alliages Ti-8Cr et Ti-10Cr. En augmentant le taux de chrome (donc en stabilisant chimiquement la matrice β), le mécanisme de déformation favorisé sera le glissement de dislocations. Le mécanisme de déformation

favorisé varie donc du glissement de dislocations au maclage (accompagné de la précipitation de ω sous contrainte) au fur et à mesure que le taux de chrome, et donc la stabilité de la phase β diminuent.

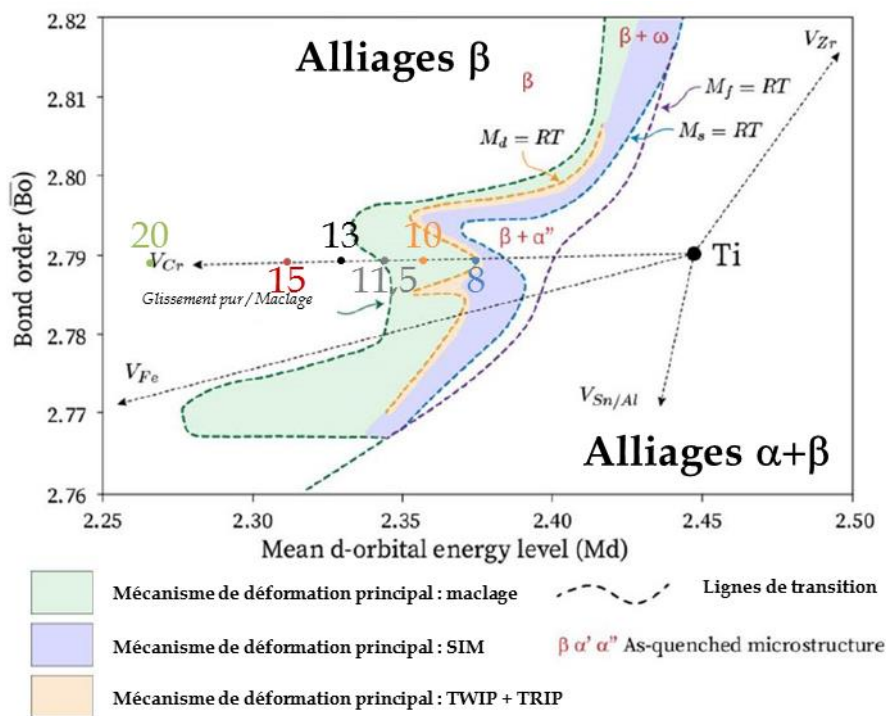


Figure 2.19 – Carte Bo-Md avec positionnement des compositions d’alliages Ti-xCr de l’étude [Han86] – les numéros désignent le taux de chrome associé.

Pour toutes les compositions étudiées par [Bro17] et [Dan19], des analyses EBSD ont montré la présence de macles pour les éprouvettes testées en traction quasi-statique (Figure 2.20). Toutefois, pour les compositions Ti-7Cr-1Sn-1Fe et Ti-7Cr-1Al-1Fe, seule une faible quantité de martensite a été détectée par analyse synchrotron. Des analyses EBSD haute résolution sont venues compléter ce résultat (Figure 2.20.b et c) et ont montré l’absence de martensite dans la matrice (donc en tant que mécanisme de déformation primaire) mais sa présence à l’intérieur des macles et aux interfaces macle/matrice.

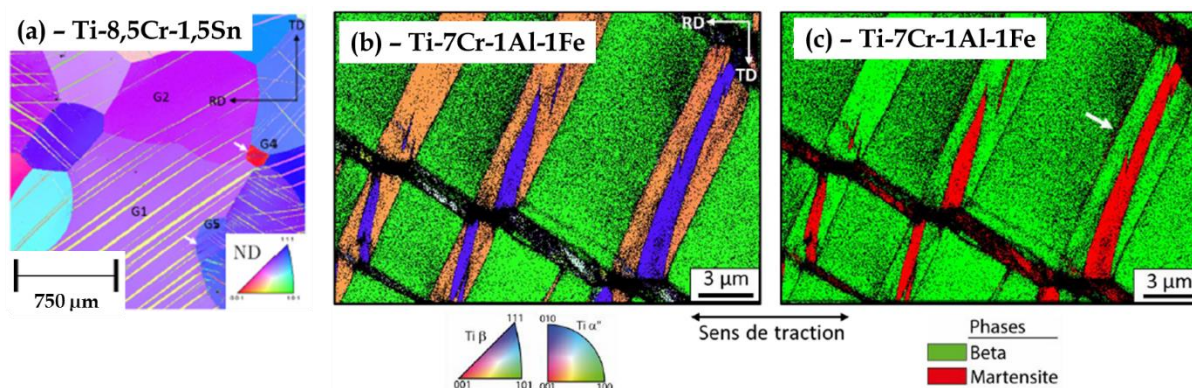


Figure 2.20 – Cartographies EBSD (a) du Ti-8,5Cr-1,5Sn déformé à 4 % : figure de pôle inverse [Bro17] ; (b)(c) du Ti-7Cr-1Al-1Fe déformé à 5 % : figure de pôle inversée selon la direction de laminage et image des phases présentes avec la phase β en vert et la phase α'' en rouge respectivement [Dan19]

Cette observation nouvelle montre que la suppression de l'effet TRIP en tant que mécanisme de déformation primaire permet de retarder la plastification de l'alliage et d'améliorer les propriétés mécaniques de celui-ci, à l'exception de la ductilité. Il apparaît donc nécessaire comme mécanisme secondaire afin d'aider à relaxer les fortes contraintes internes aux interfaces.

L'observation de la présence des macles dans les alliages base Ti-Cr étudiés ne diffère pas en soi des résultats de la littérature mais couplée à la disparition de l'effet TRIP « primaire » et à la comparaison des courbes de traction de tous les alliages étudiés, elle permet de montrer que le maclage est la source majoritaire d'écrouissage des alliages TRIP/TWIP. En effet, malgré la disparition du plateau caractéristique de l'effet TRIP pour les compositions Ti-7Cr-1Sn-1Fe et Ti-7Cr-1Al-1Fe, l'écrouissage se trouve amélioré. Toutefois, la seule observation de la présence de ces macles ne permet pas d'expliquer les différences entre les alliages. D'autres paramètres tels que l'amplitude de l'écrouissage ou sa grande variabilité pour des compositions chimiques proches ne sont pas traités dans la littérature.

De plus, les connaissances acquises sur les aciers TWIP ne sont pas transposables aux alliages de titane TWIP car le maclage dans le titane engendre de très forts effets de contraste mécanique à différentes échelles. Une des études menées à l'IRCP [Dan19] a permis de mettre en évidence le double rôle des macles dans les alliages TRIP/TWIP. Le premier, bien connu, est celui d'obstacle infranchissable pour les dislocations incidentes. Le second est celui de source très active d'un réseau de dislocations additionnel : les dislocations géométriquement nécessaires ou GND. Ce second rôle a été mis en évidence par la méthode d'imagerie de contraste de canalisation des électrons (ECCI) au MEB (Figure 2.21.a) mais aussi grâce à des analyses EBSD auxquelles un filtre a été ajouté pour déterminer la densité de GND, tout cela sur le Ti-7Cr-1Al-1Fe déformé à 5 % (Figure 2.21.b et c).

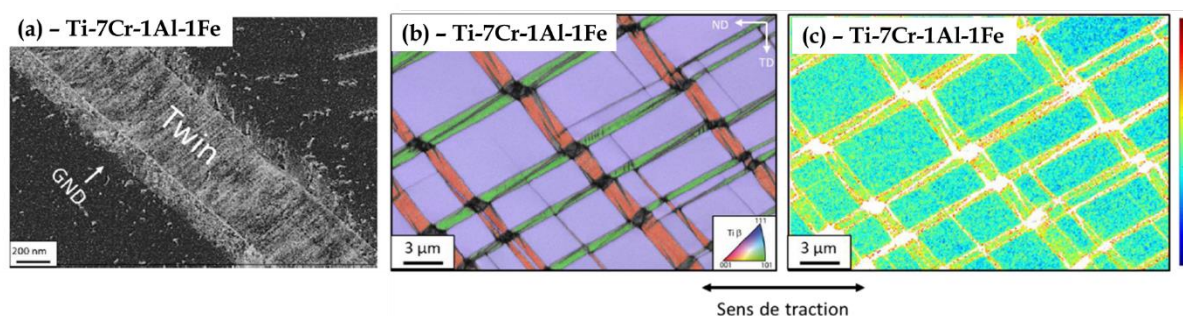


Figure 2.21 – (a) Image par Contraste de Canalisation des Électrons (ECCI) au MEB sur le Ti-7Cr-1Al-1Fe déformé à 5 % puis déchargé* ; Cartographie EBSD du Ti-7Cr-1Al-1Fe déformé à 5 % : (b) image des figures de pôles inverses selon la direction de laminage avec l'image de qualité d'indexation superposée et (c) cartographie de la densité de GND en échelle logarithmique* - *d'après [Dan19]

De ce fait, au sein d'un même grain, malgré une matrice et des macles de même phase β , du fait de la forte anisotropie de cette phase un fort contraste mécanique est généré par la différence d'orientation macle/matrice, qui est accommodé par une importante densité de GND aux interfaces macle/matrice lorsqu'une contrainte macroscopique est appliquée. Le même scénario semble se produire également aux joints de grains pour deux grains β d'orientations différentes [Dan19].

Ce résultat, très important, permet d'avancer sur la compréhension de l'écrouissage dans les alliages de titane TRIP/TWIP à différentes échelles. À l'échelle microscopique, cet écrouissage

a été mis en évidence dans l'étude [Bro17] en réalisant des essais de cisaillement, et se décompose comme suit : un écrouissage isotrope, homogène dans le volume afin d'accommoder la contrainte macroscopique et un écrouissage cinématique, qui se manifeste par l'apparition des GND afin d'accommoder les contraintes locales. Ces GND étant des dislocations partielles, elles se réversent lors d'une décharge ou de l'application d'une contrainte opposée et causent donc une asymétrie de comportement d'où le fort effet Bauschinger observé lors des essais de cisaillement. Ces essais ont également montré que la contribution de l'écrouissage isotrope était plus importante que celle de l'écrouissage cinématique (augmentation plus importante de l'écrouissage isotrope pour deux niveaux de précontrainte).

Néanmoins le rôle de cet écrouissage cinématique est prépondérant pour différencier deux types d'alliages. En effet, dans une microstructure composite évolutive où s'ajoutent une grande quantité de dislocations, une forte distorsion entre variants de macles et une forte perturbation au sein des macles (présence de macles dans les macles primaires), une compétition interne va se créer entre l'accommodation de la contrainte par croissance des macles existantes ou par germination de nouvelles macles. Ainsi deux alliages modèles avec des taux d'écrouissage très différents ont été testés en traction in situ couplée à une analyse EBSD : Ti-12Mo, qui s'écrouit peu, et Ti-8,5Cr-1,5Sn, qui s'écrouit fortement. Les cartographies EBSD ont été réalisées à différents taux de déformation (Figure 2.22).

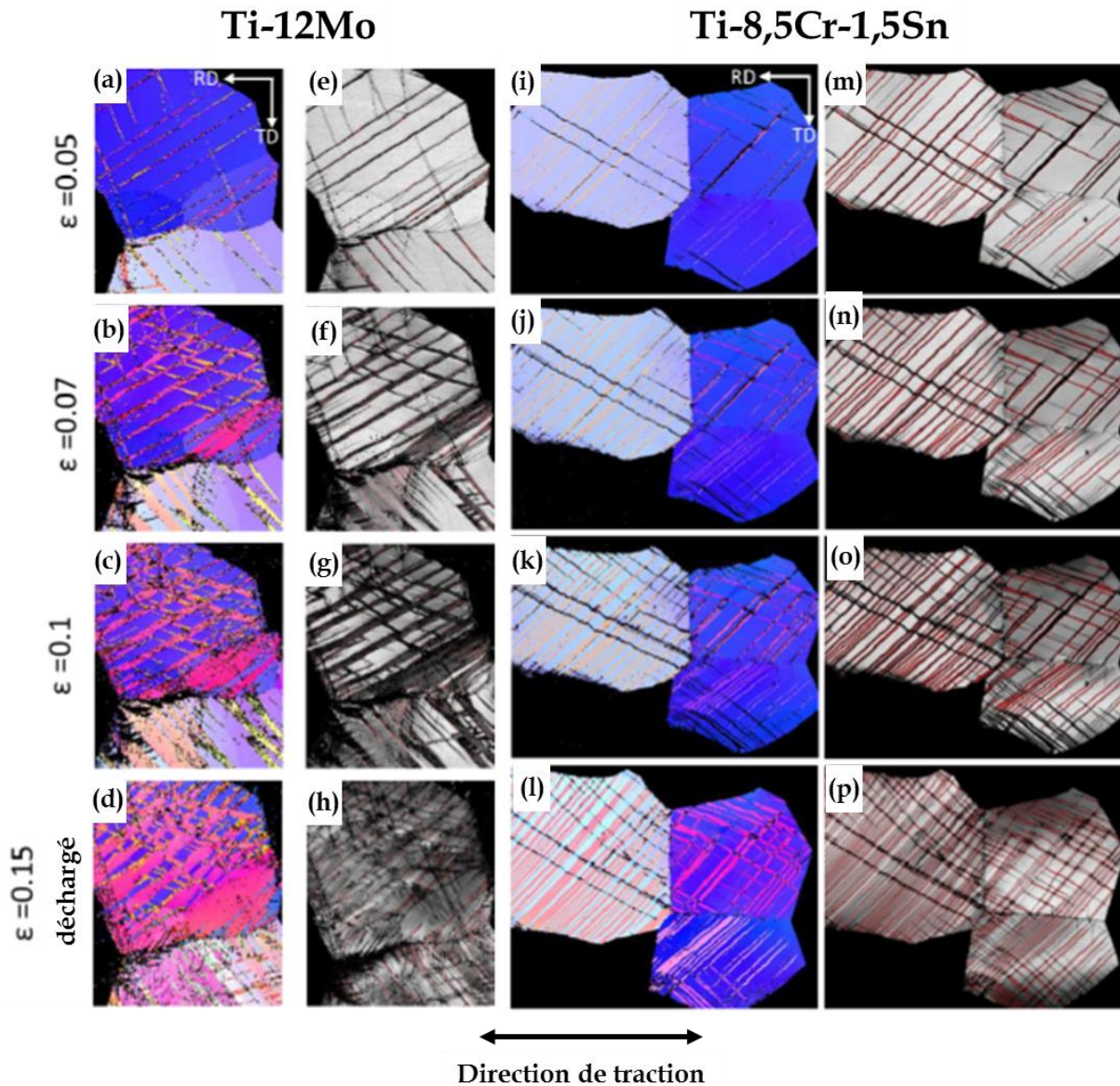


Figure 2.22 - Cartographies EBSD du Ti-12Mo et du Ti-8,5Cr-1,5Sn

(a)-(d) et (i)-(l) : Cartographies des figures de pôles inverses selon la direction normale à respectivement 5 %, 7% et 10 % de déformation et à 15 % de déformation après décharge
 (e)-(h) et (m)-(p) : cartographies de qualité d'indexation correspondantes avec en rouge les lignes de désorientations $\Sigma 11$, correspondant aux macles $\{332\}\langle 11\bar{3}\rangle$ - d'après [Dan19]

Nous pouvons donc remarquer que deux évolutions différentes de macles sont possibles. Pour le Ti-12Mo, les macles s'élargissent dès de faibles taux de déformation (7% - Figure 2.22.b) tandis que pour le Ti-8,5Cr-1,5Sn les macles se multiplient aux faibles taux de déformation (7% - Figure 2.22.j) puis tendent également à s'épaissir à des taux de déformation plus élevés (15 %- Figure 2.22.l). Or l'écrouissage du Ti-8,5Cr-1,5Sn est de 645 MPa contre 400 MPa pour le Ti-12Mo. Il semble donc que la multiplication des macles au détriment de leur croissance individuelle permette un écrouissage plus important par diminution rapide du libre parcours moyen des dislocations mobiles, comme expliqué par la Figure 2.23.

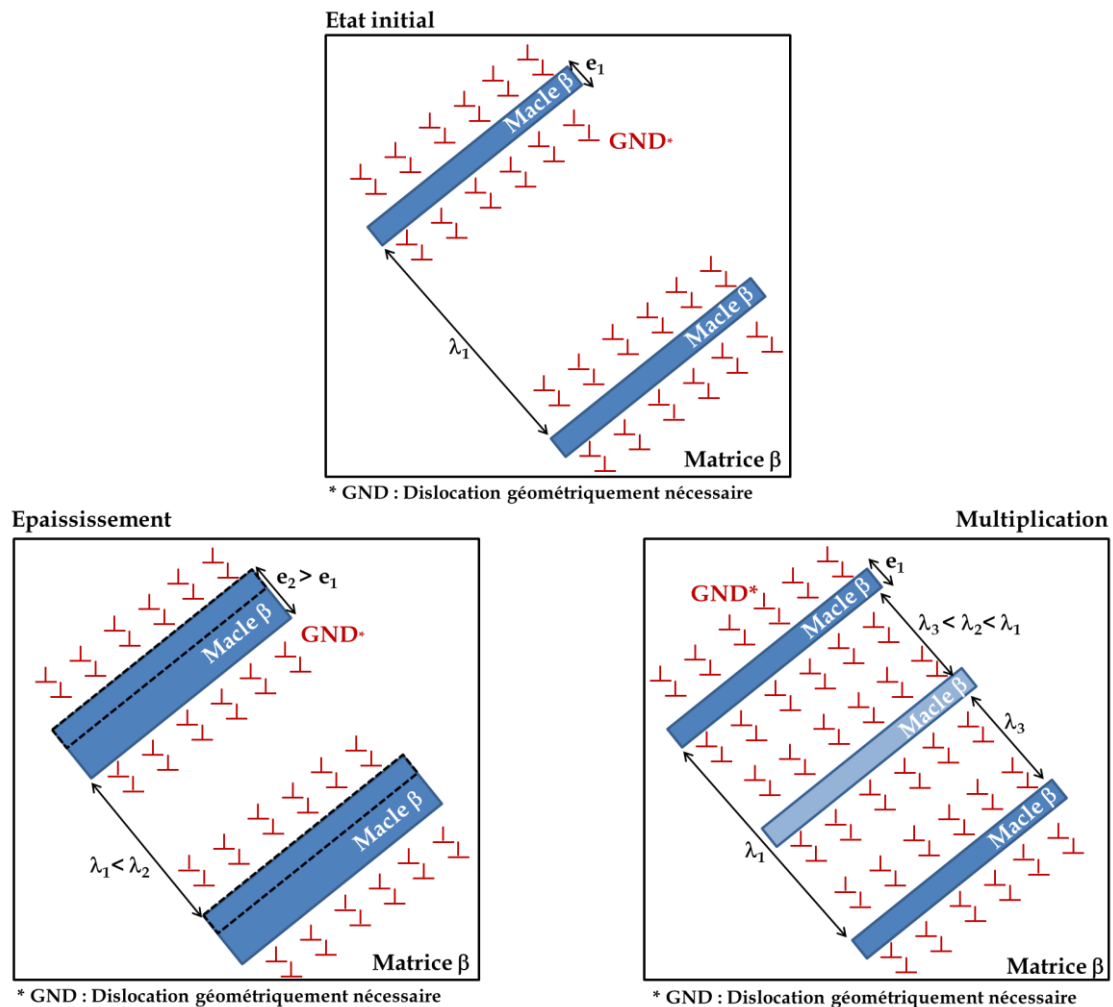


Figure 2.23 - Schéma des deux évolutions possibles des macles au cours de la déformation d'après [Dan19]

La multiplication des macles réduit donc la périodicité entre macles, augmente le nombre d'interfaces, donc de sources de dislocations et d'obstacles à leur propagation et donc l'écrouissage. Le fait que les macles finissent par s'épaissir dans le cas du Ti-8,5Cr-1,5Sn explique aussi probablement l'évolution similaire des courbes de traction (Figure 2.17.b) à des taux de déformation plus élevés. Toutefois, d'autres paramètres sont à prendre en compte pour expliquer les différences d'écrouissage.

En effet, les études des mécanismes de déformation se font souvent à des échelles micrométriques voire sub-micrométriques mais ne considèrent jamais la microstructure polycristalline dans son ensemble. Or, la conception des alliages TRIP/TWIP repose sur le déclenchement simultané de plusieurs mécanismes de déformation. Chaque grain va donc adopter un comportement propre, rapidement modifié par le grain voisin. En effet, Lilensten *et al.* [Lil19] ont montré que certains grains étaient plus favorables au maclage et d'autres plus favorables à la transformation sous contrainte, et que cela était prévisible grâce au calcul des facteurs de Schmid pour chaque mécanisme et dans chacun des grains. C'est pourquoi l'étude de l'écrouissage à l'échelle mésoscopique a également été réalisée.

En effet, la prédiction du déclenchement de l'un ou l'autre des mécanismes de déformation dans un grain grâce au facteur de Schmid fonctionne pour les alliages présentant un effet TRIP « primaire ». En revanche, pour des alliages ne présentant pas cet effet TRIP primaire,

l'activation du maclage dépend donc des contraintes internes qui ne peuvent pas être prédites par la méthode du facteur de Schmid (telles que les compositions Ti-7Cr-1Sn-1Fe et Ti-7Cr-1Al-1Fe [Dan19]). Des analyses EBSD ont montré que le point de germination des macles était un joint de grain de forte désorientation, souvent de plus de 15°. Deux cas de propagation de macles ont ensuite été mis en évidence [Dan19]. :

- Si le grain voisin est faiblement désorienté par rapport au grain maclé, le maclage s'effectue dans ce grain voisin. C'est un phénomène « en cascade » qui ne tient pas compte de la valeur du facteur de Schmid des grains voisins.
- Si le grain voisin est fortement désorienté par rapport au grain maclé, la macle s'arrête au joint de grains et engendre la production d'un champ de contraintes dans le grain voisin (Figure 2.24). Avec l'augmentation de la déformation, une forte incompatibilité va se créer dans le grain voisin qui peut déclencher l'apparition d'autres variants de macles à partir de l'empilement de dislocations créé par le champ de contrainte induit.

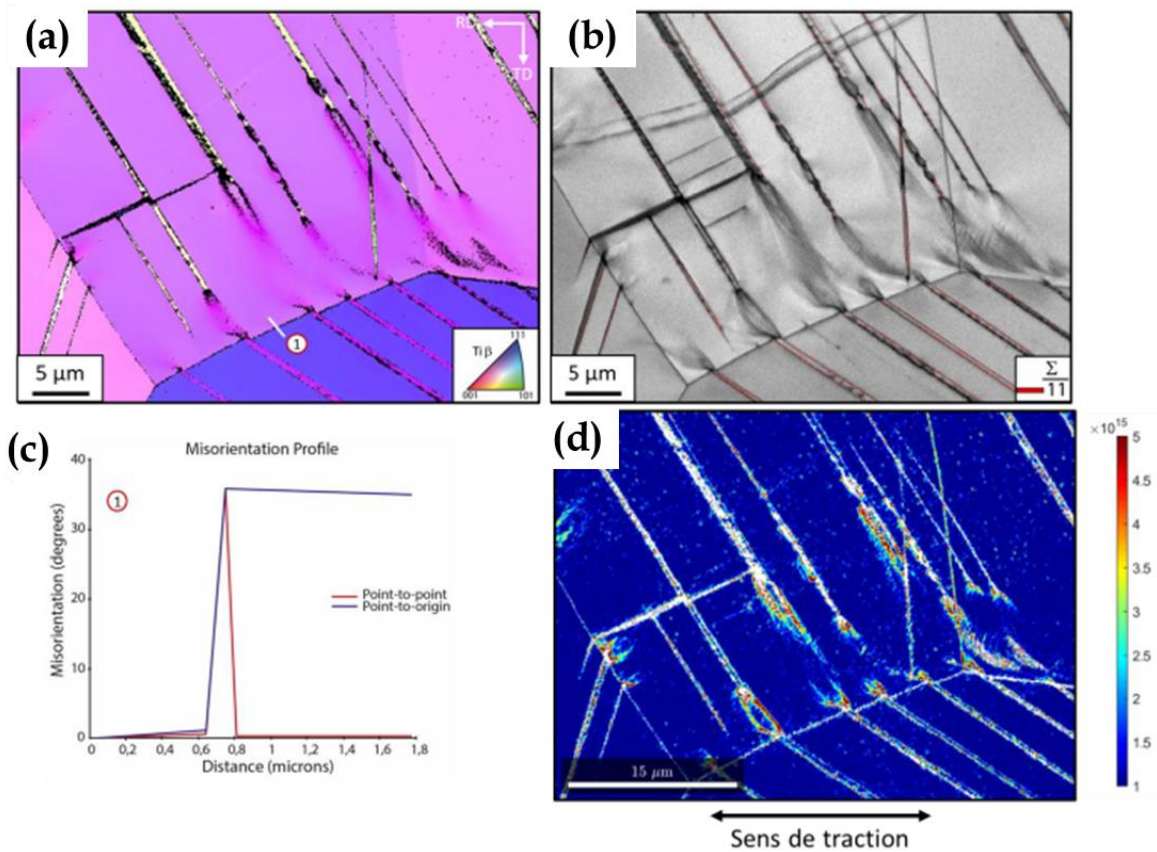


Figure 2.24 - Étude EBSD du Ti-7Cr-1Al-1Fe déformé à 2 % puis déchargé.

(a) Cartographie des figures de pôles inverses selon la direction normale et (b) cartographie de qualité d'indexation correspondante avec en rouge les lignes de désorientation $\Sigma 11$, correspondant aux macles $\{332\}\langle 11\bar{3}\rangle$; (c) Profil de désorientation le long de ligne blanche (point 1) sur la cartographie (a) ; (d) Cartographie de la densité de GND – [Dan19].

Ces analyses montrent donc que la déformation semble se localiser aux joints de grains, pour relaxer la contrainte. La texture a également un rôle important car le maclage peut se propager entre grains voisins, sans considération de leur orientation par rapport à la contrainte externe.

II.2.d. Mécanismes de rupture

Les alliages base Ti-Cr n'échappent pas au constat déjà effectué plusieurs fois dans ce manuscrit. Les mécanismes de rupture de ce groupe d'alliages sont peu étudiés et mal compris.

L'étude de Hanada *et al.* [Han86], mentionnée dans les paragraphes précédents, fait état de la présence de cupules sur les faciès de rupture des éprouvettes testées à température ambiante (Figure 2.25.a, b et c) et ce, quel que soit le taux de chrome.

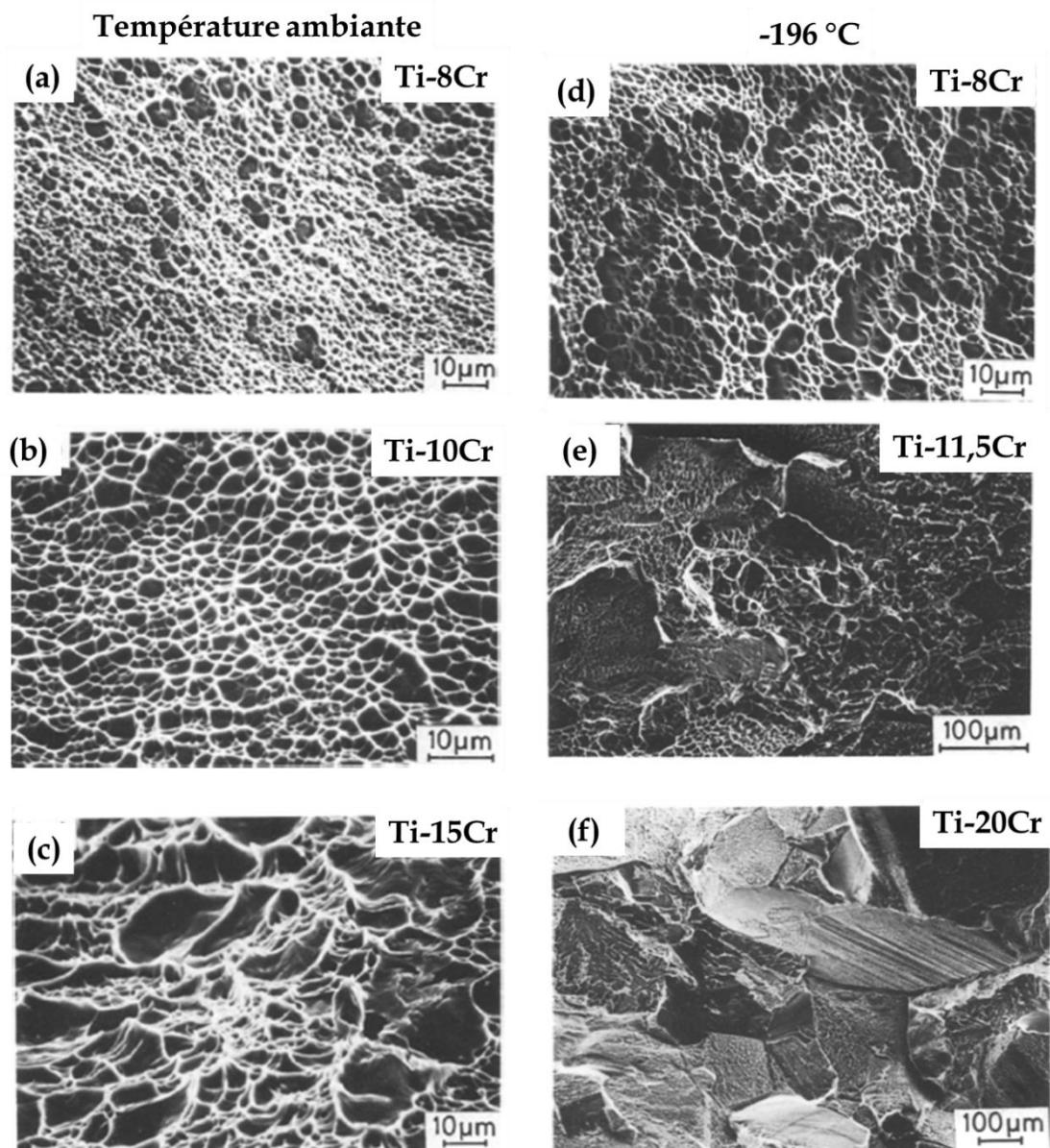


Figure 2.25 -Surfaces de rupture d'alliages Ti-Cr testés en traction (a)-(c) à température ambiante ; (d)-(f) à -196 °C - l'alliage testé est indiqué en haut à droite de l'image MEB d'après [Han86]

Les faciès de rupture affichent tous des cupules relativement plates, quelle que soit la teneur en chrome. Hanada *et al.* ne mentionnent aucune taille de cupule. Nous avons donc procédé à une analyse des images a, b et c de la Figure 2.25 avec l'outil d'analyse d'objets du logiciel ImageJ avec la méthodologie déjà utilisée. La Figure 2.26.a montre la distribution en fréquence cumulée du diamètre des cupules pour les compositions avec 8, 10 et 15 % de chrome. Nous

observons que l'alliage possédant la plus grande quantité de chrome présente les plus grandes cupules et l'alliage avec le moins de chrome la plus large gamme de taille de cupules mais aucune corrélation n'a pu être faite entre la taille des cupules et le taux de chrome. Nous pouvons seulement mentionner que l'alliage Ti-10Cr présente les plus petites cupules et également la limite d'élasticité la plus basse et l'allongement à rupture le plus élevé à température ambiante sans vraiment pouvoir statuer sur un lien clair entre ces différentes observations.

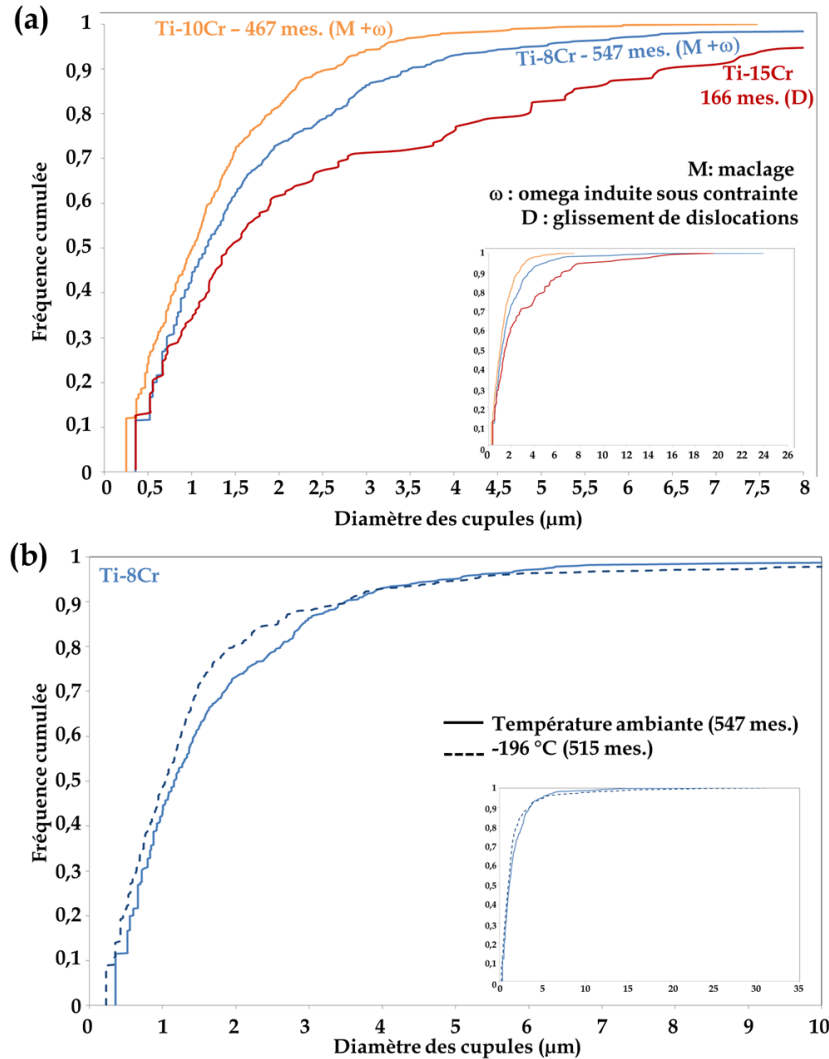


Figure 2.26 - Distribution de diamètre des cupules en fréquence cumulée (a) de trois alliages Ti-Cr pour des essais de traction réalisés à température ambiante ; (b) d'un alliage Ti-8Cr pour des essais de traction réalisés à température ambiante et à -196 °C – la distribution totale est affichée dans l'encart, le nombre de mesures effectué est inscrit sur chaque figure d'après [Han86]

Hanada *et al.* [Han86] ont également étudié les faciès de rupture des éprouvettes testées à -196 °C. Ils observent l'apparition de facettes délimitées par les joints de grains et en nombre plus important avec l'augmentation de la concentration en chrome (Figure 2.25.d, e et f). Ils signalent que la rupture sur ces joints de grains semble être liée à un allongement et une réduction d'aire à rupture plus faibles, tels qu'observé pour les compositions contenant le plus de chrome.

Notons également que les images MEB d, e et f de la Figure 2.25. montrent la conservation des cupules sur le faciès de rupture quel que soit le taux de chrome, même si leur taille semble varier. Les images de l'étude ne permettent pas ici de faire une quantification du diamètre des cupules du Ti-11,5Cr et Ti-20Cr mais une comparaison peut être réalisée entre la température ambiante et -196 °C pour un alliage Ti-8Cr (Figure 2.26.b). La méthodologie utilisée pour cette comparaison est identique à celle de la Figure 2.25.a.

Au vu de la précision des mesures réalisées, nous pouvons conclure que les cupules semblent être de taille similaire quelle que soit la température de l'essai, ce qui suggère le non-effet de la diminution de la température sur la croissance des cupules. Or ces cupules se trouvent, pour les faciès d'éprouvettes testées à -196 °C, à l'intérieur des facettes délimitées par les joints de grains. Nous pouvons donc supposer que la température change effectivement le mode de rupture macroscopique mais que la phénoménologie de la rupture à l'intérieur d'un grain semble inchangée. Cette hypothèse sera évidemment à vérifier et sera testée dans le cadre de notre étude.

Pour des sollicitations plus complexes telles que l'essai de résilience, l'essai de ténacité et l'essai balistique, l'étude [Bro17] recense également les différents types de faciès de rupture. Comme mentionné dans la partie II.2.b l'étude [Bro17] a balayé un grand nombre de points et n'a pas pu conduire à l'analyse complète des essais réalisés. Aussi, nous avons choisi de pousser l'analyse à partir des images MEB dont nous disposions.

Les trois éprouvettes de résilience de Ti-8,5Cr-1,5Sn testées à température ambiante présentent toutes un faciès de rupture avec cupules. La distribution du diamètre des cupules a été quantifiée comme réalisé précédemment sur les autres études de la littérature à partir d'une image MEB de l'étude [Bro17] (Figure 2.27.a) et est présentée sur la Figure 2.28. Grâce aux résultats obtenus dans notre étude, nous avons étudié plus en détail ces éprouvettes en essayant de lier propriétés mécaniques, mécanismes de déformation et mécanismes de rupture. Ces résultats seront présentés dans le chapitre 4 et sont en cours de publication.

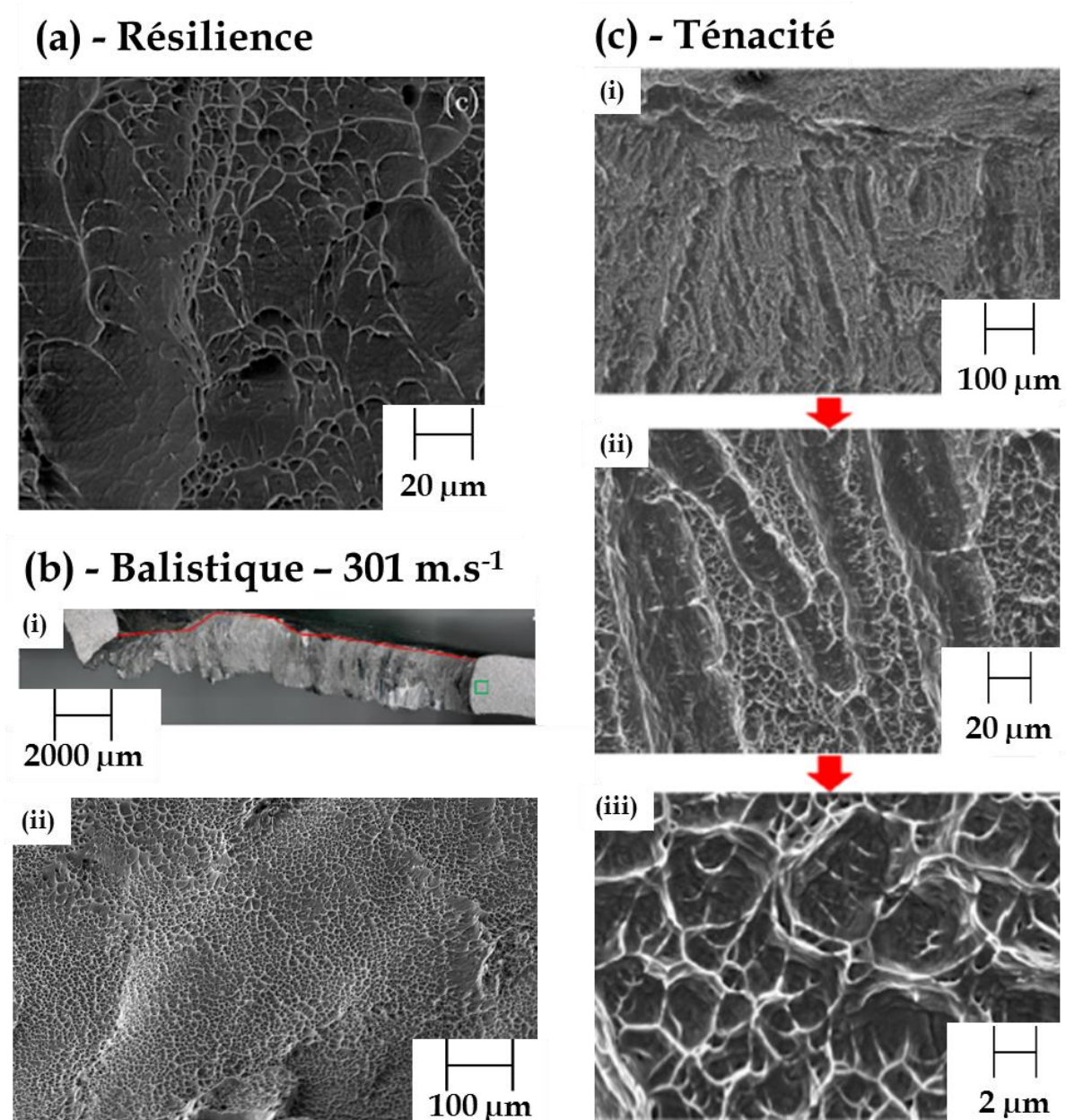


Figure 2.27 – Faciès de rupture d'un alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn testé en (a) résilience ; (b) balistique, (i) vue coupée du trou du projectile ; (ii) image MEB à plus fort grossissement ; (c) ténacité, (i)-(iii) images MEB à grossissement grandissant – d'après [Bro17]

Lors de l'étude [Bro17], nous remarquons que les cupules présentent généralement une forme parabolique. Comme expliqué dans le cas des alliages Ti-Mo, cela signifie que leur croissance a été rattrapée par la propagation de fissure et qu'elles se sont donc formées juste en avant du front de fissure. Cette morphologie de cupules est souvent observée sur des matériaux polymères et également lors de la rupture de bandes de cisaillement adiabatique, dans le TA6V par exemple [Gre85][Sha93][Zho96]. Aucune étude de la rupture n'a été faite sur les éprouvettes de traction du même alliage, également testées dans l'étude [Bro17], empêchant toute comparaison comme dans le cas du Ti-15Mo et du Ti-15Mo -1Fe [Yao19].

De même, les tôles perforées lors des essais balistiques [Bro17] ont été découpées et le faciès de rupture du trou a été analysé (Figure 2.27.b). Nous remarquons ici encore la présence de cupules, de forme principalement parabolique. Ici la vitesse de déformation est encore plus

élevée que dans le cas de l'essai de résilience : 10^5 s^{-1} et 10^2 s^{-1} respectivement. Nous avons également analysé quantitativement le diamètre des cupules (Figure 2.28), toujours en suivant la même méthodologie que précédemment, à partir d'une image dont nous disposons, issue de l'analyse des mêmes éprouvettes (Figure 2.27).

Enfin, les faciès des éprouvettes Compact Tension (CT) des essais de propagation de fissure ont été analysés (Figure 2.27.c). Sur ce type d'éprouvette, une pré-fissuration en fatigue est appliquée et conduit à un faciès en marche que nous n'analyserons pas ici. La partie du faciès correspondant à la propagation de la fissure pendant l'essai (Figure 2.27.c) présente aussi des cupules. Celles-ci sont « fermées », c'est-à-dire de forme majoritairement ronde ou elliptique à l'inverse de celles observées sur les faciès des éprouvettes de balistique et de résilience. Or, la vitesse de sollicitation de l'essai de propagation de fissure se rapproche plus des vitesses quasi-statiques (10^{-3} s^{-1}) que de celles des essais balistiques ou Charpy (10^2 s^{-1}). Il semblerait donc que la vitesse de propagation de la fissure ait un effet sur la physique de la rupture. De longs couloirs de cupules, semblant avoir fusionné entre elles, sont observés. La différence entre ces deux populations de cupules ne sera pas discutée dans ce chapitre.

Ici encore, nous avons quantifié la distribution de diamètre des cupules (Figure 2.28) grâce à deux images MEB disponibles dans l'étude [Bro17] .

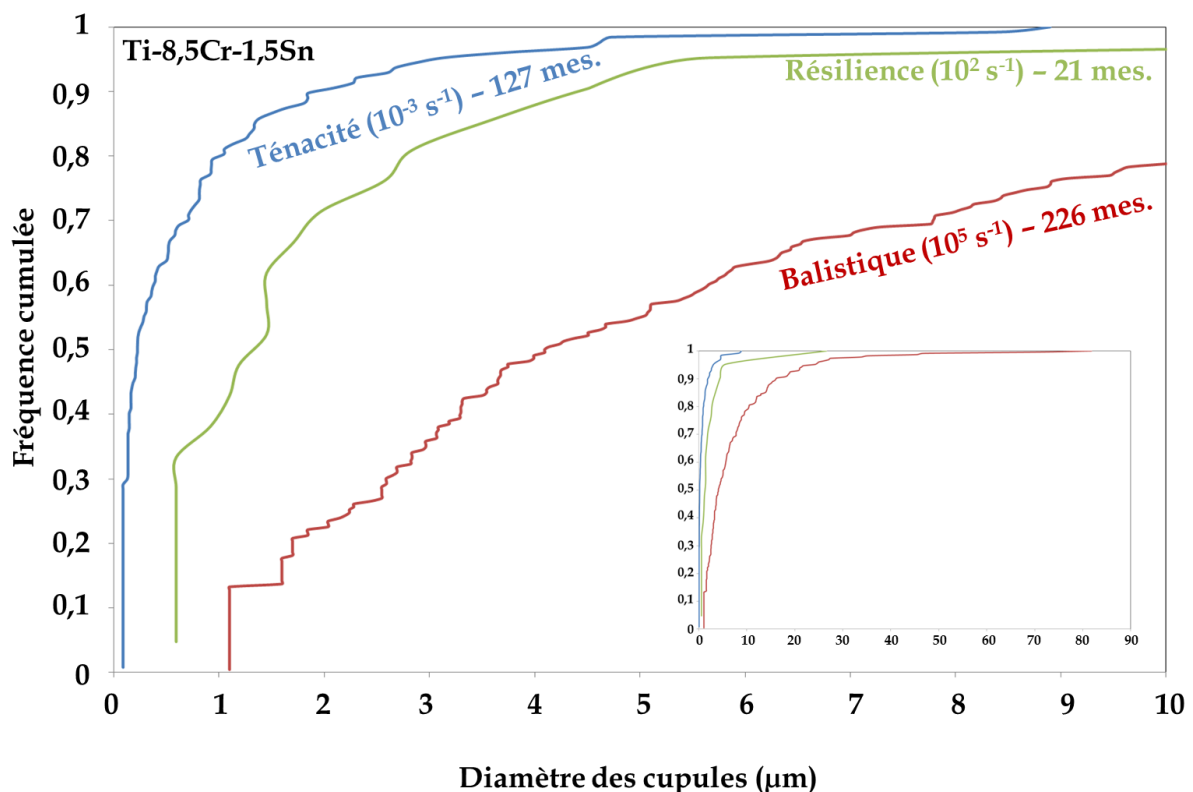


Figure 2.28 - Distribution de diamètre des cupules d'un alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn testé en résilience, balistique et ténacité en fréquence cumulée* – la distribution totale est affichée dans l'encart, le nombre de mesures effectué et l'essai associé sont inscrits à côté de chaque courbe

La taille des cupules semble augmenter avec la vitesse de déformation locale typique (annotée pour chaque courbe de la Figure 2.28). Avec toutes les précautions qu'il faut prendre concernant la faible précision de nos mesures, ce résultat est en contradiction avec celui observé dans le cas des alliages Ti-15Mo et Ti-15Mo-1Fe (Figure 2.14), où les cupules en

résilience étaient plus petites que celles en traction. Si ces observations sont sommaires au vu de la précision des mesures, elles pointent néanmoins des différences de comportement entre les deux groupes d'alliages, qu'il s'agira d'éclaircir au cours de cette étude.

Synthèse

Cette deuxième partie nous a permis de faire un tour d'horizon des différents types d'alliages TRIP/TWIP déjà développés ainsi que de faire état des principales avancées dans la compréhension des mécanismes de déformation.

La Figure 2.29 et le Tableau 2.6 résument les positions Bo-Md ainsi que toutes les propriétés mécaniques en traction recensées pour les alliages présentant les effets TRIP et/ou TWIP.

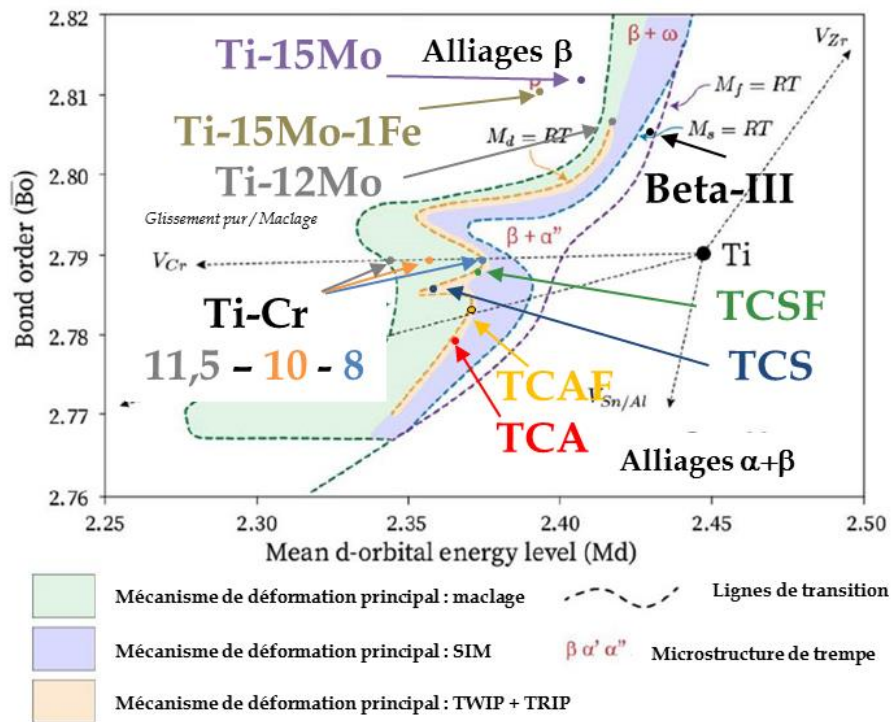


Figure 2.29 – Carte Bo-Md regroupant toutes les compositions TRIP et/ou TWIP mentionnées dans ce chapitre

Tableau 2.6 – Propriétés mécaniques de plusieurs alliages TRIP/TWIP extraites des essais de traction réalisés à température ambiante

Alliage (% mass.)	R _{p0,2} (MPa)	R _m (MPa)	Allongement (%)	Réduction d'aire à rupture (%)	Bo	Md
Ti-12Mo	600	1000	(h) 38	/	2,807	2,416
Ti-15Mo	440 ± 2	701 ± 1	(h) 34 ± 1	84 ± 1	2,812	2,408
Ti-15Mo-1Fe	845 ± 2	845 ± 2	(h) 10 (0,2)	75 ± 1	2,811	2,394
Ti-8Cr	656	771	(r) 34	37	2,789	2,375
Ti-10Cr	443	868	(r) 39	58	2,789	2,357
Ti-11,5Cr	790	864	(r) 14	63	2,789	2,343
Ti-8,5Cr-1,5Sn	620	1265	(h) 35	/	2,786	2,367
Ti-8,5Cr-1,5Al	610	1150	(h) 41	/	2,779	2,365
Ti-7Cr-1Sn-1Fe	710	1380	(h) 28	/	2,786	2,369
Ti-7Cr-1Al-1Fe	645	1415	(h) 38	/	2,782	2,368

(h) : allongement homogène ; (r) : allongement à rupture

Tableau 2.7 – Ténacité et résilience d'alliages base Ti-Mo et Ti-Cr à température ambiante

Alliage (% mass.)	Ténacité (MPa.m ^{0,5})	Résilience Charpy (J.cm ⁻²)
Ti-10,2Mo-6Zr-4,5Sn	173 ± 17	/
Ti-15Mo	/	252 ± 10
Ti-15Mo-1Fe	/	64 ± 3
Ti-8,5Cr-1,5Sn	145	193 ± 15

Une mise à jour sur la stratégie de conception a été faite, montrant que le déclenchement simultané des effets TRIP et TWIP (en tant que mécanismes primaires) n'était pas forcément nécessaire, voire contre-productif (vis à vis de la limitation de la limite d'élasticité), pour parvenir aux propriétés mécaniques recherchées. Dans tous les cas, les études ont montré la complexité de l'analyse et de la compréhension des mécanismes de déformation qui ont lieu au sein des alliages TRIP/TWIP, et de leur corrélation avec les propriétés macroscopiques observées. Aussi, il est très important de retenir **qu'il n'est pas possible de transposer une séquence de déformation donnée à tous les grains d'un même alliage et donc encore moins à tous les alliages TRIP/TWIP sans distinction.**

D'autres pistes de corrélation entre chimie et propriétés mécaniques sont en cours (distorsion de maille cristalline liée aux éléments d'alliages menant à une réduction de l'effet TRIP par stabilisation de la phase β [Dan20]) mais les hypothèses nécessitent d'être confirmées.

Cette deuxième partie a également permis un état de l'art des connaissances des mécanismes de rupture des alliages TRIP/TWIP. Pour les deux types d'alliages, une rupture ductile à cupules a été mise en évidence et ce, même à des températures négatives. La rupture est donc toujours de nature ductile même si à basse température elle se présente comme macroscopiquement fragile, comme en atteste l'apparition de facettes, à la fois pour les alliages base Ti-Mo et base Ti-Cr. De plus, des informations sur les mécanismes de rupture comme la formation de cupules en avant du front de fissure, trouvent écho dans des observations qui touchent aux mécanismes de déformation, comme la formation extrêmement rapide de macles bien en avant de la propagation des fissures. Néanmoins, cet état de l'art nous permet de

constater qu'il n'y pas d'étude mécanistique sur les alliages de titane TRIP/TWIP, liant rupture et déformation, ce qui ouvre le champ à de nombreuses questions.

Nous avons exploité les données de la littérature pour quantifier les diamètres des cupules selon le type de sollicitation et la température de l'essai et ce pour les deux groupes d'alliages. La Figure 2.30 propose donc de comparer la distribution des diamètres de cupules entre les deux séries d'alliages, pour une sollicitation en traction et pour un essai de résilience Charpy.

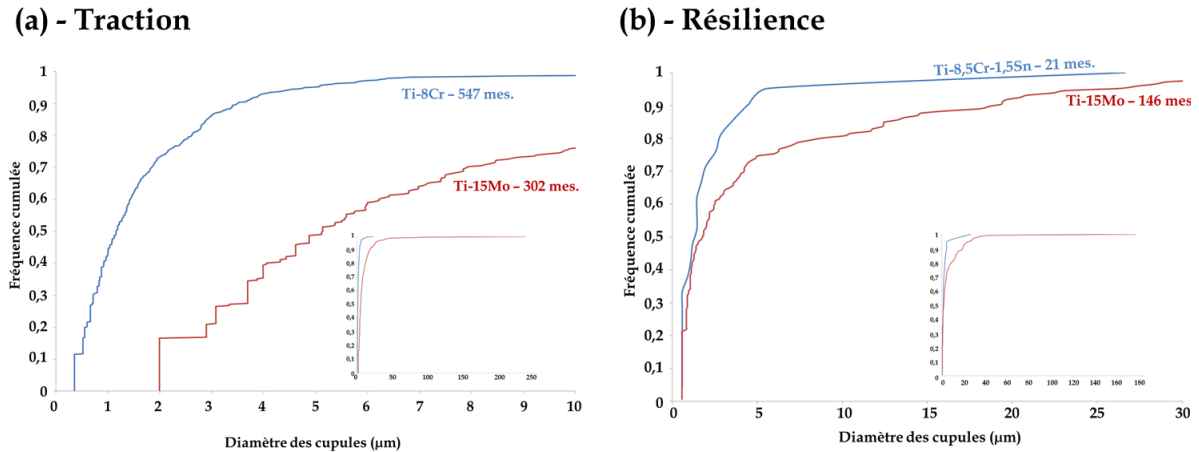


Figure 2.30 – Comparaison des distributions de diamètre des cupules en fréquence cumulée des alliages (a) Ti-8Cr et Ti-15Mo testés en traction, d'après [Han86] et [Yao19] ; (b) Ti-8,5Cr-1,5Sn et Ti-15Mo testés en résilience, d'après [Bro17] et [Yao19] – la distribution totale est affichée dans l'encart et le nombre de mesures effectué sont inscrits à côté de chaque courbe

Nous pouvons remarquer que, quel que soit le mode de sollicitation étudié, l'alliage base Ti-Mo présente de plus grosses cupules que l'alliage base Ti-Cr, ce qui suggère une différence dans la croissance des cupules en fonction du groupe d'alliages considéré. Nous avons aussi remarqué une différence d'effet de la sollicitation entre les groupes d'alliages : en effet, lorsque la vitesse de sollicitation augmente, les cupules sont plus petites pour les alliages base Ti-Mo (Figure 2.14) alors qu'elles sont plus grandes pour les alliages base Ti-Cr (Figure 2.28).

Ces différences de diamètres de cupules entre groupes d'alliages et de comportement pour des vitesses de sollicitations différentes sont probablement à mettre en perspective avec les différences observées en ce qui concerne la phénoménologie du maclage dans chaque groupe d'alliages. A ce stade de l'étude nous ne pouvons pas établir de liens de cause à effet avec les données présentées ici mais nous pouvons raisonnablement faire la même remarque que précédemment, à savoir que **les mécanismes de rupture ductile présentent une phénoménologie différente entre les deux groupes d'alliages voire même entre alliages d'un même groupe.**

Nous supposons également que pour un même alliage, **la mise à l'échelle entre boutons fabriqués en laboratoire et production de lingots semi-industriels apportera son lot de spécificités.** Dans notre cas, les conclusions obtenues sur le Ti-8,5Cr-1,5Sn dans les études [Bro17] et [Dan19] (boutons de 200g, taille de grains de 100 μm) devront donc être transposées avec précaution à notre alliage (issu d'un lingot de 23 kg, taille de grains supérieure à 500 μm). De plus, **les différences mises en évidence entre les alliages posent la question de la caractérisation d'une nouvelle composition.** En effet, au-delà de la preuve de concept, la réalisation d'une campagne de caractérisation complète (essais mécaniques variés + expertise métallographiques) peut s'avérer longue et coûteuse en temps et freiner l'avancée vers

l'industrialisation de ces alliages. C'est pourquoi dans le chapitre 3, nous avons choisi de mettre au point une méthodologie d'étude systématique et à plusieurs niveaux de complexité afin de disposer d'outils efficaces pour caractériser de nouveaux alliages TRIP/TWIP.

Références

- [Abd06] Abdel-Hady, M., Hinoshita, K., Morinaga, M. (2006) *General approach to phase stability and elastic properties of β -type Ti-alloys using electronic parameters*. Scripta Materialia, 55, p. 477-480.
- [Ada78] Adachi, H., Tsukuda, M., Satoko, C. (1978) *Discrete variational Xa cluster calculations. I. Application to metal clusters*. Journal of the Physical Society of Japan, 45, p. 875-883.
- [Ada91] Adachi, H., (1991) Introduction to quantum materials chemistry. Sankyo Press, p. 1-48.
- [Bha06] Bhattacharjee, A., Varma, V.K., Kamat, S.V., et al. (2006) *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, p. 1423-1433.
- [Big19] Bignon, M., Bertrand, E., Tancrét, F. et al. (2019) *Modelling martensitic transformation in titanium alloys: The influence of temperature and deformation*. Materialia, 7, 100382, 17 pages.
- [Bou01] Bouaziz, O., Guelton, N. (2001) *Modelling of TWIP effect on work-hardening*. Materials Science and Engineering A, 319, p. 246-249.
- [Bro16] Brozek, C., Sun, F., Vermaut, P., et al. (2016) *A β -titanium alloy with extra high strain-hardening rate: Design and mechanical properties*. Scripta Materialia, 114, p. 60-64.
- [Bro17] Brozek, C. (2017) *Conception et développement de nouveaux alliages de titane à haute ductilité et fort écrouissage*. Thèse, Université Pierre et Marie Curie.
- [Car77] Carter, G., Flower, H.M., Pennock, G.M., et al. (1977) *The deformation characteristics of metastable β -phase in a Ti-15 wt % Mo alloy*, Journal of Materials Science, 12, p. 2149-2153.
- [Dan19] Danard, Y. (2019) *Développement d'alliages de titane « transformables par déformation » : étude des relations microstructure/propriétés mécaniques*. Thèse, Université Paris Sciences et Lettres.
- [Dan20] Danard, Y., Sun, F., Gloriant, T., et al. (2020) *The Influence of Twinning on the Strain-Hardenability in TRIP/TWIP Titanium Alloys: Role of Solute-Solution Strengthening*. Frontiers in Materials, vol. 7, article 240.
- [Elc] www.elcometer.com (en date du 25 novembre 2020)
- [Gil09] Gil-Sevillano, J.G. (2009) *An alternative model for the strain hardening of FCC alloys that twin, validated for twinning-induced plasticity steel*. Scripta Materialia, 60, p. 336-339.
- [Gre85] Grebe, H.A., Pak, H.R., Meyers, M.A. (1985) *Adiabatic shear localization in titanium and Ti-6 pct Al-4 pct V alloy*. Metallurgical and Materials Transactions A, 16(5), p. 761-775.

- [Gut11] Gutierrez-Urrutia, I., Raabe, D. (2011) *Dislocation and twin substructure evolution during strain hardening of an Fe-22wt.%Mn-0.6wt.%C TWIP steel observed by electron channeling contrast imaging*. Acta Materialia, 59, p. 6449-6462.
- [Han82] Hanada, S., Izumi, O. (1982) *Deformation and Fracture of Metastable Beta Titanium Alloys (Ti-15Mo-5Zr and Ti-15Mo-5Zr-3Al)*. Transactions of the Japan Institute of Metals, 23 (2), p. 85-94.
- [Han86] Hanada, S., Izumi, O. (1986) *Deformation behaviour of retained beta phase in beta-eutectoid Ti-Cr alloys*. Journal of Materials Science, 21, p. 4131-4139.
- [Hid80] Hida, M., Sukedai, E., Yokohari, Y., et al. (1980) *Thermal Instability and Mechanical Properties of Beta Ti-Mo Alloys*, Journal of the Japan Institute of Metals and Materials, 44 (4), p. 436-442.
- [Idr10] Idrissi, H., Renard, K., Ryelandt, L., Schryvers, D., Jacques, P.J. (2010) *On the mechanism of twin formation in Fe-Mn-C TWIP steels*. Acta Materialia, 58, p. 2464-2476.
- [Iwa98] Iwamoto, T., Tsuta, T., and Tomita, Y. (1998) *Investigation on deformation mode dependence of strain-induced martensitic transformation in TRIP steels and modelling of transformation kinetics*. International Journal of Mechanical Sciences, 40, p. 173-182.
- [Kur98] Kuroda, D., Niinomi, M., Morinaga, M., Kato, Y., Yashiro, T. (1998) *Design and mechanical properties of new β type titanium alloys for implant materials*. Materials Science and Engineering A, 243, p. 244-249.
- [Lai16] Lai, M.J., Tasan, C.C., Raabe, D. (2016) *On the mechanism of 332 twinning in metastable β titanium alloys*, Acta Materialia, 111, p.173-186.
- [Lil17] Lilensten, L., Couzinié, JP, Bourgon, J., et al. (2017) *Design and tensile properties of a bcc Ti-rich high entropy alloy with transformation induced plasticity*. Materials Research Letters, 5, p. 110-116.
- [Lil19] Lilensten, L., Danard, Y., Brozek, C., et al. (2019) *On the heterogeneous nature of deformation in a strain transformable beta metastable Ti-V-Cr-Al alloy*. Acta Materialia, 162, p. 268-276.
- [Liu89] Liu, Y., McCormick, PG. (1989) *Influence of heat Treatment on the Mechanical Behaviour of a NiTi Alloy*, Iron and Steel Institute of Japan International, 29, p. 417-422.
- [Liu98] Liu, Y., Xiang, H. (1998) *Apparent modulus of elasticity of near-equiatomic NiTi*, Journal of Alloys and Compounds, 270, p. 154-159.
- [Lor11] Lorthios, J. (2011) *Endommagement des aciers TWIP pour application automobile*, Thèse, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Min13] Min, X., Chen, X., Emura, S., et al. (2013) *Mechanism of twinning-induced plasticity in β -type Ti-15Mo alloy*. Scripta Materialia, 69, p. 393-396.
- [Miy81] Miyazaki, S., Otsuka, K., Suzuki, Y. (1981) *Transformation pseudoelasticity and deformation behavior in a Ti-50.6 at%Ni alloy*. Scripta Metallurgica, 15, p.287-292.
- [Moh77] Mohamed, H.A., Washburn, J. (1977) *Deformation behaviour and shape memory effect of near equi-atomic NiTi alloy*, Journal of Materials Science, 12, p. 469.

- [Mor06] Morinaga, M., Murata, Y., Yukawa, H. (2006) Hartree-Fock-Slater Method for Materials Science, Springer.
- [Mor84] Morinaga, M., Yukawa, N., Adachi, H. (1984) *New Phacom and its Applications to Alloy Design*. Superalloys, p. 523-532.
- [Mor88] Morinaga, M., Yukawa, N., Maya, T., et al. (1988) *Theoretical design of titanium alloys*. Sixth World Conference on Titanium. III, Société française de métallurgie, p. 1601-1606.
- [Nan08] Nanga-Nyongha, S. (2008) *Mechanical behaviour and martensitic transformations of two austenitic stainless steels: temperature, strain rate and loading effects*. Thèse, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Ols78] Olson, G.B., Azrin, M. (1978) *Transformation behavior of TRIP steels*. Metallurgical Transactions A, 9, p. 713-721.
- [Par07] Paradkar, A.G., Kamat, S.V., Gogia, A.K., et al. (2007) *Various stages in stress-strain curve of Ti-Al-Nb alloys undergoing SIMT*, Materials Science and Engineering A, 456, p.292-299.
- [Pel16] Peltier, B., Brozek, C., Millet, Y., et al. (2016) *Pièce de turbomachine comportant un alliage à base de titane*. Brevet, EP3212816B1, 10 pages.
- [Per74] Perkins, J. (1974) *Residual stresses and the origin of reversible (two-way) shape memory-effects*. Scripta Metallurgica, 8, p. 1469-1476.
- [Pol18] Polatidis, E., Hsu, W.N., Šmíd, M., Panzner, T., et al. (2018) *Suppressed martensitic transformation under biaxial loading in low stacking fault energy metastable austenitic steels*. Scripta Materialia, 147, p. 27-32.
- [Raabe] www.dierk-raabe.com/twip-steels/ (en date du 10 octobre 2020)
- [Rac74] Rack, HJ. (1974) *Fracture Toughness Behavior of Unaged Beta-III Titanium*, Toughness and Fracture Behavior of Titanium, American Society for Testing and materials, STP 651, p. 43-63.
- [Rag69] Raghavan, K.S., Sastri, A.S., Marcinkowski, M.J. (1969) *Nature of the Work-hardening Behavior in Hadfields Manganese steel*. Transactions of the Metallurgical Society of AIME, 245(7), p. 1569-1575.
- [Ren12] Renard, K., Idrissi, H., Schryvers, D., et al. (2012) *On the stress state dependence of the twinning rate and work hardening in twinning-induced plasticity steels*. Scripta Materialia, 66, p. 966-971.
- [Sha93] Shahan, AR., Taheri, AK. (1993) *Adiabatic shear bands in titanium and titanium alloys: a critical review*. Materials and Design, 14(4), p.243-250.
- [Sla74] Slater, J.C. (1974) Quantum Theory of Molecules and Solids: Vol 4, the self-consistent field for molecules and solids, McGraw-Hill.
- [Sun13] Sun, F., Zhang, J.Y., Marteleur, M., et al. (2013) *Investigation of early stage deformation mechanisms in a metastable β titanium alloy showing combined twinning-induced plasticity and transformation-induced plasticity effects*. Acta Materialia, 61, p. 6406-6417.

- [Sun15] Sun, F., Zhang, JY., Marteleur, M., et al. (2015) *A new titanium alloy with a combination of high strength, high strain hardening and improved ductility*. Scripta Materialia, 94, p. 17-20.
- [Tad80] Tadaki, T., Wayman, CM. (1980) *Crystal structure and microstructure of a cold-worked NiTi alloy with unusual elastic behavior*. Scripta Metallurgica, p. 911-914.
- [Ti17] Fiche technique Aubert et Duval, www.aubertduval.com/fr/nuance/752/ (en date du 25/11/2020)
- [Vai99] Vaidyanathan, R., Bourke, MAM, Dunan, DC (1999) *Analysis of neutron diffraction spectra acquired in situ during stress-induced transformations in superelastic NiTi*. Journal of Applied Physics, 86, p. 3020
- [Wan18] Wang, P., Todai, M., Nakano, T. (2018) *Beta titanium single crystal with bone-like elastic modulus and large crystallographic elastic anisotropy*. Journal of Alloys and Compounds, 782, p. 667-671.
- [Wel93] Welsch, G., Boyer, R., Collings, E.W. (1993) Materials Properties Handbook: Titanium Alloys. ASM International.
- [Yao19] Yao, K., Min, X., Emura, S. (2019) *Enhancement of impact toughness of β -type Ti-Mo alloy by {332}<113> twinning*, Journal of Materials Science, 54, p.11279-11291.
- [Zho96] Zhou, M., Rosakis, AJ, Ravichandran, G. (1996) *Dynamically propagating shear bands in impact-loaded prenotched plates – I. Experimental investigations of temperature signatures and propagation speed*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 44(6), p. 981-1006.

Chapitre 3 :
Etude du comportement mécanique
d'un alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn
TRIP/TWIP :
mise au point d'une méthodologie

Ce chapitre définit des critères de mise en forme pour un alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn, matériau de notre étude que nous présenterons. Une méthodologie systématique d'étude du comportement mécanique des alliages TRIP/TWIP est mise en place, tout en statuant sur l'effet de l'historique thermomécanique de l'alliage. Les différents types d'essais mécaniques sont présentés et les conditions de réalisation sont précisées. Les méthodologies d'étude de la déformation et de la rupture sont également présentées et ouvrent la voie à une étude quantitative systématique de la taille d'éléments caractéristiques associés à chaque phénomène.

I. Présentation du matériau de l'étude

Après avoir présenté les généralités sur les alliages TRIP/TWIP ainsi que les derniers résultats importants sur les alliages base Ti-Cr, nous allons maintenant détailler l'historique thermomécanique et les caractéristiques microstructurales de l'alliage de cette étude, de composition chimique nominale Ti-8,5Cr-1,5Sn (%mass.). La chimie de cet alliage a été choisie à la suite des travaux menés dans l'étude [Bro17]. La conception de l'alliage a donc été pensée en vue d'une industrialisation d'où la mise à disposition d'un lingot de plusieurs kilogrammes, afin de permettre une étude complète du comportement mécanique sans nouvelle élaboration au cours de l'étude. Comme présenté dans le chapitre 2, nous disposons déjà de nombreuses informations sur cet alliage (mécanismes élémentaires de déformation, en particulier), grâce à l'étude [Bro17], qui constituent une base solide de résultats sur lesquels nous pourrions nous appuyer.

I.1. État de la matière à réception

Cette première partie s'attache à décrire l'historique thermomécanique ainsi que la chimie de l'alliage avant tout traitement supplémentaire réalisé spécifiquement pour les besoins de l'étude. Afin de clarifier les dénominations utilisées, **le lingot désigne le produit après réalisation des compacts et de l'électrode soudée et passée en fusion et refusions VAR, la plaque ou le bloc désigne un sous-produit après traitement(s) thermomécaniques(s) spécifié(s).**

I.1.a. Historique thermomécanique et composition chimique

Le lingot initial a été élaboré par fusion VAR par TIMET USA à Henderson et forgé à 1150°C en une plaque de 54 mm d'épaisseur avec un refroidissement à l'air. Cette plaque a été séparée en plusieurs parties et utilisée pour différentes études, notamment la thèse de Cédrik Brozek [Bro17] antérieure à notre étude, pour laquelle la composition chimique était Ti-8,51Cr-1,43Sn. La partie de la plaque récupérée pour notre étude correspond au milieu du lingot initial. Ainsi, d'après les analyses chimiques réalisées par TIMET par spectrométrie à plasma à couplage inductif (ICP), la composition chimique du matériau étudié est la suivante :

Tableau 3.1 – Composition chimique du milieu de lingot avant forgeage (%mass.)

Élément chimique	Cr	Sn	O	N	C	Ti
Pourcentage massique (%)	9,36	1,53	0,064	0,002	0,005	Bal.

La partie du lingot dont nous disposons est plus enrichie en éléments d'alliage que la composition nominale prévue. Les paramètres Bo et Md pour le milieu de lingot sont $\overline{Bo} = 2,785$ et $\overline{Md} = 2,359$ (pour rappel $\overline{Bo}_{\text{nominale}} = 2,786$ et $\overline{Md}_{\text{nominale}} = 2,368$). Une fois ces valeurs replacées sur la carte Bo-Md remaniée (Figure 3.1), nous pouvons confirmer que l'alliage présentera théoriquement les effets TRIP et TWIP. La carte nous indique également que la microstructure de trempe devrait être ($\beta + \omega_{\text{ath}}$).

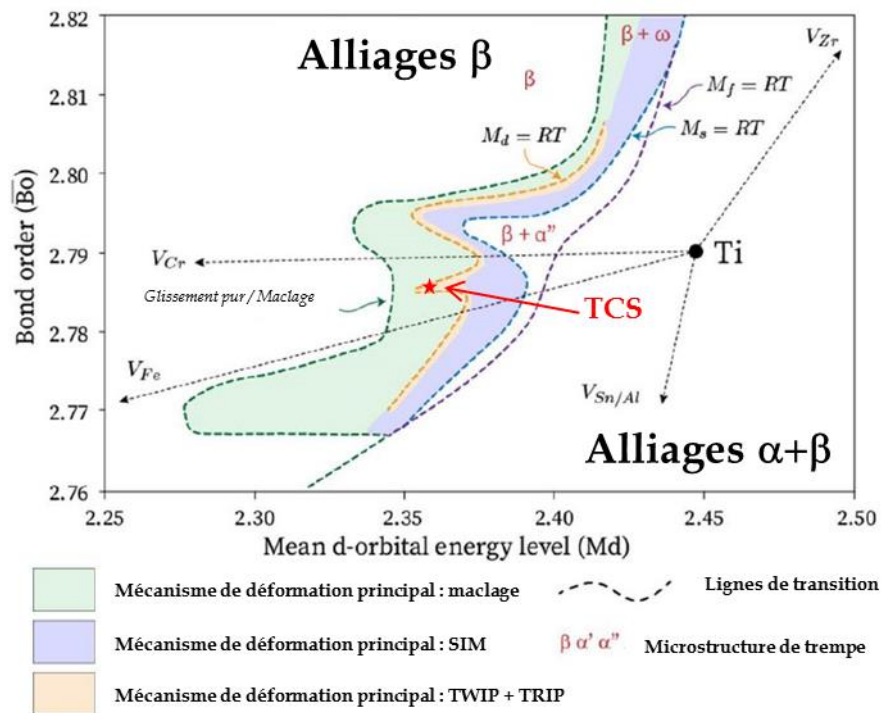


Figure 3.1- Carte Bo-Md avec positionnement de l'alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn de notre étude

L'analyse de composition chimique montre que le lingot, et donc la plaque, ne sont pas trop chargés en oxygène. En effet, des études précédentes [Bro17] [Dan19] ont montré qu'une concentration inférieure à 1100 ppm en oxygène permettait de conserver les effets TRIP et TWIP tout en évitant la fragilisation de l'alliage.

Enfin la **température de transus β** de cet alliage a été déterminée à 735 °C au cours de la thèse de C. Brozek [Bro17]. Nous présenterons, plus loin dans ce chapitre, les analyses effectuées pour vérifier cette valeur, qui a été déterminée à 697 °C dans notre cas. L'écart de 38 °C observé s'explique par les différences de compositions chimiques locales entre les alliages des deux études.

I.1.b. Microstructure à réception

La réalisation d'essais mécaniques sur l'alliage de notre étude suppose une microstructure monophasée β, de taille souhaitée autour de 100 μm (statistique de grains suffisante dans le fût de l'éprouvette). De ce fait, afin d'établir s'il faut réaliser d'éventuels traitements thermomécaniques supplémentaires sur la plaque, sa microstructure a été analysée par expertise métallographique selon la méthodologie décrite dans l'Annexe 1. L'analyse métallographique a été réalisée à la loupe binoculaire, en peau et à cœur de la plaque, après attaque chimique au réactif de Kroll, également décrite dans l'Annexe 1 (Figure 3.2).

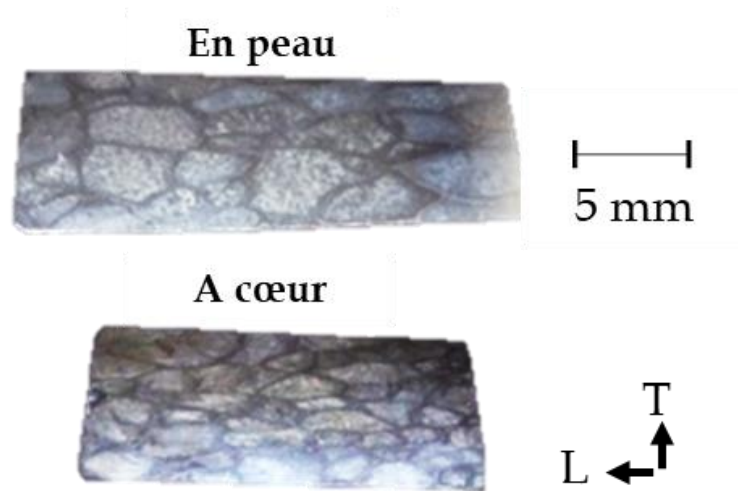


Figure 3.2 – Observation en microscopie optique de la microstructure de la plaque à réception, après attaque chimique au réactif de Kroll

Cette analyse permet de mettre en évidence des grains très gros, d'une taille moyenne de 5 mm. L'analyse microstructurale n'a pas été poussée plus loin, étant donné que la taille de grain est beaucoup trop importante pour réaliser des essais mécaniques représentatifs. Elle impose à elle seule d'effectuer des traitements thermomécaniques supplémentaires sur la plaque pour réduire notablement la taille moyenne des grains.

Ainsi, dans la suite de cette partie, l'état de référence de deux blocs différents va être présenté. Ces deux blocs (LC et LTIM, Figure 3.3) sont issus de la plaque reçue et analysée dans la partie précédente. Une séquence de traitements thermomécaniques spécifique a été appliquée à chaque bloc, qui nous a permis d'obtenir trois états métallurgiques distincts, qui nous permettront de définir des critères de mise en forme pour cette composition d'alliage. Nous présenterons les détails des traitements réalisés ainsi que la caractérisation microstructurale de chaque bloc.

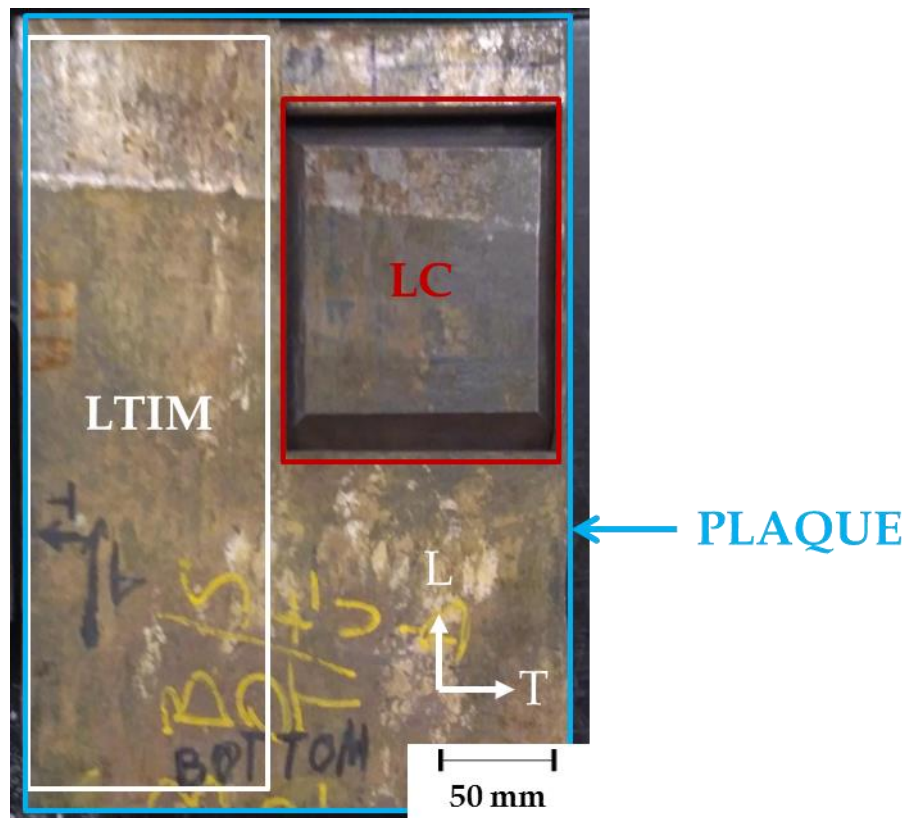


Figure 3.3 – Photographie de la plaque initiale et repérage des deux blocs de l'étude, LC : bloc laminé au Centre des Matériaux, LTIM : bloc laminé par TIMET

I.2. Critères de mise en forme d'un alliage de titane TRIP/TWIP

I.2.a. Traitements thermomécaniques

➤ Bloc laminé au Centre des Matériaux : bloc LC

Ce premier bloc découpé dans la plaque initiale de 54 mm d'épaisseur présente des dimensions 125 (T) x 150 (L) x 50 (S) mm³ après écroutage (Figure 3.4.a).

Étant donné que le refroidissement après le procédé de forge par TIMET a été effectué à l'air, un premier traitement de remise en solution en phase β a été effectué à 900 °C pendant 1 h au four à moufle (sous air) et suivi d'une trempe rapide à l'eau afin d'éviter la précipitation éventuelle de phase α au refroidissement.

Ensuite, un laminage à chaud dans la direction L puis un traitement thermique juste au-dessus du transus β ont été réalisés pour favoriser la recristallisation au sein de l'alliage et ainsi diminuer la taille de grains initiale. Nous avons réalisé le laminage à chaud au Centre des Matériaux au sein de l'atelier Jean-Pierre Etourneau sur un laminoir Mino G Battista. Le bloc LC a été placé au four à 700 °C ($T_\beta + 3$ °C) pendant une heure puis laminé. A cette température, la présence de phase α résiduelle, qui n'aurait pas eu le temps de se dissoudre, est possible mais la fraction de phase potentiellement présente est faible. De plus, le traitement thermique post laminage doit permettre une remise en solution totale en phase β .

Cependant, dans notre cas, la température n'était pas suffisante pour permettre des passes efficaces. Ainsi, une deuxième mise au four à 800 °C ($T_{\beta} + 103$ °C) pendant 1 h a été effectuée. Le laminage s'effectue donc dans ce cas dans le domaine β , où la contrainte d'écoulement du titane est plus faible [Mil88]. En l'absence de formation de phase α , la recristallisation est possible grâce à l'énergie emmagasinée lors du laminage [Per20]. Au total, 26 passes et 2 remises au four supplémentaires de 10 min ont été réalisées et l'étape de laminage finale a été suivie par une trempe à l'eau.

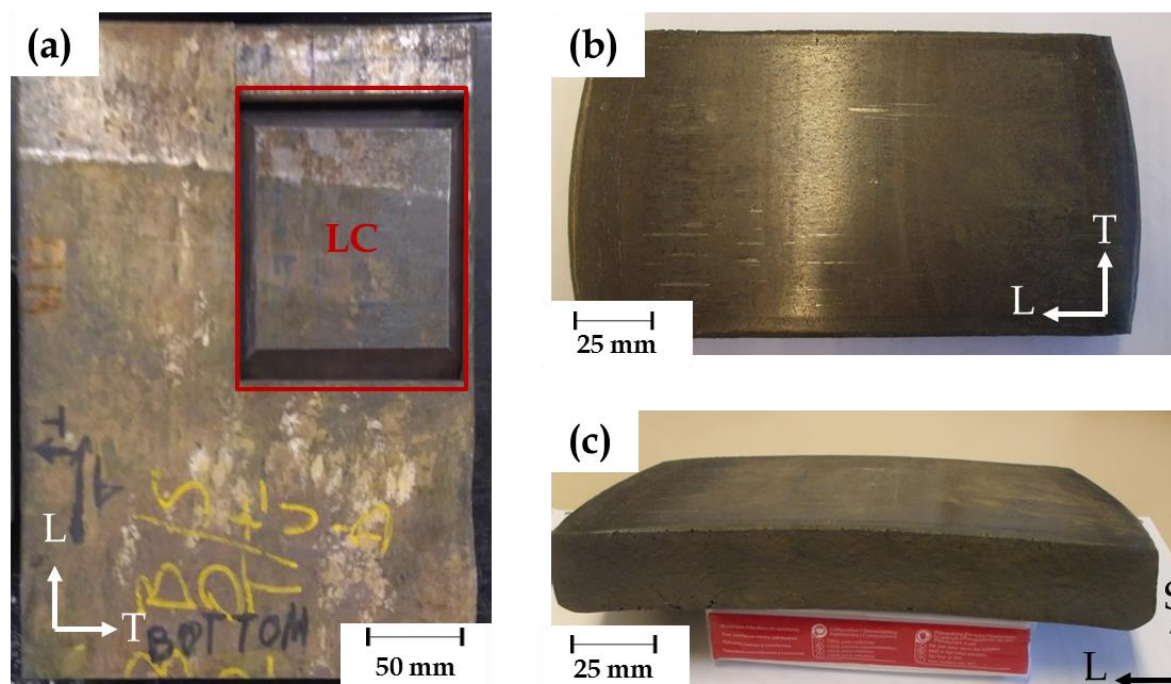


Figure 3.4 – (a) Plaque initiale et bloc LC découpé avant laminage ; (b)(c) bloc LC après laminage à chaud à 800 °C, vue de dessus et de côté respectivement – les directions L, T et S représentent le sens de laminage, le sens travers long et le sens travers court respectivement

A ce stade, nous pouvons déjà souligner le nombre conséquent de passes et de remises au four qu'il a fallu mettre en œuvre. Cela semble indiquer qu'une faible quantité d'énergie est emmagasinée à chaque passe. De plus, chaque remise au four relaxe les contraintes internes et donc l'énergie stockée au cours des passes précédentes.

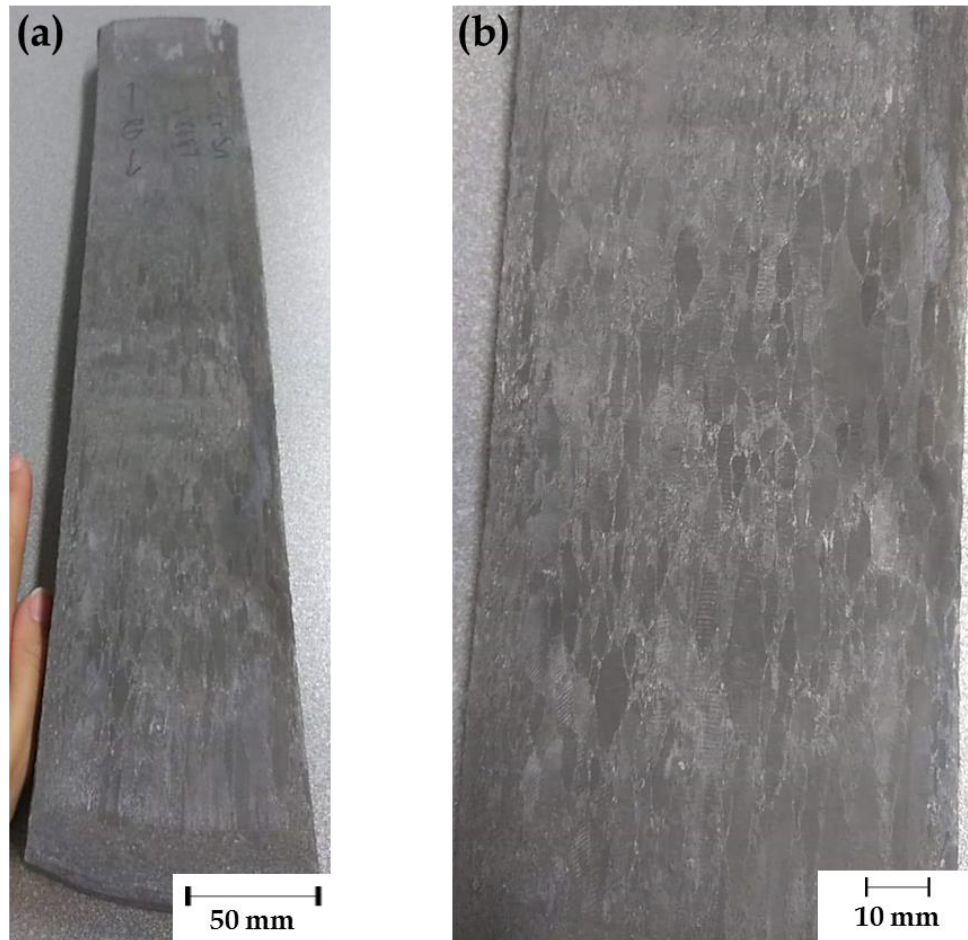
Le bloc laminé mesure alors 250 x 100 x 25 mm³ après écroutage (Figure 3.4.b et c). Le traitement thermique retenu est réalisé au bain de sels (Annexe 2) à 750 ± 2 °C ($T_{\beta} + 53$ °C) pendant 10 min suivi d'une trempe à l'eau. Au vu de l'épaisseur de 25 mm du bloc LC, nous avons choisi de le découper en deux sous-blocs LC' et LC'' de 12,5 mm d'épaisseur chacun, afin de se rapprocher de l'épaisseur testée lors de la mise en place des paramètres du traitement thermique, non détaillée ici. Cette épaisseur a été choisie car elle est en dessous des valeurs connues pour assurer une bonne trempe de l'alliage après traitement thermique (ex : 25 mm pour le TA6V [Timet]). Nous étudierons dans la partie II.2.a, l'effet de la zone de prélèvement sur les propriétés mécaniques.

➤ Bloc laminé par TIMET : bloc LTIM

Le bloc LC étant un bloc de faible volume, peu d'éprouvettes ont pu être usinées, ce qui n'a pas permis une caractérisation poussée de l'alliage de notre étude. Ainsi nous avons décidé de

traiter un deuxième bloc dans la plaque initiale de 54 mm d'épaisseur. Ce deuxième bloc est de dimensions 200 (L) x 85 (T) x 50 (S) mm³ après écroutage.

