



HAL
open science

Étude par microscopie électronique en transmission des microstructures et des micromécanismes de déformation d'alliages de titane bêta-métastables

Nicolas Escalé

► **To cite this version:**

Nicolas Escalé. Étude par microscopie électronique en transmission des microstructures et des micromécanismes de déformation d'alliages de titane bêta-métastables. Chimie. Université Paul Sabatier (Toulouse 3), 2012. Français. NNT : 2012TOU30335 . tel-01798093

HAL Id: tel-01798093

<https://hal.science/tel-01798093>

Submitted on 23 May 2018

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.



Université
de Toulouse

AUBERT&DUVAL

THESE

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par l'Université Toulouse III - Paul Sabatier
Discipline ou spécialité : *Science et Génie des matériaux*

Présentée et soutenue par *Nicolas ESCALE*
Le 21 février 2012

Titre : *Etude par Microscopie Electronique en Transmission des microstructures et des micromécanismes de déformation d'alliages de titane béta-métastables*

JURY

Dr Elisabeth Aeby-Gautier
Dr Patrick Villechaise
Pr Xavier Feaugas
Dr Jullite Huez
Pr Armand Coujou
Dr Jérôme Delfosse
Dr Florence Pettinari-Sturmel
Dr Christophe Daffos
Dr Joël Douin

Présidente
Rapporteur
Rapporteur
Examinatrice
Examineur
Examineur
Examinatrice
Invité
Invité

Ecole doctorale : *Science de la Matière*
Unité de recherche : *CEMES-CNRS, UPR 8011*
Directeurs de Thèse : *Dr Joël Douin, Dr Florence Pettinari-Sturmel*

Remerciements

Cette thèse s'est déroulée au Centre d'Elaboration des Matériaux et d'Etudes Structurale (CEMES) de Toulouse, laboratoire dirigé successivement par Jean Pierre Launay et Alain Claverie que je remercie pour m'avoir accueilli.

Cette thèse a été réalisée dans le cadre d'une convention CIFRE avec la société Aubert & Duval, aussi je tiens à remercier Hubert Schaff et Stéphane Hollard pour leur confiance.

Je tenais à remercier tout particulièrement madame Elisabeth Aeby Gautier pour avoir présidé mon jury mais aussi pour être à l'origine du projet PROMITI, projet au sein du quel s'est déroulé mon doctorat.

Je souhaiterai remercier vivement Xavier Feaugas et Patrick Villechaise rapporteurs de mon manuscrit pour m'avoir fait bénéficier de leurs critiques constructives

Je remercie chaleureusement Julitte Huez pour avoir accepté de faire partie de ce jury.

J'exprime toute ma gratitude à Jérôme Delfosse d'EADS Innovation Works non seulement pour avoir jugé mon travail mais aussi pour être à l'origine de ce projet.

Ce travail s'est déroulé dans le cadre d'un projet national et je tiens à remercier tous les acteurs : EADS (Jérôme Delfosse), Airbus (Gael Khelifatti, Claude Archambeau, Sylvain Audion), SNECMA (Jean Michel de Monicault, Nadine Spath), Messier-Bugatti-Dowty (Sandra Andrieu) mais aussi le monde académique : Benoit Appolaire, Moukran Dehmas et Benoit Denand de l'IJL, Georges Cailletaud et Loïc Nazé de l'Ecole des Mines de Paris et surtout les trois autres doctorants de PROMITI Amico Settefrati, Thimothé Duval et Guillaume Martin à qui je souhaite une bonne continuation.

Je tiens à remercier vivement Christophe Daffos d'Aubert & Duval pour m'avoir suivi pendant ces trois ans et permis de relier le monde de l'infiniment petit à celui des billettes de 500 kg, je tiens aussi à exprimer toute ma reconnaissance au Service Métallurgie de Pamiers pour leur accueil chaleureux lors de mes différentes visites.

Je souhaite maintenant remercier Armand, Florence et Joël mes trois directeurs de thèses. Armand, qui lorsque j'étais sur les bancs de l'université m'a enseigné la plasticité et montré mes premières dislocations, il m'a accueilli dans son bureau, fait partager sa passion et même si son emploi du temps était surchargé arrivait toujours à se rendre disponible, je tenais aussi et surtout à le remercier pour sa gentillesse.

Florence pour m'avoir fait confiance dès le début, jamais je n'oublierai les séances de MET in situ du vendredi après midi (et les fou rires qui y sont associés), pour avoir su trouver les mots justes dans les moments un peu moins faciles et pour la bienveillance dont tu as fait part à mon égard.

Joël avec qui j'ai pu avoir des grandes discussions existentielles que ce soit à la machine à café, dans le TGV ou dans un « boui boui » pékinois, pour m'avoir guidé tant sur cette thèse que pour tout ce qu'il y a autour et tout cela dans la joie et dans la bonne humeur.

Vanessa, Fred, Christophe, Marc, Lise, Alain, Daniel, et tout MC2

Je souhaite remercier tout le service prépa et notamment Jacques Crestou et Dominique Lamirault pour les centaines d'échantillons que nous avons préparé ensemble et pour les grandes discussions « de la vie ».

Un grand Merci à Sébastien Joulié et Florent Houdelier du service MET pour leur disponibilité, leur passion et leur patience.

Sébastien (le Mr Chauve qui remplit la machine à café), Air France pour m'avoir fait découvrir les joies et privilège de la business class, Harry Stamper pour m'avoir inculquer ses valeurs d'altruisme et d'abnégation, Laurence et Didier pour m'avoir nourri pendant 4 ans.

Tous les néo Dr et Doctorants : Renaud (Roublard), Antoine (Titinou), Laure(ette), Audrey (Louloute), Muriel (Mumu), Donatien (Dodo) et ses trois blondes du bureau 221 (Marion, Patrica et Elsa), Rémi, Gauthier, Adeline, les inséparables Florian et Christophe, Ludwig, Armine, Jean Ga, Thomas, Herman, Cristina, Greg, Sébastien, Patrick, Yannick sans qui l'ambiance qui règne au CEMES ne serait pas ce qu'elle est !!!

Les pas doctorants Robin, Pascal, Olivier, Gene, Jean Nono, LouLou, Béa, Lionel, Bénédicte Lionel et les deux stagiaires qui ont eu la chance de travailler sur ce projet Cécilia et Yohan.

Mes amis, Virginie, Julien, Thomas, Mathis, Gmi, Loloy, Sylvain, Jho et Julien qui me soutiennent depuis plusieurs années.

Toute ma famille que je ne détaillerai pas (ma mère ayant 10 frères et sœur, ayant eux mêmes des enfants et des petits enfants... mais le cœur y est !!!) cependant j'aurai un mot particulier pour ma « petite » sœur, mon papa, ma maman, mes grands parents sans qui rien de tout ça n'aurait été possible.

Enfin ma Flo qui m'a supporté de tout son cœur et que je ne pourrai jamais assez remercier.

Sommaire

Introduction	19
Chapitre I : Bibliographie	5
I.1. Le titane et ses alliages	6
I.1.1. Le titane pur	6
I.1.2. Transformation de phase	7
I.1.3. Influence des éléments d'alliages	9
I.2. Traitements thermiques et microstructures.....	12
I.3. Mécanismes de déformation	15
I.4. Systèmes de glissements dans les alliages.	18
I.4.1. Déformation de la phase β	19
I.4.2. Déformation de la phase α	21
I.4.3. Structure de cœur des dislocations vis dans la phase α	22
I.4.4. Ordre à courte distance (OCD)	23
I.4.5. Durcissement structural	24
I.4.6. Les interfaces	28
Chapitre II : Matériaux et techniques expérimentales.....	31
II.1. Généralités sur les alliages Ti 17 et Ti 5553	32
II.1.1. Compositions chimiques.....	32
II.1.2. Traitements thermiques	33
II.2. Préparation des échantillons.	34
II.2.1. Provenance et dimensions.	34
II.2.2. Amincissement des échantillons post mortem Ti 5553 et Ti 17, et in situ Ti 17. .	34
II.2.3. Échantillon Ti 5553 in situ	36
II.3. La déformation MET in situ	36
II.4. Observations post mortem	38
II.5. Technique d'indexation automatique des orientations cristallographiques.....	38
II.6. La Microscopie Electronique en transmission à Haute Résolution (MEHR).....	39
Chapitre III : Microstructure	41

III.1. Généralités.....	42
III.2. Microstructure de la phase α_p	44
III.2.1. Relation d'orientation avec la matrice	44
III.2.2. Présence de la phase α_2 (Ti_3Al) dans les plaquettes ou nodules α_p	44
III.3. Microstructure de la phase α_s.....	47
III.4. Alliage Ti 17	51
III.4.1. Microstructure générale.....	51
III.4.2. Deuxième niveau de structure hiérarchique	52
III.4.3. Troisième niveau de structure hiérarchique	54
III.5. Alliage Ti 5553	56
Chapitre IV : Les micro-mécanismes de déformation.....	61
IV.1. Caractéristiques générales	63
IV.1.1. Introduction	63
IV.1.2. Déformation des phases α_p	65
IV.1.3. Déformation de la phase β	71
IV.1.4. Déformation des phases α_s	78
IV.2. Origine de la ductilité des alliages	81
IV.2.1. Naissance de dislocations dans les phases α_p	81
IV.2.2. Multiplication des dislocations à partir des interfaces α_p/β	84
IV.2.3. Transmission de la déformation.....	85
IV.3. Obstacles qui contrôlent la déformation dans la phase α_p.....	89
IV.3.1. Durcissement structural.....	91
IV.3.2. Ordre local.....	98
IV.3.3. Structure de cœur des dislocations.....	101
IV.4. Conclusion.	106
Chapitre V : Interfaces α/β, contraintes internes et écrouissage.....	108
V.1. Observations expérimentales.....	109
V.1.1. Observations MET.	109
V.1.2. Observations à l'échelle mésoscopique.....	112
V.1.3. Observations à l'échelle microscopique.....	113
V.2. Discussion	114
V.2.1. Les causes de l'écrouissage de la phase α_p au voisinage de l'interface α_p/β	114

V.2.2. Contraintes générées par cet écrouissage, influence sur les propriétés mécaniques.	120
Chapitre VI : Discussion.....	125
VI.1. Comparaison avec le TA6V.	126
VI.1.1. Comparaison des microstructures	127
VI.1.2. Comparaison des micro-mécanismes.....	128
VI.2. Passage micro / macro.	130
VI.2.1. Contraintes résiduelles.	130
VI.2.2. Contribution des différentes sources de durcissement à la résistance macroscopique des alliages de titane.	132
VI.3. Comparaison avec les résultats des partenaires PROMITI.....	136
VI.3.1. Comparaison avec les travaux d'Amico Settefrati, Institut Jean Lamour (LSG2M).	136
VI.3.2. Comparaison avec les travaux de Timothée Duval et P. Villechaise, Institut P' (ENSMA).	138
Conclusions et perspectives	143
Annexe	147
Références Bibliographiques.....	151

Introduction

L'industrie aéronautique cherche en permanence à améliorer les performances des futurs aéronefs notamment en les allégeant pour diminuer à la fois la consommation énergétique et l'empreinte écologique. Ce gain peut être obtenu grâce à l'introduction de nouveaux matériaux. Les alliages de titane, par leur faible densité (60% de celle des aciers), leurs hautes propriétés mécaniques, leur très bonne tolérance au dommage et leur résistance à la corrosion sont particulièrement intéressants pour atteindre cet objectif [Boyer 1996, Brewer et al. 1998]. Ils ont vu leur utilisation tripler (représentant 5% de la masse totale de l'Airbus A320 à près de 15% sur le futur Airbus A350).

Aujourd'hui l'alliage TA6V est l'alliage de référence dans le secteur aéronautique, il est en particulier utilisé dans les pièces de structure dites critiques telles que les mâts-réacteurs. Il est utilisé depuis le milieu des années 1950 et même si il a beaucoup évolué il est maintenant devenu indispensable de développer de nouveaux alliages proposant des propriétés mécaniques spécifiques supérieures à celles offertes par le TA6V.

Les alliages de titanes β -métastables possèdent une limite élastique 20% supérieure à celle du TA6V. Leurs très bonnes propriétés mécaniques spécifiques permettent ainsi aux alliages de titane de nouvelles applications industrielles, qui, jusqu'alors étaient réservées aux aciers. Par exemple le train d'atterrissage du futur 787 de Boeing sera réalisé en Ti-5553 et celui de l'Airbus A350 sera en partie réalisé en Ti-1023 [Jones et al. 2008].

Les alliages de titane β -métastables possèdent de très bonnes propriétés mécaniques, dont l'origine est encore inconnue. Dans l'optique de combler cette méconnaissance, un projet ambitieux réunissant les principaux acteurs du monde aéronautique a été lancé : **PROMITI** (Approche multi-échelles des **PRO**priétés et des **MI**crostructures des alliages de **TI**tane β -métastables). Ce projet soutenu financièrement par la **FRAE** (Fondation de **R**echerche pour l'**A**éronautique et l'**E**space) regroupe différents partenaires industriels (EADS, Airbus, SNECMA, Messier-Bugatti-Dowty et Aubert & Duval) et académiques (L'Institut Jean Lamour - *Nancy*, L'institut P' - *Poitiers*, L'Ecole des Mines de *Paris* et le CEMES - *Toulouse*).

L'objectif global du projet PROMITI est décrit par son titre. Les objectifs de ce programme s'articulent autour de trois axes complémentaires :

- La simulation des microstructures par une modélisation prédictive des cinétiques de transformation (IJL - *Nancy*).
- La compréhension des propriétés mécaniques par des études aux échelles mésoscopiques et nanoscopiques des microstructures et des micro-mécanismes de déformation (Institut P' - *Poitiers*, CEMES - *Toulouse*).
- L'établissement de modèles numériques permettant de simuler les propriétés des alliages (Ecoles des Mines de *Paris*).

Cette thèse constitue notre contribution à ce programme. Nous avons dans un premier temps caractérisé aux échelles microscopique et nanoscopique les microstructures des alliages Ti 17 et Ti 5553. Dans un deuxième temps nous avons identifié et caractérisé les micro-mécanismes responsables de la déformation, c'est à dire l'interaction des dislocations avec la microstructure des alliages.

La Microscopie Electronique en Transmission (MET) permet d'atteindre ces objectifs. Nous avons réalisé à la fois des observations post mortem et des observations de déformation in situ dans un MET.

- Les observations post mortem nous ont permis de caractériser les microstructures des alliages et les paysages de dislocations.
- Les observations in situ ont permis d'observer directement l'interaction des dislocations avec l'environnement lorsque que le matériau est soumis à une contrainte.

Ce travail s'articule autour de six chapitres.

Le premier chapitre fera un état de l'art des travaux existant à la fois sur le titane pur mais aussi sur ses alliages, tant au niveau des microstructures que des propriétés mécaniques.

Les deux matériaux de l'étude ainsi que les techniques expérimentales utilisées seront présentées dans le chapitre II.