Pour ce deuxième bloc, le laminage a été effectué dans un laminoir semi-industriel de TIMET. Le laminage à chaud a été réalisé après 2 h au four à 950 °C, en six passes avec trois remises au four au total, puis le bloc a refroidi à l'air. Après une réduction de l'épaisseur à 25 mm, le bloc laminé a été sablé mécaniquement et décapé. Ce décapage chimique révèle d'ores et déjà une microstructure grossière avec des grains allongés et écrouis (Figure 3.5.b). Le bloc laminé mesure alors 400 x 81 x 25 mm³ après écroutage (Figure 3.5.a).



*Figure 3.5 – (a) Image du bloc LTIM laminé par TIMET à 950 °C et refroidi à l'air ;
(b) zoom sur les grains de la surface sablée mécaniquement et décappée chimiquement*

Pour ce deuxième bloc, nous avons choisi de traiter les ébauches en pleine épaisseur, c'est-à-dire 25 mm, afin de statuer sur l'évolution des propriétés mécaniques en fonction de l'épaisseur traitée. Ici, le traitement a été réalisé au four de trempe car nous nous sommes aperçus en cours d'étude que les carbonates qui constituent les bains de sels réagissent avec le chrome, élément présent dans notre alliage. A priori, seule une couche d'oxyde à la surface des ébauches est formée mais nous avons préféré nous prémunir contre cet effet.

Le traitement thermique de recristallisation retenu dans ce cas pour assurer une recristallisation consiste donc à mettre la pièce à 830 °C pendant 45 min, une fois celle-ci à température (contrôle par thermocouple soudé à la surface de l'ébauche traitée). La pièce à traiter est introduite dans un four froid car le traitement thermique est réalisé sous balayage

d'argon pour éviter l'oxydation. Ceci ajouté au contrôle par thermocouple sur pièce empêche l'introduction de l'ébauche à chaud. Le traitement thermique se termine par une trempe à l'eau glacée.

Les premières éprouvettes issues du bloc LTIM traité à 830 °C pendant 45 min ont révélé une ductilité inhabituellement basse (Figure 3.6, courbe «1 TTh + trempe eau»). Au vu du changement d'épaisseur traitée par rapport au bloc LC, l'hypothèse qui nous a semblé la plus probable est celle d'un défaut de trempabilité. La campagne d'essais a donc été immédiatement stoppée. Nous n'avons pas poussé l'analyse microstructurale jusqu'en microscopie électronique en transmission ou en diffraction des rayons X mais une répétition du traitement thermique de remise en solution (45 min à 830 °C) avec trempe eau sur éprouvette de traction plate a mis en évidence des propriétés mécaniques plus proches de celles obtenues sur le matériau LC (Figure 3.6, courbe «2 TThs + trempe eau»), contrairement à la fragilisation remarquée sur les éprouvettes non retraitées ou refroidie volontairement à l'air (Figure 3.6, courbe «2 TThs + refroidissement air»), caractéristique de la présence de phase ω_{iso} après une vitesse de trempe trop faible [Ahm15][Hic69][Nej16].

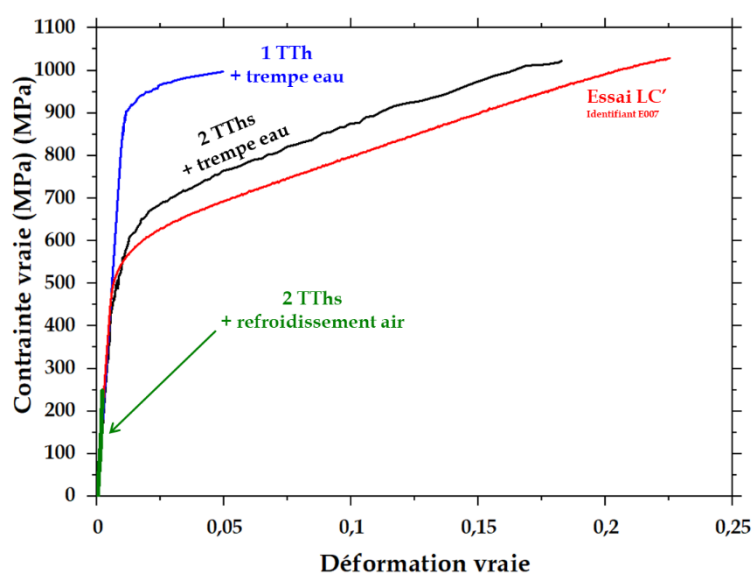


Figure 3.6 – Courbes contrainte vraie - déformation vraie des trois essais de traction sur éprouvette lisse plate issue du bloc LTIM après 1 ou 2 traitements thermiques et trempe à l'eau ou refroidissement à l'air, comparaison avec un essai de traction sur éprouvette issue du bloc LC'

L'épaisseur traitée (25 mm) est donc trop importante, la trempe n'a pas été efficace sur toute l'épaisseur considérée, ce qui a conduit à un refroidissement trop lent du reste de l'ébauche, entraînant la précipitation de phase ω , probablement isotherme.

Un deuxième traitement thermique a donc été réalisé directement sur les éprouvettes usinées, sur une épaisseur comprise entre 2 et 10 mm donc, malgré la modification de microstructure initiale possiblement induite par l'usinage [Bha06]. L'usinage étant réalisé par électroérosion, les contraintes induites dans le matériau sont faibles, tout comme les possibilités de modifier la microstructure.

Le traitement thermique additionnel a été conduit à la température de 750 °C, utilisée sur les blocs LC' et LC'', car les épaisseurs d'éprouvettes sont de 2 à 10 mm, et le temps de traitement a été allongé à 20 min, celui-ci étant maintenant réalisé au four, sous air. Les éprouvettes sont

donc introduites dans le four à température. Le contrôle de la température sur éprouvette grâce à un thermocouple a été réalisé une seule fois (pour le premier lot d'éprouvettes re-traitées) par souci de praticité.

Étant donné l'historique des traitements thermiques sur le bloc LTIM, nous disposons donc de deux microstructures issues de ce bloc :

- une première microstructure obtenue à l'issue de la trempe inefficace sur une épaisseur de 25 mm, présentant une forte quantité de phase ω probablement isotherme, que nous appellerons bloc LTIM- ω ;
- une seconde microstructure obtenue à l'issue du deuxième traitement thermique réalisé sur éprouvette à 750 °C, 20 min puis trempé à l'eau, que nous appellerons bloc LTIM'.

Les éprouvettes retraitées, du bloc LTIM' donc, permettront à elles seules une large caractérisation mécanique de l'alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn à température ambiante et à températures négatives dans les chapitres 4 et 5, respectivement. Une comparaison sera faite avec les éprouvettes LC' et LC'' à température ambiante.

Les éprouvettes issues du bloc LTIM- ω nous permettront de comprendre certains mécanismes de déformation et de rupture mis en jeu lors des différents essais mécaniques réalisés, grâce à l'augmentation de la quantité de phase ω présente par rapport aux éprouvettes LC', LC'' et LTIM'.

L'ensemble des traitements thermomécaniques est rappelé sur la Figure 3.13.

I.2.b. Microstructure initiale après traitements thermomécaniques

Dans cette partie, nous allons caractériser ce que nous appellerons dans la suite de ce manuscrit, la microstructure initiale du matériau, c'est-à-dire la microstructure après l'ensemble des traitements thermomécaniques mais avant sollicitation mécanique. L'analyse métallographique (Figure 3.7) a été réalisée sur des têtes d'éprouvettes de traction (après essai, en considérant que la tête ne se déforme pas) que nous présenterons dans la partie II.1.a. La procédure expérimentale est détaillée dans l'Annexe 1.

➤ Blocs LC' et LC''

Pour le bloc LC'' nous avons également réalisé ces mesures sur la cartographie EBSD (Figure 3.8). Nous avons donc mesuré 165 grains au total. La taille de grains moyenne est $760 \pm 233 \mu\text{m}$. Ces mesures manuelles permettent d'obtenir un ordre d'idée de la taille de la microstructure, qui s'avère très hétérogène.

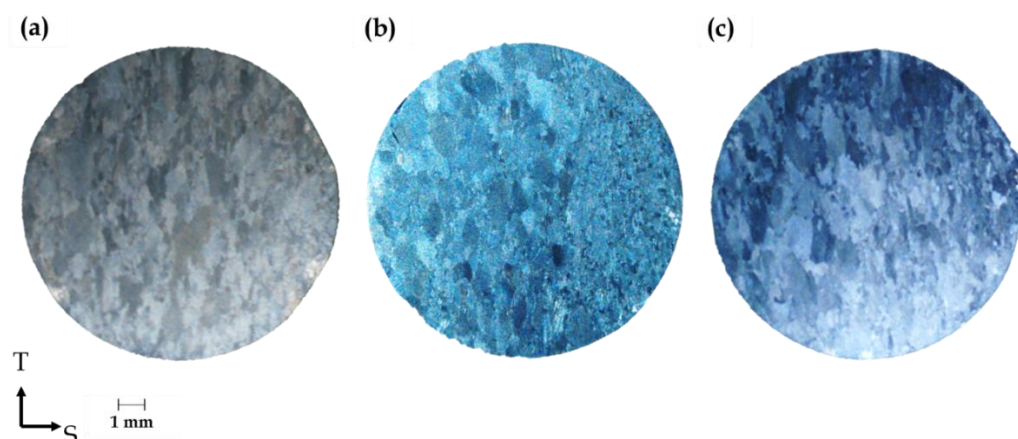


Figure 3.7 – Observations en microscopie optique de têtes d’éprouvettes de traction cylindriques lisses du bloc LC'' dans le plan S-T :
 (a), (c) microstructures homogènes ;
 (b) hétérogénéité de microstructure

La macrographie Figure 3.7.b met en évidence une forte hétérogénéité dans la répartition spatiale des grains en fonction de leur taille. Sur les trois éprouvettes analysées pour ce bloc, seul cet échantillon présente ce phénomène de façon aussi marquée, dans la zone analysée. Nous analyserons dans la suite du chapitre si cela semble avoir eu une influence sur le comportement mécanique de l’éprouvette concernée.

Une autre caractéristique qui peut modifier les propriétés mécaniques repose sur la texture cristallographique du matériau. Un polycristal présente une texture lorsque ses grains sont orientés selon certaines directions préférentielles, rendant alors le matériau anisotrope du point de vue de certaines de ses propriétés. Nous avons vu dans le chapitre 1 que la phase β du titane présente une forte anisotropie, ainsi l’analyse de la texture est essentielle pour prévoir et expliquer les différences de comportement mécanique du matériau en fonction du prélèvement des éprouvettes. Sur ce point, l’étude précédant cette thèse et portant sur le même alliage [Bro17] a rapporté une forte texture des échantillons laminés puis recristallisés, caractérisée par la fibre γ majoritairement et α en plus faible proportion. L’ensemble des fibres de texture est détaillé dans l’Annexe 3.

Ainsi, afin d’avoir accès à la texture propre au matériau étudié, les trois mêmes têtes d’éprouvettes ont été cartographiées par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) au MEB (Figure 3.8). La procédure expérimentale est détaillée dans l’Annexe 4.

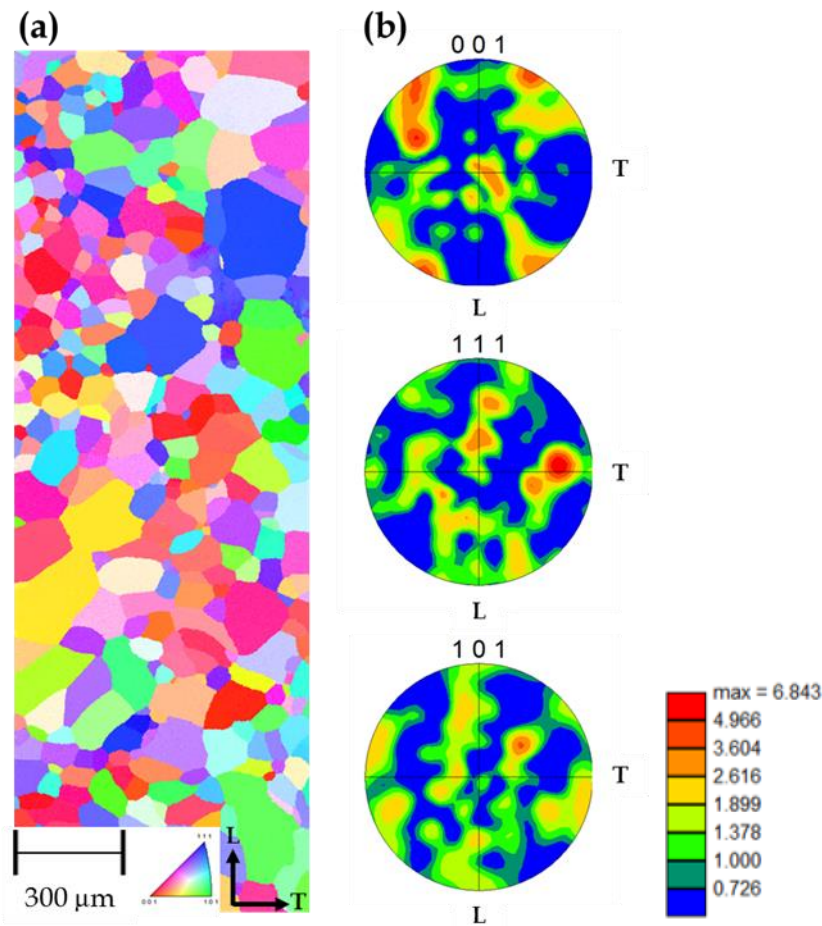


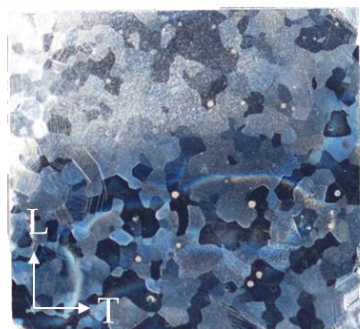
Figure 3.8 – (a) Cartographie EBSD d'un échantillon issu du bloc LC'', codage selon l'orientation cristallographique de la direction normale (S) ; (b) représentation associée de la texture par les figures de pôles {001}, {111} et {101}

Aucune orientation particulière n'apparaît sur la Figure 3.8.a (panel de couleur varié), ce qui est confirmé par les figures de pôles (Figure 3.8.b). Les fibres γ ($\langle 111 \rangle // S$) et α ($\langle 110 \rangle // L$) ne sont donc pas observées dans notre cas. De plus la taille moyenne des grains est de 67 μm en considérant seulement cette cartographie, ce qui confirme une hétérogénéité importante de la microstructure, comme observé sur la Figure 3.7.b.

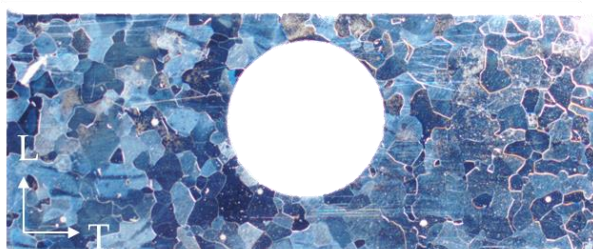
➤ Blocs LTIM' et LTIM-ω

La taille de grains du bloc LTIM' a été déterminée suites aux observations à la loupe binoculaire de la microstructure sur tous les types d'éprouvettes testées (Figure 3.9). La taille de grains moyenne est de 695 ± 122 μm, en considérant 320 grains toutes éprouvettes confondues.

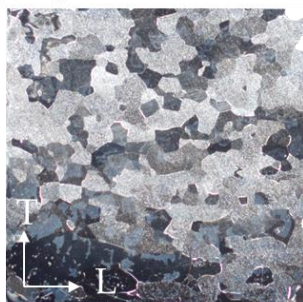
(a) - éprouvette de traction
lisse plate



(b) - éprouvette de traction grande vitesse



(c) - éprouvette de résilience



1 mm

(d) - éprouvette de ténacité CT10



Figure 3.9 - Images à la loupe binoculaire de la microstructure du bloc LTIM' sur éprouvette attaquée (a) de traction lisse plate, (b) de traction à grande vitesse, (c) de résilience normalisée et (d) de ténacité CT10 - les trous apparents correspondent aux trous de fixation des éprouvettes TGV et CT

La taille de grain du bloc LTIM- ω a été déterminée à partir d'une coupe polie d'une éprouvette de résilience (Figure 3.10). La valeur moyenne est de $666 \pm 97 \mu\text{m}$ en considérant 105 grains.



Figure 3.10 - Image à la loupe binoculaire d'une éprouvette attaquée de résilience du bloc LTIM- ω

Les observations des coupes polies attaquées montrent que la microstructure des blocs LTIM' et LTIM- ω est équiaxe et de taille de grains similaire quel que soit le bloc considéré. Cela

montre que le traitement supplémentaire réalisé sur éprouvette pour le bloc LTIM' n'a pas conduit à l'augmentation de la taille de grains.

L'influence de la séquence de traitements thermomécaniques sur la microstructure semble donc négligeable car la température de traitement thermique est toujours juste au-dessus de la température de transus β .

L'historique thermomécanique de chaque bloc et la taille de grains associée sont rappelées sur la Figure 3.13.

I.2.c. Caractérisations physico-chimiques

- *Analyse de la composition chimique*

Bien qu'une analyse de la composition chimique ait été réalisée par TIMET sur le lingot avant forgeage (Tableau 3.1), nous avons voulu déterminer précisément la composition chimique de chaque bloc, afin de statuer sur une éventuelle différence de composition chimique qui pourrait modifier la stabilité de la phase β et en conséquence les mécanismes de déformation déclenchés.

Pour cela une analyse à la microsonde de Castaing a été réalisée sur un échantillon du bloc LC avant traitement thermique (750 °C, 10 min au bain de sels suivi d'une trempe eau) de 15 x 5 mm² dans le plan T-S, situé à mi-épaisseur de la plaque initiale. Une analyse de composition chimique quantitative a été réalisée avec les paramètres suivants : 17 grilles de 50 μ m de côté, avec un pas d'analyse de 10 μ m dans chaque grille et espacées de 1 mm chacune (Figure 3.11). Trois cartographies élémentaires ont également été réalisées sur chaque bord et au milieu de l'échantillon (Figure 3.11) afin de révéler une éventuelle microségrégation d'éléments d'alliage.

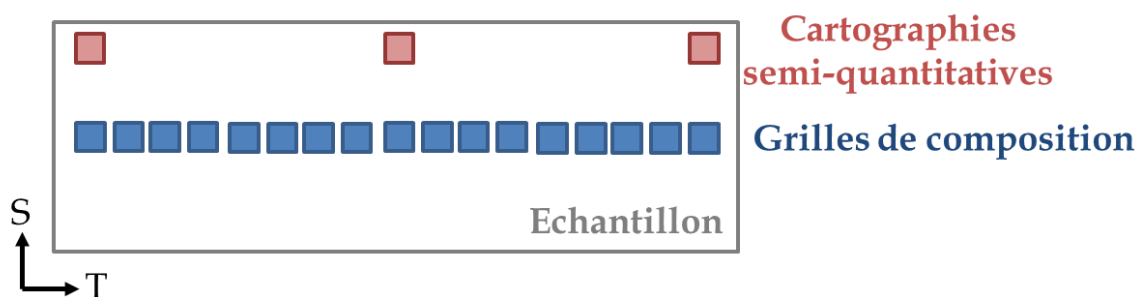


Figure 3.11 – Schéma représentant les positions des grilles de compositions et des cartographies semi-quantitatives réalisées lors de l'analyse à la microsonde de Castaing

La composition chimique globale (moyenne de chaque point des 17 grilles pour chaque élément) est Ti-9,04Cr-1,61Sn (% mass.). La composition en chrome et en étain est donc plus riche que la composition annoncée du milieu de lingot. Les paramètres Bo-Md associés à cette composition sont $\overline{Bo} = 2,785$ et $\overline{Md} = 2,363$. Pour rappel les paramètres de la composition chimique du milieu de lingot annoncée étaient $\overline{Bo} = 2,785$ et $\overline{Md} = 2,359$. La position sur la carte Bo-Md n'en sera donc que peu changée ce qui devrait impliquer, par conséquent, une conservation des mécanismes de déformation théoriquement déclenchés.

Le bloc LTIM ayant un plus grand volume que le bloc LC, les analyses chimiques avant traitement thermique ont été réalisées à plusieurs endroits du bloc, à savoir en haut, au milieu et en bas de bloc, ces positions étant relatives par rapport au haut de la plaque initiale. À chaque fois, les échantillons ont été prélevés près des zones de prélèvement d'ébauches. Les analyses chimiques ont été réalisées par spectrométrie à plasma à couplage inductif (ICP) au laboratoire de TIMET à Henderson, USA. Le Tableau 3.2 récapitule les résultats obtenus :

Tableau 3.2 - Composition chimique du bloc LTIM sur trois échantillons situés à plusieurs endroits du bloc

Position dans le bloc LTIM	% Cr (% mass.)	% Sn (% mass.)	% O (% mass.)	% N (% mass.)
Haut (2,3 g)	8,933	1,460	0,080	0,002
Milieu (1,4 g)	8,945	1,508	Non mesuré*	Non mesuré*
Bas (1,2 g)	Non mesuré*	Non mesuré*	0,080	0,002
Moyenne	8,93 ± 0,01	1,48 ± 0,02	0,080	0,002

* A la suite d'un aléa de communication sur la masse minimum requise pour cette analyse, la masse insuffisante de certains échantillons a conduit à un choix des éléments à analyser d'où les mentions « non mesuré »

Comme pour le bloc LC, la concentration massique en chrome de l'alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn étudié est légèrement supérieure à celle de la composition nominale théorique, à l'inverse de la concentration en étain qui, elle, est très légèrement inférieure. La composition en oxygène reste en dessous de 1100 ppm, limite fixée lors des études précédentes [Bro17] et [Dan19] pour éviter les phénomènes de fragilisation. Les variations de composition chimique observées ne devraient pas modifier la stabilité de la phase β , ni les mécanismes de déformation déclenchés.

Les deux compositions chimiques effectives sont rappelées sur la Figure 3.13.

➤ Détermination de la température de transus β

Nous avons vu que la composition chimique réelle du bloc LC différait légèrement de la composition nominale Ti-8,5Cr-1,5Sn (% mass.). Si cela n'influe a priori pas de façon significative sur les mécanismes de déformation déclenchés, la différence de composition chimique peut toutefois abaisser la température T_β . Or, connaître la valeur de T_β est essentiel afin de réaliser un traitement thermique adéquat, à une température située autour de $T_\beta + 50$ °C en suivant les spécifications de TIMET. Nous savons, grâce aux études précédentes, que la valeur de T_β se trouve autour de 735 °C mais la composition chimique locale étant différente de la composition nominale, une vérification s'imposait à nous.

Nous avons tenté de déterminer la température T_β par analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC). Cependant, la signature de la transformation de phase $\alpha \rightarrow \beta$ lors de l'analyse DSC est très peu intense, de ce fait, nous avons choisi de déterminer T_β par une méthode de dilatométrie. Lors de cette analyse, les transformations de phase peuvent être détectées grâce à la dilatation ou à la contraction de l'échantillon, du fait du changement de réseau cristallin entre l'une et l'autre des phases.

Afin de favoriser de façon optimale la transformation $\alpha \rightarrow \beta$ (ainsi que la transformation inverse), nous avons réalisé le cycle de température suivant, présenté sur la Figure 3.12 :

- Chauffage : 25 °C → 1000 °C, 30 °C/min
- Palier isotherme de 5 min pour stabiliser la température
- Refroidissement : 1000 °C → 25 °C, 30 °C/min

La signature de l'alliage étant encore faible, nous n'avons pas réalisé des analyses à une plus petite vitesse de chauffage/refroidissement mais grâce à la courbe de chauffage obtenue, et à l'interpolation par les tangentes du pic β , la température de transus T_β peut être déterminée à 697 °C.

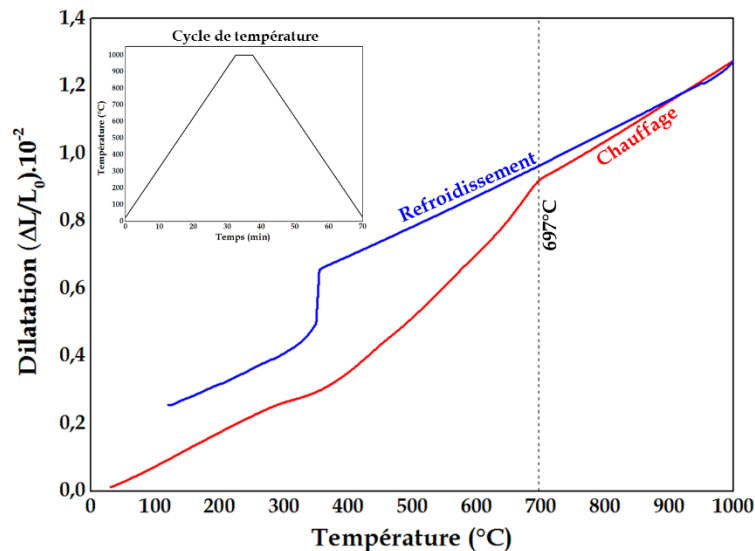


Figure 3.12 – Dilatogramme d'un échantillon du bloc LC de l'alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn étudié après laminage et sans autre traitement thermique réalisé – le cycle de température est présenté dans l'encart

À titre d'information, nous pensons que les variations observées vers 300-400 °C au chauffage et au refroidissement peuvent être dues à la formation de phase α ou de phase ω , respectivement.

Étant donné les faibles variations de compositions chimiques entre les blocs LC et LTIM, nous n'avons pas jugé nécessaire de déterminer à nouveau la température de transus β pour le bloc LTIM (et donc ses sous-blocs LTIM' et LTIM- ω). Nous la considérerons identique à celle du bloc LC, soit 697 °C.

I.2.d. Conclusions sur les critères de mise en forme

Tout d'abord, l'ensemble des traitements thermomécaniques et des caractéristiques de chaque bloc sont rappelés sur la Figure 3.13.



Figure 3.13 – Historique thermomécanique des deux blocs considérés dans cette étude et caractéristiques associées : composition chimique massique et taille de grains

Les points abordés dans cette première partie nous conduisent à formuler des premières observations générales et à suggérer des limitations quant à la mise en forme des alliages de titane TRIP/TWIP.

Nous avons vu que **le laminage à chaud**, quelle que soit la température à laquelle il est réalisé, **est peu efficace comme technique pour générer une recristallisation**. Nous n'avons certes pas poussé l'étude de l'évolution de la microstructure lors de cette étape, et notamment conclu sur la présence d'une éventuelle restauration dynamique, mais la taille de grains après laminage et traitement thermique de recristallisation nous amène à statuer sur le rôle limité du laminage dans la réduction de la taille de grains. Cette problématique est connue pour les métaux à énergie de défauts d'empilement élevée, comme le titane β [Mon17]. Le laminage à chaud reste toutefois une méthode efficace pour augmenter la longueur d'un bloc massif à disposition, tout en gardant une épaisseur suffisante à l'usinage de l'ensemble des éprouvettes nécessaires pour la caractérisation mécanique.

De plus nous avons pointé la limite de trempabilité de l'alliage étudié à la suite des traitements thermiques effectués sur le bloc LTIM. La faible trempabilité du titane est connue pour les alliages conventionnels comme le β -Ti17 (7,8 W.m / m².°C) [Ti17], mais n'est pas documentée à notre connaissance, pour les alliages TRIP/TWIP, du fait de leur non-industrialisation. **Les différentes séquences de traitements thermiques et la modification de la température et du temps de traitement n'ont pas mené à des différences de taille de grains dans notre cas mais nous avons mis en évidence la perte de ductilité pour une épaisseur traitée trop importante couplée à un refroidissement trop lent.**

Ainsi, à la suite de nos observations sur le bloc LTIM, des travaux réalisés lors d'un stage de Master 1 par Márcia Meireles sur la plaque initiale ont montré une conservation des propriétés mécaniques pour des blocs non laminés et traités sur une épaisseur variant entre 5 et 15 mm (Annexe 10). L'épaisseur de 20 mm n'a pas été testée faute de temps. Nous ne détaillerons pas ces travaux ici et nous n'avons pas eu le temps de confirmer ce résultat sur nos blocs laminés mais nous pensons qu'**une épaisseur limite de 15 mm doit être considérée pour des traitements thermiques de l'alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn, toujours suivi d'une trempe à l'eau**. Nous ne généralisons pas, non plus, ce point à tous les alliages TRIP/TWIP car nous avons testé un traitement thermique sur une autre composition, Ti-7Cr-1Sn-1Fe, en fin d'étude. Une trempe à l'eau après traitement thermique sur ébauche de 15 mm d'épaisseur n'a pas été efficace. (Cela s'explique succinctement car la composition chimique changeant, la température de précipitation de ω_{iso} change et les coefficients de diffusion ne sont pas les mêmes).

Ces premiers points importants mis en avant, il s'agit maintenant de mettre au point une méthodologie d'étude du comportement mécanique des alliages TRIP/TWIP.

Les deux sous-blocs LC' et LC'' ont été utilisés pour mettre en place la méthodologie d'étude décrite dans la suite de ce chapitre. Nous utiliserons également les résultats obtenus sur ces premiers blocs dans le chapitre 4, lors de l'étude du comportement mécanique à température ambiante. Nous restons conscients que la microstructure est grossière. Cependant, les traitements thermomécaniques habituellement réalisés sur ces alliages (laminage à chaud puis à froid, conduisant à une taille de grains de 100 μ m, [Bro17][Dan19]), sont réalisés sur des ébauches provenant de boutons de 200 g. La production d'une plaque de plusieurs kilos pour cette étude n'a pas permis de transposer ces traitements thermomécaniques avec les outils disponibles.

L'objectif est donc d'évaluer si certains comportements mécaniques sont redondants et ainsi sélectionner les essais mécaniques pertinents pour une étude efficace et complète. **Les conclusions de ce chapitre auront uniquement trait à des aspects méthodologiques et n'auront pas pour vocation première de présenter des résultats en termes de propriétés mécaniques ou de compréhension de mécanismes.**

II. Étude du comportement mécanique à l'échelle macroscopique

II.1. Choix du type d'essais mécaniques

Dans ce paragraphe, nous allons détailler les différents types d'essais mécaniques réalisés au cours de cette étude, dont les résultats seront présentés dans les chapitres 4 et 5.

II.1.a. L'essai de traction

L'essai de traction est intégré à la base d'essais de cette étude car il constitue un essai fréquemment réalisé lors des études de comportement mécanique, étant donné sa simplicité de mise en place et d'exécution. C'est également un essai complet qui permet d'étudier largement le comportement mécanique d'un matériau grâce à la réalisation d'essais interrompus ou à rupture et grâce à la variation de la géométrie d'éprouvette ou des conditions d'essai. Nous statuerons ainsi sur la résistance à la localisation de la déformation (éprouvettes entaillées) et sur l'effet de la vitesse et de la température, dans notre cas (paramètres sur lesquels il n'y a pas encore de données sur cette famille d'alliages).

Cet essai va permettre de déterminer les propriétés des blocs LC', LC'' et LTIM' et de les comparer par rapport à celles de l'alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn de l'étude [Bro17]. Cela permettra d'évaluer la variabilité des propriétés mécaniques en fonction de l'historique thermomécanique de chaque « matériau » considéré.

Les essais de traction sur éprouvette lisse ont été réalisés selon la norme BS EN ISO 6892-1:2020 [ISO6892] et suivis grâce à un extensomètre mécanique de longueur initiale 18,76 mm ou 25 mm suivant le modèle utilisé (suivant disponibilité), étalonné avant chaque campagne d'essais. La procédure expérimentale est détaillée dans l'Annexe 6. La contrainte et la déformation vraie permettront de s'affranchir de la géométrie de l'éprouvette lors de la comparaison de différentes courbes. Nous traçons également la courbe dérivée de la courbe contrainte-déformation nominale, appelée courbe d'écrouissage. Les spécificités de traitement liées à cette courbe sont détaillées dans l'Annexe 6.

Pour notre étude, nous utiliserons plusieurs types d'éprouvettes :

- des éprouvettes lisses plates de longueur utile 34 mm, de largeur 6 mm et d'épaisseur 2 mm (Figure 3.14.a) ;
- des éprouvettes lisses cylindriques de longueur utile 42,5 mm et de diamètre 6 mm (Figure 3.14.b) ;
- des éprouvettes axisymétriques entaillées de diamètre 6 mm et de rayon d'entaille 2,4 mm (NT4) ou 1,2 mm (NT2) (Figure 3.14.c et d).

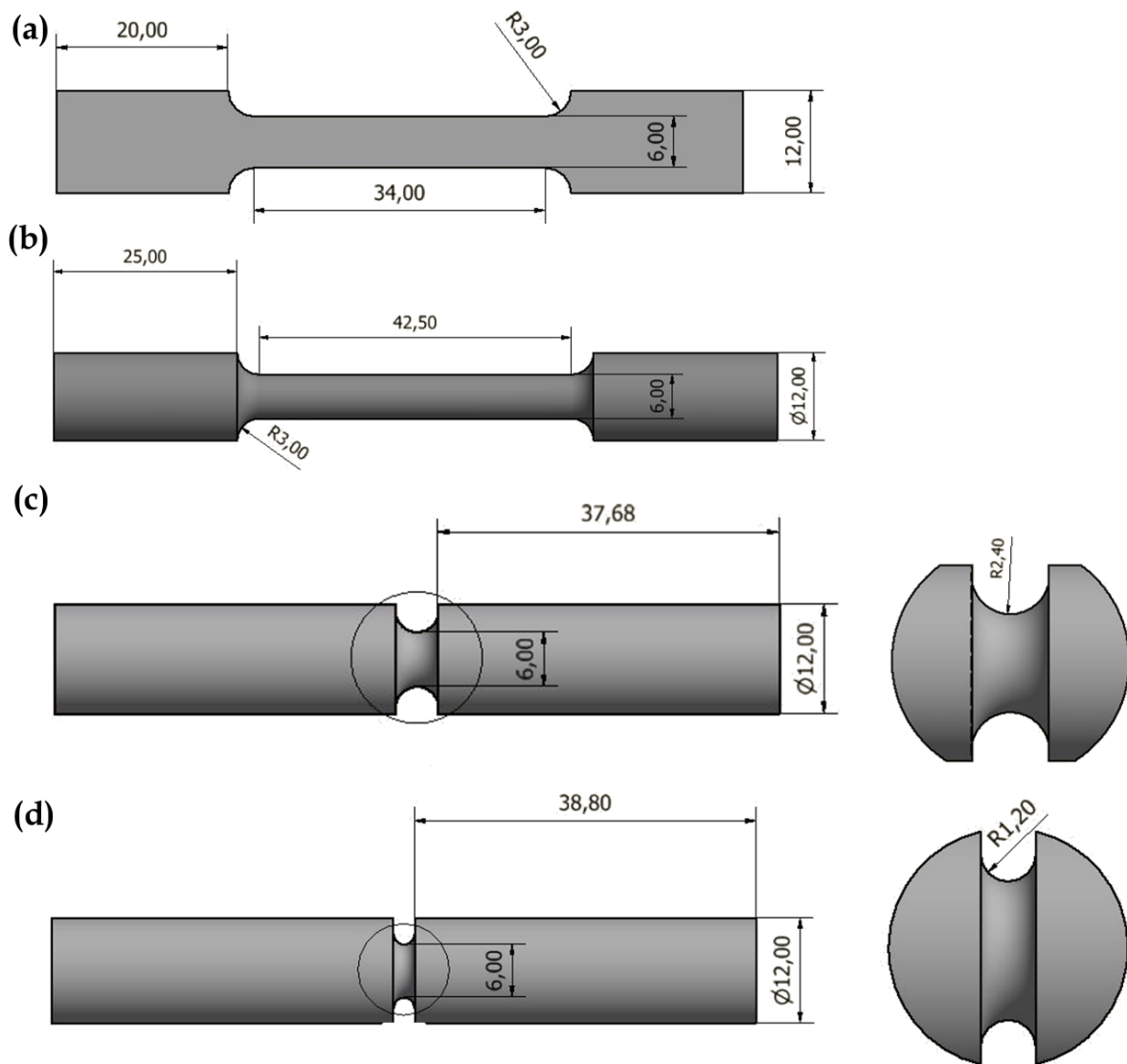


Figure 3.14 – Dessins techniques et représentation 3D des différentes éprouvettes utilisées pour les essais de traction : éprouvette de traction lisse (a) plate et (b) cylindrique ; éprouvette de traction axisymétrique entaillée (c) NT4 et (d) NT2, avec zoom sur l'entaille associée – dimensions en mm

Les deux premiers types d'éprouvettes nous permettront d'évaluer l'effet de la géométrie de l'éprouvette et donc du paramètre de Lode (une fois la striction démarrée) sur les propriétés mécaniques de cet alliage.

Les éprouvettes NT2 et NT4 permettront d'évaluer la résistance à la localisation de la déformation d'un alliage TRIP/TWIP. Cette propriété n'a encore pas été évaluée à notre connaissance pour ce type d'alliages. En utilisant deux entailles « douces » (en comparaison avec la préfissuration d'éprouvette de ténacité par exemple) différentes, l'effet de la triaxialité des contraintes sera évalué. Contrairement aux éprouvettes lisses, la déformation moyenne à rupture ε_r et à la contrainte axiale nette à rupture σ_r seront les paramètres d'intérêt dans ce cas, qui sont respectivement définis par les équations (1) et (2) :

$$\varepsilon_r = 2 \ln \left(\frac{\phi_0}{\phi_r} \right) \quad (1)$$

$$\sigma_r = \frac{4F_r}{\pi(\phi_0 - \Delta\phi_r)^2} \quad (2)$$

Avec ϕ_0 , diamètre minimal initial du fût de l'éprouvette, ϕ_r , diamètre minimal à rupture dans la section de l'éprouvette, F_r , force mesurée à rupture et $\Delta\phi_r$, réduction de diamètre mesurée à rupture.

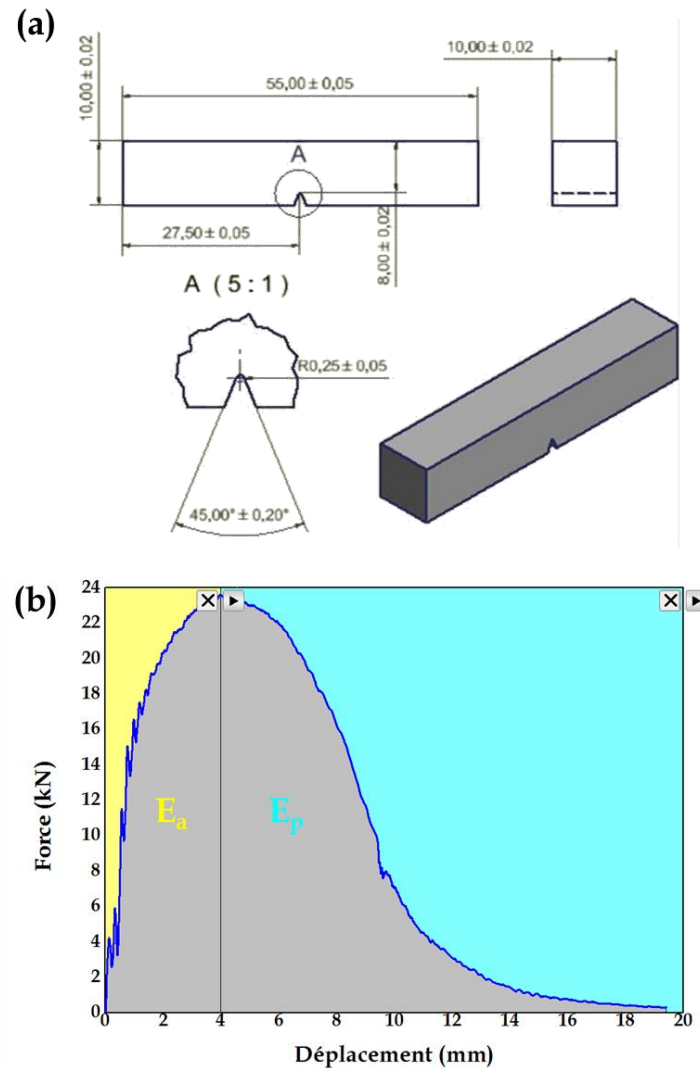
II.1.b. L'essai de résilience Charpy

L'essai de résilience permet la caractérisation de la résistance au choc d'un matériau. A l'instar de l'essai de traction, l'essai de résilience est un essai facile à mettre en œuvre et à réaliser. Il permet d'obtenir une valeur d'énergie absorbée à rupture couplée au mode de rupture correspondant. Cet essai est également facile à mettre en place pour différentes températures d'essai afin **d'obtenir une courbe complète de transition ductile-fragile, encore jamais répertoriée pour ce type d'alliages de titane.**

Cet essai normalisé [ISO148] consiste à rompre une éprouvette entaillée à l'aide d'un marteau lancé d'une certaine hauteur H et de mesurer la hauteur h à laquelle le marteau finit sa course après avoir rencontré l'éprouvette. Cette différence de hauteur permettra de remonter à l'énergie KV absorbée par l'éprouvette avant de rompre sous le choc, grâce à l'expression (en l'absence de frottement) :

$$KV (J) = m \cdot g (H - h) \quad (3)$$

Les essais de résilience ont été réalisés sur des parallélépipèdes de dimensions normalisées 55 (L) x 10 (T) x 10 (S) mm³, entaillés en V (Figure 3.15.a). L'entaille en V permet à la fois de contrôler les conditions d'amorçage et de confiner la plasticité dans le matériau en cours d'essai et ainsi accélérer la ruine de ce dernier.



*Figure 3.15 – (a) Dessin technique de l'éprouvette entaillée Charpy ;
(b) courbe force-déplacement obtenue lors d'un essai de résilience instrumenté*

Les essais ont été réalisés au Centre de REcherche sur les Aciers Spéciaux (CREAS) d'ASCOMETAL à Hagondange, sur un mouton pendule Zwick/Roell **instrumenté** équipé d'un marteau de 300 J, de masse 21,81 kg, avec un rayon du couteau de 2 mm. La distance entre les appuis sur lesquels repose l'éprouvette est de 40 mm.

L'instrumentation de l'équipement permet d'enrichir les résultats obtenus à la suite des essais de résilience réalisés au cours de la thèse de C. Brozek [Bro17], qui a permis d'obtenir des valeurs de résilience pour cet alliage. **Nous souhaitons maintenant évaluer les contributions relatives de l'amorçage et de la propagation de fissure à l'énergie absorbée**, grâce à la courbe force-déplacement obtenue à l'issue des essais instrumentés (Figure 3.15.b).

Les paramètres d'intérêt qui peuvent être extraits de cette courbe sont :

- la force maximale atteinte : $F_{\max}$
- le déplacement à $F_{\max}$: S_m
- les valeurs d'énergie d'amorçage E_a et de propagation E_p qui correspondent à l'aire sous la courbe force-déplacement avant et après $F_{\max}$, respectivement.

Cet essai est essentiel car il permet de valider ou de discriminer certaines applications pour le matériau étudié. Dans notre cas, c'est l'essai qui se rapproche le plus des conditions en service, pour une application de type carter, grâce à une sollicitation à un taux de déformation local de l'ordre de 10^2 s^{-1} .

II.1.c. L'essai de propagation de fissure J- Δa

Le troisième type d'essai considéré dans notre étude du comportement de l'alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn est l'essai de propagation de fissure, plus communément appelé essai J- Δa , du nom des grandeurs calculées lors de cet essai. Comme le laisse présumer le nom de l'essai, la résistance à la propagation de fissure, c'est-à-dire la ténacité, est évaluée lors de cet essai.

Cet essai a été ajouté à la base d'essais de notre étude afin d'**enrichir les connaissances sur la propagation de fissure pour des vitesses quasi-statiques, dans un alliage de titane TRIP/TWIP**. Un couplage des résultats obtenus avec ceux des essais de résilience permettra de statuer sur l'effet de la vitesse de sollicitation locale sur la propagation de fissure.

Les essais de cette étude ont été réalisés sur des éprouvettes de ténacité Compact Tension (CT) préfissurées avec rainures latérales (afin d'obtenir une fissure contenue dans le plan médian). La dénomination de leurs dimensions caractéristiques est explicitée sur la Figure 3.16 et les valeurs dans le cas de notre étude sont rassemblées dans le Tableau 3.3.

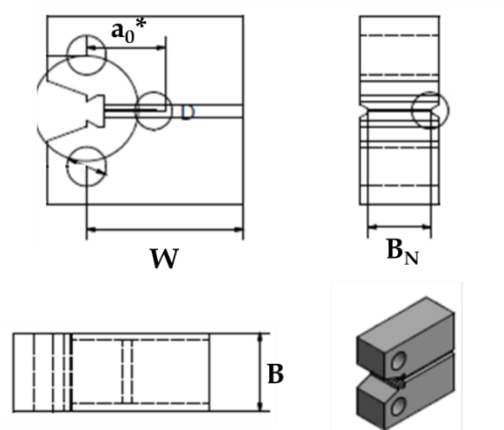


Figure 3.16 – Dessin technique et représentation 3D d'une éprouvette CT utilisée pour l'essai de propagation de fissure

Tableau 3.3 – Dimensions caractéristiques des éprouvettes CT et facteur d'intensité des contraintes de fin de préfissuration

Eprouvette	B (mm)	B _N (mm)	W (mm)	a_0/W	K _{fin}
CT12,5	12,5	10	25	0,5	13,8
CT10	10	8	20		10,8

avec B : épaisseur, B_N : épaisseur nette, W : distance entre trous de goupilles et talon de l'éprouvette et a₀ : longueur théorique de fissure initiale après préfissuration.

La procédure complète liée à cet essai est détaillée dans l'Annexe 7.

Les paramètres d'intérêt à extraire de l'essai de ténacité sont :

- les longueurs initiale (a_0) et finale (a_f) de fissure ;

Ces longueurs sont déterminées grâce à l'examen du faciès de rupture. Pour cela, nous mesurons sur une demi-éprouvette les deux longueurs comme présenté sur la Figure 3.17 grâce à la méthode des neuf points.

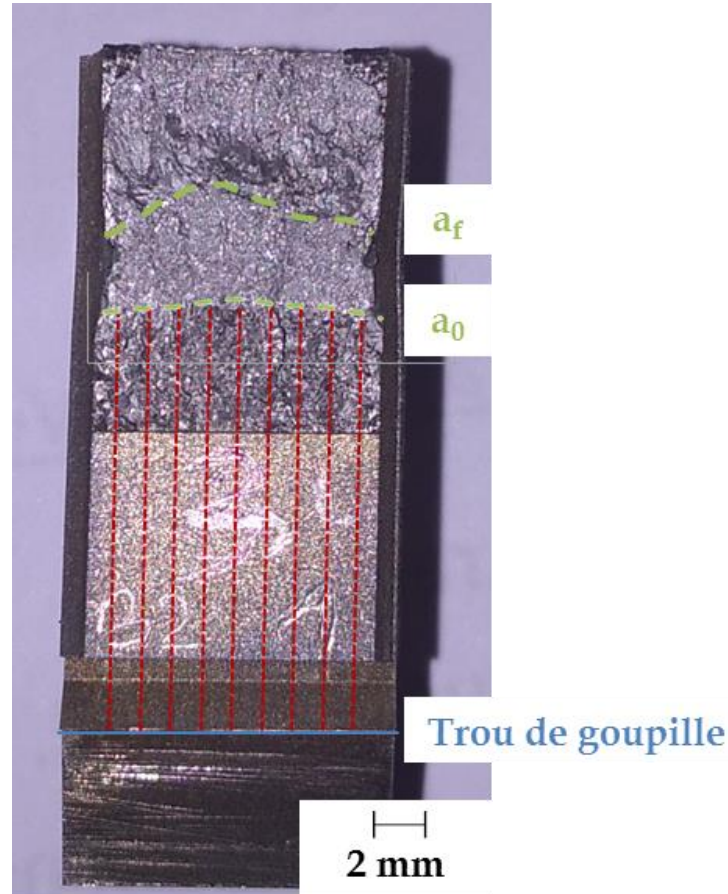


Figure 3.17 – Représentation de la mesure de longueurs de fissure initiale, a_0 , et finale, a_f sur une éprouvette CT12,5 du bloc LC'' testée à température ambiante

Une longueur moyenne pour chaque valeur a_0 et a_f est ensuite calculée grâce à la formule suivante :

$$a_{moy} = \frac{1}{8} \left(\frac{a_1 + a_9}{2} + \sum_{i=2}^8 a_i \right) \quad (4)$$

Cette méthode donne des longueurs de fissure moyennes représentatives dans le cas où le front de fissure est droit. Ce n'est pas le cas pour les essais réalisés dans cette étude, comme observé sur la Figure 3.17 (lignes « a_0 » et « a_f »). Aussi nous proposons une autre méthode de détermination de a_0 et a_f . Nous considérons l'aire des zones correspondant à la fissure initiale et finale divisées par B_N . C'est cette dernière méthode que nous utiliserons dans notre étude.

- l'amplitude de la propagation stable de la fissure, Δa , obtenue en soustrayant a_f à a_0 ;
- la résistance à la rupture pour une propagation de fissure stable de 0,2 mm, $J_{0,2}$ et le module de déchirement T_{mat} ;

II.2. Étude du comportement mécanique

II.2.a. Effet de la zone de prélèvement

L'objectif de cette partie est d'obtenir des conclusions sur l'effet de la zone de prélèvement dans l'épaisseur du bloc. Nous souhaitons ici vérifier si le matériau est homogène dans l'épaisseur, après trempe. Pour cela, cinq éprouvettes plates ont été testées, provenant des blocs LC' et LC''.

Nous nous assurons donc tout d'abord de l'équivalence de prélèvement dans l'un ou l'autre des blocs grâce aux éprouvettes plates. Nous présentons ici les courbes contrainte-déformation vraie (Figure 3.18.a) des cinq essais réalisés de manière à observer le comportement avant striction.

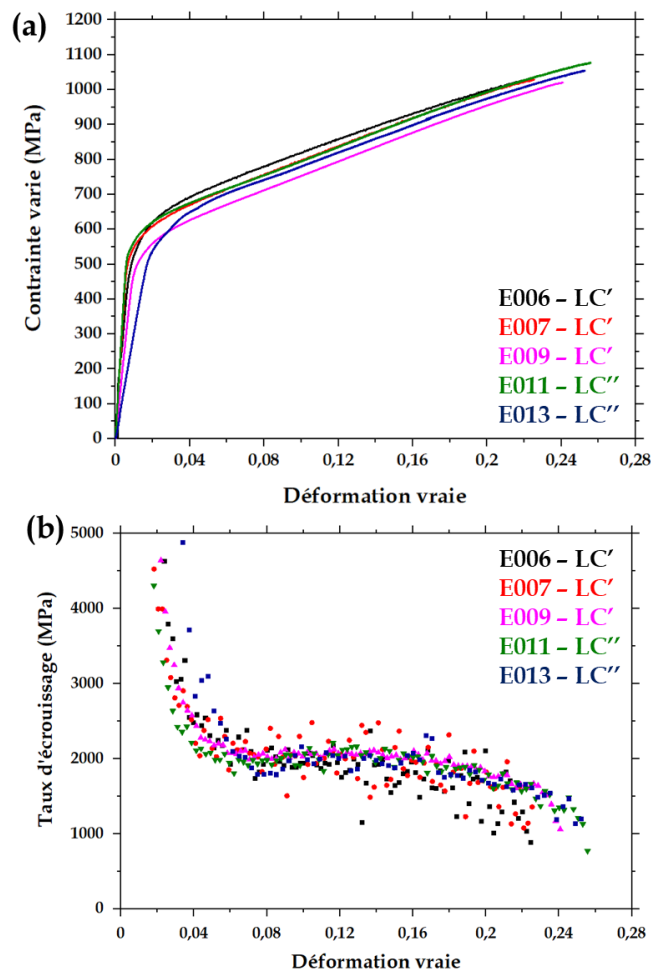


Figure 3.18 - (a) Courbe contrainte vraie - déformation vraie des cinq essais de traction sur éprouvette lisse plate issues de LC' ou LC'' et (b) courbes d'écrouissage associées

Ces premiers essais mettent en avant un effet de prélèvement dans l'épaisseur d'un même bloc et d'un bloc à l'autre à l'observation des propriétés recensées dans le Tableau 3.4.

Tableau 3.4 – Propriétés extraites des courbes contrainte-déformation nominales issues des essais de traction sur éprouvette lisses plates du bloc LC' ou LC''

Identifiant essai Position dans l'épaisseur	Module d'Young (GPa)	R _{p0,2} (MPa)	R _m (MPa)	R _m -R _{p0,2} (MPa)	Allongement homogène (%)	Allongement à rupture (%)
E006 - LC' e _b = e _p = 2 mm	80	614	827	213	25	28
E007 - LC' e _b = e _p = 4 mm	85	522	822	300	25	30
E009 - LC' e _b = e _p = 0 mm	75	547	802	255	27	31
E011 - LC'' e _b = 0 mm e _p = 8 mm	87	538	835	297	29	34
E013 - LC'' e _b = 2 mm e _p = 10 mm	29	518	825	307	22	31

* e_b désigne la position dans l'épaisseur du bloc LC' ou LC' de 12,5mm d'épaisseur, e_p désigne la position dans l'épaisseur de la plaque initiale de 25 mm d'épaisseur, dans tous les cas, après laminage. 0 mm signifie que l'éprouvette était située à la surface du bloc ou de la plaque.

Avant toute discussion, nous remarquons la valeur anormalement basse du module d'Young pour l'essai identifié E013, dont nous ne connaissons pas la source. Nous ne considérerons pas cette valeur dans la suite du manuscrit. En revanche, l'évolution de la courbe contrainte-déformation et la courbe d'écrouissage sont cohérentes avec les autres courbes présentées. Cela nous permettra de considérer les autres propriétés extraites de cet essai.

Nous avons caractérisé la dispersion observée en calculant le pourcentage d'augmentation entre les valeurs minimum et maximum pour chaque propriété :

- Module d'Young : +16 %
- Limite d'élasticité conventionnelle R_{p0,2} : +19 %
- Résistance mécanique R_m : +4 %
- Allongement homogène : +31 %
- Allongement à rupture : +21 %

Ces variations nous permettent de définir un seuil de variations des propriétés. Cela signifie que pour la suite de l'étude, lorsque les variations observées à la suite de la variation d'un paramètre (vitesse de déformation, température, ...) seront en dessous de ce seuil, nous considérerons qu'elles ne sont pas significatives car incluses dans la dispersion observée pour des mêmes conditions d'essais. Nous déterminerons toujours une variation comme l'augmentation entre la valeur la plus basse et la valeur la plus haute.

Le critère distinguera deux groupes de propriétés :

- **Pour les propriétés relatives aux petites déformations** (module d'Young et limite d'élasticité conventionnelle), **la variation seuil sera de 20 %** ;
- **Pour les propriétés relatives aux grandes déformations** (résistance mécanique, allongement homogène et à rupture), **la variation seuil sera de 30 %** ;

Dans le cadre de notre étude, nous composerons avec cette dispersion. Néanmoins, **dans une perspective d'industrialisation des alliages TRIP/TWIP, il est nécessaire de mentionner qu'une telle dispersion de propriétés n'est pas acceptable**. Cette dispersion provient probablement de la taille de grains importante observée dans tous les blocs et pointe la **nécessité de reconsidérer les traitements thermomécaniques réalisés**.

II.2.b. Effet de la vitesse de déformation

Dans un second temps, nous souhaitons déterminer si le comportement mécanique en traction varie sur une gamme de faibles vitesses de déformation allant de 10^{-2} à 10^{-4} s^{-1} . En effet, les alliages de titane présentent une sensibilité négative à la vitesse de déformation [Ahm16], d'où la nécessité d'étudier ce paramètre. Nous n'avons pas testé de taux inférieurs à 10^{-4} s^{-1} pour des raisons de temps d'essai, ni des taux supérieurs à 10^{-2} s^{-1} pour des raisons de capacité de machine et de moyens de suivi au début de cette étude. Nous jugeons qu'une étude sur deux ordres de grandeur suffira à statuer sur l'effet de la vitesse de déformation.

Pour cela trois éprouvettes cylindriques ont été testées, une éprouvette pour chaque vitesse de déformation étudiée : 10^{-2} , 10^{-3} et 10^{-4} s^{-1} . Nous disposons d'un nombre inférieur d'éprouvettes cylindriques, comparé au nombre d'éprouvettes plates car leur encombrement dans le bloc lors de l'usinage est plus important. De fait, les éprouvettes cylindriques proviennent uniquement du bloc LC'' mais comme nous l'avons montré dans la partie précédente, le prélèvement dans LC' ou LC'' a peu d'effet sur les propriétés mécaniques.

La Figure 3.19.a présente les courbes correspondant aux essais réalisés à 10^{-2} et 10^{-4} s^{-1} . La courbe correspondant au taux de déformation 10^{-3} s^{-1} présente une allure différente des deux autres courbes. Cela s'explique car chronologiquement, l'éprouvette testée était la première de toute cette étude. Nous avons donc voulu confirmer le module d'Young indiqué dans l'étude [Bro17] pour ce matériau en effectuant un chargement d'environ 8 kN, dans le domaine élastique donc (283 MPa), puis nous avons déchargé totalement l'éprouvette et réalisé l'essai de traction au taux de déformation 10^{-3} s^{-1} . Il semble que ce chargement ait modifié le comportement mécanique du matériau. Nous reviendrons sur l'effet des charges-décharges dans la partie II.2.d.

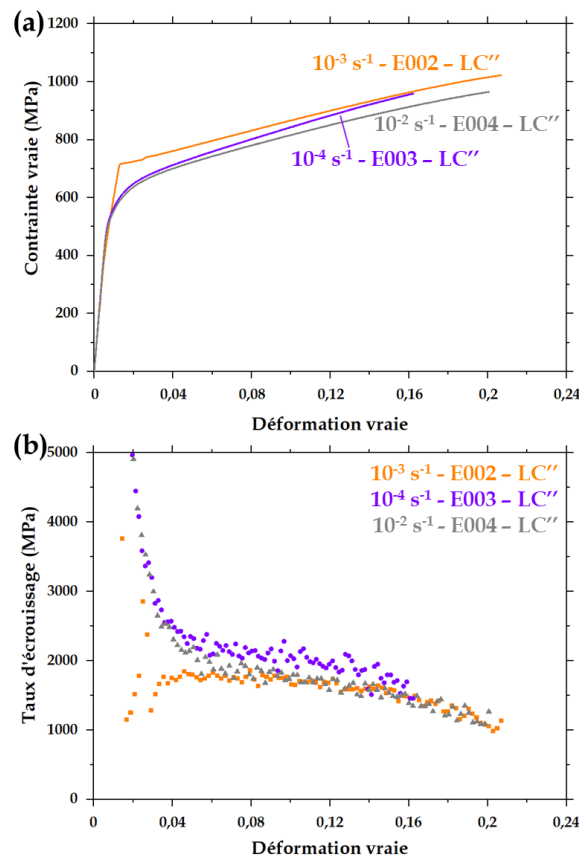


Figure 3.19 - a) Courbe contrainte vraie - déformation vraie des trois essais de traction sur éprouvette lisse cylindriques issues de LC'' et (b) courbes d'écrouissage associées

Tableau 3.5 - Propriétés extraites des courbes contrainte-déformation nominales issues des essais de traction sur éprouvette lisses cylindriques du bloc LC''

Vitesse de déformation (s ⁻¹)	Module d'Young (GPa)	R _{p0,2} (MPa)	R _m (MPa)	R _m -R _{p0,2}	Allongement homogène (%)	Allongement à rupture (%)
10 ⁻²	82	524	790	266	22	32
10 ⁻³	81	734	846	112	20	24
10 ⁻⁴	82	537	816	279	18	22

En comparant les courbes correspondant aux essais à 10⁻² s⁻¹ et 10⁻⁴ s⁻¹ et les valeurs des propriétés reportées dans le Tableau 3.5, nous pouvons observer que l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation est similaire jusqu'aux déformations les plus grandes où une variation de 22 % pour l'allongement homogène et de 45 % pour l'allongement à rupture apparaît. L'augmentation de la vitesse affecte donc seulement les phénomènes post-striction.

Ainsi, l'étude globale du comportement des alliages de titane TRIP/TWIP en traction uniaxiale quasi-statique ne nécessite pas de tester plusieurs ordres de grandeur de taux de déformation. Il faudra toutefois comparer ces gammes de vitesses avec des gammes de vitesses dites « grandes vitesses » (> 1 s⁻¹).

Enfin, nous avons remarqué que les études réalisées sur les mécanismes de déformation restent généralement qualitatives. Aussi nous nous attacherons dans les chapitres suivants à **quantifier la taille d'éléments caractéristiques des mécanismes de déformation** afin de mettre en évidence des similitudes ou des variations suivant la sollicitation considérée.

L'étude portera sur les éléments suivants :

- la taille de grains ;
- l'épaisseur des macles (primaires et secondaires) ;
- la distance entre macles d'un même variant.

La procédure de mesure des macles est détaillée dans l'Annexe 5.

II.2.c. Effet de la géométrie d'éprouvette

➤ *Propriétés mécaniques générales*

Enfin, nous voulons vérifier si la géométrie de l'éprouvette a un effet sur le comportement mécanique en traction de l'alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn. Suivant les résultats mis en évidence dans cette partie, nous pourrions conclure sur la possibilité de conserver ou non une seule géométrie d'éprouvette lisse de traction pour le reste de l'étude. De plus, il s'agit d'évaluer l'interaction entre les dimensions de l'éprouvette et la taille de grains.

Pour cela, tous les essais présentés sur la Figure 3.18 et sur la Figure 3.19 (à l'exception de l'essai E002 présentant une anomalie) vont être comparés (Figure 3.20).

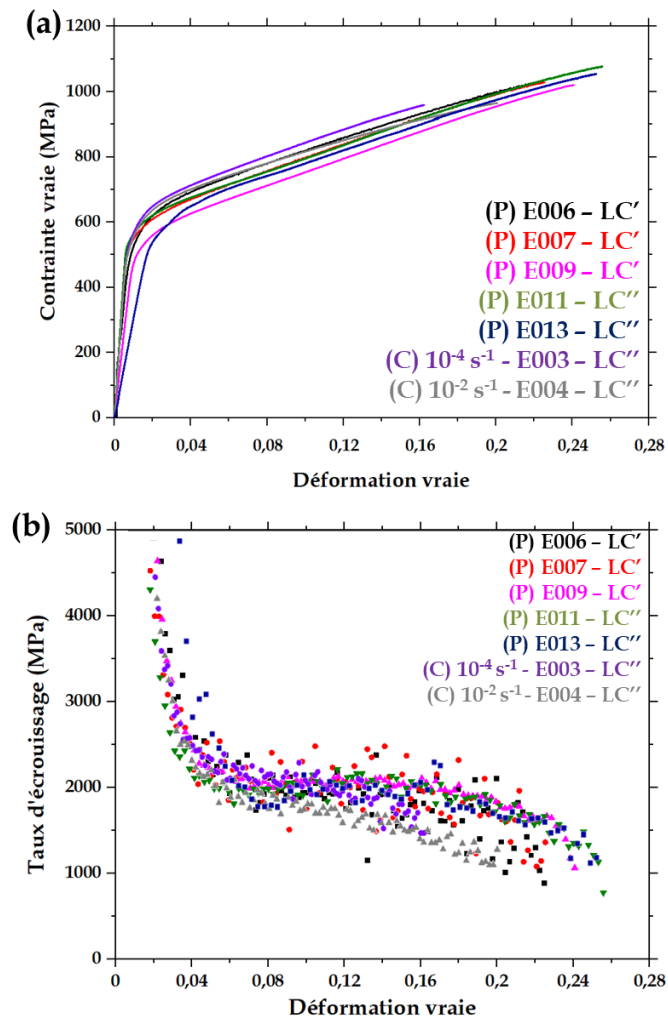


Figure 3.20- (a) Courbe contrainte vraie - déformation vraie des essais de traction sur éprouvette lisse plates (P) ou cylindriques (C) issues de LC' ou LC'' et (b) courbes d'écrouissage associées

Tableau 3.6 - Récapitulatif des propriétés extraites des courbes contrainte-déformation nominales pour les éprouvettes plates et cylindriques issues des blocs LC' ou LC''

Identifiant essai	Module d'Young (GPa)	R _{p0,2} (MPa)	R _m (MPa)	R _m -R _{p0,2} (MPa)	Allongement homogène (%)	Allongement à rupture (%)
(P) - E006 LC'	80	614	827	213	25	28
(P) - E007 LC'	85	522	822	300	25	30
(P)- E009 LC'	75	547	802	255	27	31
(P) - E011 LC''	87	538	835	297	29	34
(P) - E013 LC''	29	518	825	307	22	31
(C) - E003 LC''	82	537	816	279	18	22
(C) - E004 LC''	82	524	790	266	22	32

Cette comparaison de tous les essais révèle les variations suivantes (variations maximales) :

- Module d'Young : 9 %
- Limite d'élasticité conventionnelle : 17 %
- Résistance mécanique : 5 %
- Allongement homogène : 61 %
- Allongement à rupture : 54 %

Nous mettons en évidence ici que la géométrie affecte principalement les phénomènes aux grandes déformations ou post-striction. La comparaison des courbes d'écroutissage ainsi que l'évolution entre $R_{p0.2}$ et R_m dans le Tableau 3.6 indiquent un écroutissage global similaire quelle que soit la géométrie.

Nous avons également mesuré la réduction d'aire à rupture pour les deux géométries d'éprouvettes. La moyenne de toutes les mesures pour chaque type d'éprouvette est répertoriée dans le Tableau 3.7 ci-dessous.

Tableau 3.7 – Réduction d'aire à rupture moyenne des deux géométries d'éprouvettes comparées

Géométrie d'éprouvette	Z (%)
Plate (5 mesures)	44 ± 2
Cylindrique (3 mesures)	57 ± 4

Ces mesures nous permettent de noter que les éprouvettes cylindriques strictionnent plus que les éprouvettes de géométrie plate. La variation moyenne de réduction d'aire à rupture est de 30 %. Les observations des éprouvettes à la loupe binoculaire (Figure 3.21) ajoutent que cette striction se fait dans l'épaisseur pour les éprouvettes plates alors qu'elle est plus isotrope pour les éprouvettes cylindriques.

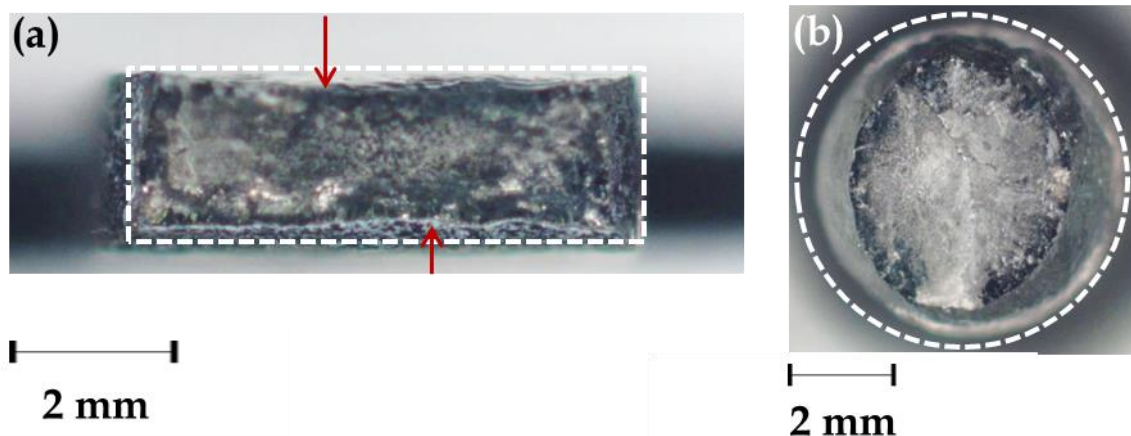


Figure 3.21- Images à la loupe binoculaire des faciès de rupture d'éprouvettes de traction lisses (a) plate ; (b) cylindriques – les formes pointillées mettent en évidence la surface initiale et les flèches pointent les zones de striction si nécessaire

Un dernier point très important à considérer dans la géométrie de l'éprouvette de traction est le rapport entre la taille de grains et l'épaisseur de l'éprouvette. Lors de l'usinage des

éprouvettes de traction plates, des éprouvettes d'un millimètre d'épaisseur restaient à notre disposition une fois toutes les éprouvettes de 2 mm usinées. Nous avons utilisé les deux éprouvettes disponibles comme éprouvettes test lors de la réalisation des essais mécaniques et nous avons également mis en évidence un phénomène important, comme montré par une des courbes obtenues affichée sur la Figure 3.22.

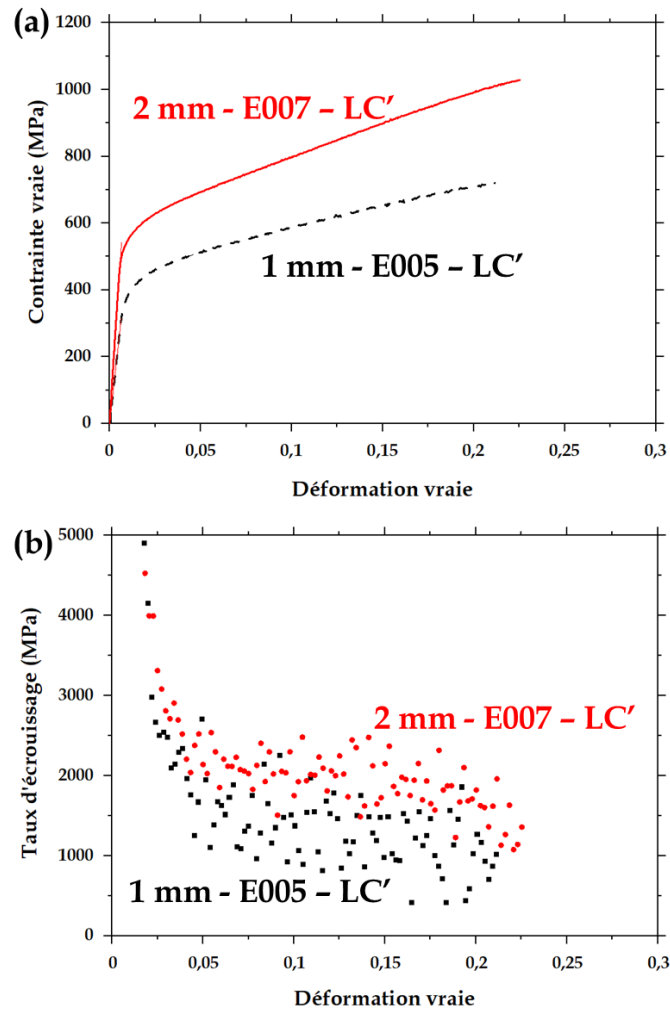


Figure 3.22 - (a) Courbe contrainte vraie - déformation vraie d'un essai de traction sur éprouvette plate d'épaisseur 1 mm comparée avec éprouvette d'épaisseur 2 mm et (b) courbes d'écroutissage associées ; (c) microstructure initiale de l'éprouvette d'épaisseur 1 mm testée.

Tableau 3.8 - Propriétés extraites des courbes contrainte-déformation nominales issues des essais de traction sur éprouvette lisses plates de 1 et 2 mm d'épaisseur du bloc LC''

Epaisseur	Module d'Young (GPa)	Rp _{0,2} (MPa)	Rm (MPa)	Rm-Rp _{0,2}	Allongement homogène (%)	Allongement à rupture (%)
2 mm (E007)	85	522	822	300	25	30
1 mm (E005)	50	457	587	130	22	25

En comparant avec un essai réalisé sur éprouvette de 2 mm d'épaisseur, nous pouvons remarquer que la limite d'élasticité conventionnelle et la résistance mécanique sont plus basses

pour l'éprouvette d'1 mm d'épaisseur (Figure 3.22.a). De la même manière l'écroutissage global diminue lui aussi (Figure 3.22.b) pour ce dernier type d'éprouvette, à l'inverse de la réduction d'aire à rupture, qui augmente fortement pour atteindre 60 à 69 %. Ces premières observations semblent donc suggérer qu'une épaisseur d'éprouvette trop proche de la taille de grains ($760 \pm 233 \mu\text{m}$ pour le bloc LC'/LC'' pour rappel) favorise la dissipation de la plasticité par les bords de l'éprouvette, ce qui est en accord avec une réduction de section dans l'épaisseur pour les éprouvettes plates.

Même si, là encore, ces résultats sont à modérer au vu du faible nombre d'éprouvettes testées, nous pensons qu'il est **acceptable de limiter l'étude globale du comportement en traction à une seule géométrie d'éprouvettes lisses** au vu des faibles différences observées entre les deux géométries.

Nous proposons un arbre de décision (Tableau 3.9) suivant le volume de matière à disposition et la taille de la microstructure, suivant si une statistique de grains suffisante ou plus importante est privilégiée. En effet comme mentionné dans le chapitre 2, les grains ont chacun leur comportement propre dans les alliages de titane TRIP/TWIP. Une statistique de grains importante permettra de s'affranchir d'un possible effet d'échantillonnage. Toutefois cela ne sera pas possible si la taille de grains est importante malgré les différents traitements thermomécaniques effectués sur le matériau.

Tableau 3.9 – Arbre de décision pour le choix de la géométrie d'éprouvettes en fonction du volume de matière disponible et de la taille de grains

Quantité de matière \ Taille de grains	Petite taille de grains (100 grains ou plus dans la section de la zone utile)	Taille de grains importante (moins de 100 grains dans la section de la zone utile)
	Eprouvette cylindrique (statistique de grains)	Eprouvette cylindrique (statistique de grains)
Quantité importante de matière (produit épais, production semi-industrielle / industrielle)	Eprouvette plate (quantité d'éprouvettes)	Eprouvette plate (quantité d'éprouvettes)
Quantité faible de matière (produit plat ou production de laboratoire)	Eprouvette plate	Eprouvette plate

II.2.d. Étude aux petites déformations

Cette partie s'intéresse au comportement en traction uniaxiale aux petites déformations suite au résultat obtenu pour l'essai de traction sur éprouvette cylindrique au taux de déformation de 10^{-3} s^{-1} , pré-chargé dans le domaine élastique, mentionné partie II.2.b. Le résultat de cet essai suggère un effet d'un enchaînement de charges-décharges sur les propriétés mécaniques observées, même dans le domaine élastique.

Cet effet s'étendant très probablement dans le domaine plastique, nous avons effectué 5 essais de traction dédiés, sur des éprouvettes lisses plates issues du bloc LC'. Trois éprouvettes ont été prélevées dans le sens de laminage et deux éprouvettes dans le sens travers long. Des jauges de contraintes ont été déposées au milieu de la zone utile de l'éprouvette, sur la face de plus grande largeur. L'intérêt de la jauge de contraintes réside dans sa plus grande précision

qu'un extensomètre mécanique même si la surface qu'elle recouvre est généralement plus petite que la longueur initiale d'un extensomètre.

Quatre cycles de charge-décharge sont réalisés pour chaque essai. Le pilotage se fait en programmant une déformation de la jauge de 1 % supplémentaire à chaque charge et en déchargeant jusqu'à 60 % de la force alors atteinte. La Figure 3.23 présente deux courbes représentatives des résultats obtenus, une pour chaque sens de prélèvement.

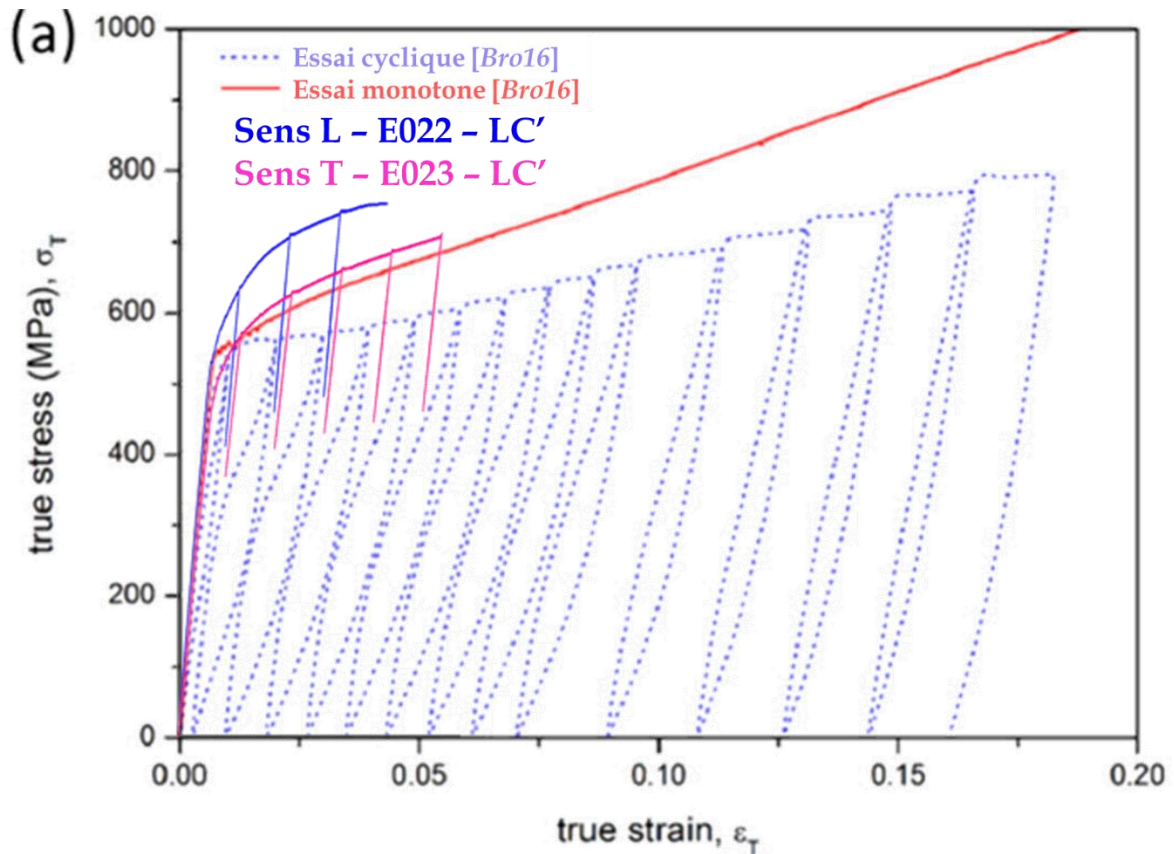


Figure 3.23- Comparaison des courbes contrainte vraie – déformation vraie des essais de traction cycliques réalisés sur l’alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn jusqu’à 5 % de déformation sur éprouvette plate prélevée dans le sens de laminage (L) ou dans le sens travers long (T) et suivi avec une jauge de contrainte avec un essai cyclique et un essai monotone réalisée sur l’alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn [Bro16]

Afin d’analyser ces courbes, nous avons déterminé le module d’Young dit apparent grâce à une régression linéaire effectuée sur la partie élastique et entre les extrémités de chaque boucle de charge-décharge des courbes présentées Figure 3.23. Les mesures sont répertoriées dans le Tableau 3.10.

Tableau 3.10 – Evolution de la valeur du module d'Young apparent mesurée sur les courbes présentées Figure 3.23

Essai – Sens de prélèvement	Module d'Young (GPa)					
	Initial	Boucle 1	Boucle 2	Boucle 3	Boucle 4	Boucle 5
E022 - L	91	83	82	81	68	69
E023 - T	75	67	66	67	/	/

Nous n'avons pas pu faire plus de cycles car les jauges de déformation avaient une capacité de déformation maximum de 5 % environ, chaque essai a donc été interrompu dès que la jauge a saturé.

Grâce au Tableau 3.10, nous pouvons affirmer la diminution progressive du module d'Young au cours de l'essai (Figure 3.23), et ce, quel que soit le sens de prélèvement de l'éprouvette sollicitée. Les mesures suggèrent également une stabilisation du module au fur et à mesure du cycle mais cette hypothèse reste limitée par le faible nombre de cycles réalisés ici.

Ces résultats peuvent être mis en parallèle avec un essai cyclique réalisé par Brozek *et al.* [Bro16] sur l'alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn issu du même lingot, présenté sur la Figure 3.23 et comparé avec un essai monotone.

Afin de comparer cet essai cyclique avec ceux réalisés dans le cadre de notre étude, nous avons mesuré à nouveau le module d'Young apparent sur chaque boucle de la courbe cyclique [Bro16] (Figure 3.23). Les mesures sont répertoriées dans le Tableau 3.11. Il faut toutefois mentionner que l'essai réalisé par Brozek *et al.* a été suivi par un extensomètre mécanique classique, dont la précision est plus faible que les jauges de déformation mais qui présente l'avantage de se déformer plus largement que les jauges et permet donc de réaliser plus de cycles.

Tableau 3.11 - Evolution de la valeur du module d'Young apparent mesurée sur les courbes présentées Figure 3.23.b d'après [Bro16]

Boucle n°	Initial	1	2	3	4	5	6	7
Module d'Young (GPa)	75	55	32	28	28	27	26	26
Boucle n°	8	9	10	11	12	13	14	/
Module d'Young (GPa)	26	27	29	32	34	36	36	

Ces mesures confirment les premières observations effectuées à la suite de nos essais suivis par jauge de contrainte. Le module d'Young chute brutalement sur les premiers cycles puis tend à se stabiliser ensuite. Néanmoins nous pouvons remarquer une ré-augmentation du module d'Young apparent sur les derniers cycles.

Cette mise en évidence de la variation du module d'Young apparent a son importance dans le cadre général de notre étude. En effet, **pour les essais de propagation de fissure il faudra trouver une autre méthode que celle des charges-décharges**, expliquée dans la partie II.1.c, car les résultats obtenus en appliquant cette méthode « classique » pourraient être modifiés par ce phénomène de variation du module d'Young.

De plus, la comparaison des courbes (Figure 3.23) met en évidence une différence de comportement mécanique alors que l'alliage étudié provient du même lingot initial. Même si les traitements thermomécaniques réalisés au cours de chaque étude sont différents, cette observation appuie la **nécessité de caractériser systématiquement l'alliage à disposition même s'il est identique à celui d'une autre étude, du point de vue de la composition chimique notamment.**

II.3. Étude de la résistance à la localisation de la déformation

La littérature sur l'étude du comportement mécanique des alliages de titane TRIP/TWIP ne fait pas état de la résistance à la localisation de la déformation de ce type d'alliages, excepté par l'allongement homogène qui en est un estimateur. Il nous a donc paru important d'étudier cette caractéristique dans notre étude.

En plus des éprouvettes lisses, des éprouvettes axisymétriques entaillées sont testées en traction. Comme présenté précédemment, deux rayons d'entaille ont été testés, distingués en trois éprouvettes NT4 (rayon 2,4 mm) et une éprouvette NT2 (rayon 1,2 mm)¹ (Figure 3.14). Les essais sont suivis à l'aide d'une caméra couplée à la technique des « ombres chinoises ». Ce suivi, dont la procédure est détaillée en Annexe 6, repose sur la mesure du diamètre minimal de l'entaille. L'évolution du diamètre est ensuite tracée en fonction de la contrainte appliquée. Nous présenterons les courbes obtenues dans le chapitre 4.

Nous nous baserons sur les réductions d'aire à rupture pour statuer quant à l'effet d'entaille (douce) sur la résistance à la déformation de l'alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn étudié. Le Tableau 3.12 recense les réductions d'aire à rupture pour chaque type d'éprouvette.

Tableau 3.12- Réduction d'aire à rupture des éprouvettes axisymétriques entaillées de rayon d'entaille différent

Eprouvette	Réduction d'aire à rupture (moyenne le cas échéant - %)
NT4 (LC')	56
NT2 (LC'')	47

Bien que l'absence de courbe contrainte – réduction de rayon pour les essais sur éprouvette NT2 ne permette pas de conclure fermement sur l'effet du rayon d'entaille, nous pouvons d'ores et déjà statuer que celui-ci est compris dans la dispersion usuelle des propriétés (variation de 20 %). Aussi, pour la suite de l'étude nous proposons **qu'une seule géométrie d'éprouvettes axisymétriques entaillées soit utilisée, à savoir la plus « sévère » : l'éprouvette NT2**. Évidemment, dans le cas d'un volume conséquent de matière à disposition, les deux géométries (et même d'autres rayons d'entaille) pourraient être testées.

¹ Seule une éprouvette NT2 a été testée en raison d'un dysfonctionnement du système d'enregistrement des données lors de l'essai. Aucune des deux autres éprouvettes NT2 à disposition n'a pu être testée dans le temps imparti à cette campagne.

III. Etude de la ruine

La compréhension du comportement mécanique d'un matériau se découpe en plusieurs axes. Après avoir détaillé les points liés à la déformation, nous allons maintenant voir les points méthodologiques liés à l'étude de la rupture.

III.1. Étude du chemin de fissuration

Le chemin de fissuration sera étudié grâce à des coupes polies. Les éprouvettes étudiées seront découpées à mi-épaisseur puis polies selon la méthodologie détaillée dans l'Annexe 1. L'étude de l'endommagement autour de la surface de rupture sera faite sur l'éprouvette dans cet état, à la fois en microscopie optique et au MEB.

Nous aurions souhaité voir le chemin de la fissure à travers la microstructure grâce à l'attaque chimique des coupes polies. Néanmoins l'attaque au réactif de Kroll fonctionne pour une microstructure non déformée mais perd son efficacité quand la densité de macles formées au cours de l'essai est trop importante. Cela rend l'expertise très difficilement réalisable, les macles étant confondues avec les joints de grains lors d'observations en imagerie optique ou MEB.

D'un autre côté, la réalisation de cartographies EBSD est possible mais encore une fois, près de la zone de rupture, l'importante capacité de déformation de l'alliage empêche une indexation correcte.

Aussi, les coupes polies attaquées serviront à mesurer sur quelle profondeur se fait la déformation (maillage visible).

III.2. Etude de la rupture

L'analyse du matériau sous-jacent à la surface de rupture étant complexe, il apparaît important de s'attarder sur la surface de rupture elle-même et de détailler quelles informations nous pouvons tirer des observations effectuées. L'Annexe 4 précise les équipements et conditions d'analyse.

Comme décrit précédemment, nous avons testé plusieurs géométries d'éprouvettes en traction uniaxiale : des éprouvettes plates (Figure 3.24.a) et des éprouvettes cylindriques (Figure 3.24.b).

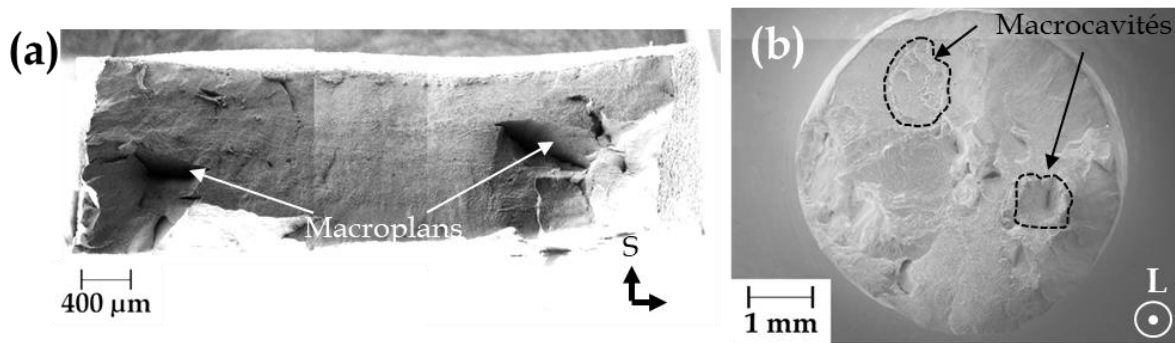


Figure 3.24- Macrographies du faciès de rupture d'éprouvettes testées en traction uniaxiale :
(a) éprouvette lisse plate ; (b) éprouvette axisymétrique entaillée NT4

Lors d'observations au MEB, nous réalisons toujours une macrographie (assemblage d'images à faible grossissement) de l'éprouvette (Figure 3.24). Celle-ci permet de mettre en évidence un faciès de rupture aux reliefs variés. À cette échelle, des zones se distinguent, appelées **macroplans** dans notre étude. La définition de ces zones est un peu floue. Elles peuvent être définies par un changement de plan de la rupture (Figure 3.24.a) mais aussi car elles se détachent visuellement du faciès de rupture, auquel cas nous les appellerons **macrocavités** (Figure 3.24.b).

L'observation des macroplans à un grossissement plus important permet de mettre en évidence **plusieurs organisations des cupules à l'intérieur des macroplans ou des macrocavités** (Figure 3.25 et Figure 3.26) :

- Des cupules plates, peu profondes et d'autres plus profondes, qui sont regroupées en de larges zones parfois côte à côte, au sein d'un même macroplan (Figure 3.25.a) ;
- **Des alignements de cupules**, (Figure 3.25.b) ;
- Des cupules à la forme irrégulière, semblables à des vagues (Figure 3.25.c, d, e) ;

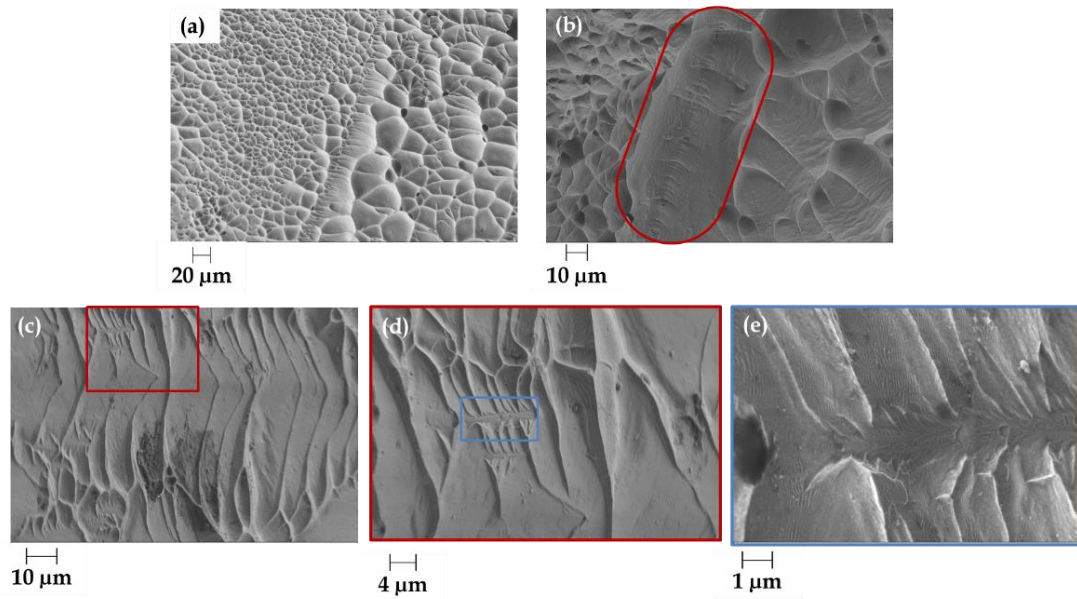


Figure 3.25 - Observations MEB en électrons secondaires : (a) deux populations de cupules ; (b) alignement de cupules (« rivière » mise en évidence par l'ovale rouge) ; (c) cupules de forme irrégulière et (d) (e) observations à plus fort grossissement

- **Des crêtes ou marches qui traduisent la plasticité multi-échelles**, et dont les plus petites présentent une forme très marquée (et non circulaire comme une cupule) (Figure 3.26) ;

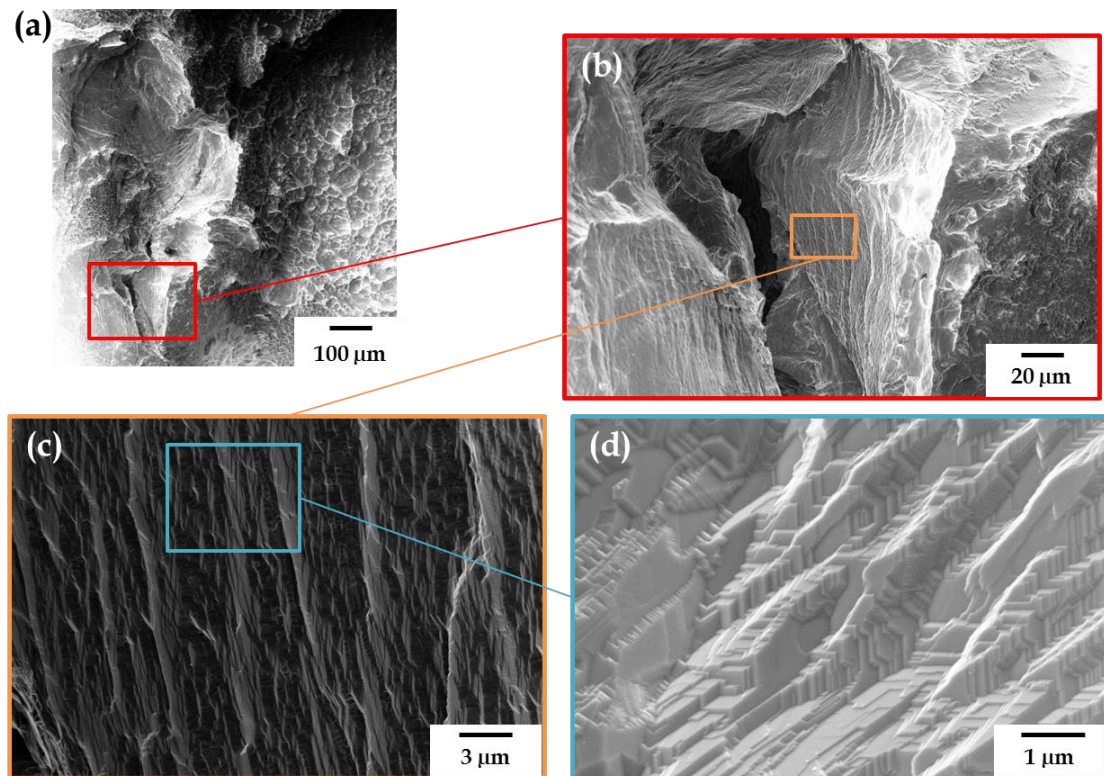


Figure 3.26 - Observations en électrons secondaires au MEB du faciès de rupture d'une éprouvette de traction cylindrique lisse : (a) macrocavité et (b)(c)(d) mise en évidence des différents éléments multi-échelles des crêtes de plasticité

Cette méthodologie sera appliquée à tous les essais (quasi-statiques et à grande vitesse) présentés dans ce manuscrit. De plus, toujours dans l'optique de fournir une étude quantitative, la taille des éléments caractéristiques de la rupture sera mesurée. Nous considérerons donc la mesure de :

- la taille des macroplans.
Le plus grand axe du macroplan sera considéré
- la distance entre centres de cupules dans les alignements de cupules
- la taille des cupules hors zones d'alignement ;
- la hauteur des crêtes de plasticité
Cette mesure sera réalisée lorsque ces crêtes ont une forme bien définie comme sur la Figure 3.26.b, c et d. Là encore, les crêtes de plasticité étant présentes en faible nombre sur un faciès de rupture, le nombre de mesures dépendra de chaque élément rencontré et sera donc toujours précisé.

La méthodologie détaillée de la réalisation de ces mesures est présentée dans l'Annexe 5. Les mesures seront présentées sous forme de distribution en fréquence cumulée afin de pouvoir comparer des longueurs en s'affranchissant du choix d'un intervalle comme sur un histogramme par classes, par exemple. De plus, la distribution en fréquence cumulée permet de comparer des tendances d'évolution, contrairement à des valeurs moyennées, ce qui limitera les erreurs d'interprétation liées à l'incertitude des mesures. En effet, celles-ci peuvent être biaisées notamment par l'angle local du faciès par rapport au faisceau d'électrons (les faciès n'ont pas été inclinés).

Si l'étude de la ruine et de la rupture est importante, l'étude de la contribution relative de l'amorçage et de la propagation de fissure est nécessaire afin d'avancer dans la compréhension des mécanismes de rupture. Nous allons maintenant nous intéresser au comportement en fissuration sous sollicitation quasi-statiques.

IV. Étude du comportement en fissuration

Comme présenté dans le chapitre 2, quelques essais de ténacité ont déjà été réalisés dans l'étude [Bro17] sur l'alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn issu du même lingot initial que celui de notre étude. Les valeurs de $J_{0,2}$ et de K_{JC} obtenues se sont révélées nettement supérieures aux valeurs connues pour les alliages de titane conventionnels.

Nous avons également souligné l'importance d'étudier systématiquement l'alliage TRIP/TWIP d'intérêt, en dépit des études précédentes réalisées, au vu des particularités de comportement mécanique qui peuvent apparaître suivant la microstructure ou les traitements thermomécaniques effectués sur le matériau. Aussi nous avons effectué des essais de propagation de fissure, suivant la méthode présentée partie II.1.c.

Les essais ont été réalisés sur deux éprouvettes T-L, une issue du bloc LC' et une issue du bloc LC''. Pour rappel la notation T-L ou L-T désigne par la première lettre la direction de traction et par la deuxième la direction de propagation de fissure. L'essai sur l'éprouvette T-L du bloc LC'' a été réalisé en chargement monotone au vu de l'effet des charges-décharges consécutives mis en évidence partie II.2.d.

IV.1. Méthode de dépouillement des essais de propagation de fissure

Le dépouillement de la courbe force-ouverture obtenue permet d'obtenir une longueur de fissure finale théorique, comparable avec la longueur de fissure finale expérimentale, mesurée sur éprouvette. Cette comparaison permet normalement un ajustement des points de la courbe qui sont souvent sous-estimés par la théorie.

Dans notre cas, la différence entre longueurs de fissure expérimentale et théorique est très importante (1,8 à 2,8 mm de différence). L'ajustement du module d'Young nécessaire pour que les longueurs concordent nous amène à diminuer celui-ci de moitié environ, soit 40 GPa, ce qui est une valeur trop faible pour notre alliage. Néanmoins, nous avons vu que les charges-décharges consécutives abaissaient rapidement le module d'Young apparent du matériau, ce qui expliquerait cette différence observée. Aussi avons-nous testé une autre méthode de dépouillement appelé méthode de la *keycurve*, qui a été développée dans l'étude [Pet18].

Cette méthode permet d'obtenir l'avancée de la fissure au cours d'un essai monotone sur une éprouvette CT préfissurée d'une longueur initiale a_0 sans décharge intermédiaire et sans interruption. Le même essai de ténacité, avec la même longueur de préfissure initiale a_0 , est modélisé par éléments finis. La loi élasto-plastique utilisée est déterminée grâce aux essais de traction uniaxiale réalisés (Figure 3.27.a et b). Dans notre cas, elle est de la forme :

$$R(\varepsilon_p) = R_0 + H \cdot \varepsilon_p + Q_1(1 - e^{-b_1 \varepsilon_p}) + Q_2(1 - e^{-b_2 \varepsilon_p}) \quad (5)$$

avec R_0 , limite d'élasticité en MPa, H coefficient d'écrouissage linéaire en MPa et Q_i (MPa), b_i des constantes types retrouvées dans une loi de Voce appliquée aux grandes déformations [LeG14].

Cette loi n'a pas de signification physique précise liée au matériau, elle constitue simplement un outil pour reproduire numériquement les courbes de traction expérimentales. Elle se base sur l'hypothèse qu'il n'y a pas d'endommagement dans le matériau, ce qui empêche la fissure numérique d'avancer.

Ensuite, un réseau de courbes est généré en considérant une longueur de préfissure croissante avec un pas régulier, de 50 μm dans notre cas. Une fois l'ensemble des courbes numériques générées, elles sont superposées à la courbe expérimentale monotone (Figure 3.27.c). L'intersection entre la courbe expérimentale et les courbes numériques permettra d'accéder à la valeur de l'avancée de fissure pour une force et une ouverture données et de calculer la courbe J - Δa correspondante (Figure 3.27.d).

Cette méthode de dépouillement, appliquée à cette étude par Jacques Besson (CdM), a donc été utilisée pour l'essai monotone sur l'éprouvette T-L du bloc LC''. L'ajustement de la loi de comportement a été effectué sur deux types d'essais de traction, l'un réalisé sur éprouvette lisse (Figure 3.27.a), l'autre sur éprouvette axisymétrique entaillée (Figure 3.27.b) afin de déterminer si l'un ou l'autre des ajustements était plus pertinent. La Figure 3.27 présente les courbes d'ajustement sur chaque type d'éprouvettes ainsi que la courbe expérimentale associée, le dépouillement *keycurve* résultant et la courbe J - Δa associée, superposée aux courbes J - Δa obtenues avec la méthode charge-décharge. Le Tableau 3.13 recense les valeurs des paramètres de la loi de comportement pour chaque type d'éprouvettes.

Tableau 3.13 – Paramètres de la loi de comportement pour « dépouillement *keycurve* » pour un ajustement fait sur éprouvette lisse ou éprouvette axisymétrique entaillée

Eprouvette	Module d'Young E (GPa)	Limite d'élasticité R ₀ (MPa)	Q ₁ (MPa)	b ₁	Q ₂ (MPa)	b ₂
Lisse	89	500	1354	1,84	90	252
Axisymétrique entaillée	81	577	845	2,73	104	210

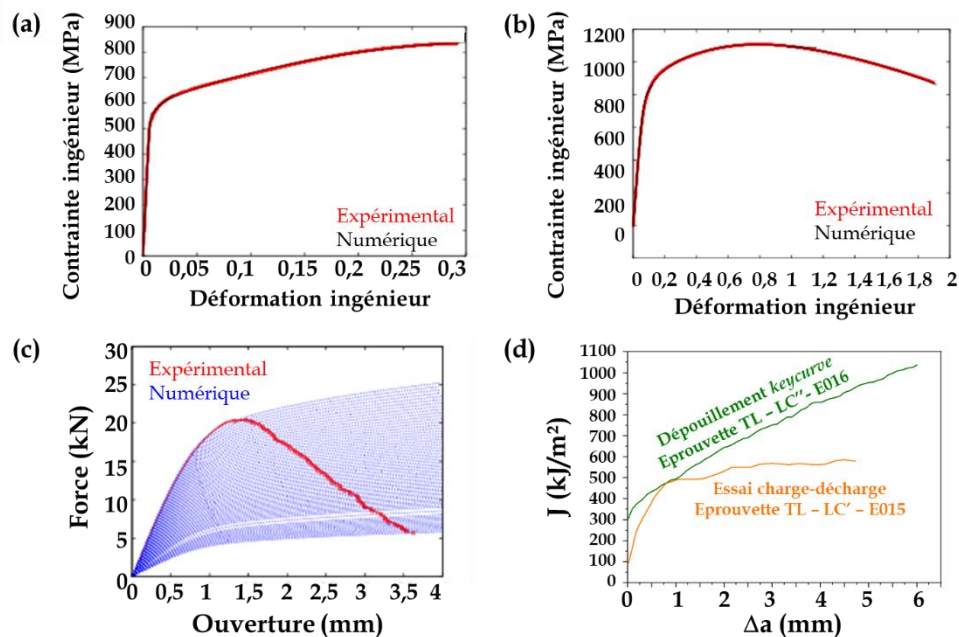


Figure 3.27 – (a) (b) Courbes expérimentales et ajustements numériques contrainte-déformation ingénieur d'essais de traction réalisés sur éprouvette de traction lisse et éprouvette axisymétrique entaillée respectivement ; (c) Courbe expérimentale force-ouverture de l'éprouvette CT T-L issue du bloc LC'' et courbes simulées générées d'après la méthode *keycurve* ; (d) Courbe J-Δa associée, obtenue après dépouillement *keycurve*, comparée avec la courbe J-Δa obtenue après essai charge-décharge

Nous pouvons remarquer grâce au Tableau 3.13 que les paramètres de la loi de comportement varient légèrement entre l'ajustement sur éprouvette lisse ou axisymétrique mais ils restent globalement du même ordre de grandeur dans les deux cas.

La comparaison de la courbe J-Δa issue de l'essai monotone et de celles issues des essais « charge-décharge » soulève plusieurs différences importantes :

- la valeur de J_{0,2} est plus élevée dans le cas de l'essai monotone (dépouillement *keycurve*) ;
- la partie de la courbe correspondant à la propagation de fissure présente une pente plus importante dans le cas de l'essai monotone.

La méthode de dépouillement *keycurve* prouve donc ici toute son efficacité dans le sens où, en plus de **faciliter la réalisation de l'essai** (monotone et non cyclique), elle permet de ne pas prendre en compte l'effet d'abaissement du module d'Young et donc vraisemblablement de

ne pas sous-estimer les propriétés en ténacité de l'alliage étudié. C'est pourquoi elle sera utilisée pour la suite de notre étude.

Synthèse

Ce chapitre a permis de statuer sur des critères de mise en forme de l'alliage de notre étude. Nous avons mis en évidence deux problématiques majeures : la difficulté d'obtenir une recristallisation lors d'une déformation à chaud et l'importance de l'épaisseur trempée sur l'obtention de propriétés mécaniques acceptables. Il apparaît que l'écrouissage à froid est nécessaire pour obtenir une taille de grains satisfaisante, ce qui conditionne le type de produits sous lequel ces alliages pourraient être proposés. Ces considérations dépassent évidemment le cadre de notre étude mais sont à prendre en compte dans la perspective d'une industrialisation de ces alliages.

Nous avons également proposé une méthodologie d'étude du comportement mécanique, qui se veut déclinable en fonction du niveau de caractérisation souhaité et de la quantité de matière disponible :

1. Preuve de concept sur une nouvelle composition :
 - a. Essai de traction uniaxiale en quasi-statique à une seule vitesse de sollicitation donnée ;
 - b. Essai de résilience possiblement instrumenté (sous réserve d'une quantité de matière suffisante).
2. Caractérisation détaillée du comportement mécanique :
 - a. Essais 1 et 2 ci-dessus ;
 - b. Essai de propagation de fissure J- Δa ;
 - c. Variation de paramètres expérimentaux (sens de prélèvement, vitesse de sollicitation, température d'essai) et répétition de la campagne expérimentale ci-dessus.

De plus, il apparaît important de mettre en évidence les liens entre rupture et déformation, trop peu documentés pour les alliages de titane TRIP/TWIP, aussi nous proposons de mesurer de façon systématique les éléments caractéristiques dans chacun des cas, à savoir :

- Pour la rupture :
 - Taille des macro-cavités ;
 - Distance entre centre de cupules alignées ;
 - Taille des cupules (hors rivières) : diamètre équivalent (cupule fermée) ou distance entre deux frontières (cupule non fermée) ;
 - Hauteur des crêtes de plasticité (sous réserve d'une forme bien définie).
- Pour la déformation :
 - Taille de grains ;
 - Épaisseur des macles (primaires, secondaires, tertiaires...) ;
 - Distance entre macles d'un même variant.

La suite de cette étude consistera donc à étudier l'alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn décliné sous deux microstructures différentes et d'établir le lien entre les propriétés mécaniques sous divers chargements, les microstructures à déformation et les mécanismes de rupture.

Références

- [Ahm15] Ahmed, M., Wexler, D., Casillas, G., et al. (2015) *The influence of β phase stability on deformation mode and compressive mechanical properties of Ti-10V-3Fe-3Al alloy*, Acta Materialia, 84, p. 124-135. 2015.
- [Ahm16] Ahmed, M., Wexler, D., Casillas, G., et al. (2016) *Strain rate dependence of deformation-induced transformation and twinning in a metastable titanium alloy*, Acta Materialia, 104, p.190-200.
- [ASTM13] ASTM E112-13 (2013) *Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*, ASTM International, West Conshohocken (PA, USA).
- [ASTM17] ASTM E1820-17 (2017) *Standard test method for measurement for fracture toughness*, ASTM International, West Conshohocken (PA, USA).
- [Bha06] Bhattacharjee, A., Varma, VK, Kamat, SV., et al. (2006). *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(5), p. 1423-1433.
- [Beg72] Begley, J.A., Landes, J.D. (1972) The J Integral as a Fracture Criterion, vol. 514.
- [Brid52] Bridgman, P.W. (1952) *Studies in Large Plastic Flow and Fracture*, Harvard University Press.
- [Bro16] Brozek, C., Sun, F., Vermaut, P., et al. (2016) *A β -titanium alloy with extra high strain-hardening rate: Design and mechanical properties*, Scripta Materialia, 114, p. 60-64.
- [Bro17] Brozek, C. (2017) *Conception et développement de nouveaux alliages de titane à haute ductilité et fort écrouissage*, Thèse, Université Pierre et Marie Curie.
- [Com99] Combres, Y. (2010) *Mise en forme des alliages de titane*, Techniques de l'Ingénieur M3160.
- [Dan19] Danard, Y. (2019) *Développement d'alliages de titane « transformables par déformation » : étude des relations microstructure/propriétés mécaniques*, Thèse, Université Paris Sciences et Lettres.
- [Hic69] Hickman, B.S. (1969) *The formation of omega phase in titanium and zirconium alloys: A review*, Journal of Materials Science, vol. 4 n° 6, p. 554-563.
- [ISO148] BS EN ISO 148-2 (2016). *Metallic materials. Charpy pendulum impact test. Preparation and characterization of Charpy V-notch test pieces for indirect verification of pendulum impact machines*.
- [ISO12135] ISO 12135 (2016) *Metallic materials. Unified method of test for the determination of quasistatic fracture toughness*.
- [LeG14] Le Guyader, C. (2014) *Mécanique de la rupture et endommagement d'un alliage d'aluminium 2219 T87 pour application aérospatiale*, Thèse, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.

- [Mil88] Millet, Y. (1988) *Forgeage et laminage des barres en alliages de titane. Laminage, filage et tréfilage du titane et de ses alliages*, Techniques de l'Ingénieur M685.
- [Mon17] Montheillet, F. (2017) *Métallurgie en mise en forme à chaud*, Techniques de l'Ingénieur M3031.
- [Nej16] Nejezhlebová, J. Janovská, M., Seiner, H., et al. (2016) *The effect of athermal and isothermal ω phase particles on elasticity of β -Ti single crystals*, Acta Materialia, 110, p. 185-191.
- [Per20] Perlade, A., Iung, T. (2020) *Métallurgie du laminage à chaud des aciers - Application aux aciers faiblement alliés*, Techniques de l'Ingénieur M7860.
- [Pet18] Petit, T. (2018) *Compréhension et modélisation d'essais de ténacité avec pop-in : application à l'aluminium 6061-T6 et influence de l'irradiation neutronique*, Thèse, Université Paris Sciences et Lettres.
- [Ric68] Rice, JR. (1968) *A Path Independent Integral and the Approximate Analysis of Strain Concentration by Notches and Cracks*, Journal of Applied Mechanics, 35, 379-386.
- [Ti17] Fiche technique Aubert et Duval, www.aubertduval.com/fr/nuance/752/ (en date du 03/10/2020)
- [Timet] www.timet.com (en date du 03/10/2020)

Chapitre 4 :

Etude approfondie du comportement

à température ambiante

Ce chapitre a pour objectif de caractériser précisément les mécanismes de rupture et de déformation, notamment en enrichissant l'état de l'art du lien entre rupture et déformation à température ambiante grâce à la comparaison des distributions de taille des éléments caractéristiques de ces deux phénomènes. Les propriétés mécaniques des blocs LC', LC'' et LTIM' seront étudiées de manière détaillée en appliquant la méthodologie mise en place dans le chapitre 3. Le comportement en traction ainsi que la résistance à la fissuration et à l'impact sont étudiés, conformément aux essais choisis dans le chapitre 3.

Dans un souci d'allègement du texte, nous nommerons un essai ou une éprouvette provenant du bloc X : « essai X » ou « éprouvette X » (ex : les essais LC' sont plus reproductibles que les essais LTIM').

I. Comportement quasi-statique

I.1. Comportement mécanique macroscopique

I.1.a. Propriétés mécaniques

Afin de caractériser les propriétés mécaniques, des essais de traction sont réalisés sur les blocs LC', LC'' et LTIM'. Comme déterminé dans le chapitre 3, les essais LTIM' sont réalisés uniquement sur éprouvettes plates. Deux essais LTIM' ont été réalisés à température ambiante, sur des éprouvettes prélevées parallèlement au sens L. Nous verrons plus loin dans ce chapitre que deux autres essais interrompus à 2 et 5 % de déformation permettront d'étudier la reproductibilité des essais sur cet intervalle de déformation. Le reste des éprouvettes à disposition a été utilisé pour une caractérisation en température, présentée dans le chapitre 5.

En plus de permettre la caractérisation des propriétés mécaniques, nous verrons dans la suite de cette partie que les essais permettront de corréler une loi de comportement pour le dépouillement des essais J-Δa. Le détail des paramètres déterminés est présenté dans l'Annexe 7.

Par souci de clarté, seuls les essais réalisés sur éprouvettes plates seront utilisés dans ce manuscrit pour comparer les différents blocs, malgré un léger effet de la géométrie de l'éprouvette montré dans le chapitre 3. Pour rappel, trois éprouvettes plates par bloc sont testées pour les blocs LC' et LC''.

La Figure 4.1 regroupe, pour chaque bloc, les courbes contrainte - déformation vraie représentatives et les courbes d'écrouissage associées. Les courbes contrainte-déformation issues des essais LTIM' sont plus bruitées car les données affichées sont celles enregistrées par le dispositif synchronisé à la corrélation d'images numériques et non pas par le logiciel pilotant la machine de traction directement. Les valeurs des paramètres d'intérêt sont regroupées dans le Tableau 4.1.

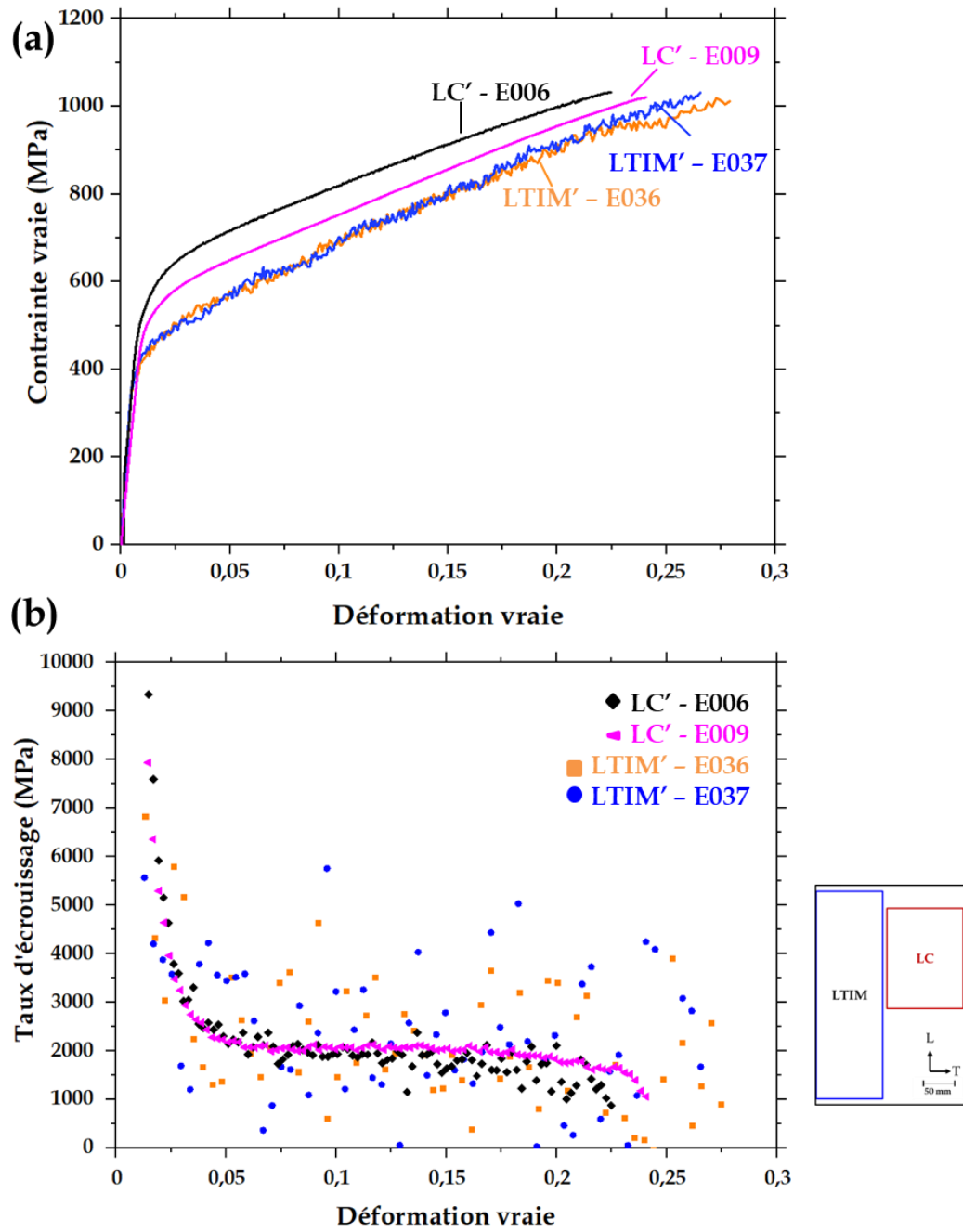


Figure 4.1- (a) Courbe contrainte vraie - déformation vraie d'essais de traction sur éprouvette lisse plate LC' ou LTIM' prélevées parallèlement au sens de laminage L et (b) courbes d'écrouissage associées - l'encart rappelle les positions des blocs LTIM et LC dans la plaque initiale

Tableau 4.1- Propriétés mécaniques extraites des courbes contrainte-déformation nominales- les cases rouges indiquent que le bloc d'origine est LC', les cases bleues LTIM'. Le traitement thermique final a été réalisé sur des ébauches de 10 mm d'épaisseur pour le bloc LC' et sur des éprouvettes de 2mm pour le bloc LTIM'

Bloc d'origine Identifiant essai	Module d'Young (GPa)	Rp _{0,2} (MPa)	Rm (MPa)	Rm-Rp _{0,2} (MPa)
LC' - E006	80	614	827	213
LC' - E009	75	547	802	255
LTIM' - E036	73	379	784	405
LTIM' - E037	77	394	791	397
Bloc d'origine Identifiant essai	Allongement homogène (%)	Allongement à rupture (%)	Z (%)	
LC' - E006	25	28	45	
LC' - E009	27	31	59	
LTIM' - E036	32	37	51	
LTIM' - E037	30	37	50	

Les courbes contrainte-déformation vraies permettent de mettre en évidence la variation des propriétés mécaniques entre le bloc LTIM' et le bloc LC' (et LC'' par extension au vu des conclusions du chapitre 3). Nous notons une augmentation prononcée de la limite d'élasticité pour les essais réalisés sur le bloc LC' (augmentation de 62 % au maximum). La résistance mécanique, l'allongement homogène et à rupture et la réduction d'aire à rupture varient entre les blocs dans l'intervalle de dispersion défini au chapitre 3.

Ces résultats mettent en évidence **l'effet significatif de l'historique thermomécanique de cet alliage sur la limite d'élasticité conventionnelle**, et par conséquent sur la variation Rm-Rp_{0,2}. Si nous nous replaçons dans une perspective d'industrialisation de ces alliages, ces essais montrent la nécessité d'améliorer la séquence de mise en forme de cet alliage afin d'obtenir des propriétés optimales et reproductibles.

I.1.b. Résistance à la localisation de la déformation

De manière complémentaire, des essais sur éprouvettes axisymétriques entaillées LC' et LTIM' sont réalisés. Nous avons montré dans le chapitre 3 que la sévérité de l'entaille semblait avoir peu d'effet sur la résistance à la déformation. De ce fait, seules des éprouvettes NT2 (LTIM') sont utilisées pour caractériser le bloc LTIM'. Au cours de cette étude, nous avons fait le choix de ne tester qu'une éprouvette pour ce bloc avec un suivi par corrélation d'images numériques. Pour rappel, une éprouvette NT4 (LC') est testée. Une courbe contrainte - réduction de section nominales par bloc est affichée sur la Figure 4.2 et les valeurs des paramètres d'intérêt sont regroupées dans le Tableau 4.2. Le module d'Young et la limite d'élasticité R₀ ont été déterminées par le calcul (présenté dans la partie I.1.c).

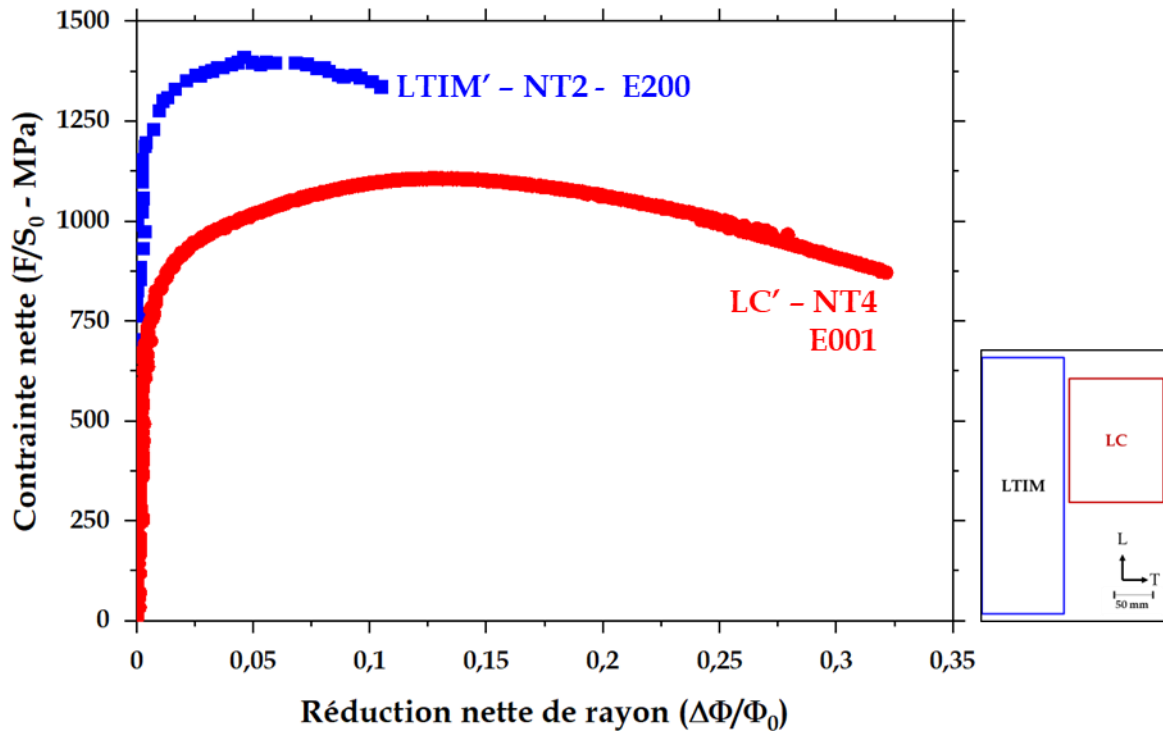


Figure 4.2- Courbes contrainte – réduction de rayon nominales d’essais de traction sur éprouvettes axisymétriques entaillées issues de LC’ ou LTIM’ - l’encart rappelle les positions des blocs LTIM et LC dans la plaque initiale

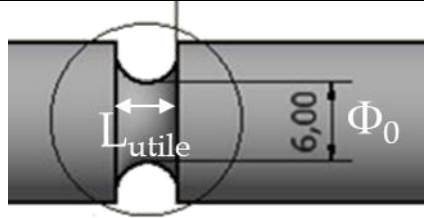
Tableau 4.2- Propriétés extraites des courbes contrainte - réduction de rayon de la Figure 4.2, à l’exception de R_0 , déterminée par le calcul (voir Annexe 7) et des mesures sur éprouvette axisymétrique entaillée

Bloc d’origine Identifiant essai	R_0 (MPa)	$\sigma_{\max}$ (MPa)	Réduction de rayon (%)	Réduction d’aire à rupture (%)
NT4 - LC’ - E001	577 (calc.)	1108	32	56
NT2 - LTIM’ - E200	697 (calc.)	1409	11	40

Il est important de rappeler que la caractérisation de la résistance à la localisation de la déformation d’un alliage de titane TRIP/TWIP n’a jamais été réalisée à notre connaissance sur ce type d’éprouvettes. Les résultats obtenus sur le bloc LC’ mettent en lumière l’importante résistance à la localisation de l’alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn étudié. Nous avons souhaité estimer l’allongement longitudinal de l’éprouvette entaillée NT4 issue du bloc LC’ (« longueur utile finale » dans le Tableau 4.3) en nous basant sur la conservation de volume. Le Tableau 4.3 explicite les valeurs utilisées pour ce calcul.

Tableau 4.3 – Paramètres pour la détermination de la variation de longueur de l'éprouvette NT4 LC', le schéma indique les dimensions considérées

	Rayon ϕ_0 (mm)	Longueur utile (mm)	Volume (mm ³)
Initial	3	4,49 (mesurée)	126,89
Final	2,04	9,71 (calculée)	



Nous mettons ainsi en évidence **un allongement à rupture d'environ 116 %**, qui suggère d'autant plus l'extrême résistance à la localisation de la déformation qu'il est plus de **trois fois supérieur à celui mesuré sur éprouvette lisse**.

Toutefois, ces essais mettent également en évidence une résistance plus faible à la localisation de la déformation pour l'éprouvette issue du bloc LTIM', étant données les réductions de rayon et d'aire à rupture plus faibles mesurées. Cela est accompagné d'une augmentation de la limite d'élasticité (calculée) pour le bloc LTIM', comme observé en traction uniaxiale sur éprouvette lisse mais aussi de la contrainte maximale, qui varie néanmoins dans l'intervalle de dispersion définie au chapitre 3. Le calcul effectué précédemment sur l'éprouvette LC' donne ici une longueur utile finale de 3,41 mm, soit un allongement à rupture de 26 %.

Ces résultats montrent donc que **la séquence de traitements thermomécaniques peut modifier la résistance à la localisation de la déformation de l'alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn étudié**. Le changement de géométrie d'éprouvette permet de faire varier la triaxialité des contraintes. Nous mettons en évidence une sensibilité du bloc LTIM' à la triaxialité des contraintes, que nous n'expliquons pas clairement à ce stade. Etant donné que la microstructure a une taille similaire dans les deux cas, la seule différence qui nous apparaît est la précipitation éventuelle de phase ω isotherme dans le bloc LTIM'. L'hypothèse la plus probable est donc que la précipitation de cette phase augmente la sensibilité à la triaxialité des contraintes, même si, à notre connaissance, la littérature ne fait pas état du lien entre précipitation de phase ω et sensibilité à la triaxialité des contraintes.

Après avoir identifié le comportement mécanique, l'étude du comportement se poursuit maintenant avec la compréhension des mécanismes de rupture.

I.2. Physique de la rupture

I.2.a. Examen des surfaces de rupture

L'expertise des éprouvettes rompues commence par l'analyse des faciès de rupture. Nous avons détaillé dans le chapitre 3 les différents éléments caractéristiques de la rupture observés. Dans cette partie, nous recenserons lesquels de ces éléments nous observons sur les éprouvettes de traction lisses et axisymétriques entaillées. Nous appliquons la méthodologie du chapitre 3 en mesurant les tailles caractéristiques de ces éléments.

Tout d'abord, d'un point de vue général, nous observons une rugosité importante quel que soit le type d'éprouvettes expertisé. Toutefois, d'un point de vue uniquement qualitatif, cette

rugosité semble varier suivant le type d'éprouvettes et le bloc d'origine. Nous allons maintenant nous attarder sur chaque type d'éléments caractéristiques.

- **Macroplans et macrocavités :**

Les macrocavités sont visibles sur les éprouvettes lisses cylindriques (LC'') (délimités par des pointillés blancs sur la Figure 4.3.a) et sur les éprouvettes axisymétriques entaillées (LC'', Figure 4.3.b, mais aussi LTIM' non illustré). En revanche, elles ne sont pas visibles sur les éprouvettes plates (LTIM', Figure 4.3.c mais aussi LC'/LC'' non illustré), où nous observons plutôt quelques macroplans.

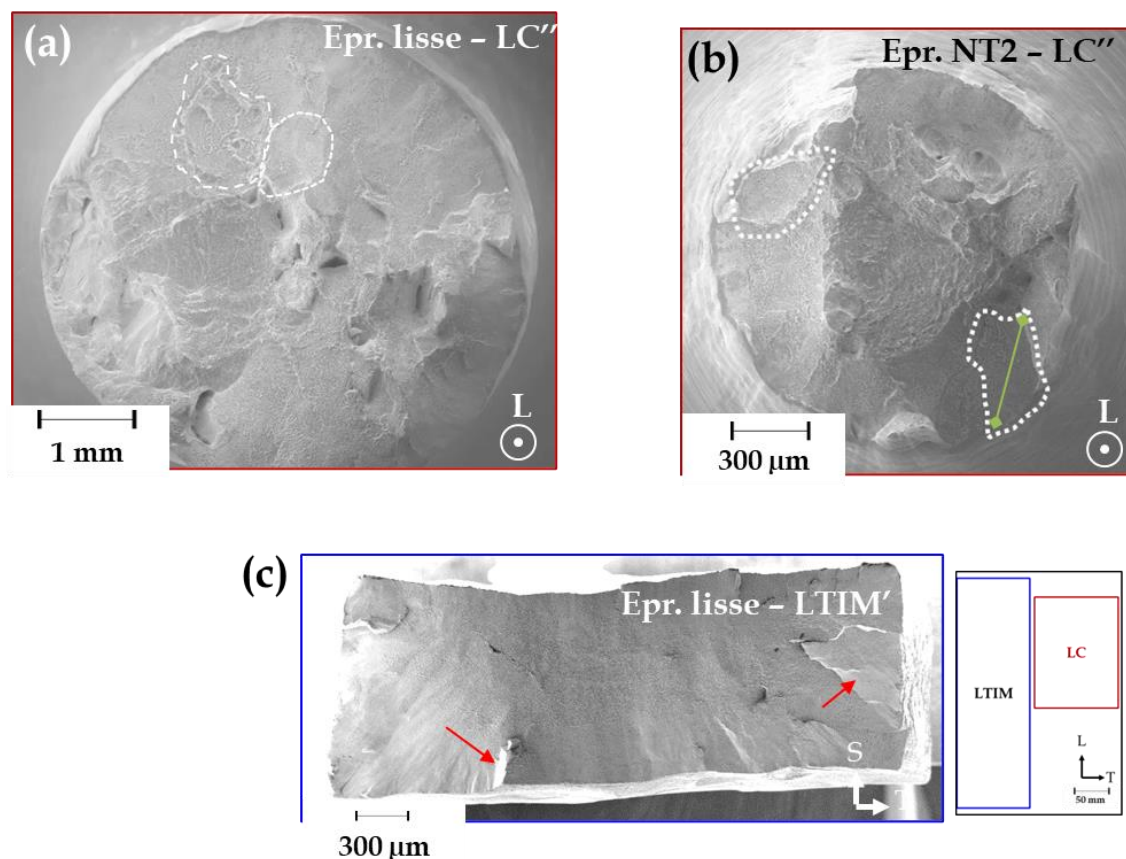


Figure 4.3 - Images MEB en électrons secondaires de faciès de rupture d'éprouvettes (a) lisse cylindrique et (b) axisymétrique entaillée où des macrocavités sont mises en évidence (pointillés blancs) ; (c) éprouvette lisse plate où des macroplans sont mis en évidence (flèches rouges) - l'encart rappelle les positions des blocs LTIM et LC dans la plaque initiale

Le fait que beaucoup moins de macrocavités soient observées sur les éprouvettes plates ne peut pour l'instant pas mener à une conclusion précise sur les mécanismes de rupture. Toutefois, cela montre que **les éprouvettes plates et cylindriques, bien qu'équivalentes en comportement élastoplastique, ne le sont pas du point de vue de la rupture**. Cette différence provient peut-être des phénomènes qui se passent à partir du début de la striction. Cela met en évidence **une localisation qui se développe dans le sens de la largeur après que les éprouvettes ont strictionné** (typique d'un état de déformations planes).

Les mesures moyennées des macrocavités sont regroupées dans le Tableau 4.4, uniquement pour les éprouvettes lisses cylindriques et axisymétriques entaillées. Les éprouvettes lisses

plates ne présentent pas suffisamment de macrocavités ou de macroplans pour évaluer une moyenne représentative.

Tableau 4.4 – Taille moyenne des macrocavités – pour chaque cas, 13 mesures ont été réalisées sur les faciès de rupture d'éprouvettes lisses et axisymétriques entaillées testées en traction, issues des blocs LC'' et LTIM', comparées avec la taille de grains de chaque bloc

Bloc	Eprouvettes	Taille moyenne des macrocavités (μm)	Taille de grains (μm)
LC''	Lisse cylindrique	751 ± 393	760 ± 233
	NT2	419 ± 241	
LTIM'	NT2	642 ± 227	695 ± 122

Nous remarquons que la taille moyenne des macrocavités et celle des grains sont comprises dans le même intervalle pour toutes les éprouvettes, qui est aussi celui de la taille des grains initiaux. Cela suggère **un lien fort entre le grain β et les mécanismes de rupture**.

L'étude [Gar19] recense des zones de la même morphologie dans un alliage β Ti-17, et propose un mécanisme de rupture intergranulaire lorsque ces zones sont observées. Toutefois, nous ne pensons pas que la rupture soit intergranulaire ici, car, à cette échelle, les joints de grains ne se distinguent jamais clairement sur le faciès.

- **Cupules :**

Des cupules sont observées sur tout le faciès de rupture, quel que soit le type d'éprouvette considéré. Cela nous confirme, en plus de l'allure de la courbe de traction et des valeurs des paramètres d'intérêt extraites de celle-ci, que la rupture est ductile à température ambiante pour l'alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn étudié, peu importe le bloc d'origine considéré. Pour chaque type d'éprouvette, nous mesurons la taille des cupules hors des zones d'alignement de cupules en suivant la méthodologie de l'Annexe 5. Nous reportons en fréquences cumulées ces distributions de taille sur la Figure 4.4. Les zones d'alignements de cupules sont considérées séparément, dans la suite de ce manuscrit.

Cupules hors zone d'alignement de cupules

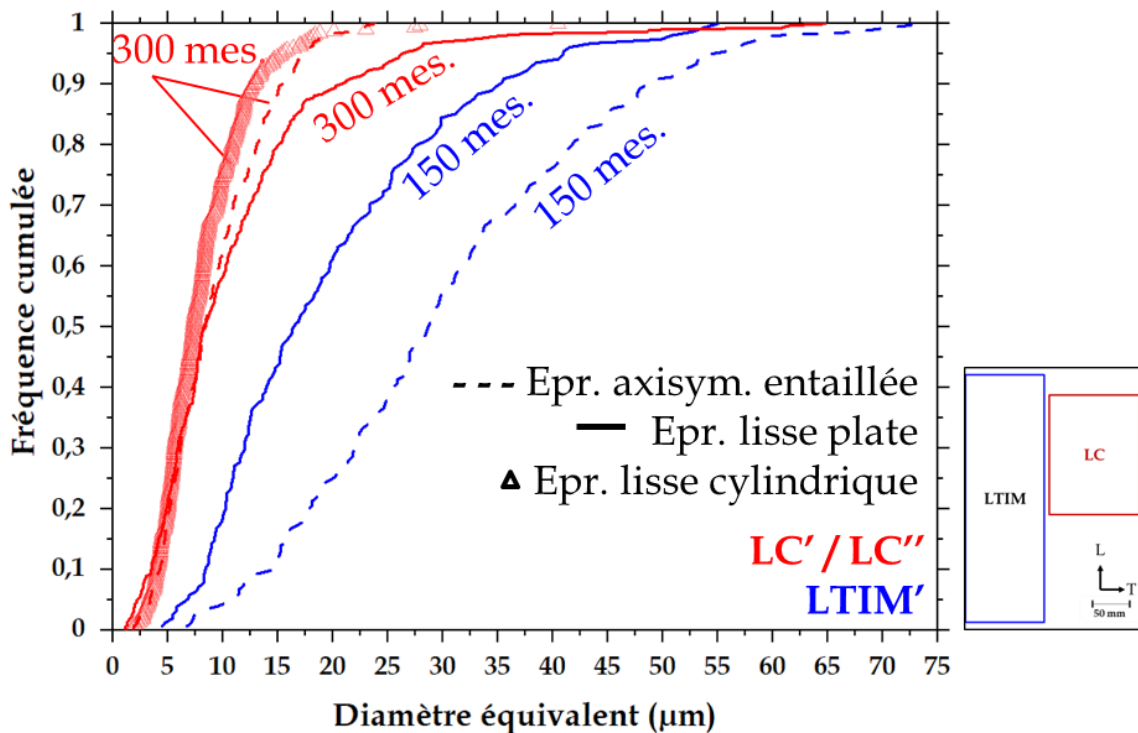


Figure 4.4 – Distribution de taille des cupules hors « alignements » en fréquence cumulée, pour des éprouvettes lisses et axisymétriques entaillées des blocs LC', LC'' et LTIM' - l'encart rappelle les positions des blocs LTIM et LC dans la plaque initiale

Les distributions sur le bloc LC'/LC'' sont similaires, quel que soit le type d'éprouvettes considéré. Les mécanismes de rupture à l'échelle des cupules semblent peu sensibles à la triaxialité des contraintes (qui change entre éprouvette lisse plate et cylindrique après striction et entre éprouvette lisse et axisymétrique entaillée). Cela explique notamment la faible sensibilité de la réduction d'aire à rupture à l'entaille sur une éprouvette axisymétrique entaillée, observée sur les blocs LC'/LC'' ;

D'un autre côté, les distributions sur le bloc LTIM' montrent un fort effet de la triaxialité des contraintes sur les mécanismes de rupture. D'après les mesures effectuées, l'augmentation de la triaxialité en passant d'une éprouvette lisse à une éprouvette axisymétrique entaillée semble augmenter le diamètre des cupules. Cela pourrait suggérer un modèle de croissance classique tel que celui proposé par Rice et Tracey [Ric69] mais les réductions d'aire à rupture mesurées sont assez similaires. Cela signifie que la déformation plastique est équivalente pour chaque type d'éprouvette dans ce bloc. Ces mesures soulignent donc plutôt qu'il y a eu **moins de sites de germination de cavités sur éprouvette axisymétrique entaillée que sur éprouvette lisse** (sinon la réduction d'aire à rupture aurait été inférieure sur éprouvette axisymétrique entaillée, car la rupture aurait été plus précoce).

Quel que soit le type d'éprouvette considéré, les cupules LTIM' sont plus grandes que celles des blocs LC'/LC''. Par exemple, pour une même fréquence cumulée de 50 % par exemple, les cupules des éprouvettes LC'/LC'' (8,4 μm pour les éprouvettes axisymétriques entaillées et les éprouvettes lisses plates) sont plus petites que celles des éprouvettes LTIM' (17 μm pour les éprouvettes lisses plates et 28,7 μm pour les éprouvettes axisymétriques entaillées).

L'historique thermomécanique du matériau semble donc avoir un effet sur les mécanismes de rupture. Les réductions d'aire à rupture mesurées sur les éprouvettes de chaque bloc étant similaire, la croissance des cupules se déroule de manière similaire entre les deux blocs. C'est donc **l'étape de germination des cavités qui est sensible aux traitements thermomécaniques.** L'étude des alignements de cupules nous permettra de préciser cet effet.

D'une manière générale, la particularité des cupules de l'alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn étudié, quel que soit le type d'éprouvettes considéré, est qu'elles sont vides en leur fond. Aucune singularité sur laquelle la rupture se ferait n'est observée. Néanmoins, le fond de la plupart des cupules se finit en « pointe » sous la forme d'un petit polygone (Figure 4.5). Cette forme singulière suggère que la plasticité intervient fortement dans la formation de ce que nous pouvons raisonnablement supposer être le point de germination de la cupule.

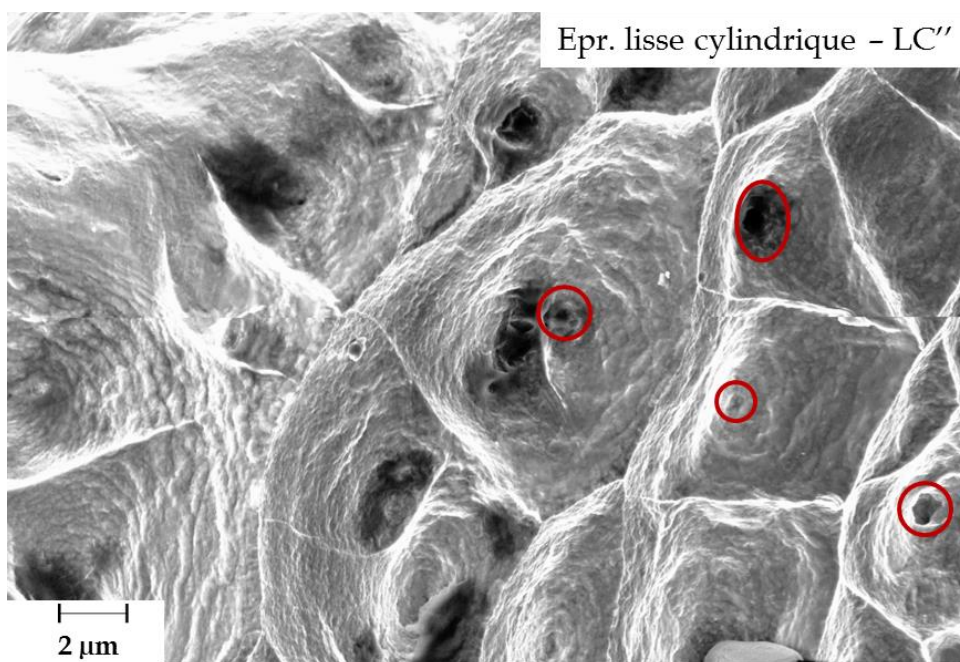


Figure 4.5 - Image MEB (détecteur InLens) des fonds de cupules, faciès de rupture d'une éprouvette lisse cylindrique du bloc LC'', les éléments d'intérêt (appelés « polygones » dans le texte) sont mis en évidence par des cercles rouges

La résolution des images MEB ne permet pas une étude quantitative satisfaisante, aussi la taille de ce polygone n'a pas été mesurée avec la même statistique que pour les autres analyses quantitatives. Nous mentionnerons simplement que ce cercle mesure généralement 10 % du diamètre de la cupule (excepté pour les plus grosses cupules). Sa taille se situe dans un intervalle compris entre 0,2 et 3 µm.

Toutefois, il est intéressant de souligner que ces polygones en fond de cupules ne sont que très rarement observés à température ambiante sur les faciès des éprouvettes du bloc LTIM- ω (Figure 4.6) (le lecteur pourra se référer à la section I.2.a du chapitre 3 pour les propriétés de ce bloc).

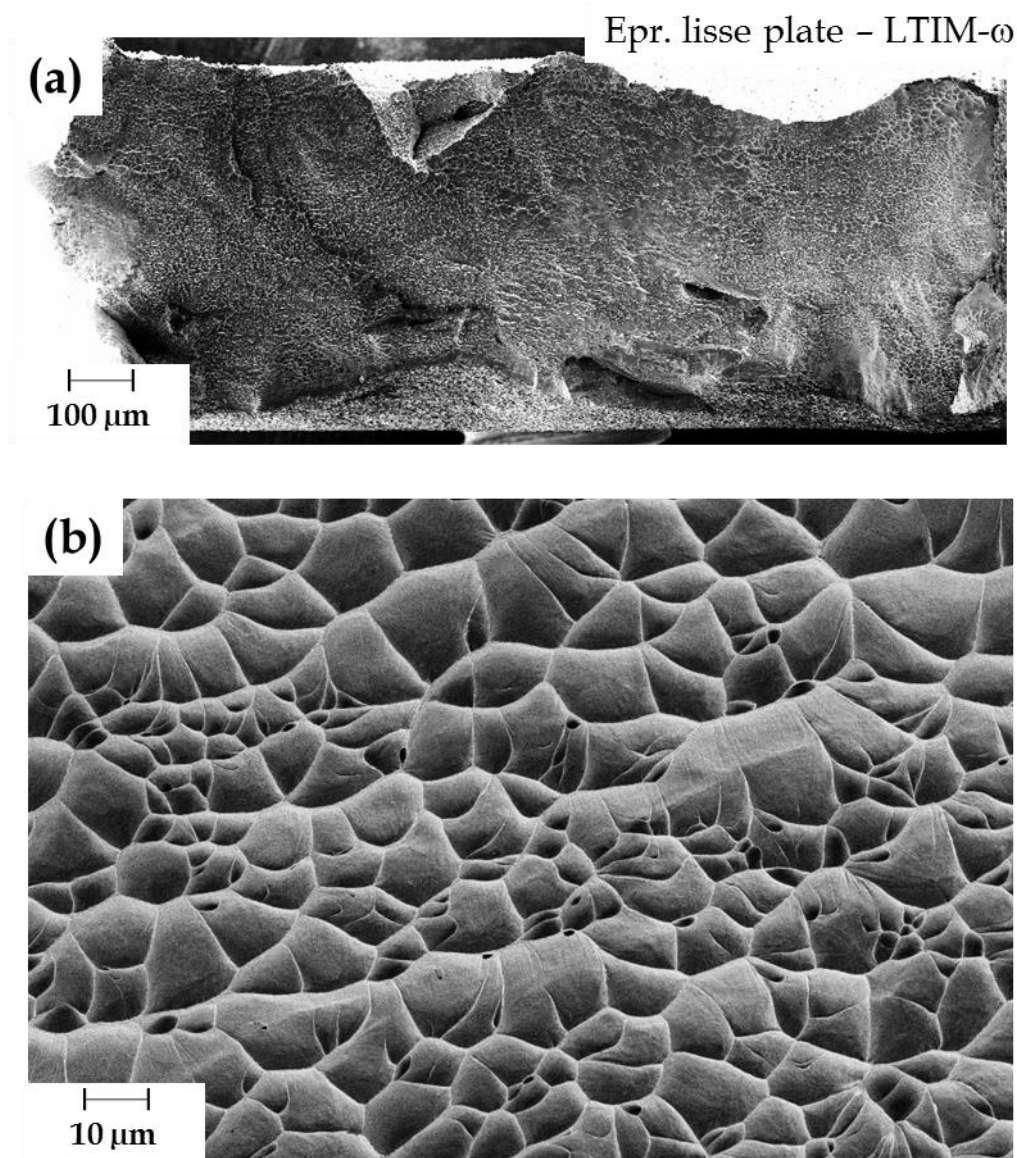


Figure 4.6 – Images MEB en électrons secondaires (a) du faciès de rupture d’une éprouvette de traction lisse plate du bloc LTIM- ω ; (b) de cupules au fond lisse et vide, composant le faciès de rupture de l’éprouvette

La seule éprouvette plate dont nous disposons sur le bloc LTIM- ω présente une réduction d’aire à rupture de 21 % ce qui est inférieur aux réductions d’aire à rupture mesurées pour les éprouvettes des blocs LC’, LC’’ et LTIM’. Ces observations montrent donc que **la rupture se fait de façon plus précoce**, à un taux de déformation inférieur à celui des éprouvettes LC’, LC’’ et LTIM’.

Ainsi, afin comprendre les mécanismes de rupture et les différences mises en évidence sur l’amorçage et la propagation de fissure, nous comparerons ces mesures avec les mesures des éléments caractéristiques de la déformation.

- **Alignements de cupules :**

Les alignements de cupules sont observés pour tous les types d’éprouvettes. Cependant, quantifier leur fraction surfacique pour chaque éprouvette testée se fait obligatoirement

manuellement, ce qui constitue un travail conséquent qui n'est pas réalisé ici, par souci de priorisation des expertises réalisées. Néanmoins, nous pouvons observer que ces alignements séparent souvent deux populations de taille de cupules (Figure 4.7a et b).

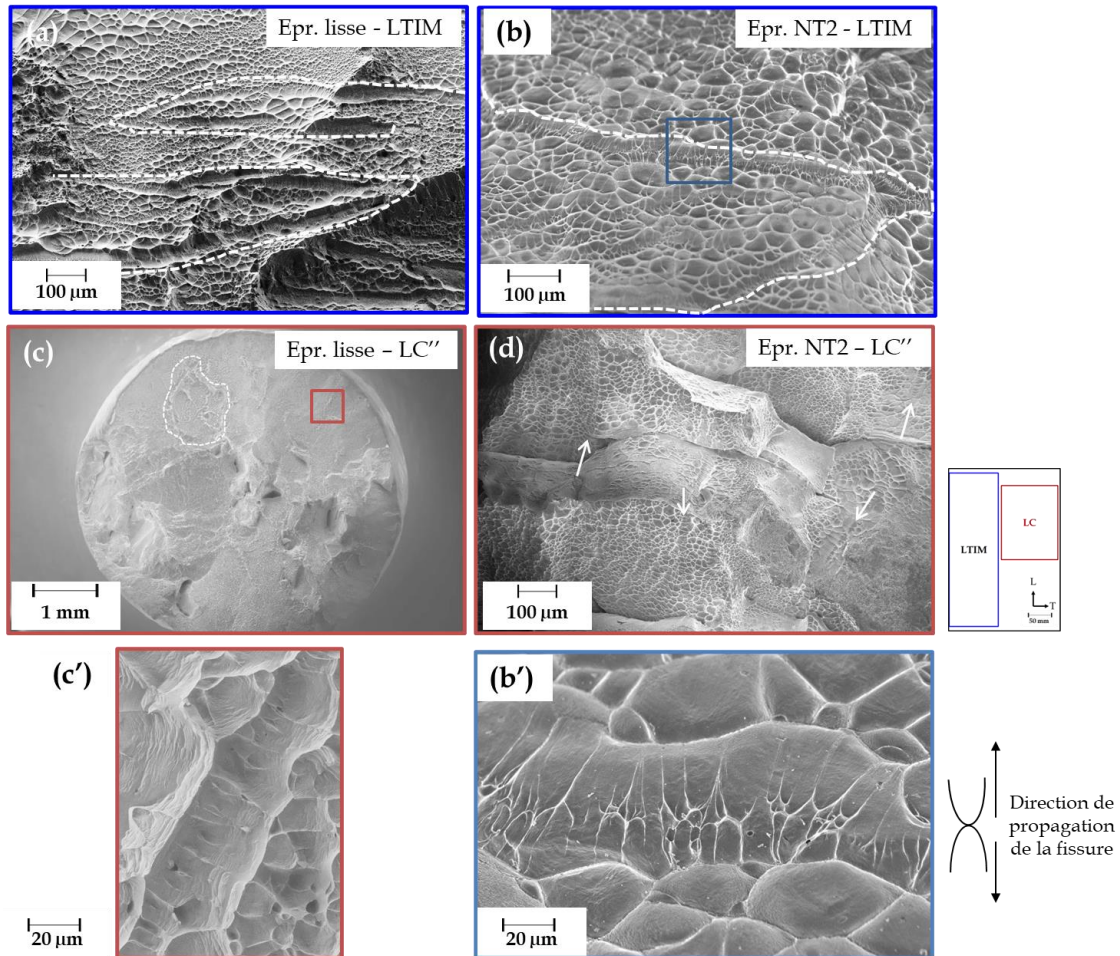


Figure 4.7 – Images MEB en électrons secondaires des différents alignements de cupules mis en évidence :

(a)(b) séparation de deux populations de cupules ; (c) alignement délimitant une macrocavité ; (d) alignements isolés et (b')(c') zoom associés aux images (b) et (c) respectivement, montrant la forme particulière des cupules dans les zones alignées ; le type d'éprouvette observé est rappelé en haut à droite de l'image, l'encart rappelle les positions des blocs LTIM et LC dans la plaque initiale

Les cupules alignées dans ces zones (Figure 4.7.b' et c') ont des formes paraboliques, ce qui nous indique que la fissure s'est propagée de part et d'autre de la rivière de cupules (comme expliqué par le schéma, Figure 4.7.b'). Il est donc possible que la rupture s'amorce notamment sur ces zones et ce, quel que soit le type d'éprouvette considéré.

Il a été montré dans l'étude [Dan19], par corrélation d'images numériques *in situ*, que les joints de grains étaient une zone où la déformation se localise. Nous pouvons donc émettre l'hypothèse que ces alignements marquent la rupture près des joints de grains. Cela concorde également avec le fait que ces alignements délimitent parfois les macrocavités (Figure 4.7.c), dont la taille est similaire à celle des grains. Toutefois, ces alignements sont aussi observés de façon isolée sur le faciès (Figure 4.7.d), ce qui suggère qu'ils ne représentent pas seulement la

rupture près des joints de grains, ou que tous les joints de grains ne fissurent pas. Ils apparaissent peut-être aussi sur d'autres joints fortement désorientés, tels que les joints de macles, ou aux interfaces où le contraste mécanique local entre différentes orientations cristallines est élevé.

L'étude [Gar19] reporte ce type d'alignements et de morphologie de cupules (Figure 4.8.d et e) sur une éprouvette d'un assemblage de TA6V ($\alpha+\beta$) et Ti-17 (β) soudés par friction linéaire, après rupture d'une éprouvette de traction dans la zone affectée thermiquement côté Ti-17 (β). Cette morphologie est attribuée à une rupture ductile instable, par à-coups, qui dans ce cas, se passe proche de la zone de défaut (« defect layer »), aux joints de grains β .

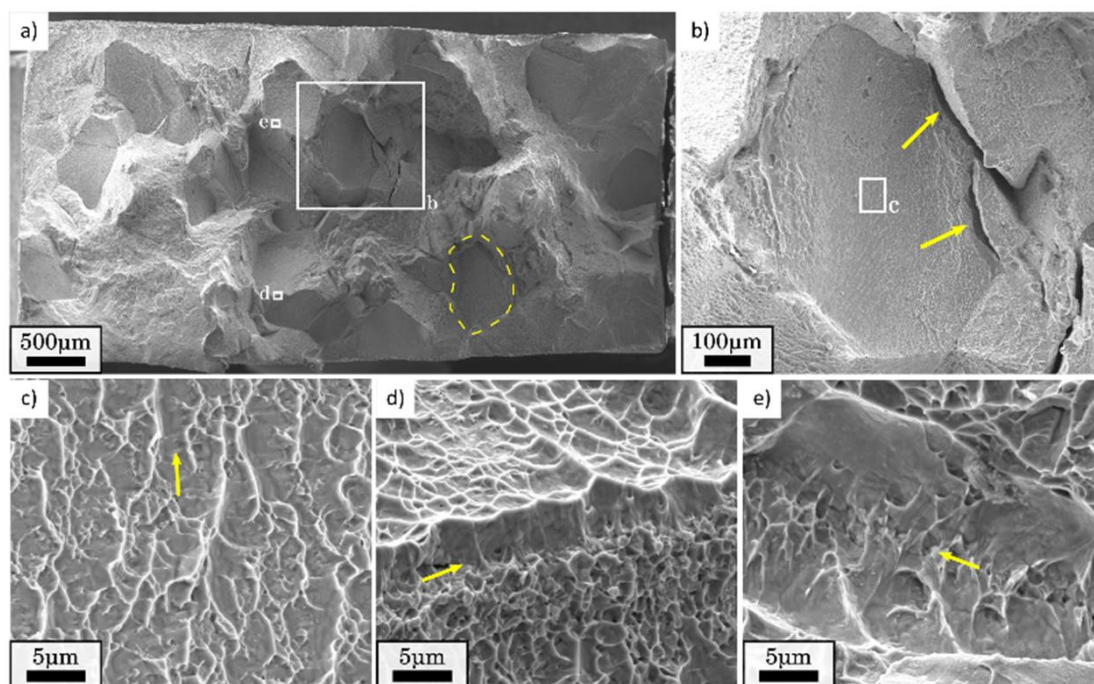


Figure 4.8 – Fractographies d’une éprouvette de traction de β Ti-17 montrant (a) la surface entière ; (b) la rupture intergranulaire du grain β ; (c) des cupules sur le plan de rupture intergranulaire du grain β ; (d)(e) les mécanismes de rupture au joint de grain β – les flèches jaunes pointent les fissures secondaires [Gar19]

Au sein de ces alignements, nous mesurons les distances entre centres de cupules en suivant la méthodologie de l’Annexe 5. Nous distinguons ces mesures de celles des cupules du reste du faciès car ces zones se distinguent du reste du faciès. Nous nous intéressons ici à la densité des sites de germination de cavités. La distribution de taille en fréquence cumulée est tracée (Figure 4.9) pour tous les types d’éprouvettes considérés.

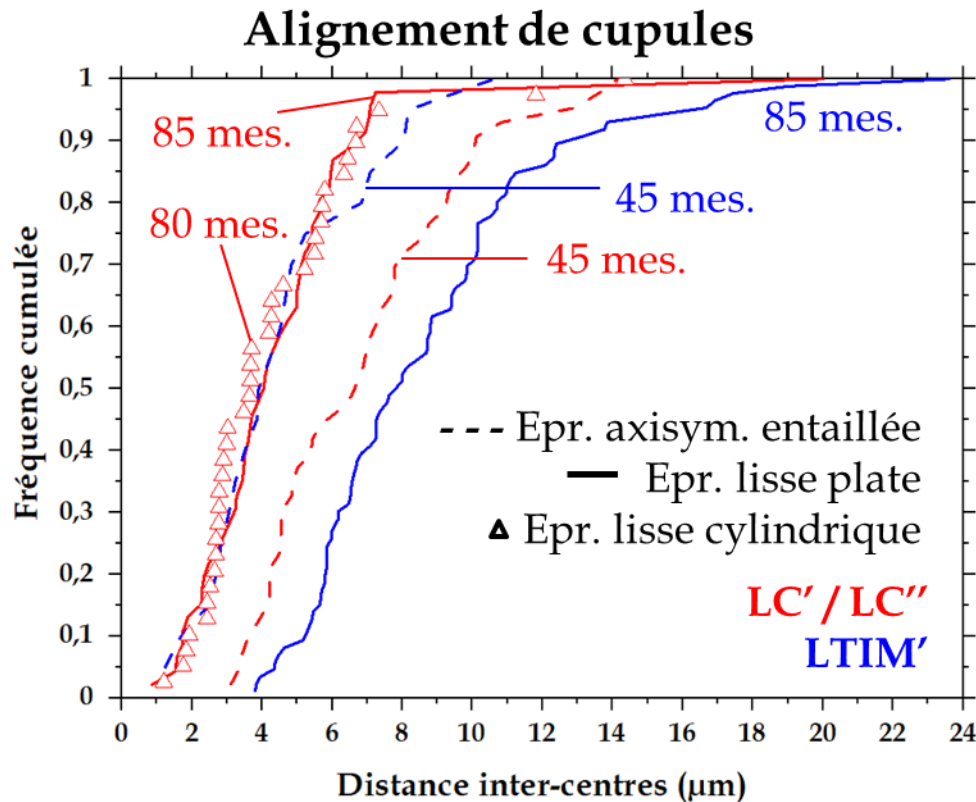


Figure 4.9 - Distribution de la distance moyenne entre centres des cupules situées dans les zones « d'alignements » en fréquence cumulée, pour des éprouvettes lisses et axisymétriques entaillées des blocs LC', LC'' et LTIM'

Dans le cas du bloc LC'/LC'', les centres de cupules sont plus rapprochés sur les faciès de rupture des éprouvettes lisses que sur ceux des éprouvettes entaillées. Cela signifie que la densité de sites de germination est plus importante dans le cas des éprouvettes lisses (sinon la réduction d'aire à rupture aurait été inférieure sur éprouvette axisymétrique entaillée, car la rupture aurait été plus précoce).

En revanche, dans le cas du bloc LTIM', l'observation inverse peut être formulée. La densité de sites de germination de cavités est plus importante sur éprouvette entaillée.

Cela confirme donc que la germination des cavités et précisément **la densité de sites de germination peut être modifiée à cause de l'historique thermomécanique, menant à une rupture plus ou moins précoce.**

- Crêtes de plasticité :

En conditions quasi-statiques, ces crêtes ont été observées sur tous les types d'éprouvettes testés mais pas pour tous les blocs. Quelques morphologies sont présentées sur la Figure 4.10.

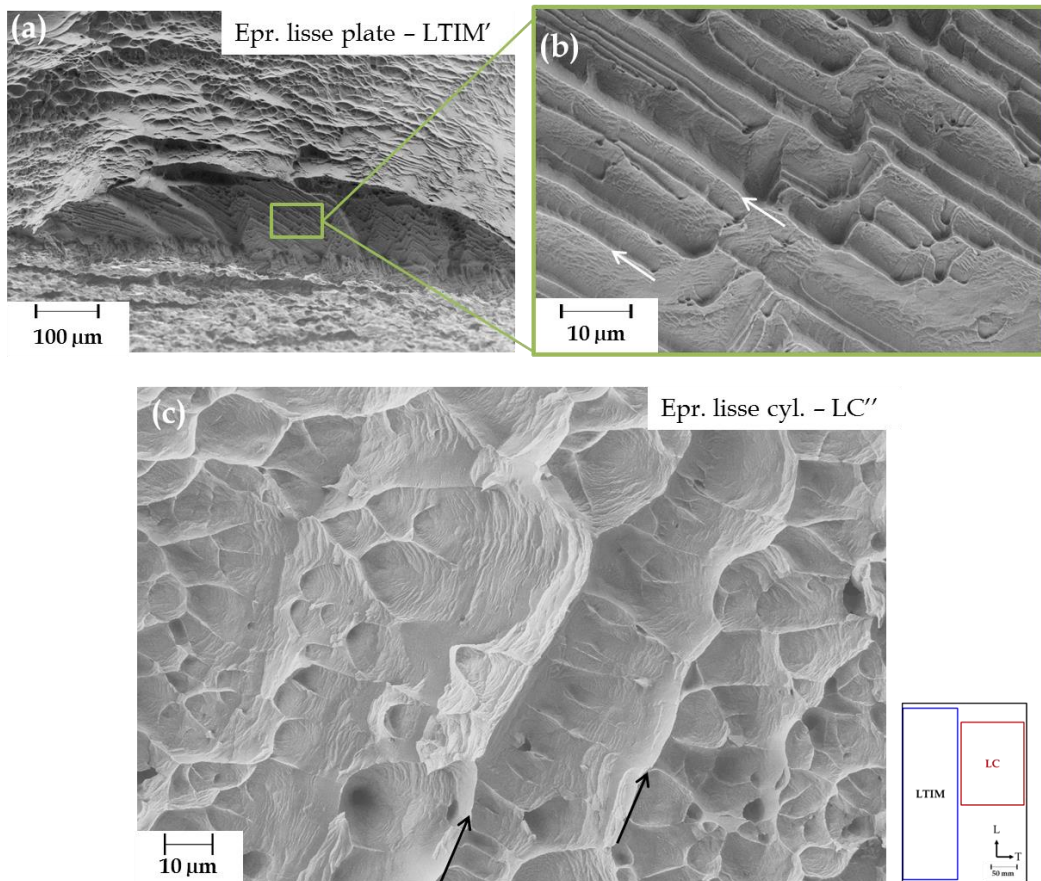


Figure 4.10 – Images MEB en électrons secondaires des différentes morphologies de crêtes de plasticité observées : (a) crêtes de forme « rectilignes » et (b) zoom montrant la plasticité présente au sein des crêtes ; (c) crêtes de forme ondulées finalisant les parois de cupules, des flèches mettent en évidence certaines crêtes

Les crêtes rectilignes (Figure 4.10.b) sont observées de manière anecdotique. Les crêtes de forme plus ondulées (Figure 4.10.c) sont plus fréquemment observées, puisqu'elles bordent généralement les alignements de cupules précédemment présentés. Dans tous les cas, ce sont probablement des alignements de cupules qui ont rapidement coalescé dans une direction (celle de l'alignement) mais pas dans la direction perpendiculaire. Cela signe une localisation plus importante de la déformation dans ces zones, car les cupules n'ont pas pu se développer dans la direction perpendiculaire à l'alignement.

Afin de limiter les erreurs d'interprétation liées à des artefacts de mesure (au même titre que pour l'alignement de cupules), seule la distribution d'espacement entre crêtes est étudiée en fonction du type d'éprouvettes (Figure 4.11), en prenant soin d'indiquer le nombre de mesures afin de nuancer les résultats obtenus.

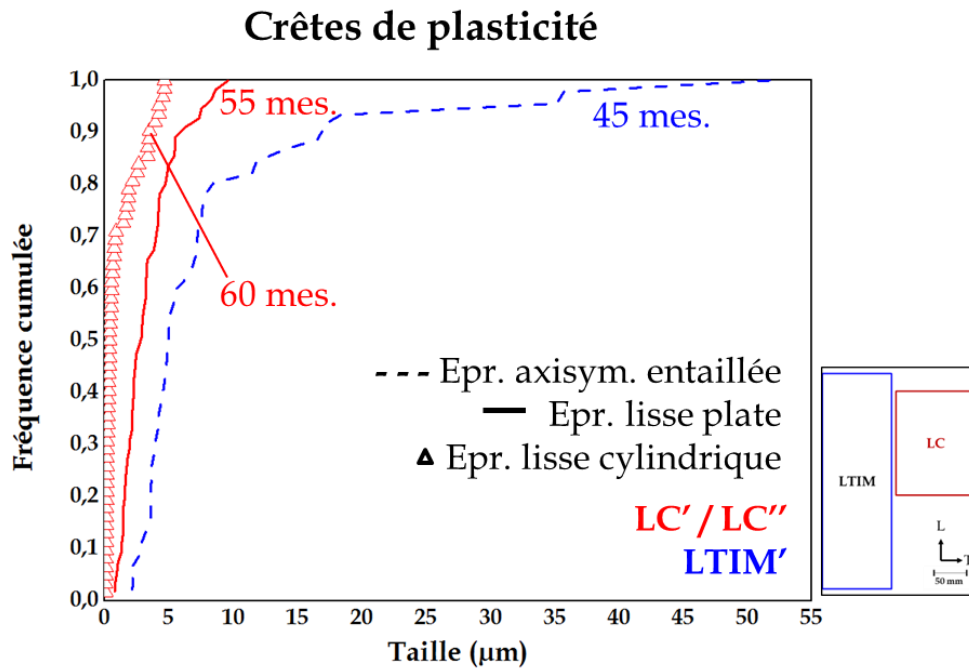


Figure 4.11 - Distribution de taille d'espacements entre crêtes en fréquence cumulée, pour des éprouvettes lisses et axisymétriques entaillées des blocs LC', LC'' et LTIM' - l'encart rappelle les positions des blocs LTIM et LC dans la plaque initiale

Il est difficile ici de comparer les mesures effectuées étant donné que les différents types d'éprouvettes ne proviennent pas du même bloc. Nous pouvons simplement mentionner que la distance entre ces crêtes est nettement inférieure à la taille de grains. Cela montre que même à l'intérieur des grains, les sites de germination de cavités sont répartis de manière régulière et anisotrope, ce qui suggère un lien fort avec la plasticité cristalline à une échelle fine ($< 50 \mu\text{m}$ voire $< 5 \mu\text{m}$ pour les éprouvettes lisses).

Cette caractérisation des propriétés mécaniques en lien avec les éléments de la rupture a permis de voir l'effet de la géométrie d'éprouvette et donc de la triaxialité des contraintes sur chaque bloc. L'effet de l'historique thermomécanique a également été étudié. Le Tableau 4.5 récapitule toutes les mesures effectuées en comparant les tailles au cinquantième percentile.

Tableau 4.5 – Taille au cinquantième percentile des éléments de la rupture pour les blocs LC'/LC'' et LTIM', par ordre croissant

Élément de la rupture	Eprouvette	Taille au 50e percentile (µm)
Cupules hors alignements	lisse plate LC'/LC''	8,4
	NT2 LC'/LC''	8,4
	lisse plate LTIM'	17
	NT2 LTIM'	28,7
Alignements de cupules	lisse cylindrique LC'/LC''	3,7
	lisse plate LC'/LC''	4,1
	NT2 LTIM'	4,1
	NT2 LC'/LC''	6,7
	lisse plate LTIM'	7,9
Crêtes	lisse cylindrique LC'/LC''	1,1
	lisse plate LC'/LC''	2,7
	NT2 LTIM'	4,9

Les fractographies sur le bloc LC'/LC'' n'ont pas mis en évidence d'effet significatif de la triaxialité des contraintes. Cela explique notamment l'importante résistance à la localisation observée pour ce bloc. Au contraire, l'augmentation de la triaxialité des contraintes modifie les mécanismes de rupture dans le cas du bloc LTIM' mais sans corrélation généralisable à tous les éléments de rupture.

De manière générale, à l'exception des éprouvettes NT2 LTIM', **tous les éléments de la rupture sont de taille plus grande dans le cas du bloc LTIM' que le bloc LC'/LC''**. Dans le cadre de cette étude, nous ne pourrions pas expliquer précisément quels paramètres des traitements thermomécaniques affectent les mécanismes de rupture et donc les propriétés mécaniques mais **les mesures effectuées mettent en évidence que la densité de sites de germinations de cavités**, qui varie entre les deux blocs, **semble piloter la rupture**.

I.2.b. Chemin macroscopique de fissuration

Cette partie traite de l'étude de la propagation de fissure et s'appuie sur la recherche de l'endommagement. L'endommagement peut être étudié sur des éprouvettes rompues ou après essais interrompus afin de comprendre à quel mécanisme de rupture se réfère notre cas, parmi ceux présentés dans le chapitre 1, et notamment statuer sur le trajet de la fissure par rapport aux joints de grains initiaux.

L'étude de l'endommagement passe par la réalisation de coupes polies en suivant la méthodologie détaillée dans le chapitre 3.

Aucun endommagement n'a été observé sur coupe polie que ce soit par microscopie optique ou à fort grossissement (jusqu'à x15 000 au MEB). **La rupture a donc probablement lieu par localisation de la déformation sans endommagement dans le volume. Les mécanismes de germination de cavités sont contrôlés par la déformation** et ne peuvent absolument pas être

décrits par des modèles tels que celui proposé par Rice et Tracey [Ric69]. Cette hypothèse est appuyée par l'absence d'hétérogénéités de type précipités dans l'alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn, monophasé. L'étude de la déformation permettra de vérifier cette affirmation.

Les coupes polies ont été réalisées sur les éprouvettes axisymétriques entaillées LC' et LTIM' pour des raisons de praticité de découpe (Figure 4.12).

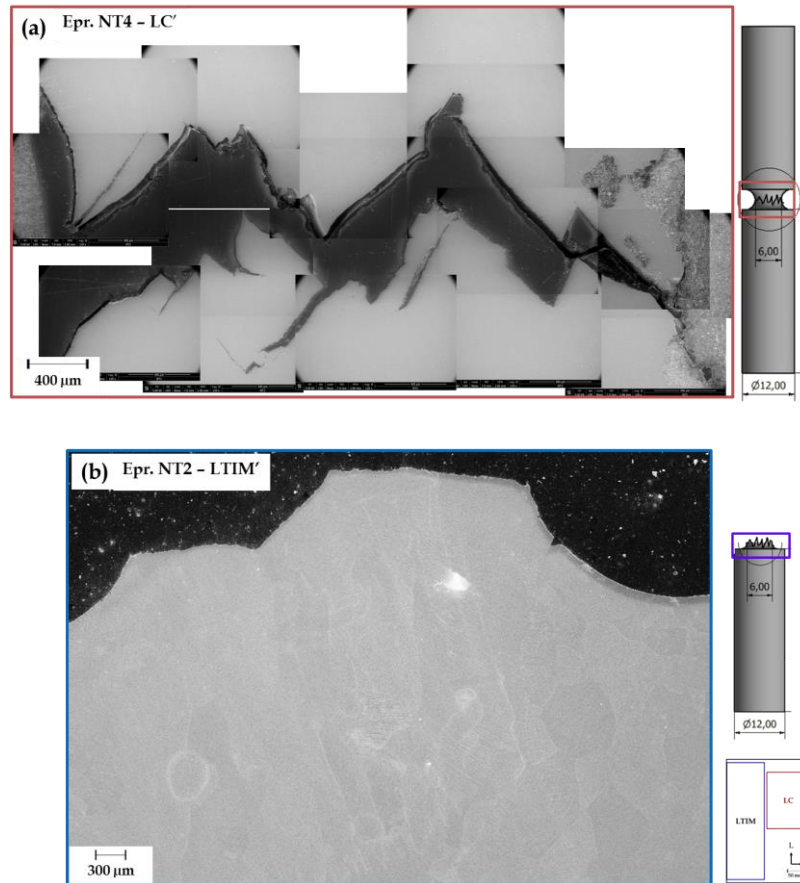


Figure 4.12- Images MEB en électrons secondaires de coupes polies (a) sur éprouvette axisymétrique entaillée partiellement rompue LC' ; (b) sur demi-éprouvette axisymétrique entaillée LTIM' – les schémas à droite de l'image MEB montre la zone de l'éprouvette observée et l'encart rappelle la position des blocs LC et LTIM dans la plaque d'origine

La coupe polie sur éprouvette axisymétrique entaillée LC' (Figure 4.12.a) montre l'absence de cavités d'endommagement (cela a été vérifié jusqu'à fort grandissement) mais la présence de fissures secondaires. Nous remarquons également une propagation de fissure très « dentelée » avec des changements de direction marqués.

D'un autre côté, le chemin de fissuration sur l'éprouvette axisymétrique entaillée LTIM' (Figure 4.12.b) est beaucoup moins dentelé. La taille des segments est comprise entre 770 et 1250 µm ce qui est dans l'intervalle de la taille de grains du bloc LTIM'. Par rapport à l'éprouvette LC', aucune fissure secondaire n'est observée. Aucun endommagement sous le faciès n'a été observé également.

Nous avons souhaité réaliser une analyse EBSD proche du faciès de rupture pour observer le chemin emprunté par la fissure mais l'écrouissage important engendré par la forte densité de

macles n'a pas permis d'indexer cette zone. L'éprouvette NT4 du bloc LC' devait alors être expertisée en microscopie optique après attaque chimique. Cependant, si l'attaque au réactif de Kroll fonctionne pour révéler la microstructure initiale de l'alliage étudié, elle fonctionne généralement mal sur une microstructure déformée, telle que celle observée après essai. Nous sommes parvenus à obtenir des microstructures attaquées exploitables pour les éprouvettes NT4 LC'' et NT2 LTIM' (Figure 4.13.a et b respectivement).

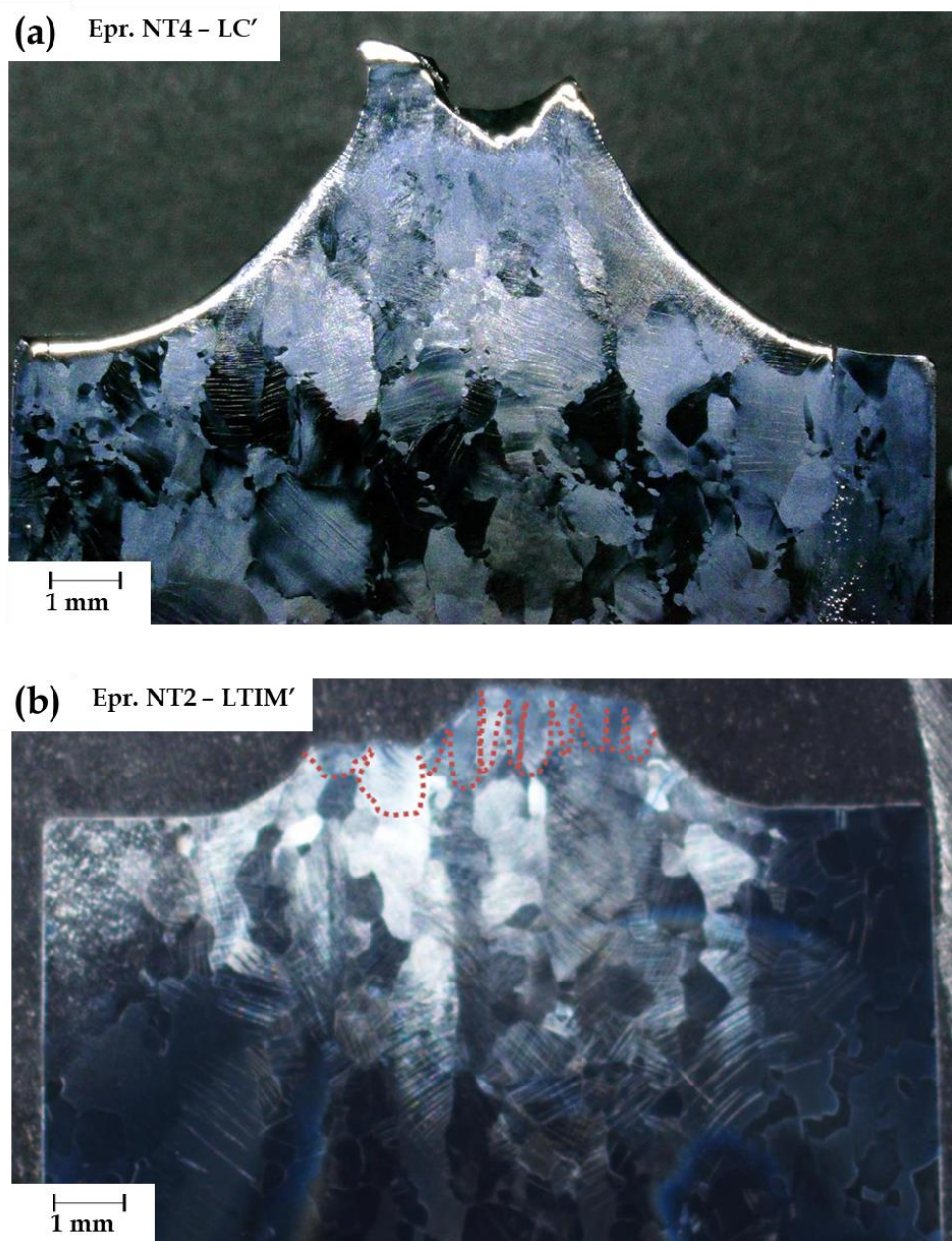


Figure 4.13 – Images à la loupe binoculaire de coupes polies attaquées d'éprouvettes axisymétriques entaillées (a) LC'' ; (b) LTIM', les pointillés rouges mettent en évidence les contours de grains proches du faciès de rupture quand cela est possible

La coupe polie de l'éprouvette LC' montre l'importante déformation de la zone proche de la rupture, qui apparaît blanchie. Comme mentionné précédemment, l'attaque ne permet pas ici de révéler correctement les joints de grains. La coupe polie attaquée de l'éprouvette LTIM', qui a mieux fonctionné, montre que chaque palier correspond à plusieurs grains (souvent un

groupe de deux ou trois grains). Cela fait écho au comportement propre de chaque grain observé par Lilensten *et al.* [Lil19]. Même s'il faudrait une analyse EBSD pour vérifier cette hypothèse, chaque palier peut correspondre à un groupe de grains présentant le même « comportement » (groupe de grains durs ou de grains mous) pour ce type de chargement.

Néanmoins, les segments de fissure sont généralement traversants et rectilignes, rendant la réalisation d'une rupture intergranulaire peu probable. Aucune fluctuation liée au passage des interfaces (joints de grains ou de macles par exemple) n'est clairement observée.

I.3. Évolution de la déformation : localisation et lien avec la rupture

I.3.a. Étude macroscopique des mécanismes de déformation

D'un point de vue macroscopique, une forte déformation des faces des éprouvettes lisses plates et cylindriques est observée. Un suivi par corrélation d'images numériques et par microscopie optique Keyence a été réalisé sur cinq éprouvettes lisses plates LC'. La déformation calculée en corrélation d'images numériques a été déterminée grâce au logiciel VIC 2D en utilisant la déformation ingénieur « e_{yy} »

La Figure 4.14 illustre la synchronisation du film en microscopie optique avec l'enregistrement de l'essai mécanique et l'analyse en corrélation d'images numériques pour une des éprouvettes testées. Il s'agit de l'éprouvette correspondant à l'essai E005, présenté dans le chapitre 3. Cette éprouvette mesure 1 mm d'épaisseur, ce qui explique les propriétés observées sur la courbe de traction (Figure 4.14.g). Cet essai a été choisi car c'est le seul pour lequel la rupture s'est produite dans la zone filmée au microscope Keyence, ce qui permet d'illustrer correctement le propos de cette partie. Néanmoins, les observations sont transposables aux autres éprouvettes LC'.

Le suivi au microscope Keyence n'a pas été menée sur les éprouvettes plates du bloc LTIM' par souci de priorisation lors de la campagne expérimentale réalisée sur ce bloc.