Nous présenterons en détail dans le chapitre III, les microstructures des alliages Ti 17 et Ti 5553 et nous mettrons en avant leurs points communs et leurs différences.

Les micro-mécanismes de déformation prenant place dans les différentes phases seront présentés dans le quatrième chapitre. Nous montrerons ici où la plasticité prend ses origines, quels sont les obstacles à la propagation des dislocations et comment la déformation se transmet d'une phase à l'autre.

Dans le chapitre V nous nous concentrerons sur les interfaces α/β en étudiant en détail leur écrouissage au cours du traitement thermomécanique qui génère des contraintes internes résiduelles influençant les propriétés mécaniques.

Nous discuterons ces résultats dans le chapitre VI. Nous comparerons nos résultats à ceux obtenus par P. Castany sur le TA6V. Nous établirons le lien entre nos travaux et ceux réalisés par les équipes partenaires et nous essaierons de relier le comportement macroscopique des alliages aux observations réalisées à l'échelle nanoscopiques.

Chapitre I : Bibliographie

I.1. Le titane et ses alliages

I.1.1. Le titane pur

Le titane, et ses alliages, possèdent deux phases allotropiques : la phase α de structure hexagonale est stable à basse température, alors que la phase β cubique centrée est stable à haute température (Figure 1). La température de transition $\alpha \leftrightarrow \beta$ entre ces deux phases, ou température de transus, dépend fortement des éléments d'alliage. Elle est par exemple de 882°C pour le titane pur. A température ambiante, le titane pur a une structure hexagonale pseudo-compacte car son rapport c/a , égal à 1,587, est inférieur à la valeur théorique de $\sqrt{8/3} = 1,633$ relative à la structure hexagonale compacte parfaite (paramètres de maille du titane pur à température ambiante : $a = 0,295 \text{ nm}$ et $c = 0,468 \text{ nm}$). Au dessus de 882°C , et jusqu'à sa température de fusion (1670°C), le titane pur présente une structure stable à haute température, la phase β , cubique centrée et de paramètre cristallin $a = 0,332 \text{ nm}$ à 1140°C .

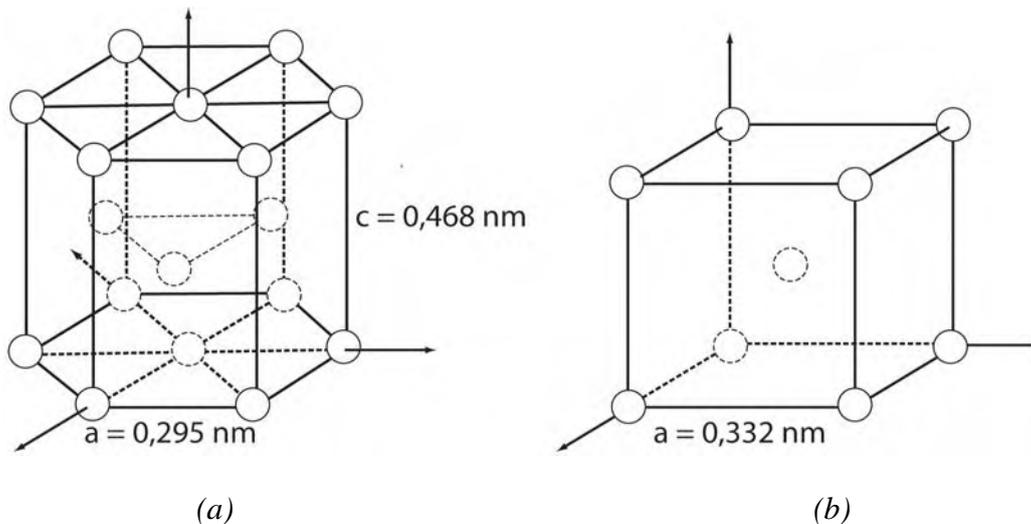


Figure 1. Présentation de la maille hexagonale compacte (a) et cubique centrée (b).

Le titane tire son intérêt industriel de ses grandes capacités mécaniques spécifiques, i.e. rapportées à sa densité. Il possède en effet une densité (4,5) 40% inférieure à celle des aciers au carbone pour des résistances mécaniques qui peuvent être améliorées par l'addition d'éléments d'alliage comme l'aluminium ou le vanadium par exemple.

Par ailleurs, son aptitude à se passiver, par la formation d'un film protecteur d'oxyde, lui confère une résistance exceptionnelle à la corrosion et aux attaques chimiques, ainsi qu'à l'érosion par des fluides chargés de produits à caractère abrasif, comme le sable par exemple.

Cette résistance à la corrosion, peut en plus, être améliorée par l'application de traitement de surface [voir thèse Castany 2007 par exemple].

Enfin le titane possède une biocompatibilité très supérieure à celle des autres métaux [Prima, 2000].

I.1.2. Transformation de phase

La transformation allotropique $\beta \rightarrow \alpha$ ($cc \leftrightarrow hc$) est une transformation de type martensitique. Dans les alliages de titane, cette transformation se produit par un mécanisme de cisaillement avec germination athermique, suivie éventuellement, dans le cas des refroidissements lents (de l'ordre de $2^\circ\text{C}/\text{mn}$), d'une croissance thermiquement activée.

Du point de vue cristallographique, la transformation de la phase β vers la phase α peut être décrite par le déplacement des atomes d'un plan suivi d'un réarrangement de ceux-ci perpendiculairement au plan : ce mécanisme est caractéristique des réactions sans diffusion dites displacives (Figure 2).

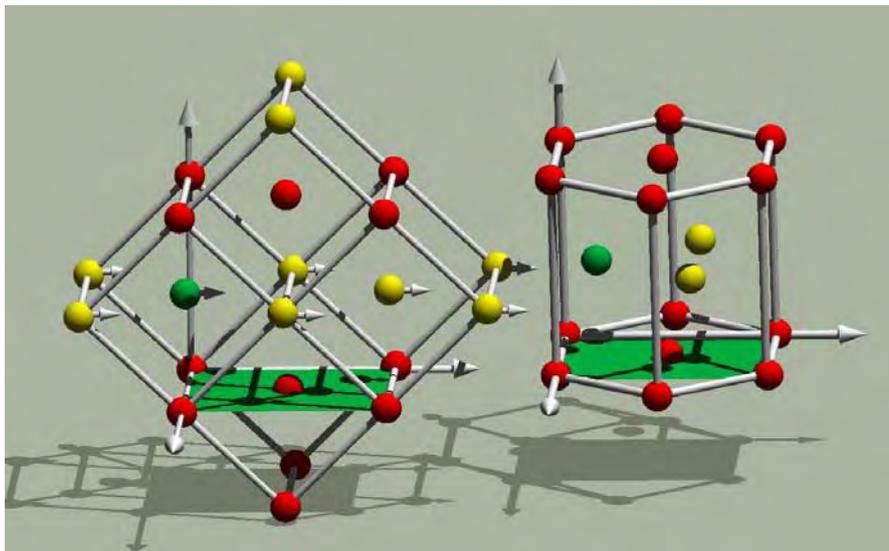


Figure 2. Décalage d'un plan décrivant la transformation $\alpha \rightarrow \beta$.

Du point de vue cristallographique, la transformation de la phase β vers la phase α correspond donc à un cisaillement et vérifie les relations d'orientation suivantes, dites relations de Burgers suivantes [Burgers 1934] (Figure 1):

$$\langle 111 \rangle_{\beta} // \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha}$$

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

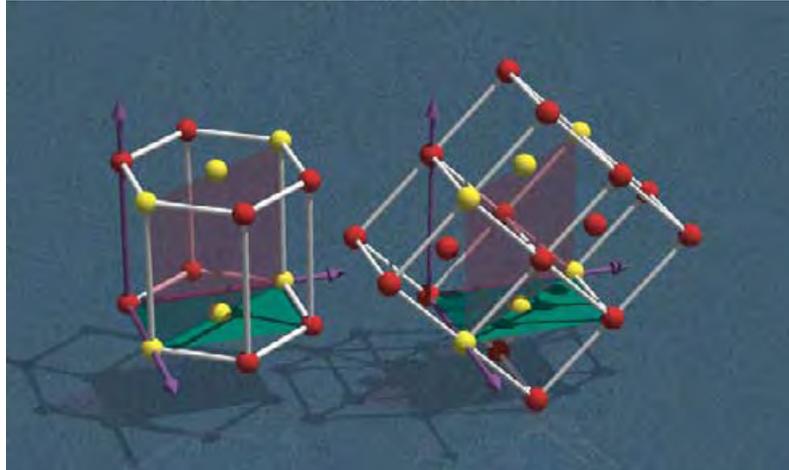


Figure 3. Correspondance entre phase α hexagonale compacte et phase cubique centrée β .

Toutefois, dans les alliages de titane, cette relation n'est pas parfaitement vérifiée, car bien que le plan de base $(0001)_\alpha$ coïncide avec le plan $(110)_\beta$, les trois directions \mathbf{a} de la maille hexagonale ne coïncident pas exactement avec des directions simples de la phase β [Savage et al. 2004].

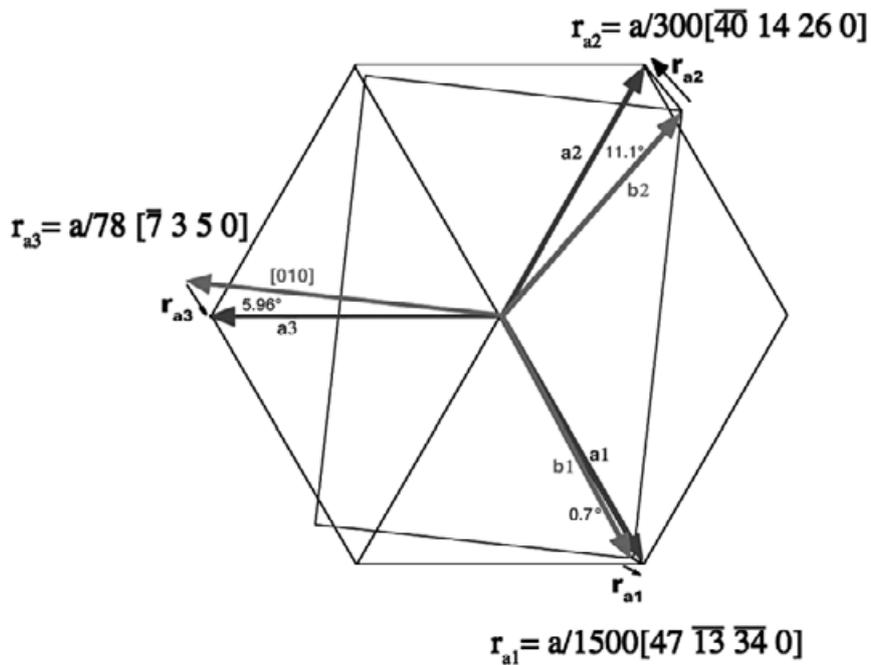


Figure 4. Ecart entre les vecteurs de Burgers de type \mathbf{a} de la phase α et ceux de la phase β notés \mathbf{b} . L'hexagone représente le plan de base de la maille hexagonale et le rectangle le plan (101) correspondant de la maille cubique centrée [Savage et al. 2004].

Les plaquettes α qui se forment par refroidissement lent ou transformation isotherme ont avec la phase β les mêmes correspondances cristallographiques et les mêmes plans d'accrolement que la martensite obtenue par trempe. On obtient ainsi soit une structure entièrement martensitique, appelée α' , soit une structure de type bainitique, dite de Widmanstätten, avec une légère diffusion des éléments interstitiels perpendiculairement aux plaquettes. Suivant les conditions de refroidissement, et la nature ainsi que la concentration en éléments d'addition, les types de microstructure sont très variés. Par contre, il est impossible d'avoir, pour le titane pur, de la phase β stabilisée par trempe, même ultra-rapide.

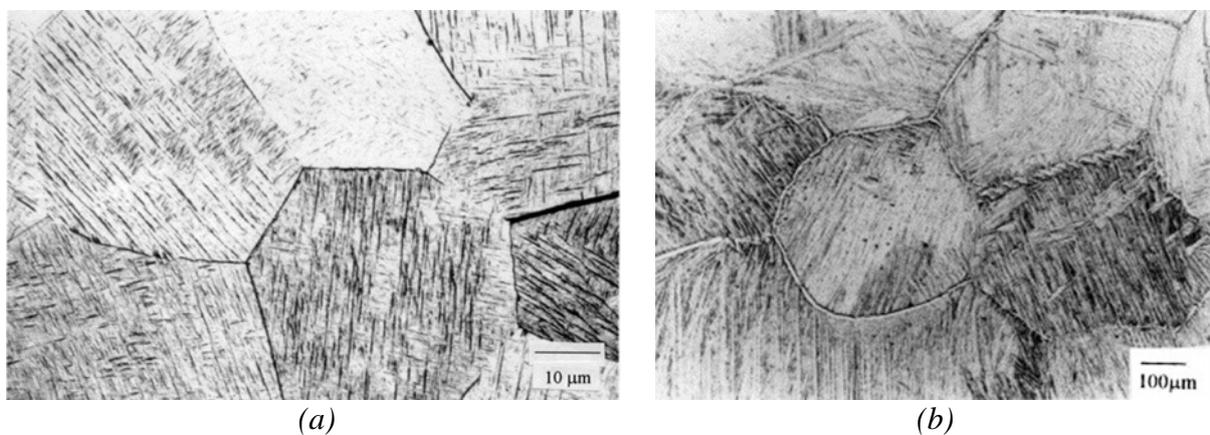


Figure 5. Micrographie présentant deux types de microstructure pour l'alliage TA6V (a) microstructure martensitique α' , (b) microstructure de Widmanstätten [Gil et al. 2001].

I.1.3. Influence des éléments d'alliages

Un grand nombre d'éléments d'addition (en substitution ou en insertion) peuvent former des solutions solides avec le titane. Ces éléments agissent sur la transformation de phase en influençant le domaine de stabilité ainsi que les cinétiques de germination et de croissance de la phase α et de la phase β . Ainsi, selon leur capacité à stabiliser l'une ou l'autre des deux phases nous pouvons, distinguer trois catégories présentées Figure 6.

- *Les éléments alphas* : ils se dissolvent préférentiellement dans la phase α et la stabilisent en augmentant la température du transus T_{β} . On trouve essentiellement : Al, C, et N.
- *Les éléments bêtas* : ils se dissolvent préférentiellement dans la phase β et la stabilisent en diminuant la température T_{β} . Ils se divisent en deux catégories :

- Les isomorphes : Mo, V, Nb, Ta en solution solide
- Les eutectoïdes : Fe, Mn, Cr, Co et Cu susceptibles de donner des composés eutectoïdes
- Les neutres : ce sont des éléments durcissant de la solution solide qui se dissolvent préférentiellement dans la phase α mais n'élèvent pas T_{β}

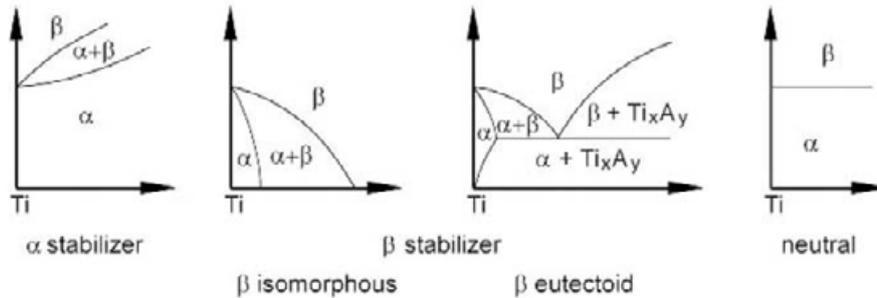


Figure 6. Diagramme de prédominance des phases α et β .