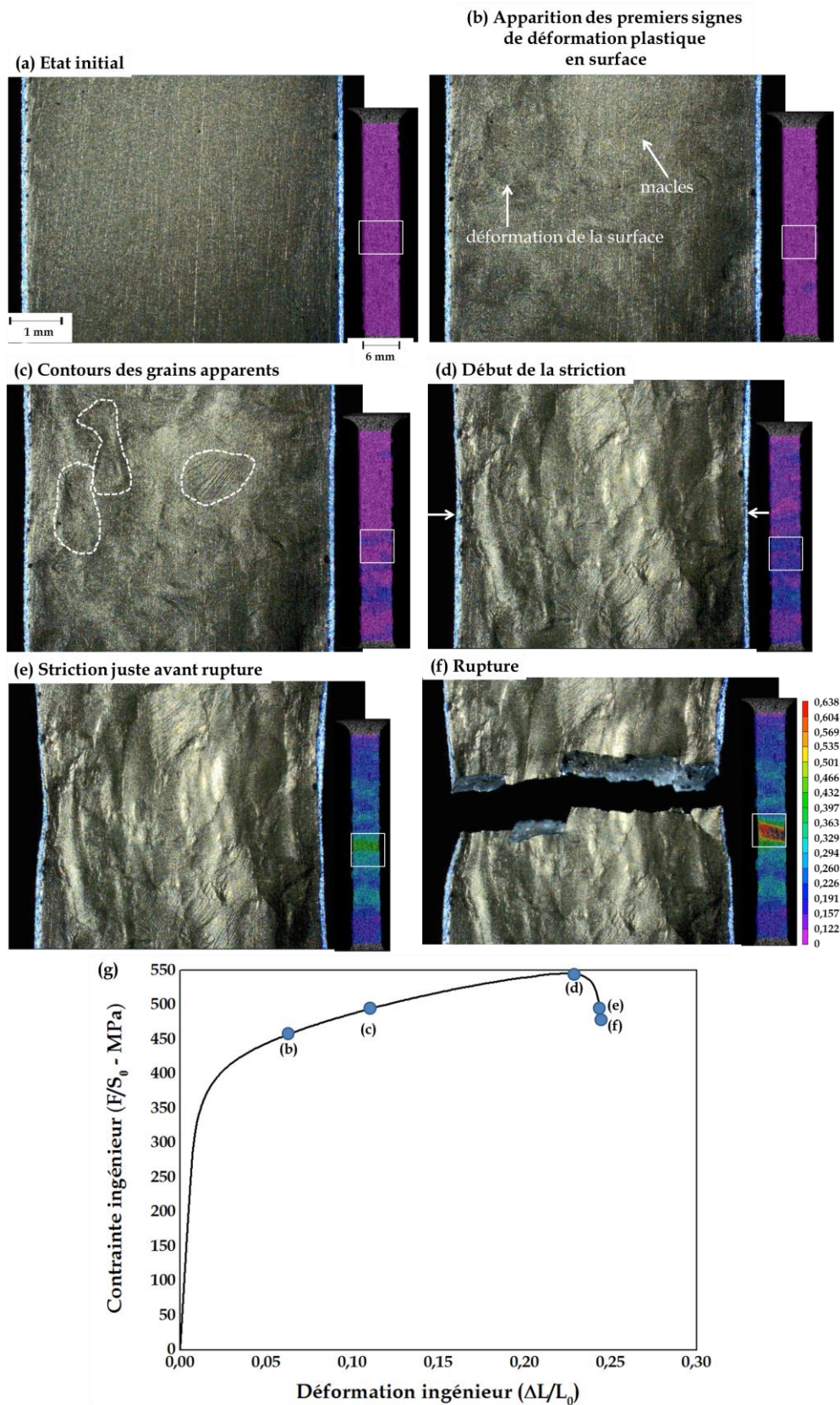


Figure 4.14 – Images en microscopie optique couplée à l'analyse en corrélation d'images numériques associée :

- (a) état initial au début de l'essai ;
- (b) apparition des premiers signes de plasticité localisée sur la face de l'éprouvette ;
- (c) les contours des grains se dessinent distinctement ; suite de la légende page suivante

- (d) début de la striction ; (e) striction juste avant rupture ;
- (f) rupture finale – les échelles de longueur pour les images optiques et la corrélation d’images numériques sont affichées sous la figure (a), l’échelle de déformation de la corrélation d’images numériques sur la figure (f) ;
- (g) courbe de traction de l’essai associée aux analyses optiques et par corrélation d’images numériques avec marquage des points correspondant aux images (b) à (f)

Nos observations se passent ici à la surface de l’éprouvette que ce soit en microscopie optique ou en corrélation d’images numériques. Malgré les effets de bords, nous pouvons d’ores et déjà corréler le positionnement sur la courbe de traction et les mécanismes de déformation déclenchés.

La Figure 4.14.b montre l’apparition des premiers signes de plasticité localisée visibles à cette échelle, à savoir quelques macles visibles et un début de déformation de la surface de l’éprouvette. Le taux de déformation macroscopique est alors de 6 %. Ce taux de déformation correspond au taux jusqu’auquel des différences sur les essais de traction sont observées mais aucune variation n’est observée sur le suivi par corrélation d’images numériques. Les phénomènes de plasticité (germination de macles, création de dislocations etc...), déclenchés jusqu’à ce taux de déformation-là, ne sont pas visibles à la surface de l’éprouvette à ce stade. Néanmoins les essais de traction interrompus (partie I.3.c), confirment la présence de macles dès 2 % de déformation. Les différences observées sur les courbes de traction jusqu’à ce taux de déformation proviennent donc probablement d’une localisation de la déformation au sein du matériau. La germination des macles est très intense aux petites déformations. C. Brozek [Bro17] reporte une microstructure maclée à 35 % (fraction surfacique) à 6 % de déformation sur un alliage de la même composition chimique nominale. Grâce à l’effet « Hall-Petch dynamique », l’écrouissage augmente fortement et est maximal sur cette portion de la courbe de traction (entre l’origine et le point (b) sur la Figure 4.14.g)

Pour des taux de déformation supérieurs à 10 %, les signes de plasticité localisée sont de plus en plus marqués (Figure 4.14.c) et la corrélation d’images numériques met en évidence l’apparition des premières zones de localisation de la déformation à l’échelle macroscopique. En reliant cela à la courbe de traction, cela correspond à la partie de l’essai où le matériau s’écrouit presque linéairement. À partir de 15 % de déformation, l’étude [Bro17] reporte une microstructure maclée à 60 %, et une stabilisation de la fraction surfacique de macles. Nous sommes donc en présence d’un matériau fortement maclé, avec une forte densité de dislocations qui se déforme alors, comme le suggèrent les macles et la plasticité très visibles sur la face de l’éprouvette.

À partir de l’apparition d’une striction, la face de l’éprouvette est extrêmement déformée et la corrélation d’images numériques met en évidence l’apparition d’une bande de localisation de la déformation (Figure 4.14.e) à 35° de l’axe de traction bien que la rupture se produise dans l’épaisseur selon un angle de 45° par rapport à l’axe de traction (Figure 4.14.f). Ce résultat important montre que **la rupture se produit dans un état de déformation plane**, comme observé pour les fractographies sur éprouvettes plates.

La combinaison essai de traction/microscopie optique/corrélation d’images numériques sur ce type d’alliage et l’étude de la déformation à un niveau macroscopique nous montrent tout l’intérêt d’étudier les mécanismes de déformation à de faibles taux de déformation (inférieurs à 5 %). En effet, la majorité de l’écrouissage du matériau se produit à des taux de déformation inférieurs à 6 %. L’absence de dissipation de la plasticité par les bords de l’éprouvette (absence de macles visibles sur les faces de l’éprouvette avant 6 % de déformation) montre que la

plasticité se localise au sein de l'éprouvette, par des mécanismes de déformation que nous allons maintenant présenter d'abord à rupture puis aux petites déformations.

I.3.b. Étude des éléments caractéristiques d'une microstructure de déformation à rupture

Une fois le comportement macroscopique évalué, la microstructure à rupture a été expertisée. Après avoir isolé par découpe la partie strictionnée et le faciès de rupture, la surface jusqu'à 5 mm sous le faciès de rupture, dans le plan LT, a été analysée. L'expertise métallographique et l'observation en microscopie optique ne donnent pas de résultat exploitable. En effet, comme expliqué dans la partie I.2.b, l'attaque au réactif de Kroll fonctionne généralement mal sur une microstructure déformée, telle que celle observée après essai. De plus, ce type d'observation ne permet pas beaucoup de conclusions sur la microstructure déformée étant donnée la complexité de la microstructure observée : les joints de grains sont confondus avec les bandes de déformation présentes en grande quantité.

Des analyses EBSD ont donc été menées sur la surface mentionnée précédemment, qui permettent de se rendre compte de la complexité de la microstructure à rupture (Figure 4.15)

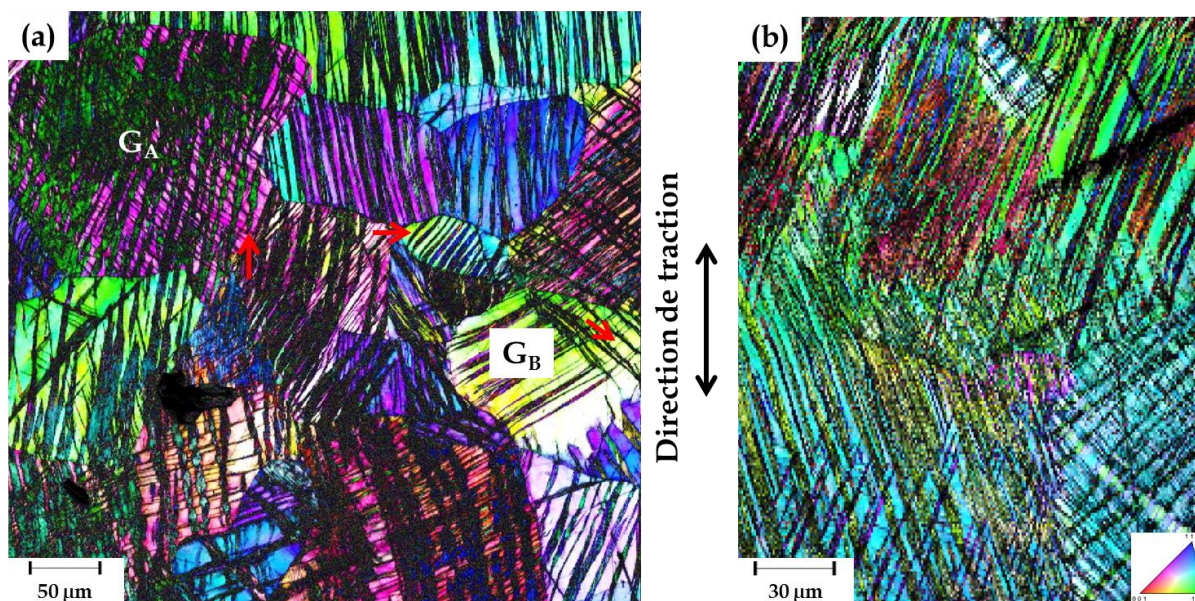


Figure 4.15 - Cartographies EBSD : figures de pôle inversée d'éprouvettes lisses plates du bloc LC'' : éprouvette correspondant aux essais identifiés (a) E013 et (b) E011

- les flèches rouges sur la figure (a) pointent différents types représentatifs de macles, la figure de pôle est orientée selon un axe parallèle au sens S de la plaque

Ces analyses mettent en évidence une densité extrêmement importante de macles. Elles peuvent être repérées notamment par leur faible taux d'indexation en analyse EBSD, comme la macle pointée dans le grain B (G_B) sur la Figure 4.15.a. La mauvaise indexation des macles ne nous permet pas de statuer clairement sur le système de maclage mais elle est le signe d'une importante déformation présente au sein des macles elles-mêmes.

Plusieurs « scénarios » de maclage peuvent être observés sur la Figure 4.15.a :

- Dans le grain A (G_A), les macles à droite du grain (de couleur verte, telles que celle pointée par la flèche rouge) se distinguent encore de la matrice (de couleur rose). Cependant, sur la partie gauche du grain, la matrice n'est plus distinguable et la « coalescence » des macles est en train de « former » un grain avec une nouvelle orientation ;
- Dans le grain B (G_B), nous pouvons remarquer de fines macles (telles que celle pointée par la flèche rouge), formées perpendiculairement à des réseaux de macles déjà formés. Ce sont deux variants de macles qui permettent d'accommoder la contrainte locale créée entre la matrice et une macle déjà formée.

Dans le cadre de notre étude, l'épaisseur des macles et la distance entre macles ont été mesurées. L'analyse EBSD n'a été réussie que pour deux éprouvettes de traction lisses plates du bloc LC'', du fait du fort taux de déformation à rupture. Les mesures présentées sont donc fortement affectées par un effet d'échantillonnage.

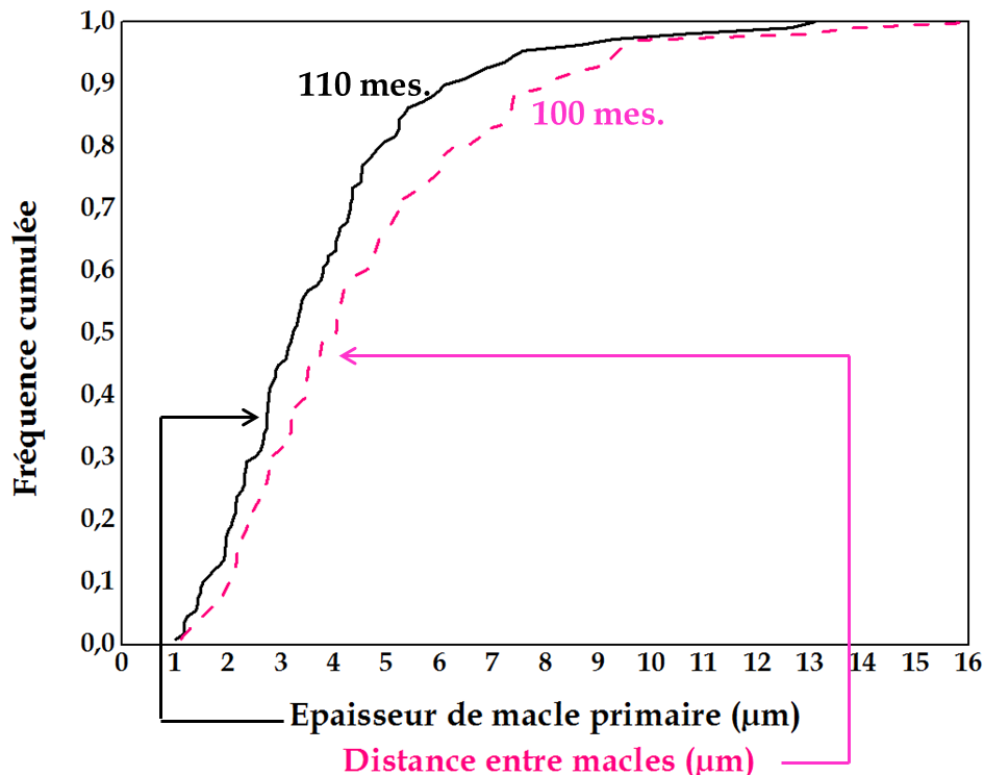


Figure 4.16 - Distribution de l'épaisseur de macles primaires et de la distance entre macles primaires en fréquence cumulée, pour deux éprouvettes lisses du bloc LC'' : éprouvette correspondant aux essais identifiés E011 et E013

Ces distributions proviennent d'un nombre limité de mesures car les plus petites macles, ainsi que les macles les plus rapprochées ne sont pas mesurables manuellement. Il faut donc se souvenir que les mesures affichées sur ces distributions sont surestimées. De plus, ces mesures dépendent de deux paramètres différents :

- la taille du grain dans lequel elle apparaît : un effet d'homothétie entre la taille des grains et l'épaisseur des macles a été constaté en comparant les microstructures déformées des études [Bro17] et [Dan19] avec la nôtre. Les épaisseurs de macles mesurées dépendent donc de la distribution de taille de grains dans l'échantillon étudié ;
- l'orientation du grain par rapport à la contrainte externe. Liliensten *et al.* [Lil19] ont montré que l'activation du maclage était prédictible par la valeur du facteur de Schmid associé à ce mécanisme, aux petites déformations. La distance entre macles varie donc en fonction de l'orientation du grain : la multiplication de macles sera favorisée dans un grain favorablement orienté ce qui réduira la distance entre macles.

Pour les éprouvettes du bloc LC'', la moitié des macles primaires à rupture ont une épaisseur de 3,2 μm au maximum. Cette épaisseur peut atteindre jusqu'à 13 μm pour une faible partie de la population étudiée. La moitié de la population de macles primaires étudiée est espacée de 4,1 μm au maximum, cet espacement pouvant aller jusqu'à 16 μm pour une faible partie de la population étudiée. Nous pouvons donc noter que les deux distributions présentent des évolutions similaires.

Cela traduit probablement la prépondérance du mécanisme de multiplication des macles par rapport à celui de l'épaississement des macles. En effet, le mécanisme d'épaississement aurait mené à une distance entre macles inférieure à leur épaisseur. Toutefois, la gamme de taille mise en évidence pour l'épaisseur des macles montrent qu'au stade finale de la rupture, certaines macles se sont épaissies ou ont éventuellement « coalescé », comme cela est illustré dans le grain A de la Figure 4.15.a.

L'étude de la microstructure à rupture reste néanmoins complexe et ne permet pas de comprendre les différences observées sur les courbes de traction aux petites déformations. C'est pourquoi il est nécessaire de réaliser des essais interrompus afin d'étudier l'évolution de la microstructure de déformation.

I.3.c. Étude du comportement plastique aux petites déformations

Deux essais interrompus ont été réalisés sur le bloc LTIM' à l'aide d'éprouvettes plates (d'épaisseur 2 mm). Ces essais ont été entièrement suivis par corrélation d'images numériques et interrompus l'un après 2 et l'autre après 5 % de déformation en déchargeant l'éprouvette jusqu'à force nulle. Ces essais ont été pilotés par extensométrie mécanique mais les courbes obtenues ne sont pas exploitables (glissement de l'extensomètre). La corrélation d'images numériques a permis de s'assurer que les essais ont bien été interrompus à 2 ou 5 % de déformation (Figure 4.17.c, d et e). Les courbes contraintes-déformation nominales obtenues grâce au suivi extensométrique optique sont présentées pour les essais réalisés dans le sens L (Figure 4.17.a). De la même manière que les courbes de la Figure 4.1 concernées, les courbes originales sont bruitées. Un lissage des courbes à 15 points pour l'essai à 2 % et à 30 points pour l'essai à 5 % a été réalisé avec le logiciel Origin.

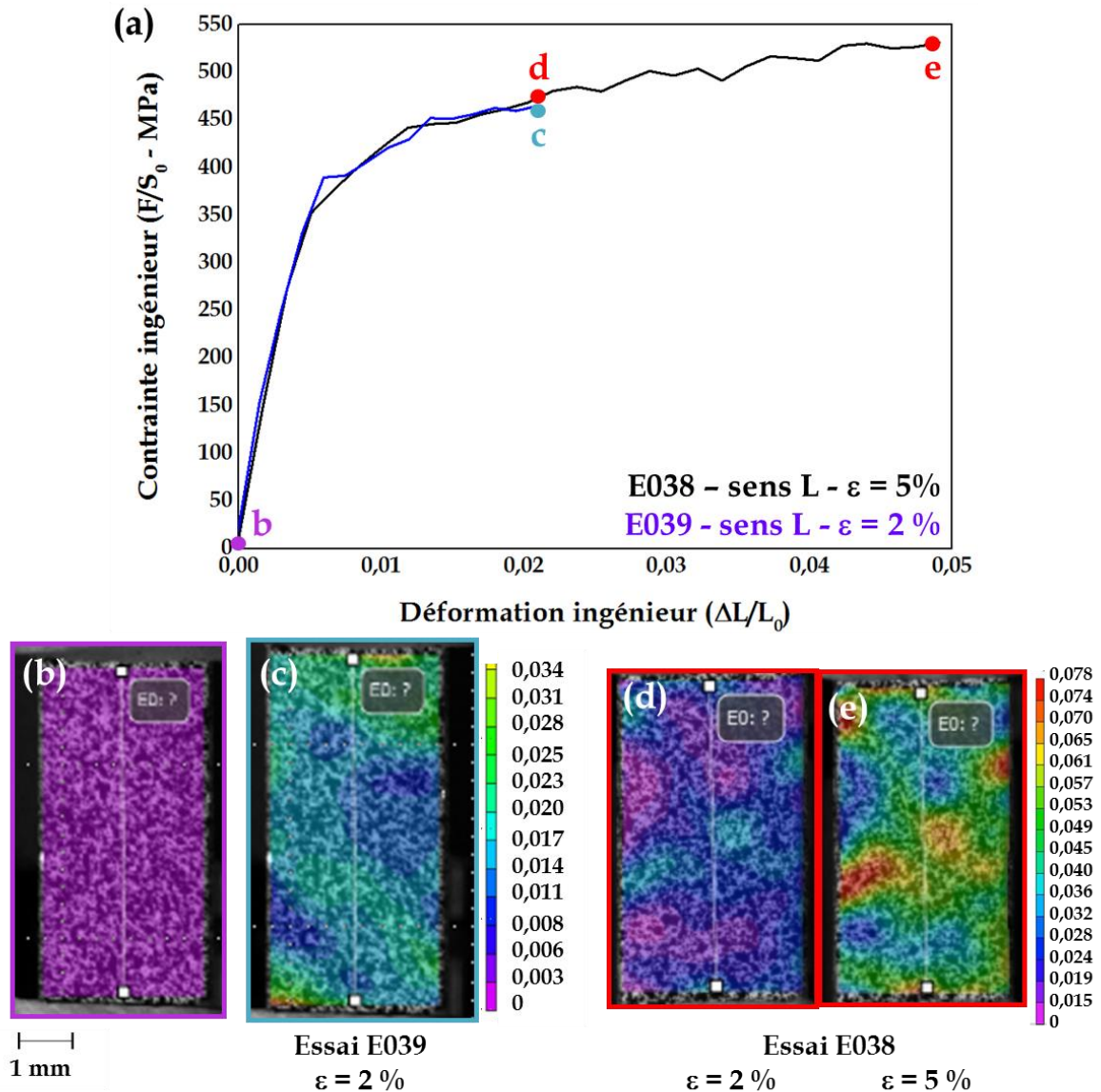


Figure 4.17- (a) Courbes contrainte - déformation nominale des essais de traction interrompus à 2 et 5 % de déformation sur des éprouvettes de traction lisses plates prélevées parallèlement au sens L ; (b) image initiale de la corrélation d'images numériques ; champs de déformation longitudinale locale calculés par corrélation d'images numériques à (c)(d) 2 % et (e) 5 %

La formation de ces zones de localisation se fait de façon nette à partir de 2 % de déformation. Cela correspond à la stabilisation de l'écrouissage sur les courbes de traction, qui devient alors quasiment linéaire.

Marteleur *et al.* [Mar12] observent sur un alliage TRIP/TWIP Ti-12Mo (% mass.) une baisse de l'écrouissage jusqu'à 5 % puis une augmentation de celui-ci jusqu'à 12,5 %. Dans notre cas, l'écrouissage global ne fait que diminuer au cours de l'essai. La corrélation d'images numériques permet de mettre en évidence des zones de localisation macroscopiques qui pourraient expliquer cette évolution de l'écrouissage.

La cartographie EBSD de l'éprouvette déformée à 2 % a été réalisée sur une zone où le champ de déformation local est uniforme (Figure 4.18).

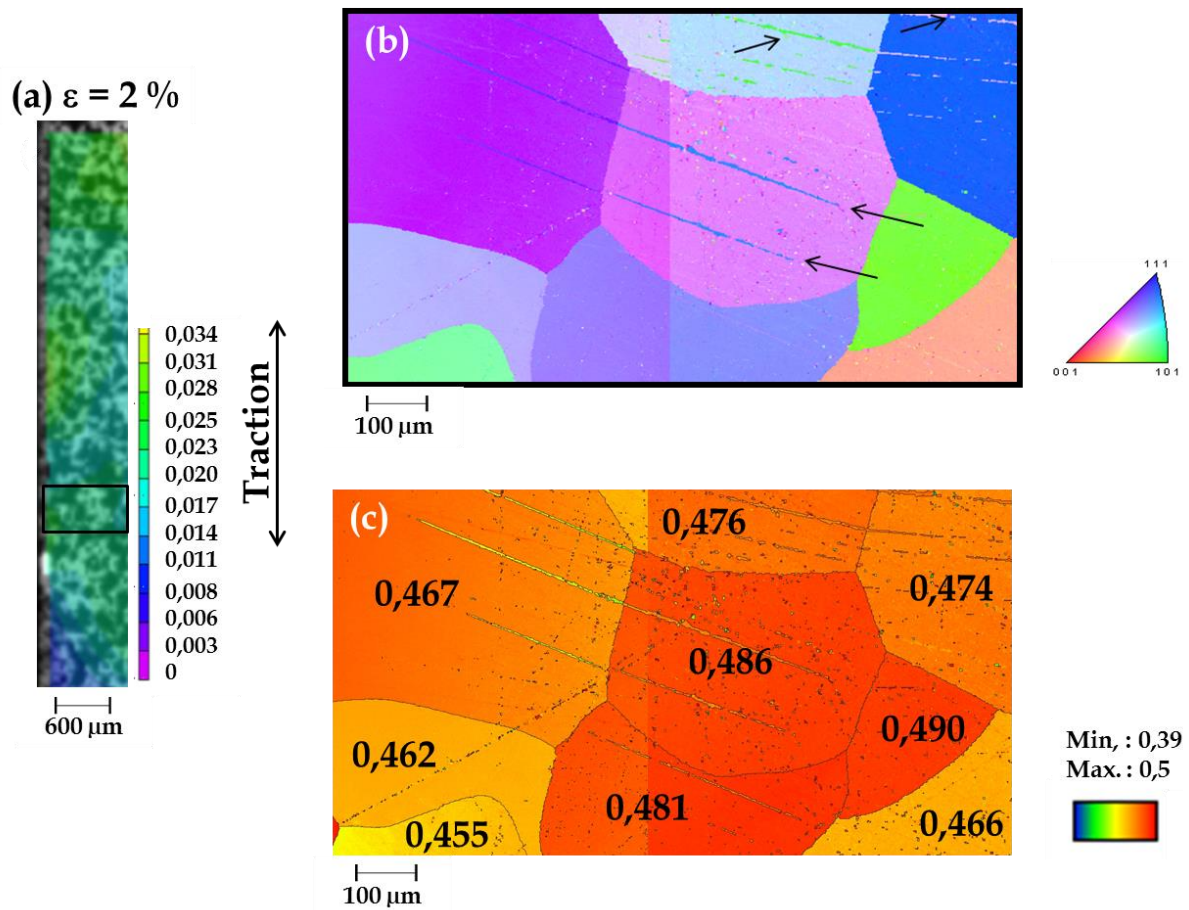


Figure 4.18 - Expertise d'une éprouvette lisse plate LTIM' déformée à 2 %
(essai identifié E039 sur la Figure 4.17) :

(a) Champ de déformation locale, le cadre noir montre la zone cartographiée en EBSD ;
Cartographies EBSD : (b) codage de l'orientation de la direction de traction selon une figure de pôle inverse, quelques macles sont pointées par des flèches noires; (c) cartographie des facteurs de Schmid pour le système de maillage $\{332\}\langle 11\bar{3}\rangle$, la valeur du facteur de Schmid est reportée dans chaque grain considéré

Nous pouvons noter la faible quantité de macles présentes, certains grains n'étant même pas maclés. Les joints de macles sont des joints de type $\Sigma 11$, caractéristiques du maillage $\{332\}\langle 11\bar{3}\rangle$. La microstructure étant peu déformée, nous avons calculé le facteur de Schmid pour ce système de maillage. Les valeurs sont reportées pour chaque grain sur la Figure 4.18.c.

Ce calcul montre que **pour un champ de déformation local uniforme** (Figure 4.18.a, encadré noir), **les grains présentent un facteur de Schmid associé au maillage assez similaire (au-dessus de 0,45)**, la variation entre les valeurs extrêmes pour le cas présenté étant de 8 %.

Nous pouvons également mentionner qu'à ce niveau de déformation, **les prédictions associées aux valeurs des facteurs de Schmid ne pilotent pas à elles seules le déclenchement du maillage**. En effet, le grain présentant un facteur de Schmid de 0,49, le plus favorable au maillage *a priori*, n'est pas maclé mais est de taille plus petite que ses voisins, présentent un facteur de Schmid plus faible et déjà maclés.

Nous réalisons également l'analyse EBSD de l'échantillon déformé à 5 % (Figure 4.19). La surface analysée en corrélation d'images numériques est trop importante pour être totalement

analysée en EBSD dans des temps raisonnables. Nous avons donc sélectionné pour l'échantillon déformé à 5 % une zone de 0,5 mm de largeur et prenant toute la longueur de l'échantillon analysé. Cette sélection permet d'englober à la fois des zones peu déformées et d'autres très déformées, ce qui permet une étude de tous les types de zones rencontrés. Les facteurs de Schmid associés au maillage $\{332\}\langle 11\bar{3}\rangle$ ont été calculés pour des grains situés dans des zones de déformations locales élevées (Figure 4.19.d et f), moyennes (Figure 4.19.e) et faibles (Figure 4.19.g).

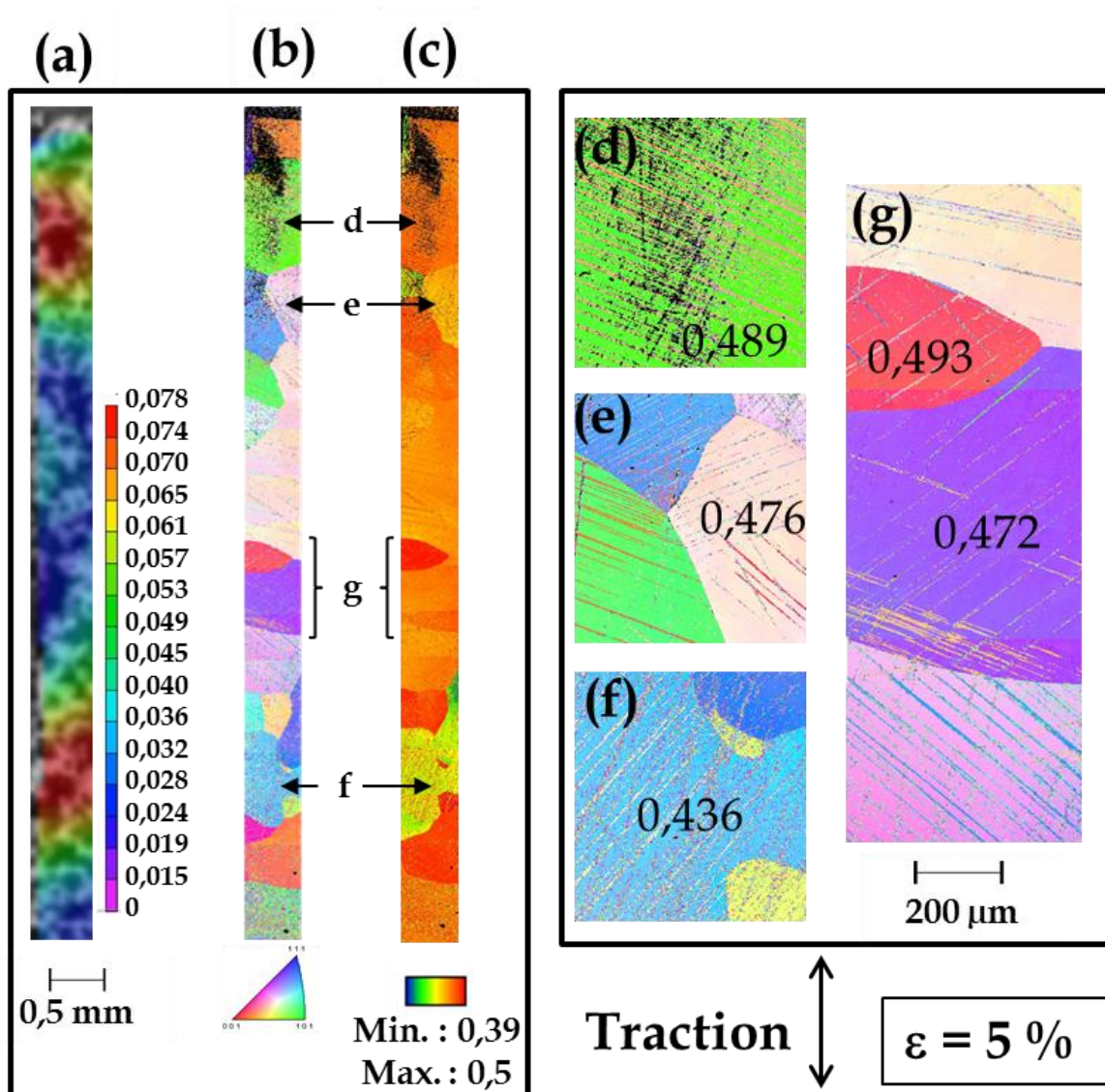


Figure 4.19 - Expertise d'une éprouvette lisse plate LTIM' déformée à 5 %
(essai identifié E038 sur la Figure 4.17) :

- (a) Champ de déformation locale ;
- Cartographies EBSD : (b) figure de pôle inversée ;
- (c) cartographie des facteurs de Schmid pour le système de maillage $\{332\}\langle 11\bar{3}\rangle$; figures de pôles inverse de zones de déformation locale
- (d)(f) élevée, (e) moyenne et (g) faible, repérées sur les figures b et c, la valeur du facteur de Schmid est reportée dans chaque grain considéré

Cette analyse enrichit les observations effectuées sur l'échantillon déformée à 2 % car elle englobe une large gamme de déformations locales. Les observations effectuées précédemment (Figure 4.18) sont confirmées :

- la densité de macles formées est plus importante qu'à 2 % de déformation ce qui confirme le mécanisme de multiplication des macles ;
- la Figure 4.19.g montre deux grains situés dans une zone faiblement déformée, donc les facteurs de Schmid relatifs au maclage sont proches (variation de 4 %).

Toutefois, **les valeurs du facteur de Schmid associé au maclage, quelle que soit la zone de déformation considérée, varient peu.** Les valeurs extrêmes sont d'ailleurs associées aux deux grains situés dans des zones de déformation locale élevée (Figure 4.19.d et f) (variation de 12 %). L'étude [Dan19] mentionne que l'apparition de macles dans un grain peut également être conditionnée par les contraintes locales imposées par les grains voisins.

Or, la Figure 4.19.c met en évidence des hétérogénéités locales de facteurs de Schmid. En effet, le grain (d) a comme proche voisin un petit grain au facteur de Schmid plus faible. A l'inverse, le grain (f) est entouré de deux voisins au facteur de Schmid plus élevé. En revanche, le groupe de grains (g) est entouré de grains avec des valeurs de facteur de Schmid similaires. Grâce à la corrélation d'images numériques, nous mettons en évidence que **l'environnement local d'un grain, et les incompatibilités mécaniques locales qui en découlent, engendrent les champs de déformation locale observés macroscopiquement.** Des résultats similaires ont été reportés dans l'étude [Dan19] pour d'autres compositions d'alliages TRIP/TWIP.

Nous avons donc mis en évidence sur la largeur de l'éprouvette des zones de localisation de la déformation grâce à la corrélation d'images numériques mais l'étude du comportement à rupture a montré que ce ne sont pas ces zones qui sont à l'origine de la rupture. Le suivi de l'essai par corrélation d'images numériques n'a pas été réalisé sur l'épaisseur de l'éprouvette mais les observations faites sur la largeur sont raisonnablement transposables. **Les incompatibilités locales de grains voisins entraînent la striction dans l'épaisseur**, observée en fractographie sur les éprouvettes plates **et mènent à la rupture.**

Nous avons souhaité mesurer la taille des macles formées afin de comparer avec la taille des macles à rupture. Toutes les macles ne mesurent pas plus d'un ou deux pixels d'épaisseur (le pas a été choisi afin d'obtenir des cartographies en un temps raisonnable). Nous pouvons donc simplement donner un ordre de grandeur de la taille de macles pour ces deux taux de déformation : l'épaisseur des macles mesure environ 8 à 20 μm .

Si ces mesures ne sont pas directement comparables avec celles effectuées à rupture dans la partie I.3.b sur le bloc LC'', à cause de l'épaississement éventuel des macles, elles restent néanmoins dans le même intervalle de mesure. En considérant la taille de grain équivalente entre les deux blocs LC'' et LTIM', nous supposons raisonnablement qu'**à partir de 2 % de déformation (dans notre cas), les macles primaires ne vont généralement plus s'épaissir.** Il reste toutefois impossible à ce niveau d'observation de savoir si les macles s'épaississent du moment de leur formation jusqu'à la taille observée à 2 % de déformation.

Cette première partie a montré qu'en fonction du bloc testé, et donc des étapes de traitements thermomécaniques, la limite d'élasticité conventionnelle et la résistance à la localisation étaient modifiées. Nous notons notamment une forte sensibilité à la triaxialité des contraintes lors de

la caractérisation du bloc LTIM', non observée pour le bloc LC'/LC''. Dans le cadre de cette étude nous n'avons pas cherché à corréliser les paramètres des traitements thermomécaniques avec l'évolution des propriétés et des mécanismes de rupture observée mais nos observations soulèvent l'importance de la maîtrise de l'historique thermomécanique afin d'obtenir les propriétés recherchées et leur reproductibilité.

L'étude des surfaces de rupture a mis en évidence de nombreux indices traduisant le rôle prépondérant de la plasticité dans les mécanismes de rupture. L'analyse quantitative a montré que la densité de sites de germination de cavités semble être le paramètre clé sur lequel reposent les mécanismes de rupture. Le chemin de propagation de fissure n'a pas pu être clairement identifié mais la possibilité d'une rupture intergranulaire a été exclue.

L'étude de la déformation, à rupture et à faible taux de déformation, a permis de mettre en évidence la phénoménologie du maclage dans l'alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn étudié. Le maclage, de type $\{332\}\langle 11\bar{3}\rangle$, est localisé notamment au niveau des joints de grains (Figure 4.18.b) aux faibles déformations (à partir de 2 %) puis tend à se multiplier au fur et à mesure que la déformation augmente (Figure 4.19.d-g) jusqu'à une densité extrêmement importante (Figure 4.15). **Des zones de localisation ont été mises en évidence** lors de l'étude de la rupture et de la déformation qui sont **vraisemblablement liées aux incompatibilités locales entre grains voisins et mènent à la rupture**

Ces observations soulèvent maintenant la question des mécanismes de fissuration mis en jeu. En effet, nous avons mis en lumière le rôle des groupes de grains sur la rupture mais les essais de traction et les expertises sur coupes polies ne permettent pas de statuer sur les conditions d'amorçage et sur le chemin emprunté par la fissure avant la rupture finale du matériau. Aussi s'agit-il maintenant de s'attarder sur les mécanismes de propagation de fissure.

II. Résistance à la fissuration quasi-statique

II.1. Résultats des essais J- Δa

II.1.a. Propriétés mécaniques

Après avoir dépouillé les courbes force-ouverture avec les paramètres déterminés grâce aux essais sur éprouvette axisymétrique entaillée (ces paramètres sont présentés en Annexe 7), nous comparons les courbes J- Δa (Figure 4.20). Les paramètres d'intérêt sont recensés dans le Tableau 4.6. Une valeur de ténacité K_{Jc} est estimée à partir de la formule (1) :

$$K_{Jc} = \sqrt{\frac{J_{0,2} \cdot E}{1 - \nu^2}} \quad (1)$$

avec $J_{0,2}$: valeur de l'intégrale J en kJ/m² pour $\Delta a = 0,2$ mm ; E : module d'Young en GPa et ν : coefficient de Poisson.

L'éprouvette du bloc LC'' est une CT12,5 et les éprouvettes du bloc LTIM' sont des CT10. La différence de géométrie peut avoir un effet sur les valeurs de $J_{0,2}$ et donc de K_{Jc} obtenues. Néanmoins, la détermination de ces paramètres nous permettra d'avoir un ordre de grandeur de la ténacité de l'alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn de notre étude. Deux directions de prélèvement ont été testées mais des essais de traction réalisés sur des éprouvettes prélevées parallèlement au

sens travers long (T) du bloc LTIM' ont montré l'absence d'effet significatif sur le comportement mécanique pour ce bloc.

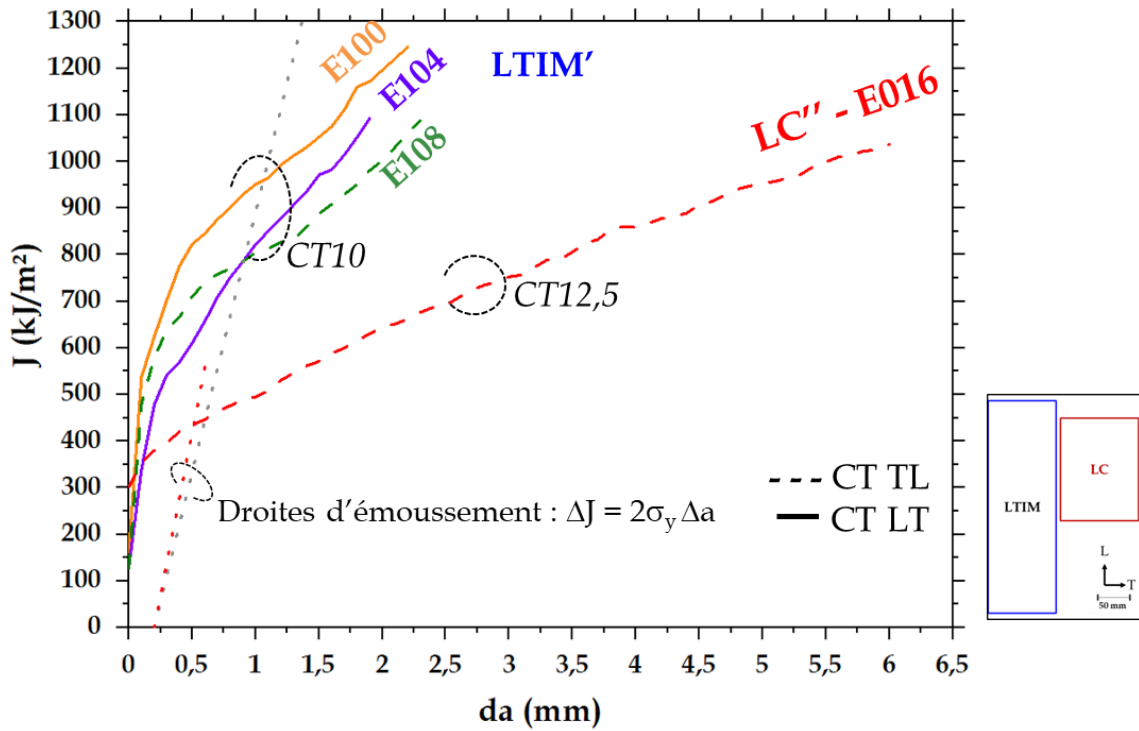


Figure 4.20- Courbes J - Δa d'essais de fissuration monotone sur éprouvette CT12,5 (LC' / LC'') ou CT10 (LTIM') prélevée parallèlement au sens L ou T du bloc - l'identifiant de chaque essai est rappelé sur chaque courbe et la position des blocs LC et LTIM dans l'encart

Tableau 4.6 – Paramètres d'intérêt issus des essais de fissuration sur CT12,5 (LC'/LC'') ou CT10 (LTIM') prélevée parallèlement au sens L ou T du bloc - les cases rouges indiquent que le bloc d'origine est LC'', les cases bleues LTIM'

Eprouvette	$J_{0,2}$ (kJ/m ²)	$K_{J_{0,2}}$ (MPa.m ^{0,5})	Module de déchirement (MPa)
E016 - LC'' TL	439	197	109
E108 - LTIM' TL	786	255	219
E100 - LTIM' LT	953	280	260
E104 - LTIM' LT	766	251	293

Eprouvette	a_0		a_f		Ecart théorie expérimental (valeur absolue en mm)	
	Expérimental	Théorique	Expérimental	Théorique		
E016 - LC'' TL	11,1	13,1	17,3	19,1	2	1,8
E108 - LTIM' TL	11,5	12,5	14	14,8	1	0,8
E100 - LTIM' LT	11,7	12,1	14,3	14,3	0,4	0
E104 - LTIM' LT	12,1	13	15,1	14,8	0,9	0,3

Ces valeurs, et l'estimation de la ténacité qui en résulte, permettent de mettre en évidence une haute valeur de ténacité. Nous mentionnons toutefois un écart important entre les longueurs théoriques et expérimentales de fissure pour l'éprouvette du bloc LC''.

Afin de mettre en perspective ces résultats avec les propriétés d'autres alliages de titane β , le Tableau 4.7 recense les valeurs de ténacité reportées dans la littérature et la variation observées par rapport au K_{JC} maximum de notre étude.

Tableau 4.7 – Valeurs de ténacité d’alliages de titane β et rapport de la ténacité sur la limite d’élasticité conventionnelle

Alliage (composition chimique nominale massique)	K_{IC} (MPa.m^{0,5}) <i>Taux d’évolution par rapport au K_{JC} max de notre étude</i>	$\frac{K_{JC}}{Rp_{0,2}}$ (m^{0,5})
β Ti-10V-2Fe-3Al (Ti 10-2-3) [Timet]	44 – 110 (- 61 à 84%)	0,040 – 0,114
β Ti-5Al-2Sn-4Mo-2Zr-4Cr (Ti17) [Timet]	29 – 72 (- 74 à 90 %)	0,025 – 0,065
β TWIP Ti-10,2Mo-6Zr-4,5Sn (Beta-III) [Rac74]	174 (- 38 %)	$Rp_{0,2}$ non reporté
β TRIP/TWIP Ti-8,5Cr-1,5Sn [Bro17]	145 (- 48 %)	0,270
β TRIP/TWIP Ti-8,5Cr-1,5Sn de notre étude	222 - 280	0,362 – 0,739

Cette comparaison avec d’autres alliages, notamment industrialisés comme le Ti 10-2-3 ou le Ti17, permet de mettre en lumière que **les valeurs de ténacité obtenues dans cette étude sont véritablement hors norme** par rapport aux alliages β non TRIP/TWIP.

De plus, pour replacer ces résultats dans une perspective d’industrialisation, nous pouvons considérer l’indice de performance de structure suivant : obtenir une taille de fissure maximale, sous régime plastique, avant ruine, qui se caractérise par une volonté de maximiser le rapport $\frac{K_{JC}}{Rp_{0,2}}$ [Par19]. Ce rapport est reporté dans le Tableau 4.7. A nouveau, nous mettons en évidence, l’amélioration nette apportée par l’alliage TRIP/TWIP Ti-8,5Cr-1,5Sn où ce rapport est 10 à 30 fois supérieur à celui des autres alliages β (étude [Bro17] et notre étude considérées).

Il est néanmoins important de remarquer que pour le bloc LTIM’, la variation entre les valeurs minimale et maximale est de 12 % pour $K_{J0,2}$, de 24 % pour $J_{0,2}$ et de 34% pour le module de déchirement. Ces variations sont comprises dans l’intervalle de dispersion usuellement observé dans cette étude.

Ces résultats nécessitent tout de même d’être confirmés. En effet, la validité de la méthode *keycurve* repose sur trois paramètres essentiels :

- La détermination correcte du module d’Young ;
- La forme droite et la connaissance précise de la position des fronts de fissure initiale et finale ;
- La détermination des paramètres de la loi de comportement.

Dans notre cas, le module d’Young varie de manière significative (au regard de la précision attendue pour le dépouillement *keycurve*), la loi de comportement nécessite d’être optimisée au vu de la variabilité des paramètres en fonction de l’éprouvette considérée et nous verrons dans la partie II.2.a que la forme du front de préfissuration n’est pas vraiment droite. Cela est susceptible d’expliquer la variabilité des résultats obtenus. Nous avons néanmoins choisi d’utiliser cette méthode de dépouillement car elle permet une bonne estimation de la ténacité de l’alliage étudié ainsi qu’une comparaison relative entre les essais mais il apparaît nécessaire d’améliorer la caractérisation de la résistance à la propagation de fissure pour ce type d’alliages.

Aux observations générales formulées précédemment, nous ajoutons que l'amorçage et la propagation de fissure requièrent plus d'énergie dans le cas du bloc LTIM', par rapport aux blocs LC'/LC''. L'augmentation de la valeur de $J_{0,2}$ entre le bloc LC'/LC'' et le bloc LTIM' concorde avec le durcissement observé sur le bloc LTIM' (aire sous la courbe plus faible donc valeur de J plus faible), sous réserve que l'amorçage se fasse pour les mêmes conditions. A nouveau, **nous mettons en évidence l'importance de l'historique thermomécanique sur les propriétés en ténacité observées**. Ce résultat est d'ores et déjà observé industriellement comme le montrent les gammes de valeurs de K_{IC} présentée pour le Ti 10-2-3 et le Ti-17 dans le Tableau 4.7, qui correspondent à plusieurs traitements thermomécaniques différents.

II.1.b. Phénoménologie de la fissuration lors de l'essai J- Δa

Chronologiquement, les essais sur les éprouvettes provenant des blocs LC' et LC'' ont été réalisés en premier. Lors de ces essais, des sons ont été entendus lors de la réalisation de tous les essais. Ces sons, que nous pourrions caractériser par des « clocs », n'ont pas été expertisés plus précisément lors de la campagne expérimentale sur les blocs LC' et LC''. En effet, nous avons d'abord vérifié que ces sons se produisaient lors de deux essais et nous n'avons pas jugé nécessaire de déployer un dispositif d'émission acoustique pour l'essai restant.

Néanmoins, nous avons utilisé ces observations pour mettre en place un suivi des essais par émission acoustique lors de la campagne expérimentale sur le bloc LTIM'. Le protocole du suivi par émission acoustique est décrit dans l'Annexe 8.

Grâce au suivi acoustique, nous pouvons superposer à la courbe force-temps d'essai, les événements qui ont lieu pendant l'essai (Figure 4.21). Un événement est un bruit qui est supérieur à un seuil prédéfini, ici celui du bruit ambiant généré lors de l'essai par les vibrations de la ligne d'amarrage. Le début de la propagation a été repéré sur la courbe en reportant le temps associé au point $J = J_{0,2}$.

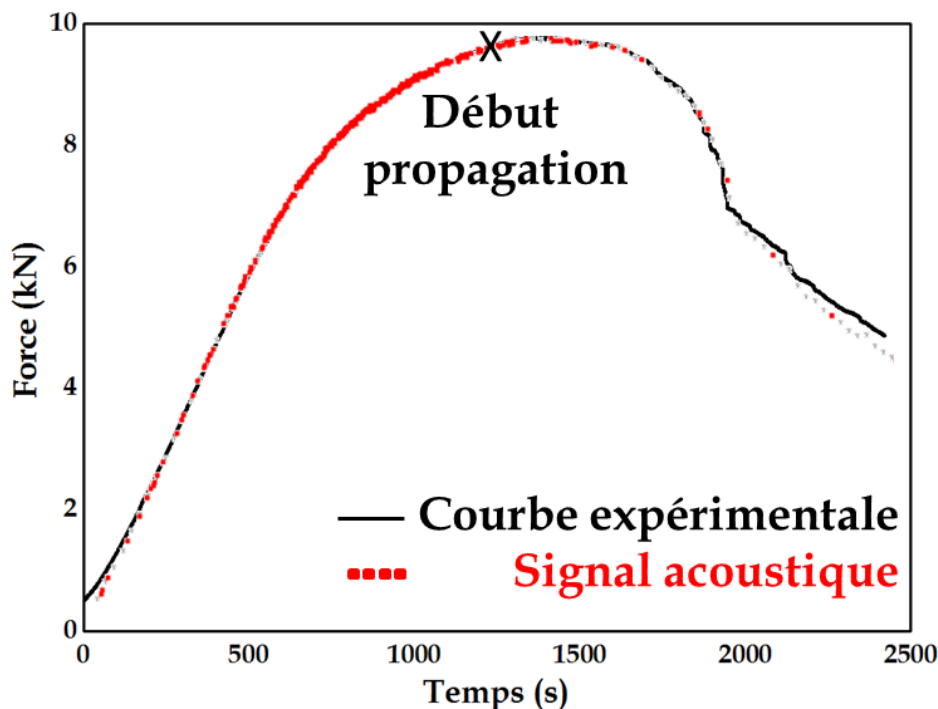


Figure 4.21 - Courbe force-temps de l'essai J- Δa E108 sur éprouvette TL du bloc LTIM' superposée avec le graphique des événements acoustiques

Le suivi acoustique permet de mettre en évidence que le bruit produit jusqu'au début de la propagation de fissure est constant. En revanche, une fois la propagation de fissure débutée, les bruits sont plus espacés dans le temps, ce qui fait écho aux sons entendus lors de la campagne sur les blocs LC' et LC''. Le nombre de bruits diminue lorsque la charge diminue. Il n'a cependant pas été possible de différencier les signatures acoustiques de la plasticité et de la rupture, sans doute du fait du caractère intrinsèquement bruyant du maillage.

Les observations effectuées lors de la campagne sur les blocs LC' et LC'' sont donc confirmées par le suivi acoustique sur le bloc LTIM'. Cela suggère **une propagation de fissure localement instable par à-coups**. Il est donc nécessaire d'étudier les surfaces de rupture pour voir comment cette propagation se traduit au niveau des mécanismes de rupture.

II.2. Mécanismes de propagation de fissure

II.2.a. Éléments caractéristiques de la rupture

Afin d'expliquer les observations formulées grâce aux essais J- Δa et d'avancer dans la compréhension des mécanismes de propagation de fissure, l'expertise des faciès de rupture des éprouvettes CT a été réalisée. Par souci de clarté, nous illustrerons les observations réalisées au MEB sur un seul faciès par bloc LC'' et LTIM', mais les conclusions formulées seront généralisables à toutes les éprouvettes du bloc considéré.

Les faciès de rupture des éprouvettes TL du bloc LC'' (essai référencé E106 sur la Figure 4.20) et du bloc LTIM' (essai référencé E108 sur la Figure 4.20) et certains éléments caractéristiques de chaque faciès sont présentés sur les Figure 4.22 et Figure 4.23.

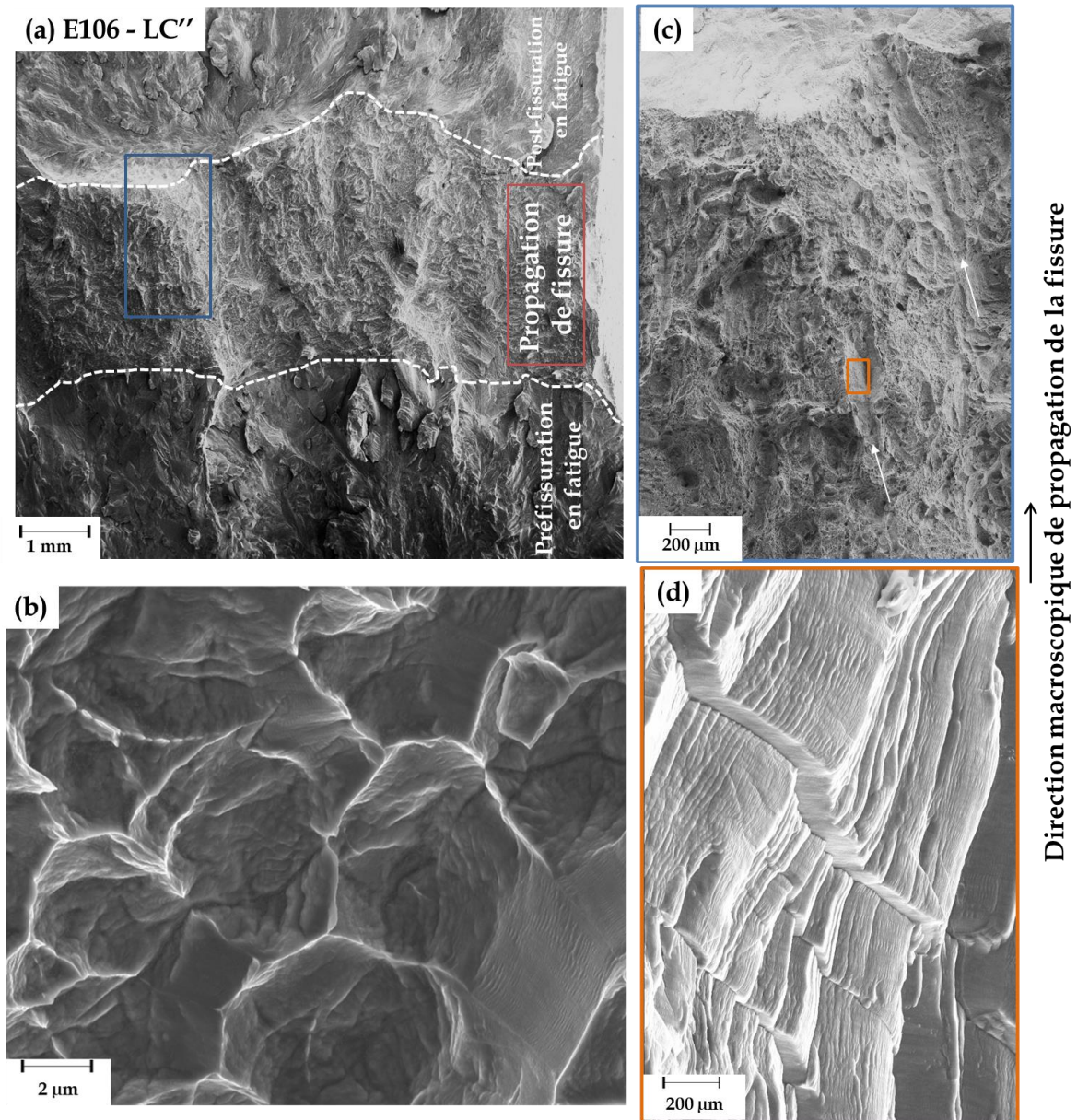


Figure 4.22 - Images MEB en électrons secondaire du faciès de rupture de l'éprouvette CT T-L LC'' (E106 sur la Figure 4.20) :

- (a) vue du faciès de rupture avec mise en évidence des différentes zones, la partie correspondant à l'essai J- Δa est encadrée en rouge,
- (b) morphologie représentative des cupules du faciès, partie « propagation de fissure », mettant en évidence la présence du polygone en fond de cupule,
- (c) zoom d'une partie du faciès (a) mettant en évidence la présence de zones d'alignements de cupules (flèches blanches) ; (d) marches de propagation présentes sur une paroi d'une zone d'alignement

L'observation à faible grossissement du faciès (Figure 4.22.a) permet de mettre en évidence l'importante rugosité liée à la propagation de fissure. Nous pouvons noter que le front de fissure s'est propagé de manière uniforme : les frontières de début de fin de la propagation de fissure sont relativement parallèles.

De manière qualitative, les cupules qui composent la majorité du faciès présentent d'importantes marques de plasticité sur leurs parois et également le polygone, déjà mis en évidence en traction quasi-statique, en leur fond (Figure 4.22.b). Nous pouvons également recenser des zones d'alignement (Figure 4.22.c) qui présentent sur leurs parois une morphologie particulière et singulière en marches (Figure 4.22.d). Ces marches sont perpendiculaires à la direction de propagation de la fissure. A l'inverse, les marques de plasticité visibles sur ces marches sont parallèles à la propagation de fissure.

Cette morphologie fait écho aux crêtes rectilignes parfois remarquées sur les faciès de rupture en traction quasi-statique. De plus, cela est peut-être associé aux sons (« clocs ») entendus lors de la réalisation des essais J- Δa sur le bloc LC'', mentionnés dans la partie II.1.b.

Le faciès des éprouvettes du bloc LTIM' présente une rugosité similaire (Figure 4.23.a) à celle des faciès des éprouvettes du bloc LC''.

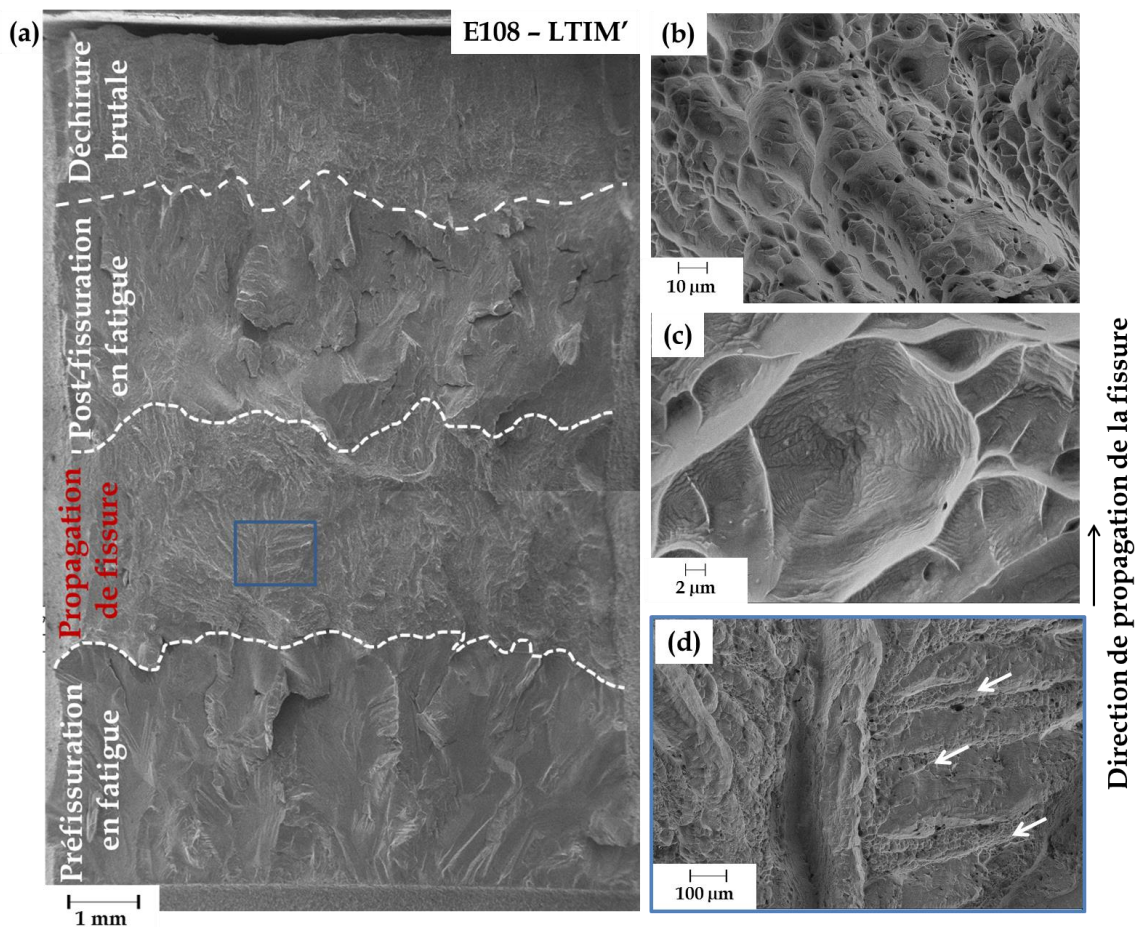


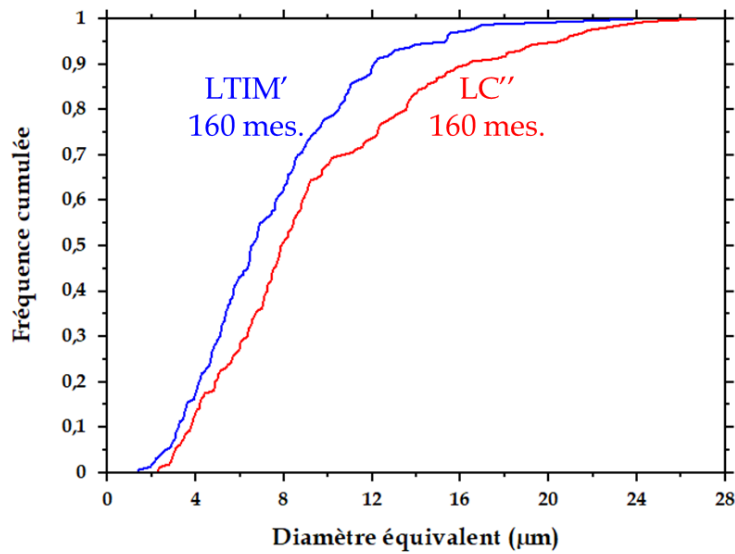
Figure 4.23- Images MEB en électrons secondaires du faciès de rupture de l'éprouvette CT T-L LTIM' (E108 sur la Figure 4.20) :

- (b) vue d'ensemble du faciès de rupture avec mise en évidence des différentes zones, en rouge la partie correspondant à l'essai J- Δa ,
- (b) morphologie représentative des cupules du faciès, partie « propagation de fissure »,
- (c) zoom sur une cupule, mettant en évidence la présence du polygone en fond de cupule,
- (d) zoom d'une partie du faciès (a) mettant en évidence la présence de zones d'alignements de cupules

Les cupules (Figure 4.23.b) ont une morphologie et des marques de plasticité sur leurs parois similaires à celles observées sur la Figure 4.22.b. Elles présentent également le polygone caractéristique en leur fond (Figure 4.23.c). Nous recensons également des zones d'alignements de cupules (Figure 4.23.d). Toutefois, les marches de plasticité observées sur les faciès des éprouvettes LC'' (Figure 4.22.d) n'ont été observées sur aucune éprouvette du bloc LTIM'. Néanmoins certains alignements sont espacés relativement régulièrement, pointés par des flèches blanches sur la Figure 4.23.d, qui font écho à la propagation par à-coups de la fissure mise en évidence par suivi acoustique dans la partie II.1.b.

Nous avons mesuré la taille des cupules hors alignements et dans les zones alignées pour les éprouvettes des blocs LC'' et LTIM' (Figure 4.24).

(a) Cupules hors zone d'alignement de cupules



(b) Alignement de cupules

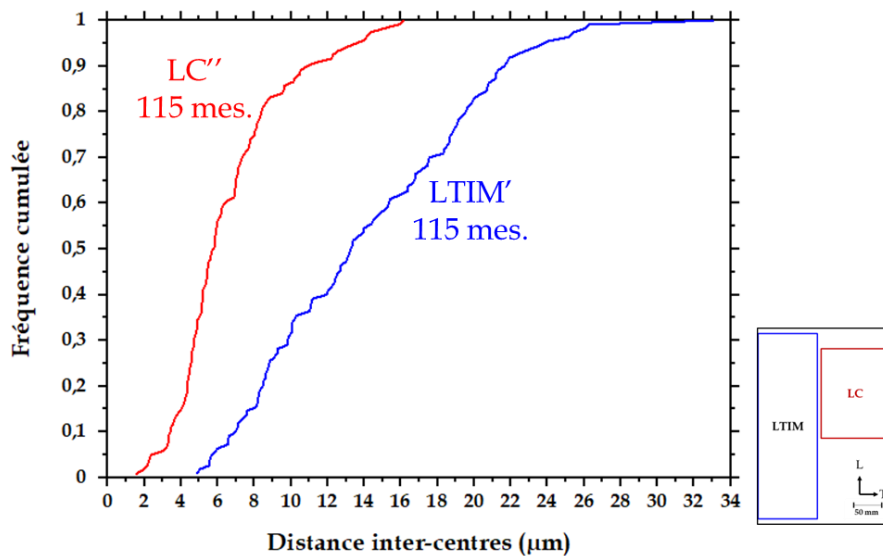


Figure 4.24 - Distribution de taille en fréquence cumulée des cupules (a) hors alignements, (b) dans les zones alignées, pour des éprouvettes CT12,5 du bloc LC'' et CT10 du bloc LTIM'- l'encart rappelle les positions des blocs LTIM et LC dans la plaque initiale

Ces distributions mettent en évidence que les cupules des faciès de rupture des éprouvettes LTIM' (50 % des cupules mesurent moins de 6,5 μm) sont plus petites que celles des éprouvettes LC'' (50 % des cupules mesurent moins de 7,8 μm , soit une augmentation de 20 %). A l'inverse, les centres des cupules alignées sont plus rapprochés pour les éprouvettes issues du bloc LC'' : 50 % des centres sont espacés de moins de 5,8 μm pour ce bloc contre 13,3 μm pour le bloc LTIM'.

Les valeurs de $K_{J_{0,2}}$ pour chaque bloc sont relativement proches. La densité des sites de germination de cavités, reliée à la taille des cupules, ne semble pas avoir d'effet sur ce paramètre, quelle que soit la zone considérée (cupules hors alignements ou dans des zones alignées).

A l'inverse les valeurs de $J_{0,2}$ et du module de déchirement augmentent du bloc LC'' au bloc LTIM'. Au vu des variations observées **l'amorçage et la propagation de fissure semblent majoritairement conditionnés par la densité de sites de germination de cavités dans les zones alignées**. Ces sites sont présents en plus grand nombre dans le bloc LC'' qui présente les valeurs de $J_{0,2}$ et de modules de déchirement les plus basses. Ce résultat est également appuyé par la présence en grand nombre des marches de plasticité sur les parois des zones d'alignements pour les éprouvettes LC'', phénomène beaucoup moins marqué sur les faciès de rupture des éprouvettes LTIM', qui traduit donc une plasticité moindre dans ce dernier cas. Il s'agit donc d'évaluer comment ce résultat se transcrit au niveau des mécanismes de déformation.

II.2.b. Éléments caractéristiques d'une microstructure de déformation lors de la propagation de fissure

A l'instar de toutes les analyses d'éprouvettes déformées à rupture, l'expertise microstructurale des éprouvettes CT rompues est complexe, à cause de la forte déformation de la microstructure. Dans le cadre de notre étude, nous avons mené une série d'expertises sur les éprouvettes LC'' et LTIM' mais les résultats obtenus n'ont pas été exploitables. Nous avons également à disposition les éprouvettes CT12,5 de l'étude [Bro17] sur la même composition d'alliage. Une de ces éprouvettes, T-L a été expertisée en réalisant une coupe polie attaquée (Figure 4.25.a) puis une analyse EBSD proche du faciès de rupture (Figure 4.25.b) qui ont été fructueuses et sont donc présentées ici.

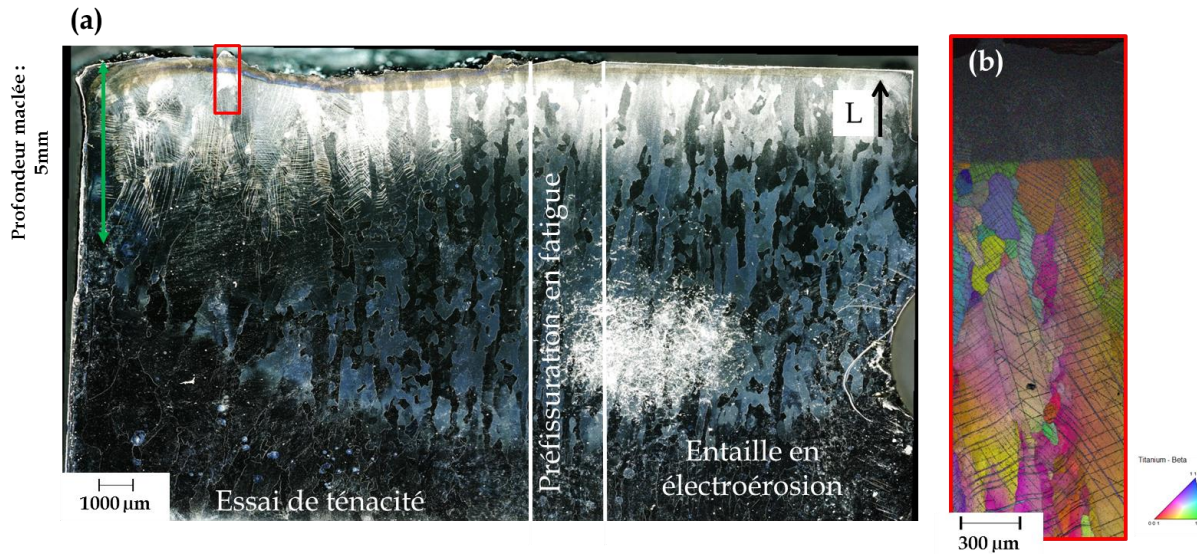


Figure 4.25 – (a) Coupe polie d’une éprouvette CT12,5 T-L issue de l’étude [Bro17] ; (b) cartographie EBSD, figure de pôles inverse superposée à l’indice de qualité des clichés de diffraction

La coupe polie met en évidence la présence de bandes de déformation sous-jacentes à la surface de rupture correspondant à l’essai lui-même. La préfissuration en fatigue n’induit pas de déformation plastique étendue de l’éprouvette. Nous remarquons que plus la fissure avance, plus la profondeur maclée augmente, jusqu’à atteindre 5 mm pour une moitié d’éprouvette. **C’est donc jusqu’à 40 % du volume sous le faciès de rupture qui est déformé.** Nous ne pouvons pas tirer plus d’informations à ce niveau d’observation.

L’analyse EBSD n’a pas pu être réalisée jusque sous le faciès en raison du fort taux de déformation qui ne permet pas une diffraction correcte de la zone concernée. Néanmoins, l’analyse a été réussie sur environ 2 mm sous le faciès de rupture. La profondeur analysée a été limitée pour avoir un temps de cartographie raisonnable.

A l’instar des observations réalisées en traction, une microstructure maclée est mise en évidence. Néanmoins, nous notons qualitativement que le maclage se fait en densité moins importante par rapport aux analyses faites en traction. La mesure de l’épaisseur des macles et de la distance entre macles a donc été réalisée pour statuer quantitativement sur cette affirmation. Les distributions présentées sur la Figure 4.26 sont à nuancer fortement au vu du nombre limité de mesures et au fort effet d’échantillonnage. Elles permettent de donner une tendance d’évolution.

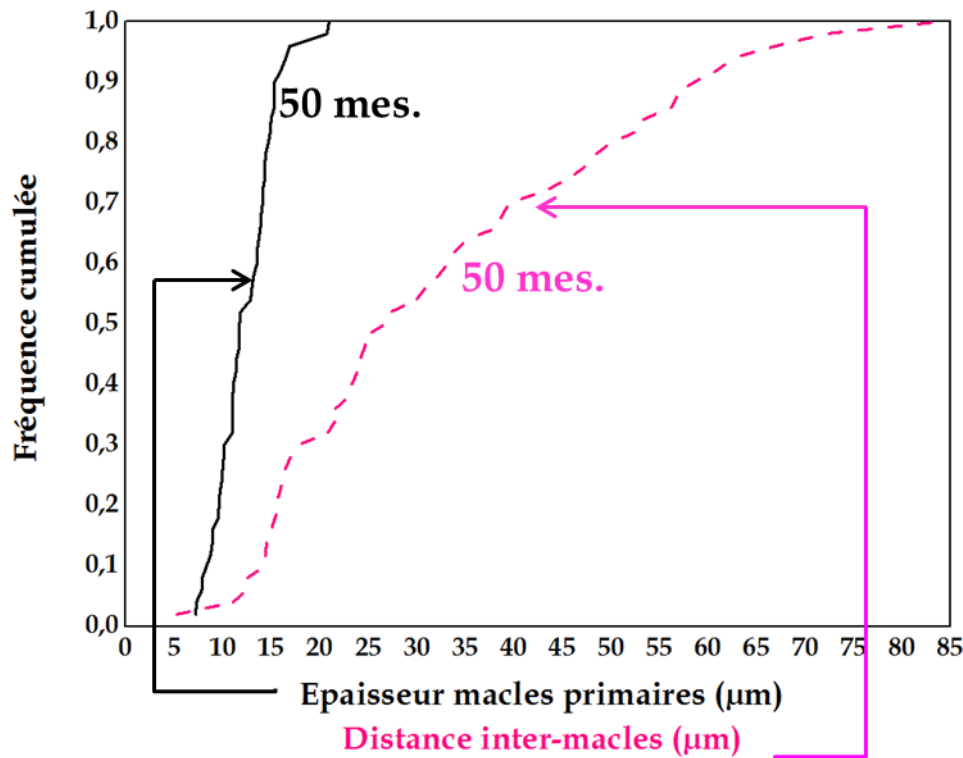


Figure 4.26 - Distribution de l'épaisseur de macles primaires et de la distance entre macles primaires en fréquence cumulée, pour l'éprouvette CT expertisée sur la Figure 4.25, issue de l'étude [Bro17]

Ces distributions montrent que la taille des macles est comprise entre 7 et 21 μm , ce qui est similaire à la taille recensée pour les macles observées en traction uniaxiale. La comparaison est valable étant donnée la taille de grain de l'éprouvette CT12,5 qui est de 750 μm en moyenne d'après les données de [Bro17]. Néanmoins, les macles sont plus espacées que sous sollicitation en traction. En effet, nous recensons un espacement pouvant aller jusqu'à 16 μm en traction alors que les macles sont espacées jusqu'à 83 μm pour un essai J- Δa . Plusieurs éléments peuvent expliquer cette différence. Tout d'abord C. Brozek [Bro17] met en évidence une forte texture de type fibre γ (Annexe 3) pour l'alliage considéré dans le cadre de son étude (malgré une composition chimique nominale similaire à celle étudiée ici). Le déclenchement du maclage peut donc être modifié à cause de cette texture. De plus dans le cas d'un essai J- Δa , le maximum de déformation en pointe de fissure est plus faible qu'en traction ce qui explique que nous observons moins de macles.

Dans cette seconde partie, nous nous sommes intéressés à la propagation de fissure sous sollicitation à vitesse quasi-statique. Une gamme de valeurs élevées de ténacité a été émise en lumière pour l'alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn étudié, en comparaison à d'autres alliages de titane β , notamment industrialisés. **Le calcul du rapport ténacité/limite d'élasticité conventionnelle suggère que l'alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn est un alliage tenace et donc un candidat prometteur pour des applications impliquant la résistance à la propagation de fissure.**

Néanmoins, d'un point de vue phénoménologique, **une propagation de fissure localement instable a été mise en évidence** puis expertisée par émission acoustique. Les observations faites lors de l'étude de la rupture ont permis de confirmer cette propagation par à-coups. **Ce phénomène est important dans la mesure où il rend délicates les analyses et les exploitations des propriétés de rupture des structures.**

A ce stade de notre étude, nous n'expliquons pas clairement ce type de propagation. Nous avons simplement mis en évidence, grâce à l'étude quantitative réalisée, que **la densité de sites de germination de cavités dans les zones alignées est corrélée aux conditions d'amorçage et de propagation de fissure**. Le maillage de type $\{332\}\langle 11\bar{3}\rangle$ est toujours identifié sous la surface de rupture mais aucune corrélation n'a pu être faite avec les éléments caractéristiques mesurés sur les surfaces de rupture.

Il s'agit maintenant d'évaluer dans quelles mesures le comportement identifié sous sollicitation quasi-statique varient lorsque la sollicitation est appliquée à grande vitesse de chargement.

III. Comportement sous chargement à grande vitesse

Nous avons vu dans le chapitre 3 que les mécanismes de rupture et de déformation semblent peu sensibles à la vitesse de déformation, du moins d'un point de vue phénoménologique. La faible quantité de matière disponible avec les blocs LC' et LC'' nous a conduit à ne comparer que l'effet de la vitesse de déformation mais pas l'effet du type de sollicitation. Afin de décorréler ces deux paramètres, nous avons choisi de réaliser, en plus des essais de résilience, des essais de traction à grande vitesse (TGV) sur des éprouvettes issues du bloc LTIM'.

III.1. Procédure expérimentale des essais de TGV

Six essais de TGV ont été réalisés sur le bloc LTIM'. Le type d'éprouvettes utilisé est présenté sur la Figure 4.27.b. La taille importante des têtes d'éprouvettes et leur perforation permet une fixation adéquate aux mors de la machine, limitant également les vibrations dues à la grande vitesse de déformation.

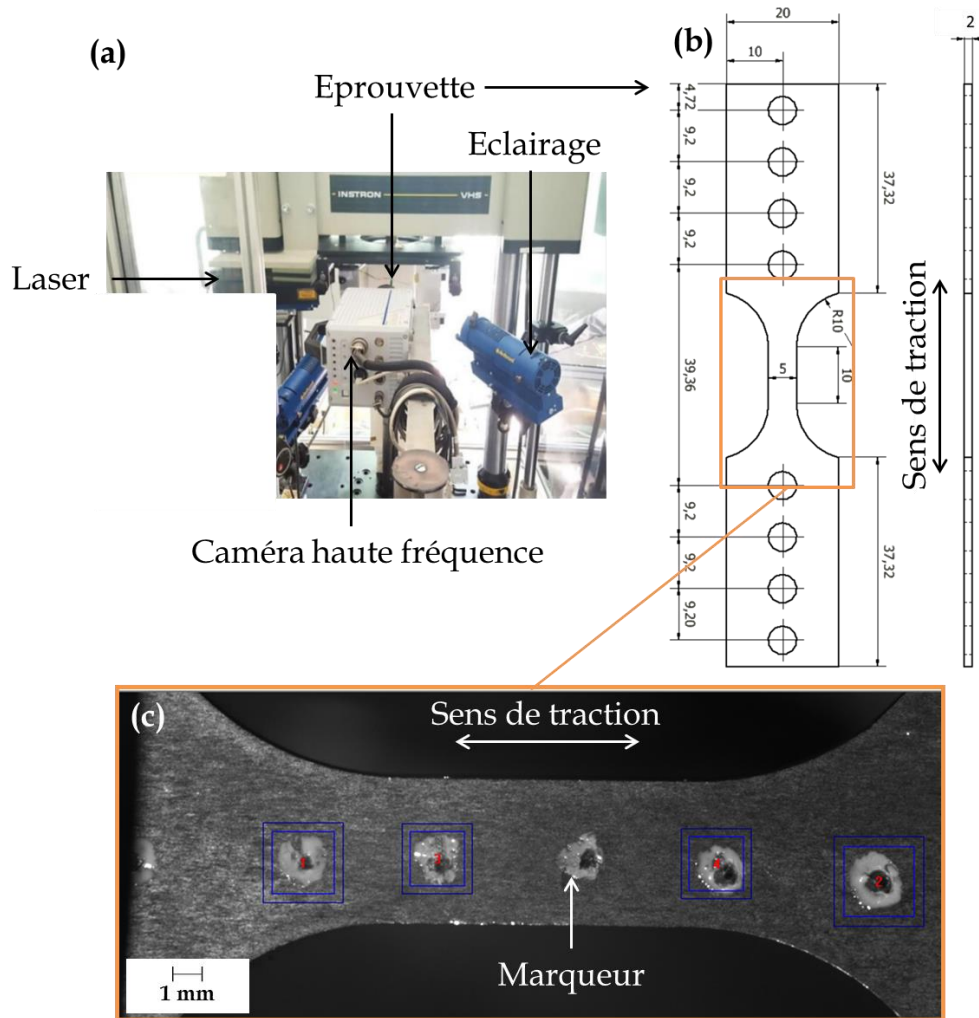


Figure 4.27 – (a) Montage expérimental des essais de TGV, d’après [Tio19] ;
(b) Dessin technique des éprouvettes de TGV utilisées ;
(c) Photographie de l’éprouvette TGV avec cinq marqueurs

Les éprouvettes ont subi le même historique de traitements thermomécaniques que les autres éprouvettes provenant du bloc LTIM' (I.2.a, chapitre 3). Après traitements thermiques, les éprouvettes sont polies et des marqueurs sont apposés sur une des faces (Figure 4.27.c), qui serviront de repères pour le suivi cinématique de l'essai.

Les essais de TGV ont été réalisés à quatre vitesses de déformation : 0,5 ; 1 ; 10 et 100 s⁻¹. La valeur de la consigne a été ajustée à chaque fois pour que ces vitesses soient effectivement atteintes. Les essais ont été réalisés sur une machine servo-hydraulique équipée d'une cellule de charge piézoélectrique de 40 kN et de deux cellules laser Fielder à effet Doppler pour la mesure de la déformation (Figure 4.27.a). La partie basse du dispositif TGV se compose d'un mors qui se lance progressivement et vient enserrer l'éprouvette à la volée lorsque la vitesse de déplacement désirée est atteinte. Les deux mors du dispositif sont équipés de jauges de contrainte. Une caméra haute fréquence Photron, modèle Fastcam SA1.1 est placée pour permettre un suivi optique de l'essai. Le nombre d'images par seconde est compris entre 2000 et 200 000 pour la gamme de vitesse étudiée.

La vitesse de déformation de 100 s^{-1} a été choisie pour notamment permettre la comparaison avec les essais de résilience, qui impliquent une gamme de vitesse allant de 10^2 à plus de 10^3 s^{-1} localement [Tan01]. Une vitesse supérieure à 100 s^{-1} pour les essais TGV n'était pas atteignable en raison des limitations imposées par la capacité de la machine d'essais. Néanmoins, cela permettra ainsi de statuer sur l'effet de la sollicitation à haute vitesse de déformation sur les mécanismes de rupture et de déformation.

Dans des gammes de vitesse élevées, un autoéchauffement de l'éprouvette est fortement probable. Nous avons souhaité effectuer un suivi par caméra thermique. Cependant la prise en main de la caméra thermique n'a pas été faite de façon optimale et seules des images avant et immédiatement après essai ont été réalisées. Elles ne seront pas présentées ici, faute d'exploitabilité correcte.

III.2. Propriétés mécaniques à vitesse de déformation élevée

III.2.a. En traction uniaxiale

L'instrumentation des essais TGV permet d'obtenir les courbes force-déplacement puis contrainte-déformation aux différentes vitesses de déformation testées (Figure 4.28). Le Tableau 4.8 recense également les valeurs des paramètres d'intérêt extraits de ces courbes.

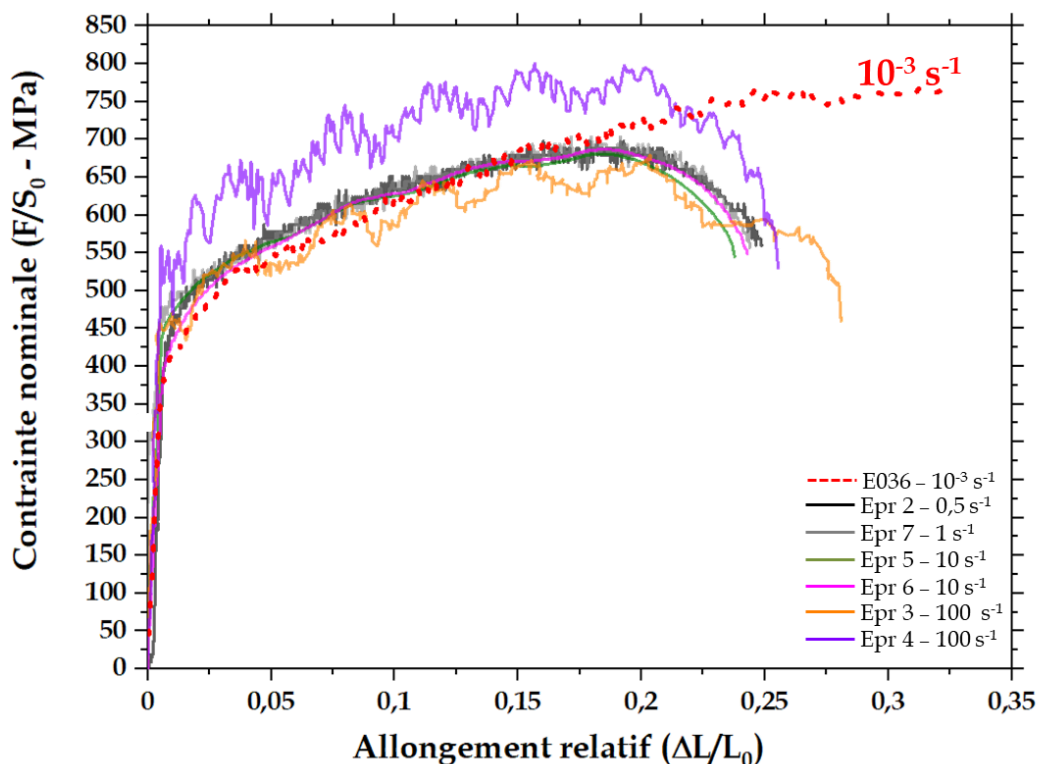


Figure 4.28 – Courbes contrainte – déformation ingénieur des essais de TGV réalisés sur le bloc LTIM' à température ambiante pour des vitesses de déformation de 0,5, 1, 10 et 100 s^{-1} , une courbe d'un des essais quasi-statiques réalisés aux mêmes températures est également affichée pour comparaison (courbe rouge)

Tableau 4.8 - Propriétés mécaniques extraites des courbes de traction de la Figure 4.28 et de la mesure directe sur éprouvette (réduction d'aire à rupture) – la variation de chaque propriété à grande vitesse de déformation par rapport à la valeur moyenne de cette propriété sous sollicitation quasi-statique est mentionnée entre parenthèses

Vitesse de déformation Identifiant essai	Rp_{0,2} (MPa)	Rm (MPa)	Rm-Rp_{0,2} (MPa)
Moyenne essais quasi-statique sens L, bloc LTIM'	387 (379 - 394)	788 (784 - 791)	401 (397 - 405)
0,5 s ⁻¹ – Epr. n° 2	510 (+ 32 %)	697 (- 12 %)	187 (- 53 %)
1 s ⁻¹ – Epr. n° 7	527 (+ 36 %)	703 (- 11 %)	176 (- 56 %)
10 s ⁻¹ – Epr. n° 5	525 (+ 36 %)	681 (- 14 %)	156 (- 61 %)
10 s ⁻¹ – Epr. n° 6	500 (+ 29 %)	687 (- 13 %)	187 (- 53 %)
100 s ⁻¹ – Epr. n° 3	530 (+ 37 %)	678 (-14 %)	148 (- 63 %)
100 s ⁻¹ – Epr. n° 4	625 (+61 %)	800 (+ 2%)	175 (- 56 %)
Vitesse de déformation Identifiant essai	Allongement homogène (%)	Allongement maximum à rupture (%)	Z (%)
Moyenne essais quasi-statique sens L, bloc LTIM'	31 (30 - 32)	37 (37 - 37)	51 (50 - 51)
0,5 s ⁻¹ – Epr. n° 2	18 (- 42 %)	24 (- 35 %)	61 (+ 20 %)
1 s ⁻¹ – Epr. n° 7	18 (- 42 %)	24 (- 35 %)	66 (+ 29 %)
10 s ⁻¹ – Epr. n° 5	17 (- 45 %)	23 (- 38 %)	62 (+ 22 %)
10 s ⁻¹ – Epr. n° 6	18 (- 42 %)	24 (- 35 %)	70 (+ 37 %)
100 s ⁻¹ – Epr. n° 3	19 (- 39 %)	28 (- 24 %)	51 (+ 0 %)
100 s ⁻¹ – Epr. n° 4	18 (- 42 %)	25 (- 32 %)	66 (+ 29 %)

Au fur et à mesure que la vitesse de déformation augmente, les courbes de traction brutes sont de plus en plus bruitées. Cela est dû à la propagation de l'onde de choc lors de l'essai. Les courbes brutes sont dépouillées par filtrage numérique grâce aux logiciels *Linda* et *Emilie* développés par Gérard Gary (LMS Polytechnique). Les informations relatives au fonctionnement de ces logiciels peuvent être trouvées dans la référence [Gary].

- **Essais réalisés entre 0,5 et 100 s⁻¹:**

Tous les essais jusqu'à une vitesse de déformation de 10 s⁻¹ se superposent convenablement : la variation des propriétés mécaniques avec l'augmentation de la vitesse est de 15 % maximum, ce qui est inférieur à la dispersion seuil définie dans le chapitre 3 (20 à 30 % selon les propriétés). Les essais réalisés à une vitesse de 100 s⁻¹ présentent une variation légèrement supérieure (18 à 29 % de variation entre les 2 essais à cette vitesse de déformation, selon la propriété considérée) mais toujours inférieure à la dispersion seuil définie dans le chapitre 3.