L'action des éléments d'addition sur la stabilité peut être traduite en terme d'équivalent molybdène $\%Mo_{eq}$ ou d'équivalent aluminium $\%Al_{eq}$.

On calcule traditionnellement l'équivalent molybdène par la formule suivante :

$$[Mo]_{eq} = [Mo] + \frac{[V]}{1,5} + \frac{[Cr]}{0,6} + \frac{[Fe]}{0,35} + \frac{[Cu]}{1,3} + \frac{[Nb]}{3,6}$$

De même, on calcule l'équivalent aluminium par la formule :

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

La constante placée devant la concentration de chaque élément traduit le caractère alphagène ou bêtagène de celui-ci par rapport à l'élément de référence (le molybdène ou l'aluminium). On peut par exemple constater que le fer est l'élément le plus bêtagène (constante la plus élevée).

Nous remarquerons également, qu'aux différents éléments d'alliages considérés comme alphagènes vient s'ajouter l'oxygène qui possède un « pouvoir alphagène » très fort.

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

- Les alliages α , pour $x \approx 0$

Ce sont des alliages contenant essentiellement des éléments d'addition de type α . Dans ce cas leur composition ne permet pas à la phase β d'être retenue sous forme métastable à température ambiante. Ces matériaux sont faiblement alliés, même en élément alphasène pour éviter la précipitation de phases comme par exemple Ti_3Al qui diminue la ductilité [Lütjering et Weissmann 1970]. Nous trouvons dans ces alliages les alliages T40 (Ti-0,2Fe) et TA5E (Ti-5Al-2,5Sn).

– *Les alliages quasi- α , pour $0 < x < 0,3$*

Ces alliages contiennent un faible pourcentage d'éléments bêtagènes ajoutés aux éléments alphasènes des alliages α . Ainsi, une faible proportion de phase β peut être retenue à température ambiante sous forme métastable. Les alliages traités au dessus de T_β présentent toujours une structure « β -transformée » constituée d'une faible quantité de phase β entre les plaquettes α .

– *Les alliages $\alpha+\beta$, pour $0,3 < x < 1,5$*

Cette catégorie représente la grande majorité des alliages de titane développés sur le marché [Ankem et al. 2006]. Les éléments alphasènes et bêtagènes sont présents en quantité suffisante pour obtenir un large domaine ($\alpha+\beta$) et de fait, une grande diversité de microstructures possibles à température ambiante.

Pendant le refroidissement, la phase β peut se décomposer partiellement en phase α ou en martensite α' (hexagonale compacte) ou α'' (orthorhombique) selon la composition chimique de l'alliage et la vitesse de trempe. Les traitements de mise en solution dans le domaine α/β conduisent à des structures bimodales constituées de grains α primaires dans une matrice « β -transformée ». La fraction volumique de chacune des phases peut varier fortement en fonction du traitement thermomécanique.

Parmi ces alliages on retrouve TA6V (Ti-6Al-4V) et Ti6246 (Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo).

– *Les alliages β -métastables, pour $1,5 < x < 3$*

Dans ces alliages, la concentration en éléments bêtagènes est suffisante pour que la phase β soit métastable à température ambiante. Cette classe d'alliage offre l'avantage de pouvoir générer un nombre important de microstructures à condition de maîtriser les mécanismes fondamentaux liés à la décomposition de la phase β -métastable [Clément et al. 2007, Cotton et al. 2007, Ivasishin et al. 2008].

Les alliages Ti 17 (Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr) et Ti 5553 (Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr), matériaux sur lesquels porte cette étude, font partie de cette catégorie.

– *Les alliages β , pour $x > 3$*

Dans ces alliages, la concentration en éléments bétagènes est telle que la phase β est thermodynamiquement stable à température ambiante. Les traitements thermiques ultérieurs n'entraînent alors plus sa décomposition et tout mécanisme de durcissement structural lié à la précipitation de phase α est donc inexistant, ceci réduisant considérablement les propriétés mécaniques. Ces alliages ne sont donc pas indiqués pour une utilisation en température ou en fatigue, mais sont très utilisés dans le secteur médical pour fabriquer des prothèses par exemple [Gloriant et al. 2006, Gloriant et al. 2008, Mitsuo 2008].

Ainsi, pour mieux apprécier les différences entre les alliages de titane un classement (Figure 7) a été proposé pour les ranger selon leur caractère alphagène ou bétagène.

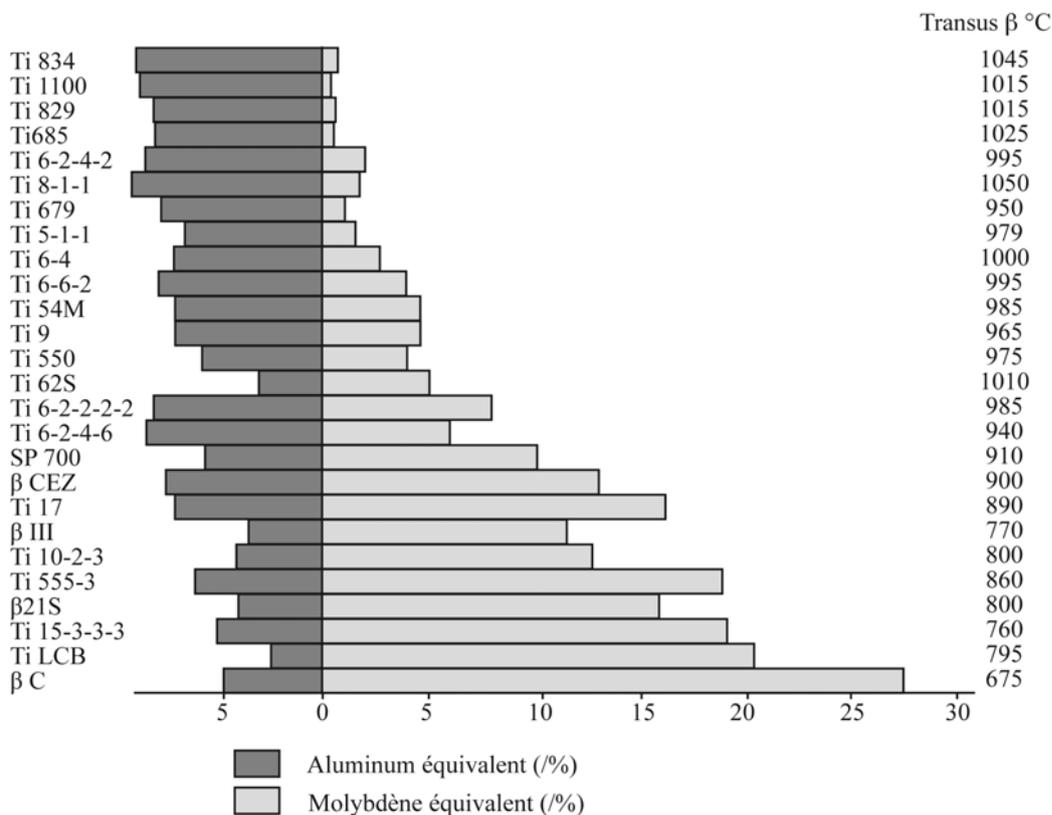


Figure 7. Classification et température de transus des principaux alliages de titane (Documentation interne Aubert & Duval).

I.2. Traitements thermiques et microstructures

Les propriétés mécaniques des matériaux sont en grande partie dues à leur traitement thermique. Les alliages multiphasés α/β ne font pas exception [Peters et al. 1996, Lütjering 1998].

On le verra par la suite, la spécificité et les excellentes propriétés mécaniques de ces alliages découlent d'une microstructure particulièrement complexe et tourmentée, visant entre autres à confiner la plasticité de ces matériaux. Afin d'obtenir ces microstructures, des traitements thermiques bien spécifiques ont été réalisés sur les deux alliages. Cette microstructure est obtenue en 3 temps : un forgeage, une mise en solution et un revenu :

Le forgeage

Celui-ci s'effectue en une succession de passages au dessus et au dessous du transus β . Lors du chauffage et du maintien on a transformation de la phase α en phase β . Une fois à la température $T > T_{\beta}$ une structure homogène constituée uniquement de grains β est présente. Nous noterons qu'il faut éviter un maintien trop long dans ce domaine afin d'éviter la croissance exagérée des grains β qui entraînerait la diminution de certaines propriétés mécaniques du matériau. En fonction de la vitesse à laquelle la trempe sera réalisée différentes microstructures peuvent être obtenues. Si elle n'est pas trop rapide, c'est lors de cette trempe qu'apparaissent des plaquettes (ou nodules) α_p ainsi que de très fines lamelles α_s secondaires, notées α_s .

La mise en solution

Lors du maintien suivant à une température inférieure mais proche de la température de transus, les plaquettes ou nodules α_p préexistantes grossissent. Par contre les très fines lamelles d' α_s sont remises en solution. C'est lors de la trempe qui suit, que précipitent à nouveau de fines lamelles de phases α_s , les nodules ou plaquettes de phase α_p restant inchangées lors de ce refroidissement.

Le revenu

La montée en température et le maintien à une température maintenant bien inférieure à T_{β} permettent ensuite de faire croître les lamelles de phase α_s qui ont précipité lors de la trempe après la mise en solution.

Ainsi à la fin de ce traitement thermique complet, nous obtenons une microstructure composée d'une matrice β cubique centrée, de gros nodules ou plaquettes de phase α_p hexagonale compacte et de fines lamelles de phase α_s également hexagonale compacte. Nous verrons par la suite que chaque constituant de cette microstructure participe aux très bonnes propriétés mécaniques de ces alliages

Bien évidemment, selon le traitement thermique subi, les alliages de titane β -métastables peuvent donc présenter différentes microstructures (cf. Figure 8):

- Une microstructure composée de grains monophasés β

- une microstructure composée d'une matrice β cubique centrée dans laquelle vient précipiter une phase α primaire (notée α_p) hexagonale compacte sous la forme de nodules dans le Ti 5553 ou de plaquettes dans le Ti 17.
- Une microstructure composée d'une matrice β cubique centrée dans laquelle vient précipiter une phase α secondaire (notée α_s) elle aussi hexagonale compacte sous la forme de fines lamelles également appelées lentilles.
- Une microstructure composée d'une matrice β cubique centrée dans laquelle viennent précipiter à la fois les nodules ou plaquettes α_p mais aussi les fines lamelles de phase α_s .

C'est à cette quatrième catégorie de microstructure qu'appartiennent les alliages de cette étude.

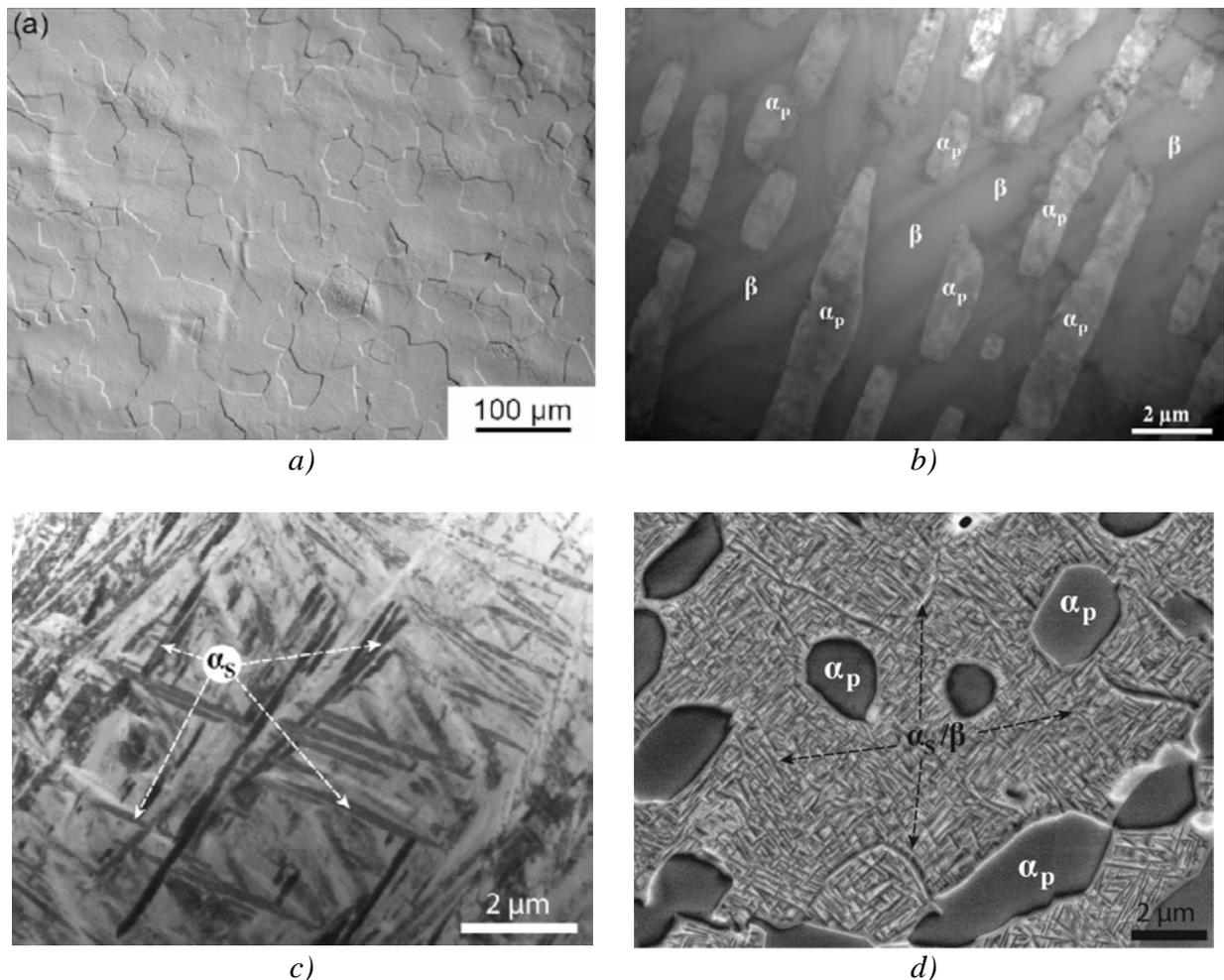


Figure 8 : Micrographies présentant quatre familles de microstructure. (a) microstructure 100% β [Bertrand et al. 2011], (b) microstructure composée d'une matrice β et de plaquettes α_p , (c) microstructure composée d'une matrice β et de lamelles α_s , (d) microstructure composée d'une matrice β , de phase α_p et de lamelles α_s .

I.3. Mécanismes de déformation

Les propriétés mécaniques des nos alliages, et tout particulièrement leur limite élastique, leur ductilité et les taux de durcissement qu'ils présentent, sont liés au comportement des dislocations lors de leur mouvement dans chacune des phases qui le constituent. Afin d'optimiser ces propriétés mécaniques, il est fréquent d'avoir recours à des matériaux présentant des microstructures de plus en plus complexes résultant à la fois de modification de la stœchiométrie des alliages et du choix approprié des conditions d'élaboration. Ces modifications vont conduire par exemple à durcir, par ajout d'obstacles au mouvement des dislocations, chacune des phases qui constituent le matériau, ou encore à confiner la plasticité dans de petites zones. Les propriétés mécaniques des matériaux ne sont plus alors seulement liées à la propriété de mobilité intrinsèque des dislocations dans une phase donnée pure, mais aussi (et quelquefois surtout) aux interactions entre les dislocations et les obstacles à leur mouvement introduits à dessein dans la microstructure. C'est le cas par exemple des alliages comme le TA6V qui présente, dans une matrice β , à la fois des nodules de phase α_p mais aussi un enchevêtrement de colonies lamellaires au sein desquelles les dislocations ont besoin d'un apport de contrainte supplémentaire pour pouvoir se propager [Castany 2007]. C'est également le cas pour nos alliages qui présentent une microstructure complexe composée à la fois de nodules ou plaquettes α_p et d'un enchevêtrement de fines lamelles α_s , le tout ayant précipité dans une matrice β cubique centrée.

Le comportement des dislocations dépend donc des paramètres qui contrôlent le mouvement des dislocations dans chacune des phases, qu'elles soient pures ou durcies par la présence d'obstacles, et de la façon dont les dislocations vont transmettre la déformation au travers des interfaces entre les différentes phases. Chacune des différentes contributions doit faire l'objet d'une étude séparée.

I.3.1. Systèmes de glissement dans le titane pur

Dans les métaux hexagonaux, il existe cinq systèmes de glissement possibles. Ainsi, les dislocations ayant un vecteur de Burgers de type $\frac{a}{3}(11\bar{2}0)$ peuvent glisser dans le plan de base $\{0001\}$, les plans prismatiques $\{10\bar{1}0\}$ et $\{11\bar{2}0\}$ ou dans les plans pyramidaux de première espèce $\{10\bar{1}1\}$. Les dislocations possédant un vecteur de Burgers de type $\frac{a}{3}(11\bar{2}3)$, donc de type $\frac{a}{3}(11\bar{2}3)$, peuvent glisser dans les plans pyramidaux de première et de deuxième espèce respectivement $\{10\bar{1}1\}$ et $\{11\bar{2}2\}$ (Figure 9).

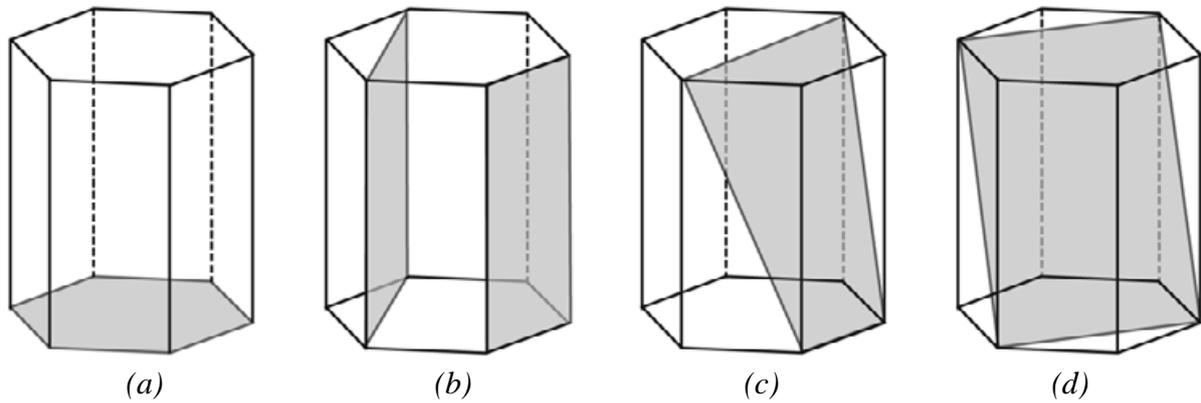


Figure 9. a) $\{0001\}$: plan de base ; b) $\{10\bar{1}0\}$: plan prismatique de première espèce et $\{11\bar{2}0\}$: plan prismatique de deuxième espèce ; c) $\{10\bar{1}1\}$: plan pyramidal de première espèce ; d) $\{11\bar{2}2\}$: plan pyramidal de deuxième espèce.

Les métaux de structure hexagonale possèdent tous un mode de glissement principal qui est soit le glissement basal (Cd, Zn, Mg, Co, Be) soit le glissement prismatique (Ti, Zr, Hf, Ru). Pour le titane pur, c'est le glissement des dislocations de vecteur de Burgers de type **a** qui est le plus souvent activé. Ce système est même tellement favorable qu'il est activé dans des monocristaux très défavorablement orientés [Akhtar 1975, Naka et al. 1988, Naka et al. 1991].

Plusieurs expériences de déformation macroscopique [Churchman 1954, Tanaka et Conrad 1972, Akhtar et Teghtsoonian 1975, Naka et al. 1988, Biget et Saada 1989] ont permis de mettre en évidence d'importantes variations de la contrainte de cisaillement critique, notée CRSS (pour Critical Resolved Shear Stress). Ces différentes études ont montré que plus la température augmente plus la CRSS diminue, et que quand la concentration en éléments interstitiels augmente, la CRSS augmente fortement. Enfin Biget et Saada [Biget et Saada, 1989] ont montré que la nature de l'élément interstitiel avait aussi son importance. Par exemple, pour des teneurs en interstitiels identiques, les échantillons contenant plus de fer ont une limite élastique supérieure.

Pour des températures inférieures à 550 K, les dislocations se présentent sous la forme de longs segments vis rectilignes. Ceci est dû à la forte friction qu'exerce le réseau sur les dislocations [Naka et al. 1991]. Par ailleurs des expériences de déformation MET in situ [Naka et al. 1988, Farenc et al. 1993, Farenc et al. 1995] ont montré que la vitesse des segments coins est au moins 50 fois plus grande que celle des vis et que rapidement seules ces dernières contribuent notablement à la déformation du matériau. Le mouvement des dislocations vis s'opère toujours par mouvements saccadés.

Plusieurs mécanismes ont été proposés pour expliquer ces phénomènes, nous n'en présenterons que les principaux.

Deux mécanismes ont été élaborés en parallèles, le premier serait contrôlé par des interactions dislocations / interstitiels, le deuxième par des doubles décrochements.

Ainsi différents auteurs [Conrad 1966, Tanaka et Conrad 1972, Akhtar et Teghtsoonian 1975] proposent un mécanisme contrôlant le glissement des dislocations par la présence d'éléments interstitiels engendrant des interactions dislocations / interstitiels de type Fleischer [Fleischer 1962]. Néanmoins ce mécanisme n'explique pas pourquoi les dislocations vis se déplacent par des mouvement saccadés ni pourquoi on observe beaucoup plus de brins vis que de brins coin.

Le modèle de double décrochement a lui été développé par [Sastry et Vasu 1972] et s'appuie sur le modèle de Peierls. Dans ce modèle les dislocations seraient stables dans une vallée de Peierls entre deux rangés atomiques denses et sous l'activation thermique pourrait franchir le potentiel de Peierls par la germination et la propagation de double décrochement. Mais ce mécanisme n'expliquant toutefois pas pourquoi on observe des dislocations vis.

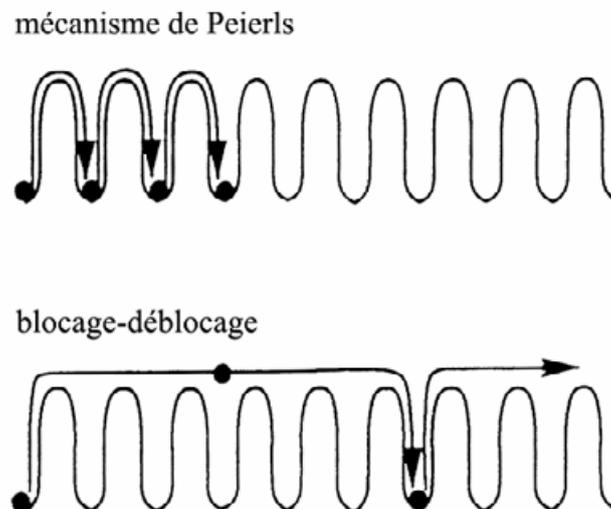


Figure 10. Vue schématique des mécanismes de glissement mettant en jeu une force de friction. La dislocation se bloque dans chaque vallée de Peierls pour le mécanisme de Peierls, alors que pour le blocage déblocage elle peut effectuer des sauts plus longs.

Naka et al ont proposé un modèle de Peierls étendu afin d'expliquer la présence de dislocations vis [Naka et al. 1988]. Ce modèle se base sur le modèle de Peierls à la différence près que la friction agissant sur le segment vis est due à la structure de cœur de la dislocation étalée hors de son plan de glissement. Ce modèle permet d'expliquer pourquoi on observe

majoritairement des dislocations vis rectilignes, mais pas le mouvement saccadé des dislocations vis observées in situ.

Pour pouvoir rendre compte des différents phénomènes observés, Farenc propose un mécanisme de blocage-déblocage [Farenc 1992] rendant compte des mouvements de la dislocation par saut entre deux blocages, et qui avait initialement été proposé par Couret et Caillard [Couret et Caillard 1989a, Couret et Caillard 1989b] pour décrire les phénomènes observés dans le béryllium. Comme pour le mécanisme de Peierls étendu, la friction subie par le brin vis serait due à sa structure de cœur étalée hors de son plan de glissement, rendant sessile la dislocation dans cette orientation et entraînant donc un blocage. Pour que la dislocation puisse avancer, son cœur doit se recombinaison dans un plan glissile et selon une configuration de cœur qui est métastable. La dislocation peut alors se propager jusqu'à ce qu'elle retombe et s'arrête dans une configuration énergétiquement plus favorable. Ce mécanisme se différencie du mécanisme de Peierls étendu proposé par Naka par le fait que dans ce dernier, la dislocation stoppe à chaque rangée atomique (Figure 10), alors que dans le mécanisme de blocage-déblocage, la dislocation peut parcourir des distances de longueurs variables (Figure 10). Ceci est d'ailleurs corroboré au fait que, lorsque la température augmente, la longueur de saut diminue, attestant de l'influence de l'activation thermique de ce mécanisme. À haute température, les sauts s'effectuent entre deux rangées atomiques adjacentes et on retrouve ainsi le mécanisme de Peierls étendu.

En conclusion, nous pouvons dire que les dislocations glissent dans les plans prismatiques par une succession de sauts par un mécanisme de blocage-déblocage, que cette longueur de saut diminue lorsque la température augmente jusqu'à obtenir une longueur limite qui est la distance entre deux vallées de Peierls, le phénomène étant alors décrit par le mécanisme de Peierls étendu. Et, dans ces deux cas, le mécanisme limitant la progression des dislocations vis est le déblocage de la configuration sessile, les impuretés ayant plutôt un effet durcissant en rendant le changement de configuration sessile-glissile du cœur de la dislocation plus difficile.

I.4. Systèmes de glissements dans les alliages.

Les alliages de titane β -métastables sont des alliages multiphasés α/β , aussi nous commencerons par nous intéresser aux mécanismes de déformation de chacune des phases.

I.4.1. Déformation de la phase β .

Il est souvent rapportée que la phase β est dite « plus dure » que la phase α . Par exemple un alliage Ti-Mn monophasé α a une limite élastique de 350 MPa contre 1000 MPa s'il est monophasé β [Ankem et Margolin 1986]. La déformation de la phase β de cet alliage Ti-Mn n'a jamais été observée expérimentalement [Mahajan et Margolin 1982b, Mahajan et Margolin 1982a, Feugas et Clavel 1997]. Cependant la phase β peut se déformer pour d'autres compositions d'alliages [Ambard 2001, Savage et al. 2004, Castany 2007]. Des observations ont été faites pour l'alliage TA6V ou des alliages de titane ayant une microstructure très proche. Cependant dans ces alliages, la proportion de phase β est très faible par rapport à celle de la phase α (de l'ordre de quelques pourcents). Dans les alliages de titane β -métastables comme Ti 5553 ou Ti 17, la phase β représente entre 40 et 50% de la microstructure et les micro-mécanismes de déformation s'y déroulant ne peuvent pas être négligés devant les phénomènes présents dans la phase α . A notre connaissance, aucune étude poussée visant l'étude fine des dislocations n'a été réalisée dans des alliages de titane β -métastables multiphasés α/β . Par contre, différents travaux visant à étudier des micro-mécanismes de déformations à cette échelle ont été réalisés dans des alliages β -métastables monophasés β . Ainsi la littérature différencie trois modes de déformations :

- Le glissement de dislocations [Terlinde et al. 1983, Hanada et Izumi 1987]
- Le maclage [Hanada et Izumi 1986, Ishiyama et al. 1991]

Nous remarquerons également que la précipitation sous contrainte peut dans certain cas être assimilée à de la déformation [Duerig et al. 1982]

- *Le glissement de dislocations*

Comme pour les autres matériaux cubiques centrés, l'analyse de traces de glissement dans le titane β montre que les systèmes les plus fréquemment activés sont $(110)\langle 111 \rangle$, $(112)\langle 111 \rangle$ et $(123)\langle 111 \rangle$ (Figure 11) [François et al. 1995]. Il n'y a pas d'évidence expérimentale de l'activation de dislocations parfaites avec un autre vecteur de Burgers que $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$.

Il a été souvent constaté que ces traces de glissement sont sinueuses et que les lignes de dislocations se coupent. Ceci atteste d'un changement de plan de glissement des dislocations lors de leur mouvement. Ainsi les dislocations peuvent facilement changer de système de glissement pourvu que celui-ci contienne la direction $\langle 111 \rangle$. Ce phénomène est appelé « pencil glide » et tout plan contenant la direction dense $\langle 111 \rangle$ peut alors être considéré comme un plan de glissement potentiel [Prima 2000].