Nous concluons donc qu'à haute vitesse de déformation, il n'y a pas d'effet significatif de l'augmentation de vitesse sur les propriétés mécaniques.

- **Comparaison avec les essais quasi-statiques :**

Les conclusions du chapitre 3 et de la partie ci-avant ont montré une faible sensibilité globale à la vitesse de déformation, pour des gammes de vitesses données, quasi-statiques ou grandes vitesses. Il s'agit maintenant de comparer ces deux gammes de vitesses, pour un type de chargement identique. Le calcul des variations est reporté pour chaque essai dans le Tableau 4.8.

Lorsque la vitesse de sollicitation augmente d'une gamme de vitesses quasi-statiques à une gamme de grandes vitesses, nous notons un effet significatif de l'augmentation de la vitesse sur la limite d'élasticité et les allongements homogènes et à rupture. La variation de la résistance mécanique et de la réduction d'aire à rupture reste généralement dans l'intervalle de dispersion seuil, inférieures à 30 %.

La littérature [Add91] rapporte une augmentation de la limite d'élasticité pour les métaux cubiques centrés. L'augmentation de la limite d'élasticité observée est donc classique mais s'observe pour des ordres de grandeurs très différents (4 ou 5 ordres de grandeurs dans notre cas).

Afin d'expliquer la variation significative des allongements homogènes et à rupture, nous avons estimé la variation de température entre le début et la fin de l'essai, sous une hypothèse d'adiabaticité, au sein d'une éprouvette testée à 10 s^{-1} . Nous considérons donc les paramètres suivants :

- L'aire sous la courbe A, homogène à une énergie, donnée par la formule :

$$A = R_m \cdot \varepsilon_{rupture} = 164.10^6 \text{ J/m}^2 \quad (1)$$

Avec $\varepsilon_{rupture}$, l'allongement à rupture.

- La capacité calorifique de l'alliage, c_p , donnée par la formule :

$$c_p = \sum x_i \cdot c_{p,i} = 512 \text{ J/K/kg} \quad (2)$$

Avec x_i la fraction massique et $c_{p,i}$ la capacité calorifique de l'élément d'alliage i.

- La densité, nous approcherons le calcul en ne considérant que le titane : 4510 kg/m^3

Ainsi, la variation de température ΔT est donnée par la formule :

$$\Delta T = \frac{A}{\rho \cdot c_p} = 71 \text{ K} \quad (3)$$

Ce calcul permet de mettre en évidence une élévation de température d'environ 71 degrés pour une vitesse de déformation de 10 s^{-1} , que nous confirmons factuellement pour tous les essais car les éprouvettes étaient trop chaudes pour être retirées à la main immédiatement après essai. La diminution des allongements homogène et à rupture observée n'est

vraisemblablement liée à l'augmentation de vitesse qu'à travers cette élévation de température qui conduit à un adoucissement local du matériau.

En considérant la dispersion caractérisée dans le chapitre 3, nous ne pouvons ici conclure que sur **l'absence d'effet significatif de l'augmentation de la vitesse sur les propriétés mécaniques de l'alliage**, à l'exception de la limite d'élasticité qui augmente de manière classique.

L'effet de la vitesse a aussi été étudié pour un chargement différent, au travers de l'étude de la résistance aux chocs.

III.2.b. Résilience

Le protocole des essais de résilience a été présenté dans le chapitre 3. À température ambiante, deux éprouvettes L-T par bloc (LC', LTIM' et LTIM- ω) ont été testées. Les valeurs d'énergie absorbée mesurées (c'est-à-dire obtenues directement par lecture du cadran du mouton-pendule) et de résilience sont reportées dans le Tableau 4.9 et comparées avec celles recensées dans l'étude [Bro17]. À titre d'information les éprouvettes de résilience [Bro17] avaient été prélevées dans une tranche de 25,4 mm d'épaisseur d'un bloc laminé d'alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn, située au milieu du lingot initial, puis les ébauches d'une épaisseur de 12 mm avaient été traitées à 770 °C pendant 1 h suivi d'une trempe à l'eau afin de s'assurer de la microstructure monophasée β . L'étude [Bro17] rapporte une taille de grains de 750 μm et une morphologie allongée dans le sens du laminage. La comparaison se fera sur les valeurs de résilience pour la suite du manuscrit.

Tableau 4.9 - Valeurs d'énergie absorbée, de résilience et indication de rupture à température ambiante pour les éprouvettes normalisées provenant des blocs LC', LTIM', LTIM- ω et de l'étude [Bro17]

Bloc étudié (référence interne de l'éprouvette)	Energie absorbée (J) à 20 °C		Résilience (J.cm ⁻²) à 20 °C		Rupture complète (RC) ou incomplète (RI)
	Mesurée	Calculée	KCV _M	KCV _C	
LTIM' (4H)	189	196	236	245	RI
LTIM' (4B)	193	193	241		RI
LC' (1)	171	171	214		RI
LC' (2)	177	177	221		RI
LTIM- ω (1H)	23	/	29	/	RC
LTIM- ω (1B)	10	/	13	/	RC
Bro17* (TCS HTL 12 - 1)	147	/	184	/	RI
Bro17* (TCS HTL 12 - 2)	170	/	213	/	RI
Bro17* (TCS HTL 12 - 3)	148	/	185	/	RI

* Les essais de [Bro17] ont été réalisés par A2M Industries

Toutes les éprouvettes, à l'exception de celles provenant du bloc LTIM- ω , n'ont pas rompu totalement. Cela signifie que l'énergie absorbée à rupture est supérieure à l'énergie absorbée mesurée.

Les valeurs obtenues sont nettement supérieures aux valeurs de résilience connues sur les alliages de titane conventionnels. A titre d'exemple, une résilience comprise entre 29 et 51 J/cm² est recensée pour l'alliage β Ti-10V-2Fe-3Al (%mass.) et une résilience moyenne de 25 J/cm² pour l'alliage Ti-6Al-4V [Wel93]. **La résilience recensée sur l'alliage de notre étude constitue une augmentation de 320 à 880 % en comparaison aux valeurs de résilience du TA6V et du β Ti 10-2-3, respectivement.** Ces comparaisons mettent donc en évidence que l'alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn est un bon candidat pour toute application de structure nécessitant une résistance à l'impact.

Néanmoins, les valeurs de résilience reportées pour le bloc LTIM- ω nous montrent que **l'historique thermomécanique de l'alliage peut réduire drastiquement la résistance à l'impact.**

Ces résultats sont enrichis dans le cas de notre étude par l'instrumentation de l'essai qui permet l'évaluation des contributions respectives de l'amorçage et de la propagation de fissure à l'énergie absorbée.

III.2.c. Contributions respectives de l'amorçage et de la propagation de fissure à l'énergie absorbée

Dans le chapitre 2, nous avons présenté les résultats obtenus dans l'étude [Bro17] relatifs à la détermination de seuils de fissuration et de perforation à l'issue d'essais balistiques sur une tôle d'alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn. Le seuil de fissuration avait été déterminé à 288 m.s⁻¹ et le seuil de perforation à 325 m.s⁻¹. La masse du projectile étant de 2,67 g, cela correspond à des énergies de fissuration de 110 J et de perforation de 141 J, ce qui est du même ordre de grandeur que l'énergie absorbée lors de l'essai de résilience. Ces premières observations nous amènent donc à conclure qu'à haute vitesse de sollicitation, il faut une quantité d'énergie importante pour amorcer la fissure dans le matériau, ce qui explique l'apparition de fissures dans la tôle uniquement pour des vitesses de projectile élevées. Ensuite, une fois cette énergie dépensée à amorcer la fissure, celle-ci se propage relativement facilement, d'où le faible écart de vitesse et donc d'énergie entre les seuils de fissuration et de perforation (31 J).

Toutefois, ces données restent propres à l'essai balistique, très spécifique, et ne sont pas quantifiables autrement que grâce aux valeurs de vitesses d'impact du projectile. Aussi nous avons étudié la contribution de l'amorçage et de la propagation de fissure par l'intermédiaire d'essais Charpy instrumentés.

La Figure 4.29 regroupe les courbes instrumentées des quatre essais réalisés à température ambiante sur les blocs LC' et LTIM'. Les courbes instrumentées des essais réalisés sur éprouvette issues du bloc LTIM- ω ne présentent pas de phase d'amorçage et de propagation bien définies, elles n'ont donc pas été dépouillées plus en détail.

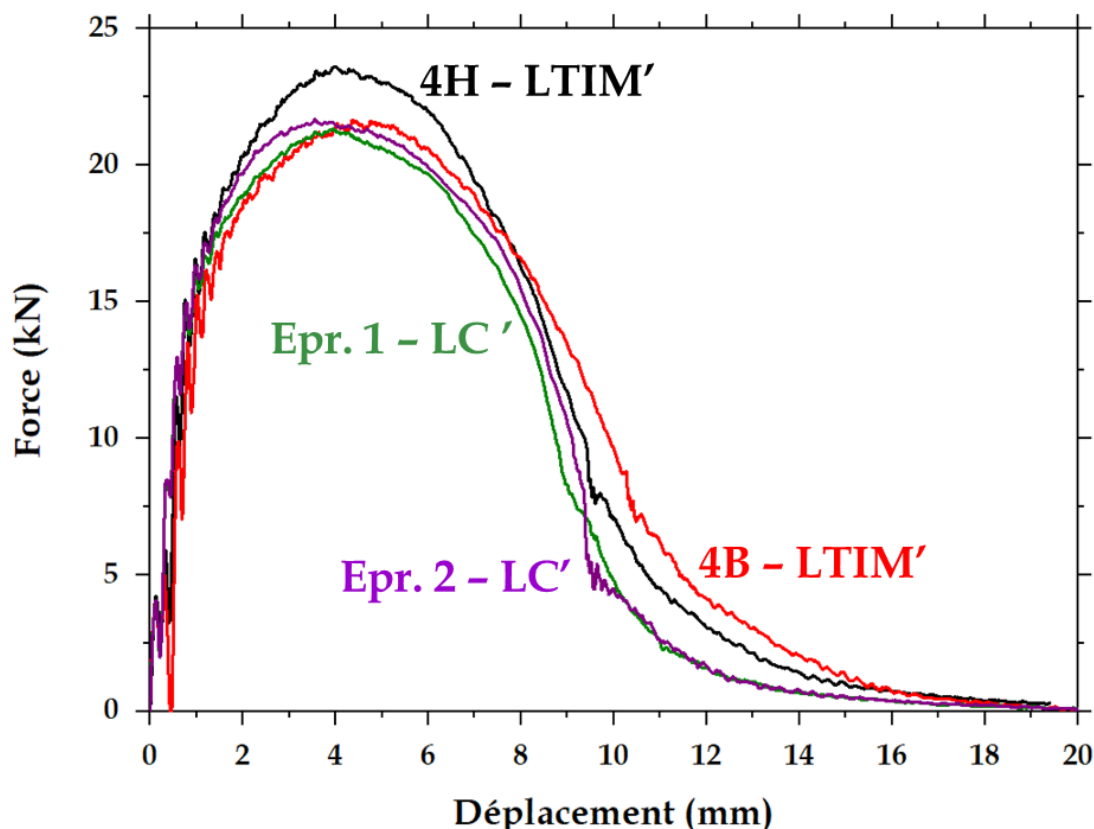


Figure 4.29 – Courbes instrumentées force-déplacement des essais de résilience réalisés sur des éprouvettes L-T issues des blocs LTIM' et LC'

Les valeurs d'énergie absorbées calculées ont été déterminées grâce à l'aire totale sous la courbe pour chaque essai et sont reportées dans le Tableau 4.9. Les éprouvettes issues du bloc LTIM' ont une résilience supérieure à celles issues du bloc LC'' or, à l'exception de l'essai sur l'éprouvette référencée 4H, toutes les courbes instrumentées se superposent quel que soit le bloc considéré. Cette différence provient probablement du fait que la courbe liée à l'éprouvette 4H se définit sur une plus grande plage de déplacement.

Les énergies correspondant à l'amorçage et à la propagation de fissure ont été déterminées et sont reportées dans le Tableau 4.10.

Tableau 4.10 – Valeurs des énergies liées à l'amorçage et à la propagation de fissure pour les essais de résilience réalisés sur des éprouvettes issues des blocs LTIM' et LC'

Bloc étudié (référence interne de l'éprouvette)	Energie absorbée (J) à 20 °C	
	Amorçage	Propagation
LTIM' (4H)	71	125
LTIM' (4B)	73	120
LC'' (1)	65	106
LC'' (2)	60	117

Quel que soit le bloc considéré, la contribution de l'amorçage à l'énergie absorbée est de 34 à 38 % et celle de la propagation est de 62 à 66 %.

Nous montrons donc que pour ce chargement, **la contribution de la propagation à l'énergie absorbée est prépondérante par rapport à celle de l'amorçage**. Cela constitue un résultat important dont nous ne disposions pas avant cette étude sur cet alliage, et même sur cette famille d'alliages à notre connaissance. Il apparaît important de noter que l'étude [Bro17] reporte la conclusion inverse dans le cas d'essais balistiques. Cela ne constitue pas une contradiction car les contributions respectives de l'amorçage et de la rupture ne sont pas des propriétés intrinsèques au matériau mais dépendent du type de chargement.

L'étude des faciès de rupture va donc consister à rechercher les éléments qui expliquent cette contribution plus importante de la propagation à l'énergie absorbée

III.3. Physique de la rupture

III.3.a. Effet de la vitesse de sollicitation sur les mécanismes de rupture

Dans cette partie, nous comparons les essais de traction uniaxiale à vitesse quasi-statique du bloc LTIM' et les essais de TGV (LTIM').

Pour cela les faciès de rupture des éprouvettes testées sont expertisés suivant la méthode détaillée dans le chapitre 3.

D'un point de vue qualitatif, dans les deux cas les éléments caractéristiques de la rupture sont observés, à savoir une rupture ductile à cupules, quelques macroplans (Figure 4.30.a) et des alignements de cupules (Figure 4.30.a et b). Les crêtes de plasticité sont moins visibles sur les parois des cupules et aucune crête à la forme « rectiligne » (Figure 4.10.b) n'a été observée lors des observations MEB sur les éprouvettes TGV.

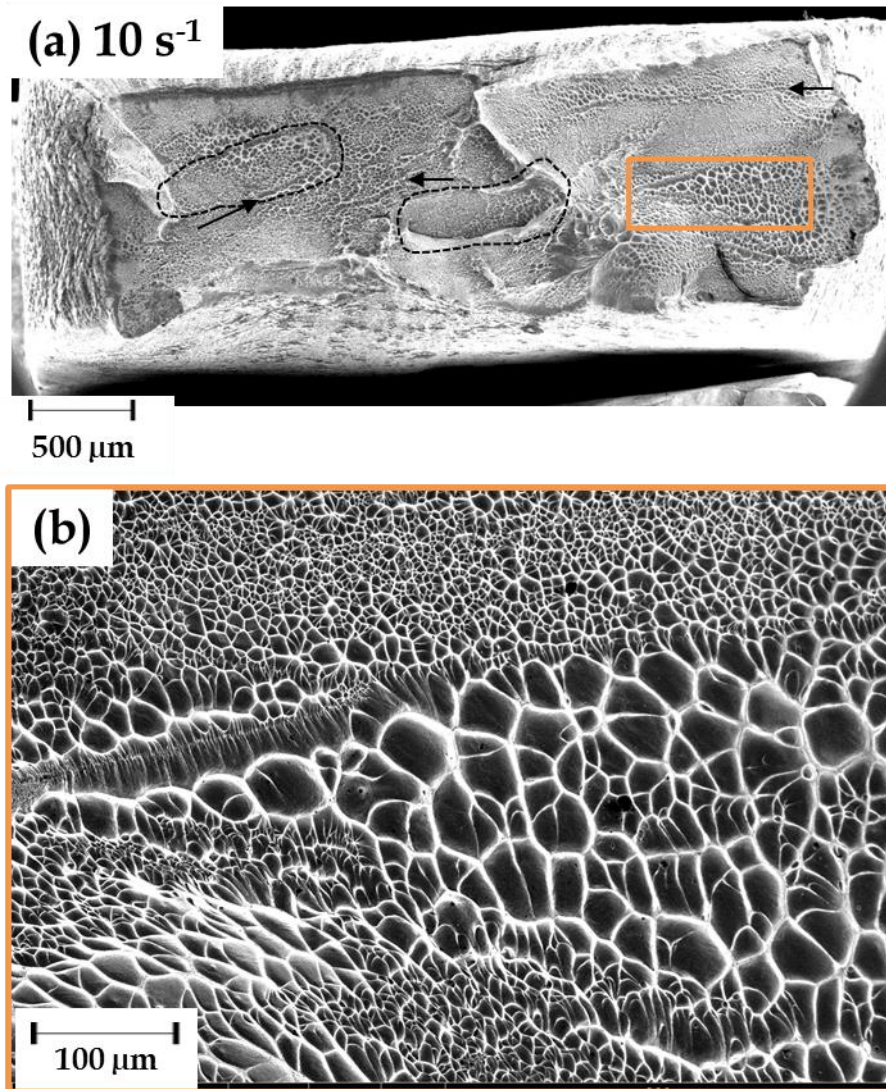
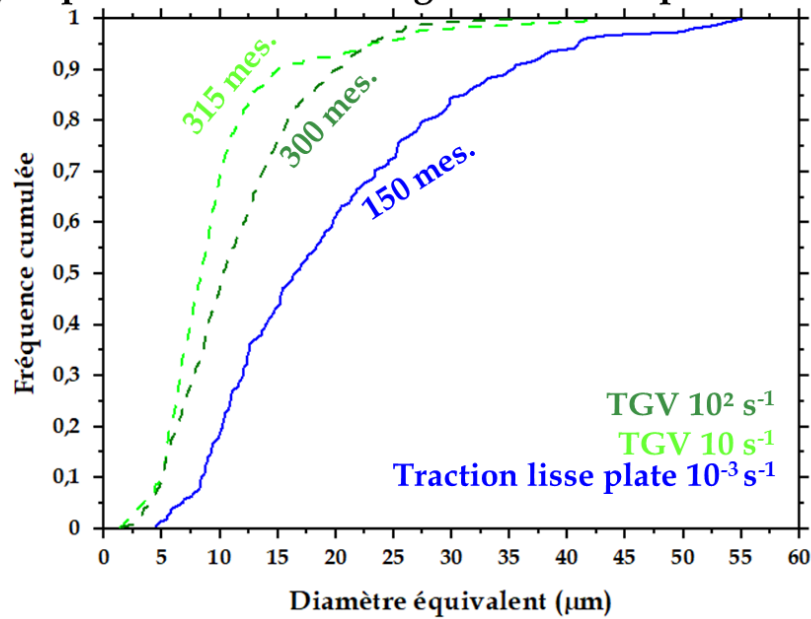


Figure 4.30 – Images MEB en électrons secondaires (a) du faciès de rupture de l'éprouvette TGV testée à 10 s^{-1} (identifiée n°5)– les macroplans sont entourés en pointillés noirs, quelques alignements de cupules sont pointés par des flèches noires ; (b) zoom sur un alignement de cupules séparant deux populations de cupules de tailles caractéristiques différentes

Les observations permettent de pointer que les fonds des cupules sont lisses. Aucun trou de forme polygonale n'est visible en leur fond contrairement aux observations en traction uniaxiale quasi-statique. Nous pouvons donc simplement noter que les conditions d'amorçage de la rupture sont différentes avec l'augmentation de la vitesse de sollicitation.

La vitesse de déformation a donc un effet limité sur la phénoménologie de la rupture, pour un même type de sollicitation donné. Les distributions de taille des cupules hors alignements de cupules (Figure 4.31.a) et la distance inter-centres de cupules alignées (Figure 4.31.b) sont comparées pour trois vitesses de déformation considérées.

(a) Cupules hors zone d'alignement de cupules



(b) Alignement de cupules

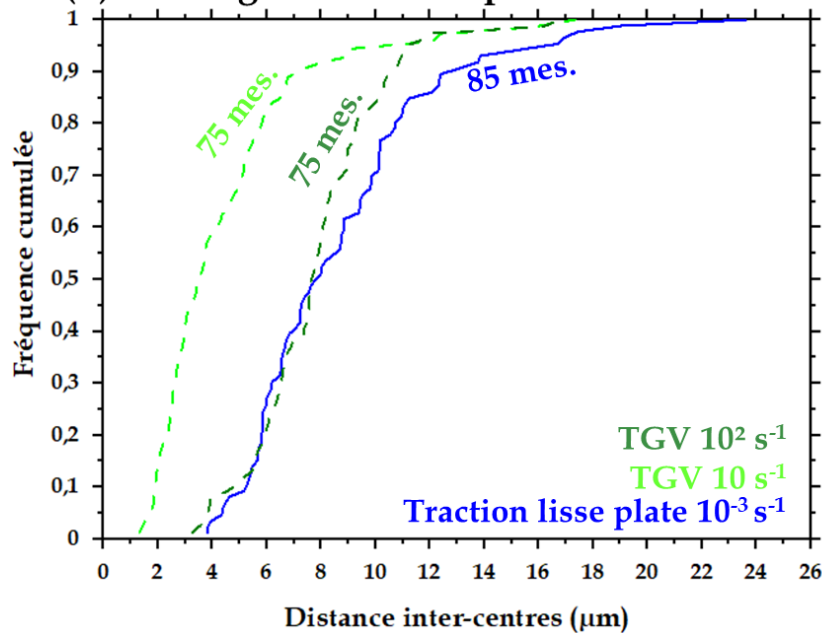


Figure 4.31- Comparaison des distributions de taille en fréquence cumulée sur éprouvette TGV testée à 10 s^{-1} et éprouvette lisse plate LTIM'

- (a) diamètre équivalent des cupules hors alignements ;
 (b) distance inter-centres des cupules au sein d'alignements

Ces distributions permettent de mettre en évidence une différence de taille entre TGV et éprouvette de traction quasi-statique, que ce soit pour les cupules hors alignements ou pour la distance entre centres de cupules alignées. Les cupules sont plus petites sur le faciès de rupture de l'éprouvette TGV testée à 10 s^{-1} (50 % des cupules font moins de $7 \mu\text{m}$ contre $17 \mu\text{m}$ pour l'éprouvette testée en quasi-statique) et les cupules alignées ont des centres plus rapprochés (50 % des centres sont espacés de moins de $3 \mu\text{m}$ contre $8 \mu\text{m}$ pour l'éprouvette testée en quasi-statique). En revanche, si l'éprouvette testée à 100 s^{-1} présente toujours un faciès aux cupules plus petites que celles observée en quasi-statique, la taille des cupules est plus

importante que celle mesurée sur l'éprouvette à 10 s^{-1} . Bien que l'expertise des faciès de rupture des éprouvettes à $0,5$ et 1 s^{-1} n'ait pas été réalisée par souci de priorisation des expertises à réaliser, il ne semble pas y avoir de corrélation entre taille de cupules et vitesse de déformation. Les deux gammes de vitesses entre quasi-statique et grandes vitesses (supérieures à 10 s^{-1}) peuvent être séparées pour la taille de cupules hors alignements.

Ces mesures, qui doivent être modérées car un éventuel effet d'échantillonnage est possible (2 éprouvettes par vitesse de sollicitation pour les essais TGV), mettent en évidence un résultat important. **La vitesse de sollicitation semble avoir un effet non négligeable et complexe sur les mécanismes de rupture.** A l'instar de la rupture sous sollicitation quasi-statique, la taille des cupules est liée à la densité de sites de germination de cavités, éventuellement modulée par la déformation post-striction (réduction d'aire à rupture de l'ordre de 50% pour les essais quasi-statiques et de 60% pour les essais TGV). Les cupules plus petites et les centres plus rapprochés des cupules alignées pour les essais **à une vitesse de déformation de 10 s^{-1} suggèrent une augmentation de la densité de sites d'amorçage** au niveau des alignements de cupules.

Ces résultats contrastent avec l'étude de Song *et al.* [Son11] mentionnée auparavant. L'augmentation de la taille des cupules avec la vitesse de déformation est reportée dans leur étude. Toutefois l'alliage étudié dans l'étude [Son11] ne présente pas de maclage. Cela peut donc suggérer que le maclage joue un rôle dans les différences observées. L'investigation des mécanismes de déformation nous permettra de préciser ces hypothèses.

III.3.b. Effet du mode de chargement sur la rupture

De la même manière que cela a été fait dans la partie III.3.a, les faciès de rupture des éprouvettes de résilience sont observés à la loupe binoculaire (Figure 4.32) puis au MEB.

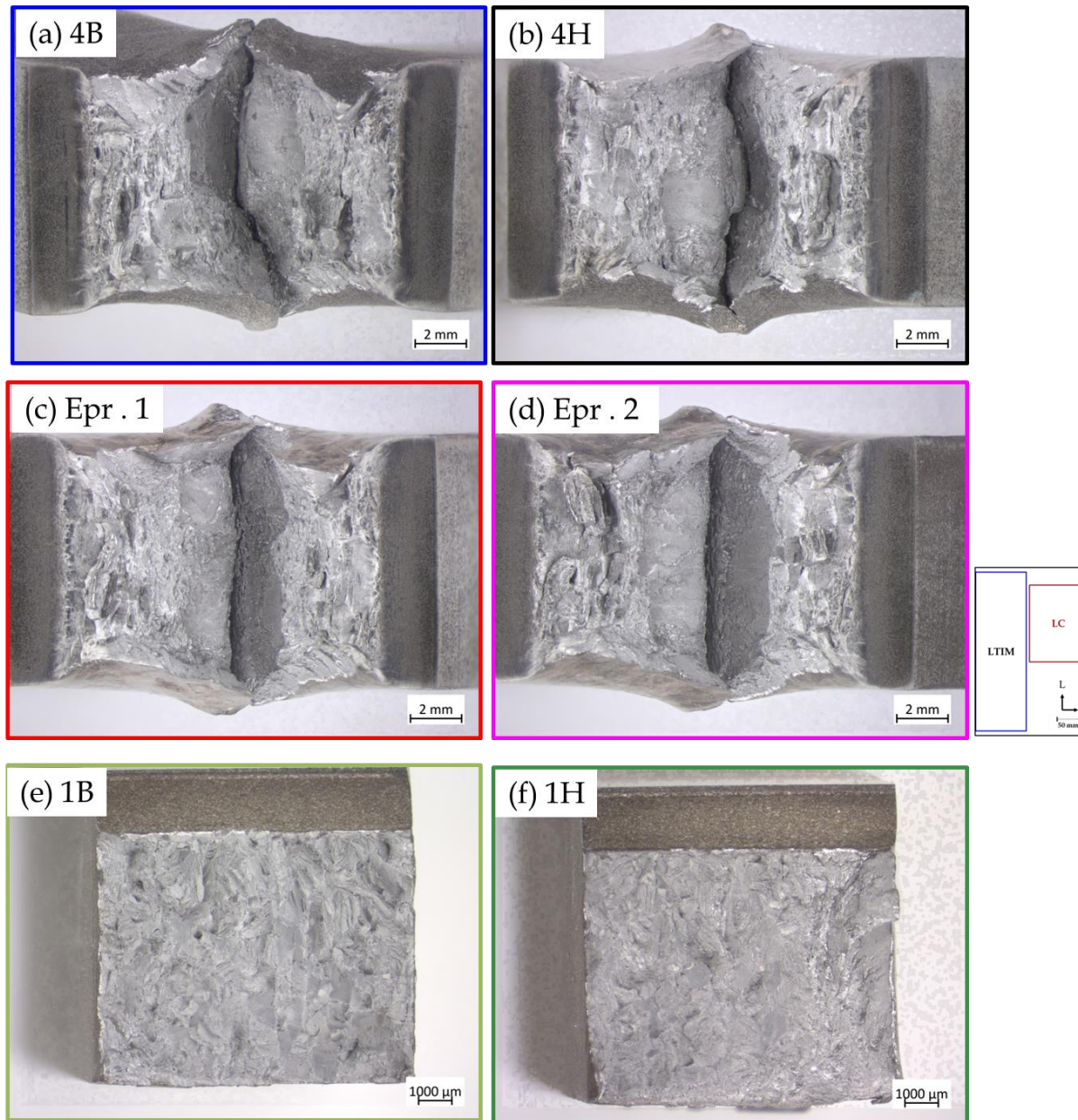


Figure 4.32 – Images à la loupe binoculaire des faciès des éprouvettes de résilience rompues des blocs (a)(b) LTIM', (c)(d) LC'' et (e)(f) LTIM- ω – l'encart rappelle la position des blocs LTIM et LC dans la plaque initiale

D'un point de vue qualitatif, les mêmes éléments caractéristiques déjà observés sur d'autres types d'éprouvettes sont également recensés ici, tous blocs confondus. La Figure 4.33 illustre la forme des cupules observées sur le faciès des éprouvettes de résilience. L'expertise des éprouvettes LC'' n'a pas été réalisée au vu des résiliences similaires à celles obtenues à partir du bloc LTIM'.

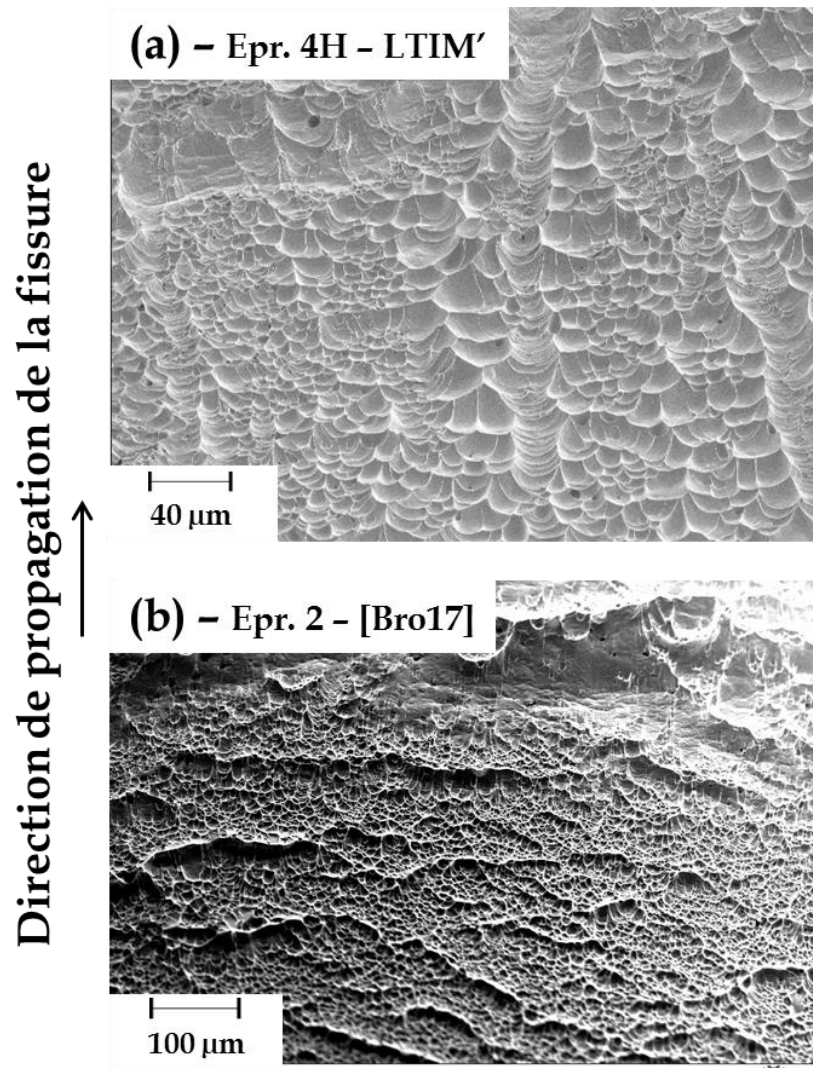


Figure 4.33 - Images MEB en électrons secondaires des cupules observées sur le faciès de rupture des éprouvettes 4H et HTL 12 – 2 issues du bloc LTIM' et de l'étude [Bro17] respectivement

Ces observations permettent de pointer que les fonds des cupules sont lisses, à l'instar de ce qui a été observé sur les faciès des éprouvettes de TGV (Figure 4.30.b). Aucun trou de forme polygonale n'est visible en leur fond contrairement aux observations en traction uniaxiale quasi-statique. Cette observation reste valable sur les faciès des éprouvettes LTIM- ω (Figure 4.34.c et d). De manière qualitative, nous observons les mêmes éléments caractéristiques de la rupture sur les éprouvettes TGV et les éprouvettes de résilience. **L'augmentation de triaxialité des contraintes à grandes vitesses de déformation ne semble donc pas avoir un effet significatif sur la propagation de fissure**

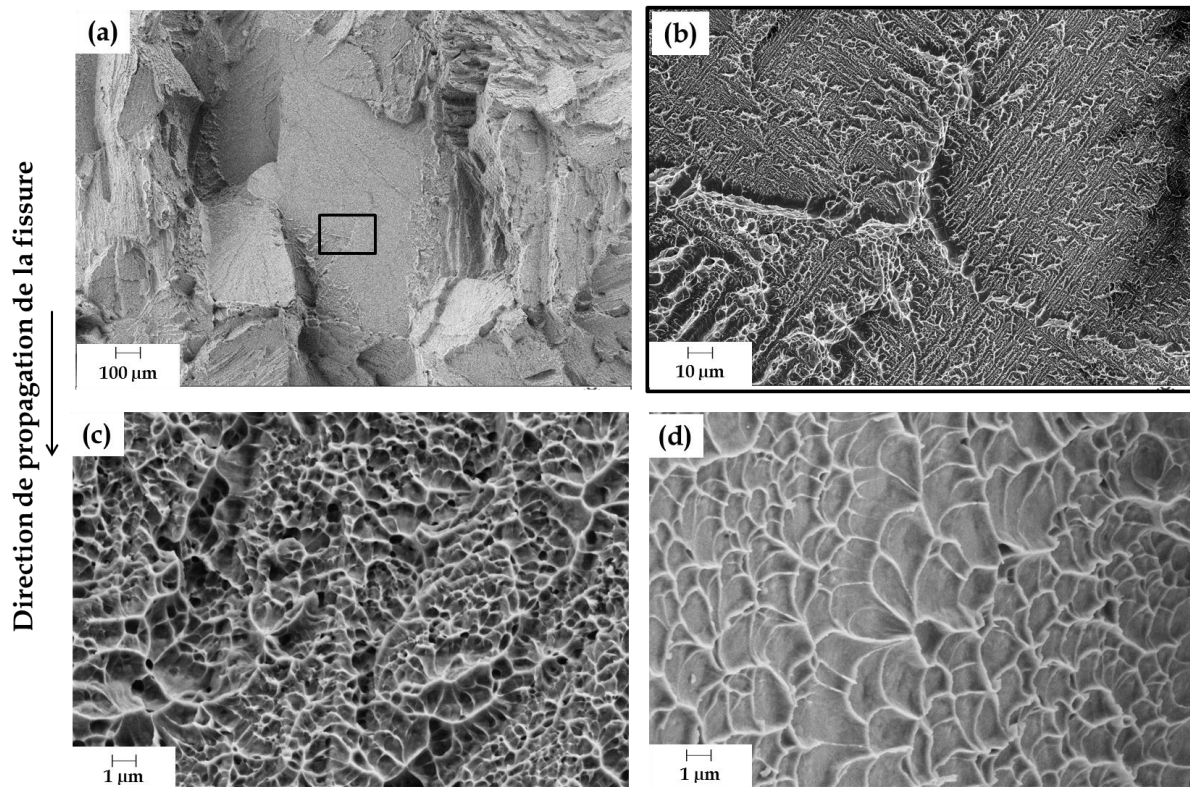
Eprouvette de résilience 1B – LTIM- ω 

Figure 4.34 – Images MEB en électrons secondaires des différentes morphologies de cupules observées sur le faciès de rupture de l'éprouvette 1B issue du bloc LTIM- ω : (a) mise en évidence de la rupture nette par plans et (b) zoom sur les cupules fortement alignées constituant un de ces plans, (c)(d) deux populations de tailles caractéristiques différentes, présentant toutes un fond lisse

Un autre caractère important de la morphologie des cupules des faciès des éprouvettes LTIM' et des éprouvettes tirées de [Bro17] est leur forme parabolique. Cette morphologie de cupules (Figure 4.33.a et b) a été observée de manière beaucoup moins généralisée sur les faciès d'éprouvettes de résilience du bloc LTIM- ω (Figure 4.34.d : forme parabolique, Figure 4.34.c : forme plus classique) et rarement observée sur les faciès des éprouvettes de TGV. Elle indique clairement la direction de propagation de la fissure, du côté fermé vers le côté ouvert de la parabole. Cette morphologie typique correspond à l'intersection entre une cavité en cours de croissance et le front de fissure qui se propage.

Cela indique que **la croissance de cavité a débuté avant la propagation de fissure mais que les cavités en cours de croissance ont coalescé avec la fissure se propageant**. De ce fait, **le développement de l'endommagement est très localisé** puisqu'il ne se produit que peu en avant du front de propagation de la fissure.

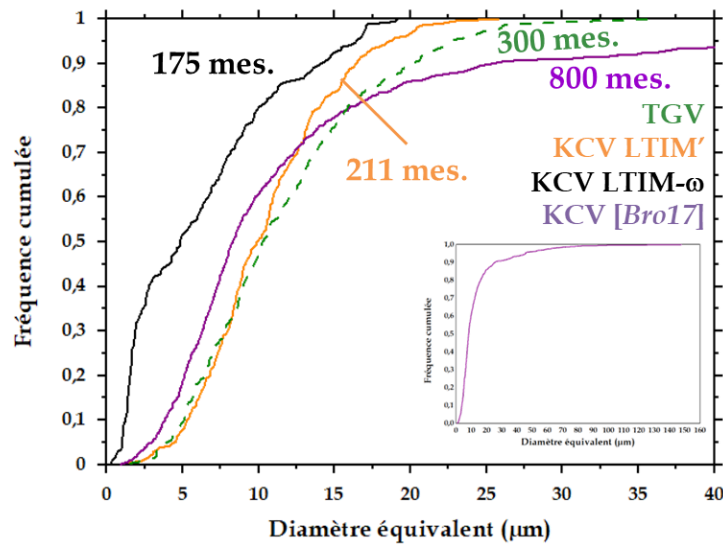
Ce mécanisme peut être relié à la contribution prépondérante de la propagation de fissure à l'importante quantité d'énergie absorbée lors du choc de l'essai de résilience. Cela montre également que le changement de vitesse de sollicitation conduit à des mécanismes de propagation de fissure différents étant donné que la forme parabolique des cupules n'est pas observée sur les faciès des éprouvettes TGV. La mesure des tailles de cupules et des distances entre centres est donc nécessaire pour préciser ce point.

De plus, les faciès de rupture des éprouvettes LTIM- ω présentent une densité extrêmement conséquente d'alignements de très petites cupules (Figure 4.34.c), et donc de sites de germination de cavités (Figure 4.34.b). Ce phénomène se généralise à la surface de rupture entière et il est localisé par plans dont la morphologie est proche de celle des grains (Figure 4.34.a). Or, comme cela a été reporté dans le Tableau 4.9, l'énergie absorbée pour les éprouvettes de ce bloc à température ambiante est très basse : moins de 23 J. La généralisation des alignements de petites cupules semble donc néfaste pour la résistance au choc.

Il s'agit donc de statuer si une augmentation de la densité de sites de germination de cavités (et donc une diminution de la distance entre ces sites) est à l'origine de la chute de résilience observée.

Les éléments caractéristiques sont mesurés selon la méthode du chapitre 3, et la distribution en fréquence cumulée est comparée avec celle des éprouvettes de TGV (Figure 4.35) pour les éprouvettes des blocs LTIM' et LTIM- ω . À titre de comparaison, la distribution de taille des éprouvettes de résilience mesurée sur les éprouvettes de l'étude [Bro17] est aussi présentée.

(a) Cupules hors zone d'alignement de cupules



(b) Alignement de cupules

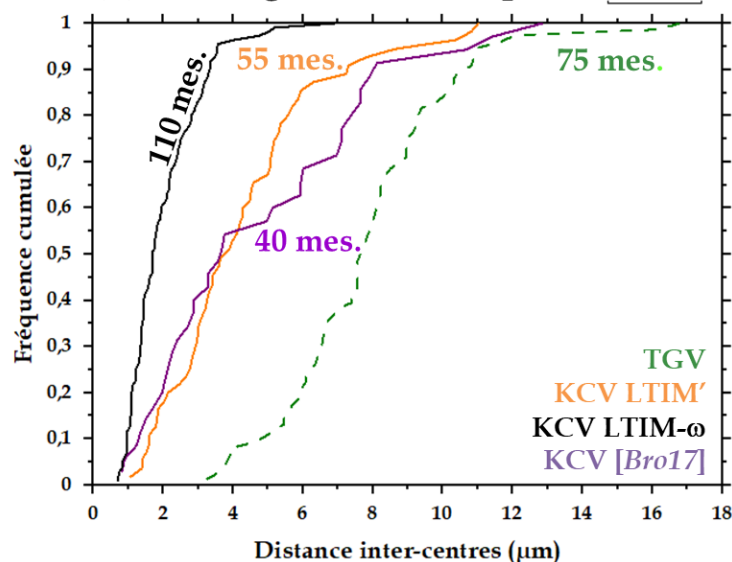


Figure 4.35- Comparaison des distributions de taille en fréquence cumulée sur éprouvette TGV et éprouvettes de résilience des blocs LTIM', LTIM- ω et de l'étude [Bro17]
 (a) diamètre équivalent des cupules hors alignements – la distribution complète pour l'éprouvette KCV [Bro17] est affichée dans l'encart ;
 (b) distance inter-centres des cupules au sein d'alignements – le nombre de mesures effectuées est plus important pour le bloc LTIM- ω en raison de la présence plus importante d'alignements

Les distributions des diamètres de cupules présentent des évolutions similaires, quel que soit le chargement considéré. Cela met en évidence l'absence d'effet de la triaxialité des contraintes, à grandes vitesses de déformation sur la taille des cupules hors zones d'alignement. En revanche la distance entre centres de cupules alignées est plus grande lors d'une sollicitation en TGV que lors d'un impact. Le type de sollicitation semble donc avoir un effet sur la rupture qui se produit dans les zones qui rompent en alignement de cupules au vu des différences de distances reportées. Des centres plus rapprochés sur les faciès des éprouvettes de résilience

traduisent **une augmentation du nombre de sites de germination de cavités lorsque la triaxialité augmente** (la triaxialité des contraintes vaut $1/3$ avant striction et $0,6$ après striction pour les éprouvettes TGV et elle est supérieure à 1 pour les éprouvettes de résilience).

L'expertise des faciès de rupture des deux éprouvettes du bloc LTIM- ω permet également d'enrichir la compréhension des mécanismes de rupture. La forte densité d'alignements et les petites cupules précédemment observées qualitativement sont confirmées par les mesures présentées sur la Figure 4.35. Ces résultats suggèrent que **l'augmentation de la densité de sites de germination est corrélée à une résilience plus faible**. En effet, les cupules du bloc LTIM' sont plus grandes que celles du bloc LTIM- ω . Si nous établissons un lien avec les propriétés en traction répertoriées pour chaque bloc, ces observations vont de pair avec une diminution de l'érouissage et de la ductilité. Ce sont ces caractéristiques intrinsèques à chaque bloc qui expliquent la diminution de résilience observée entre les deux blocs.

La mesure de la distance entre centres de cupules alignées, nettement plus rapprochés dans le cas du bloc LTIM- ω , couplée avec la disparition de la forme parabolique des cupules montre que la germination et la croissance des cavités ont été plus rapides que la propagation de la fissure dans ce cas. La faible taille des cupules traduit une faible plasticité globale couplée à l'absence d'érouissage en pointe de fissure qui conduisent à une localisation de la déformation. Cela suggère que la fissure a pu s'amorcer et se propager très facilement, d'où la faible résilience mesurée pour ce bloc.

Cette campagne expérimentale a donc permis de mettre en évidence **l'effet limité de la vitesse de sollicitation et du type de sollicitation sur la physique de la rupture**. Il reste néanmoins nécessaire de s'attarder sur les mécanismes de déformation afin de comprendre les quelques variations observées et ainsi préciser le lien entre rupture et déformation.

III.4. Physique de la déformation

III.4.a. Caractéristiques des microstructures déformées sous chargement à grandes vitesses

➤ *De l'échelle macroscopique à l'échelle micrométrique*

L'étude du comportement mécanique en traction à grande vitesse et les fractographies des éprouvettes ont montré l'absence d'effet significatif de l'augmentation de vitesse entre sollicitation quasi-statique et à grandes vitesses. Aussi, nous n'avons pas jugé nécessaire de caractériser les mécanismes de déformation déclenchés à une échelle micrométrique pour ce chargement, d'autant que cette caractérisation a été réalisée de manière détaillée au cours de notre étude sur les éprouvettes de résilience issue de l'étude [Bro17]. Ces résultats sont en cours de publication ; le lien entre rupture et déformation, pour l'essai de résilience uniquement, y est étudié en détail.

Par souci de clarté, nous nous concentrerons uniquement sur ce lot d'éprouvettes et ne considérerons pas les éprouvettes des blocs LTIM ou LC''.

L'attaque chimique, au réactif de Kroll, révèle une densité de bandes importante pour l'éprouvette de résilience LTIM' expertisée (Figure 4.36.a).

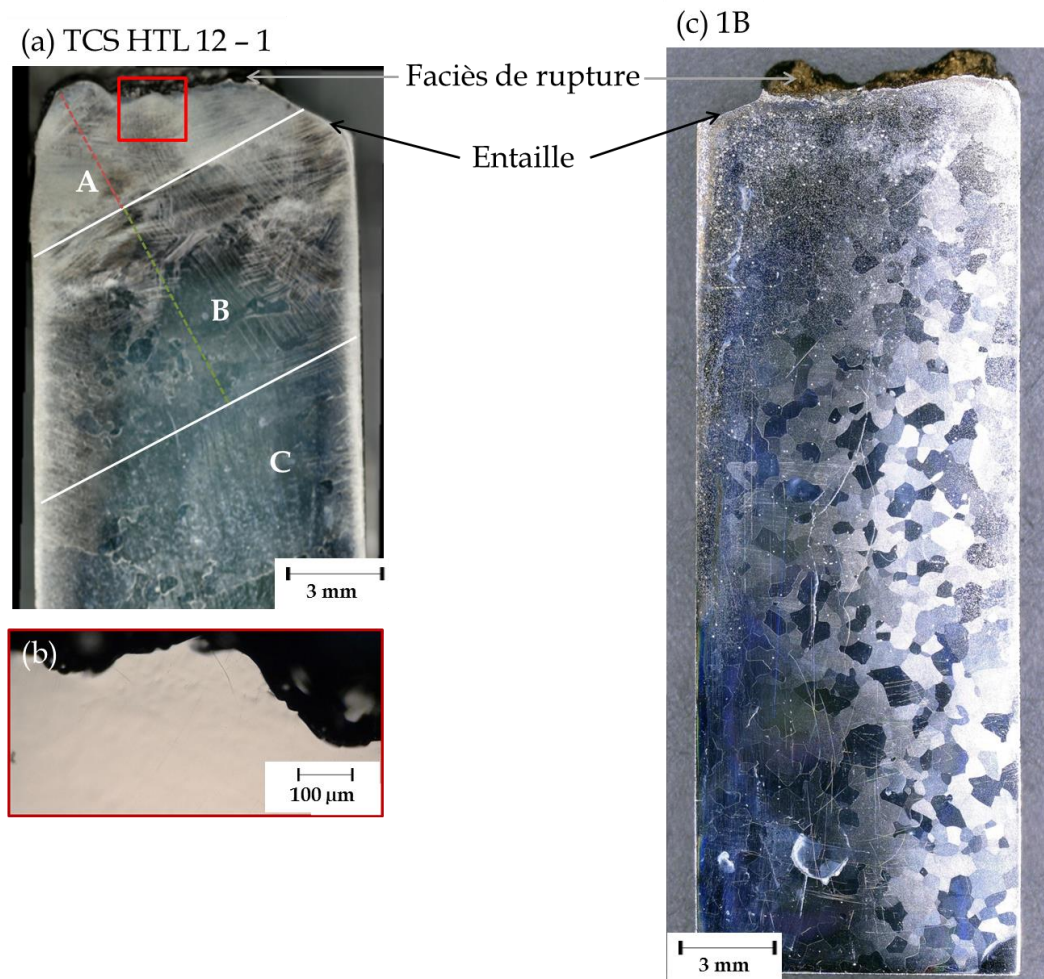


Figure 4.36 – Coupes polies attaquées de demi-éprouvettes de résilience (a) issues de l'étude [Bro17] et (b) zoom au plus près du faciès de rupture illustrant l'absence d'endommagement ; (c) du bloc LTIM- ω

L'expertise des coupes polies révèle **l'absence d'endommagement autour du faciès de rupture** (Figure 4.36.b) et ce jusqu'à fort grossissement ($\times 15\,000$ au MEB).

Plusieurs zones se distinguent sur la coupe polie de l'éprouvette de l'étude [Bro17], en s'éloignant au fur et à mesure sous le faciès de rupture :

- une zone, où la densité de bandes de déformation est extrêmement importante, menant à un blanchiment de la surface de la coupe polie. Cette zone est qualifiée d'extrêmement déformée et notée A sur la Figure 4.36.a ;
- une zone où les bandes de déformation sont toujours visibles mais présentes en quantité beaucoup moins importante que dans la zone A (aucun blanchiment observé). Cette zone est qualifiée de significativement déformée et notée B sur la Figure 4.36.a ;
- une zone où aucune bande de déformation n'est visible. Cette zone est qualifiée de non déformée et notée C sur la Figure 4.36.a.

Pour l'éprouvette issue de l'étude [Bro17] expertisée Figure 4.36.a, la zone A s'étend sur 4 mm en dessous du faciès (ligne pointillée rouge sur la Figure 4.36.a), puis la zone B s'étend sur 6 mm (ligne pointillée verte sur la Figure 4.36.a). De ce fait, pour une moitié d'éprouvette de résilience mesurant 27,5 mm, **36 % de la matière située sous le faciès de rupture est significativement déformée.**

Une comparaison avec une éprouvette du bloc LTIM- ω (Figure 4.36.c), nous a paru judicieuse à cette échelle macroscopique, car aucune bande de déformation ni aucun endommagement ne sont visibles, signe que les mécanismes de déformation ont été modifiés. L'expertise de cette éprouvette n'a pas été menée aux autres échelles de déformation.

L'expertise des éprouvettes de l'étude [Bro17] à l'échelle macroscopique ne permet pas de caractériser clairement les microstructures à rupture, aussi une analyse EBSD a-t-elle été menée dans la zone B (Figure 4.37). La zone A n'est pas expertisable par EBSD en raison du taux de déformation trop important, caractéristique de cette zone.

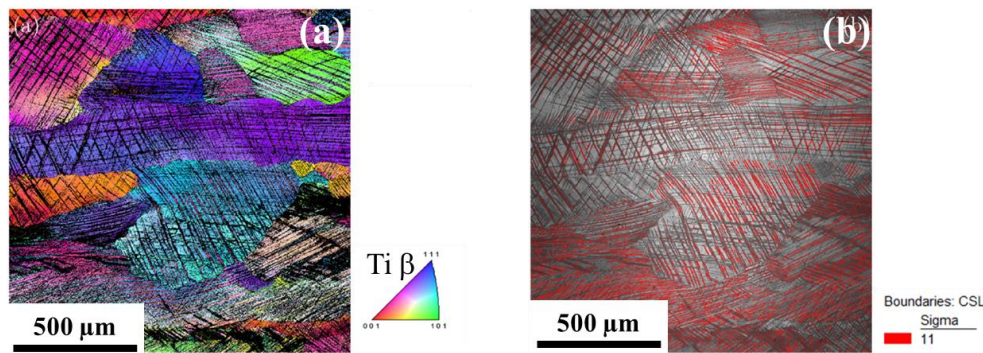


Figure 4.37 – Cartographie EBSD (a) figure de pôle inversée selon l'axe parallèle au sens travers court de prélèvement, (b) indice qualité et joints de grains $\Sigma 11$, caractéristique du maillage $\{332\}\langle 11\bar{3}\rangle$, superposés

Cette analyse met en évidence une microstructure maclée à $48 \pm 5 \%$, caractérisée par seuillage de niveau de gris à partir de l'indice qualité (Figure 4.37.b). Le même système de macles $\{332\}\langle 11\bar{3}\rangle$ est mis en évidence grâce aux joints CSL $\Sigma 11$, caractéristiques de ce système de maillage [Lai16].

La distance et l'épaisseur des macles primaires a été mesurée afin d'enrichir ces observations de données quantitatives (Figure 4.38).

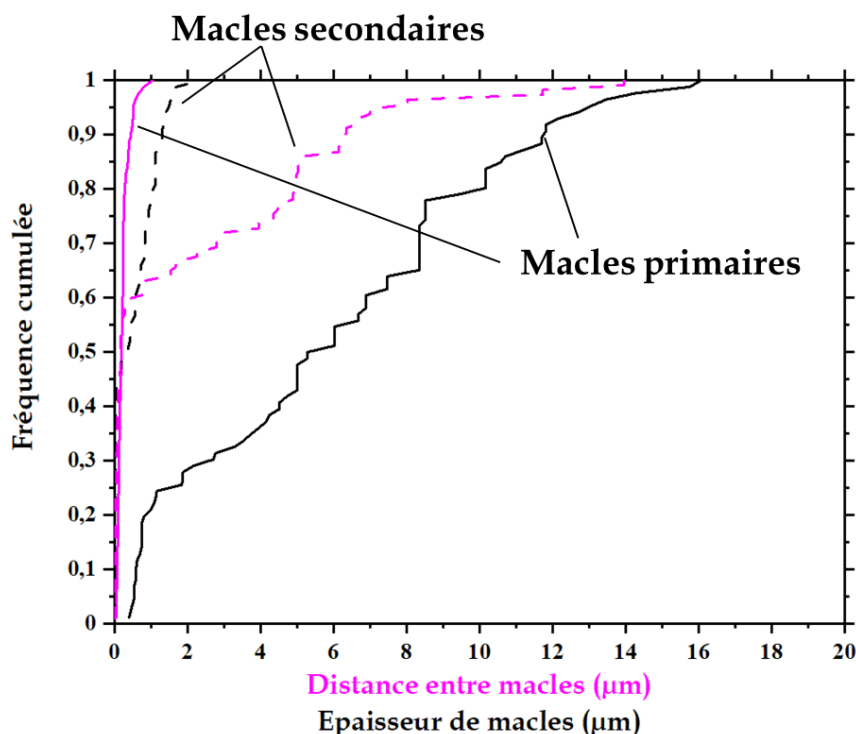


Figure 4.38 – Distribution de l'épaisseur de macles primaires (85 mesures par distribution) et de la distance entre macles (90 mesures par distribution) primaires et secondaires en fréquence cumulée, pour les trois éprouvettes de résilience issues de l'étude [Bro17]

La cartographie d'orientations en figure de pôle inverse (Figure 4.37.a) met en évidence la multiplication des macles, déjà mentionnée pour d'autres chargements dans notre étude. Les distributions mettent en évidence que l'épaisseur de ces macles est comprise entre 0,4 et 16 μm . Nous retrouvons donc l'intervalle d'épaisseur de macles répertorié en traction quasi-statique.

Nous nous situons ici à plus de 4 mm du faciès de rupture et nous pouvons déjà pointer les limites de l'analyse EBSD pour cette caractérisation car les macles ne sont pas correctement indexées. Ainsi, afin de caractériser finement la microstructure sous-jacente au faciès de rupture, une analyse à l'échelle sub-micrométrique de la déformation a été réalisée dans la zone A, extrêmement déformée.

➤ Echelle submicrométrique

Les observations sur l'éprouvette de résilience, référencée « TCS HTL 12-1 » dans le Tableau 4.9, ont été réalisées sur cinq lames MET prélevées au plus près du faciès de rupture et caractérisées en imagerie et en diffraction. La méthodologie de préparation des lames MET et les équipements utilisés sont présentés en Annexe 1. La caractérisation en diffraction permet de mettre en évidence la présence de phase ω (Figure 4.39), probablement athermique en considérant la précipitation répartie de manière relativement homogène.

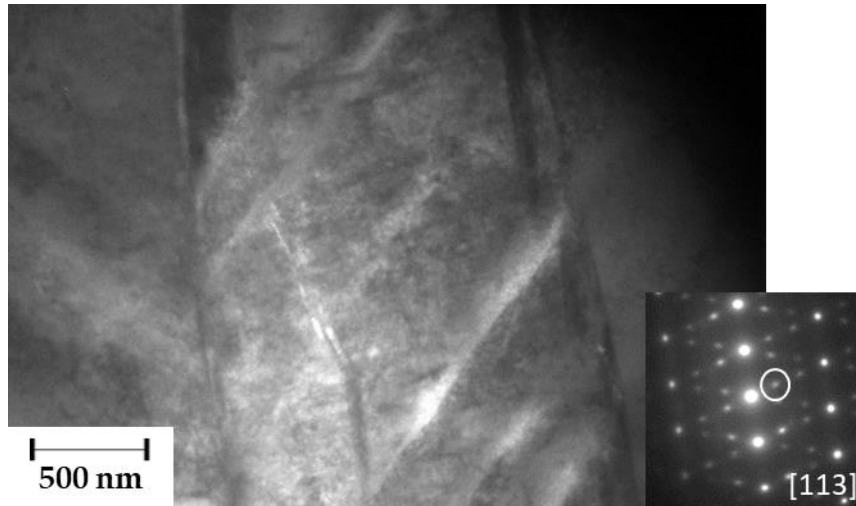


Figure 4.39 – Image en champ sombre de la présence de phase ω au sein d'une macle, la tache sélectionnée est entourée d'un cercle blanc sur le cliché de diffraction en encart

L'analyse PACOM, menée en collaboration avec Julie Bourgon (ICMPE Thiais), a été réalisée sur une seule lame MET, compte tenu du temps de réalisation de chaque cartographie. La Figure 4.40.a présente une zone à faible grossissement, représentative des observations en imagerie réalisées sur les lames, et la Figure 4.40.b et c, une des trois analyses PACOM réalisées. Les autres cartographies issues de cette analyse sont présentées en Annexe 9.

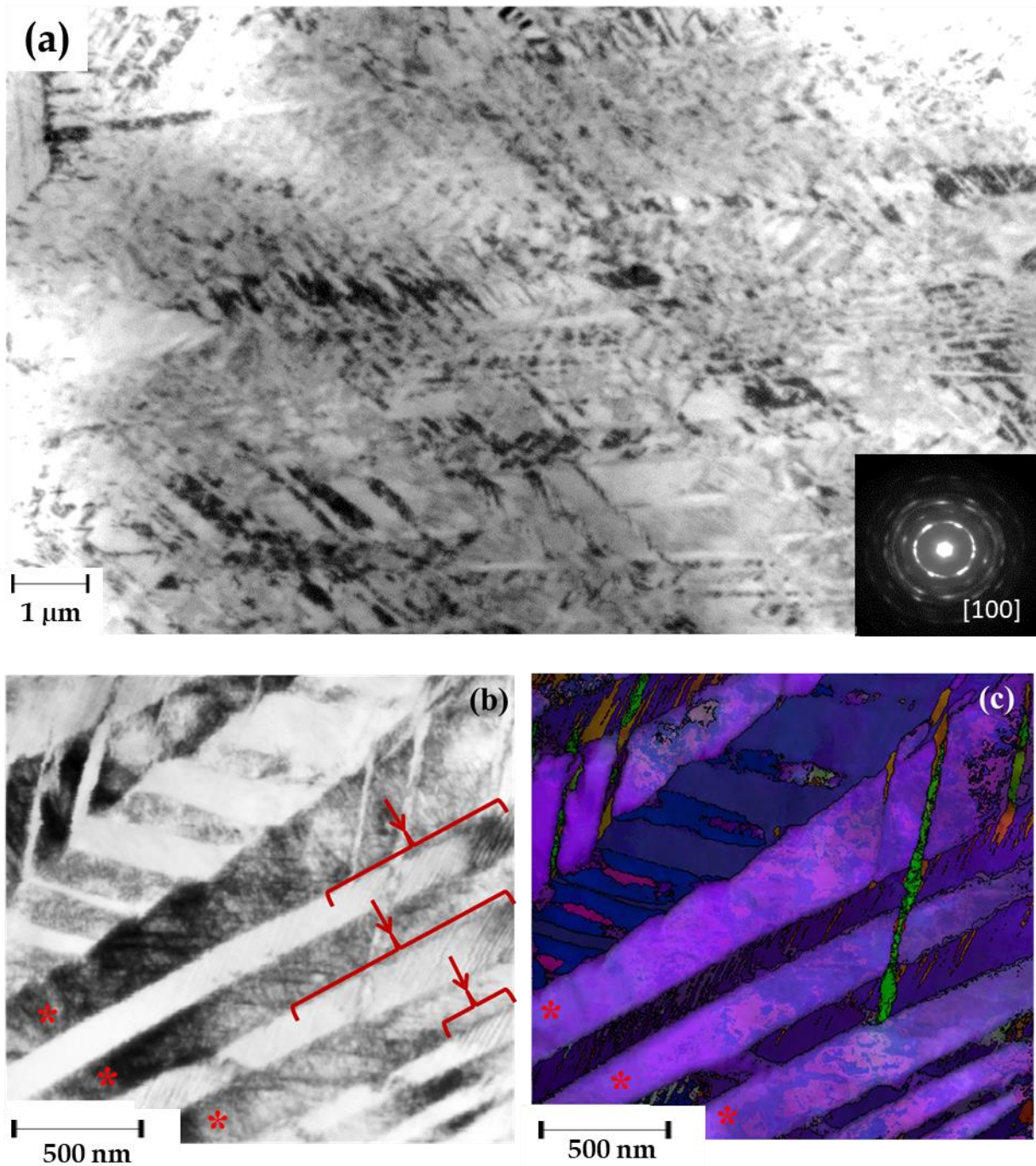


Figure 4.40 - Images MET en champ clair d'une lame MET prélevée à ras du faciès de rupture d'une éprouvette de résilience issue de l'étude [Bro17] : (a) image à faible grandissement mettant en évidence l'importante densité de macles, (b) image mettant en évidence la présence de dislocations en bandes, pointées par des accolades, au sein des macles et (c) cartographie d'orientations en figure de pôle inverse associée obtenue lors d'une analyse PACOM (Precession-Assisted Crystal Orientation Mapping)

La Figure 4.40.a met en évidence une microstructure très fortement maculée, qui se traduit par des orientations cristallines multiples au sein du grain β , comme le montre le cliché de diffraction en anneau (Figure 4.40.a). Des macles secondaires, plus fines, sont observées et caractérisées grâce à l'analyse PACOM (Figure 4.40.b). Les deux systèmes de maclage recensés dans les alliages de titane TRIP/TWIP sont identifiés ici (c'est-à-dire $\{332\}\langle 11\bar{3}\rangle$ et $\{112\}\langle 11\bar{1}\rangle$)

[Lai16] [Mar12] [Sun13]). Le champ clair de la zone analysée par PACOM (Figure 4.40.b) permet de pointer la présence de bandes de dislocations (accolades rouges sur la Figure 4.40.b) ainsi que des zones fortement désorientées au sein de la matrice non maclée (astérisques sur la Figure 4.40.b et c). Cette observation met en lumière la contribution du glissement des dislocations à la déformation locale élevée au sein des macles et de la matrice.

L'épaisseur et la distance entre macles secondaires ont été mesurées sur les trois zones analysées en PACOM et sont reportées sur la Figure 4.38. Ces mesures permettront d'établir un lien avec les tailles d'éléments caractéristiques de la rupture dans la synthèse de ce chapitre.

De la même manière, une lame MET a été prélevée au plus près du faciès de rupture d'une éprouvette TGV testée à 100 s^{-1} (éprouvette n° 3 dans le Tableau 4.8). Les observations ont été réalisées par Loïc Nazé au Centre des Matériaux, sur un MET Tecnai T30 avec un filament LaB_6 sous une tension de 300 kV et à l'aide d'une caméra Gatan UltraScan® US1000. Le porte-échantillon utilisé est un double tilt ($\pm 45^\circ$ en α et $\pm 30^\circ$ en β). Hormis les observations similaires réalisées dans cette étude sur les éprouvettes de résilience, ce genre d'observation n'a jamais été réalisé à notre connaissance sur éprouvette déformée d'un alliage de titane TRIP/TWIP au vu de la microstructure extrêmement déformée, notamment à haute vitesse de déformation.

Les observations sont extrêmement dépendantes d'un effet d'échantillonnage (un seul grain par lame voire par groupe de lames, le cas échéant) et il est souvent difficile de se placer dans des conditions d'observations idéales (typiquement selon l'axe de zone [011] dans notre cas). Il a été mentionné lors de la réalisation des observations que la cristallinité est fortement « tourmentée » dans la lame issue de l'éprouvette TGV. Cela est très probablement dû à la présence combinée de macles, de dislocations, malgré tout impossibles à mettre clairement en évidence, et à la distorsion élastique de la lame. Aucun cliché de diffraction exploitable n'a été réalisable, même en limitant la taille du faisceau, et de la zone ainsi sélectionnée, à quelques dizaines de nanomètres. Aucune phase ω n'a pu être mise en évidence lors des observations sur cette lame.

A l'instar des observations sur les lames MET issues de l'éprouvette de résilience, ces observations MET mettent en évidence un important réseau de macles, elles-mêmes maclées (Figure 4.41). Le cliché de diffraction en anneau caractéristique des orientations cristallines multiples au sein du grain β est à nouveau observé.

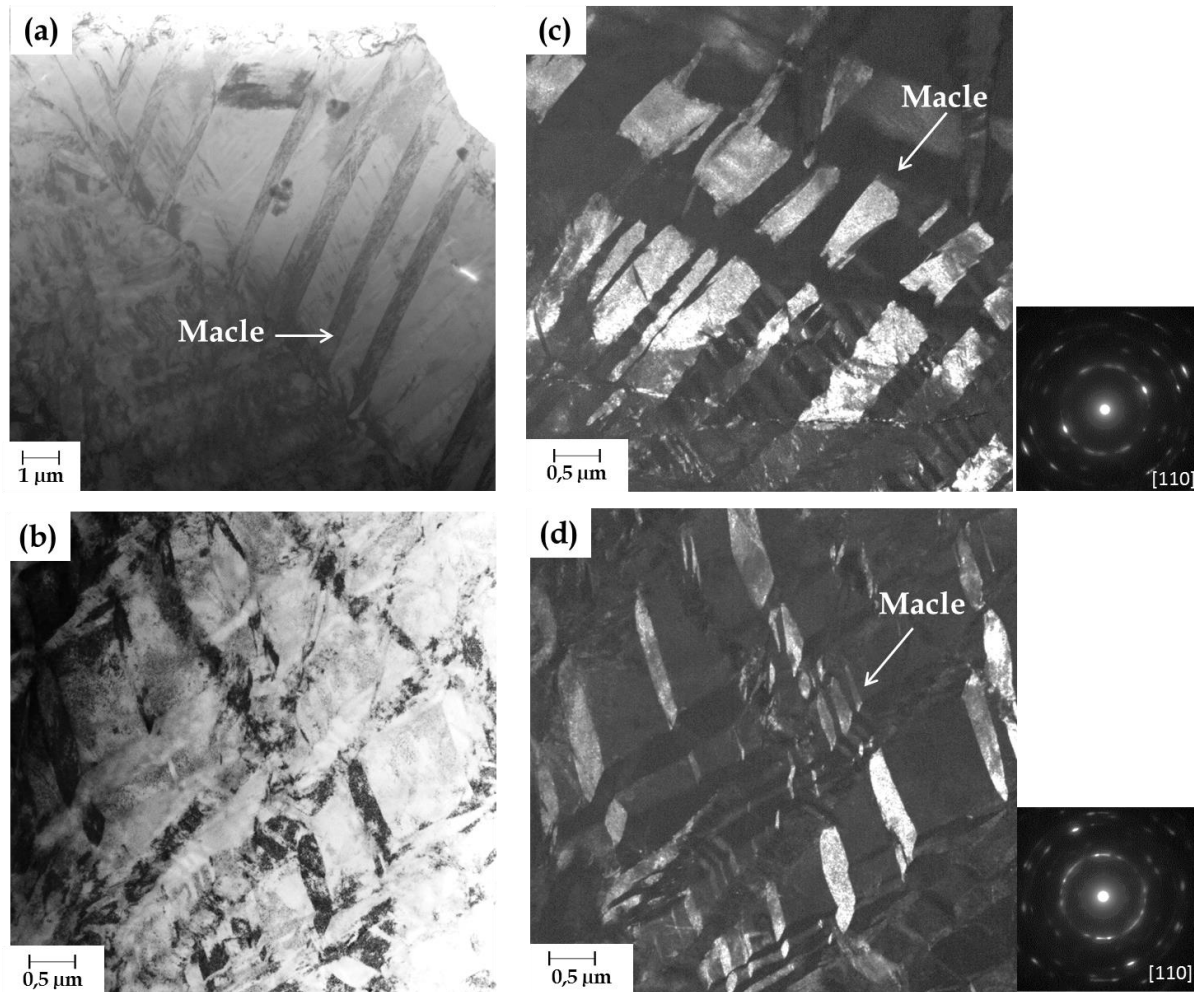


Figure 4.41- Images MET (a)(b) en champ clair, (c)(d) en champ sombre, de la microstructure sous-jacente au faciès de rupture de l'éprouvette TGV n°3 testée à 100 s^{-1} – les clichés de diffraction associés aux champs sombres sont affichés à leur droite et annotés de l'axe de zone correspondant

Les clichés de diffraction en anneau mettent en évidence la forte désorientation présente au sein des zones étudiées. Néanmoins la complexité de la microstructure observée ne permet pas de déterminer les plans de maclage par projection stéréographique.

De plus, les images présentées ont des dimensions comprises entre 5 et $12,5 \mu\text{m}$. Ces dimensions peuvent être celle de l'épaisseur d'une macle primaire. C'est pourquoi il n'est pas possible de statuer dans certains cas si la macle observée est une macle primaire ou une macle secondaire, comme celles observées sur la Figure 4.41.a.

De manière qualitative, la densité de macles semble plus faible dans le cas de l'essai TGV (Figure 4.41). Aucune dislocation n'a pu être clairement mise en évidence sur la lame issue de l'éprouvette TGV, contrairement à la lame issue de l'éprouvette de résilience (Figure 4.40.b). Néanmoins le taux de déformation et de maclage visible sur l'éprouvette TGV laisse raisonnablement penser que les dislocations sont également présentes en grande quantité. Elles sont difficilement observables en raison de la complexité de la microstructure déformée. A l'instar des observations MET sur l'éprouvette TGV, nous ne pourrions pas ici statuer si les macles sont des macles primaires ou secondaires étant donnée la taille des images présentées qui varie entre 2 et $13 \mu\text{m}$ environ, ce qui peut être l'épaisseur d'une macle primaire.

Nous avons réalisé des mesures d'épaisseur de macles qui seront catégorisées comme macles secondaires sans avoir la preuve qu'elles sont localisées au sein d'une macle primaire. Néanmoins au vu de leur taille cette supposition nous paraît raisonnable. La distribution de taille est représentée sur la Figure 4.42 et comparée avec celle obtenue dans le cas de l'éprouvette de résilience. La distance entre macles n'a pas été évaluée dans le cas de l'éprouvette TGV car les images en champ clair et en champ sombre ne permettent pas de différencier la matrice des macles.

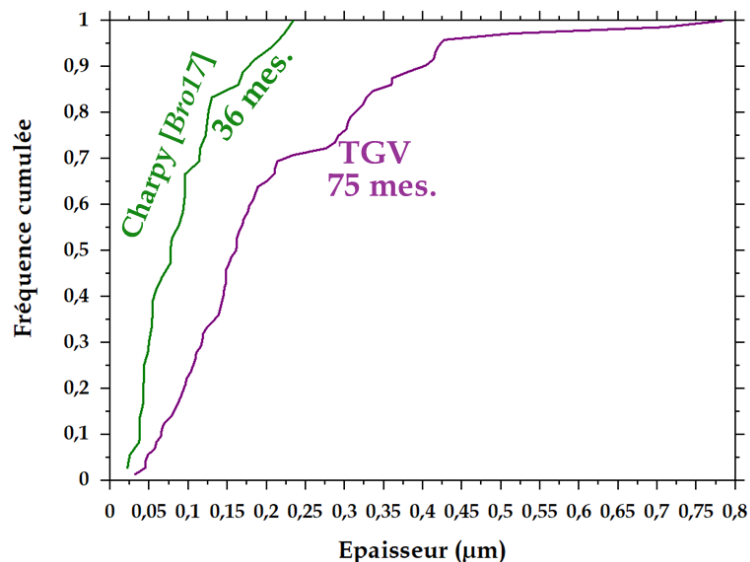


Figure 4.42 – Distribution en fréquence cumulée de l'épaisseur des macles secondaires observées au MET sur éprouvette de TGV et de résilience*
(* éprouvette issue de l'étude [Bro17])

Au vu de la statistique faible de mesures, nous mentionnerons simplement que les allures des distributions sont similaires entre les deux chargements considérés. Les macles secondaires les plus épaisses sont recensées en TGV, où nous observons une distribution plus étendue. Au vu de ces observations, les mécanismes de déformation à une échelle submicrométrique semblent sensiblement identiques pour les deux conditions d'essai. Cela signifie qu'ils sont faiblement modifiés malgré une augmentation de la contrainte maximum à rupture (liée à l'augmentation de la triaxialité entre TGV et essai de résilience). Ce raisonnement concorde avec le rôle connu des macles secondaires, qui sont formées pour accommoder les incompatibilités mécaniques locales.

Cette troisième partie a permis de statuer sur l'effet de la vitesse pour un même type de chargement donné. Seul le comportement mécanique aux petites déformations est significativement sensible à la vitesse de déformation dans le cas d'une sollicitation en traction uniaxiale, en considérant des régimes de vitesses de déformation différents (entre quasi-statique et dynamique). Nous avons également recensé un amorçage plus précoce de la rupture à grande vitesse qu'en quasi-statique, qui peut être relié à la sensibilité de la plasticité vis-à-vis de la vitesse de déformation ou à l'auto-échauffement produit à grande vitesse. Néanmoins aucune corrélation entre l'augmentation de la vitesse de sollicitation et la densité de sites de germination de cavités n'a pu être formulée. Le maclage est conservé même à

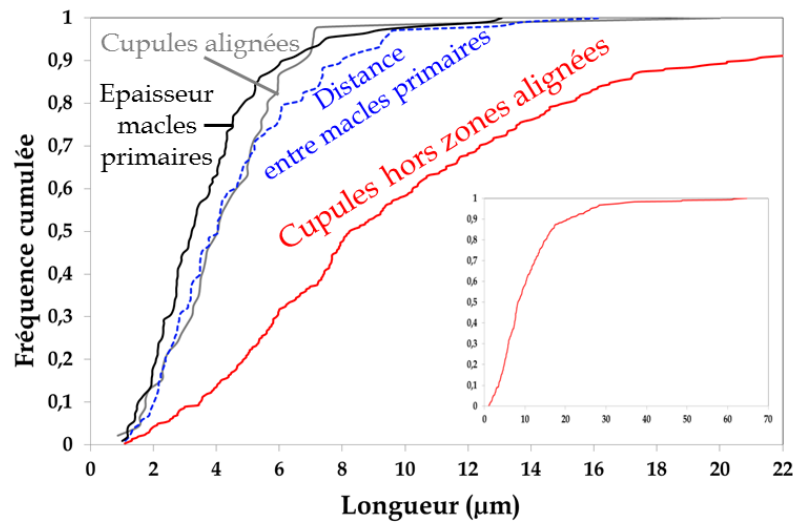
grande vitesse de déformation et la microstructure à rupture reste complexe et fortement déformée.

La contribution majoritaire de la propagation de fissure à l'énergie absorbée a été mise en évidence grâce aux essais de résilience. L'étude qualitative de la morphologie des cupules a permis de déterminer que la croissance de cavités a débuté avant la propagation de fissure et que l'endommagement se développe de manière très localisée en avant du front de fissure. Cela est confirmé par l'absence d'endommagement sous-jacent à la surface de rupture. De plus, l'analyse statistique permet de relever une augmentation du nombre de sites de germination de cavités avec la triaxialité, en comparant les essais de résilience aux essais de TGV.

Synthèse

Dans ce chapitre nous nous sommes attachés à détailler les éléments caractéristiques de la rupture et les distances caractéristiques relevées sur les microstructures de déformation. Il nous faut donc maintenant conclure quant à la corrélation possible entre rupture et déformation suivant la vitesse de déformation et le mode de sollicitation. Au vu des campagnes expérimentales menées, la comparaison des distributions des éléments caractéristiques de la rupture et de la déformation est possible dans le cas des essais de traction sur éprouvette lisse plate du bloc LC'' (Figure 4.43.a) et dans le cas des essais de résilience réalisés lors de l'étude [Bro17] (Figure 4.43..b).

(a) - Mesures sur éprouvettes de traction lisses plates - LC''



**(b) - Mesures sur éprouvettes de résilience
Eprouvettes issues de l'étude [Bro17]**

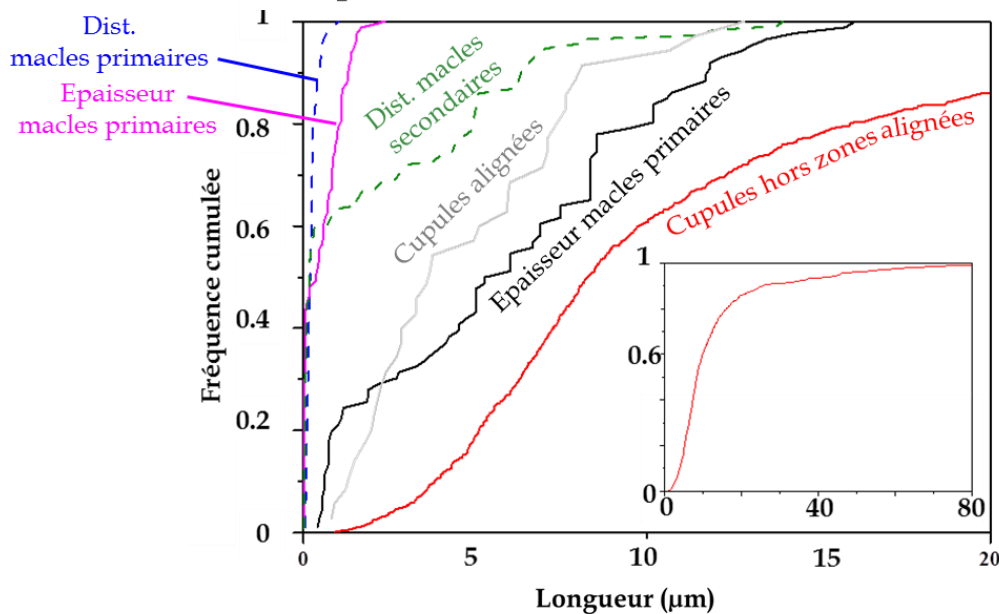


Figure 4.43 - Distribution en fréquence cumulée des éléments caractéristiques de la rupture et de la déformation (a) sur éprouvette de traction lisse plate LC'' et (b) sur éprouvette de résilience issue de l'étude [Bro17]

Dans les deux cas considérés, nous remarquons que nous ne pouvons pas lier la distribution de taille des cupules hors alignements à une distribution de taille d'un élément de la déformation. La rupture de ces zones ne semble donc pas directement liée à la répartition spatiale du maillage.

En revanche, la distribution des distances entre centres de cupules alignées peut être reliée à une dimension caractéristique de la déformation, qui diffère selon la sollicitation considérée :

- pour des vitesses de sollicitation quasi-statiques, la distance entre centres de cupules alignées est corrélée à la distance entre macles primaires (Figure 4.43.a). Nous pouvons

néanmoins noter que la distribution de l'épaisseur des macles primaires est très proche des deux autres distributions ;

- pour des vitesses de sollicitation rapides, la distance entre centres de cupules alignées est corrélée à l'épaisseur des macles primaires (Figure 4.43.b).

De ce fait nous proposons un scénario d'amorçage de la rupture sur ces zones, en fonction de la sollicitation considérée, illustré sur la Figure 4.44 et la Figure 4.45.

Scénario de germination des cupules alignées Cas d'une sollicitation à vitesse de déformation quasi-statique

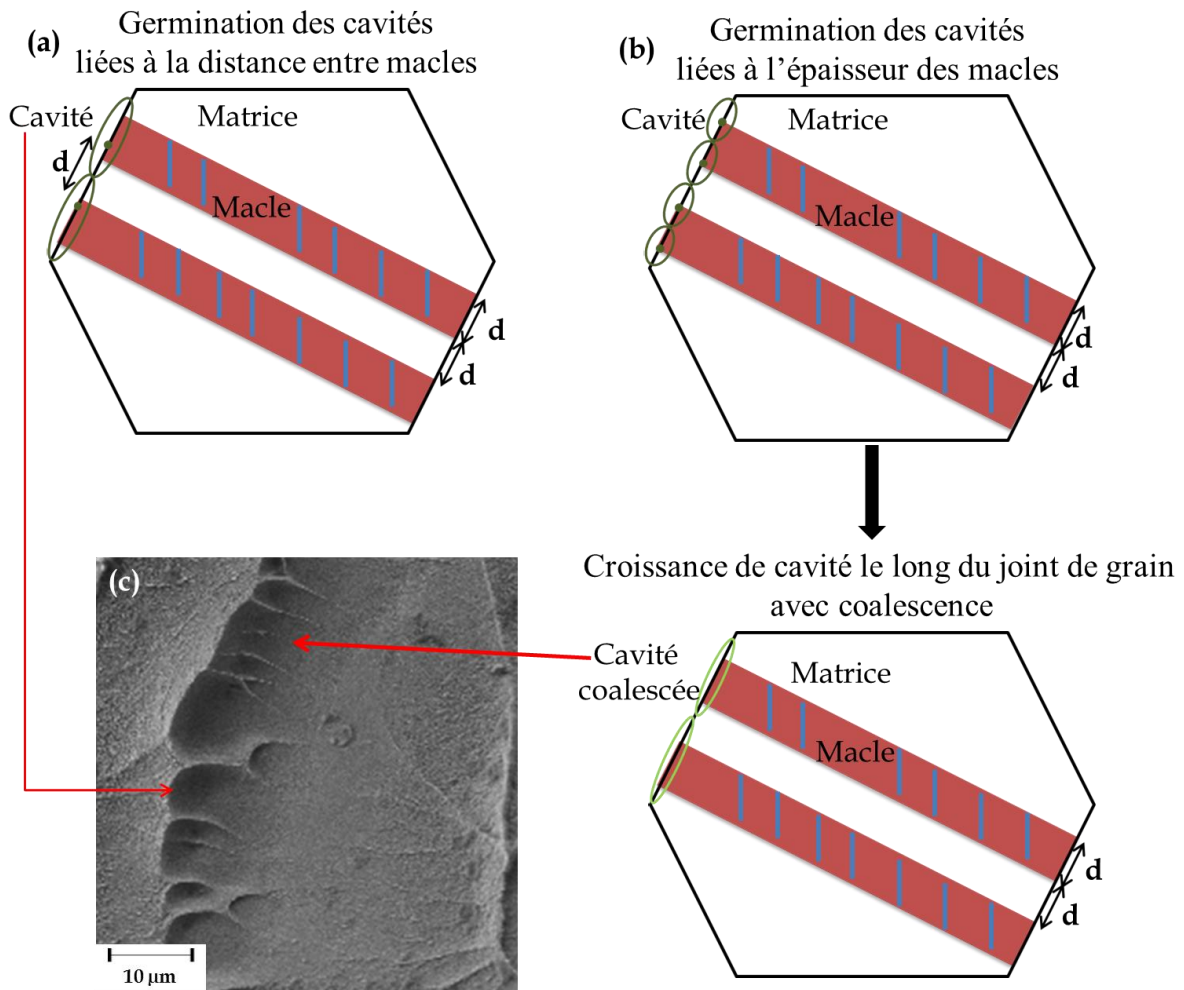


Figure 4.44 - Schéma illustrant la germination des cupules alignées en tête de macles dans le cas d'une sollicitation à vitesse de déformation quasi-statique : modes possibles de germination et croissance de cavités (a) lié à la distance entre macles primaires ou (b) lié à l'épaisseur des macles, suivi d'une croissance par coalescence ; (c) illustration des morphologies de cupules sur la fractographie d'une éprouvette de traction lisse plate du bloc LC'' - le ratio taille de macle/taille de grains et la densité de macles ne sont pas respectés par souci de clarté

En considérant les évolutions très similaires des distributions de la distance entre centres de cupules alignées et de la distance entre macles primaires (Figure 4.43.a), nous proposons le scénario suivant : étant donné les fortes incompatibilités mécaniques aux interfaces et l'importante concentration de contraintes qui en résulte, des cavités peuvent germer au niveau de points triples qui se situent là où se joignent matrice, joint de grains et macles (Figure 4.44.a), espacées donc de la distance entre macles. Cette hypothèse repose notamment sur l'observation des polygones en fond de cupules, indice du rôle important de la plasticité sur les mécanismes de rupture. Ces cavités croissent ensuite grâce à une déformation plastique supplémentaire (Figure 4.44.c).

Néanmoins, nous ne pouvons pas exclure la distribution de l'épaisseur des macles primaires qui présente une évolution similaire aux deux distributions précédemment mentionnées. C'est pourquoi nous proposons également un mécanisme de germination de cavités espacées de l'épaisseur de la macle, qui pourraient ensuite coalescer après l'étape de croissance (Figure 4.45.b).

Ces deux cas sont illustrés sur une des fractographies (Figure 4.45.c) et ont été observés de manière récurrente dans le cadre de notre étude. La coalescence des cavités est visible sur la Figure 4.45.c à des fins d'illustration mais dans certains cas, elle se révèle difficilement perceptible lors des mesures manuelles, ce qui explique les différences entre distributions.

Pour des vitesses de sollicitation élevées, la distribution liée à la distance entre macles primaires est trop éloignée de celles des distances entre centres de cupules alignées. C'est pourquoi un seul scénario de germination de cupules est proposé (Figure 4.45.a et b).

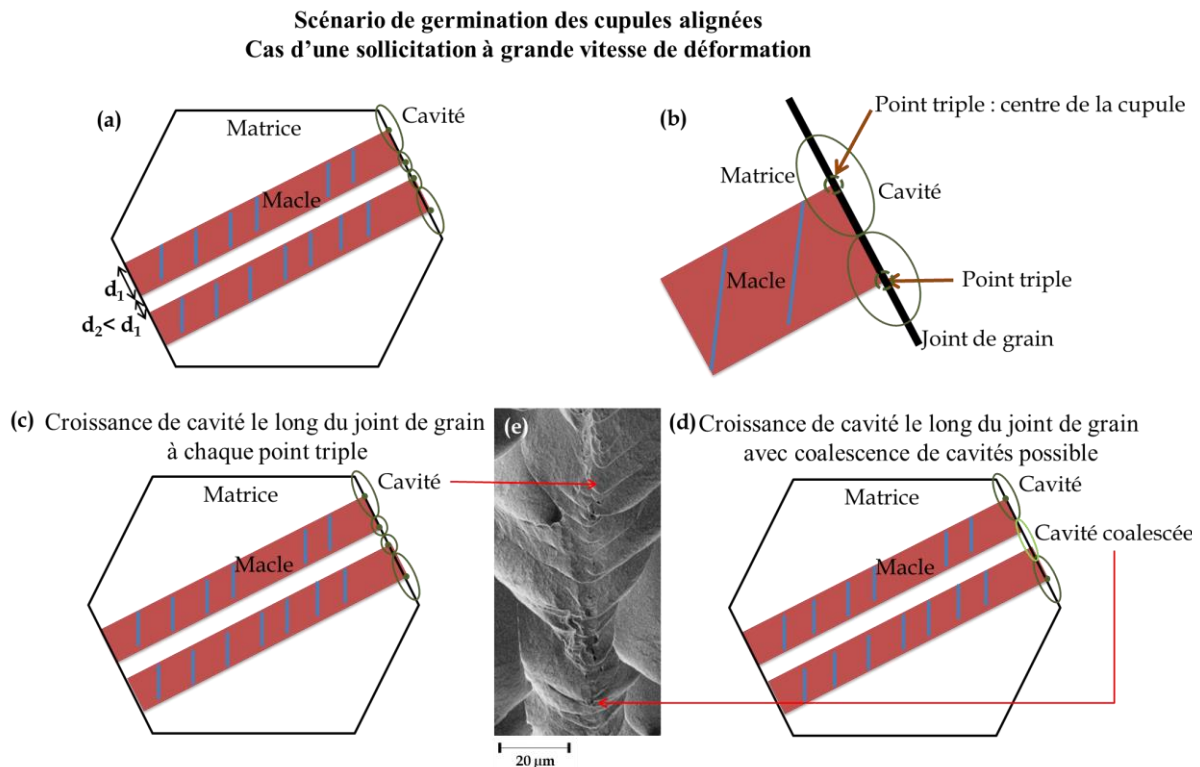


Figure 4.45 – Schéma illustrant la germination des cupules alignées en tête de macles : (a) représentation d'un grain β maclé, le ratio taille de macle/taille de grains et la densité de macles ne sont pas respectés par souci de clarté ; (b) zoom sur le point triple situé à l'interface macle/matrice/joint de grain ; (c)(d) modes de croissance de cavités possibles sans ou avec coalescence respectivement, illustrés sur (e) la fractographie d'une éprouvette de résilience issue de l'étude [Bro17]

Le scénario de rupture dans cette zone se décrit comme celui présenté en quasi-statique, à l'exception que la germination de cavités se fait avec un espacement de l'épaisseur de la macle (Figure 4.45.b). Cette différence s'explique car dans le cas des vitesses de déformation élevées, la distance entre macles est très faible devant l'épaisseur de la macle. Ces grandeurs étaient équivalentes dans le cas d'une sollicitation quasi-statique.

Les cavités alignées croissent ensuite grâce à une déformation plastique supplémentaire. Deux options de croissance peuvent alors être considérées : les plus petites cavités peuvent coalescer (Figure 4.45.d) ou pas (Figure 4.45.c), ce qui expliquerait les différences observées entre distributions de taille. Cela est illustré sur une fractographie d'une éprouvette de résilience issue de l'étude [Bro17] et a également été observé dans le cadre de notre étude.