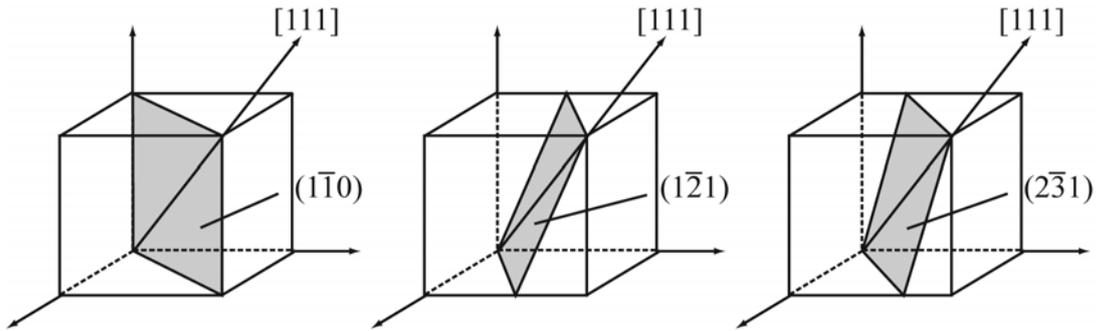


Figure 11. Principaux plans de glissement de la phase β cubique centre.

- *Le maclage*

Deux cristaux de même structure sont dits maclés lorsque leur réseau cristallographique est l'image l'un de l'autre par rapport à un miroir. Ce mécanisme correspond à un cisaillement pur d'une partie du cristal par rapport à l'autre et peut s'effectuer sous l'action d'une contrainte extérieure. Ce mécanisme de déformation est appelé maclage mécanique et entre alors en concurrence avec le glissement. La déformation par maclage engendre un changement de l'orientation cristallographique d'une partie du cristal ce qui se traduit naturellement par des textures de déformation extrêmement marquées, contrairement au glissement qui conserve cette orientation. Ainsi, les systèmes de maclage généralement rencontrés dans les alliages de titane β sont de type $\{112\}\langle 111\rangle$ et $\{332\}\langle 113\rangle$ [Oka et Taniguchi 1979, Grosdidier et al. 1997, Bertrand et al. 2011]. Duerig et al. ont aussi remarqué que le maclage de type $\{332\}\langle 113\rangle$ peut parfois s'accompagner de la précipitation de la phase orthorhombique ω , ce mécanisme prenant alors la forme d'une transformation martensitique [Duerig et al. 1982].

- *La précipitation sous contrainte*

Les transformations martensitiques induites sous contrainte dans les alliages de titane peuvent être de plusieurs sortes. La précipitation d'une phase ω_s (« stress induced ») est comme nous venons de le rappeler étroitement liée au maclage de type $\{332\}\langle 113\rangle$ [Duerig et al. 1982]. La précipitation de différentes phases α comme le phase α' (hexagonale compacte) ou α'' (orthorhombique) est elle aussi considérée comme une façon d'accommoder les déformations dans la phase β sous l'effet des contraintes extérieures. Ces transformations ressemblent fortement à du maclage puisqu'elles font intervenir un cisaillement du réseau. Mais elles engendrent également une variation du volume du cristal [Prima 2000]. Ainsi on considère que la formation de martensite est un moyen supplémentaire permettant d'accommoder la déformation macroscopique.

Les trois types de micro mécanismes de déformation, glissement, maclage et transformation martensitique, décrits ci-dessus peuvent coexister dans les alliages de titane monophasés. Il y a donc une compétition entre ces différents modes de déformation qui seront plus ou moins actifs en fonction de la nature de l'alliage considéré. Ainsi la nature des modes de déformation peut dépendre de différents paramètres comme la microstructure du matériau (composition chimique, tailles et orientations des grains, ...) et des conditions de l'essai de déformation (température, vitesse de la déformation, ...).

Prima [Prima 2000] a observé dans du LCB qui est un alliage de titane β -métastable multiphasé α/β que le mode de déformation principal de la phase β est le glissement de dislocations selon les systèmes (110) \langle 111 \rangle et (112) \langle 111 \rangle . Nous verrons par la suite que c'est aussi ce type de mécanisme qui est activé dans nos alliages, ce qui s'explique par les ressemblances microstructurales et mécaniques existantes entre le LCB et les alliages de notre étude.

I.4.2. Déformation de la phase α .

Au début de ce travail, peu d'études visant à comprendre les micro-mécanismes de déformation dans la phase α du Ti 17 et du Ti 5553 étaient disponibles. Cependant, différentes recherches se sont intéressées aux micro-mécanismes de déformation entrant en jeu dans la déformation de la phase α du TA6V et du Ti 6246 [Feaugas 1994, Pelissier 1996, Ambard 2001, Castany 2007, Neeraj et Mills 2001, Castany et al. 2007, Bridier et al. 2005, Bridier et al. 2008, Bridier et al. 2009, Ding et al. 2011].

Contrairement à ce qui se passe dans la phase α du titane pur, le glissement prismatique dans la phase α des alliages α/β ne prédomine pas clairement sur le glissement basal. En effet l'ajout d'éléments d'addition, comme l'aluminium, a pour conséquence d'élever la CRSS du glissement prismatique et donc de rendre les autres types de glissement et notamment le glissement basal moins difficile [Sakai et Fine 1974].

Les nombreuses observations MET d'échantillons de TA6V déformés à température ambiante révèlent la présence de dislocations de type **a**. Ces dislocations présentent de longs segments vis rectilignes [Welsch et Bunk 1982, Suri et al. 1999, Neeraj et al. 2000, Zaefferer 2003, Castany 2007, Castany et al. 2007]. Les dislocations de types **c+a** n'ont été que très rarement observées, il en va de même pour le maclage [Zaefferer 2003, Bridier 2006, Castany 2007]. En effet la CRSS doit être environ cinq fois plus grande pour activer les dislocations **c+a** que pour les dislocations **a** [Lütjering et Williams 2003, Lütjering et Williams 2003]. Ainsi, même défavorablement orienté, et donc avec un facteur de Schmid faible, le glissement de type **a** est, le plus souvent, plus facilement activé que le glissement **c+a**.

Les résultats obtenus pour les alliages β -métastables sont en accord avec les premiers résultats obtenus sur l'alliage TA6V. En effet sur des travaux réalisés très récemment, Clément [Clément 2010, Clément 2010] n'observe ni maclage, ni dislocation de type $c+a$ dans la phase α du Ti 5553.

I.4.3. Structure de cœur des dislocations vis dans la phase α

Il est maintenant relativement bien admis que la forte friction ressentie par la dislocation vis dans les alliages de titane est due à l'arrangement particulier de sa structure de cœur. En effet celui-ci est étalé dans différents plans et donc à trois dimensions ce qui lui confère une configuration stable et sessile. Pour pouvoir avancer, le cœur de la dislocation doit se recombinaison dans son plan de glissement, dans une configuration glissile et métastable jusqu'à ce qu'il trouve une situation énergétiquement plus favorable et s'arrête à nouveau. La dislocation va ainsi avancer par une succession de sauts, par un enchaînement de situations de blocage déblocage comme Farenc et Naka l'ont observé in situ [Naka et al. 1988, Farenc 1992].

Structure de cœur étalé dans les plans prismatique et basal.

Suite à des calculs de simulations numériques, Legrand [Legrand 1985] propose un modèle de structure de cœur étalée principalement dans les plans prismatiques. En effet l'auteur montre qu'il est énergétiquement plus favorable pour le cœur de la dislocation d'être étalé dans un plan prismatique avec des ramifications secondaires dans le basal, ceci expliquant pourquoi l'on observe majoritairement du glissement prismatique.

D'autres calculs prenant en compte des potentiels d'interaction atomique plus récents permettant d'avoir une meilleure précision ont abouti aux mêmes conclusions que Legrand [Vitek et Igarashi 1991, A. Girshick et al. 1998, Bacon et Vitek 2002, Aoki et al. 2007]. Il faut toutefois garder à l'esprit que ces calculs sont réalisés sous contrainte nulle et que la température pas plus que la présence éventuelle d'impuretés, ne sont prises en compte.

Structure de cœur étalé dans les plans prismatique et pyramidal.

Ce type de structure de cœur a été initialement proposé par Šob [Šob et al. 1975] puis par Naka [Naka et al. 1988] pour pouvoir expliquer la facilité du glissement dévié dans les plans pyramidaux de première espèce. En effet ce type de glissement devient fréquent même pour des orientations facilitant le glissement prismatique pour des température supérieur à 300°K.

Naka observe ainsi des lignes de glissement non rectilignes. Comme pour le cas précédent il faut que la structure de cœur ne soit pas plane pour pouvoir expliquer la friction qui contrôlera la mobilité et que son plan de glissement principal soit de type prismatique expliquant ainsi la prédominance de ce système de glissement. La différence par rapport au cas précédent se trouve au niveau des étalements secondaires qui ne sont plus dans des plans de base mais dans des plans pyramidaux de première espèce.

Enfin, ces deux approches ne sont pas si différentes l'une de l'autre et permettent toutes les deux de rendre compte de la prédominance du glissement prismatique.

I.4.4. Ordre à courte distance (OCD)

Nous savons, grâce aux travaux de Neeraj [Neeraj et al. 2000] et de Castany [Castany et al. 2007] que l'OCD apporte une contribution à la résistance des alliages de titane pourvu que la concentration massique totale en éléments alphas comme l'aluminium, l'oxygène ou l'étain soit supérieure à 5% massique. En règle générale la signature de cette forme d'ordre se traduit par la présence d'un mouvement collectif des dislocations : mouvements coordonnés de dislocations appariées ou mouvements collectifs d'empilements de dislocations [Gerold et Karnthaler 1989, Schwander et al. 1992, Plessing et al. 1997, Feaugas 1994, Pettinari-Sturmel et al. 2006, Castany 2007, Olfe et Neuhäuser 1988].

Dans un alliage binaire AB, l'OCD se caractérise par un nombre de paires A-B supérieur au nombre de liaisons A-A ou B-B et donc avec une probabilité pour former des paires A-B supérieure à une probabilité de hasard (cf. Figure 12). Cet OCD va provoquer une friction qui va s'opposer au libre déplacement des dislocations et qui nécessitera alors une contrainte accrue (en comparaison avec un matériau de même composition mais sans OCD), ce qui se traduira par une hausse de la limite d'élasticité du matériau.

Ainsi la présence d'empilements se justifie par le fait que la contrainte appliquée seule n'est pas suffisante pour faire déplacer une dislocation à travers l'OCD. L'empilement de plusieurs dislocations va alors générer une accumulation de contrainte en tête de celui-ci et va permettre le déplacement des dislocations. Les premières dislocations vont se propager et détruire l'OCD favorisant ainsi la propagation des suivantes dans leur sillage.

À partir d'observation de déformation in situ, Castany a proposé une méthode permettant de mesurer la contribution d'un OCD à la résistance d'un TA6V. Cette méthode se base sur la méthodologie développée dans les superalliages base nickel [Pettinari-Sturmel et al. 2006] qui s'appuie sur la mesure de la distance séparant les brins coins et les brins vis de deux dislocations formant une paire lors de leur déplacement.

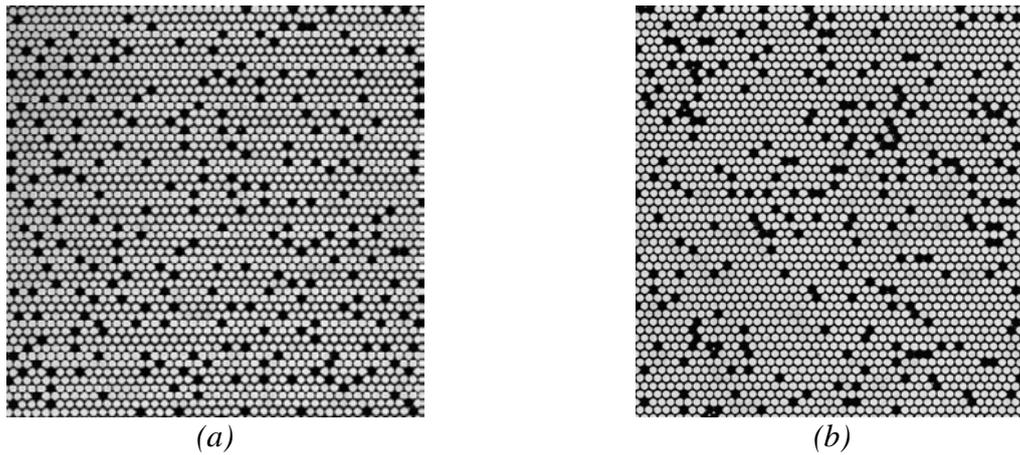


Figure 12 : Représentation d'une structure a) avec OCD, b) désordonnée [Schwander et al. 1992]. On note bien un nombre de paires A-B plus important dans l'alliage avec OCD.

I.4.5. Durcissement structural

Nature des précipités

Un autre mécanisme susceptible d'augmenter la limite élastique d'un matériau est le durcissement structural. Ce mécanisme résulte de la précipitation au sein d'une solution solide de petits obstacles de taille nanométrique qui vont gêner le mouvement des dislocations [Ardell 1985]. Ce phénomène a été très étudié dans les aciers [Maruyama et al. 2001] ou les aluminiums [Mondolfo 1976, Delmas et al. 2004, Delmas 2002] et intéresse depuis quelque temps le monde du titane. Ainsi certains auteurs comme Gysler et al. [Gysler et Lütjering 1982] ont observé la précipitation de petits précipités ordonnés de Ti_3Al dans la phase α d'un TA6V. Plus récemment Cotton et al. [Cotton et al. 2007] ont mis en évidence la présence de nano précipités de Ti_3Al (nommés α_2) au sein de nodules α_p d'un alliage de Ti 5553 [Clément 2010]. En règle générale, la précipitation de cette phase α_2 est à éviter dans les alliages de titane car même si elle engendre une augmentation de la limite élastique et de la dureté, elle entraîne également une baisse de la ductilité et de la résistance à la corrosion de l'alliage considéré [Curtis et al. 1969].

Dans l'alliage TA6V, cette précipitation de Ti_3Al est due à la mise en ordre de l'aluminium contenu dans la phase α pour des traitements thermiques proches de $500^\circ C$ et pour une durée de l'ordre de la centaine d'heures [Lütjering et Williams 2003]. On assiste alors à une répartition homogène de la précipitation engendrant des taches de surstructure caractéristiques de la structure ordonnée α_2 sur les clichés de diffraction électronique [Welsch et al. 1977, Welsch et Bunk 1982, Gysler et Lütjering 1982, Williams et al. 2002, Lee et al. 2004].

Dans d'autres alliages de titane multiphasés α/β comme Ti 6242, la nucléation de Ti_3Al est plus rapide. En effet compte tenu de la présence d'éléments alphagènes supplémentaires comme l'étain l'apparition de la phase α_2 se fait en une dizaine d'heures seulement, l'étain remplaçant alors l'aluminium dans la formation de Ti_3Al [Beranger et al. 1993, Feaugas 1994, Lütjering et Williams 2003].

Dans l'alliage Ti 5553, cette précipitation α_2 a également été constatée pour un maintien en température de quelques heures à 600°C [Cotton et al. 2007]. Cette précipitation est alors attribuée à la concentration en aluminium équivalent suffisante et nécessaire à la nucléation de Ti_3Al qui doit être au moins de 6,5% massique [Blackburn 1966, Curtis et al. 1969] et qui dans le cas présent est de 7,05% massique.