La mise en perspective des études quantitatives de la rupture et de la déformation a donc permis de montrer que les macles, et plus particulièrement les interfaces triples matrice/macle/joint de grains jouent probablement un rôle prépondérant car elles constitueraient des sites de germination d'une certaine population de cupules. Cependant, malgré les différences observées tout au long de ce chapitre (variation de la densité de macles et de sites de germination de cavités), la vitesse de déformation ou le mode de sollicitation n'ont pas un effet significatif quant aux changements de mécanismes de rupture et de déformation. Ce faible effet ne permet donc pas d'identifier clairement des paramètres clés jouant sur ces mécanismes.

Nous avons également mis en évidence une forte variabilité des propriétés en fonction de l'historique thermomécanique subit par le matériau étudié. L'effet de ces paramètres pourrait donc être étudié. Néanmoins, cette étude reposerait beaucoup sur la quantification de ω_{iso} , qui se révèle complexe. De fait, nous avons choisi de conserver la microstructure connue à température ambiante et de faire varier un dernier paramètre dans le cadre de notre étude : la température de sollicitation.

Références

- [Bro17] Brozek, C. (2017) *Conception et développement de nouveaux alliages de titane à haute ductilité et fort écrouissage*. Thèse, Université Pierre et Marie Curie.
- [Dan19] Danard, Y. (2019) *Développement d'alliages de titane « transformables par déformation » : étude des relations microstructure/propriétés mécaniques*. Thèse, Université Paris Sciences et Lettres.
- [Gar19] Garcia, JM. (2019) *Mechanical characterization of Linear Friction Welded Titanium alloys*. Thèse, Université Paris Sciences et Lettres.
- [Gary] <https://sites.google.com/site/hopkinsonbars/> (en date du 06/08/2020)
- [Lai16] Lai, MJ., Tasan, CC., Raabe, D. (2016) *On the mechanism of {332} twinning in metastable β titanium alloys*. Acta Materialia, 111, p.173-186.
- [Lil19] Lilensten, L., Danard, Y., Brozek, C., et al. (2019) *On the heterogeneous nature of deformation in a strain transformable beta metastable Ti-V-Cr-Al alloy*. Acta Materialia, 162, p. 268-276.
- [Mar12] Marteleur, M., Sun, F., Gloriant, T. et al. (2012) *On the design of new β -metastable titanium alloys with improved work hardening rate thanks to simultaneous TRIP and TWIP effects*, Scripta Materialia, 66(10), p. 749-752.
- [Par19] Pardoën, T., Hannard, F., Maire, E. et al. (2019) *Des matériaux ultra-résistants c'est bien, des matériaux qui sont également tenaces, c'est mieux !* Présentation, Journées annuelles SF2M 2019, Ténacité et rupture brutale.
- [Rac74] Rack, HJ. (1974) *Fracture Toughness Behavior of Unaged Beta-III Titanium, Toughness and Fracture Behavior of Titanium*, American Society for Testing and Materials, STP 651, p. 43-63.
- [Rau08] Rauch, EF., Véron, M., Portillo J, et al. (2008) *Automatic Crystal Orientation and Phase Mapping in TEM by Precession Diffraction*. Microscopy and Analysis, 93, S5-S8.
- [Ric69] Rice, JR. et D. M. Tracey, DM. (1969) *On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 17(3): p. 201-217.
- [Tan01] Tanguy, B. (2001) *Modélisation de l'essai Charpy par l'approche locale de la rupture: application au cas de l'acier 16MND5 dans le domaine de transition*. Thèse, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.

- [Timet] www.timet.com, fiches techniques, en date du 05/10/2020.
- [Tio19] Tioguem Teagho, F. (2019) *Lien entre microstructure et transition ductile-fragile des aciers trempés-revenus à haute résistance*. Thèse, Université Paris Sciences et Lettres.
- [Yao19] Yao, K., Min, X., Emura, S. (2019) *Enhancement of impact toughness of β -type Ti-Mo alloy by $\{332\}<113>$ twinning*, Journal of Materials Science, 54, p. 11279-11291.

Chapitre 5 :

Etude de l'effet des températures

négatives sur le comportement

mécanique

Ce chapitre s'intéresse à l'effet de la diminution de température, à partir de la température ambiante et jusqu'à -196 °C , sur le comportement mécanique de l'alliage de notre étude. Au travers des essais déjà sélectionnés dans le chapitre 4, nous identifierons dans quelles mesures les mécanismes de rupture et de déformation permettent d'expliquer les variations observées macroscopiquement. A l'instar du chapitre 4, nous proposons un lien entre la rupture et la déformation à température négative.

A l'instar du chapitre 4, dans un souci d'allègement du texte, nous nommerons un essai ou une éprouvette provenant du bloc X : « essai X » ou « éprouvette X » (ex : les essais LC' sont plus reproductibles que les essais LTIM').

Le chapitre 4 a permis d'étudier le comportement mécanique à température ambiante d'un alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn issu d'une plaque plus massive (23 kg) que les boutons (200 g) utilisés dans l'étude [Bro17]. Malgré une dispersion récurrente des propriétés observée, le chapitre 4 a permis de mettre en évidence un lien entre déformation et rupture, non documenté à notre connaissance pour les alliages de titane TRIP/TWIP.

Toutefois, les différents essais et expertises menés n'ont pas permis de mettre en évidence la présence de martensite. Nous supposons d'après les observations de l'étude [Bro17] qu'elle se forme dans cet alliage mais dans notre cas, il est probable qu'elle soit de taille très inférieure à celle des macles et qu'elle se forme en petite quantité en tant que mécanisme de déformation secondaire (aux interfaces ou au sein des macles) ou qu'elle se reverse aux petites déformations ou à rupture, lors d'une décharge, comme recensé dans l'étude [Dan19]. Tout cela rend la détection de la martensite complexe.

D'après nos connaissances, le comportement des alliages de titane TRIP/TWIP à chaud a déjà été étudié [Yao19] et mène à des conclusions assez logiques : la précipitation de phase oméga puis, à plus haute température, la prise d'oxygène voire d'azote empêchent le déclenchement des effets TRIP et/ou TWIP, ce qui conduit à une fragilisation du matériau, donc à une détérioration des propriétés mécaniques. En revanche, peu d'études, hormis celles de Rack *et al.* [Rac74] et Hanada *et al.* [Han86], présentées dans le chapitre 2, recensent les propriétés à froid de ce type d'alliages. Aussi, dans l'optique de comprendre la compétition qui existe entre glissement des dislocations, maclage et transformation de phases sous contrainte pour ce type d'alliage, nous avons souhaité favoriser fortement le déclenchement de martensite sous contrainte. Or le point M_s des alliages de titane β se situe en dessous de la température ambiante. Afin d'augmenter la stabilité thermodynamique de la martensite nous avons donc choisi d'étudier le comportement à température négative d'un alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn, sur une gamme de températures comprise entre -196 °C et la température ambiante, et ce, en réalisant les mêmes essais que dans le chapitre 4. Voici le détail des températures auxquelles ont été réalisés les différents essais mécaniques et leur utilité dans notre étude.

- **-196 °C :** condition la plus basse accessible au laboratoire pour étudier les mécanismes de déformation et de rupture ;
- **-100 °C :** température de comparaison entre tous les essais mécaniques. Cette température a été choisie, certains équipements ne pouvant pas fonctionner correctement en dessous de cette température ;
- **-40 °C / -50 °C :** température de service en vue de certaines des applications aéronautiques visées (carter de rétention pour les moteurs d'avion) ;
- **Autres températures :** pour les essais de traction et de résilience d'autres températures ont été testées pour compléter la matrice d'essais et délimiter les transitions de comportement, en considérant la facilité de mise en place de ces essais.

En raison de la disponibilité de matière, cette caractérisation à différentes températures n'a été effectuée que sur le bloc LTIM'.

I. Comportement quasi-statique

I.1. Comportement mécanique macroscopique

I.1.a. Propriétés mécaniques en traction uniaxiale

Cinq essais sur éprouvettes lisses prélevées dans le sens L ont été réalisés entre -150 °C et 0°C. Parmi ces essais, un essai interrompu à 5 % de déformation a été réalisé à -100 °C. La Figure 5.1 présente les courbes contrainte vraie – déformation vraie des quatre essais de traction à rupture pour la gamme de températures testée, comparés avec un essai réalisé à température ambiante. Les paramètres d'intérêt extraits des courbes nominales et des éprouvettes rompues sont récapitulés dans le Tableau 5.1.

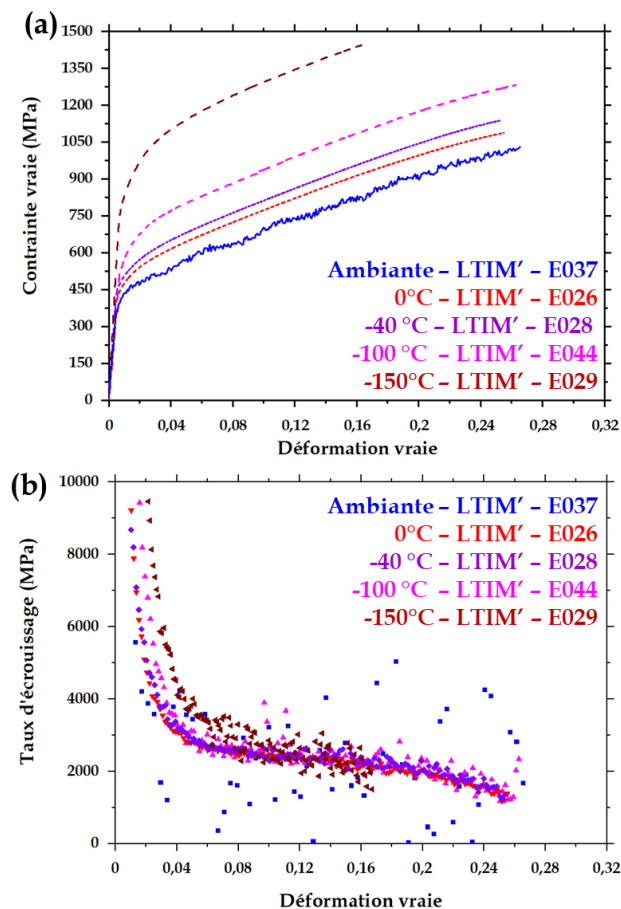


Figure 5.1 – (a) Courbes contrainte vraie – déformation vraie des essais de traction sur éprouvettes plates (épaisseur 2 mm), sens L, bloc LTIM' ; (b) courbes d'écrouissage associées

Tableau 5.1 – Propriétés mécaniques extraites des essais de traction réalisés sur éprouvettes plates LTIM' - pour chaque température la variation par rapport à la température ambiante est mentionnée entre parenthèses

Température d'essai Identifiant essai	Rp _{0,2} (MPa)	Rm (MPa)	Rm-Rp _{0,2} (MPa)
Ambiante E037	394	791	397
0 °C E026	439 (+11 %)	849 (+7 %)	410 (+3 %)
- 40 °C E028	529 (+34 %)	891 (+13 %)	362 (-9 %)
- 100 °C E044	564 (+43 %)	990 (+25 %)	426 (+7 %)
- 150 °C E029	801 (+103 %)	1228 (+55 %)	427 (+8 %)

Température d'essai Identifiant essai	Allongement homogène (%)	Allongement à rupture (%)	Réduction d'aire à rupture (%)
Ambiante – E037	30	37	50
0 °C – E026	20 (-33 %)	24 (-35 %)	31 (-38 %)
- 40 °C – E028	24 (-20 %)	28 (-24 %)	52 (+4 %)
- 100 °C – E044	28 (-7 %)	35 (-5 %)	51 (-2 %)
- 150 °C – E029	18 (-40 %)	25 (-32 %)	*

** une erreur de manipulation a mené à l'écrasement de l'éprouvette entre les mors après essai, ce qui ne permet pas l'expertise du faciès de rupture*

Ces courbes fournissent un résultat plutôt inattendu. Bien que l'augmentation de limite d'élasticité avec la diminution de température soit connue pour les métaux cubiques centrés [Add91], nous pensions que la précipitation de martensite sous contrainte, normalement favorisée par la diminution de température aurait conduit à une chute de la limite d'élasticité et de la ductilité. Les courbes contrainte-déformation montrent que l'effet TRIP n'est apparemment pas déclenché en tant que mécanisme primaire (martensite dans la matrice) car le plateau caractéristique sur les courbes de traction (observé par C. Brozek à température ambiante) n'est pas observé.

Un durcissement du matériau est observé, traduit par une augmentation significative de la limite d'élasticité mais également de la résistance mécanique (Tableau 5.1) d'autant plus que la température diminue. En revanche, l'effet de la diminution de température sur l'écrouissage (Figure 5.1.b et Tableau 5.1), sur les allongements homogène et à rupture et sur la réduction d'aire à rupture (Tableau 5.1) est compris dans la dispersion usuelle jusqu'à -100 °C. A l'instar des essais réalisés à l'ambiante, la différence de comportement mécanique se situe entre 0 et 5 % de déformation plastique, où l'écrouissage local augmente fortement.

Toutefois, nous notons un fort effet de la diminution de température pour l'essai réalisé à -150 °C, où les variations de limite d'élasticité conventionnelle et de résistance mécanique par rapport aux essais à température ambiante sont significatives. Cela est le signe d'une modification des mécanismes de rupture et/ou de déformation entre -100 °C et -150 °C que nous étudierons dans la suite de ce chapitre.

Une partie de ces résultats fait écho à la littérature. Dans le chapitre 2, nous avons présenté l'étude de Hanada *et al.* [Han86] qui recense des propriétés en traction à 26 et -196 °C d'alliages Ti-Cr (8, 10, 11,5 %Cr mass.) présentant du maclage. L'augmentation de la limite d'élasticité et de la résistance mécanique y est également observée. En revanche, la diminution de la réduction d'aire à rupture et de l'allongement à rupture avec la température, recensés par [Han86], ne sont pas observés dans notre cas. Aucune mention n'est faite de l'évolution détaillée de l'écrouissage. Une augmentation est observée grâce aux valeurs reportées de la limite d'élasticité et de la résistance mécanique mais aucune courbe contrainte-déformation ou courbe dérivée n'est fournie dans cette étude.

À titre de comparaison, nous affichons dans le Tableau 5.2 les propriétés en traction uniaxiale d'un alliage β industrialisé de composition Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al (%mass. - Ti 15-3 [Timet]), ne se déformant pas par maclage ou par transformation de phase sous contrainte.

Tableau 5.2 – Propriétés d'un alliage β Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al (mise en solution à $T_{\beta} + 20-40$ °C, vieillissement 8h à 538 °C) sollicité en traction uniaxiale, la variation de chaque propriété par rapport à la température ambiante est précisée entre parenthèses, d'après [Timet]

Température d'essai (°C)	Rp _{0,2} (MPa)	Rm (MPa)	Rm-Rp _{0,2} (MPa)	Allongement à rupture (%)
25	1094	1234	140	11
0	1130 (+ 3 %)	1273 (+ 3 %)	143 (+ 2 %)	11 (+ 0 %)
- 40	1179 (+ 8 %)	1327 (+ 8 %)	149 (+ 6 %)	10 (- 9 %)
- 100	1255 (+ 15 %)	1465 (+ 19 %)	209 (+ 49 %)	8 (- 27 %)
- 150	1316 (+ 20 %)	1651 (+ 34 %)	336 (+ 140 %)	7 (- 36 %)

Cette comparaison permet de soulever les mêmes évolutions que dans le cas de notre étude quant à l'augmentation de la limite d'élasticité conventionnelle et de la résistance mécanique et à la diminution de l'allongement à rupture. En revanche une augmentation de l'écrouissage est observée, au même titre que dans l'étude [Han86], contrairement à nos résultats. Malgré cette augmentation, le taux d'écrouissage de l'alliage Ti 15-3 reste toujours inférieur à celui que nous déterminons dans notre cas. L'allongement à rupture reste également nettement inférieur à celui mesuré après nos essais. De plus les variations de la limite d'élasticité conventionnelle et de la résistance mécanique avec la diminution de la température ne sont pas aussi marquées que celles que nous observons. Cela prouve la robustesse du comportement mécanique en traction uniaxiale de l'alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn même à température négative.

A ce stade, nous ne pouvons pas trancher sur les raisons de ces différences. Nous pouvons simplement mentionner que les alliages Ti-Cr de l'étude [Han86], et notamment les compositions à 10 % et 11,5 % de chrome ainsi que l'alliage Ti 15-3 présentent une stabilité de la phase β plus importante que l'alliage de notre étude. Le mécanisme de déformation principal est, *a priori*, exclusivement constitué par le maclage mécanique couplé au glissement des dislocations pour les alliages de l'étude [Han86] et uniquement par le glissement des dislocations dans le Ti 15-3. Dans notre cas, l'étude [Bro17] a montré que l'effet TRIP pouvait se déclencher. Ces comparaisons laissent donc présager un rôle important de la stabilité de la phase β dans le comportement mécanique à température négative.

Au vu de l'évolution observée en traction, avec la diminution de la température, nous allons maintenant nous intéresser à l'évolution des mécanismes de rupture avec la température.

I.2. Physique de la rupture

Les trois faciès de rupture des éprouvettes testées entre -100 et 0 °C ont été expertisés et comparés avec un des faciès de rupture d'une éprouvette plate du bloc LTIM' testée à température ambiante. La Figure 5.2 présente les faciès de rupture en fonction de la température d'essai.

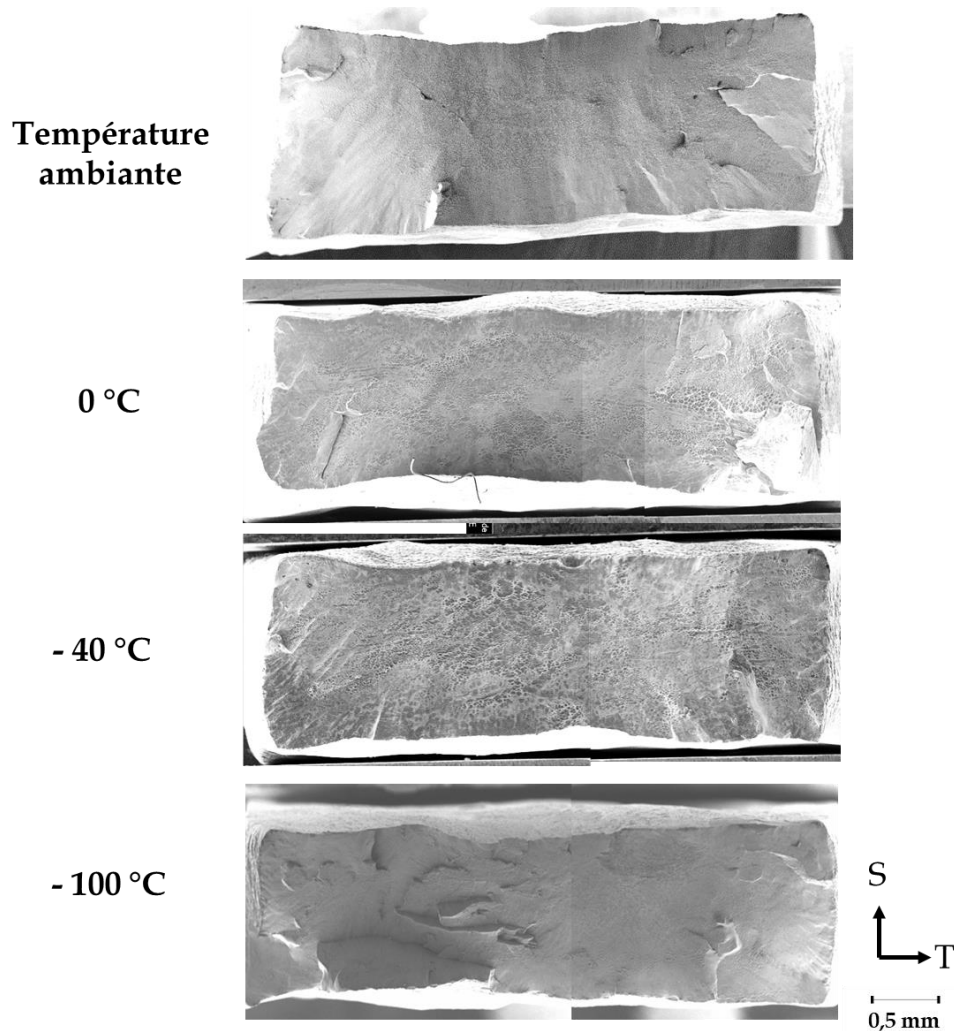


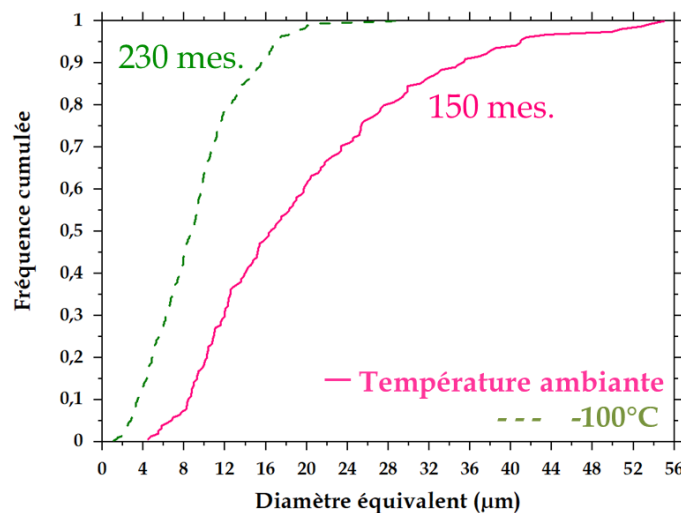
Figure 5.2 – Images MEB en électrons secondaires des faciès de rupture des éprouvettes de traction plates, prélevées dans le sens L et testées à différentes températures, rappelée à gauche de l'image – l'éprouvette testée à -150 °C n'a pas pu être expertisée à la suite d'une erreur de manipulation lors de l'essai

Nous observons une rugosité variable sur les faciès sans évolution particulière avec la diminution de température. A faible grossissement, aucune particularité ne se dégage clairement de l'analyse macroscopique de la surface de rupture, mis à part la présence de plus de macropans pour l'éprouvette testée à -100 °C. **La localisation typique de l'état de déformation plane** que nous retrouvons pour des éprouvettes plates **semble donc plus marquée à -100 °C**, bien que la rupture finale soit sensiblement similaire quelle que soit la température d'essai jusqu'à -100 °C. L'expertise de l'éprouvette testée à -150 °C aurait permis d'expliquer l'écart observé sur les courbes de traction. L'étude des surfaces de rupture d'autres

types d'éprouvettes à cette température pourra néanmoins nous apporter des éléments de réponse sur ces aspects.

Malgré l'absence d'effet de la température d'essai sur la rupture, d'ailleurs cohérente avec l'absence d'effet sur les propriétés aux grandes déformations, une étude quantitative a été menée sur la taille des cupules et sur son évolution avec la diminution de température pour déterminer si les mécanismes de germination des cavités varient à température négative. Étant donné la similitude entre les résultats des essais entre 0 et -100 °C, nous avons choisi de ne mesurer que les cupules de l'éprouvette testée à -100 °C, qui est aussi la température choisie pour la comparaison de tous les essais. La Figure 5.3 montre les distributions de taille des cupules hors alignements et dans les zones alignées pour des essais réalisés à -100 °C comparées avec ceux réalisés à température ambiante.

(a) Cupules hors zone d'alignement de cupules



(b) Alignement de cupules

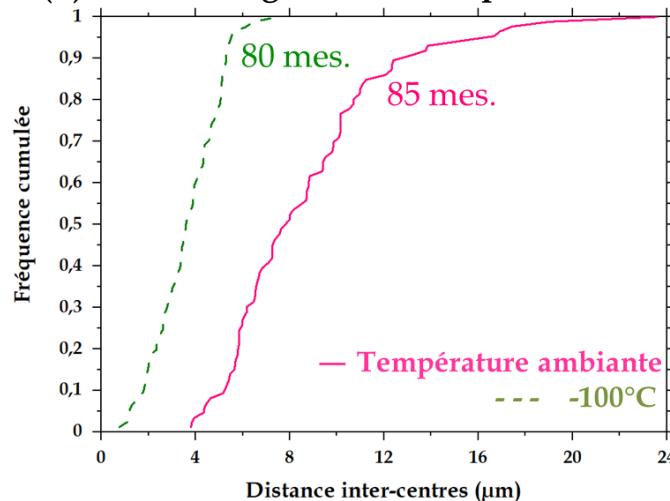


Figure 5.3 – Distribution en fréquence cumulée : (a) diamètre des cupules hors « alignements », (b) distance entre centres de cupules alignées, pour des éprouvettes lisses testées à -100 °C et à température ambiante

Quel que soit le type de cupules considéré, elles sont plus petites lors d'un essai à -100 °C qu'à température ambiante : 50 % des cupules hors alignements mesurent moins de 9 μm à -100 °C

contre $16\text{ }\mu\text{m}$ à température ambiante. De même 50 % des cupules alignées font moins de $3,5\text{ }\mu\text{m}$ à $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ contre $8\text{ }\mu\text{m}$ à température ambiante.

Cet écart significatif nous amène à penser que **la germination des cavités n'est pas retardée et que la densité de sites de germination est plus importante à plus basse température**. En effet, la réduction d'aire à rupture et les allongements à rupture étant similaires pour les différentes températures testées, la taille des cupules mesurée n'est pas tributaire d'une différence de conditions de déclenchement de la striction et de l'évolution géométrique post-striction. Dans le cas de l'alliage étudié, nous avons vu à température ambiante que la taille des cupules est fortement liée à la distance entre les sites de germination de cavités. Cela correspond à la distance entre macles primaires ou à l'épaisseur des macles primaires pour les cupules alignées. De ce fait, l'étude des mécanismes de déformation à $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ nous permettra de vérifier si cette diminution de taille de cupules est liée à une diminution des longueurs caractéristiques du maclage avec la diminution de température ou si un autre paramètre intervient dans la germination des cavités.

I.3. Physique de la déformation

I.3.a. Évolution de la phénoménologie de la déformation avec la température d'essai

Les différences de comportement mécanique observées en traction traduisent macroscopiquement la modification des mécanismes de déformation. En effet, aux petites déformations, nous avons noté l'augmentation de la limite d'élasticité croissante avec la diminution de température.

Nous avons vu dans la partie I.1.a de ce chapitre que ces résultats étaient en certains points similaires à la littérature [Han86] mais présentaient une absence d'évolution de la réduction d'aire à rupture, de l'allongement à rupture et de l'écrouissage global avec la diminution de température.

À la suite des observations effectuées grâce aux courbes contrainte-déformation, nous avons réalisé une analyse EBSD après essai de traction interrompu à 5 % à $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$. Nous la comparons avec la même analyse réalisée après essais à température ambiante (Figure 5.4). Nous avons souhaité suivre par corrélation d'images numériques les essais à $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ mais le givre créé sur l'enceinte ne permettait pas ce suivi. Nous avons alors pris des images à l'état initial et après essai mais la corrélation n'a pas fonctionné non plus. Nous ne disposons donc pas de champ de déformation locale.

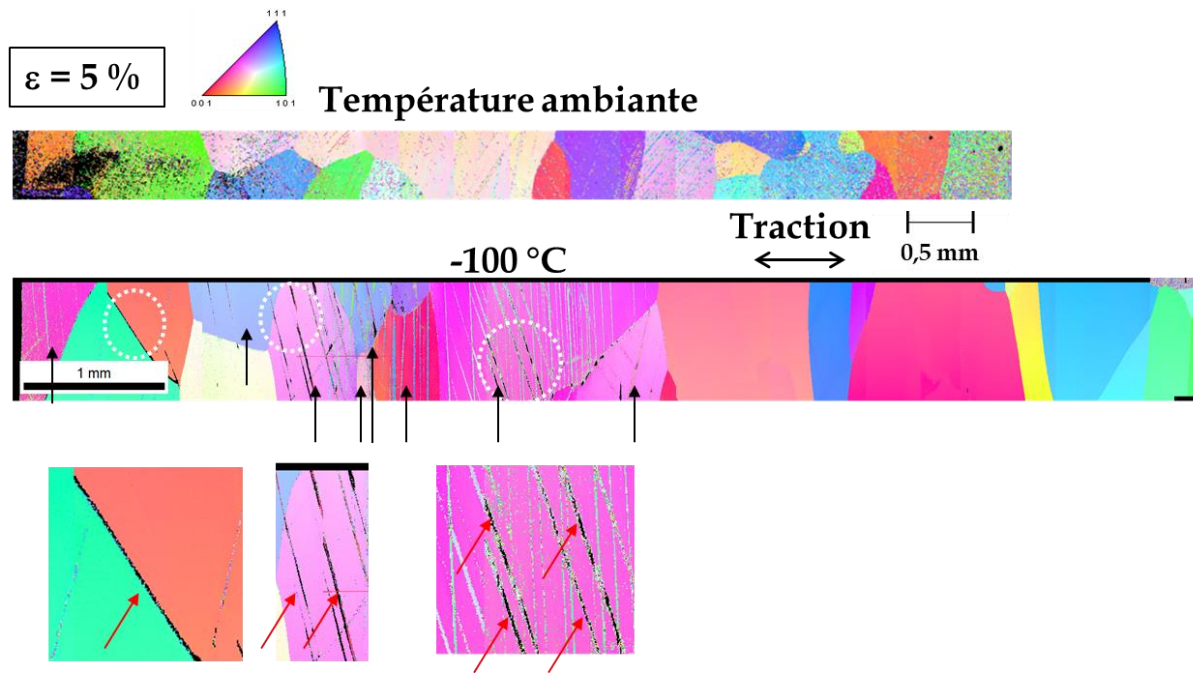


Figure 5.4 – Cartographies EBSD : figure de pôles inversé d'éprouvettes de traction lisses plates déformées jusqu'à 5 %, à température ambiante et -100 °C, les flèches noires repèrent les grains maclés à -100 °C et un zoom est effectué sur quelques zones d'intérêt

Ces analyses nous permettent de mettre en évidence l'effet de la température sur les éléments caractéristiques de la déformation. C'est un aspect qui n'est pas traité dans l'étude de Hanada *et al.* [Han86]. Nous observons que la densité de macles est moins importante pour l'essai réalisé à -100 °C que pour celui réalisé à température ambiante. Sur la vingtaine de grains analysés pour l'éprouvette déformée à 5% à -100 °C, seuls huit sont maclés alors que le maclage était généralisé à tous les grains pour ce taux de déformation de 5 %, à température ambiante. Nous n'avons pas réalisé d'analyse EBSD pour les essais réalisés à d'autres températures intermédiaires, par souci de priorisation des essais et des analyses. En revanche, la température ne semble pas avoir d'effet sur la cinétique d'épaississement de la macle car celles-ci mesurent entre 4 et 19 μm , ce qui se situe dans le même intervalle que les mesures réalisées à température ambiante (8 à 20 μm) pour la même déformation globale.

Afin de comprendre l'effet de la diminution de la température, nous nous sommes intéressés à la littérature sur les mécanismes de formation et de propagation des macles et sur l'effet de la température sur le maclage. De manière simplifiée, le développement du maclage passe par trois étapes : germination, croissance et épaississement [Bey14] (Figure 5.5).

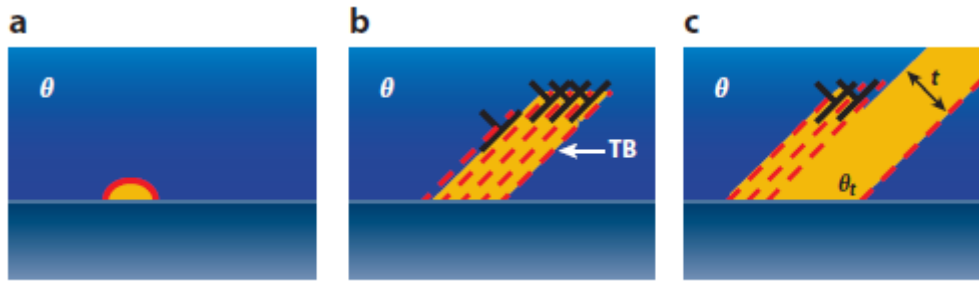


Figure 5.5 – Illustration de (a) germination, (b) propagation et (c) épaississement d'une macle (en jaune).

L'épaisseur de la macle (t) correspond à la distance entre deux joints de macles (TB). La région bleue du bas correspond à un grain et celle du haut à un autre grain d'orientation θ différente. θ_t est l'orientation de la macle. Les lignes pointillées rouges correspondent aux plans de glissement. Les T noirs renversés représentent les dislocations de macles – [Bey14]

Dans le cas des alliages de titane β TRIP/TWIP, le type de dislocations mises en jeu pour le maclage $\{332\}\langle 11\bar{3}\rangle$ n'est pas connu de façon certaine. Cottrell et Bilby [Cot51] proposent un mécanisme de germination de macles par glissement de dislocations partielles dans le plan de maclage. Une fois la première « couche » de macle formée, la macle s'épaissit grâce à la propagation des dislocations partielles dans les plans voisins. Cette théorie a été appliquée au maclage $\{332\}\langle 11\bar{3}\rangle$ par Rusakov *et al.* [Rus06].

Nous avons vu dans le chapitre 2, que deux scénarios d'évolution après formation d'une macle étaient possibles : l'épaississement ou la multiplication de macles. L'étude quantitative du chapitre 4 a permis de confirmer que la multiplication des macles se produisait préférentiellement, comme déjà mis en évidence dans l'étude [Dan19] sur la composition Ti-8,5Cr-1,5Sn. Cela signifie que la mobilité des dislocations aux interfaces macles/matrice est faible.

En effet, le mécanisme proposé par Cottrell et Bilby [Cot51] suggère que l'épaississement d'une macle déjà existante est en principe facilité devant la formation d'une nouvelle macle, étant donné que la formation de la première « couche » nécessite une contrainte supérieure à celle requise pour la croissance des autres « couches » de la macle. Néanmoins Sumino *et al.* [Sum66] mentionnent que la macle peut rencontrer des obstacles (autre dislocation, précipités, ...) qui limiteront la mobilité des dislocations d'interface donc la vitesse d'épaississement de la macle. La contrainte locale alors induite par ces obstacles peut s'opposer à la contrainte macroscopique. Par conséquent l'épaississement des macles sera retardé. De ce fait, afin de continuer à accommoder la contrainte externe, la formation de nouvelles macles sera favorisée.

A ce mécanisme, il faut ajouter la diminution de température. La littérature rapporte une diminution de la mobilité des dislocations et une augmentation de la cission critique de maclage avec la diminution de température [Add91] [Ter67] [Jao08]. A l'épaississement des macles déjà défavorisé, il faut ajouter l'augmentation de la contrainte critique de déclenchement du maclage, liée à l'augmentation de la limite d'élasticité avec la diminution de la température. Cela signifie qu'il faut également fournir plus d'énergie pour former une nouvelle macle. C'est pourquoi aux petites déformations, nous observons moins de macles à basse température.

Néanmoins l'analyse en détail de la cartographie montre des zones totalement non indexées (pixels noirs, pointés par les flèches rouges sur les agrandissements effectués sur la Figure 5.4)

à l'intérieur des macles et au niveau des joints de grains. La localisation très précise de ce type de zones fait écho aux observations de l'étude [Dan19] et laisse penser que de **la martensite induite sous contrainte pourrait être formée** à ces endroits-là. Celle-ci serait donc un **mécanisme secondaire de déformation**, ce qui explique l'absence de palier caractéristique de l'effet TRIP (en tant que mécanisme primaire) sur la courbe de traction (Figure 5.1.a). Nous n'avons pas, dans notre cas, analysé les macles à une échelle fine en EBSD mais l'analyse détaillée de la microstructure après essai à température négative serait nécessaire pour statuer sur la présence ou non de cette phase. La faible quantité de martensite éventuellement présente n'aurait pas été détectable selon nous par diffraction des rayons X au laboratoire. Cette opinion est confortée par le fait que des études menées au laboratoire pour caractériser la présence de martensite dans les alliages de titane TRIP/TWIP lors d'un essai de traction utilisent uniquement la diffraction des rayons X sous faisceau de haute énergie au synchrotron [Bro17][Dan19][Lil19].

Cette première partie a mis en évidence le durcissement supplémentaire déclenché dans un alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn avec la diminution de température malgré l'absence d'effet TRIP comme mécanisme primaire de déformation. Seules la limite d'élasticité et la résistance mécanique semblent être tributaires de la température. Ces résultats, différents de la littérature, montrent que la stabilité de la phase β régit les propriétés mécaniques des alliages de titane β TRIP et/ou TWIP, même à température négative. Une différence dans le comportement mécanique à température négative a également été identifiée entre -100 et -150 °C, au même titre que lors de l'observation des surfaces de rupture.

L'étude des surfaces de rupture a également mis en évidence l'augmentation de la densité de sites de germination de cavités.

L'étude des mécanismes de déformation fait écho aux observations faites en rupture car le maclage n'est pas favorisé à température négative par comparaison à la température ambiante. La diminution de température diminue la mobilité des dislocations ce qui empêche la multiplication ou l'épaississement des macles. Ce n'est donc pas le mécanisme de déformation par maclage qui est à l'origine de l'augmentation de l'écrouissage observée localement aux petites déformations.

De ce fait, ces observations soulèvent la question du phénomène à l'origine de l'augmentation locale de l'écrouissage observée entre 0 et 5 % de déformation, puisque cela ne semble pas venir de la densité ou des caractéristiques des macles.

A l'instar de la démarche du chapitre 4, nous allons maintenant nous intéresser plus en détail à l'effet de la diminution de température sur la propagation de fissure.

II. Résistance à la fissuration stable

II.1. Effet de la diminution de température sur l'amorçage et la propagation de fissure

II.1.a. Effet sur les propriétés mécaniques

Dans cette partie, nous conduisons quatre essais J- Δa , tels que ceux présentés dans le chapitre 4, sur des éprouvettes CT 10 T-L.

Nous avons également réalisé quatre essais sur éprouvette L-T mais nous préférons nous concentrer sur les essais sur éprouvettes T-L car lors des essais sur éprouvettes L-T, nous avons remarqué que les goupilles ne tournaient pas librement dans les trous de goupilles. Les résultats que nous allons présenter dans la suite de cette partie sur éprouvettes T-L suivent la même tendance sur les éprouvettes L-T. Le problème lié aux goupilles semble donc avoir eu un effet minime sur les résultats observés à l'ambiante mais nous avons préféré nous en affranchir pour étudier l'effet de la diminution de température.

La Figure 5.6.a et b permet de mettre en évidence l'augmentation de la pente de début d'essai avec la diminution de température jusqu'à -100 °C. Cette évolution fait écho à l'augmentation de l'écrouissage aux petites déformations en traction. De plus, nous observons la diminution de l'ouverture à l'amorçage avec la diminution de température, ce qui traduit un amorçage plus facile aux basses températures. Après le maximum de force, la charge lors de la propagation de fissure chute plus rapidement avec la diminution de température jusqu'à -100 °C. A l'instar des essais de traction uniaxiale, nous remarquons un changement de comportement mécanique à -150 °C, traduit dans ce cas par une chute brutale de la charge.

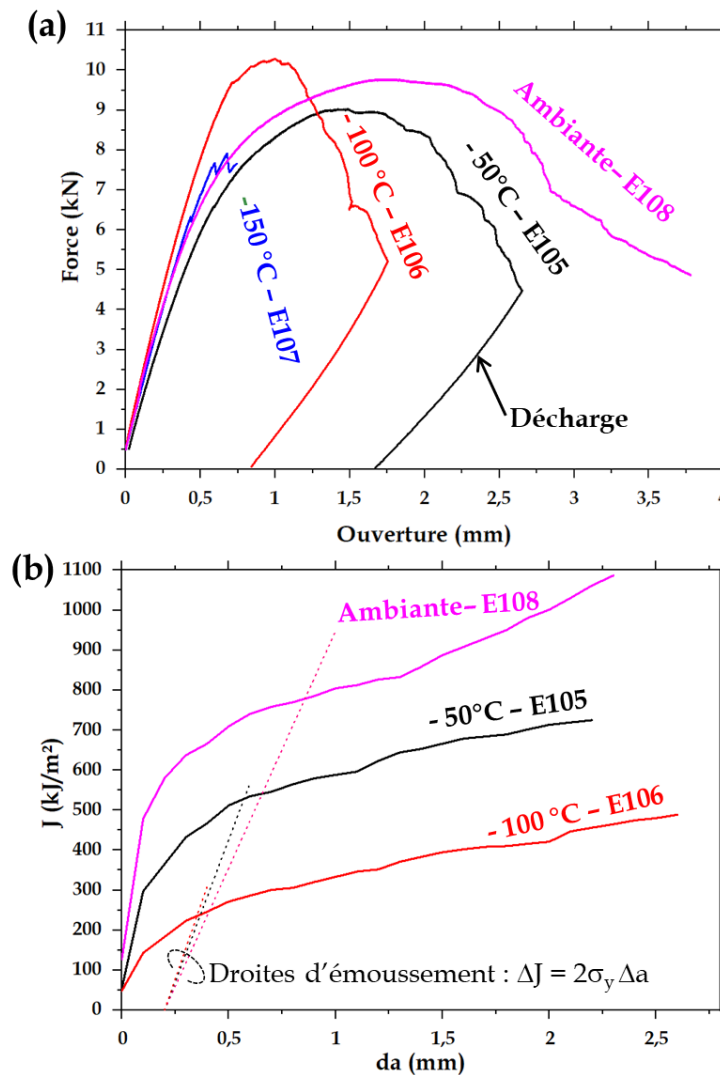


Figure 5.6 - (a) Courbes force-ouverture des essais J- Δa réalisés sur éprouvette CT10 T-L et

- (b) courbes J- Δa associées – la courbe J- Δa à - 150 °C n'est pas tracée au vu de la rupture brutale visible sur la figure (a) ; les droites pointillées ont servi à la détermination de $J_{0,2}$, avec $\sigma_y = \frac{Rm+Rp_{0,2}}{2}$

En considérant l'évolution des propriétés et l'étude des mécanismes de déformation déjà effectuée pour un chargement en traction uniaxiale quasi-statique, les évolutions observées lors des essais J- Δa trouvent une corrélation assez logique. En effet, la déformation maximale à rupture en pointe de fissure d'une éprouvette CT est moins importante que la déformation à rupture observée en traction. Cela entraîne une diminution de la densité de macles formées lors d'un essai J- Δa , comme nous l'avons mis en évidence à température ambiante dans le chapitre 4. Ici, il faut rajouter à cela la diminution de température, qui limite encore la quantité de macles formées, comme illustré sur les essais de traction interrompus à -100 °C. L'amorçage de la fissure est donc facilité car il se produit dans un environnement microstructural moins déformé et écroui. Le peu de macles formées ne va donc pas permettre d'accommoder la localisation de la déformation lors de la propagation de fissure, ce qui explique la chute de charge après le maximum de force lors de la propagation de fissure.

II.2. Détermination des paramètres de la loi de comportement en fonction de la température

Au même titre que dans le chapitre 4, les essais de traction réalisés en température sur éprouvette plate ont été utilisés afin de déterminer les paramètres de la loi de comportement utile au dépouillement *keycurve*. Nous avons vu dans le chapitre 4 que la détermination des paramètres sur éprouvette plate ne permettait pas un dépouillement représentatif des essais de propagation de fissure du bloc LTIM'. Après vérification, les paramètres déterminés en température ne permettent pas non plus de dépouiller de façon correcte les essais de propagation de fissure (longueurs de fissures expérimentales et théoriques différentes de 2 mm au minimum). Aucune campagne en température n'a pu être menée sur éprouvette axisymétrique entaillée pour des raisons de disponibilité matière.

Nous avons donc tenté d'utiliser les paramètres déterminés à l'ambiante sur éprouvette axisymétrique entaillée. La Figure 5.6.b présente les courbes J- Δa résultantes et le Tableau 5.3 recense les paramètres d'intérêt extraits de ces courbes et des éprouvettes rompues.

Tableau 5.3- Paramètres d'intérêt issus des courbes J- Δa de la Figure 5.6.b et des mesures réalisées sur éprouvettes rompues - pour chaque température la variation par rapport à la température ambiante est mentionnée entre parenthèses

Eprouvette	$J_{0,2}$ (kJ/m ²)	$K_{J0,2}$ (MPa.m ^{0,5})	Module de déchirement (MPa)
Ambiante E108	777	256	219
- 50 °C E105	530 (- 32%)	233 (- 9%)	123 (-44%)
- 100 °C E106	236 (- 70%)	155 (- 40%)	104 (- 53%)

Suite du tableau page suivante

Éprouvette	a_0 (mm)		a_f (mm)		Variation théorie/expérimental (valeur absolue - mm)	
	Expérimental	Théorique	Expérimental	Théorique	a_0	a_f
Ambiante E108	11,5	12,5	14	14,8	1	0,8
- 50 °C E105	12,0	12,6	14,7	14,8	0,6	0,1
- 100 °C E106	11,4	11,7	14,7	14,3	0,3	0,4

Au vu des différences raisonnables entre longueurs de fissure expérimentales et théoriques (inférieures à 1 mm), nous considérons que la méthode de dépouillement *keycurve* est utilisable pour comparer les comportements mécaniques, malgré l'évolution observée en traction avec la diminution de température. Il est possible que les valeurs de $J_{0,2}$ (et donc de K_{JC}) et de module de déchirement soit biaisées par ce choix de dépouillement mais nous estimons que les conclusions émises restent cohérentes avec le comportement mécanique observé sur les courbes force-ouverture.

Nous reportons également dans le Tableau 5.4 les valeurs d'énergie de propagation de fissure, calculées à partir de l'aire sous la courbe force-ouverture pour les quatre températures testées.

Tableau 5.4 - Évolution des valeurs d'énergie de propagation de fissure en fonction de la température pour les essais J- Δa réalisés sur éprouvette CT10 T-L ; pour chaque température la variation par rapport à la température ambiante est mentionnée entre parenthèses

Température (°C)	Energie de propagation de fissure (J)
Température ambiante	27,6
-50	17,5 (-37 %)
-100	12,1 (-56 %)
-150	5,6 (-80 %)

Ces valeurs, couplées à la diminution du module de déchirement mettent en évidence que **la propagation de fissure nécessite moins d'énergie lorsque la température diminue**. L'effet de la diminution de température sur l'énergie de propagation de fissure est très marqué allant jusqu'à une propagation de fissure brutale et instable à -150 °C (Figure 5.6). Le changement de comportement mécanique entre -100 et -150 °C est confirmée par la variation d'énergie : entre -50 et -100 °C elle est de 29 % alors qu'elle est de 58 % entre -100 et -150 °C.

L'évolution des valeurs de $J_{0,2}$, de K_{JC} et du module de déchirement nous permettent également de montrer que **la température a un effet significatif sur l'amorçage et la propagation de fissure**, cet effet étant plus marqué pour l'amorçage de la rupture. Cette observation est valable ici **pour des vitesses de sollicitation quasi-statiques** et sera vérifiée pour des vitesses de sollicitation rapides dans la partie III.1.b.

Néanmoins, il faut souligner que cette évolution était attendue au vu de la littérature [Rac74] mais que les valeurs à température négative restent quand même supérieures à celles connues pour les alliages de titane β , telles que les valeurs de K_{JC} recensées par Rack *et al.* sur un alliage Ti-10,2Mo-6Zr-4,5Sn (165 MPa.m^{0,5} à 0 °C et 43 MPa.m^{0,5} à -196 °C) [Rac74]. A notre connaissance la littérature ne mentionne pas d'autres valeurs de ténacité à température négative pour les alliages de titane β . **La résistance à la propagation de fissure est donc**

importante même à température négative jusqu'à une température seuil, où une fragilisation macroscopique du matériau est alors observée.

Dans le chapitre 4, nous avons montré que l'amorçage et la propagation de fissure étaient majoritairement conditionnés par la densité de sites de germination de cavités. Il s'agit donc d'évaluer comment ce lien évolue avec la diminution de température.

II.2.a. Effet sur les mécanismes de rupture

Les surface de rupture de deux éprouvettes, testées respectivement à $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$, sont présentées sur la Figure 5.7 avec le faciès de rupture d'une éprouvette testée à température ambiante pour rappel et comparaison, en se focalisant sur la zone de propagation de fissure correspondant à l'essai. La zone de propagation de fissure de l'éprouvette testée à $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$ continue jusqu'au talon de l'éprouvette à cause de la rupture brutale, qui n'a pas permis de post-fissurer l'éprouvette en fatigue.

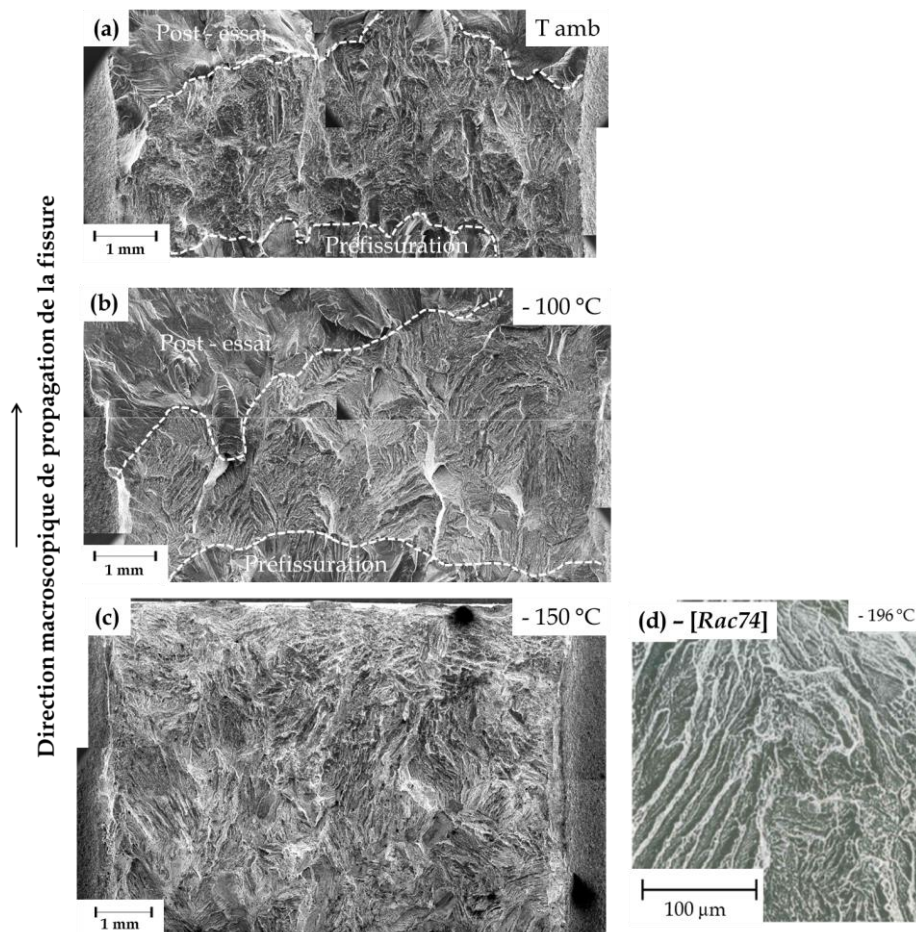


Figure 5.7- Images MEB en électrons secondaires de la zone du faciès de rupture des éprouvettes CT10 correspondant seulement à la phase de propagation sous chargement monotone, (a) température ambiante, (b) $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$, (c) $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$ – pour cette dernière éprouvette, seule une partie (représentative) de la zone correspondant à l'essai est présentée ; (d) faciès de rupture d'une éprouvette testée à $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ [Rac74], pour comparaison

Ces observations des surfaces de rupture mettent clairement en évidence l'effet de la température sur la propagation de fissure avec un changement de rugosité avec la diminution de la température, à l'instar des observations réalisées sur la rupture en traction uniaxiale.

En effet, à température ambiante (Figure 5.7.a), même si quelques macroplans se distinguent du reste du faciès, la rugosité semble homogène sur l'ensemble du faciès. En diminuant la température, à $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ par exemple (Figure 5.7.b), un nombre croissant de macroplans se distingue du faciès, au même titre que les zones d'alignements de cupules qui sont clairement visibles sur tout le faciès. Notons également que l'avancée de fissure à $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ est très hétérogène le long du front de fissure, ce qui questionne sur la validité du dépouillement *keycurve* effectué dans la partie II.2 (*le dépouillement keycurve suppose un front de fissure droit et de position connue*). Une multiplication des essais serait donc nécessaire, couplée à la détermination des paramètres de la loi de comportement à $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ afin de statuer sur la validité de la valeur de ténacité obtenue ici.

A cette même température, nous observons également que le front de fissure en fin d'essai épouse les contours d'entités de taille sensiblement millimétrique. Si nous ne pouvons pas clairement statuer sur la nature de ces entités, nous pouvons raisonnablement penser qu'il s'agit de grains β . Cette observation n'est pas transposable à température ambiante, ce qui suggère que les joints de grains jouent un rôle plus important sur le chemin de propagation de fissure à température négative. L'hypothèse qui nous apparaît la plus probable pour expliquer cette implication plus importante des joints à température négative est qu'ils constituent des obstacles au glissement des dislocations de manière plus prépondérante que le maclage, qui est défavorisé à température négative. Lors de la propagation, la fissure rencontrerait donc une microstructure localement plus écrouie que le reste de la microstructure, proches des joints de grains, ce qui expliquerait cette forme du front de fissuration.

Enfin, à $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$, ces zones représentent la quasi-totalité des éléments caractéristiques de la rupture observables sur le faciès, du moins à faible grossissement. Ce faciès en forme de « marches » rappelle un faciès de rupture macroscopiquement fragile, observé également par Rack *et al.* [Rac74] à -196°C .

La modification des mécanismes de rupture, signalée par une différence marquée de faciès entre -100 et $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$ fait écho aux différences remarquées sur les courbes de traction, qui n'avaient pas pu être confirmées avec l'analyse du faciès à $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$.

La Figure 5.8 présente le type de cupules observées pour les deux températures d'essais négatives.

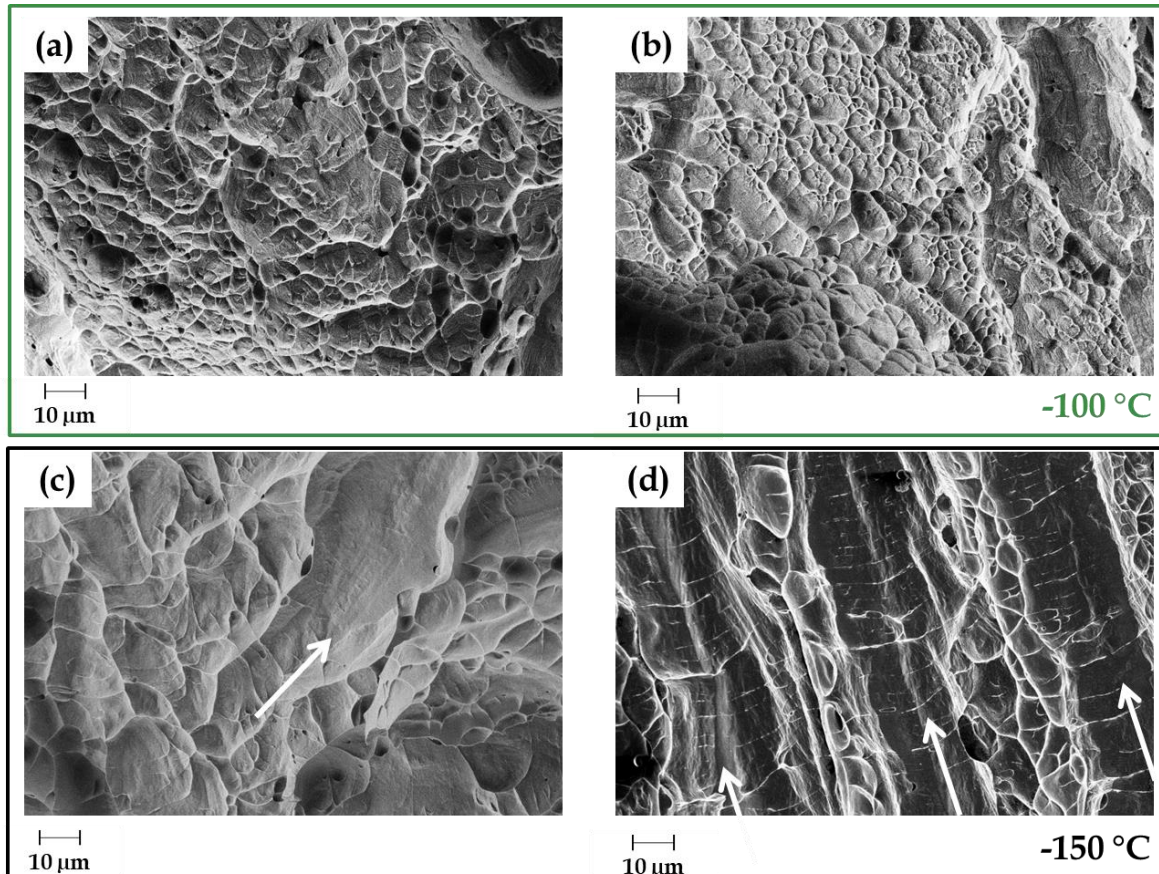
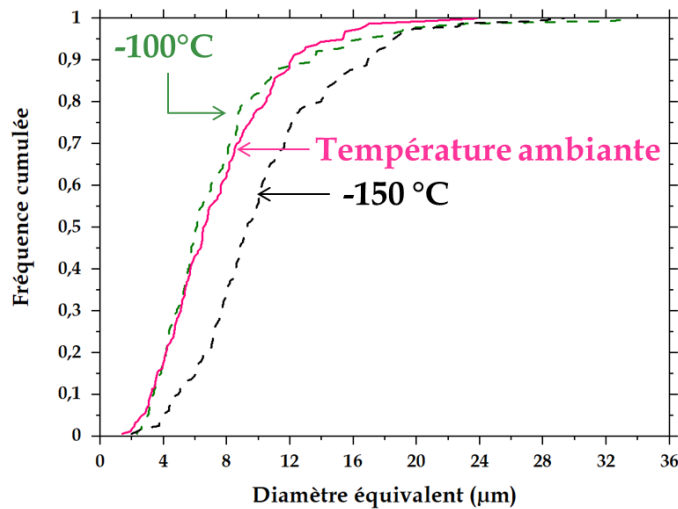


Figure 5.8 – Images MEB en électrons secondaires de cupules (a)(c) hors zones d’alignements, (b)(d) dans les zones alignées observées sur les surfaces de rupture d’éprouvettes CT10 testées à -100°C et -150 °C – les flèches blanches pointent les cavités coalescées

L’observation de la morphologie des cupules à -150 et à -100 °C révèle que les cavités à -150 °C ont généralement coalescé plus fréquemment et sur de plus grandes distances que celles à -100 °C. Ce résultat purement qualitatif mais néanmoins représentatif des fractographies effectuées permet de préciser les distributions de cupules de la Figure 5.9. La présence d’un plus grand nombre de cupules coalescées à -150 °C rend notamment le centre des cupules alignées difficilement détectable lors des mesures manuelles.

Toujours dans une démarche de quantification de la rupture, nous avons mesuré les tailles de cupules pour les essais réalisés à -150 et à -100 °C et comparé ces essais avec ceux réalisés à température ambiante (Figure 5.9) et avec la distribution à température ambiante.

(a) Cupules hors zone d'alignement de cupules



(b) Alignement de cupules

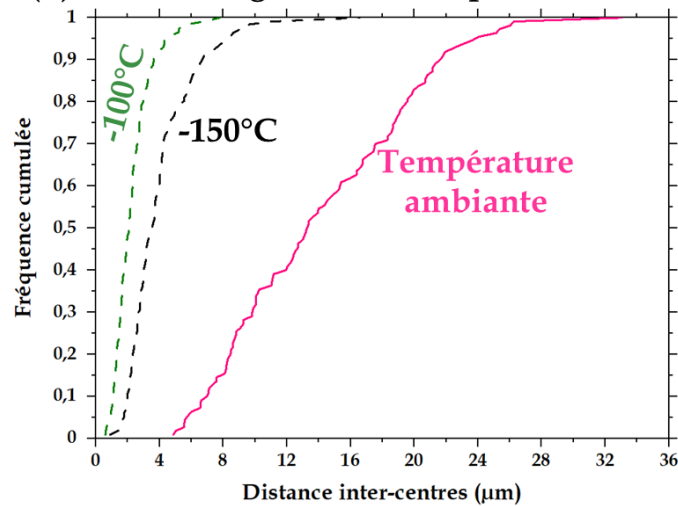


Figure 5.9- Distribution en fréquence cumulée : (a) diamètre des cupules hors « alignements » (160 mesures par distribution), (b) distance entre centres de cupules alignées (110 mesures par distribution), pour les éprouvettes de ténacité CT10 T-L testées à -150 °C, -100 °C et à température ambiante

Ces distributions montrent que l'intervalle de taille de cupules hors alignements reste le même quelle que soit la température considérée, contrairement à la distance entre centres de cupules alignées qui diminue à température négative.

Nous observons donc une seule population de cupules (en termes de diamètre) où **la densité de sites de germination de cavités ne change pas avec la diminution de température**. Néanmoins la rupture étant d'autant plus précoce que la température diminue, comme le confirment l'abaissement de $J_{0,2}$, de K_{JC} et du module de déchirement, **la germination se déclenche pour des chargements moins sévères à températures négatives**.

Nous avons souhaité expertiser une coupe polie de l'éprouvette CT testée à -100°C mais l'analyse EBSD proche du faciès de rupture n'a pas abouti. Cela indique tout de même que la déformation est toujours importante proche de la rupture, même à -100°C.

Dans cette deuxième partie, nous avons caractérisé la résistance à la propagation de fissure avec la diminution de la température notamment en quantifiant l'énergie nécessaire à l'amorçage et à la propagation de fissure pour une sollicitation à vitesse quasi-statique. La diminution de température ne modifie pas fondamentalement le mode de rupture qui reste ductile mais entraîne une diminution de l'énergie de propagation de fissure, notamment en dessous d'une température seuil où la résistance à la propagation de fissure chute de façon nette.

Cette chute de la résistance à la propagation s'explique par le déclenchement de la germination de cavités pour des chargements moins sévères avec la diminution de la température.

Dans notre cas l'analyse des mécanismes de déformation n'a pas pu être discutée mais il serait nécessaire d'expertiser les éprouvettes testées pour pouvoir expliquer les variations observées.

Après avoir étudié en détail le comportement sous sollicitation quasi-statique, il s'agit de déterminer dans quelle mesure ces observations sont transposables à grande vitesse de déformation et à température négative.

III. Comportement mécanique sous chargement à grande vitesse

Au même titre qu'à température ambiante, nous avons souhaité évaluer l'effet de la vitesse sur le comportement mécanique de l'alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn étudié. Grâce aux résultats à grande vitesse obtenus à température ambiante et aux résultats à température négative précédemment présentés, les effets couplés de température et de vitesse ont pu être décorrélés.

III.1. Propriétés mécaniques macroscopiques

III.1.a. En traction à grande vitesse

Dans le chapitre 4, nous avons présenté les essais TGV qui ont permis une caractérisation en traction afin de comparer des gammes de vitesses très différentes en gardant le même type de sollicitation. A l'instar des essais de traction quasi-statiques, nous avons réalisé ces mêmes essais TGV à -100 °C pour deux vitesses de déformation : 100 s^{-1} et 10 s^{-1} (un essai par vitesse). Ces vitesses ont été choisies car la première représente la condition la plus « sévère » pour la caractérisation et la deuxième permet l'obtention d'une courbe moins bruitée donc plus exploitable, comme observé dans le chapitre 4. Seule la température de -100 °C a été considérée car la machine de traction et les équipements associés commencent à présenter des dysfonctionnements en-dessous de cette température. Les températures intermédiaires entre la température ambiante et -100 °C n'ont pas été explorées au vu des faibles différences observées en traction quasi-statique. Les courbes contrainte-déformation nominales à -100 °C sont présentées sur la Figure 5.10 et les paramètres d'intérêt extraits des courbes et des éprouvettes sont recensés dans le Tableau 5.5, avec pour rappel et comparaison les résultats obtenus à température ambiante à chaque fois.

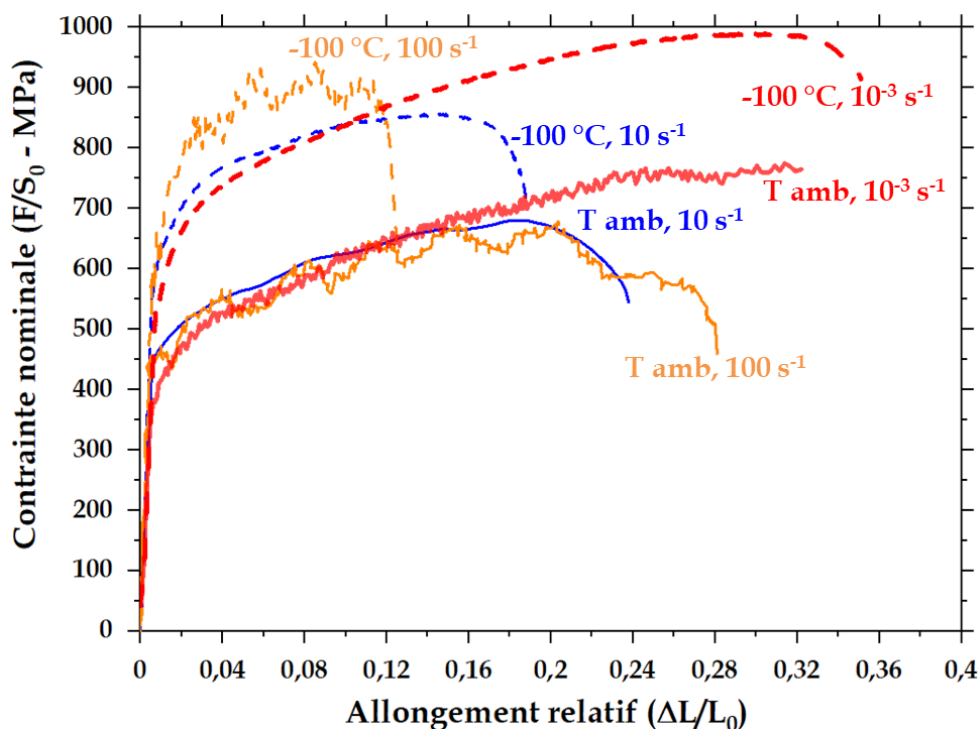


Figure 5.10 – Courbes contrainte-déformation nominales des essais TGV réalisés à -100 °C sur éprouvette du bloc LTIM' et comparés avec ceux réalisés à température ambiante aux mêmes vitesses de déformation

Tableau 5.5- Paramètres d'intérêt issus des courbes de la Figure 5.10 et des éprouvettes testées à -100 °C, comparés avec les résultats obtenus à température ambiante - pour chaque vitesse la variation entre la température ambiante et -100°C est mentionnée entre parenthèses

Vitesse de déformation Température Identifiant essai	Rp _{0,2} (MPa)	Rm (MPa)	Rm-Rp _{0,2}
10 ⁻³ s ⁻¹ - T amb - E037	394	791	397
10 ⁻³ s ⁻¹ - (-100°C) - E044	564 (+43%)	990 (+25%)	426 (+7%)
10 s ⁻¹ - T amb - Epr. n° 5	525	681	156
10 s ⁻¹ - (-100°C) - Epr. n° 9	701 (+34%)	857 (+26%)	156 (+0%)
100 s ⁻¹ - T amb - Epr. n° 3	530	678	148
100 s ⁻¹ - (-100°C) - Epr. n° 8	788 (+49%)	942 (+39%)	154 (+4%)

Suite du tableau à la page suivante

Vitesse de déformation Température Identifiant essai	Allongement homogène (%)	Allongement à rupture (%)	Z% (%)
10 ⁻³ s ⁻¹ - T amb - E037	30	37	50
10 ⁻³ s ⁻¹ - (-100°C) - E044	28 (- 7%)	35 (-5%)	51 (+2%)
10 s ⁻¹ - T amb - Epr. n° 5	17	23	62
10 s ⁻¹ - (-100°C) - Epr. n° 9	14 (- 18%)	18 (- 22 %)	48 (-23%)
100 s ⁻¹ - T amb - Epr. n° 3	19	28	51
100 s ⁻¹ - (-100°C) - Epr. n° 8	8 (- 58 %)	12 (-57 %)	48 (-6%)

Les courbes de TGV nous permettent de mettre en évidence la même phénoménologie que celle observée en traction quasi-statique : **pour une haute vitesse de déformation considérée,**

la diminution de température a un effet significatif sur l'augmentation de limite d'élasticité et de la résistance mécanique et sur la diminution des allongements homogène et à rupture. Cet effet est d'autant plus accentué que la vitesse de déformation est élevée. L'effet est non significatif sur la variation de l'écroutissage global et de la réduction d'aire à rupture.

Tableau 5.6 - Paramètres d'intérêt issus des courbes de la Figure 5.10 et des éprouvettes testées à -100 °C - pour chaque vitesse la variation avec la vitesse de déformation de 10⁻³ s⁻¹ est mentionnée entre parenthèses

Vitesse de déformation Température Identifiant essai	Rp _{0,2} (MPa)	Rm (MPa)	Rm-Rp _{0,2}
10 ⁻³ s ⁻¹ - (-100°C) - E044	564	990	426
10 s ⁻¹ - (-100°C) - Epr. n° 9	701 (+24%)	857 (-13%)	156 (-63%)
100 s ⁻¹ - (-100°C) - Epr. n° 8	788 (+40%)	942 (-5%)	154 (-64%)
Vitesse de déformation Température Identifiant essai	Allongement homogène (%)	Allongement à rupture (%)	Z (%)
10 ⁻³ s ⁻¹ - (-100°C) - E044	28	35	51
10 s ⁻¹ - (-100°C) - Epr. n° 9	14 (-50 %)	18 (- 49 %)	48 (- 6 %)
100 s ⁻¹ - (-100°C) - Epr. n° 8	8 (- 71 %)	12 (-66 %)	48 (- 6%)

Si nous comparons les essais à -100 °C et à différentes vitesses de sollicitation, nous notons **l'augmentation de la vitesse de déformation entraîne une augmentation de la limite d'élasticité et une diminution des allongements homogènes et à rupture significatives.** En revanche, à cette température, la résistance mécanique et la réduction d'aire à rupture sont **légèrement affectées par la vitesse de sollicitation mais cela reste dans l'intervalle de dispersion habituellement observé** dans cette étude. Enfin, **la diminution de l'écroutissage est significative également, quelle que soit la haute vitesse de déformation considérée** mais elle s'explique par la forte variation de la limite d'élasticité conventionnelle couplée à la faible variation de la résistance mécanique.

Ce type d'essais n'a jamais été réalisé à notre connaissance sur ce type d'alliage, notamment à température négative. Il permet de montrer que :

- la diminution de température affecte le comportement mécanique à grande vitesse de déformation de la même manière que sous sollicitation quasi-statique ;
- la variation de vitesse entre des vitesses quasi-statiques et hautes vitesses à température négative a un effet marqué sur le comportement mécanique aux petites déformations (variation de la limite d'élasticité et de l'écroutissage jusqu'à 5% de déformation).

Ces constats sont également corroborés en considérant les expertises réalisées à température ambiante dans le chapitre 4 et à température négative en traction uniaxiale. L'augmentation de vitesse et la diminution de température séparément considérées conduisent aux mêmes variations pour un chargement en traction uniaxiale, à savoir l'augmentation de la limite d'élasticité, la conservation de l'épaisseur des macles primaires et l'augmentation de la densité de sites de germination de cavités. A ce stade, sans avoir encore expertisé la microstructure de déformation en TGV à température négative, la seule différence que nous pouvons souligner

est que l'augmentation de la vitesse ne conduit pas à une diminution de la quantité de macles formées, contrairement à la diminution de température.

Ainsi, en faisant varier à la fois la vitesse et la température, nous activons une compétition entre l'auto-échauffement inhérent à l'essai TGV et l'environnement d'essai à température négative. L'étude des microstructures de déformation permettra de statuer sur les mécanismes impliqués.

Nous allons maintenant étudier l'effet du changement de sollicitation sur le comportement mécanique par la réalisation d'essais de résilience en température.

III.1.b. En résilience

➤ *Adaptation du protocole expérimental*

Afin de comparer l'effet du type de sollicitation, au même titre que dans le chapitre 4, nous avons souhaité réaliser des essais de résilience à température négative. Toutefois, la matière à disposition pendant notre étude n'a pas permis la réalisation d'un nombre d'essais suffisant pour obtenir une courbe de transition ductile-fragile. Le protocole expérimental suivant a donc été adopté :

- Réalisation de six essais instrumentés à -196 (1 essai), -150 (1 essai), -100 °C (2 essais) et à température ambiante (2 essais) sur éprouvette de résilience de dimensions 55 x 10 x 10 mm³ (appelées maxi-Charpy dans la suite du manuscrit) pour obtenir des valeurs de référence et des courbes instrumentées en température.
- Utilisation d'une moitié des six éprouvettes pour l'usinage de trente-six éprouvettes de résilience de dimensions 27 x 4 x 3 mm³ (L x l x e, appelées mini-Charpy dans la suite du manuscrit).
- Réalisation d'une campagne d'essais sur mini-Charpy pour obtention d'une caractérisation complète en température et d'une courbe de transition ductile-fragile

Nous allons donc présenter les spécificités liées aux essais de résilience sur mini-Charpy.

Six mini-éprouvettes ont été usinées dans chaque moitié de maxi-éprouvette (Figure 5.11). Avant cet usinage, toutes les moitiés de maxi-éprouvettes ont été remises en solution à 750 °C pendant 10 minutes, sous air suivi d'une trempe à l'eau, afin d'effacer l'historique des essais réalisés (phase éventuellement formée pour les éprouvettes maxi-Charpy testées à température négative).

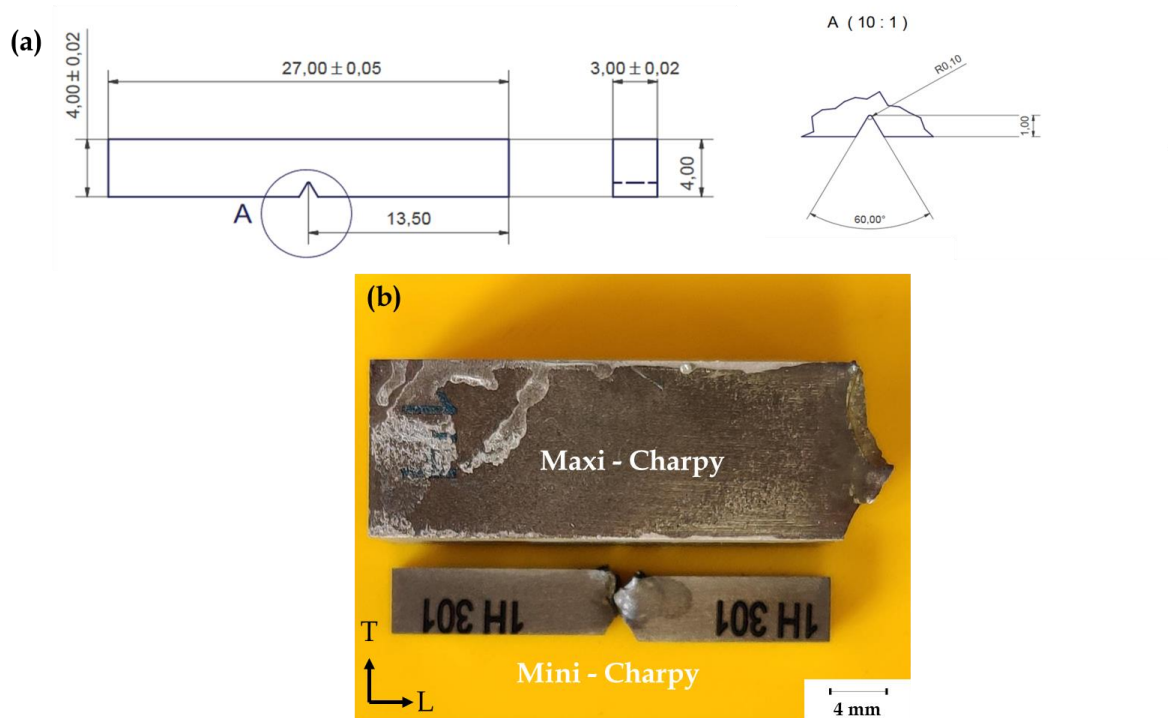


Figure 5.11 – (a) Dessin technique d'une mini-éprouvette de résilience ;
(b) Image d'une moitié d'éprouvette de résilience de 55x10x10 mm³ (appelée maxi-Charpy) et d'une mini-éprouvette (rompue) de résilience de 27 x 4 x 3 mm³ (appelée mini-Charpy)

Les essais sur mini-Charpy ont été réalisés par Ludek Stratil à l'*Institute of Physics of Materials, The Czech Academy of Sciences* à Brno en République Tchèque sur un mouton pendule Zwick/Roell instrumenté équipé d'un marteau de 15 J, avec un rayon du couteau de 2 mm. La distance entre les appuis sur lesquels repose l'éprouvette est de 16 mm. Le protocole expérimental appliqué est le suivant :

- 36 éprouvettes, 9 températures testées (répertoriées dans le Tableau 5.7), 3 à 5 éprouvettes par température, en changeant la maxi-éprouvette d'origine à chaque fois, afin de limiter les effets d'échantillonnage ;

Pour chaque essai, nous obtenons une valeur de résilience mesurée et une valeur calculée grâce à l'aire sous la courbe, au même titre que celles présentées dans le chapitre 4. Nous utiliserons la première valeur pour nos comparaisons. Nous disposons également des courbes instrumentées, que nous traiterons selon la méthodologie du chapitre 3.

Ainsi, en considérant tous les éléments à disposition pour cette étude sur mini éprouvette, nous pouvons mettre en évidence plusieurs points novateurs qui trouvent tout leur intérêt dans cette étude, et ont motivé la réalisation de ces essais :

- obtention d'une courbe de transition ductile fragile, non documentée, à notre connaissance, dans la littérature des alliages de titane β TRIP/TWIP ;
- obtention de courbes instrumentées, non documentées à notre connaissance dans la littérature des alliages de titane β TRIP/TWIP, notamment sur mini-éprouvette. Les

essais de résilience instrumentés sur mini-éprouvette sont rarement réalisés de manière générale ;

- premières conclusions sur une miniaturisation possible des éprouvettes. Ce point est intéressant car la production industrielle d'alliages de titane β TRIP/TWIP n'est pas encore d'actualité mais des productions « semi-industrielles » (c'est-à-dire des produits de quelques dizaines de kilos) se démocratisent de plus en plus. L'utilisation de mini-éprouvettes pourrait permettre la réalisation d'un plus grand nombre d'essais pour un même volume de matière donné. Dans notre cas, c'est la comparaison à quatre températures avec les maxi-Charpy qui permettra de donner des premières conclusions sur cette miniaturisation.

➤ *Effet de la température sur l'énergie absorbée*

La courbe de transition ductile-fragile est présentée sur la Figure 5.12. Les valeurs de résilience sont reportées dans le Tableau 5.7. La surface de l'éprouvette considérée est celle du ligament de l'éprouvette (0,8 cm² pour une maxi-Charpy, 0,09 cm² pour une mini-Charpy).

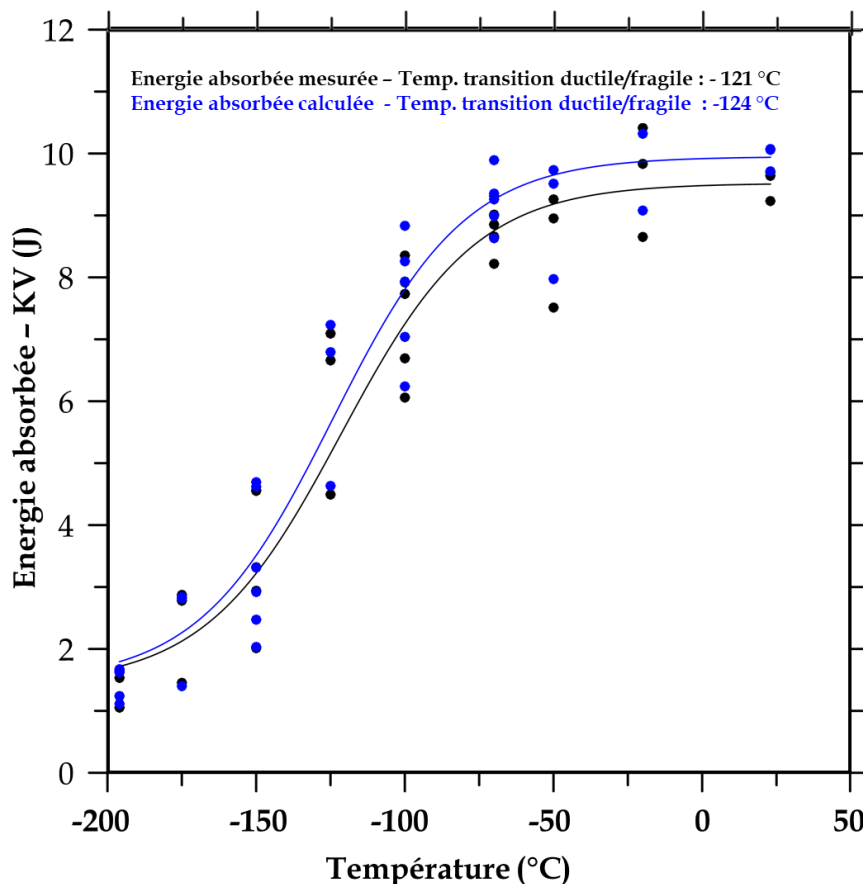


Figure 5.12 – Courbe de transition ductile fragile déterminée sur mini-éprouvettes de résilience – l'énergie mesurée correspond à la mesure relevée sur le mouton pendule, l'énergie calculée correspond à l'aire sous la courbe force-déplacement, telle que présentée sur la Figure 5.13.a

Tableau 5.7 – Résilience en fonction de la température - en l'absence de précision, la valeur affichée est celle obtenue sur éprouvette mini-Charpy

Température (°C)	KCV (J/cm ²)	
	Mini - Charpy	Maxi - Charpy
-196	15,8	20,3
-175	26,3	
-150	36,8	32,8
-125	67,6	
-100	81,7	91
-70	97,9	
-50	95,3	
-20	107,0	
Température ambiante	105,8	238,4

La résilience diminue avec la diminution de température, quel que soit le type d'éprouvette considéré. Néanmoins, il est important de remarquer les valeurs élevées de résilience de l'alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn de notre étude, et ce même aux plus basses températures. En effet, la résilience d'alliages de titane β conventionnels (Beta-III ou Ti-10-2-3) se situe autour de 50 J/cm² à température ambiante (éprouvette maxi-Charpy considérée) [Wel93]. La résilience de l'alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn est supérieure à cette valeur jusqu'à -125 °C.

Ces mesures sont soumises à une certaine dispersion, visible sur la Figure 5.12, d'autant plus forte que l'éprouvette est petite. Plusieurs facteurs peuvent être à l'origine de cette dispersion :

- la précision de la géométrie de l'éprouvette. Les variations de géométrie auront un effet plus important sur la valeur de l'énergie absorbée lorsque l'essai sera réalisé sur une éprouvette miniaturisée ;
- la taille de grains qui, dans notre cas, n'est pas négligeable devant la taille de l'éprouvette, et ce particulièrement pour les éprouvettes miniaturisées. La plasticité s'échappe donc plus ou moins facilement selon le type de grain (en fonction de si le maillage est favorisé ou non) présent en pointe d'entaille, d'autant plus que l'éprouvette testée est petite.

Une forte dépendance envers la géométrie de l'éprouvette pourrait donc être attendue et sera discutée au niveau des mécanismes de rupture dans la partie III.2.b. Néanmoins, nous mettons en évidence que la résilience varie peu jusqu'à -100°C : la plus grande variation observée est une augmentation de 33 % de la résilience entre éprouvettes mini et maxi-Charpy. À température ambiante, cette variation est plus importante mais classiquement observée lors de la réalisation d'essais sur éprouvette miniaturisée notamment sur des aciers de pipelines. La variation observée sur l'alliage de notre étude est du même ordre de grandeur que celle observées sur les aciers [Luc01].

Nous avons essayé d'établir une corrélation entre les essais réalisés sur les éprouvettes mini et maxi-Charpy mais elle ne sera pas fournie dans cette étude car nous ne pouvons pas négliger

la dépendance de la rupture envers la taille de grain, d'autant plus significative que l'éprouvette est petite. Pour rappel, la taille de grain du bloc LTIM' est de $695 \pm 122 \mu\text{m}$, soit 17 % de la largeur de l'éprouvette mini-Charpy et 23 % de son épaisseur.

Nous mentionnons simplement que la différence de valeur d'énergie liée à la géométrie de l'éprouvette ne changera pas l'allure de la courbe de transition obtenue. Néanmoins, cela est susceptible de décaler les niveaux d'énergie des paliers ductile et fragile donc de modifier la valeur de la température de transition ductile-fragile.

Ainsi, pour la discussion qui suit, nous considérerons les éprouvettes mini-Charpy, qui permettent une étude plus détaillée de l'effet de la diminution de la température sur la résilience.

➤ *Effet de la température sur la contribution de l'amorçage et de la propagation de fissure à l'énergie absorbée*

Les courbes instrumentées force-déplacement pour des températures comprises entre -196°C et la température ambiante sont présentées sur la Figure 5.13.a (une courbe par température d'essai). Seules les courbes instrumentées des essais réalisés sur mini-éprouvettes sont présentées ici, les courbes instrumentées des essais sur maxi-éprouvettes sont comparées dans la suite du manuscrit. L'évolution des aires sous la courbe avant (contribution de l'amorçage) et après (contribution de la propagation) le maximum de force, en fonction de la température, est présentée sur la Figure 5.13.b.

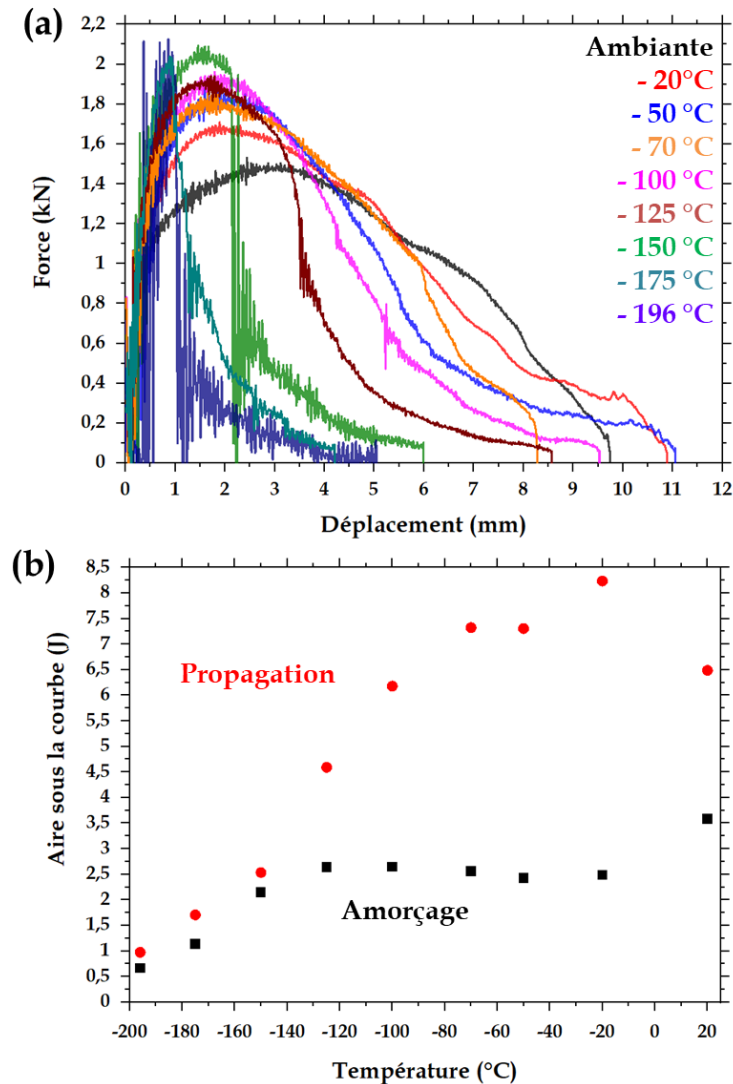


Figure 5.13 – Essais de résilience sur éprouvettes mini-Charpy :
 (a) Courbes force-déplacement pour différentes températures (b) évolution de l'aire sous la courbe avant le maximum (amorçage) et après le maximum (propagation) de force en fonction de la température

Nous confirmons le durcissement du matériau au vu de l'augmentation de la valeur de la force dans la partie montante des courbes, avec la diminution de température. Cela fait écho à l'augmentation de résistance à l'écoulement plastique observée en traction.

De plus, si nous calculons le rapport du maximum de force à -100 °C sur le maximum de force à température ambiante, il vaut 1,240 pour les éprouvettes maxi-Charpy et 1,313 pour les éprouvettes mini-Charpy, ce qui est inférieur au même rapport calculé pour l'essai TGV à 100 s⁻¹. Cela suggère qu'à -100 °C, l'endommagement est plus rapide pour l'essai de résilience que pour l'essai de TGV. Ces observations sont cohérentes avec les évolutions mises en évidence pour les essais J-Δa où l'amorçage et la propagation de fissure sont facilités à -100 °C.

Nous observons deux évolutions avec la température :

- Pour l'amorçage de fissure : lorsque la température d'essai augmente, l'énergie absorbée augmente significativement entre -196 et -150 °C puis se stabilise aux températures plus élevées ;

- Pour la propagation de fissure : l'énergie augmente continuellement avec la température et se stabilise à partir de $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$.

La contribution relative de chaque phénomène à l'énergie absorbée diffère donc en fonction de la température :

- Lorsque la température est inférieure ou égale à $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$, la contribution de l'amorçage et de la propagation à l'énergie absorbée sont relativement équivalentes ;
- Lorsque la température est supérieure à $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$, la contribution de la propagation de fissure à l'énergie absorbée est prépondérante.

Ces observations font écho à la différence de comportement mécanique et de morphologies de faciès de rupture observées précédemment à partir de $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$ pour les autres essais réalisés dans cette étude (parties I.2 et II.2.a).

Nous avons souhaité confirmer cette hypothèse en comparant les courbes obtenues sur éprouvettes mini-Charpy et Maxi-Charpy. Nous avons sélectionné trois températures d'essai : température ambiante, $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ pour comparer les courbes instrumentées obtenues sur éprouvettes mini-Charpy (Figure 5.14.a) et maxi-Charpy (Figure 5.14.b) ainsi que les contributions relatives de l'amorçage et de la propagation de fissure à l'énergie absorbée en fonction de la température (Tableau 5.8).