Enfin la concentration en oxygène peut elle aussi grandement influencer cette précipitation. En effet, l'oxygène est lui aussi un élément alphagène et peut alors se substituer à l'aluminium dans la formation de Ti_3Al . Ainsi plus la teneur en oxygène augmente plus la dureté et la limite élastique augmente. En contrepartie, on assiste à une chute de la ductilité [Kahveci et Welsch 1986, Kahveci et Welsch 1991].

Origine de l'augmentation de la limite élastique avec la présence de nano-précipités

Comme il a été dit précédemment, la précipitation de nano obstacles va gêner le déplacement des dislocations, car les dislocations doivent franchir ces obstacles qui ne présentent pas la même structure cristallographique que la matrice dans laquelle ils ont été formés. Ainsi, sous contrainte, une dislocation peut se retrouver épinglée et stoppée par ces précipités. Pour pouvoir continuer son déplacement, un apport supplémentaire de contrainte va ainsi être nécessaire, et il en résultera donc une augmentation globale de la limite élastique. Les paramètres intervenant dans les modèles de durcissement structural concernent à la fois les dislocations par l'intermédiaire de leur vecteur de Burgers \mathbf{b} et leur caractère θ mais aussi les précipités (par leur résistance et leur distribution).

La Figure 13a représente une répartition aléatoire d'obstacles ponctuels dans le plan de glissement d'une dislocation de vecteur de Burgers \mathbf{b} . Cette dislocation sous contrainte est immobilisée sur certains obstacles. Dans le cas présent, nous supposerons que la densité de précipités est suffisamment grande (ou de façon équivalente que la distance entre nano-précipités est faible) et que parallèlement la résistance de chacun des nano-précipités n'est pas trop forte. Dans ces conditions, le processus de franchissement des nano-précipités sera le cisaillement, plutôt que le franchissement par contournement.

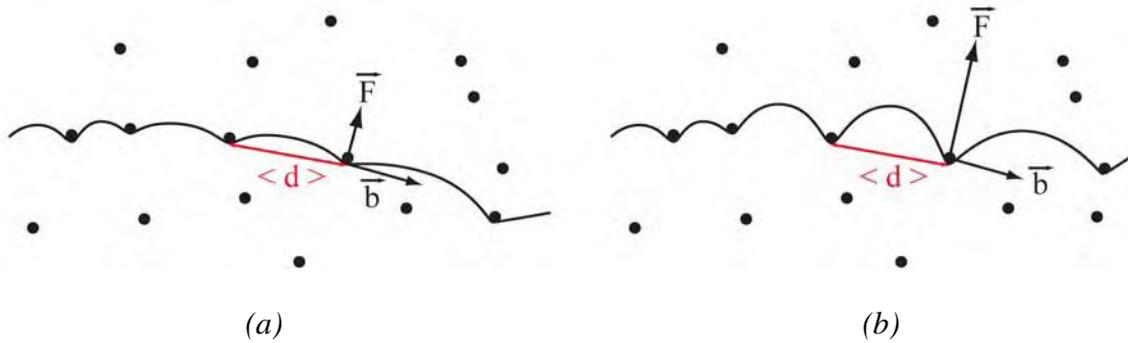


Figure 13. Schématisation de dislocations épinglées sur des précipités.

Sous l'effet de la contrainte appliquée, la dislocation se courbe entre les précipités et exerce sur chacun d'eux une force \vec{F} . Si, sous l'action d'un supplément de contrainte la courbure de la dislocation augmente entre les nano obstacles (Figure 13b), alors la force \vec{F} exercée par la dislocation sur un précipité augmente, et peut devenir supérieure à la résistance R de ce dernier, et alors le franchir. Pour un matériau monocristallin à durcissement structural la limite élastique est décrite par la relation d'Hirsch et Kelly [Hirsch et Kelly 1965] :

$$\sigma_E = \frac{\langle F_m \rangle}{b \langle d \rangle} \quad (1)$$

où $\langle F_m \rangle$ est la distance moyenne des obstacles qui ancrent les dislocations, $\langle d \rangle$ la distance moyenne entre deux obstacles le long d'une ligne d'ancrage et b la norme du vecteur de Burgers de la dislocation étudiée.

Pour pouvoir étendre cette relation aux polycristaux, cette formule doit être corrigée par le facteur de Taylor M [Deschamps et Bréchet 1998] et qui permet alors d'obtenir :

$$\sigma_E = M \frac{\langle F_m \rangle}{b \langle d \rangle} \quad (2)$$

où M est le facteur de Taylor qui dépend de la cristallographie du matériau étudié. Il vaut par exemple 5 pour la structure hexagonale compacte [Tanaka et Conrad 1972].

Mesure de la résistance des précipités : modèle de Hazzledine

Le modèle d'Hazzledine [Hazzledine et al. 1984] permet de calculer précisément la force qui s'exerce sur un arc de dislocation arrêté sur un obstacle localisé. Couret [Couret 1999] a pu grâce à cette méthode remonter à la résistance des points d'épinglage qui ancrent les dislocations dans les alliages γ -TiAl et Delmas [Delmas 2002] a pu quantifier la contribution à limite élastique du durcissement structural dans un alliage d'aluminium. Le modèle exprime la tension de ligne \mathbf{T} exercée par un segment de dislocation sur un obstacle sous la forme :

$$\vec{F} = \vec{E} + \vec{E}' \quad (3)$$

où \mathbf{E} est un vecteur tangent à la ligne de dislocation dont le module est égal à l'énergie de ligne de la dislocation et \mathbf{E}' un vecteur perpendiculaire au précédent et de module égal à la dérivée de l'énergie de ligne par rapport au caractère θ de la dislocation. Les modules de \mathbf{E} et \mathbf{E}' s'exprime en élasticité isotrope sous la forme suivante :

$$E(\theta) = \frac{\mu b^2}{4\pi} \left(\cos^2 \theta + \frac{\sin^2 \theta}{1-\nu} \right) \ln \left(\frac{L}{r_c} \right) \quad (4)$$

$$E'(\theta) = \frac{\partial E(\theta)}{\partial \theta} = \frac{\mu b^2}{4\pi} \frac{\nu \sin 2\theta}{1-\nu} \ln \left(\frac{L}{r_c} \right) \quad (5)$$

avec μ le module de cisaillement
 ν le coefficient de Poisson
 L l'extension du champ de déformation de la dislocation
 r_c le rayon de cœur de la dislocation ($r_c \approx b$)
 θ le caractère de la dislocation

\mathbf{E}' représente une force qui tend à amener la dislocation en position vis i.e. à l'aligner avec son vecteur de Burgers \mathbf{b} .

La résistance R d'un nano-précipité est obtenue en déterminant la force F lorsque la dislocation est en position critique, c'est à dire juste avant le cisaillement, l'équilibre se traduit alors par $F = R$: les mesures de la résistance R d'un nano-précipité doivent donc impérativement être réalisées au travers d'expériences de déformation MET in situ car seule cette technique autorise la détermination de la configuration adoptée par la dislocation à cet instant critique (juste avant) le cisaillement du précipité.

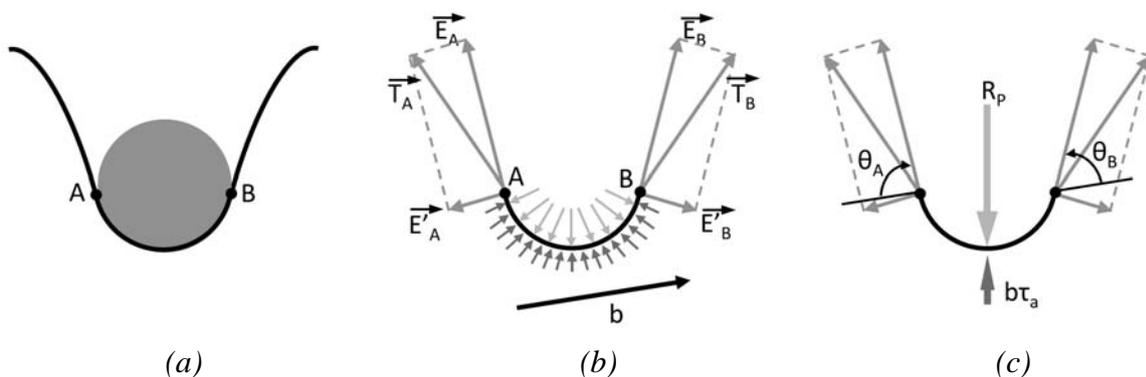


Figure 14. Schéma illustrant le bilan des forces s'exerçant sur un brin de dislocation en équilibre contre un précipité sphérique au dernier instant avant que celle-ci ne cisaille l'obstacle.

La Figure 14a présente une dislocation en position critique sur un précipité ayant une géométrie sphérique et donc à section circulaire. La force exercée par le précipité sur la dislocation est alors égale à la somme vectorielle des deux tensions de ligne T_A et T_B qui sont tangentes aux points A et B de contact avec le précipité. La Figure 14b représente l'ensemble des forces s'exerçant sur l'arc \overline{AB} . Les flèches situées sur la partie convexe de la dislocation correspondent aux forces exercées par la contrainte appliquée. Les flèches situées dans la partie concave de la dislocation représentent les forces exercées par le précipité sur cette dernière. Nous avons également représenté en A et en B les deux tensions de ligne T_A et T_B ainsi que leur composantes respectives E_A, E'_A, E_B, E'_B .

Le brin \overline{AB} sous l'effet de la contrainte appliquée τ_a est soumis à la force de module $F_a = \tau_a b l$, l étant la longueur de l'arc \overline{AB} . Le segment de dislocation AB est également soumis à la force du précipité notée $\overline{R_p}$ ainsi qu'aux forces $\overline{T_A}$ et $\overline{T_B}$ exercées par le reste de la dislocation.

L'équilibre de la dislocation s'écrit donc :

$$\overline{R_p} = \overline{F_a} + \overline{T_A} + \overline{T_B} \quad (6)$$

Compte tenu de la très faible valeur de l ($l \approx 1 \text{ nm}$) la force $\overline{F_a}$ est négligeable devant $\overline{T_A} + \overline{T_B}$ et nous pouvons ainsi réduire l'expression de la résistance des précipités à :

$$\overline{R_p} = \overline{T_A} + \overline{T_B} \quad (7)$$

On peut citer par exemple les études qui concernent le durcissement structural des alliages d'aluminium qui ont montré que les précipités cisailés offraient une résistance de quelques nN [Delmas 2002].

I.4.6. Les interfaces

Comme nous l'avons vu jusqu'à présent, les alliages de titane β -métastables sont des alliages multi-phasés et présentent par conséquent un grand nombre d'interfaces et notamment des interfaces α_p/β et α_s/β qui affectent le comportement des dislocations. Ainsi certains auteurs pensent que dans des structures lamellaires α/β , les dislocations sont confinées dans les colonies lamellaires α_s car la phase β est considérée comme plus dure que la phase α , [Chan et al. 1981]. Cependant plusieurs auteurs ont constaté que le cisaillement de la phase β est possible lorsque la phase α et la phase β respectent les relations d'orientation de Burgers [Lin et al. 1984, Miller et al. 1987, Ambard 2001, Castany 2007, Lefranc 2008], et décrivent ainsi ce type d'interfaces comme des obstacles mineurs, influençant peu le durcissement du matériau

Ces interfaces peuvent cependant jouer un rôle notable dans la déformation. Castany a montré que les interfaces α_s/β ainsi que les interfaces α_p/β dans l'alliage TA6V sont des lieux privilégiés d'émissions de dislocations [Castany 2007]. L'auteur montre également que l'émission de ces dislocations d'interface est le premier mécanisme intervenant lors des premiers instants de la déformation, les dislocations pouvant par la suite se multiplier par d'autres phénomènes. Castany a également montré qu'il existe un gradient de la contrainte locale dans la phase α qui évolue en fonction de la distance à l'interface : la contrainte étant la plus élevée au plus près de l'interface (cf Figure 15). Il formule aussi des hypothèses sur l'origine physique de ces contraintes présentes aux interfaces. Elles sont en $1/r$ et donc de même nature que les champs de contraintes créés par les dislocations. Ce supplément de contrainte peut donc s'expliquer par la présence d'un grand nombre de dislocations piégées aux interfaces.

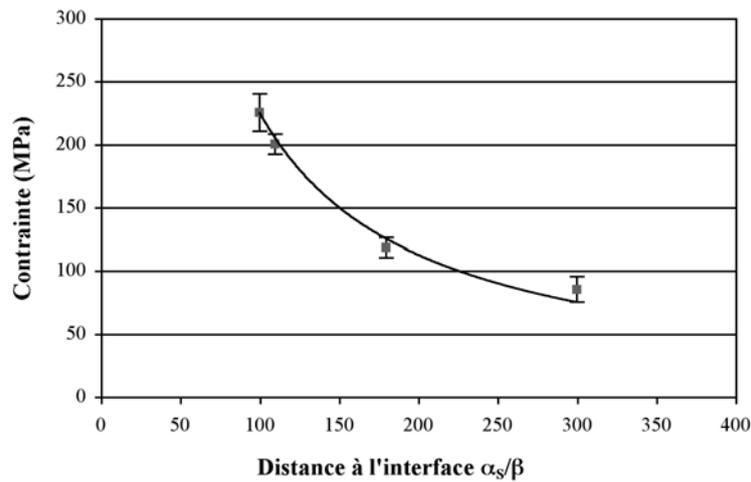


Figure 15. Mesure d'un gradient de contrainte aux interfaces α_s/β dans les colonies lamellaires [Castany 2007].

Chapitre II : Matériaux et techniques expérimentales

Notre étude a essentiellement porté sur deux alliages, nommés Ti 17 et Ti 5553. Dans ces alliages, la phase β est métastable à température ambiante, et des traitements thermiques adéquats permettent de pouvoir générer un nombre important de microstructures à condition de maîtriser les mécanismes fondamentaux liés à la décomposition de la phase β .

Afin d'étudier les micro-mécanismes responsables des propriétés mécaniques des deux alliages Ti 5553 et Ti 17 ainsi que leur microstructure nous avons eu recours à différentes techniques de MET:

- Les observations post mortem d'échantillons pré-déformés
- La déformation in situ, qui permet l'observation directe de l'évolution de la déformation.
- La MET à haute résolution corrigée pour l'étude de certaines interfaces.
- La diffraction électronique couplée au système ACOM (Automated Crystal lattice Orientation), permettant la réalisation de cartographie EBSD avec la résolution d'un MET à canon à émission de champ.

II.1. Généralités sur les alliages Ti 17 et Ti 5553

II.1.1. Compositions chimiques

L'alliage Ti 17 (Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr) a la composition nominale massique théorique de 5% d'aluminium, 2% d'étain, 2% de zirconium, 4% de molybdène, 4% de chrome et 83% de titane. Cependant il existe une légère dispersion dans la composition de l'alliage due à la présence de traces d'impuretés et la composition exacte de l'alliage est présentée dans le Tableau 1.

Elém	Al	Mo	Cr	Zr	Sn	O ₂	C	Fe	Cu	Mn	Ti
%mass	5,10	3,99	3,94	2,10	2,00	0,1140	0,03	0,04	<0,002	<0,005	base

Tableau 1. Composition chimique de l'alliage Ti 17.

L'alliage Ti 5553 (Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr) a une composition nominale massique de 5% d'aluminium, 5% de molybdène, 5% de vanadium, 3% de chrome et 82% de titane. Comme pour l'alliage Ti 17 il existe aussi une dispersion dans la composition de l'alliage et la composition du Ti 5553 étudiée est présentée dans le Tableau 2.

Elém	Al	Mo	V	Cr	Fe	O ₂	Si	Zr	N ₂	C	H ₂	Y	Ti
%mass	5,67	5,23	5,17	2,80	0,36	0,173	0,041	0,014	0,014	0,010	0,001	<0,001	base

Tableau 2. Composition chimique de l'alliage Ti 5553.

II.1.2. Traitements thermiques

Afin d'obtenir une microstructure constituée de nodules ou plaquettes α_p , de lamelles α_s et d'une matrice β métastable l'alliage Ti 17 est tout d'abord forgé dans le domaine β , c'est à dire porté à une température T supérieure à la température du transus T_β . L'alliage Ti 5553 subit une succession de passage au dessus et au dessous du T_β lors du forgeage. Cette température est propre à chacun des matériaux (pour le Ti 5553 $T_\beta = 860^\circ\text{C}$ et pour le Ti 17 $T_\beta = 890^\circ\text{C}$ (Figure 16)).

Le forgeage est suivi d'un cycle thermique bien spécifique :

- L'alliage Ti 5553 est maintenu pendant 4h à 820°C , suivi d'une trempe à l'air puis un maintien de 8h à 640°C , également suivi d'une trempe à l'air.
- L'alliage Ti 17 subit un maintien isotherme de 2h30 à 800°C suivi d'une trempe à l'air, puis est maintenu 2h à 650°C , suivi aussi d'une trempe à l'air.

Ces deux traitements thermiques sont représentés sur la Figure 16. Ils ont été choisis de façon à obtenir des propriétés mécaniques comparables pour les deux matériaux.

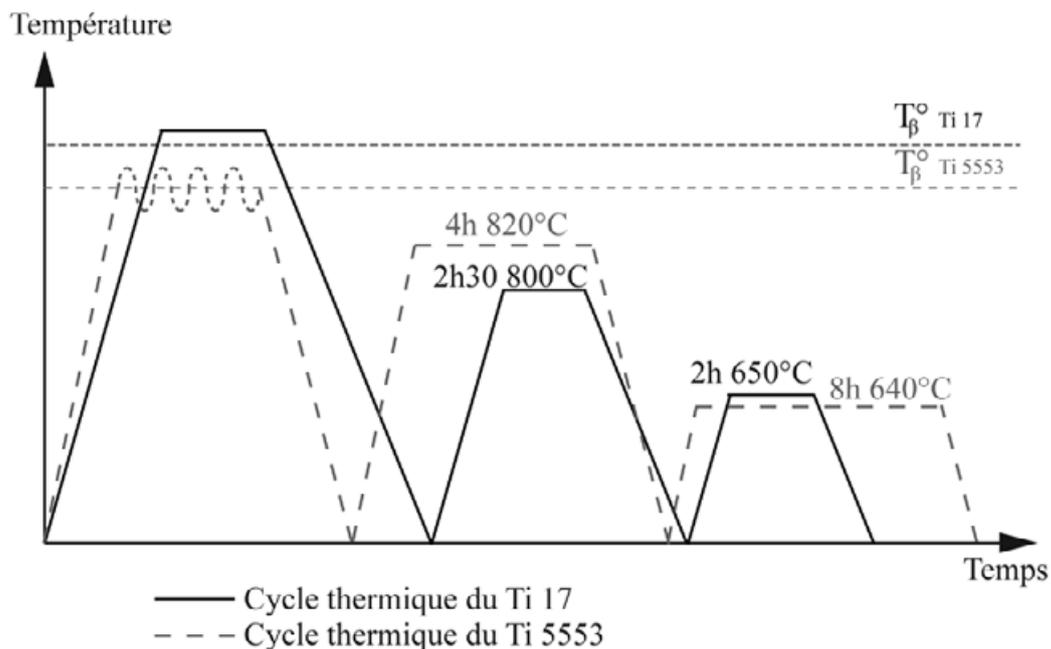


Figure 16. Traitement thermique des alliages Ti 17 en trait plein et Ti 5553 en pointillé.

II.2. Préparation des échantillons.

II.2.1. Provenance et dimensions.

Les matériaux massifs pour observations post-mortem nous ont été fournis par la société Aubert & Duval (Pamiers), l'Institut P' (Poitiers), et l'Institut Jean Lamour (IJL, Nancy). Les éprouvettes sont déformées post mortem, ou bien il s'agit de micro-éprouvettes déformées lors d'essais in situ sous MEB. Dans les 2 cas, les quantités de déformation sont comprises entre 0,02% et 2% de déformation plastique. Les échantillons utilisés lors des essais de déformation in situ ont été prélevés dans la tête des éprouvettes de déformation citées ci dessus, dans des pièces non déformées (IJL) ou dans des chutes de pièces industrielles (Messier-Bugatti-Dowty).

Les échantillons qui ont servi à la fabrication de lames minces observables au microscope électronique en transmission sont tout d'abord extraits du matériau massif par électroérosion :

- Les échantillons destinés aux expériences de déformation in situ sont découpés sous la forme de parallélépipèdes de 3 mm de long sur 1 mm de large et 500 μm d'épaisseur.
- Les échantillons pour observation post mortem se présentent sous différentes formes en fonction de la nature de l'éprouvette de déformation. Pour des éprouvettes dites standards, les échantillons prélevés ont une forme parallélépipédique présentant une face carrée de 2 mm de coté et une épaisseur de 500 μm . Les échantillons issus de micro éprouvettes de déformation in situ dans un MEB mesurent 1,7 mm de long, 0,7 mm de large et 500 μm d'épaisseur. Enfin certains échantillons sont des pastilles de 3 mm de diamètre sur 500 μm d'épaisseur (pour les échantillons non déformés provenant de l'IJL).

II.2.2. Amincissement des échantillons post mortem Ti 5553 et Ti 17, et in situ Ti 17.

Les échantillons sont tout d'abord polis mécaniquement à l'aide de papiers abrasifs. La granulométrie des papiers utilisés va du grade 280 au grade 1200. Les échantillons sont amincis jusqu'à obtenir une épaisseur comprise entre 25 μm et 40 μm , avec des faces opposées rigoureusement parallèles.

L'échantillon est ensuite collé sur une rondelle de cuivre de diamètre 3mm qui nous permettra par la suite à la fois de manipuler facilement la lame mince, et de la positionner surement dans le porte-objet du microscope. La colle utilisée est du type cyanoacrylate et une laque d'argent est ajoutée de façon à assurer un bon contact électrique entre l'échantillon et le support de cuivre, ce qui doit éviter l'accumulation de charges statiques lors de l'observation.

Un polissage électrochimique est ensuite effectué à l'aide d'un amincisseur électrolytique de type Tenupol de marque STRUERS®. L'échantillon constitue l'anode du montage électrochimique et est inséré entre deux diaphragmes de platine puis placé dans une cellule entre deux plaques porte-buse qui constituent la cathode. Dans un bain électrolytique approprié et sous l'action d'un courant électrique, les buses vont former un jet double, un de chaque côté, qui va provoquer l'amincissement simultanément des deux faces de l'échantillon. Ce sont les zones situées sur le bord du trou creusé par l'attaque électrochimique qui sont étudiées.

L'épaisseur dans cette zone est inférieure à la centaine de nanomètres, ce qui la rend donc perméable aux électrons.

Le bain utilisé pour notre étude lors de l'attaque électrolytique est un bain commercial A3 de chez STRUERS®. Il est composé de méthanol et de 2-butoxyéthanol mélangés à de l'acide perchlorique. La température à laquelle se fait l'attaque est -12°C et le courant utilisé est de 500 mA.

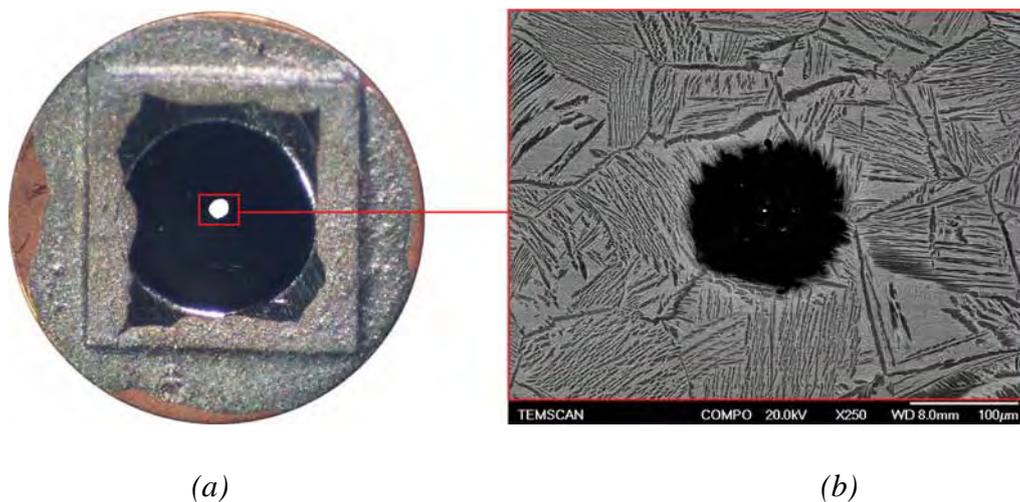


Figure 17. (a) Photographie d'un échantillon de Ti 17 collé sur une grille en cuivre ; (b) Agrandissement MEB de la zone polie et donc observable en MET.

Nous noterons que ce protocole fonctionne très bien pour le Ti 17 : il permet l'obtention de trous relativement homogènes et réguliers et donc parfaitement utilisables pour des observations post mortem mais aussi pour des essais de déformation in situ où la régularité du trou formé est prépondérante (Figure 17).

Par contre, pour des raisons inconnues, mais qu'on pourrait attribuer à l'existence de contraintes internes (cf. chapitre V) il ne nous a pas été possible d'utiliser directement la même méthode pour les échantillons de l'alliage Ti 5553 qu'on souhaitait déformer in-situ dans le microscope. En effet, pour cet alliage le trou ne se formait pas naturellement au centre de la partie polie mais systématiquement de façon excentrée, et de ce fait prenait une forme

ovoïde. Dans ces conditions, la zone mince ne se situe plus au niveau de la zone où la contrainte générée lors de l'essai in-situ est maximale (Figure 18b).

II.2.3. Échantillon Ti 5553 in situ

Afin de résoudre le problème d'excentricité du trou dans le cas d'éprouvette de déformation in-situ, nous avons créé un biseau sur la longueur de l'échantillon à l'aide d'un tripode. Ainsi l'épaisseur varie d'environ 5 μm entre les deux cotés de l'échantillon. La partie la plus mince se polit plus vite que l'autre, générant ainsi une zone d'attaque préférentielle qui va venir rattraper l'excentricité naturelle que prend le trou. Cette technique de préparation nous a permis d'obtenir un certain nombre d'éprouvettes de déformation tout à fait adaptées aux essais de déformation in situ.

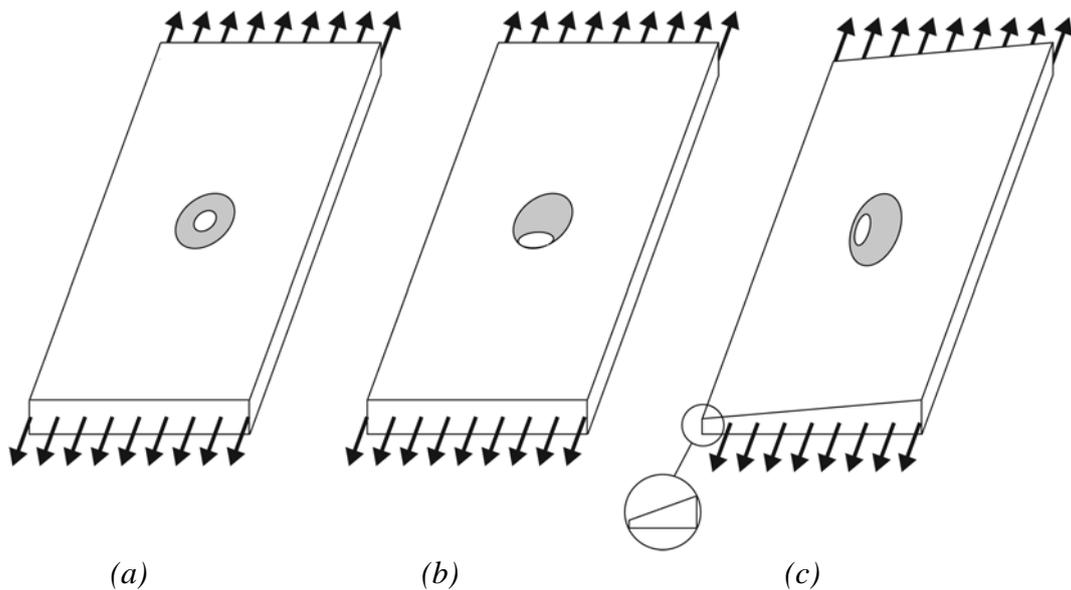


Figure 18. a) Schéma d'une éprouvette de déformation "idéale" : le trou est représenté en blanc et la zone mince en gris. b) Représentation d'une éprouvette obtenue pour Ti 5553 : sur cette éprouvette le trou est excentré et l'échantillon ne possède pas de zone mince perpendiculairement à l'axe de traction. c) Avec un échantillon préalablement biseauté, un trou excentré mais avec une zone mince perpendiculairement à l'axe de traction est fabriqué. Ici, la partie gauche de l'échantillon est plus fine que la partie droite.

II.3. La déformation MET in situ

La technique de déformation in situ dans un MET permet l'observation directe et en temps réel de l'évolution de la microstructure et du mouvement des dislocations sous contrainte

mécanique (traction) et / ou thermique. Elle apporte des informations aussi bien qualitatives que quantitatives sur la création, le mouvement, la structure de cœur des dislocations ainsi que la nature des obstacles avec lesquels elles interagissent. L'intérêt que présente cette technique pour l'étude de la plasticité ainsi que ses avantages et ses limitations ont été décrits par ailleurs [Martin et Kubin 1978, Coujou et al. 1990, Clément et al. 1991, Couret et al. 1993, Pettinari et al. 2001].