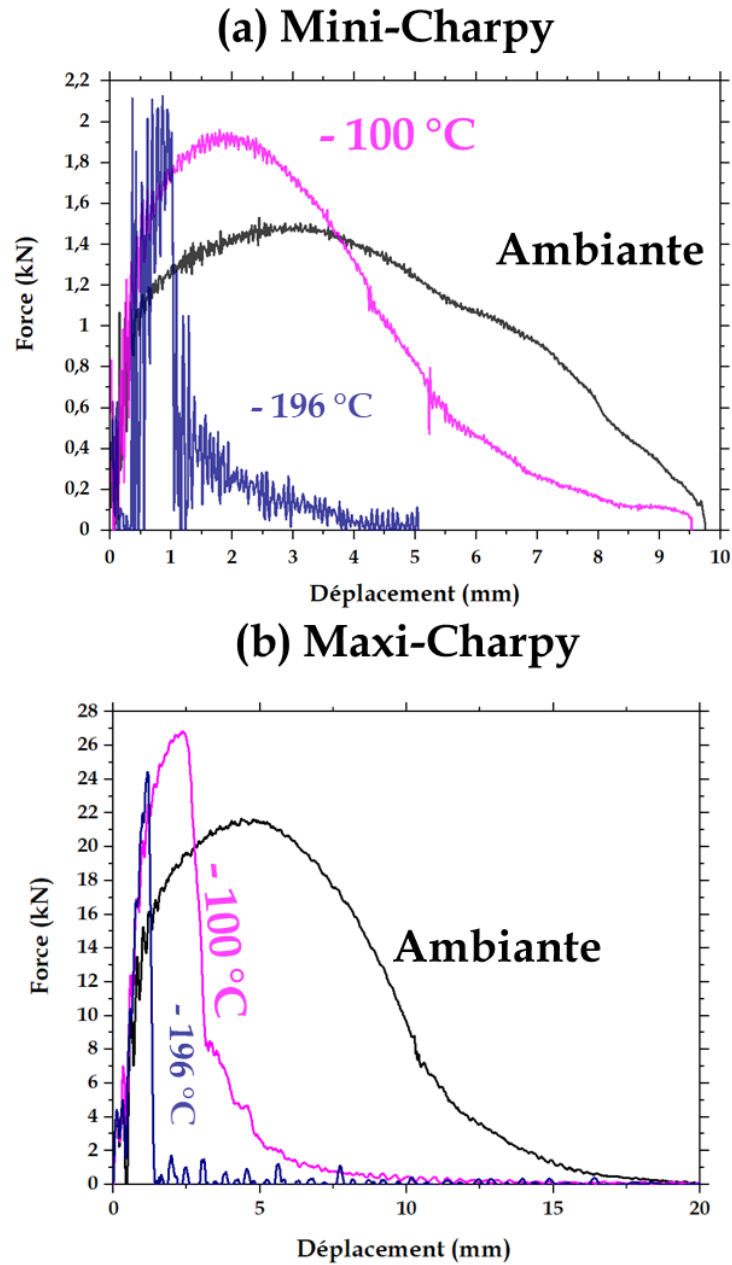


Figure 5.14 - Courbes instrumentées force-déplacement en fonction de la température pour des essais réalisés sur (a) éprouvette mini-Charpy, (b) éprouvettes Maxi-Charpy

Tableau 5.8 - Contribution relative des énergies liées à l'amorçage et à la propagation de fissure pour les essais de résilience réalisés sur mini et maxi-Charpy

Température (°C)	Énergie absorbée (J) Mini-Charpy		$\frac{E_{prop}}{E_{amorçage}}$	Énergie absorbée (J) Maxi-Charpy		$\frac{E_{prop}}{E_{amorçage}}$
	Amorçage	Propagation		Amorçage	Propagation	
-196	7	10	1,4	13	5	0,4
-100	26	61	2,4	41	34	0,8
Température ambiante	36	65	1,8	73	120	1,6

Nous remarquons que la forme des courbes est similaire mais pour des températures différentes : les courbes issues des essais sur éprouvettes maxi-Charpy à température ambiante et à -100 °C sont similaires aux courbes issues des essais à -100 et à -196 °C respectivement sur éprouvettes mini-Charpy. Le décalage des températures de transition pour deux géométries d'éprouvettes testées est un résultat souvent observé, notamment sur les aciers par Lucon [Luc01], et qui semble se produire ici.

Dans le cadre de la recherche sur les alliages de titane TRIP/TWIP, cela permet de suggérer l'utilisation des mini-éprouvettes Charpy dans le cadre d'une preuve de concept des propriétés en résilience d'une nouvelle composition d'alliage, qui serait produit en faible quantité.

Nous remarquons également la contribution prépondérante de la propagation de fissure à l'énergie absorbée dans le cas des essais sur mini-Charpy, d'autant plus marqué que la température augmente. Dans le cas des essais sur maxi-Charpy, la contribution relative de l'amorçage à l'énergie absorbée est prépondérante aux températures négatives alors que c'est celle de la propagation de fissure qui est la plus importante à température ambiante.

Ces différences traduisent donc la dépendance de la rupture envers la taille de l'éprouvette. Il s'agit donc d'étudier les mécanismes de rupture et de déformation pour ce type de sollicitation et pour les deux types d'éprouvettes considérés afin de statuer sur l'effet de la variation de sollicitation et de la géométrie d'éprouvette sur le comportement mécanique.

III.2. Physique de la rupture

L'étude du comportement mécanique a été réalisée en comparant tout d'abord l'effet de la vitesse de déformation entre vitesse quasi-statique et haute vitesse, pour une même sollicitation en traction uniaxiale. Les éléments de rupture observés dans ces conditions vont donc être comparés.

III.2.a. Effets couplés de la vitesse et de la température

Une analyse fractographique a été menée sur les surfaces de rupture des éprouvettes testées à 10 et 100 s^{-1} à -100 °C (Figure 5.15).

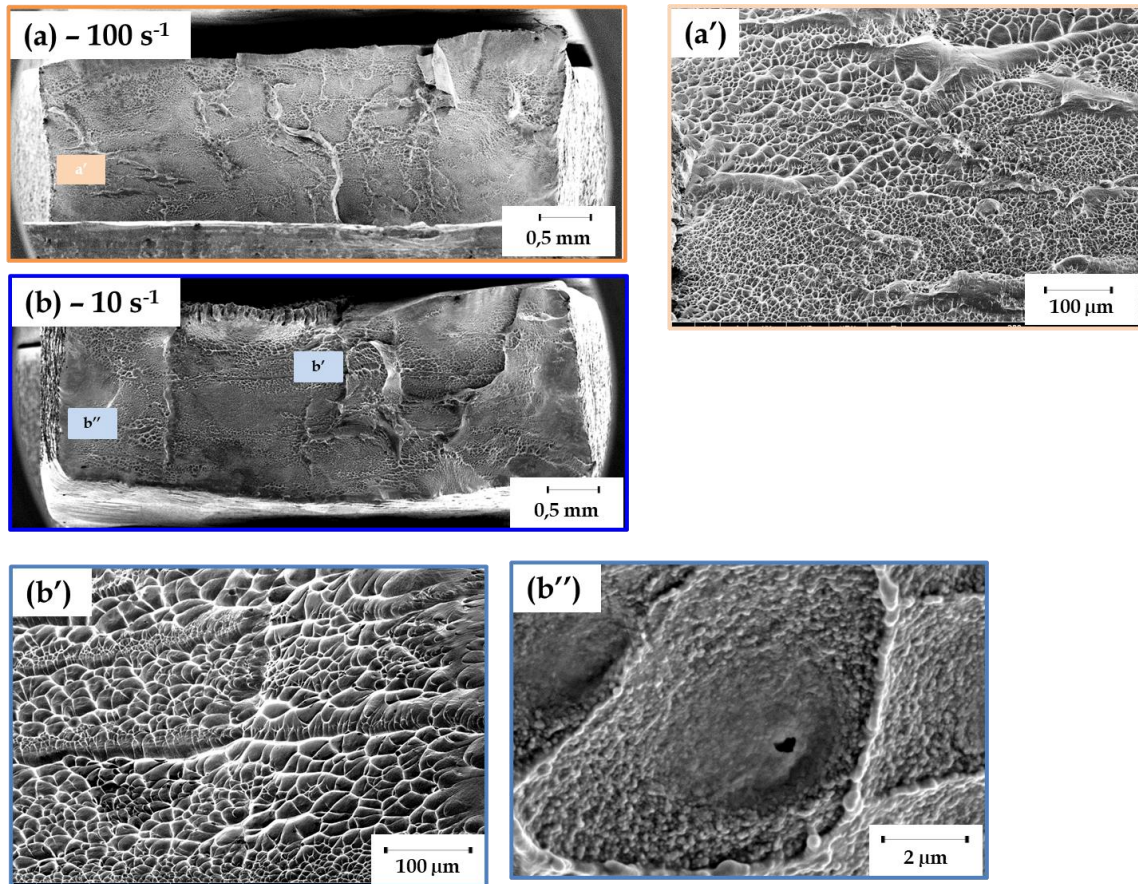
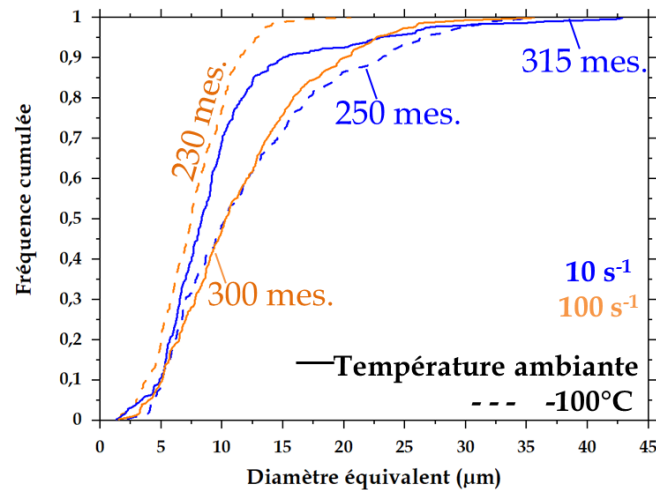


Figure 5.15 – Images MEB en électrons secondaires des surfaces de rupture de deux éprouvettes TGV testées à -100°C et à une vitesse de déformation de (a) 100 s^{-1} (éprouvette référencée n°8 dans le Tableau 5.5) ; (b) 10 s^{-1} (éprouvette référencée n°9 dans le Tableau 5.5); (a')(b') zoom sur les alignements de cupules ; (b'') zoom sur le fond d'une cupule et mise en évidence d'un polygone plus sombre, potentiel site de germination de la cavité

Les observations de l'ensemble du faciès de rupture (Figure 5.15) ne mettent pas en évidence de différence de rugosité de la surface avec l'augmentation de la vitesse d'essai. Les éléments caractéristiques de la rupture suivants sont recensés sur les faciès : macroplans, alignements de cupules et polygones en fond de cupule. De manière qualitative, ce dernier élément n'est pas visible de manière généralisée sur l'ensemble du faciès mais plutôt dans certaines zones localisées proches des bords de l'éprouvette (Figure 5.15.b et b'').

L'étude statistique de la taille de cupules hors alignements et dans les zones alignées a été menée sur ces mêmes surfaces de rupture. Les distributions en fréquence cumulée sont présentées sur la Figure 5.16 et comparées avec les distributions obtenues pour les essais réalisés à température ambiante pour les deux vitesses considérées.

(a) Cupules hors zone d'alignement de cupules



(b) Alignement de cupules

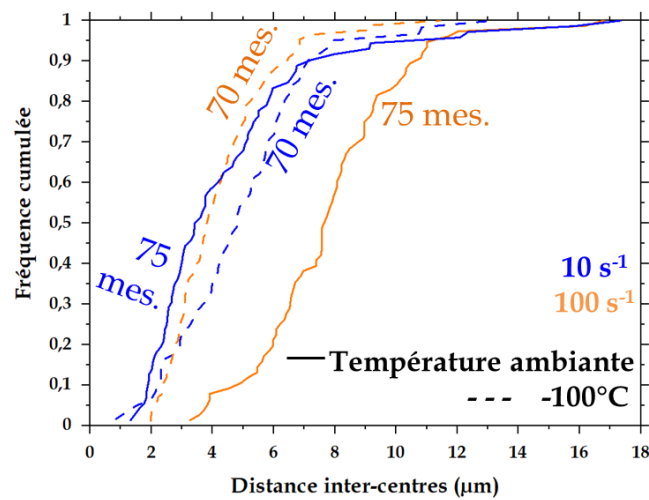


Figure 5.16 - Distributions en fréquence cumulée :

(a) diamètre des cupules « hors alignements », (b) distance entre centres de cupules alignées pour des éprouvettes TGV testées à -100 °C et à température ambiante

Les distributions des cupules hors alignement (Figure 5.16.a) mettent en évidence plusieurs points :

- Pour une haute vitesse de déformation donnée, l'évolution du diamètre des cupules diffère entre la température ambiante et -100 °C :
 - A 10 s^{-1} , les cupules sont plus petites à température ambiante (50 % des cupules mesurent moins de $3,4 \mu\text{m}$) qu'à -100 °C (50 % des cupules mesurent moins de $4,8 \mu\text{m}$) ;
 - A 100 s^{-1} , les cupules sont plus petites à -100 °C (50 % des cupules mesurent moins de $3,8 \mu\text{m}$) qu'à température ambiante (50 % des cupules mesurent moins de $7,7 \mu\text{m}$).

- A $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$, l'augmentation de la vitesse de déformation de 10 à 100 s^{-1} conduit à une diminution du diamètre des cupules (50 % des cupules mesurent moins de $4,8\text{ }\mu\text{m}$ à 10 s^{-1} et moins de $3,8\text{ }\mu\text{m}$ à 100 s^{-1}).

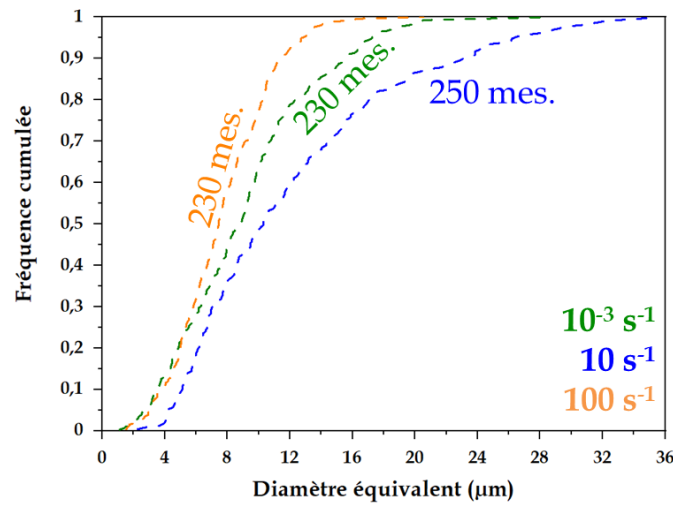
Cela montre donc qu'à 100 s^{-1} la même phénoménologie que sous sollicitation quasi-statique est conservée, quant à l'effet de la température sur la croissance des cupules : la croissance des cupules est freinée avec la diminution de température. A ce stade des observations, nous n'expliquons pas les différences observées pour l'essai réalisé à 10 s^{-1} . Il serait nécessaire de reproduire ces essais afin d'augmenter la statistique des mesures effectuées.

Les distributions des distances entre centres de cupules alignées (Figure 5.16.b) montrent la même évolution que celle décrite pour les distributions du diamètre des cupules, ce qui signifie que :

- à 100 s^{-1} la même phénoménologie que sous sollicitation quasi-statique est conservée, quant à l'effet de la température sur la densité de sites de germination de cavités : celle-ci diminue avec la diminution de température ;
- à température négative, la densité de sites de germination de cavités diminue quand la vitesse de déformation augmente, pour des gammes de grandes vitesses.

Nous comparons également les distributions tirées des essais TGV réalisés à $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ avec celles reportées à cette même température sous sollicitation quasi-statique (Figure 5.17).

(a) Cupules hors zone d'alignement de cupules



(b) Alignement de cupules

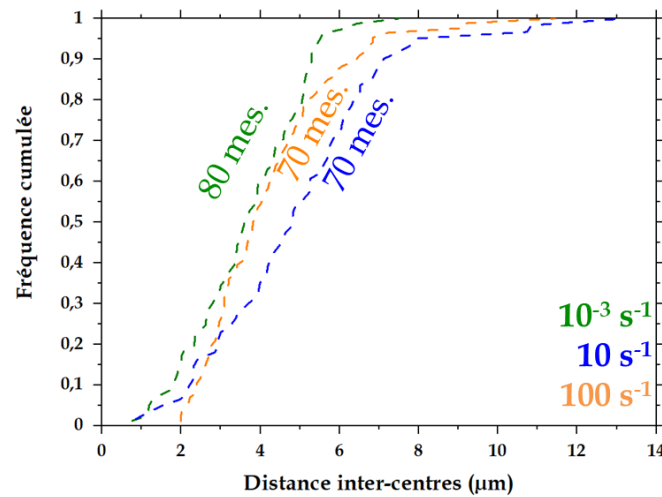


Figure 5.17 - Distributions en fréquence cumulée :
 (a) diamètre des cupules « hors alignements », (b) distance entre centres de cupules alignées
 pour des éprouvettes de traction quasi-statiques et de TGV testées à -100°C

Cette comparaison permet de mettre en évidence une variation de 14 % de la taille des cupules pour le cinquantième percentile entre 100 s^{-1} et 10^{-3} s^{-1} à -100°C , ce qui n'est pas significatif. La variation entre 10^{-3} s^{-1} et 10 s^{-1} pour le cinquantième percentile est de 25 % ce qui est significatif. Pour ce qui relève de la distance entre centres de cupules alignées, la variation entre 10^{-3} s^{-1} et 100 s^{-1} à -100°C est de 6 % pour le cinquantième percentile, ce qui n'est pas significatif. La variation entre 10^{-3} s^{-1} et 10 s^{-1} pour le cinquantième percentile est de 25 % ce qui est significatif.

À température négative, la croissance des cupules et la densité de sites de germination de cavités ne semblent pas dépendantes de la vitesse de déformation. Ces conclusions s'affranchissent des observations réalisées à 10 s^{-1} qui ne peuvent pas être expliquées à ce stade de l'étude.

En croisant les propriétés mécaniques avec les résultats obtenus grâce aux analyses statistiques, nous montrons que :

- à $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$, l'augmentation de la limite d'élasticité entre des vitesses quasi-statiques et dynamiques ne peut pas être corrélée aux éléments de la rupture (taille de cupules ou densité de sites de germination de cavités).

Nous avons montré dans le chapitre 4 que la rupture en traction uniaxiale a lieu selon une bande de localisation de la déformation. Bien que cela n'ait pas été caractérisé par corrélation d'images numériques, la rupture se produit aussi à 45° de l'axe de traction dans l'épaisseur de l'éprouvette à $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$, quelle que soit la vitesse considérée. Dans cette bande, il est possible que la triaxialité des contraintes à partir du début de la striction soit différente mais surtout indépendante de la triaxialité des contraintes hors de la bande. De ce fait, quelle que soit la vitesse de l'essai, cette triaxialité dans la bande de localisation serait identique pour toutes les vitesses considérées, ce qui expliquerait que les tailles de cupules mesurées pour des essais réalisés à $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ soient similaires. Toutefois, cette hypothèse ne permet pas d'expliquer les variations d'allongement observées, qui peuvent aussi être liées à l'auto-échauffement inhérent à l'essai TGV et dont nous ne nous affranchissons pas avec la température négative à laquelle les essais sont réalisés.

- à vitesse donnée (quasi-statique ou dynamique), l'augmentation de la limite d'élasticité et de la résistance mécanique lorsque la température diminue ne peut pas être reliée à l'analyse statistique des éléments de la rupture. En revanche, la diminution des allongements homogène et à rupture avec la diminution de la température peuvent se relier à l'augmentation de la densité de sites de germination et à la diminution de la taille des cupules respectivement, lorsque la température diminue.

En effet, les conclusions effectuées sur les essais J- Δa ont montré que la germination des cavités à température négative se déclenchait pour des chargements moins sévères qu'à température ambiante. Or, la densité des sites de germination augmente à température négative, ce qui peut se corréler à une germination des cavités déclenchée pour une déformation plus faible qu'à température ambiante. La taille décroissante des cupules, avec la diminution de température, met en évidence que l'étape de croissance des cupules est probablement plus courte qu'à température ambiante, entraînant la diminution de l'allongement à rupture.

Cette dernière hypothèse sera à nouveau discutée après comparaison des résultats entre essais de résilience et essais TGV. Ainsi, après avoir étudié en détail l'effet de la vitesse et de la diminution de température, il s'agit de déterminer la contribution du type de sollicitation sur les mécanismes de rupture.

III.2.b. Effet du mode de chargement à température négative

Dans cette partie, nous envisageons l'effet du mode de chargement sous deux aspects : tout d'abord en comparant les essais de résilience réalisés sur éprouvettes mini-Charpy et maxi-Charpy, puis en comparant essais de résilience et essais TGV.

➤ Effet de la géométrie d'éprouvettes

Les faciès de rupture des éprouvettes de résilience, mini-Charpy (Figure 5.18.a) et maxi-Charpy (Figure 5.18.b) ont été expertisés. Nous avons choisi d'observer les essais à température ambiante et à $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ afin de poursuivre la comparaison effectuée entre ces deux températures d'essai tout au long de ce chapitre. Les éprouvettes testées à $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ ont

également été observées puisque nous avons mis en évidence une différence de comportement mécanique dès $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$ entre mini et maxi-Charpy. Nous avons également expertisé l'éprouvette testée à $-125\text{ }^{\circ}\text{C}$ car cette température est proche de la température de transition ductile-fragile déterminée sur la Figure 5.12 dans la partie III.1.b.

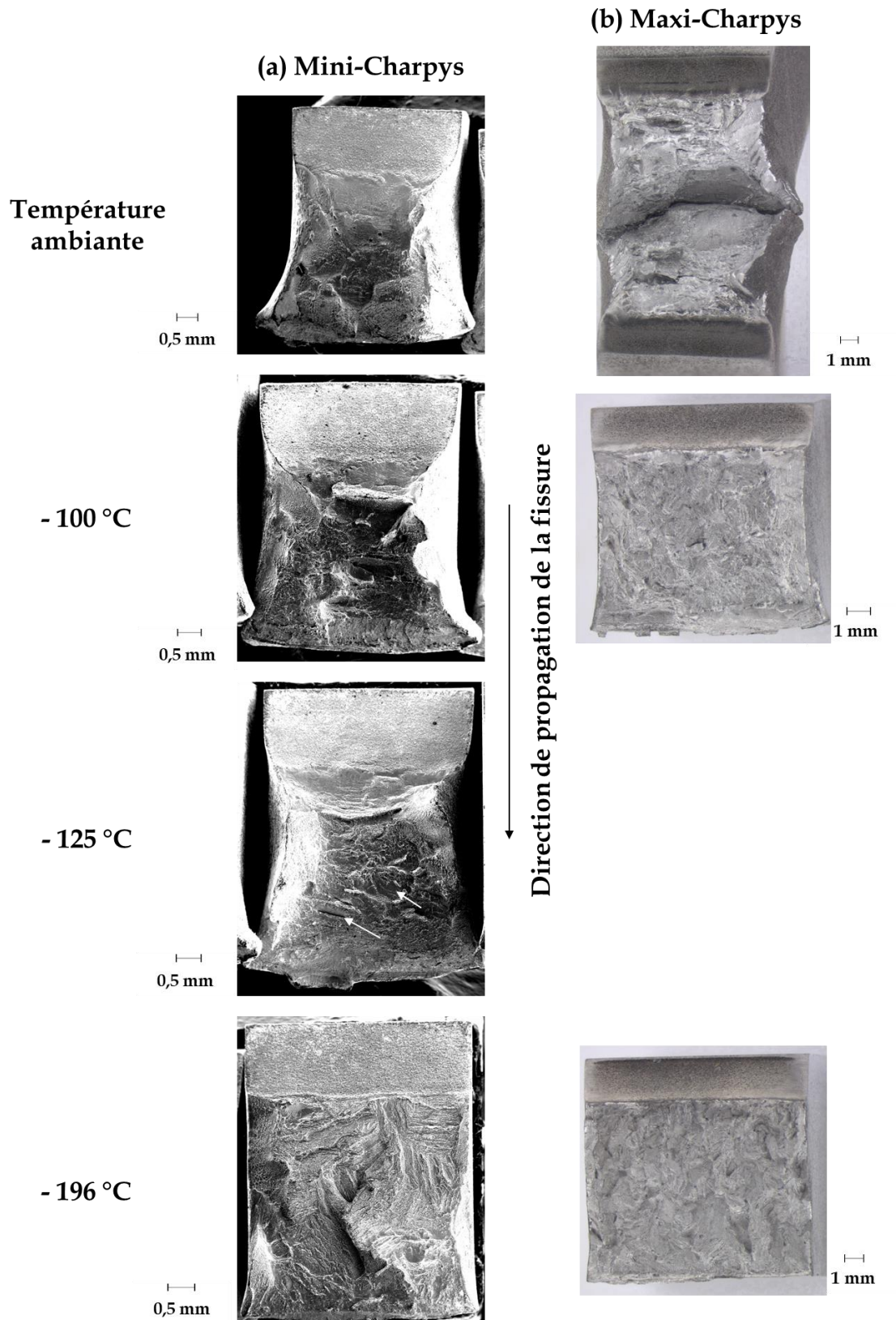


Figure 5.18 – Images (a) MEB en électrons secondaires des éprouvettes mini-Charpy, (b) à la loupe binoculaire des éprouvettes maxi-Charpy, en fonction de la température testée – les flèches blanches sur la surface de rupture de l'éprouvette testée à -125 °C pointent des zones de rupture formant des « marches »

Pour les éprouvettes mini-Charpy, les fractographies mettent en évidence une évolution de la rupture, présentant un relief rugueux à température ambiante et à -100 °C et évoluant vers une rupture par zones alignées à -196 °C et ce, quel que soit le type d'éprouvette considéré. À -125 °C, nous observons un faciès mixte avec d'une part la rugosité précédemment observée, et d'autre part quelques zones (pointées par les flèches blanches sur la Figure 5.18.a) qui commencent à coalescer en alignements. Nous retrouvons le décalage pointé sur les courbes force-déplacement entre éprouvettes mini et maxi-éprouvettes, car le faciès de la maxi-Charpy testée à -100 °C est plus semblable à celui testé des mini-Charpy testées à -196 °C.

L'évolution du mode de rupture est également mise en évidence par la diminution de la déformation latérale de l'éprouvette avec la diminution de température. Cela est le signe que les phénomènes de plastification mis en jeu sont de plus en plus défavorisés avec la diminution de température. Cette hypothèse sera à confirmer avec l'étude des mécanismes de déformation.

La morphologie des cupules est étudiée plus en détail pour les quatre températures précédemment sélectionnées (Figure 5.19 et Figure 5.20). Nous ne présenterons ici que les fractographies sur éprouvettes mini-Charpy.

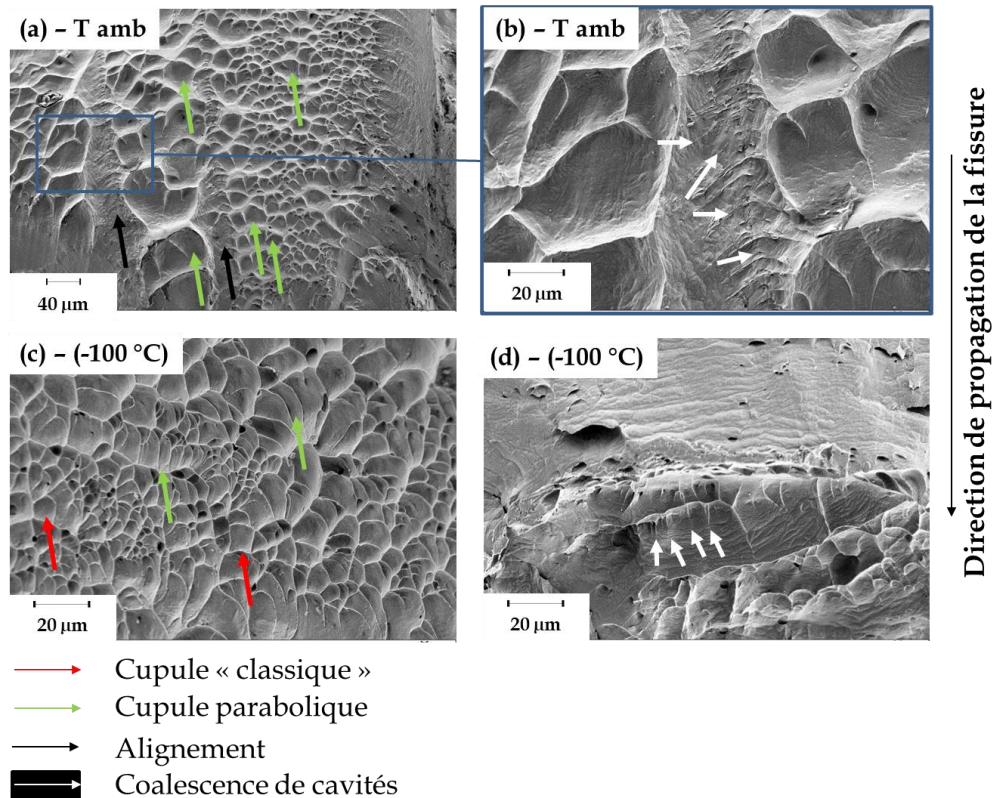


Figure 5.19 – Images MEB en électrons secondaires des faciès de rupture d'éprouvettes mini-Charpy testées à (a)(b) température ambiante et (c)(d) -100 °C :

(a) deux populations de cupules de tailles différentes et (b) zoom sur un alignement de cupules, les flèches blanches pointent les bords des anciennes cavités avant coalescence ; (c) morphologie représentative de cupules à -100 °C, (d) alignement de cupules, les flèches blanches pointent les bords des anciennes cavités avant coalescence

À température ambiante pour les éprouvettes mini-Charpy, nous retrouvons les mêmes éléments que ceux recensés sur éprouvettes maxi-Charpy dans le chapitre 4 : les cupules sont majoritairement de forme parabolique (coalescence des cavités en cours de croissance avec la fissure se propageant) et lisses en leur fond (Figure 5.19.a et b). Les alignements de cupules sont également observés (Figure 5.19.b).

À $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$, nous notons que la morphologie générale des cupules change. En effet, nous observons des cupules circulaires (appelées cupules « classiques » et pointées par les flèches rouges sur la Figure 5.19.c). Les alignements sont toujours observés (Figure 5.19.d).

À $-125\text{ }^{\circ}\text{C}$, nous observons, de manière qualitative, de plus en plus de cupules classiques parmi les cupules paraboliques (Figure 5.20.a). La diminution de température n'a pas d'effet sur la présence des zones de cupules alignées (Figure 5.20.d).

À $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$, la rupture est généralisée en zones alignées qui se composent néanmoins toujours de cupules. Le faciès de rupture montre une rupture toujours ductile mais les valeurs de résilience nous indiquent qu'elle se produit à « basse énergie ». A cette température, nous sommes dans le cas d'une rupture macroscopiquement fragile telle que définie dans le chapitre 2. A cette température, les cupules sont majoritairement de forme circulaire et non plus parabolique. La croissance de ces cupules n'a donc pas été rattrapée par la propagation de fissure comme c'est le cas lorsque nous observons des cupules paraboliques. Cela atteste d'un changement dans les mécanismes de rupture par rapport aux températures plus élevées.

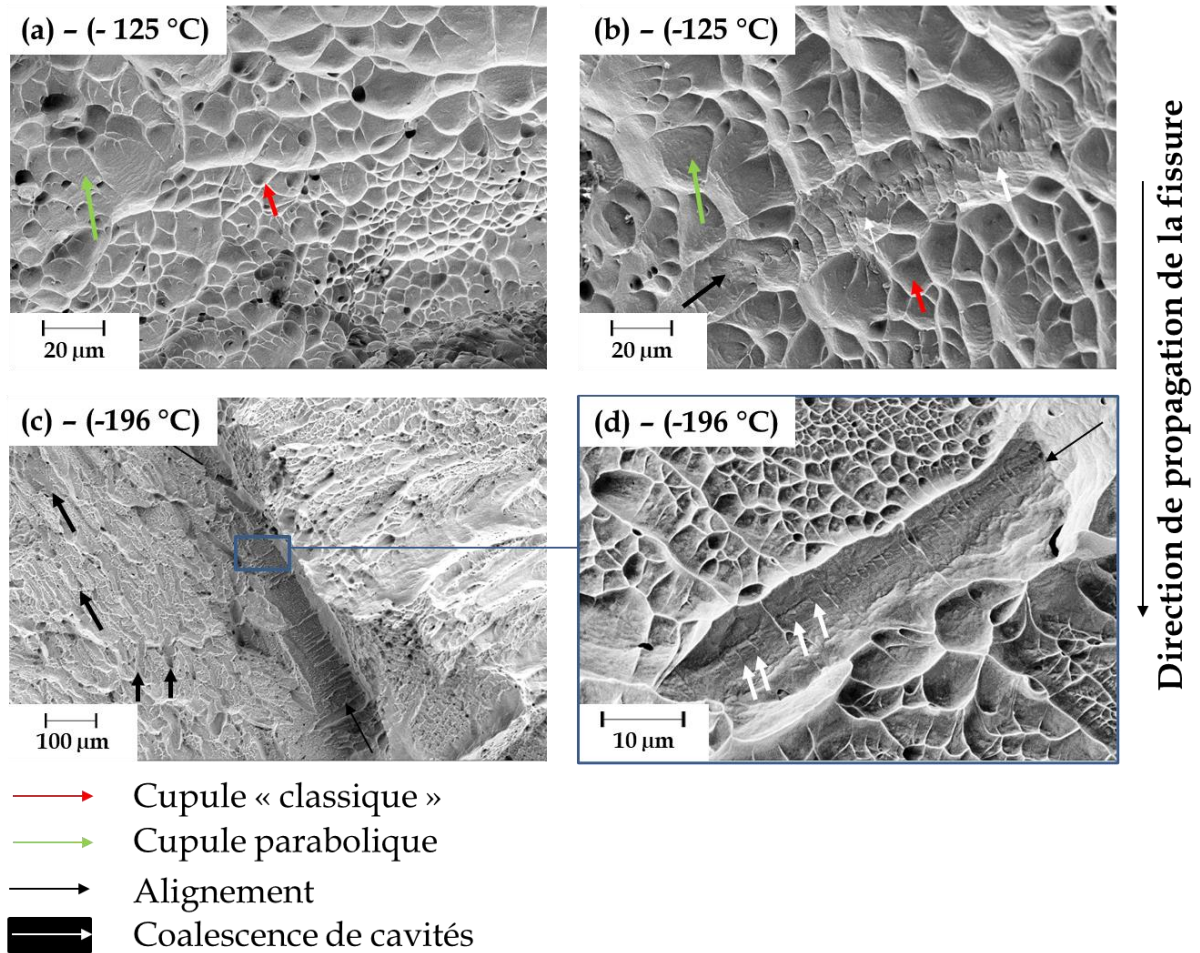


Figure 5.20 - Images MEB en électrons secondaires des faciès de rupture d'éprouvettes mini-Charpy testées à (a)(b) -125 °C et (c)(d) -196 °C :
 (a)(c) morphologie représentative du faciès à -125 et -196 °C respectivement,
 (b)(d) alignements de cupules, les flèches blanches pointent les bords des anciennes cavités avant coalescence

Enfin, dans cette étude, nous disposons de deux éprouvettes pour lesquelles l'essai a permis d'obtenir une énergie absorbée de 10,3 J : une éprouvette maxi-Charpy testée à -100 °C du bloc LTIM' (Figure 5.21.a et b) et une éprouvette maxi-Charpy testée à température ambiante du bloc LTIM-ω (Figure 5.21.c et d). Nous avons donc souhaité mettre en parallèle les faciès de rupture des deux éprouvettes afin de comparer les mécanismes de rupture.

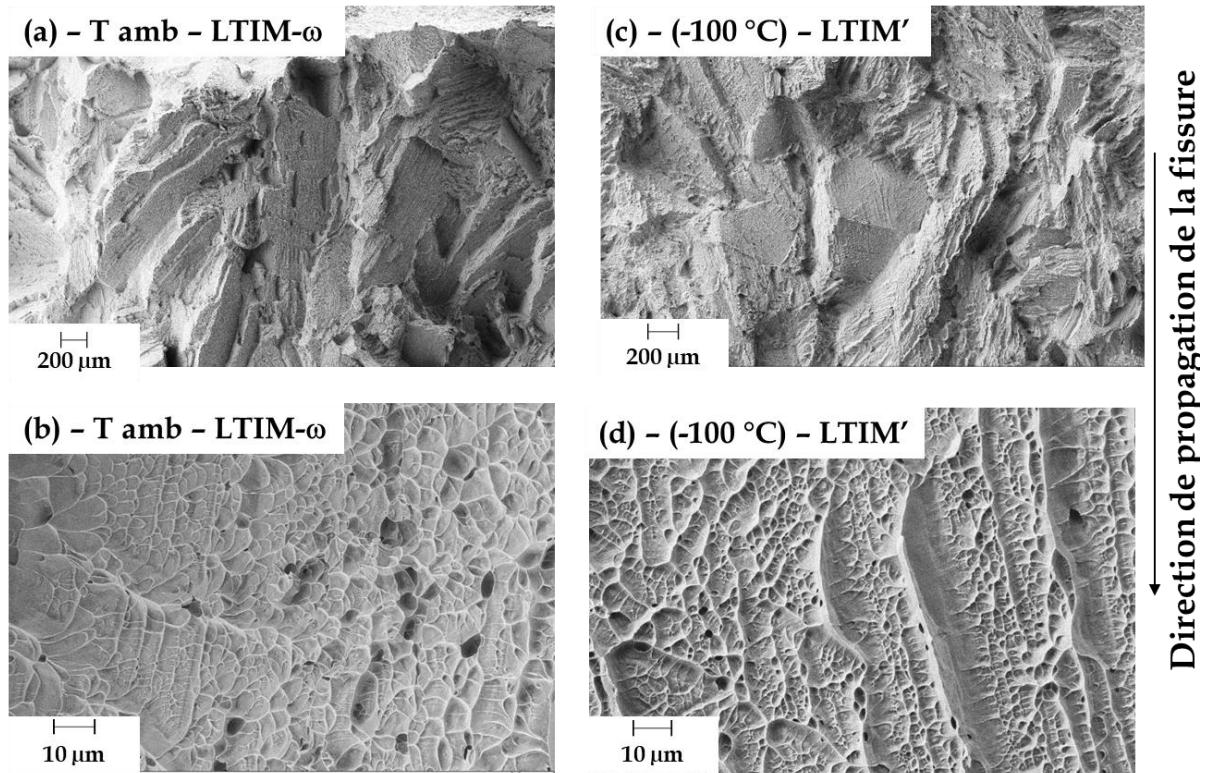
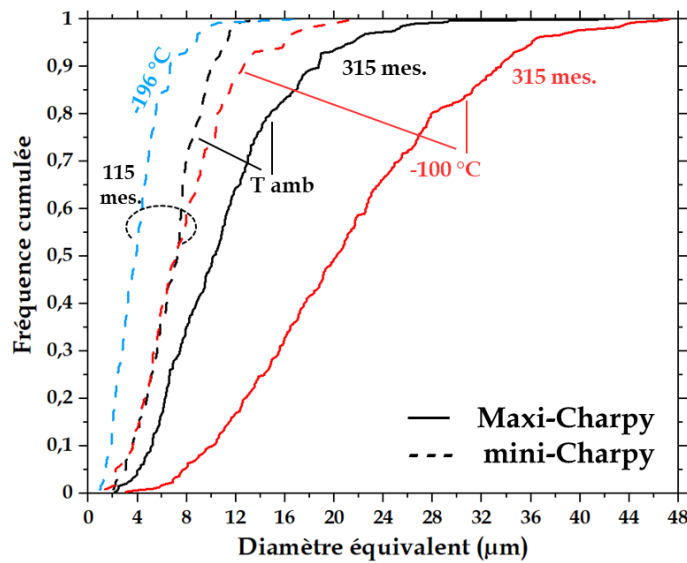


Figure 5.21 – Images MEB en électrons secondaires des faciès de rupture d'éprouvettes maxi-Charpy issues (a)(b) du bloc LTIM- ω et testée à température ambiante, (c)(d) du bloc LTIM' et testée à -100 °C

Cette comparaison nous permet de mettre en évidence, de manière qualitative pour l'instant, la forte similarité de la rupture pour une même valeur d'énergie absorbée, malgré un historique thermomécanique différent pour chaque bloc considéré. Cela semble suggérer que **l'énergie absorbée peut rapidement diminuer pour diverses conditions de sollicitation mais que la phénoménologie de la rupture qui en résulte est apparemment identique et mène à une rupture beaucoup plus brutale mais toujours ductile à cupules.**

Il s'agit donc de quantifier maintenant toutes les tailles des cupules observées dans cette partie afin de préciser les évolutions observées. La taille des cupules est donc mesurée sur les éprouvettes mini et maxi-Charpy en fonction de la température d'essai. L'étude quantitative n'a pas été menée sur les éprouvettes maxi-Charpy testées à -196 °C par manque de temps.

(a) Cupules hors zone d'alignement de cupules



(b) Alignement de cupules

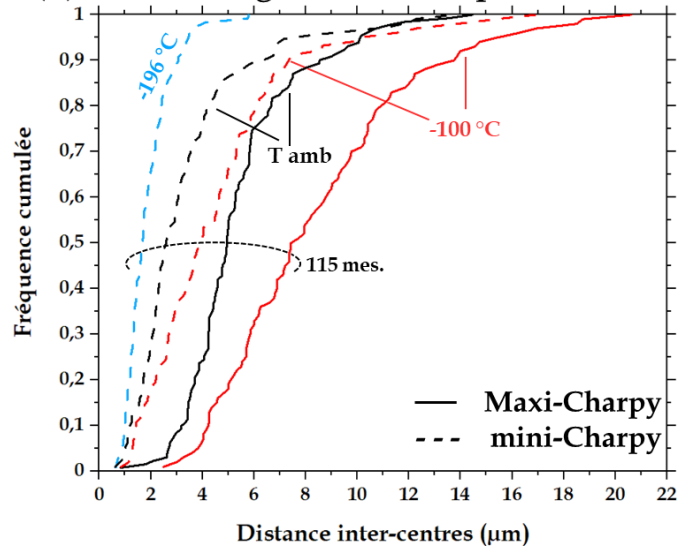


Figure 5.22 - Distributions en fréquence cumulée :

(a) diamètre des cupules « hors alignements », (b) distance entre centres de cupules alignées pour des éprouvettes mini et maxi-Charpy en fonction de la température d'essai

Ces distributions permettent de mettre en évidence que les cupules des surfaces de rupture des éprouvettes mini-Charpy sont globalement plus petites que celles des éprouvettes maxi-Charpy pour une même température d'essai considérée.

Cela s'explique à **température ambiante** car la taille de grain n'est pas négligeable devant les dimensions de l'éprouvette. La plasticité est donc encore moins confinée dans les éprouvettes mini-Charpy que dans le cas des éprouvettes maxi-Charpy, comme illustré sur la Figure 5.18, où nous observons une déformation latérale plus importante pour les éprouvettes miniaturisées. La dissipation de la plasticité par les bords ne favorise pas la croissance des cupules et affecte visiblement la densité de sites de germination de cavités. Les distances entre centres des cupules alignées sont plus petites sur les faciès des éprouvettes mini-Charpy.

À $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ la forte diminution de température augmente la densité de sites de germination de cavités, au vu des distributions de la Figure 5.22. La diminution de température ne permet plus du tout le développement de la plasticité, comme en atteste la Figure 5.18 qui montre une éprouvette mini-Charpy non déformée latéralement et la généralisation d'une rupture par alignement de cupules (détaillée sur la Figure 5.20.c et d). Cela soulève la question du mécanisme de germination de ce type de cupules proposé à la fin du chapitre 4. En effet, les points triples (joint de grain/macle/matrice) sur lesquels s'amorcent ces cupules ne peuvent pas représenter l'entièreté du faciès, notamment au vu de la taille de grains et de la déformation plastique très faible mise en évidence.

En revanche à $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$, bien que la différence entre la taille des cupules sur éprouvettes mini et maxi-Charpy soit conservée, celle-ci ne décroît pas avec la température pour un même type d'éprouvette. Cela s'explique peut-être car à cette température, il y a une compétition entre les mécanismes de déformation déclenchés qui libèrent de la plasticité, comme le montre la déformation latérale des éprouvettes sur la Figure 5.18.a et b et l'effet de la température qui limite le développement de cette même plasticité et multiplie les sites de germination.

Si nous nous attachons maintenant à chaque type d'éprouvette, l'évolution des distributions avec la température permet d'expliquer les contributions relatives de l'amorçage et de la propagation de fissure à l'énergie absorbée :

- Dans le cas des mini-Charpy, nous avons recensé une faible variation de la contribution de l'amorçage en fonction de la température (Tableau 5.8). Ceci s'illustre ici par les distributions des distances entre centres de cupules alignées qui présentent des allures très similaires. De même la contribution relative de la propagation de fissure à l'énergie absorbée est similaire à $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ et à température ambiante, ce qui s'associe avec les distributions similaires de la taille de cupules à ces températures-là. La contribution plus faible de la propagation à $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ se traduit par des cupules plus petites. La croissance limitée à $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ a entraîné une rupture précoce et donc une chute de l'énergie absorbée.
- Dans le cas des maxi-Charpy, la contribution relative de l'amorçage à l'énergie absorbée diminue entre $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ et la température ambiante, ce qui s'illustre par la distribution de la distance entre centres de cupules alignées. Les cupules alignées sont plus rapprochées à température ambiante qu'à $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ce qui traduit une densité de sites de germination de cavités plus importante à température ambiante. D'un autre côté, la contribution relative de la propagation de fissure à l'énergie absorbée diminue entre la température ambiante et $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$, ce que nous pouvons associer à la distribution de la taille des cupules. Les cupules sont plus grandes à $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ qu'à température ambiante.

Nous montrons donc grâce à la réalisation d'essais de résilience sur deux géométries d'éprouvettes que la section sollicitée a un effet sur les mécanismes de rupture mis en jeu en fonction de la température, notamment jusqu'à $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$. Ce résultat nous permet donc de sélectionner les éprouvettes mini-Charpy pour effectuer la comparaison avec les éprouvettes TGV car les surfaces sollicitées sont proches (9 mm^2 pour les mini-Charpy et 10 mm^2 pour les éprouvettes TGV).

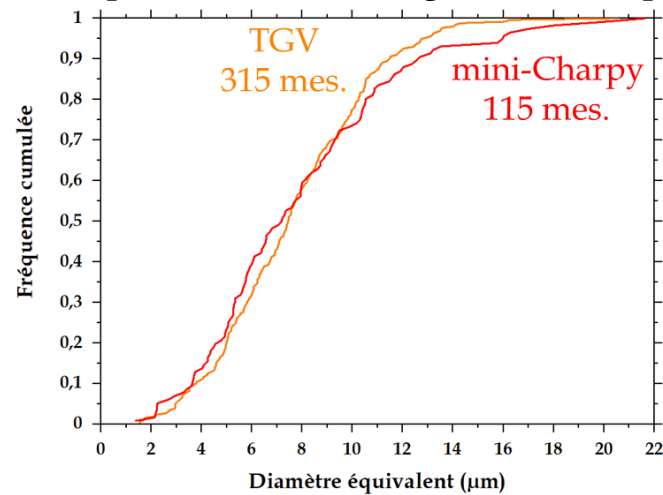
De plus, à des vitesses de sollicitations élevées, l'effet de la température sur la propagation de fissure n'est pas le même que sous sollicitation quasi-statique (essais J- Δa). Cependant les types de chargement entre vitesses quasi-statiques et hautes vitesses de sollicitation diffèrent ; c'est pourquoi nous discutons maintenant cet effet, à température négative.

➤ *Effet du mode de chargement à grande vitesse de déformation*

Dans cette partie, il s'agit de comparer l'effet du chargement. Nous ne reviendrons pas sur la caractérisation qualitative des faciès de rupture qui a déjà été menée précédemment. De manière générale, les mêmes éléments caractéristiques de la rupture sont observés lors d'un essai TGV ou d'un essai de résilience (cupules lisses et alignements de cupules).

Nous avons donc comparé les distributions des tailles des cupules hors zones d'alignement (Figure 5.23.a) et des distances entre centres de cupules dans les zones alignées (Figure 5.23.b) entre les deux types de chargement considérés. Pour cette comparaison, nous ne considérons pas l'effet de géométrie d'éprouvette pour l'essai de résilience en ne considérant que les éprouvettes mini-Charpy.

(a) Cupules hors zone d'alignement de cupules



(b) Alignement de cupules

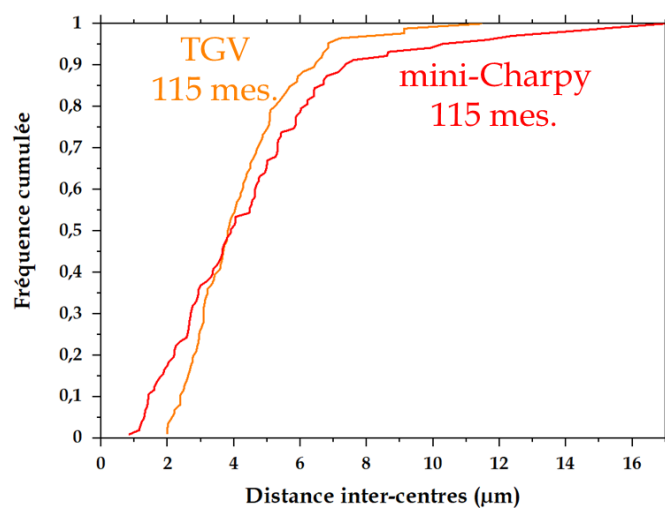


Figure 5.23 - Distributions en fréquence cumulée :

(a) diamètre des cupules « hors alignements », (b) distance entre centres de cupules alignées pour des éprouvettes de TGV et de résilience mini-Charpy testées à $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$

Ces distributions mettent en évidence une absence de variation significative de la taille des cupules et de la distance entre centres de cupules alignées en fonction du type de chargement. Ces comparaisons suggèrent donc qu'à **température négative la densité de sites de germination et la croissance des cupules ne sont pas sensibles à la triaxialité** des contraintes (entre l'essai TGV et l'essai de résilience) **pour une même section sollicitée**.

Après avoir discuté l'effet de la vitesse, du type de chargement et de la température sur les mécanismes de rupture, il s'agit d'étudier leur effet sur les mécanismes de déformation.

III.3. Évolution des mécanismes de déformation avec la température

III.3.a. Caractérisation de la microstructure à température négative sous sollicitation à grande vitesse : échelle micrométrique

➤ À -100 °C

Comme nous l'avons souvent mentionné au cours de ce manuscrit, la réalisation d'analyses EBSD sur échantillon à rupture est complexe étant donné l'importante déformation de la microstructure. Au même titre que l'éprouvette TGV testée à température ambiante, une analyse EBSD de l'éprouvette TGV testée à 100 s⁻¹ et des éprouvettes mini et maxi-Charpy testées à -100 °C n'a pas donné de résultats probants.

Afin d'étudier les mécanismes de déformation à une échelle sub-micrométrique, nous avons réalisé une lame MET au plus près du faciès de rupture de l'éprouvette TGV. Avant analyse au MET, nous avons réalisé l'analyse EBSD au MEB de la lame MET alors prélevée (Figure 5.24.b). La Figure 5.24.a montre également une image MEB en électrons secondaires de la lame. Celle-ci présente un relief très déformé qui laisse supposer la présence d'importantes contraintes internes au sein du matériau, qui se sont relaxées lors de l'amincissement.

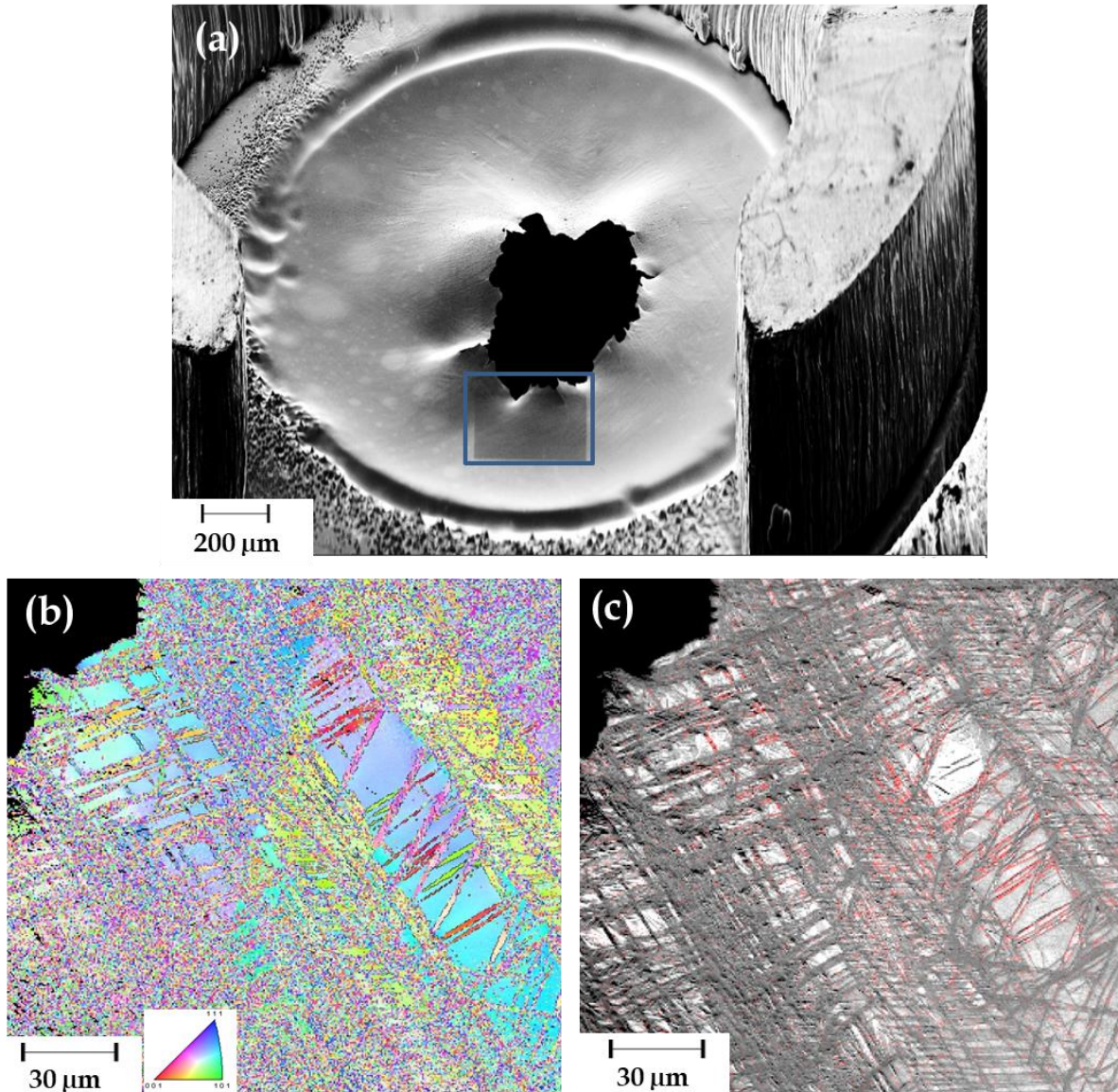


Figure 5.24 – Expertise MEB d’une lame mince prélevée près du faciès de rupture de l’éprouvette TGV testée à 100 s^{-1} et -100 °C

(a) Image MEB en électrons secondaires de la lame mince, le cadre bleu repère la zone analysée en EBSD ; (b) représentation de la normale à l’échantillon, parallèle au sens S de l’éprouvette, figure de pôles inverse, (c) indice de qualité avec repérage des joints CSL $\Sigma 11$, caractéristiques du maillage $\{332\}\langle 11\bar{3} \rangle$

Ces analyses EBSD confirment l’importante déformation présente au sein du matériau par la mise en évidence d’une densité importante de macles de type $\{332\}\langle 11\bar{3} \rangle$ (Figure 5.24.b et c). Nous observons le déclenchement du maillage pour les essais TGV réalisés à -100 °C , au même titre qu’à température ambiante. **La diminution de la température semble donc avoir un faible effet sur le maillage, à vitesses de déformation élevées.**

En revanche, nous n’observons pas de zones de pixels noirs non indexées, comme mentionné lors de l’analyse EBSD sur éprouvette de traction quasi-statique (Figure 5.4). Néanmoins, cela ne traduit pas forcément l’absence de formation de martensite induite sous contrainte car cette phase peut se réverser lors de la rupture [Dan19] ou de la fabrication de la lame mince.

Nous avons mesuré l'épaisseur des macles et la distance entre macles (Figure 5.25).

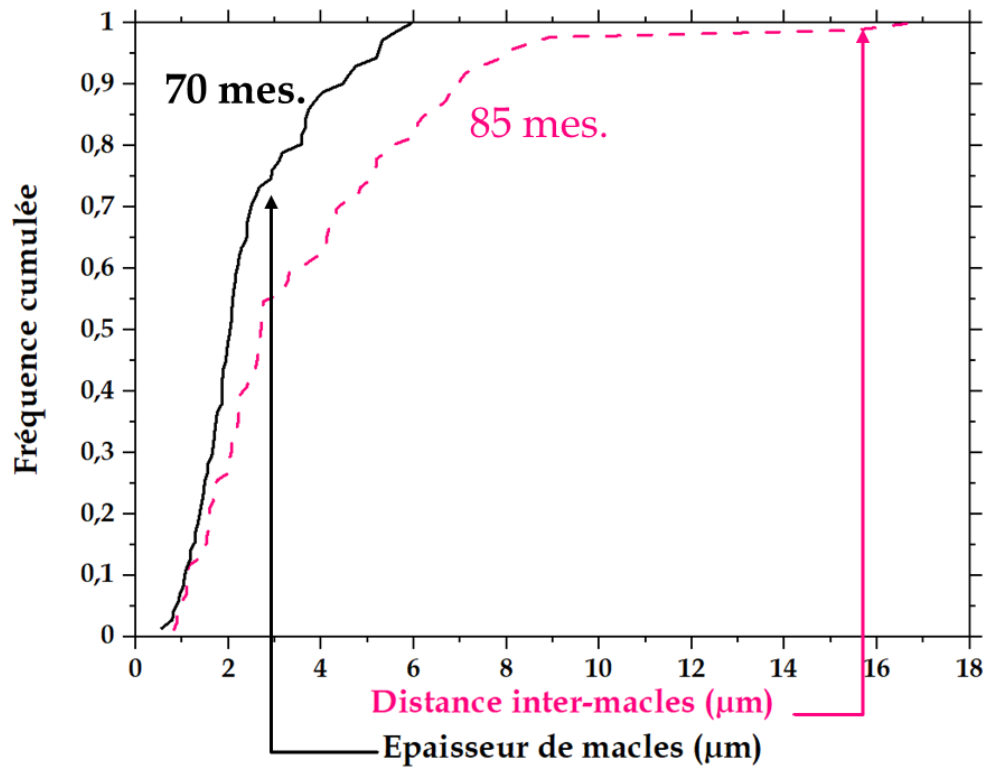
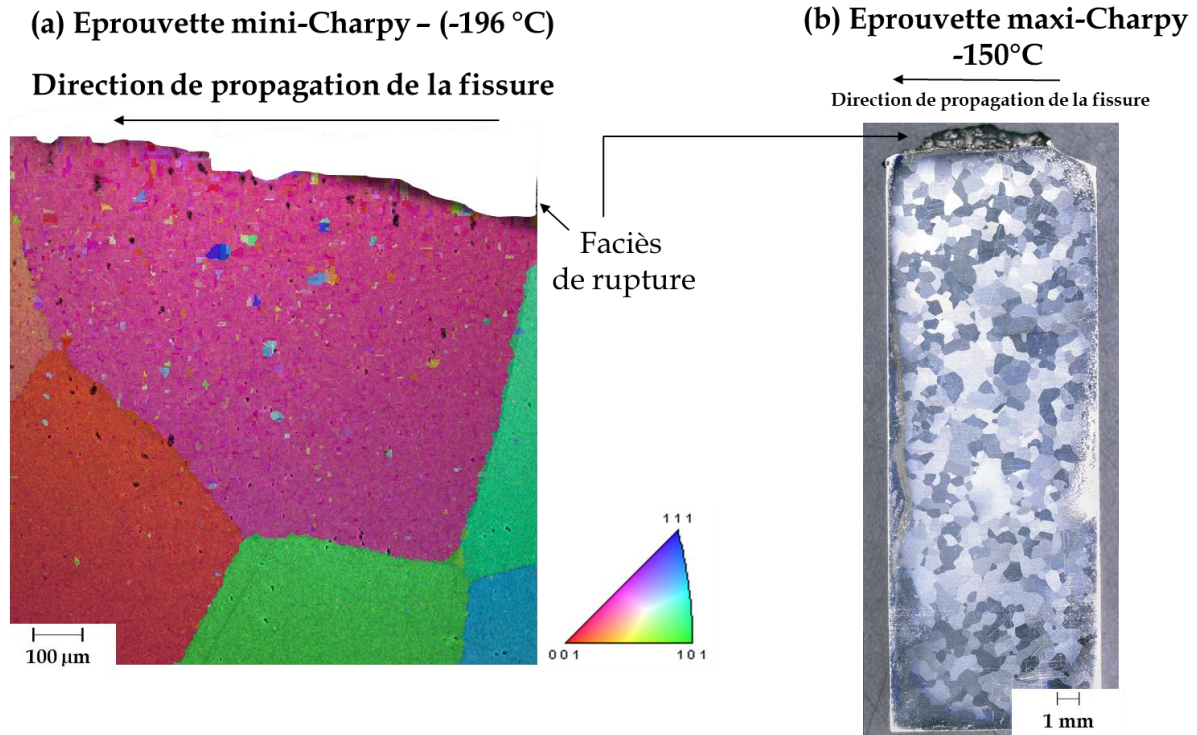


Figure 5.25- Distribution en fréquence cumulée de l'épaisseur de macles primaires et de la distance entre macles primaires pour une éprouvette TGV testées à 100 s^{-1} et à -100°C (EBSD sur lame mince)

La comparaison avec la Figure 5.4 et les mesures que nous avons recensées en traction quasi-statique montrent que l'intervalle de taille est similaire à celui observé ici dans le cas d'essais TGV. **Les mécanismes de maclage semblent donc peu sensibles à l'effet couplé de la vitesse de sollicitation et de la diminution de température.** Ces observations suggèrent que l'effet de la diminution de température d'essai est moins important que l'effet dû à l'auto-échauffement inhérent à l'essai TGV, concernant l'hypothèse posée au cours de la partie III.1.a.

➤ À -150°C et -196°C

L'analyse EBSD d'une éprouvette mini-Charpy testée à -196°C a abouti et est présentée sur la Figure 5.26. La zone analysée se situe juste sous le faciès de rupture. Nous avons également réalisé une coupe polie d'une éprouvette maxi-Charpy testée à -150°C .



*Figure 5.26 – (a) Cartographie EBSD, figure de pôle inversée de la microstructure sous-jacente au faciès de rupture d’une éprouvette mini-Charpy testée à -196 °C (les petites zones de couleur différentes du rose correspondent à des artefacts de nettoyage, l’indice de qualité d’image confirmer l’absence de macles)
(b) Coupe polie d’une éprouvette maxi-Charpy testée à -150 °C*

Ces analyses mettent en évidence **l’absence totale de maclage, ou d’autres bandes de déformation pour une température d’essai inférieure ou égale à -150 °C**. À partir de cette température, le mécanisme de déformation déclenché est très probablement le glissement de dislocations. Néanmoins, la mobilité des dislocations est fortement diminuée par la diminution de température, c’est pourquoi le matériau se durcit fortement (cela est observé sur les courbes instrumentées liées à ces températures sur la Figure 5.13.a) mais ne résiste que faiblement au choc car le maclage, qui permettait d’accommoder la contrainte externe, n’est plus déclenché. Cette différence est cohérente avec les observations conduites sur le comportement macroscopique qui change de façon significative à partir de cette température.

Au même titre que dans la partie III.2.b, nous pouvons également mettre en parallèle ces observations avec la coupe polie de l’éprouvette maxi-Charpy du bloc LTIM- ω testée à température ambiante, présentée sur la Figure 4.36 dans le chapitre 4. Nous avons mentionné l’absence de bande de déformation dans ce cas également. Cela fait écho aux observations formulées lors de l’étude de la rupture : ici, **le déclenchement du maclage ne se produit plus dans les deux cas, mais la cause de cette absence de maclage diffère** : elle provient dans un cas de la microstructure initiale (présence de phase ω) et dans l’autre cas de l’effet de la diminution de température (moins de macles formées). Néanmoins, la phénoménologie des mécanismes de déformation reste identique et mène à un résultat macroscopique (faible résistance au choc) similaire. **Cela met en lumière le rôle clé du maclage dans la résistance à la rupture de cet alliage.**

À cette échelle d'analyse, nous ne pouvons pas caractériser correctement le maclage et notamment les macles secondaires au sein des macles primaires. C'est pourquoi nous étudions la microstructure déformée à une échelle sub-micrométrique grâce aux observations au MET.

III.3.b. Caractéristique de la microstructure à -100 °C sous sollicitation à grande vitesse : échelle sub-micrométrique

La caractérisation de la microstructure par microscopie en transmission n'a pas été possible sur l'éprouvette TGV précédemment expertisée par analyse EBSD, celle-ci étant trop contrainte pour produire des clichés de diffraction exploitables même sur lame mince. En revanche, la caractérisation d'une maxi-Charpy testée à -100 °C a été possible (Figure 5.27).

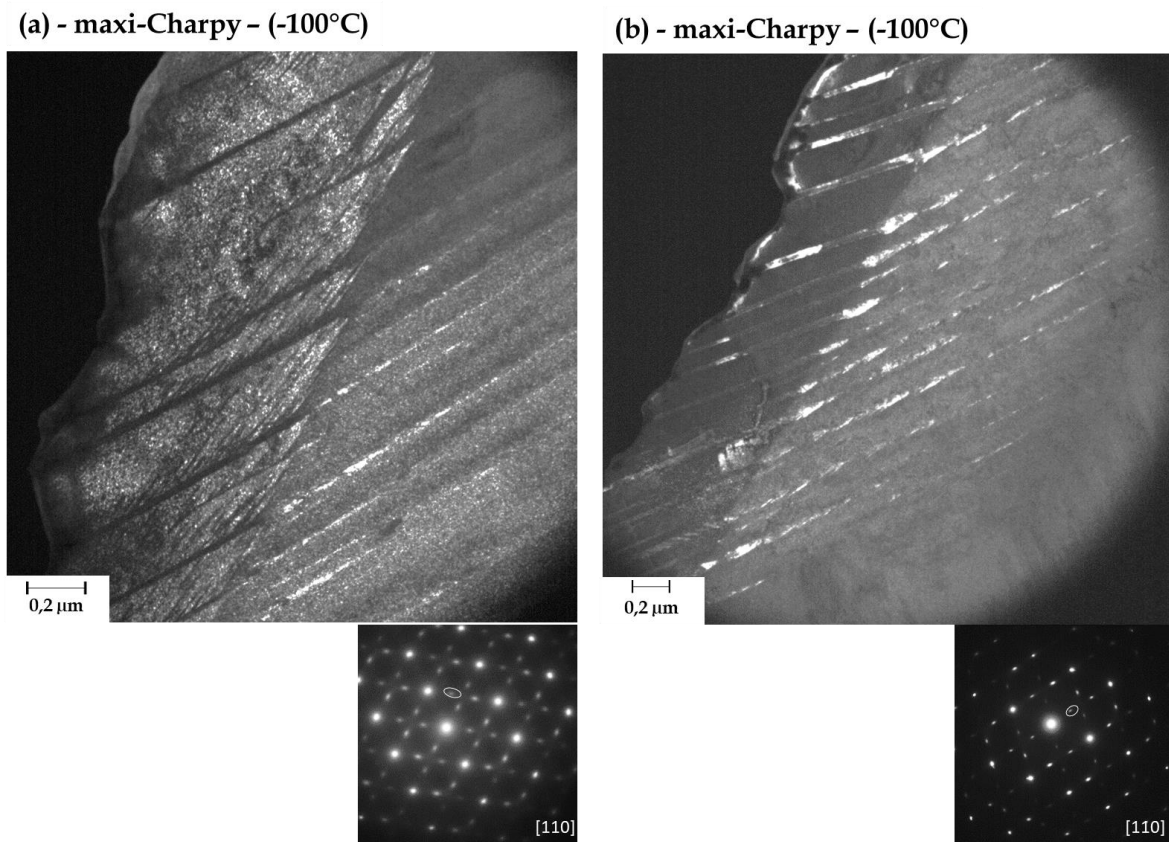


Figure 5.27 – Images MET en champ sombre d'une lame mince prélevée au ras du faciès de rupture d'une éprouvette maxi-Charpy testée à -100 °C et clichés de diffraction selon l'axe [110] de la matrice, les ellipses blanches mettent en évidence les taches de diffraction correspondant à la phase ω

Ces observations mettent en évidence la présence de macles, toutes orientées parallèlement. **Ces alignements font écho aux alignements de cupules observées lors de l'étude des surfaces de rupture.** Les projections stéréographiques réalisées permettent de définir un plan de macle de type {112}. Ce type de maclage constitue le deuxième type de macles recensé dans les alliages de titane TWIP mais dans notre cas le maclage de type {332}<11 $\bar{3}$ > se forme de manière plus générale [Bro17]. En considérant la taille de la zone il est probable que ces macles soient des macles secondaires. Ce type de sous-structures est souvent du type {112}<11 $\bar{1}$ > [Bro17].

De plus, les clichés de diffraction permettent de mettre en évidence des taches de diffraction caractéristiques de la présence de la phase ω . Étant donné que le type de sollicitation est un impact, nous pouvons raisonnablement supposer que la phase ω formée est induite sous contrainte [Han85][Han86][Kua75][Sun13][Xin08]. Les images en champ sombre révèlent que cette phase est présente de manière homogène par bandes (Figure 5.27.a), qui constituent probablement des macles, comme observé dans la littérature [Lai15]. Nous l'observons également de manière ponctuelle et très localisée dans d'autres bandes plus fines, probablement d'autres sous-macles (Figure 5.27.b) de type $\{112\}\langle 11\bar{1}\rangle$ pour lesquelles la formation de phase ω induite sous contrainte est préférentiellement observée, mais à température ambiante [Lai15].

Ces observations permettent de **mettre en évidence la présence de phase ω à température négative** qui n'est, à notre connaissance, pas documentée dans la littérature. Cette phase n'avait pas été détectée à température ambiante lors des observations MET menées sur des éprouvettes issues de l'étude [Bro17] mais cela ne signifie pas que cette phase n'est pas formée à température ambiante.

Dans cette dernière partie, nous avons étudié le comportement sous sollicitation à grande vitesse à différentes températures et montré que les mécanismes de rupture restent inchangés au premier ordre, sur tout le domaine de température. Ce résultat contraste avec les variations d'énergie absorbée observées ainsi qu'avec les morphologies globales des faciès de rupture, qui se rapprochent parfois de celles d'un mode de rupture fragile.

De manière générale, ces variations s'expliquent car la densité de sites de germination de cavités augmente avec la diminution de température et conduit à une rupture plus précoce. En revanche, ces différences ne s'expliquent pas toujours lors de l'étude des mécanismes de déformation. Le système de maclage mis en jeu ainsi que la multiplication des macles ne changent pas avec la diminution de température jusqu'à $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$ et, à rupture, la densité de macles semble toujours aussi importante qu'à température ambiante. Néanmoins pour des vitesses quasi-statiques et aux petites déformations, la densité de macles est plus faible à température négative qu'à température ambiante, allant jusqu'à l'absence de maclage à partir de $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Enfin à une échelle sub-micrométrique, nous confirmons la présence de macles secondaires mais également de phase ω induite sous contrainte lors d'une sollicitation par choc (essai Charpy) à température négative.

Les tailles de macles similaires observées au cours de notre étude n'ont pas permis de statuer quant à un effet de la microstructure de déformation sur les mécanismes de rupture : en effet nous pourrions nous demander quelles différences seraient observées sur la germination des cavités entre une microstructure présentant peu de macles mais d'une épaisseur importante ou, au contraire, une densité importante de macles fines.

Synthèse

Ce chapitre nous a permis de statuer sur l'effet de la température sur le comportement mécanique de l'alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn. Bien que quelques études de la littérature mentionnent des résultats pour ces gammes de température, une caractérisation pour une gamme de sollicitation variée n'avait jamais été proposée à notre connaissance.

De manière générale, il apparaît que les propriétés mécaniques ainsi que les mécanismes de rupture et de déformation présentent une sensibilité limitée à la diminution de température, jusqu'à $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$. En dessous de cette température la suppression du maclage, jusqu'alors mécanisme principal de déformation entraîne une modification importante des conditions de déclenchement de la rupture et par conséquent, une chute importante des propriétés mécaniques, quel que soit le chargement considéré.

Au même titre qu'à température ambiante, la rupture reste ductile à température négative. Nous avons montré tout au long de ce chapitre de nombreux parallèles entre la phénoménologie de la rupture et de la déformation. C'est pourquoi nous corrélons également dans ce chapitre les distributions de taille des éléments caractéristiques de la rupture et de la déformation. Au vu des analyses abouties, cette corrélation est ici possible pour une sollicitation en traction à grande vitesse seulement et à une température supérieure à $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Figure 5.28)

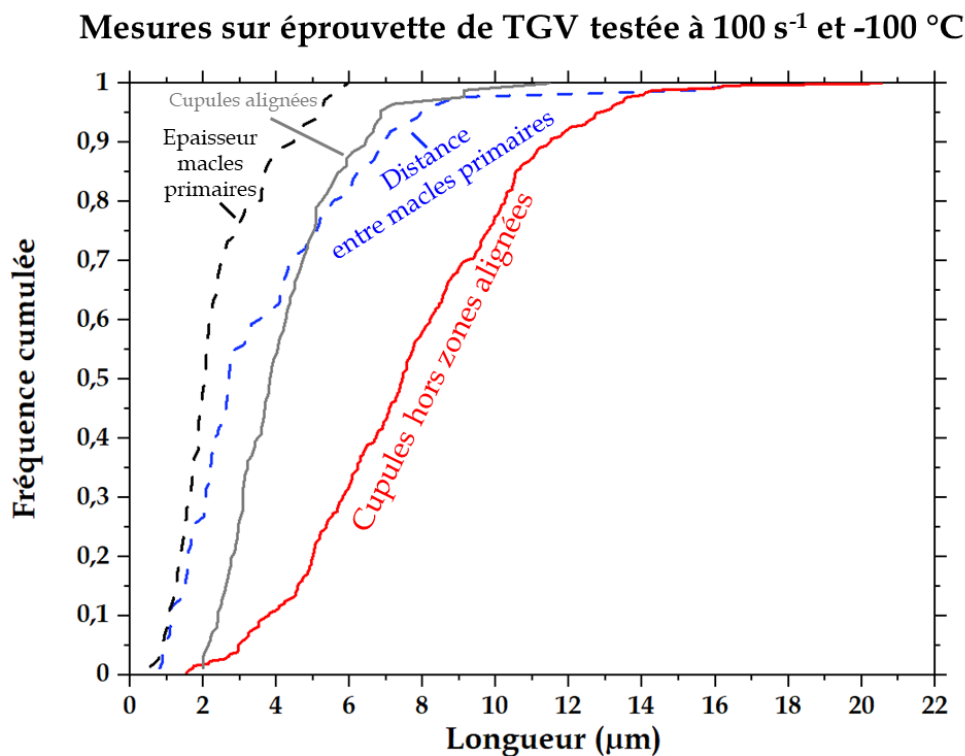


Figure 5.28 - Distribution en fréquence cumulée des éléments caractéristiques de la rupture et de la déformation sur éprouvette de TGV testée à 100 s^{-1} et $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$

Cette comparaison des éléments caractéristiques de la déformation et de la rupture rappelle celle effectuée, notamment sous sollicitation à haute vitesse (essai de résilience), dans le chapitre 4 à température ambiante. A l'instar des conclusions établies à température ambiante,

nous pouvons ici simplement relier la distance entre centres de cupules des zones alignées à la distance entre macles primaires et à l'épaisseur des macles primaires. Dans le cas de l'étude menée à température négative, nous ne pourrions pas trancher sur l'une ou l'autre des corrélations étant donné que les mesures ont été effectuées sur une éprouvette TGV. Il y a donc un effet d'échantillonnage probable et la statistique limitée des zones étudiées mènent aux différences observées sur les distributions, malgré le nombre similaire de mesures (entre 75 et 85) effectuées pour ces trois distributions.

Ainsi, à -100 °C, la phénoménologie du comportement mécanique et le lien entre déformation et rupture ne semblent pas modifiés par la diminution de température. Nous pensons qu'**il est donc raisonnable de transposer le scénario de rupture proposé à température ambiante pour des vitesses de sollicitations élevées (Figure 4.45) jusqu'à cette température.** Néanmoins, cela ne permet pas d'expliquer les variations d'énergie absorbée observées lors des essais de résilience. Tout l'enjeu ici consistera donc à déterminer l'ensemble des conditions de déclenchement de la rupture, qui pilote notamment l'énergie absorbée et varie avec la température.

Références

- [Add91] Adda, Y., Dupouy, JM., Philibert J., et al. (1991) Éléments de métallurgie physique - Tome 5 : Déformation plastique, INSTN, collection enseignement, p. 1331-1348.
- [Bey14] Beyerlein, IJ, Zhang, X., Misra, A., (2014) *Growth Twins and Deformation Twins in Metals. Annual Review of Materials Research*, 44, p. 329–363.
- [Bro17] Brozek, C. (2017) *Conception et développement de nouveaux alliages de titane à haute ductilité et fort écrouissage*. Thèse, Université Pierre et Marie Curie.
- [Cot51] Cottrell, AH., Bilby, BA. LX. (1951) *A mechanism for the growth of deformation twins in crystals*. The London, Edinburgh and Dublin philosophical magazine and journal of science, 42, p.573–581.
- [Dan19] Danard, Y. (2019) *Développement d'alliages de titane « transformables par déformation » : étude des relations microstructure/propriétés mécaniques*. Thèse, Université Paris Sciences et Lettres.
- [Han86] Hanada, S., and Izumi, O. (1986) *Deformation behaviour of retained beta phase in beta-eutectoid Ti-Cr alloys*. Journal of Materials Science, 21, p. 4131-4139.
- [Han85] Hanada, S., Ozeki, M., Izumi, O. (1985) *Deformation characteristics in B phase Ti-Nb alloys*, Metallurgical Transactions A, vol. 16 n°5, p. 789-795.
- [Jao08] Jaoul, B. (édité en 1965, réédité en 2008) Etude de la plasticité et application aux métaux. Les Presses Mines Paris, Collection sciences de la matière, p. 298, 345.
- [Kua75] Kuan, T.S., Ahrens, R.R., Sass, S.L. (1975) *The stress-induced omega phase transformation in Ti-V alloys*, Metallurgical Transactions A, 6, p. 1767-1774
- [Lai15] Lai, M. J., Tasan, C.C., Zhang, J., et al. (2015) *Origin of shear induced β to ω transition in Ti-Nb-based alloys*, Acta Materialia, 92, p. 55-63.

- [Luc01] Lucon, E. (2001) *Material damage evaluation of primary power plant components using subsize specimens*, Advanced Engineering Materials, Vol. 3, p. 291-302.
- [Rac74] Rack, HJ. (1974) *Fracture Toughness Behavior of Unaged Beta-III Titanium, Toughness and Fracture Behavior of Titanium*, American Society for Testing and Materials, STP 651, p. 43-63.
- [Ric69] Rice, JR. et D. M. Tracey, DM. (1969) *On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 17(3): p. 201-217.
- [Rus06] Rusakov, GM., Litvinov, AV., Litvinov, VS (2006) *Deformation twinning of titanium β -alloys of transition class*. Metal Science and Heat Treatment, 48, p. 244-251.
- [Sum66] Sumino, K. (1966) *Process controlling the growth of deformation twins*. Reports of the Research Institutes, Tohoku University. Ser. A, Physics, chemistry and metallurgy, 18, p. 102-115.
- [Sun13] Sun, F., Zhang, J.Y., Marteleur, M., et al. (2013) *Investigation of early stage deformation mechanisms in a metastable β titanium alloy showing combined twinning-induced plasticity and transformation-induced plasticity effects*. Acta Materialia, 61, p. 6406-6417.
- [Ter67] Terasaki, F. (1967) *Contribution to the study of the mechanism of cleavage rupture in single crystals of pure Iron*. Métaux, Corrosion Ind., 42,1
- [Wel93] Welsch, G., Boyer, R., Collings, E.W. (1993) Materials Properties Handbook: Titanium Alloys. ASM International.
- [Xin08] Xing, H., Sun, J. (2008) *Mechanical twinning and omega transition by $\langle 111 \rangle \{112\}$ shear in a metastable β titanium alloy*, Applied Physics Letters, vol. 93 n°3, p. 031908.
- [Yao19] Yao, K., Min, X., Emura, S. et al. (2019) *Coupling effect of deformation mode and temperature on tensile properties in TWIP type Ti-Mo alloy*, Materials Science and Engineering A, 766, 138363.

Conclusions et perspectives

Depuis une dizaine d'années, le développement des alliages de titane β transformables par déformation suscite un vif intérêt dans la communauté scientifique. Jusqu'alors, les recherches se concentrent majoritairement sur le développement de nouvelles compositions d'alliages et sur la compréhension des mécanismes de déformation mis en jeu corrélés aux propriétés mécaniques résultantes. À ce sujet, les avancées sont nombreuses mais de nombreuses questions, notamment concernant les mécanismes de déformation secondaires, se déroulant à une échelle sub-micrométrique, restent encore sans réponse et nécessitent encore d'être étudiées.

Partant de cet état de la recherche et développement, notre étude s'est positionnée sur un constat : la rupture de ces alliages est très peu étudiée, alors que la compréhension des mécanismes de rupture reste essentielle pour avancer vers leur industrialisation. Ainsi, en se basant sur les études déjà réalisées au laboratoire de Métallurgie Structurale (MS) de l'Institut de Recherche de Chimie Paris (IRCP), nous avons souhaité caractériser précisément la rupture d'un alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn, sous diverses sollicitations mécaniques et pour une production plus proche de l'industrialisation que celle faite jusqu'ici en laboratoire.

Ainsi, au cours de cette thèse, nous avons caractérisé le comportement mécanique sous sollicitations diverses en faisant varier le mode de chargement et la vitesse de sollicitation : traction uniaxiale à vitesse quasi-statique et à grandes vitesses, ténacité et résilience. L'objectif principal de notre étude a été de corréler mécanismes de rupture et de déformation, ce qui est inédit dans le cas des alliages de titane TRIP/TWIP. Pour remplir cet objectif, la variation de la température d'essai est apparue comme une stratégie intéressante pour faire évoluer le comportement mécanique de l'alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn et ainsi mieux saisir le lien entre propriétés mécaniques, microstructures de déformation et mécanismes de rupture.

Nous avons tout d'abord établi une méthodologie d'étude afin de proposer, pour chaque type d'essai, les éléments suffisants pour une caractérisation efficace de ce type d'alliage, à gros grains et présentant de multiples mécanismes de déformation.

Cette méthodologie a permis une première caractérisation des deux blocs du même alliage à notre disposition. Une forte dispersion des propriétés mécaniques a été mise en évidence, à la fois au sein d'un même bloc et entre les deux blocs, en fonction de l'historique thermomécanique de chacun (gamme de laminage, épaisseur de trempe). De plus, aucun effet TRIP macroscopique n'a été observé, contrairement aux études précédentes sur une composition nominale d'alliage identique. Plusieurs paramètres ont été identifiés comme critiques vis-à-vis de cette dispersion :

- Chaque bloc présente une microstructure à gros grains. Cette caractéristique est un problème connu pour les alliages de titane β à cause du grain β qui croît facilement avec la température. Une faible statistique de grains se révèle donc problématique lors de la réalisation d'essais mécaniques (confinement de la plasticité), d'autant plus que pour les alliages TRIP/TWIP, chaque grain a un comportement mécanique propre tant pour la déformation que pour la rupture. Malgré cette taille de grains importante, l'amélioration des propriétés par rapport aux alliages de titane β a pu être montrée ;
- Des différences sur la séquence de laminage, sur l'épaisseur du bloc traité et sur la séquence des traitements thermiques mènent à une variation significative de la

microstructure, ce qui semble avoir un effet direct sur les propriétés mécaniques et les mécanismes de rupture mis en jeu.

Ces observations traduisent un manque de robustesse dans l'élaboration de ces alliages pour cette première utilisation d'un produit épais et « semi-industriel » (d'une dizaine de kilogrammes). Toutefois, la littérature et les études précédemment menées au laboratoire MS de l'IRCP recensent des microstructures plus fines et une reproductibilité des propriétés nettement plus acceptable dans une perspective d'industrialisation. Il apparaît qu'un fort écrouissage à froid est nécessaire à l'obtention d'une telle microstructure. Ainsi écroui, nous pensons que ce type de matériau se prêterait davantage à une caractérisation telle que menée dans nos travaux, sous réserve d'adapter les éprouvettes de ténacité et de résilience à ces nouvelles géométries.

La quantification des tailles des éléments caractéristiques de la rupture (diamètre de cupules et distance entre centres de cupules alignées) et de la déformation (épaisseur des macles et distance entre macles) reste compliquée dans ces matériaux. Bien que la microstructure initiale soit monophasée et relativement facile à caractériser, la microstructure déformée est complexe et plus difficile à caractériser, dès de petites déformations (quelques pourcents) et d'autant plus à rupture. De la même façon, l'étude quantitative des surfaces de rupture et des microstructures de déformation, complexes, n'a pas pu s'appuyer sur l'utilisation de techniques automatisées, notamment en analyse d'images. Au total plus de 9800 mesures ont été réalisées manuellement lors de cette étude. L'ensemble de cette caractérisation a permis de mettre en évidence plusieurs caractéristiques clés du comportement de l'alliage.

Le comportement élastoplastique aux petites déformations semble être le paramètre clé permettant d'expliquer des différences de propriétés observées, et ce quelles que soient la vitesse ou la température d'essai. Le comportement mécanique aux grandes déformations varie peu ce qui explique les différences limitées observées lors de la caractérisation quantitative des éléments de la rupture. Toutefois l'étude des microstructures aux petites déformations ne suit pas une évolution qui permet d'expliquer l'augmentation de la limite d'élasticité avec la diminution de la température.

Le couplage des résultats obtenus grâce aux essais de résilience et de propagation de fissure semblent suggérer que l'amorçage est relativement facile par comparaison à la propagation de fissure. En effet, la température ne fait pas varier sensiblement la contribution de l'amorçage, tandis que celle de la propagation augmente continuellement avec la température. Ainsi, la rupture de l'alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn se déclenche plus tardivement que celles d'autres alliages de titane, grâce à l'évolution de la microstructure du matériau au cours de la déformation qui freine la propagation de fissure. De plus, lorsque la température diminue, le maclage est défavorisé et ne constitue plus un obstacle à la fissuration. Toutefois, nous avons montré une robustesse du comportement mécanique et une conservation des mécanismes de rupture et de déformation jusqu'à -100 °C.

En revanche, à partir d'une température seuil, que nous avons déterminée grâce aux essais de résilience autour de - 125 °C, nous observons une chute nette des propriétés accompagnée d'une rupture brutale, bien que toujours ductile, et de l'absence de maclage. Cela confirme donc toute l'importance du maclage comme mécanisme de déformation dans l'obtention des propriétés innovantes connues pour cette famille d'alliages. Néanmoins, dès que le déclenchement du maclage n'est plus favorisé, la déformation, que nous avons montré être localisée par zones, n'est plus accommodée, ce qui explique la chute de propriétés observées.

L'étude couplée de la rupture et de la déformation nous a permis de proposer un scénario de germination de cavités pour une certaine population de cupules (alignées). Les jonctions triples grain/macle/grain voisins constitueraient des sites de germinations de cavités. La croissance de celles-ci est ensuite pilotée par la distance entre macles ou l'épaisseur des macles. Le maclage confirme donc son rôle prépondérant dans le comportement mécanique de l'alliage car il conditionne la rupture de certaines zones. Ce scénario, proposé à température ambiante, semble extensible aux températures jusqu'à -100 °C. Néanmoins, ce scénario ne permet pas d'expliquer la rupture pour des températures où le maclage n'est plus déclenché alors que les cupules alignées constituent alors la majorité des faciès de rupture.

Nous n'avons malheureusement pas pu mettre directement en évidence la correspondance proposée entre les cupules et les macles. L'utilisation de techniques in situ permettant une analyse à des échelles fines serait nécessaire pour statuer clairement sur ce lien. Nous pensons notamment à la réalisation d'essai de traction in situ sous faisceau de haute énergie au synchrotron, couplée à de la tomographie aux rayons X et une analyse EBSD permettrait de voir la synergie entre propriétés mécaniques, création de cavités et mécanismes de déformation déclenchés. Nous restons conscients que cette proposition implique une procédure expérimentale lourde et nécessite également une taille de grains affinée pour que les analyses soient pertinentes.

Au vu des résultats obtenus à température négative, nous pensons qu'une caractérisation fine de la microstructure à température négative supérieure à la température de transition « ductile-fragile » serait nécessaire, notamment dans l'optique d'une utilisation pour des pièces aéronautiques. En effet, la présence de phase ω semble jouer sur la sensibilité à la triaxialité. Parmi les points à traiter nous pensons que la caractérisation du maclage et des interfaces macle/matrice, ainsi que la caractérisation de la présence de phase ω , mise en évidence dans cette étude en résilience, en lien avec la rupture, permettraient d'expliquer les quelques variations de comportement observées avec la diminution de la température.

Annexes

Annexe 1 : Préparations métallographiques

Annexe 2 : Traitements thermiques au bain de sels

Annexe 3 : Fibres de texture

Annexe 4 : Analyses réalisées en microscopie électronique à balayage

Annexe 5 : Méthodologie de mesure des éléments caractéristiques de la rupture et de la déformation

Annexe 6 : Essai de traction quasi-statique

Annexe 7 : Essai de propagation de fissure et paramètres de dépouillement *keycurve*

Annexe 8 : Protocole expérimentale du suivi par émission acoustique

Annexe 9 : Analyses PACOM

Annexe 10 : Extrait du rapport de stage de Master 1 de Marcia Meireles

Annexe 1 : Préparations métallographiques

I. Préparation des échantillons pour observation au microscope optique

Les observations par microscopie optique sont réalisées sur un microscope numérique Keyence VHX-5000, équipé d'un logiciel d'analyse d'images ou sur une loupe binoculaire. L'échantillon à analyser est enrobé à 180 °C pendant 5 min dans une résine carbone conductrice, puis poli en suivant le protocole suivant :

- Polissage mécanique du papier SiC de grain 80 au papier SiC de grain 4000, lubrifié à l'eau.
- Polissage sur drap feutre avec un mélange de suspension de silice colloïdale de granulométrie 0,4 μm (OP-S) et d'eau oxygénée en proportion 50-50 pendant 5 min.

Le passage au papier SiC de grain 80 doit uniquement servir à enlever l'excédent de résine. Un passage trop long sur ce papier peut induire l'apparition de macles et fausser l'analyse métallographique ou modifier la microstructure initiale si le polissage est réalisé sur éprouvette.

Les échantillons ont ensuite été attaqués chimiquement au réactif de Kroll (3% HF, 6% HNO₃, 91% H₂O). L'attaque se fait à l'aide d'une pipette plastique avec laquelle le réactif est directement réparti sur la surface à attaquer. L'attaque est stoppée par immersion de l'échantillon dans l'eau lorsque la couleur de celui change (visible très nettement à l'œil nu). Ensuite, les échantillons sont observés à la loupe binoculaire.

II. Préparation des lames MET

Les analyses au MET ont été réalisées sur deux équipements différents :

- Les analyses en imagerie et diffraction des lames issues d'éprouvettes déformées ont été réalisées sur un MET Tecnai T30 avec une cathode LaB₆ utilisé sous une tension d'accélération de 300 kV et équipé d'une caméra Gatan UltraScan® US1000. Le porte échantillon utilisé est un double tilt ($\pm 45^\circ$ en α et $\pm 30^\circ$ en β) ;
- Les analyses en imagerie et en PACOM ont été réalisées sur un MET Tecnai F20, opérant à une tension d'accélération de 200 kV, et équipé d'un canon à émission de champ et d'un système de cartographie d'orientation cristalline assistée par précession d'électrons (PACOM) ASTAR® [Rau08].

Dans tous les cas la préparation des lames MET suit la procédure expérimentale suivante :

- Découpe d'un cylindre de 3 mm de diamètre parallèlement au sens S de l'éprouvette (exemple sur une éprouvette Charpy, Figure 29)

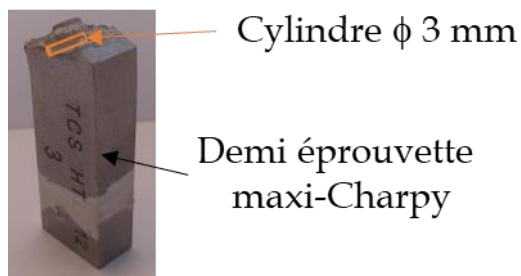


Figure 29 – Schéma de prélèvement du cylindre pour lames minces, cas d'une éprouvette de résilience

- Découpe de tranches de 300 à 500 μm d'épaisseur à partir du cylindre ;
- Amincissement mécanique des tranches jusqu'à une épaisseur de 70-80 μm ;
- Amincissement électrolytique par la méthode du double-jet, avec un électrolyte (250 mL de butanol, 600 mL de méthanol et 60 mL d'acide perchlorique) sous une tension de 27 V et à une température de -30 °C.

Annexe 2 : Traitements thermiques au bain de sels

Une partie des traitements thermiques de cette étude ont été réalisés sur un four à bain de sels Borel CU 1050 SE (Figure 30)



Figure 30 – Four à bain de sel utilisé pour certains traitements thermiques de cette étude [Borel]

Les sels utilisés pour réaliser les traitements thermiques sont des carbonates : Li_2CO_3 , Na_2CO_3 , K_2CO_3 . Un des avantages de ce type d'équipement est la réalisation de traitements courts (dits « flash ») sur des faibles épaisseurs (< 1 mm) grâce aux sels fondus qui permettent une mise en température immédiate de la surface de la pièce traitée.

[Borel] www.borelswiss.fr (en date du 10/10/2020).

Annexe 3 : Fibres de texture

La formation de textures dans la phase β du titane étant très marquée, il est intéressant de recenser les principales composantes de textures des matériaux à maille cubique centrée (CC). La texture de ces matériaux est donc caractérisée par des fibres, dont le positionnement dans l'espace d'Euler est rappelé sur la Figure 31 et les composantes principales dans le Tableau 9.

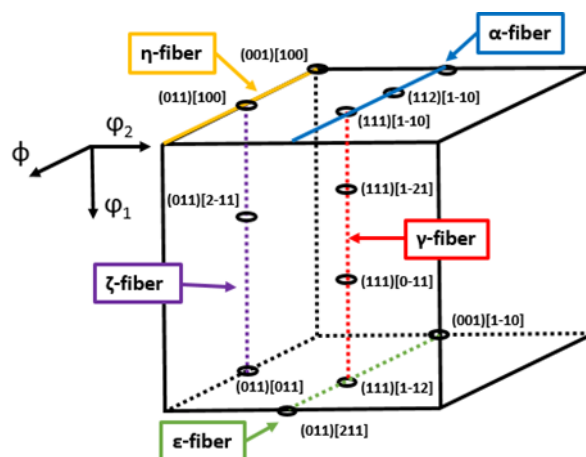


Figure 31 - Représentation dans l'espace d'Euler des principales fibres dans les matériaux à maille cubique centrée [Raa93]

Tableau 9 : Composantes des principales fibres responsables de la texture dans les matériaux cubique centrés (RD : direction de laminage, ND : direction normale, TD : direction transverse) [Raa93][Raa95][Höl94]

Matériaux	Nom de la fibre	Axe de la fibre	Principales composantes de la fibre
Métal cubique centré	α	$\langle 110 \rangle$ // RD	$\{001\}\langle 110 \rangle$, $\{112\}\langle 110 \rangle$, $\{111\}\langle 110 \rangle$
	γ	$\langle 111 \rangle$ // ND	$\{111\}\langle 110 \rangle$, $\{111\}\langle 112 \rangle$
	η	$\langle 001 \rangle$ // RD	$\{001\}\langle 100 \rangle$, $\{011\}\langle 100 \rangle$
	ζ	$\langle 011 \rangle$ // ND	$\{011\}\langle 100 \rangle$, $\{011\}\langle 211 \rangle$, $\{011\}\langle 111 \rangle$, $\{011\}\langle 011 \rangle$
	ϵ	$\langle 011 \rangle$ // TD	$\{001\}\langle 110 \rangle$, $\{112\}\langle 111 \rangle$, $\{4\ 4\ 11\}\langle 11\ 11\ 8 \rangle$, $\{111\}\langle 112 \rangle$, $\{11\ 11\ 8\}\langle 4\ 4\ 11 \rangle$, $\{011\}\langle 100 \rangle$

Références

- [Raa93] Raabe, D., Lücke, K. (1993) *Textures of ferritic stainless steels*, Materials Science and Technology, 9, p. 302-312
- [Raa95] Raabe, D. (1995) *Textures of strip cast and hot rolled ferritic and austenitic stainless steel*, Materials Science and Technology, 11, p. 461-468.
- [Höl94] Hölscher, M., Raabe, D., Lücke, K. (1994) *Relationship between rolling textures and shear textures in f.c.c. and b.c.c. metals*, Acta Metallurgica et Materialia, 42, p. 879-886.

Annexe 4 : Analyses réalisées en microscopie électronique à balayage

Les Microscopes Électroniques à Balayage (MEB) utilisés pour cette étude sont un MEB FEG FEI Nova NanoSEM 450 et un MEB FEG Zeiss Sigma 300, deux MEBs équipé d'un canon à émission de champ.

Les fractographies ont été réalisées en électrons secondaires, sous une tension de 7kV, en utilisant sans distinction les deux MEBs, en prenant soin de conserver la même largeur d'images pour des analyses de cupules, par exemple. Les analyses sont systématiquement faites par imagerie des électrons secondaires avec le détecteur conventionnel et le détecteur InLens (dans la lentille). Le détecteur d'électrons secondaires permet d'obtenir le relief général de la surface de rupture tandis que le détecteur InLens permet de mieux discerner les détails fins qui composent les éléments caractéristiques de la surface de rupture.

Les analyses EBSD ont été réalisées au MEB Zeiss Sigma 300, équipé d'un détecteur de diffraction des électrons rétrodiffusés, sous une tension de 20 kV. Le pas utilisé pour la réalisation des analyses diffère en fonction de l'analyse réalisée, afin d'obtenir un compromis entre la précision de l'analyse et le temps de la cartographie. Précisons que pour l'analyse d'échantillons déformés, aucun nettoyage n'a été effectué afin de ne pas supprimer les macles, souvent mal indexées. Le Tableau 10 résume les caractéristiques de chaque cartographie présentée dans ce manuscrit.

Tableau 10 – Caractéristiques de l'ensemble des cartographies présentées dans ce manuscrit

Figure	Grandissement	Pas (μm)	Plan de la cartographie
3.8	x 300	10	LT
4.15.a	x 200	0.75	LT
4.15.b	x 500	0,75	LT
4.18.b	x 140	1	LT
4.19.b	x 140	2	LT
4.25	x 300	1,5	TL
4.37.a	x 50	1,8	LT
5.4 (-100°C)	x 100	2	LT
5.24.b	x 200	0.2	LT
5.26.a	x 100	1,5	LT

Seule la cartographie 3.8 a été nettoyée grâce au logiciel OIM avec l'option *grain dilation*. La taille de grain minimum considérée est de 15 pixels, et la désorientation minimum entre deux grains de 5°. Le pourcentage de nettoyage pour cette cartographie est alors de 26 %.

Annexe 5 : Méthodologie de mesure des éléments caractéristiques de la rupture et de la déformation

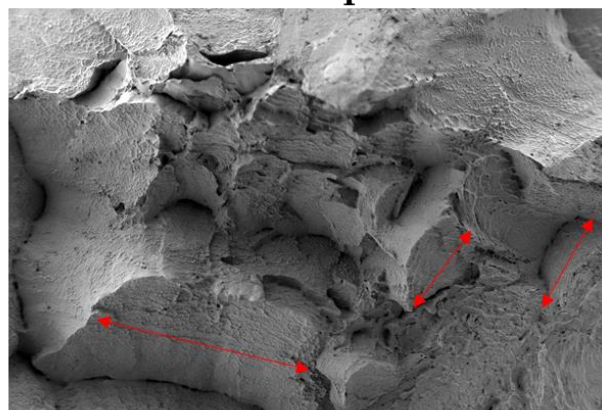
Dans cette annexe, la manière donc les mesures ont été réalisées sera systématiquement illustrée par l'intermédiaire des flèches rouges reportées sur les images illustrant chaque type d'éléments.

I. Mesures des éléments caractéristiques de la rupture

- Macroplans ou macrocavités :

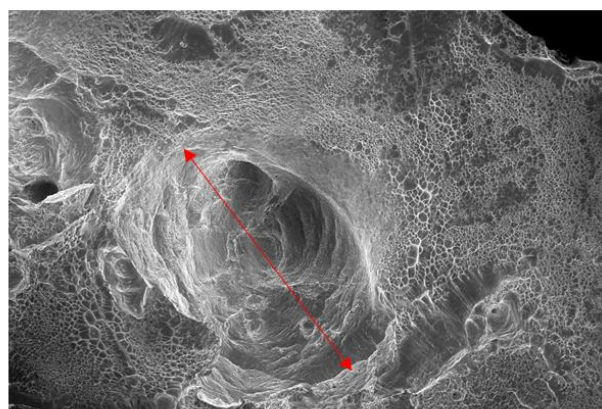
Tous les macroplans ou toutes les macrocavités visibles sur chaque surface de rupture sont mesurés.

Macroplans



200 μm

Macrocavités



100 μm

Figure 32 – Illustration de de la méthode de mesures de macroplans et de macrocavités

- **Cupules hors alignement :**

Pour ces mesures, les images MEB ont une surface de 18045 μm^2 (grossissement $\times 700$). Le nombre de mesures est dépendant de la surface de rupture car le relief peut compliquer la réalisation des mesures. Les mesures sont réalisées manuellement et aléatoirement sur six images différentes. Nous nous assurons également de fournir un nombre de mesures similaires lorsqu'une comparaison est effectuée. Deux morphologies de cupules sont considérées (Figure 33).

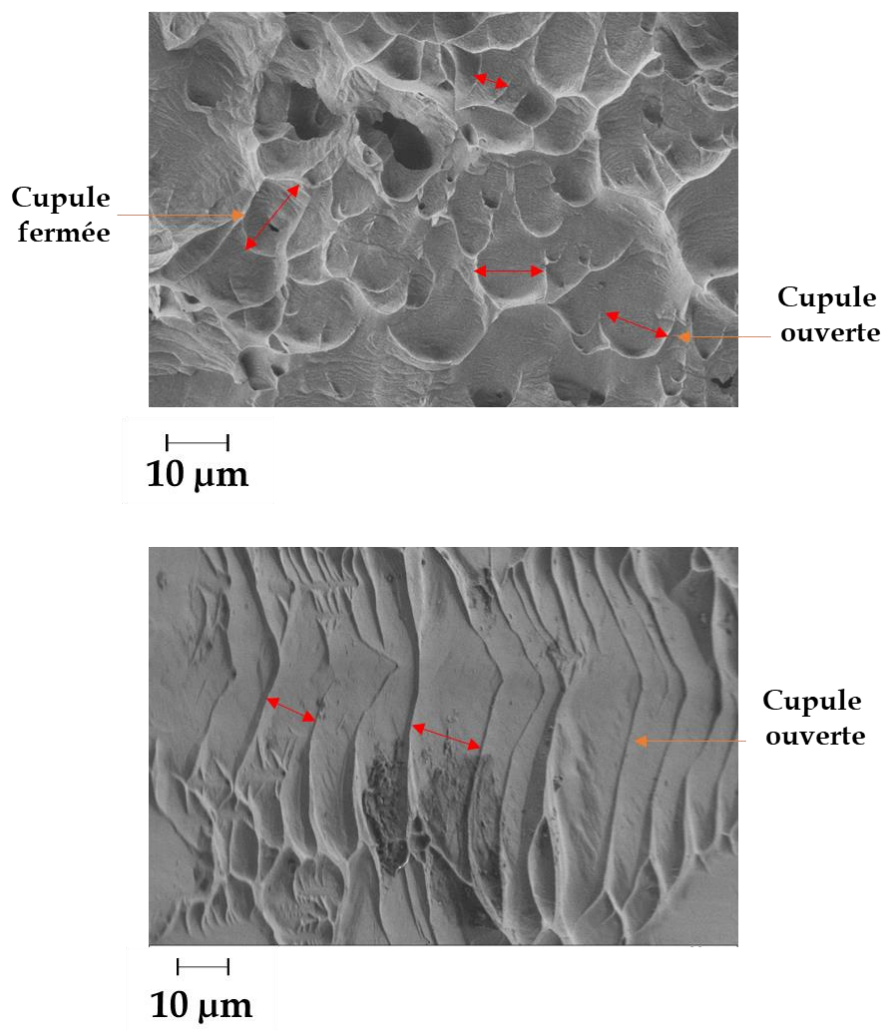


Figure 33- Illustration de la méthode de mesures des cupules hors alignement, suivant si la cupule est fermée ou non

Pour les cupules fermées, de forme elliptique bien définie, nous considérons son plus grand axe. Pour les cupules ouvertes, nous mesurons la distance entre deux parois visibles comme illustré sur la Figure 33.

- **Alignement de cupules :**

La surface des images est également de $18045 \mu\text{m}^2$ (grossissement $\times 700$). Le nombre de mesures est dépendant de la fréquence d'apparition de cette morphologie. Nous réalisons les mesures sur 2 à 6 images différentes, encore une fois suivant la fréquence d'apparition des alignements. Ces mesures nous permettent de statuer sur la densité de sites d'amorçage, aussi nous mesurons la distance entre centres de cupules (Figure 34).

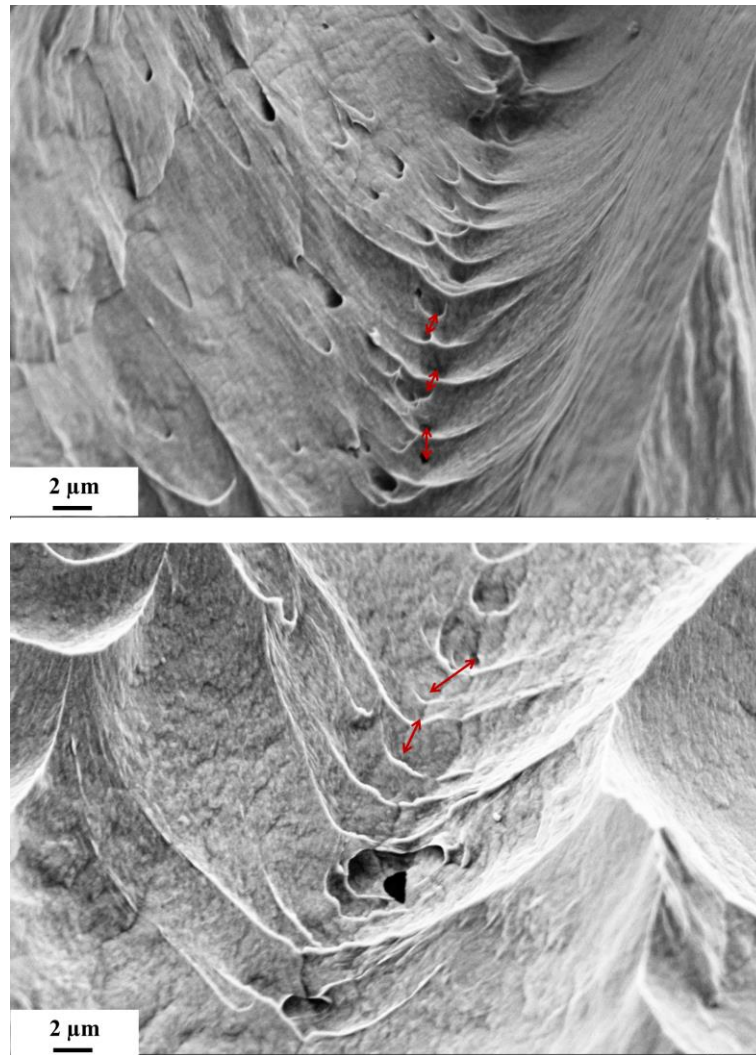


Figure 34 – Illustration de la méthode de mesure de la distance entre centres de cupules alignées

- **Crêtes de plasticité :**

Les crêtes de plasticité peuvent avoir des morphologies et des tailles très variées (Figure 35). Aussi la taille de l'image sera-t-elle ajustée afin de permettre une mesure précise de ces éléments. À nouveau, le nombre de mesures dépendra de la fréquence d'apparition des crêtes.

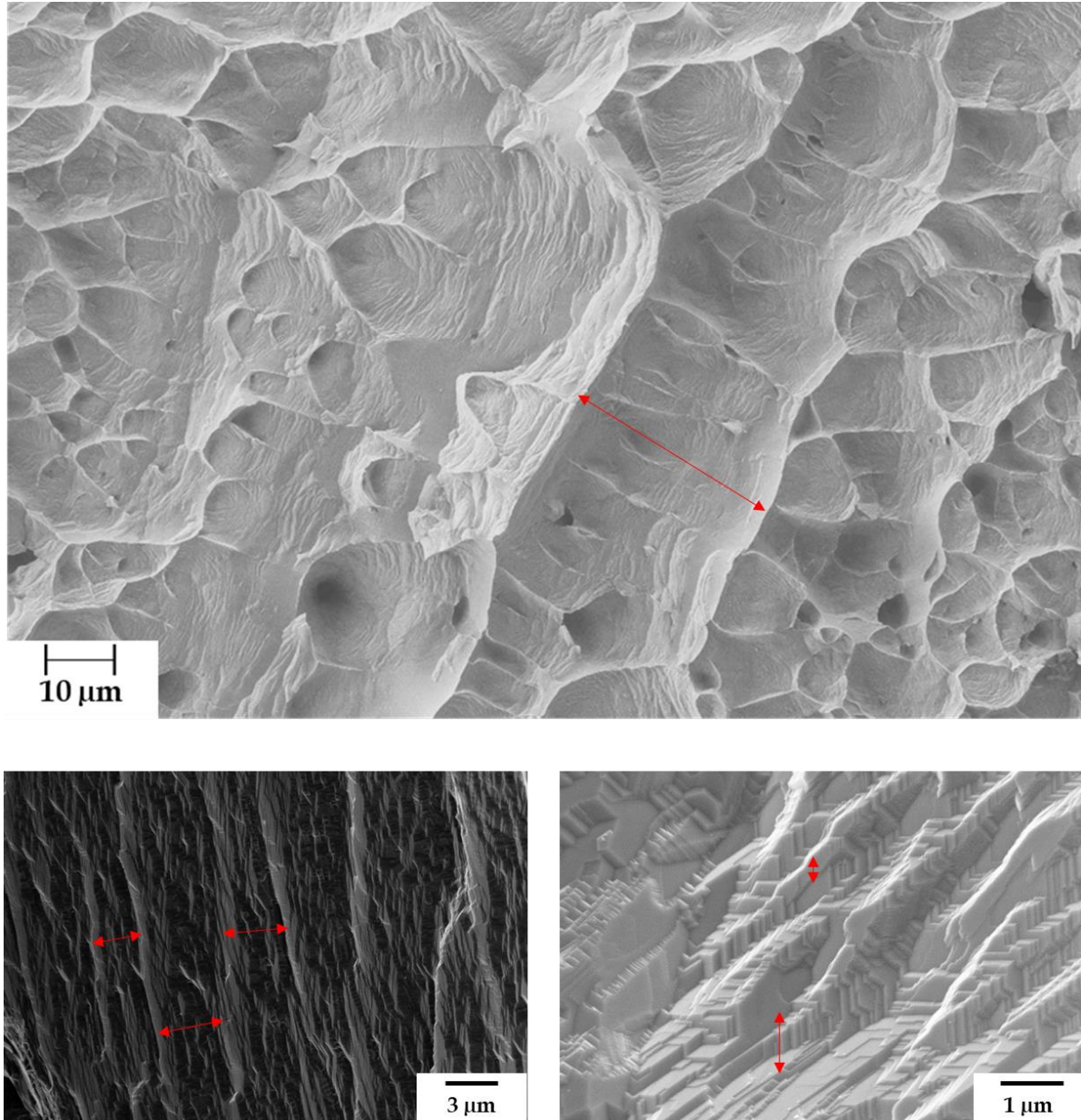


Figure 35 – Illustration de la méthode de mesure des crêtes de plasticité

II. Mesures des éléments caractéristiques de la déformation

- Taille de grains :

La taille de grains a été déterminée manuellement par une méthode des intercepts car les frontières entre grains sont difficiles à déterminer avec la méthode décrite par la norme [ASTM13].

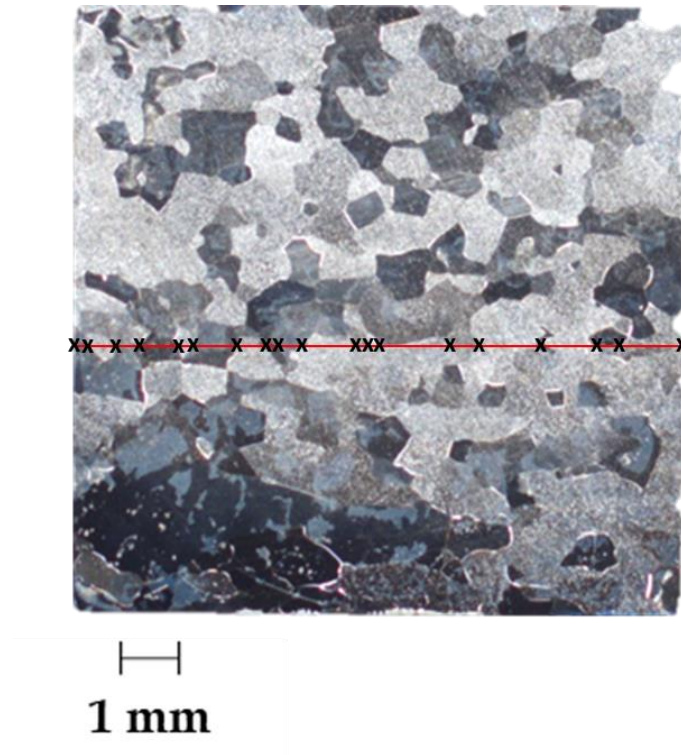


Figure 36 - Mesure de la taille de grains par une méthode des intercepts

Pour chaque éprouvette sur laquelle les mesures sont réalisées, cinq lignes d'intercepts sont considérées.

- **Taille de macles et épaisseur de macles :**

Pour ces deux derniers points, on s'appuiera sur des images MEB en électrons secondaires de coupes polies attaquées lorsque la densité de macles n'est pas trop importante pour les rendre discernable individuellement et sur des cartographies EBSD. Dans le premier cas, six images de $25778 \mu\text{m}^2$ (grossissement $\times 1000$) sont prises aléatoirement sur la coupe polie et pour chaque catégorie de macles, trente mesures sont réalisées. Dans le second cas, dix mesures par grain sont réalisées.

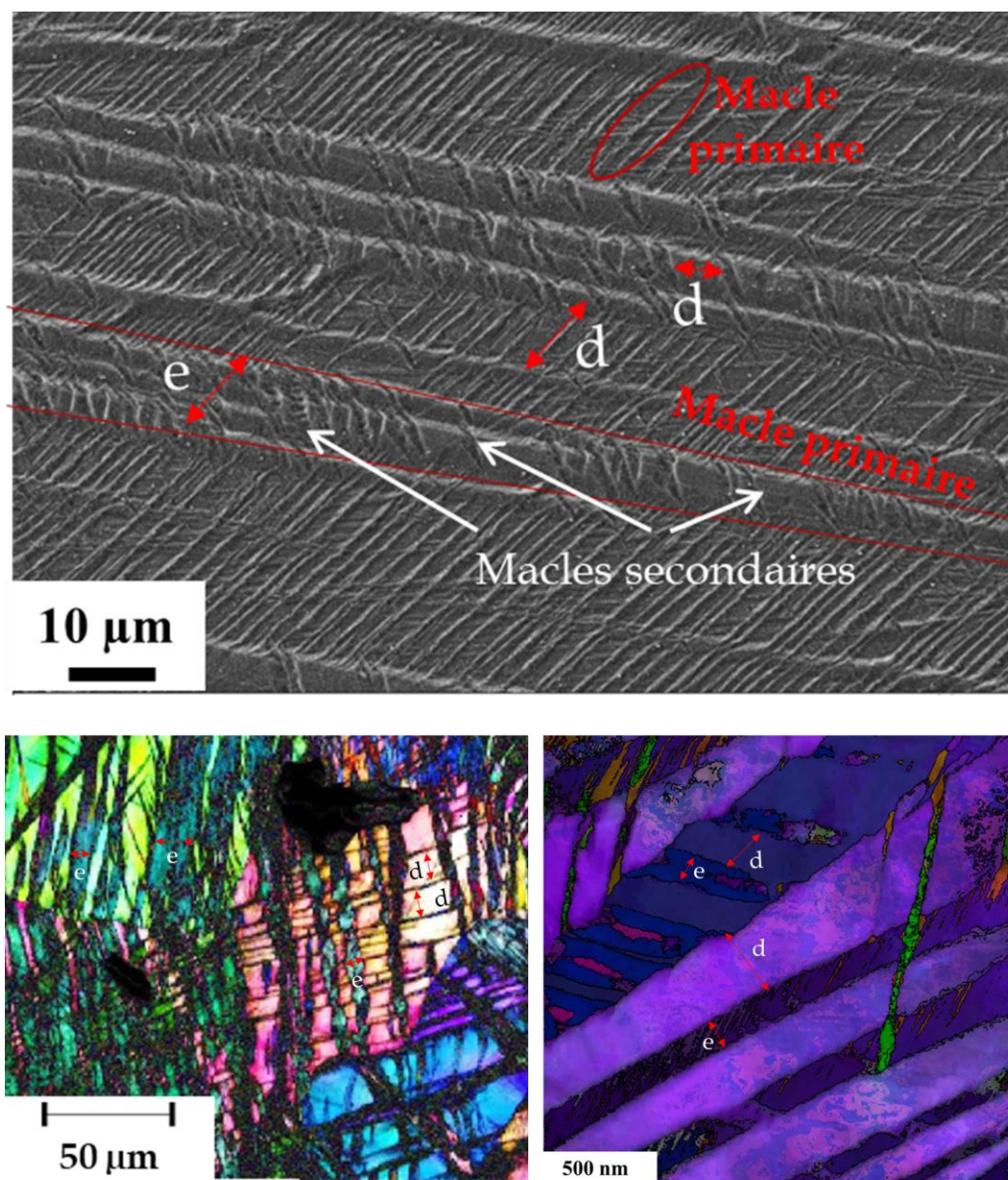


Figure 37 – Illustration de la méthode de mesures de l'épaisseur des macles et de la distance entre macles, notées e et d respectivement

Annexe 6 : Essai de traction quasi-statique

Les essais de traction ont été réalisés à un taux de déformation de 10^{-3} s^{-1} (sauf mention contraire) à titre de comparaison avec [Bro17]. Plusieurs machines de traction servohydrauliques ont été utilisées :

- une machine servohydraulique MTS équipée d'une cellule de force de 100 kN ;
- une machine servohydraulique Instron équipée d'une cellule de force de 250 kN et d'une enceinte en température (chapitre 5).

Chaque essai est suivi grâce à un extensomètre longitudinal mécanique, apposé sur l'éprouvette, ou optique, grâce à un suivi caméra.

I. Courbe d'écrouissage des essais sur éprouvettes lisses

La courbe du taux d'écrouissage en fonction de la déformation est tracée pour chaque essai sur éprouvette lisse et correspond à la dérivée de la courbe contrainte - déformation, $\frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon}$. Toutefois, lorsqu'on trace cette courbe à partir des données brutes, elle est extrêmement bruitée comme le montre la Figure 38.b. De fait, nous réduisons tout d'abord le nombre de points de la courbe contrainte-déformation à 100 points, contre 500 à 25 000 points initialement, grâce à une interpolation. La dérivée est alors calculée à partir de cette « courbe réduite » puis tracée sur une gamme de taux d'écrouissage allant jusqu'à 5000 MPa, même si le maximum de la courbe est supérieur à cette valeur (Figure 38.a).

Cette gamme permet d'afficher clairement l'évolution de la courbe liée au comportement plastique (courbe lissée Figure 38.b). La partie supérieure à 5000 MPa correspond au domaine élastique, qui ne présente pas d'intérêt dans le cadre de notre étude.

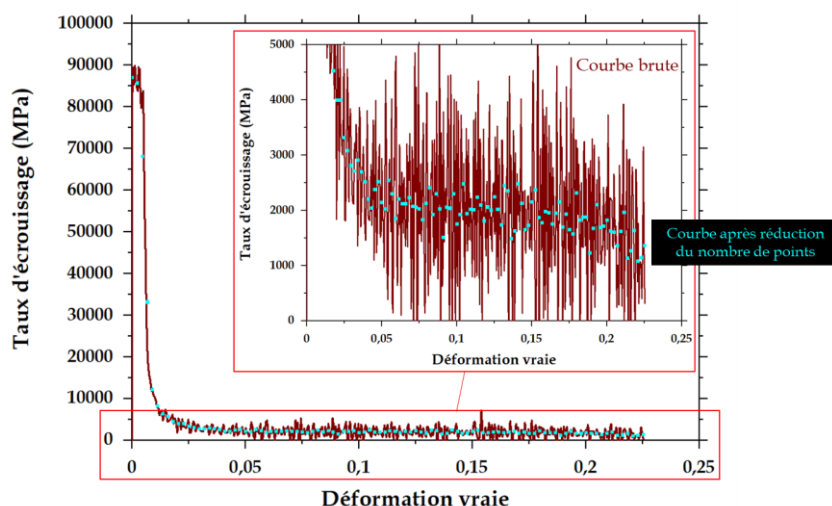


Figure 38 - (a) Courbes d'érouissage bruitée et lissée et (b) zoom sur la gamme d'érouissage considérée

II. Suivi par ombres chinoises des essais sur éprouvette axisymétrique entaillée

Cette méthode de suivi, utilisée lors des essais de traction sur éprouvette axisymétrique entaillée (appelée NT2 ou NT4 dans ce manuscrit) se base sur le suivi du contour dessiné par l'entaille de l'éprouvette (Figure 39)

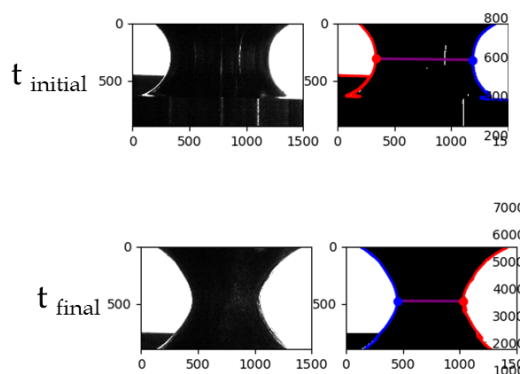


Figure 39 - Images au début de l'essai et juste avant rupture d'une éprouvette NT4 (colonne de gauche) et suivi de la réduction de rayon après post-traitement des images (colonne de droite)

Afin que le traitement des images soit le plus abouti possible, il est nécessaire de créer un fort contraste entre l'éprouvette (en noir sur la Figure 39) et l'arrière-plan (en blanc sur la Figure 39). Il faut également veiller à l'absence de reflets trop importants sur l'éprouvette afin de ne pas fausser l'analyse.

L'analyse des images est faite grâce au script *ShadowR* développé par Jacques Besson, Yazid Madi et Basile Marchand au Centre des Matériaux. Sans entrer dans les détails du code, le dépouillement de chaque image passe par la détection des contours gauche et droit de l'entaille (lignes rouge et bleue sur la Figure 39, la couleur est arbitraire)

airement attribuée d'où l'inversion observée entre les deux images). Une fois ces contours définis, la distance minimale va être déterminée et suivie pour chaque image. Les images ayant été au préalable associés à une valeur de force et de déplacement, nous remontons ainsi à la courbe force-distance entre contour, qui après dépouillement aboutit à la courbe contrainte-réduction de rayon utilisée dans ce manuscrit.

Annexe 7 : Essai de propagation de fissure et paramètres de dépouillement *keycurve*

I. Procédure expérimentale

Les essais de cette étude ont été réalisés sur des éprouvettes de ténacité Compact Tension (CT) présentées dans le chapitre 3. L'entaille est usinée par électroérosion au fil, toujours pour limiter les contraintes induites par l'usinage.

Avant l'usinage des rainures latérales, l'éprouvette est préfissurée en fatigue sur une machine de traction hydraulique classique (fréquence d'environ 40 Hz), jusqu'à obtenir une fissure d'une longueur de $a_0 = 0,5W$, estimée grâce à la mesure optique de la longueur de fissure sur les faces de l'éprouvette et en supposant une avancée homogène dans toute l'éprouvette. Le facteur d'intensité des contraintes de fin de préfissuration est de $7,8 \text{ MPa.m}^{0,5}$ pour les éprouvettes CT12,5 et de $15,2 \text{ MPa.m}^{0,5}$ pour les éprouvettes CT10. Cette étape permet d'obtenir une préfissure en fatigue qui se caractérise par un très faible rayon de courbure en pointe de fissure et une zone plastique de très faible étendue spatiale. Après la préfissuration, les rainures latérales sont usinées, d'une profondeur de $B/10$ selon la norme [ASTM17].

L'essai de ténacité est ensuite réalisé sur une machine de traction hydraulique Instron équipée d'une cellule de force de 250 kN (identique à l'une des machines utilisées pour les essais de traction). Afin d'estimer l'avancée de la fissure au cours de l'essai (grandeur Δa), plusieurs méthodes existent [ASTM17] [ISO12135]. Au début de notre étude, nous avons utilisé la méthode des décharges partielles, appelée également méthode de la complaisance, qui consiste à réaliser des cycles de charges et décharges partielles pendant l'essai à des intervalles prédéfinis. Cette méthode n'est pas valable pour notre étude à cause de l'effet des charges-décharges mis en évidence dans le chapitre 3 et nous utilisons la méthode de dépouillement *keycurve* dans notre étude, dont les paramètres pour le bloc LTIM' sont présentés ci-après.

Une fois l'essai terminé, l'éprouvette est « post-fissurée » en fatigue pour révéler les faciès de rupture tout en marquant l'étendue de la propagation stable de fissure : cela permet de distinguer l'essai lui-même et les phases en fatigue (préfissuration et postfissuration) grâce à leur différence de faciès de rupture.

II. Loi de comportement

D'après la méthodologie mise au point au chapitre 3 concernant le dépouillement des essais J- Δa , nous avons montré que les essais de traction sur éprouvettes lisses permettaient d'établir les paramètres de la loi de comportement nécessaire à ce dépouillement, au même titre que les essais sur éprouvettes entaillées. Au vu de la disponibilité d'un nombre suffisant d'éprouvettes plates, nous réalisons la corrélation grâce aux essais effectués sur ces éprouvettes.

Les paramètres de la loi ont été déterminés à l'aide du logiciel d'optimisation Z-opt, module de la suite Z-set, sur l'ensemble des courbes à température ambiante et sont regroupés dans le

Tableau 11 et comparés avec ceux déterminés dans le chapitre 3 (sur LC''). La Figure 40 montre l'ajustement numérique superposé avec une des courbes expérimentales utilisées pour le bloc LTIM'.

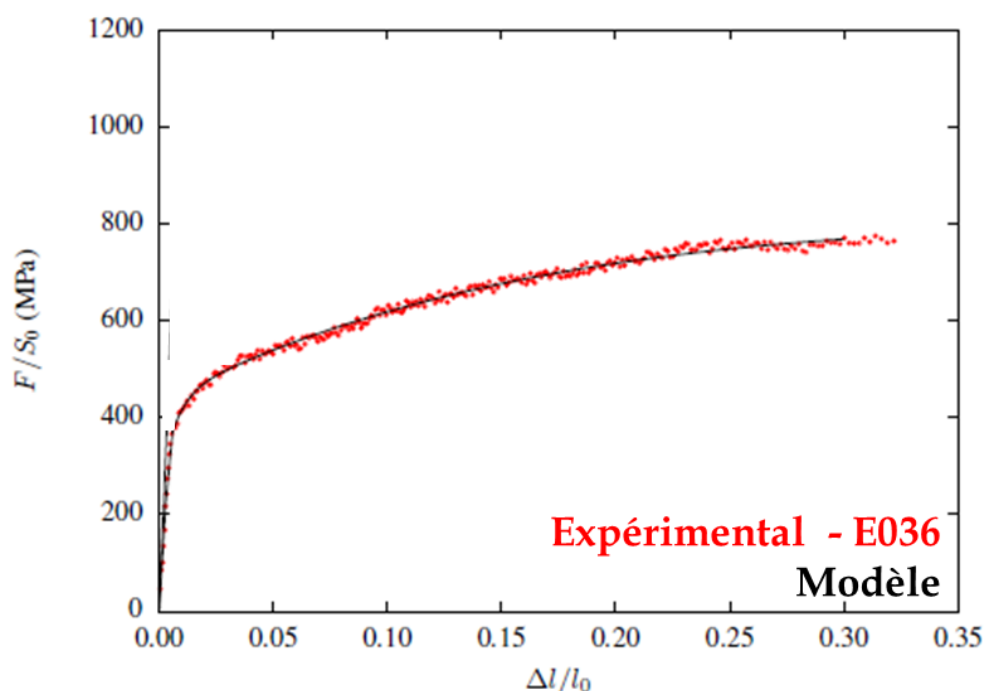


Figure 40 – Courbe contrainte – déformation nominales expérimentale pour un essai réalisé sur éprouvette lisse juxtaposée avec l'ajustement numérique pour le bloc LTIM'

Tableau 11- Paramètres de la loi de comportement déterminée sur éprouvettes de traction lisses plates, comparaison entre blocs LC' et LTIM' - les cases rouges indiquent que le bloc d'origine est LC', les cases bleues LTIM'

Bloc d'origine Identifiant essai	Module d'Young (GPa)	R ₀ (MPa)	Q ₁ (MPa)	b ₁	Q ₂ (MPa)	b ₂
LC' - E011	89	500	1354	1,84	90	252
LTIM' - E036	65	309	1025	1,98	86	136

La détermination de ces paramètres traduit globalement bien les différences observées expérimentalement sur les courbes de traction. La limite d'élasticité calculée est plus faible pour le bloc LTIM' que pour le bloc LC' ce qui correspond aux résultats observés expérimentalement. Les coefficients modélisant l'écrouissage (Q_i et b_i) se situent dans des gammes similaires (pour un même coefficient considéré), ce qui reflète les résultats expérimentaux, car l'écrouissage (estimé par la forme de la courbe entre R_{p0,2} et R_m) est similaire pour les deux blocs considérés.

Nous avons également déterminé les paramètres de cette loi grâce aux essais sur éprouvettes axisymétriques entaillées afin de quantifier les écarts de comportement suivant le type d'éprouvette utilisé, même si le faible nombre d'éprouvettes testées peut rendre les valeurs obtenues modérément représentatives.

La Figure 41 montre l'ajustement numérique superposé avec la courbe expérimentale LTIM'. Les paramètres obtenus sont comparés dans le Tableau 12, avec les paramètres obtenus sur le bloc LC' grâce aux essais sur éprouvettes axisymétriques entaillées.

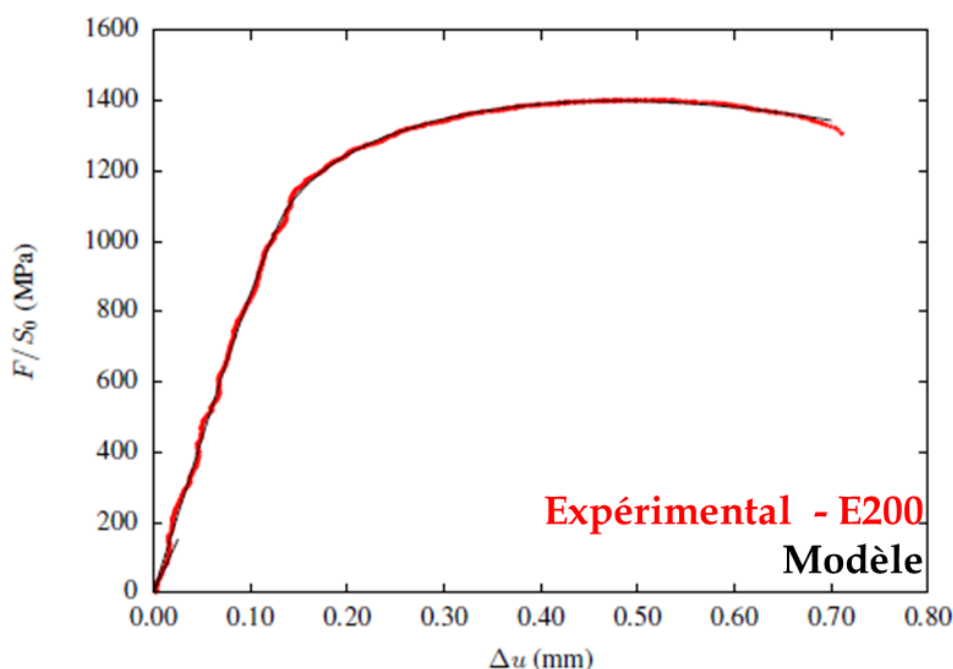


Figure 41 - Courbe contrainte – déplacement expérimentale pour un essai réalisé sur éprouvette axisymétrique entaillée juxtaposée avec l'ajustement numérique pour le bloc LTIM'

Tableau 12 - Paramètres de la loi de comportement déterminée sur éprouvettes de traction axisymétriques entaillées, comparaison entre blocs LC' et LTIM' - les cases rouges indiquent que le bloc d'origine est LC', les cases bleues LTIM'

Bloc d'origine Identifiant essai	Module d'Young (GPa)	R ₀ (MPa)	Q ₁ (MPa)	b ₁	Q ₂ (MPa)	b ₂
LC' - E001	81	577	845	2,73	104	210
LTIM' - E200	95	697	425	8,35	68,4	6073

On remarque que, contrairement à ce qui a été déterminé dans le chapitre 3, les paramètres obtenus grâce aux éprouvettes lisses ou axisymétriques entaillées diffèrent de façon notable dans le cas d'essais réalisés sur le bloc LTIM'.

Les paramètres déterminés sur les éprouvettes axisymétriques entaillées semblent cohérents avec les résultats expérimentaux obtenus. Les modules d'Young sont du même ordre de grandeur au même titre que les pentes similaires des courbes contraintes – réduction de rayon sont proches voire confondues.

Annexe 8 : Protocole expérimentale du suivi par émission acoustique

L'éprouvette CT est montée sur une machine hydraulique (INSTRON 25T) avec extensomètre de suivi de l'ouverture de la fissure. L'émission acoustique est suivie par chaîne d'acquisition Euro Physical Acoustics (MISTRAS) avec deux Sondes (Micro 80). Le gain du préamplificateur est de 40 dB.

- **Filtration du bruit liée à la machine hydraulique**

Une première configuration a été utilisée afin de déterminer le niveau de bruit lié aux vibrations de la machine hydraulique (Figure 42).

Le capteur 1 permet de voir l'influence des perturbations venant de la machine.

Le capteur 2 pour le suivi de l'ouverture de la fissure grâce à l'émission d'ondes acoustiques dues à la progression de la fissure (principe attendu).

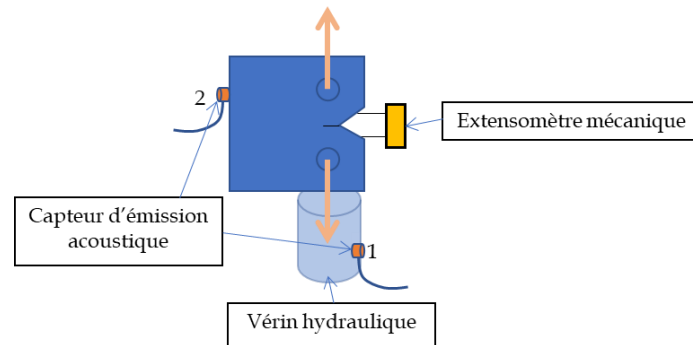


Figure 42 – Schéma du dispositif expérimental pour déterminer le bruit lié à la machine hydraulique

Le capteur de garde (1) permet de filtrer le bruit de fond produit par le vérin hydraulique afin qu'il ne produise pas de vibration dans le spectre de fréquence de l'émission acoustique.

Une fois le filtre défini, nous pouvons effectuer l'essai sans suivre le bruit du vérin.

- **Configuration utilisée pour notre étude**

Cette deuxième configuration (Figure 43) permet de suivre la propagation de fissure de manière plus localisée, car les capteurs sont situés de part et d'autre de la fissure.

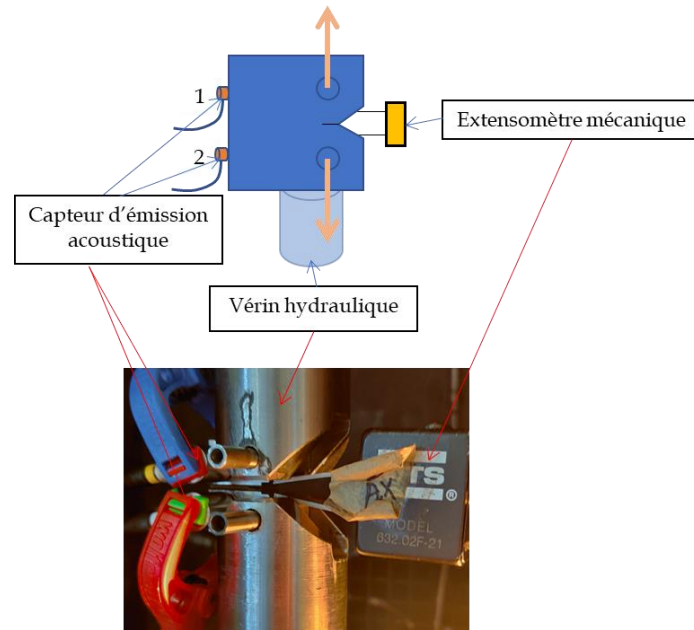


Figure 43 - Schéma et illustration du dispositif expérimental utilisé pour le suivi acoustique d'un essai J- Δa

De cette configuration, nous retirons une courbe telle que la Figure 4.21 qui suit l'évolution de la courbe force-ouverture et où les événements, c'est-à-dire les bruits supérieurs au seuil défini grâce à la première configuration d'essai, sont recensés.

Annexe 9 : Analyses PACOM

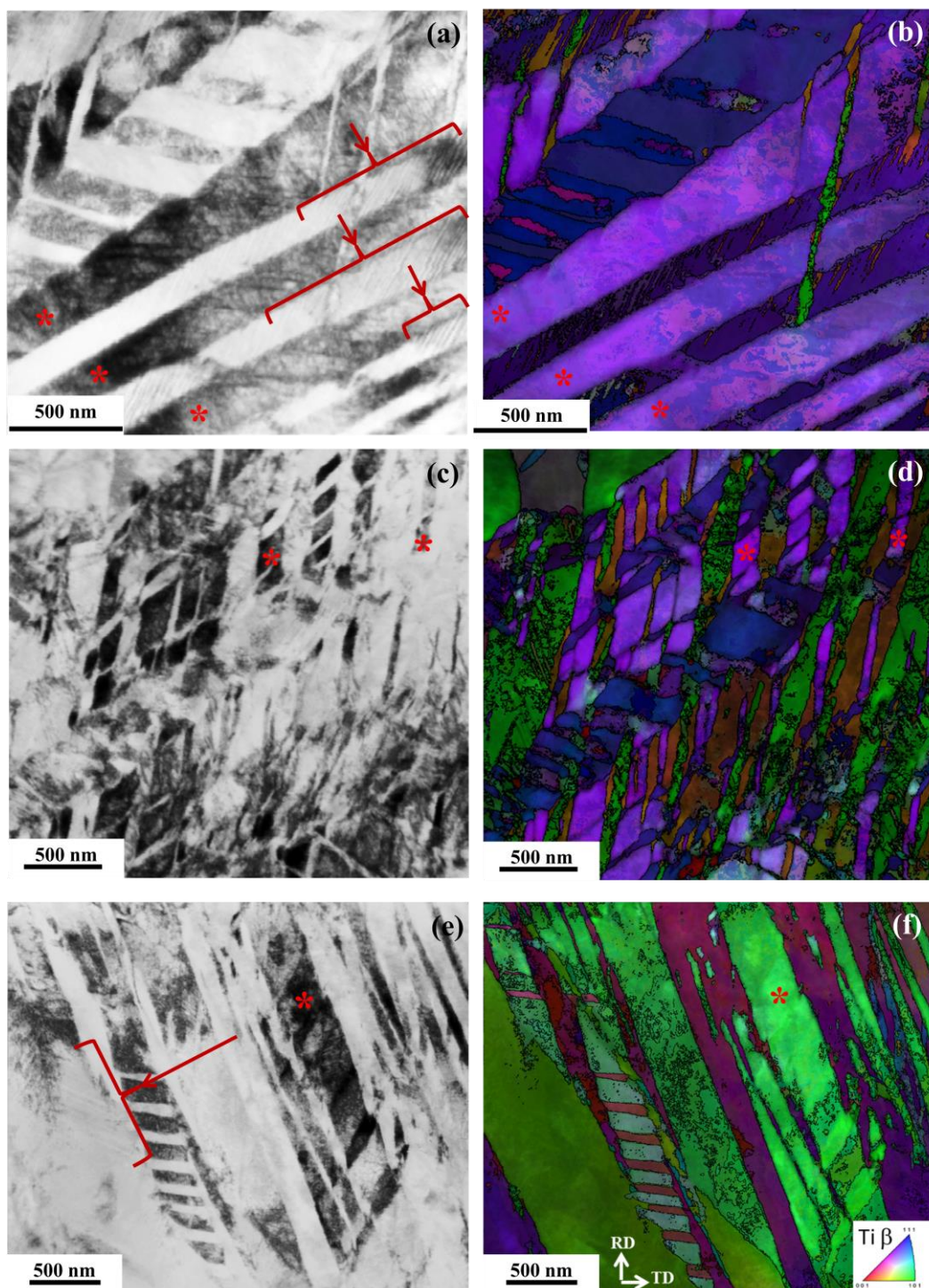


Figure 44 – Observations MET avec analyse PACOM d’une lame mince prélevée au plus près du faciès de rupture d’une éprouvette maxi-Charpy issue de l’étude [Bro17] : (a)(c)(e) Image en champ clair virtuel, les accolades rouges montrent les bandes de dislocations dans les macles et les astérisques, la désorientation dans la matrice ; (b)(d)(f) cartographies d’orientation associées, codées selon une figures de pôle inversées superposées avec l’Indice de Qualité

Annexe 10 : Extrait du rapport de stage de Master 1 de Márcia Meireles

(reproduit avec l'aimable autorisation de l'auteure)

I. Mission 1

La mission 1 avait pour but de vérifier l'influence de l'épaisseur traitée sur les propriétés mécaniques de l'alliage TCS. Le traitement thermique aux bains de sels a été choisi car les sels, liquides à la température du traitement thermique, sont plus homogènes et apportent une meilleure conductivité thermique durant le traitement. Les traitements aux bains de sels sont donc plus rapides, par rapport aux traitements au four et permettent de traiter des géométries complexes [Dimier, 2018].

I.1. Méthodes

Un bloc d'alliage TCS non laminé (état de référence) a été découpé avec l'aide d'une tronçonneuse pour obtenir quatre blocs d'épaisseur (sens travers court - S) : 15 mm, 10 mm, 5 mm et 2 mm et tous de 40 mm de longueur (sens du laminage - L) et 20 mm de large (sens transverse - T).

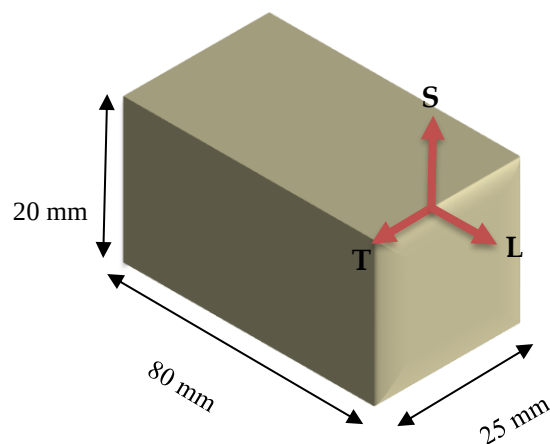


Figure 163 : Schéma du bloc dans l'état de référence

Ensuite, chaque bloc a été soumis à un traitement thermique aux bains de sels de composition 32,1 % en Li_2CO_3 , 33,4 % en Na_2CO_3 et 34,5 % en K_2CO_3 .

Le traitement thermique a été réalisé à la température de 750 °C, température qui est supérieure à la température de transus β de 735 °C, de façon à obtenir la mise en solution du TCS dans le domaine de phase β (éliminant toute autre phase qui pourrait être présente). La durée du traitement thermique variait en fonction à l'épaisseur de chaque bloc. Le rapport 1 min/mm d'épaisseur a été utilisé. C'est-à-dire que le bloc de 15 mm d'épaisseur a été traité pendant 15 min, celui de 10 mm pendant 10 min et ainsi de suite. Après le traitement thermique, les blocs ont été trempés à l'eau à température ambiante afin de figer la microstructure et polis pour enlever la couche d'oxyde qui s'est formée lors du traitement. Par la suite, des éprouvettes de traction haltères ont été prélevées dans chaque bloc aux Centre des

Matériaux des Mines ParisTech, de dimensions 15 mm de longueur utile, 2 mm d'épaisseur et 3 mm de largeur.

D'abord, les éprouvettes prélevées au centre des blocs ont été testées en traction, en utilisant une machine de traction Instron® 5966 10KN avec un extensomètre. Une vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} a été employée. D'autres éprouvettes des blocs de 15 mm et 10 mm ont été également testées en traction pour analyser la répétabilité de l'essai. A partir de ces résultats, les courbes de contrainte ingénieure = f (déformation ingénieure) et contrainte vraie = f (déformation vraie) ont été tracées. Les valeurs de contrainte vraie et déformation vraie ont été obtenues en utilisant les équations (1) et (2).

$$\sigma_{vraie} = \sigma_{ing} (1 + \varepsilon_{ing}) \quad (1)$$

$$\varepsilon_{vraie} = \ln(1 + \varepsilon_{ing}) \quad (2)$$

Le calcul des valeurs de contrainte vraie et déformation vraie est nécessaire car, à mesure que la déformation augmente, les matériaux ductiles en traction ont leur section d'origine S_0 qui diminue. A ce niveau de déformation, les valeurs de contrainte ingénieure ($\sigma_{ing} = \frac{F}{S_0}$) ne sont plus valables. Pour prendre en compte cette réduction de section, la contrainte vraie (qui est le quotient de la charge par l'aire réelle de la section sur laquelle elle est appliquée) et la déformation vraie (qui prend en compte le cumul des déformations) doivent être utilisées. De plus, la contrainte et la déformation vraie permettent une comparaison entre plusieurs éprouvettes, ici haltères par exemple, de dimensions différentes.

Par la suite, une analyse des données a été faite pour trouver le module d'Young (E), la limite d'élasticité à 0,2 % de déformation plastique ($R_{p0,2}$), la résistance en traction (R_m), la déformation uniforme ($\varepsilon_{uniforme}$) et l'écroutissage ($R_m - R_{p0,2}$).

Finalement, une analyse du faciès de rupture des éprouvettes testées a été faite en utilisant un microscope électronique à balayage (MEB). Une tension d'accélération de 7 kV et un détecteur d'électrons secondaires ont été utilisés. Cette analyse avait pour but d'analyser le type de rupture présent dans cet alliage.

I.2. Résultats

A partir des données obtenues avec l'essai de traction, les courbes de contrainte ingénieure = f(déformation ingénieure) (Figure 46 - a) et contrainte vraie = f(déformation vraie) (Figure 46 - b) ont été tracées.

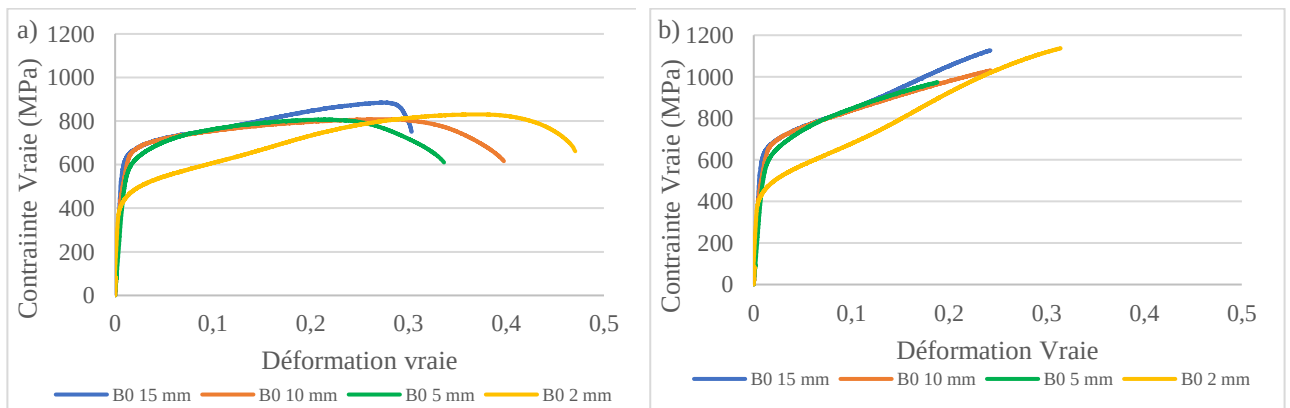


Figure 46 : TCS dans l'état de référence traité aux bains de sels à 750 °C 1min/mm suivi d'une trempe à l'eau

À partir des données des courbes contrainte vraie = f (déformation vraie), les paramètres mécaniques suivants ont été trouvés :

Tableau 13 : Propriétés mécaniques des éprouvettes TCS traitées à 750 °C 1min/mm suivi d'une trempe à l'eau : différentes épaisseurs

	15 mm	10 mm	5 mm	2 mm
E (GPa)	93	62	59	84
R_m (MPa)	1127	1030	973	1137
R_{p0,2} (MPa)	598	603	547	423
ε_{uniforme} (%)	24	24	19	31
Écrouissage (MPa) (R_m - R_{p0,2})	529	427	426	714

Les résultats des essais de traction d'autres éprouvettes des blocs de 15 mm et 10 mm sont montrés ci-dessous :

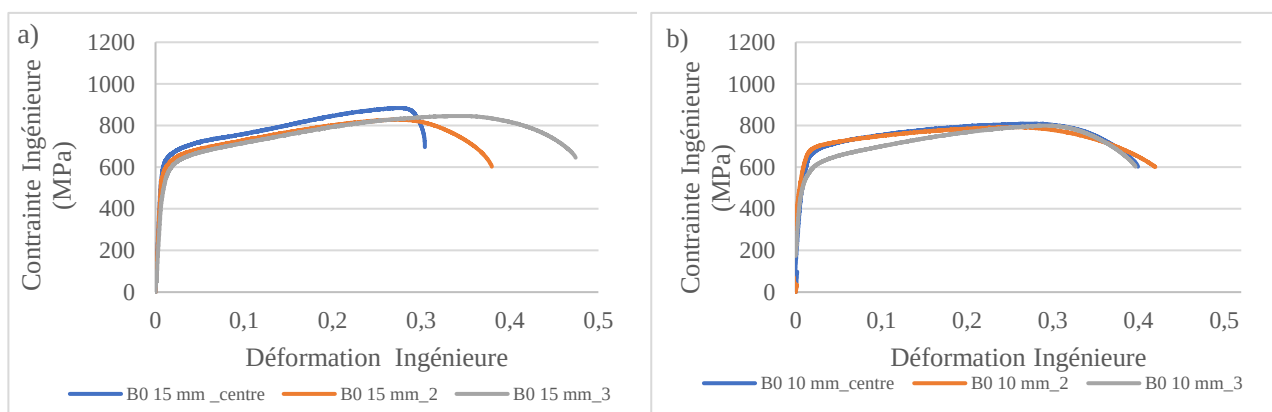


Figure 47 : TCS dans l'état de référence traité aux bains de sels à 750 °C 10 minutes suivi d'une trempe à l'eau :
a) bloc de 15 mm d'épaisseur b) bloc de 10 mm d'épaisseur.

A partir de l'analyse au MEB, des images qui montrent le faciès de rupture (fractographies) des éprouvettes testées ont été prises :

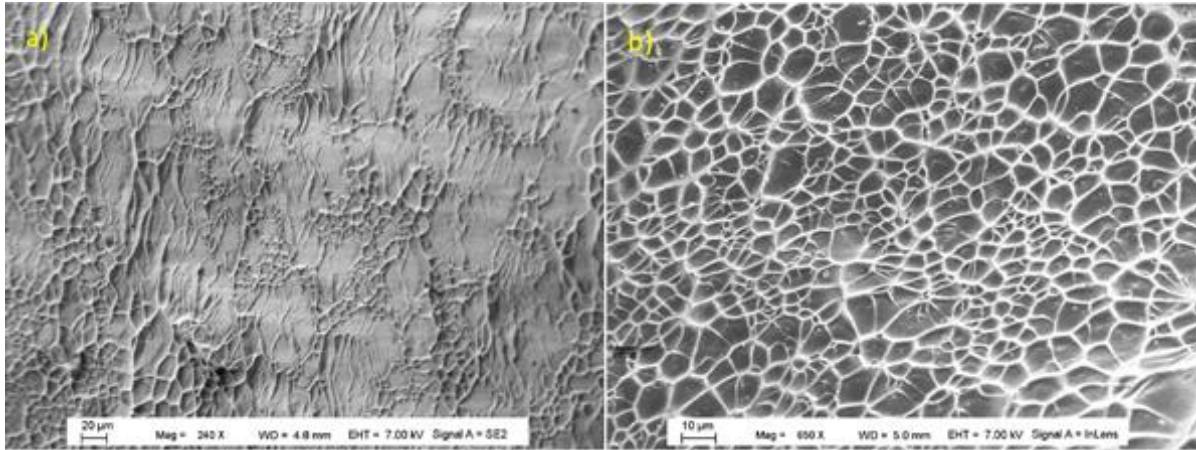


Figure 48 : Images MEB des différentes formes de cupules du faciès de rupture d'une éprouvette provenant du bloc dans l'état de référence de 10 mm d'épaisseur. a) Image par détecteur d'électrons secondaires : grandissement de x240 et distance de travail de 4,8 mm b) Image par détecteur *inlens* : grandissement x650 et distance de travail de 5 mm

I.3. Discussion

En analysant la Figure 46, il est possible d'observer une différence de comportement en traction entre les éprouvettes prélevées des blocs de 15 mm et de 2 mm par rapport à celles des blocs de 10 mm et 5 mm. Les premières présentent un plateau caractéristique de la transformation martensitique [Paradkar et al, 2007] tandis que les autres ne le présentent pas. C'est-à-dire que les éprouvettes 15 mm et 2 mm présentent comme un des mécanismes de déformation primaire la transformation martensitique induite sous contrainte ($\beta \rightarrow \alpha''$). Un tel phénomène peut être dû à l'hétérogénéité chimique de l'alliage dans l'épaisseur. Par ailleurs, un fort écrouissage et une grande ductilité peuvent être observés pour tous les essais, ce qui laisse penser qu'il y a également du maillage mécanique comme mécanisme primaire de déformation plastique. En termes de propriétés mécaniques (montrées dans le Tableau 13), il y a peu de différence entre les résultats pour les éprouvettes provenant des blocs de 15, 10 et 5 mm d'épaisseur. L'éprouvette du bloc de 2 mm présente une limite d'élasticité plus faible mais un allongement à rupture et un écrouissage plus élevés. Nous n'expliquons pas ce résultat mais nous pouvons émettre l'hypothèse que cela est dû au nombre très faible de grains dans l'épaisseur. Une étude supplémentaire devra être réalisée afin de confirmer cette hypothèse (multiplication des essais, analyses métallographiques). En ce qui concerne la rupture, il est possible d'observer des cupules dans l'image prise au MEB (Figure 48), ce qui confirme que la rupture se fait selon un mode de rupture ductile.

En analysant la reproductibilité des essais de traction, il peut être observé qu'ils sont assez répétables comme il est montré sur la Figure 47. Finalement, les résultats obtenus amènent à penser que l'épaisseur traitée n'a pas une grande influence sur les propriétés mécaniques du TCS, tant qu'elle reste supérieure à la taille d'un grain.

II. Mission 2

La mission 2 avait pour but de vérifier l'influence du laminage et de la durée du traitement thermique sur les propriétés mécaniques de l'alliage TCS et de mesurer la taille moyenne des grains. Le laminage est largement utilisé dans l'industrie et le choix de le faire avait pour but, en plus de réduire l'épaisseur, d'introduire des dislocations dans l'alliage, sous l'effet de la contrainte provoquée par le laminage, qui serviront comme la force motrice pour la recristallisation. Par conséquent, la diminution de la taille des grains serait obtenue par

recristallisation au cours d'un traitement thermique après le laminage. Etant donné que la phase β du TCS de référence présente des grains de l'ordre de 5 mm, des grains plus petits étaient souhaités pour avoir suffisamment de grains dans la zone utile des éprouvettes pour les essais mécaniques.

II.1. Méthodes

Pour vérifier l'effet du laminage sur les propriétés mécaniques du TCS, deux éprouvettes issues d'un bloc laminé par TIMET ont été traitées aux bains de sels et testées en traction. Le laminage a été fait à chaud à 950°C, en 6 passes avec 3 passages au four puis le bloc a été refroidi à l'air. Une réduction de 50 % de l'épaisseur a été obtenue.

Après laminage, les éprouvettes de dimensions : 35 mm de longueur utile, 6 mm de largeur et 2 mm d'épaisseur ont été usinées au Centre de Matériaux Mines ParisTech. Ensuite, elles ont été traitées aux bains de sels à 750°C pendant 2 minutes (rapport 1min/mm d'épaisseur) et à 750°C pendant 10 minutes (pour comparaison avec un traitement thermique d'une étude précédente). A la fin de chaque traitement, les éprouvettes ont été soumises à une trempe à l'eau, et polies pour enlever la couche d'oxyde formée lors du traitement thermique (bon état de surface pour éviter une amorce sur un défaut dû au traitement). Par la suite, l'essai de traction a été réalisé. Pour cela, une machine de traction Instron® 30KN avec un extensomètre a été utilisée et la vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} a été employée. A partir de ces résultats, les courbes de contrainte ingénieure = f (déformation ingénieure) et contrainte vraie = f (déformation vraie) ont été tracées. Ensuite, une analyse des données a été faite pour trouver les propriétés mécaniques de l'alliage.

Pour vérifier l'influence du laminage sur la taille de grain, une analyse au microscope optique a été faite. Pour cela, les échantillons des blocs de TCS laminés et non laminés ont été enrobés et polis dans une polisseuse automatique. Le polissage a été réalisé pendant 30 secondes sur chacun des papiers de grosse granulométrie (P80, P240, P400), 1 minute sur les papiers de fine granulométrie (P800, P1200, P2500, P4000) et 20 minutes sur une suspension à la silice colloïdale, H_2O_2 et H_2O . Un polissage miroir a été obtenu et une attaque chimique a été faite par la suite en utilisant le réactif de Kroll : 3 % HF, 6 % HNO_3 , 91 % H_2O . Ensuite, trois images de chaque échantillon ont été prises avec l'aide d'un microscope optique Keyence® VHX 5000 équipé des lentilles objectives de grandissement 20X à 200X. Finalement, les tailles des grains ont été mesurées pour cinq grains par image en utilisant le logiciel ImageJ® et en considérant le diamètre équivalent le plus grand de chaque grain. La moyenne des grains a donc été calculée pour chaque échantillon.

II.2. Résultats

Les courbes de contrainte ingénieure = f (déformation ingénieure) et contrainte vraie = f (déformation vraie) obtenues à partir de l'essai de traction sont montrées sur la Figure 49 :

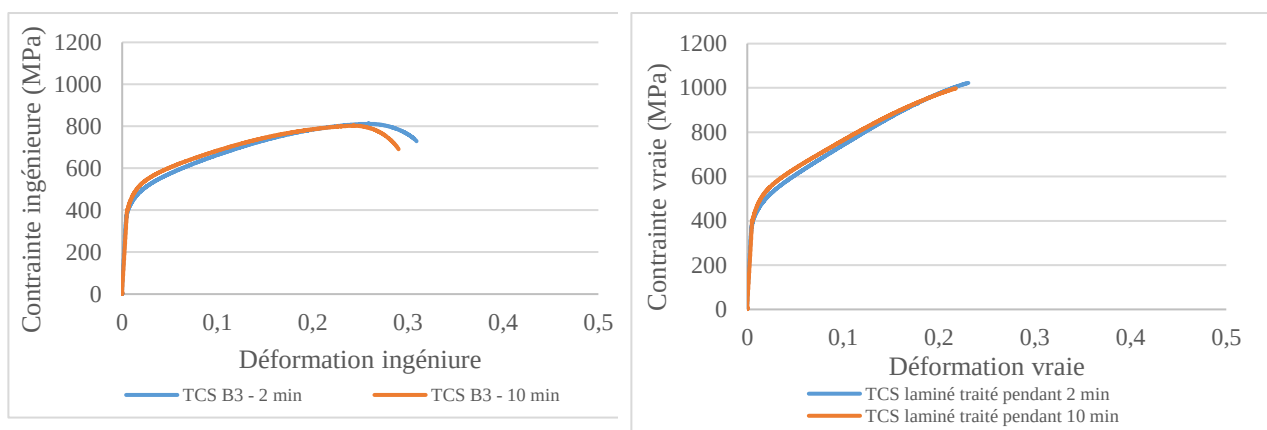


Figure 49 : TCS laminé par TIMET traité à 750°C pendant 2 et 10 min suivi d'une trempe à l'eau

À partir des données des courbes contrainte vraie = $f(\text{déformation vraie})$ ci-dessus, les propriétés mécaniques de l'alliage ont été trouvées :

Tableau 14 : Propriétés mécaniques des éprouvettes TCS traitées à 750 °C pendant 2 et 10 min

	2 min	10 min
E (GPa)	90	80
R_m (MPa)	1022	998
R_{p0,2} (MPa)	410	433
ε uniforme (%)	23	22
Écrouissage (MPa) (R _m - R _{p0,2})	612	565

Pour la comparaison, les courbes contrainte vraie = $f(\text{déformation vraie})$ du TCS non laminé et laminé traités aux bains de sels à 750°C pour 10 minutes ont été tracées (Figure 50) :

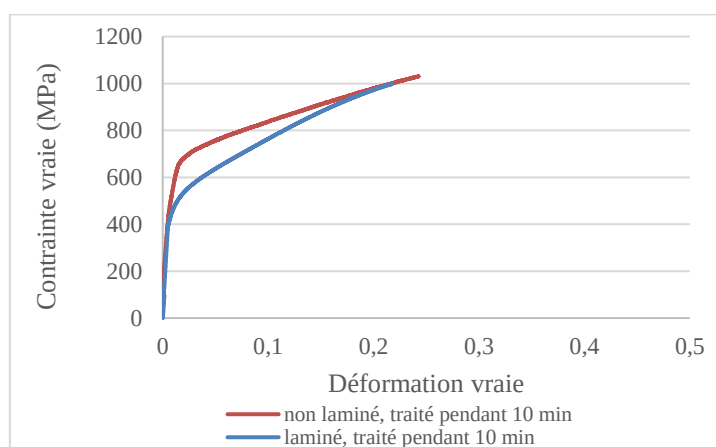


Figure 50 : Comparaison entre le comportement en traction du TCS traité à 750°C pendant 10 min+ trempe à l'eau dans l'état de référence et laminé par TIMET

Finalement, après l'analyse au microscope optique, une taille de grains moyenne de 2,8 mm a été trouvée pour l'alliage non laminé contre la taille grain moyenne de 700 μm, trouvée pour le bloc laminé par TIMET. Les images prises en microscopie optique sont montrées ci-dessous :

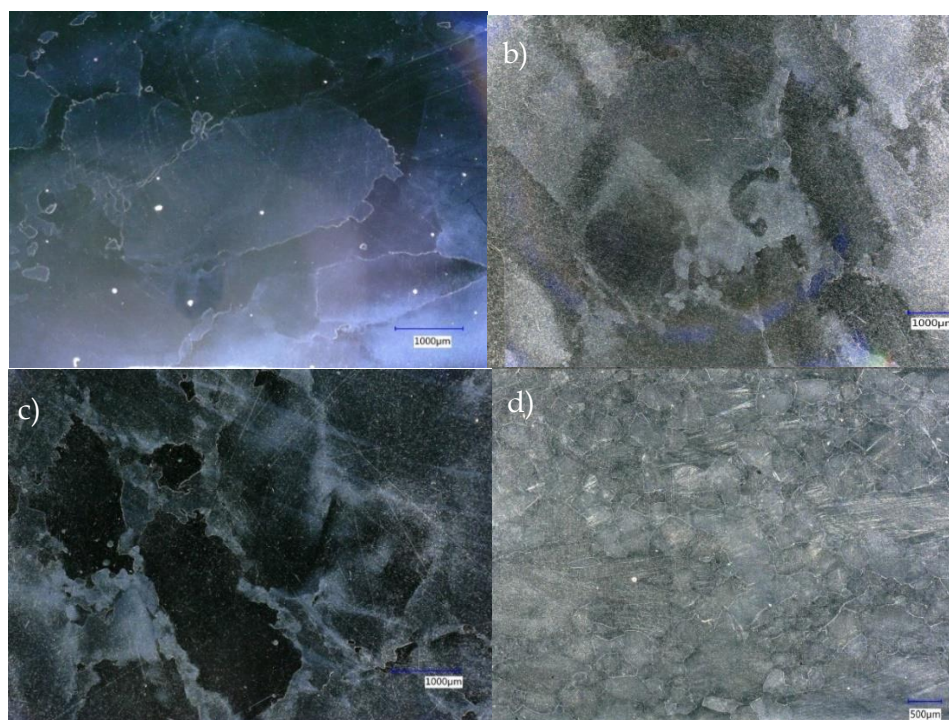


Figure 51 : Images obtenues au microscope optique avec un grandissement de 50 X du TCS dans l'état de référence a) bloc de 15 mm d'épaisseur b) bloc de 5 mm d'épaisseur, c) bloc de 2 mm d'épaisseur et d) du TCS laminé par TIMET

II.3. Discussion

En analysant la Figure 49, il peut être observé que l'allure de courbes des deux éprouvettes se ressemble. Le plateau caractéristique de la transformation martensitique comme mécanisme primaire de déformation plastique n'est pas présent. De plus un fort écrouissage est observé, un possible indice du maillage mécanique comme mécanisme primaire de déformation. Finalement, la durée du traitement thermique ne semble pas avoir une forte influence sur le comportement mécanique du TCS. Ainsi, la durée de 10 min a été choisie pour la suite de la thèse, pour une comparabilité entre les études.

A partir de la mesure de la taille des grains, il peut être observé que le laminage se montre une méthode efficace pour avoir des grains plus petits qu'initialement (même si leur taille reste conséquente), vu que le TCS laminé possède une taille moyenne de grains trois fois plus petite par rapport au TCS non laminé. Comme il a été dit auparavant, les grains plus petits étaient souhaités pour avoir suffisamment de grains dans la zone utile des éprouvettes.

En comparant le TCS laminé avec le TCS non laminé (Figure 50) et les propriétés mécaniques de chacun (Tableau 13 et Tableau 14), il peut être affirmé que le laminage ne semble pas avoir d'effet sur les propriétés mécaniques du TCS, vu que le comportement mécanique observé ne présente pas une différence significative parmi les différentes éprouvettes, notamment aux grandes déformations. Ce résultat montre aussi qu'ici la loi d'Hall-Petch n'est pas suivie et que la limite d'élasticité ne dépend pas de la taille des grains, contrairement à ce qui a déjà été observé sur les alliages TRIP/TWIP [Wang et al. 2016]. Néanmoins, des résultats plus reproductibles ont été obtenus avec le TCS laminé. L'hypothèse se base sur le fait que le laminage étant fait à chaud, il peut permettre d'homogénéiser l'alliage chimiquement et ainsi, d'aboutir à des résultats plus similaires.

III. Mission 3

La mission 3 avait pour but d'analyser si le maintien du TCS à température négative influait sur la formation des phases ω et α ensuite.

III.1. Méthodes

Des analyses de Calorimétrie Différentielle à Balayage (de l'anglais « *Differential Scanning Calorimetry* »- DSC) ont été faites sur deux types d'échantillons : l'alliage TCS laminé par TIMET et l'alliage TCS laminé au Centre des Matériaux Mines ParisTech. Ce dernier a été laminé à 800°C en 25 passes avec 3 passages au four. Une réduction de 50 % de l'épaisseur a été obtenue. L'alliage a été ensuite soumis à une trempe à l'eau, contrairement au TCS laminé par TIMET qui, pour rappel, a été refroidi à l'air.

Avant d'exécuter l'analyse de DSC, les échantillons ont été polis au papier P1200 pour avoir un meilleur contact entre l'échantillon et le porte-échantillon. Ainsi, deux cycles ont été réalisés en utilisant une vitesse de chauffage/refroidissement de 5°C/min, sous atmosphère de N₂ / N₂ liquide et dans un porte-échantillon de platine :

- 1) En partant de la température ambiante (25 °C) : chauffage jusqu'à 700 °C, maintien pendant 5 min à 700 °C et refroidissement jusqu'à la température ambiante ;
- 2) En partant de la température ambiante : refroidissement jusqu'à -100 °C, maintien pendant 5 min à -100 °C, chauffage jusqu'à 700 °C, maintien pendant 5 min à 700 °C et refroidissement jusqu'à la température ambiante ;

III.2. Résultats

Les résultats de l'analyse de DSC obtenus pour le TCS laminé aux Centre des Matériaux Mines ParisTech et pour le TCS laminé par TIMET sont montrés ci-dessous :

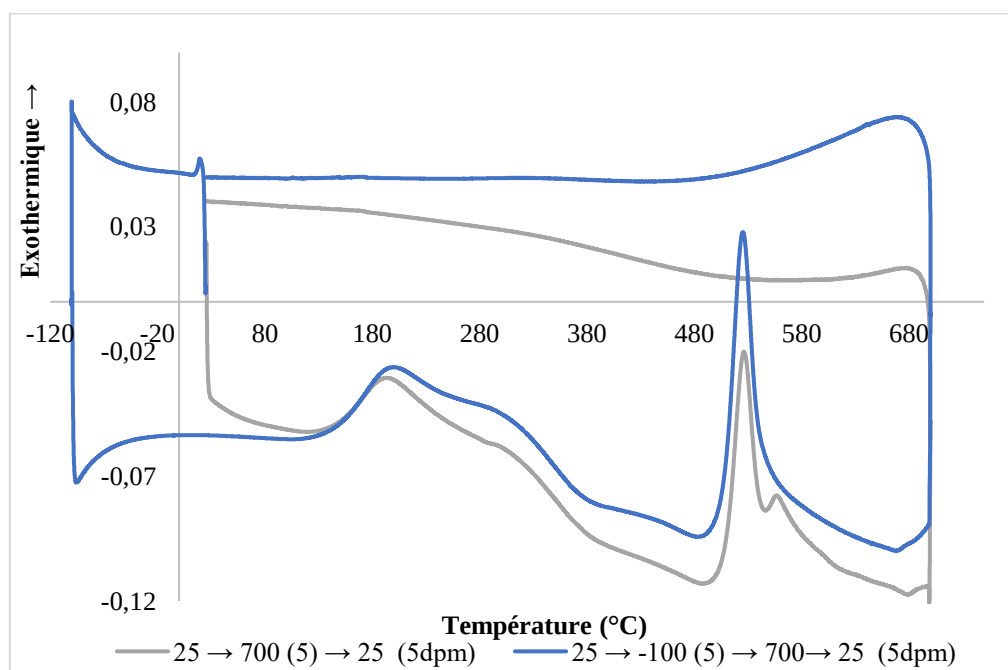


Figure 52 : Cycles DSC du TCS laminé aux Centre des Matériaux Mines ParisTech

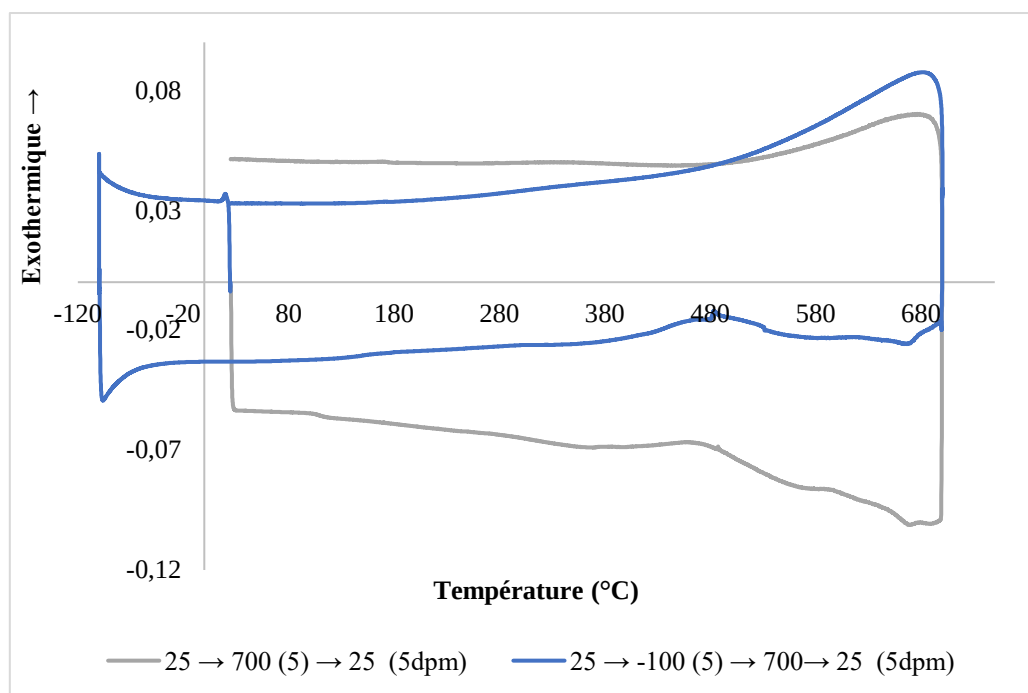


Figure 53 : Cycles DSC du TCS laminé par TIMET

III.3. Discussion

Les résultats de la DSC du TCS laminé au Centre de Matériaux montrent des pics de formation des nouvelles phases lors du chauffage. Etant donné qu'une trempe a été réalisée après le laminage, l'alliage possédait, au départ, la phase β métastable retenue à la température ambiante. Ainsi, lors d'un chauffage, des phases de basse température doivent se former. Dans les deux cycles, les pics aux alentours de 150°C et 330 °C indiquent la formation de la phase ω , suivi de sa dissolution entre 350 °C et 500 °C. Cette phase agit comme un point de germination pour la précipitation de la phase α , qui commence à 500 °C. Sa dissolution se passe ensuite à partir d'environ 580°C [Coakley et al, 2016, Zheng et al, 2016]. Aucun phénomène dissemblable sur la formation de phases ω et α n'a été observé quand l'alliage est maintenu, d'abord, à des températures négatives et après à des températures positives par rapport aux alliages soumis uniquement à des températures positives.

En ce qui concerne le TCS laminé par TIMET, après le laminage, la trempe n'a pas été réalisée. Par conséquent, l'alliage de phase β pourrait déjà avoir d'autres phases présentes, notamment la phase ω qui a pu précipiter au cours du refroidissement lent. Ceci est confirmé par la DSC, puisque le pic de précipitation à partir de 150°C n'est pas présent ici. Les résultats de la DSC montrent dans les deux cycles la formation de la phase α entre 420 °C et 540 °C, avec une intensité de pic inférieure à celle du laminé au Centre de Matériaux, suivi de sa dissolution à partir de 580 °C.

RÉSUMÉ

Afin de pallier la ductilité et le taux d'écrouissage limités des alliages de titane, une nouvelle famille a été développée : les alliages de titane β transformables par déformation. Leurs mécanismes de déformation mettent en jeu la plasticité induite par transformation de phase (effet TRIP) et par maclage (effet TWIP), et sont largement étudiés depuis une dizaine d'années. Au contraire, la compréhension des mécanismes de rupture de ces alliages est faiblement documentée alors qu'elle reste essentielle afin de gagner en maturité dans leur développement. Ce projet avait pour but d'étudier en détail le comportement mécanique sous sollicitations variées d'un alliage β TWIP : Ti-8,5Cr-1,5Sn à gros grains, afin de décorréler les échelles d'observation.

Dans un premier temps, une méthodologie d'étude systématique de cette famille d'alliages a été mise au point. Nous avons statué sur les conditions de traitement thermique (épaisseur de trempe) et de réalisation des essais (géométrie d'éprouvette, type de chargement) et sélectionné les essais les plus pertinents pour une étude complète du comportement mécanique d'un alliage TRIP/TWIP.

Cette méthodologie a ensuite été validée sur un alliage Ti-8,5Cr-1,5Sn tout d'abord à température ambiante, puis à température négative afin de se rapprocher du point M_s de l'alliage. Le comportement mécanique a été évalué dans une large gamme de conditions : traction uniaxiale, traction sur éprouvette entaillée, résilience, ténacité. Les contributions respectives de l'amorçage et de la propagation de fissure ont notamment été déterminées. Une corrélation, multi-échelles (optique, MEB, MET), a permis de mettre en évidence une rupture par localisation de la déformation, sans endommagement, fortement corrélée aux mécanismes de déformation plastique et indépendante des variations de vitesse de sollicitation et de triaxialité des contraintes. A température négative, l'absence de transition ductile-fragile a été mise en évidence sur les mécanismes de rupture, tout comme la conservation de la phénoménologie observée à l'ambiante (pas d'effet TRIP déclenché). La rupture, alors à basse énergie, met toujours en jeu un mécanisme ductile à cupules. La rupture reste régie par la localisation de la déformation, qui se déclenche d'autant plus tôt que la température d'essai est basse.

Cette étude nouvelle et complète a donc permis d'approfondir la compréhension de la rupture d'un alliage TRIP/TWIP et fournit une base de données solide pour de futures études d'alliages de la même famille

MOTS CLÉS

Titane β -métastable, TWIP, écrouissage, rupture ductile, résilience, ténacité.

ABSTRACT

In order to tackle the lack of ductility and work-hardening of titanium alloys, a new family is being developed, namely, strain-transformable β titanium alloys. The deformation mechanisms involve transformation induced plasticity (TRIP effect) and twinning induced plasticity (TWIP effect). They have been widely studied over the last ten years. On the other hand, the understanding of fracture mechanisms of TRIP/TWIP titanium alloys still remains poorly documented although this is a key to improve the development of these alloys. Therefore, this project is an in-depth study of the mechanical behavior of a Ti-8.5Cr-1.5Sn β TWIP alloy, under various loading conditions. The coarse microstructure of the alloy was used to investigate deformation and fracture on a grain-by-grain basis.

First, a methodology for the systematic study of this family of alloys has been developed. We selected the most relevant tests for a complete study of the mechanical behavior of a TRIP/TWIP alloy by investigating heat treatment conditions (quenching thickness) and mechanical testing conditions (specimen geometry, loading mode).

Then, this methodology was validated on the Ti-8.5Cr-1.5Sn alloy first at room temperature, then at subzero temperatures, in order to get closer to the M_s point. The mechanical behavior was evaluated under a wide range of conditions giving access to tensile strength, impact toughness, and fracture toughness. The respective contributions of crack initiation and crack propagation were determined. A multi-scale correlation (optical, SEM, TEM) highlighted fracture by localized plastic flow, without damage development, strongly correlated with the plastic deformation mechanisms and independent of variations in strain rate and stress triaxiality. At subzero temperatures, the absence of ductile-to-brittle transition was demonstrated on the failure mechanisms, as was the preservation of the phenomenology observed at room temperature (no triggered TRIP effect). Low energy fracture encountered at lower temperatures still involved a ductile dimple mechanism. It remained governed by localized plastic flow, which is triggered all the earlier the lower the test temperature.

This new and comprehensive study has improved the understanding of fracture mechanisms of a TRIP/TWIP alloy and provides a solid database for further studies of this family of alloys.

KEYWORDS

β -metastable titanium alloy, TWIP, work hardening, ductile fracture, impact toughness, fracture toughness