Les expériences de déformation ont été réalisées à température ambiante sur un MET Jeol 2010 fonctionnant sous une tension accélératrice de 200 kV. Le filament du microscope est pourvu d'un cristal de LaB_6 permettant d'obtenir un faisceau plus intense et surtout bien plus cohérent que ceux obtenus avec un filament en tungstène classique. Le porte-objet permettant de réaliser la déformation est un porte-objet de traction simple inclinaison commercialisé par la société GATAN[®]. La tête du porte objet se compose d'un mors fixe et d'un mors mobile sur lequel on viendra fixer l'échantillon qui aura été au préalable collé avec une colle cyanolite sur une grille en cuivre (Figure 19). L'acquisition des observations se fait à l'aide d'une caméra dynamique CCD sensible aux électrons. Cette caméra est de marque SIS et permet l'enregistrement de séquences vidéo à la fréquence de 25 images par seconde.

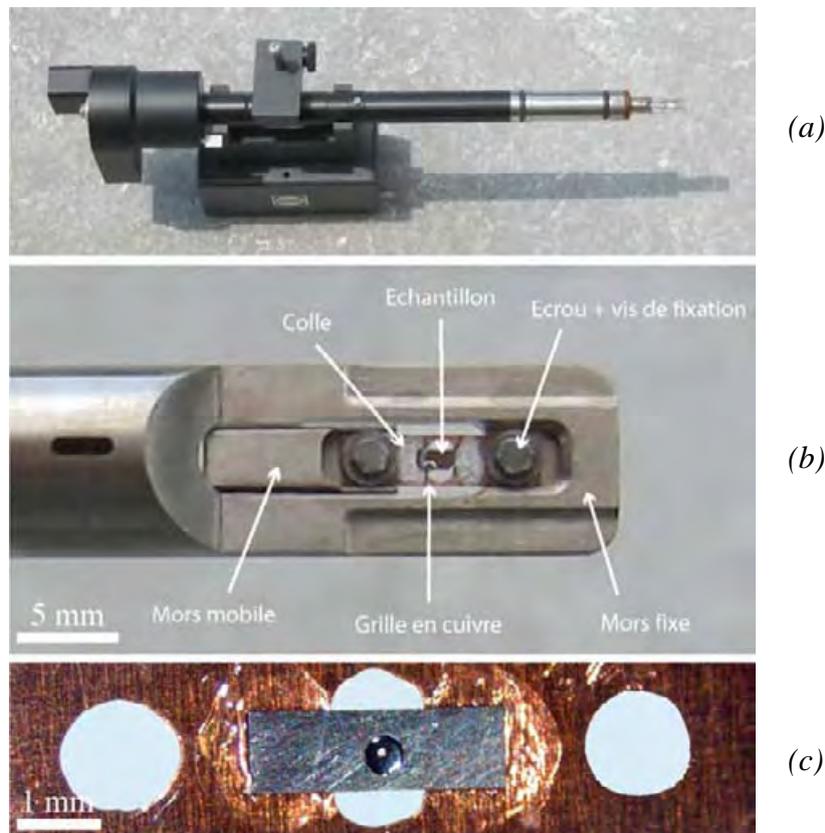


Figure 19. (a) Photographie présentant le porte-objet de traction utilisé ; (b) zoom réalisé sur la tête de ce porte-objet ; (c) éprouvette de traction in-situ collée sur une grille en cuivre.

II.4. Observations post mortem

Ces études, plus classiques, consistent à observer des échantillons déjà déformés en traction à l'état massif, ou après des essais de traction in situ sous MEB ou bien encore après une expérience de déformation in situ dans un MET. Les échantillons proviennent des différents partenaires du consortium PROMITI (Institut P', IJL, Messier Bugatti Dowty, Aubert & Duval). Les éprouvettes ont été déformées jusqu'à des taux de déformation plastique compris entre 0,018% et 0,8% pour faciliter les observations MET. Certaines éprouvettes ont été déformées jusqu'à la rupture.

Les observations post mortem ont été réalisées avec le même microscope que les expériences de déformation in situ, et le porte objet utilisé est un porte-objet double inclinaison de marque GATAN[®].

Les observations post mortem et les essais de déformation in situ sont complémentaires. L'utilisation conjointe de ces deux techniques est nécessaire pour déterminer les mécanismes pertinents qui contrôlent la déformation des alliages étudiés.

II.5. Technique d'indexation automatique des orientations cristallographiques (ACOM)

Les alliages de titane β -métastables possèdent une microstructure très complexe composée de différentes phases cristallines de dimensions nanométriques. Les techniques de diffraction électronique conventionnelles permettent de caractériser ces phases (paramètres de maille, relations d'orientation...) mais dans des alliages polycristallins où la taille moyenne d'un grain est de l'ordre de la vingtaine de nanomètres, ces techniques peuvent s'avérer fastidieuses pour peu que l'on veuille avoir une statistique représentative. Aussi nous avons eu recours à une technique d'indexation automatique des orientations cristallographiques nommée ACOM (Automated Crystal lattice Orientation). C'est une technique développée conjointement par Muriel Véron et Edgar Rauch du laboratoire SIMAP [Rauch et Veron 2005] de Grenoble et la société NanoMEGAS [Máthis et Rauch 2007]. Cette technique permet de réaliser le même type d'expériences que la technique de retrodiffusion des électrons (EBSD pour Electron Back Scattering Diffusion) en MEB mais sur un MET, en gagnant ainsi énormément en résolution [Morawiec et Bouzy 2006, Rauch et Dupuy 2006]. Les bobines déflectrices du MET utilisé en mode diffraction sont pilotées pour faire balayer au faisceau d'électrons tout une zone de l'échantillon définie par l'utilisateur, cette zone pouvant faire plusieurs dizaines de μm^2 . Lors de ce balayage les clichés de diffraction sont acquis à l'aide d'une caméra à très grande vitesse. En attribuant chaque diagramme de diffraction à un point de la zone sondée,

on obtient une cartographie de l'échantillon en figures de diffraction. Un logiciel traite ensuite ces données en comparant chacune de ces figures avec une bibliothèque contenant l'ensemble des clichés de diffraction simulés pour une structure donnée. Le système permet d'établir pour chaque cliché de diffraction l'orientation cristalline la plus probable et de remonter ainsi à une véritable cartographie des orientations cristallographiques contenues dans la zone sondée [Moeck et al. 2011]. Sous réserve que les zones diffractent de façon suffisamment intense, ce qui exclut les zones de très petits volumes, on obtient ainsi de manière relativement aisée, la localisation des différentes phases dans le matériau ainsi que leur orientation relative. Enfin il est important de garder à l'esprit que la résolution de cette technique dépend du pas minimum entre deux points de mesure mais surtout de la résolution du microscope qui est typiquement de 5 nm sur le MET Philips CM 20 FEG, MET que nous avons utilisé pour réaliser nos expériences.

II.6. La Microscopie Electronique en transmission à Haute Résolution (MEHR)

La MEHR est un mode d'imagerie de microscopie électronique en transmission qui permet l'observation de la structure cristalline à l'échelle atomique. Cette technique est une microscopie de contraste de phase qui résulte de l'interférence du faisceau transmis avec un ou plusieurs faisceaux diffractés, contrairement à la MET conventionnelle où les images sont essentiellement formées par contraste de diffraction en sélectionnant soit le faisceau transmis, soit un faisceau diffracté.

Nos observations en MEHR ont principalement été réalisées pour caractériser précisément la microstructure complexe de nos alliages en nous permettant d'accéder à la cristallographie précise des différentes phases ainsi qu'aux relations d'orientation les liant. Ces expériences ont été réalisées sur un MET FEI Tecnai F-20 FEG équipé d'un correcteur d'aberration sphérique fonctionnant avec une tension accélératrice de 200 kV. La résolution de ce microscope corrigé est ainsi de 0,12 nm.

Chapitre III : Microstructure

III.1. Généralités

Les alliages de titane β -métastables Ti 17 et Ti 5553 de cette étude ont tous deux une structure multiphasée. Leur microstructure est évidemment fortement dépendante du traitement thermique ou thermomécanique subi par le matériau lors de son élaboration, et ces traitements ont été choisis de façon à ce qu'ils présentent des caractéristiques mécaniques proches, ce qui permet une comparaison plus fine de l'influence de la microstructure de ces matériaux.

Dans les conditions d'élaboration décrites au chapitre II, la microstructure des deux alliages est composée d'une matrice β cubique centrée dans laquelle viennent précipiter à la fois des nodules ou plaquettes α_p mais aussi les fines lamelles de phase α_s .

- La proportion de matrice cubique β avoisine les 40%, et celle de la phase hexagonale α primaire (α_p) est de l'ordre de 30%.
- Dans l'alliage Ti 17, la phase α se présente essentiellement sous forme de nodule, alors que dans l'alliage Ti 5553, la phase α_p se présente sous forme de plaquettes (Figure 20a) ou de nodules (Figure 20b).
- 30% en volume des alliages sont constitués de phase hexagonale α secondaire (α_s) sous forme de fines lamelles (Figure 2).

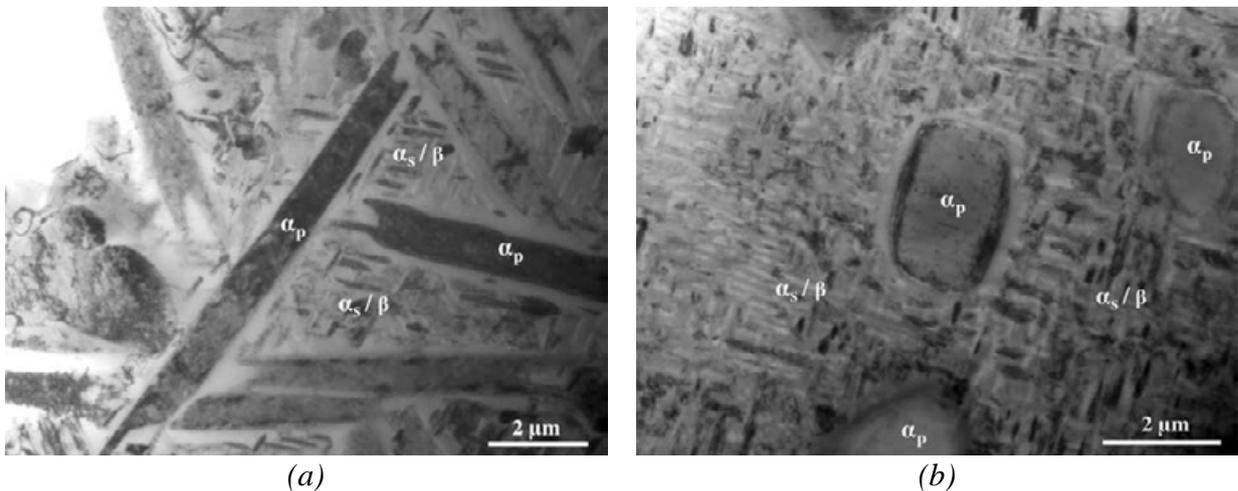


Figure 20. Micrographies MET présentant les microstructures de deux alliages de Ti 5553, précipitation de la phase α_p sous forme de plaquette en (a) et sous forme de nodule en (b).

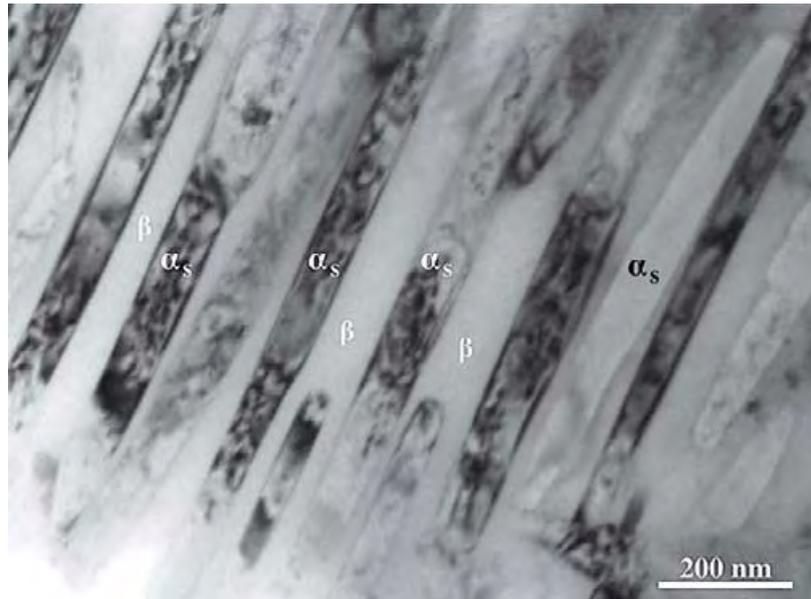


Figure 21. Micrographie MET présentant des lamelles de phase α_s ayant précipité dans la matrice β .

Lorsque la phase α_p précipite sous forme de plaquettes, celles-ci mesurent environ $15\ \mu\text{m}$ de long sur $1,5\ \mu\text{m}$ de large et possèdent une épaisseur de l'ordre de la centaine de nanomètres. Lorsque α_p précipite sous forme de nodules, ceux-ci présentent un rayon compris entre $1\ \mu\text{m}$ et $5\ \mu\text{m}$. Les lamelles de phase α_s , elles, possèdent un diamètre de l'ordre du μm avec une épaisseur avoisinant $75\ \text{nm}$ (Figure 21). Nous noterons qu'il arrive parfois que des nodules α_p soient divisés en deux sous-grains présentant une très faible désorientation entre eux. Ils sont alors séparés par des sous-joints formés de réseaux de dislocations dont les vecteurs de Burgers sont les trois vecteurs de type **a** de la structure hexagonale. Un tel sous-joint est imagé sur la Figure 22.

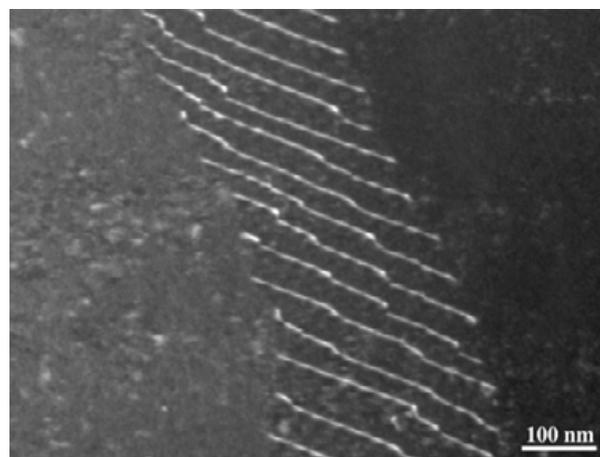


Figure 22. Sous-joint dans un nodule α_p .

III.2. Microstructure de la phase α_p

III.2.1. Relation d'orientation avec la matrice

De façon générale, tous les nodules, plaquettes ou lamelles de phase α dans la phase β sont orientées de façon à suivre les relations de Burgers [Burgers 1934] (voir aussi Figure 3):

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

Cette relation d'orientation peut être clairement mise en évidence, par exemple dans le cas d'une plaquette α_p de l'alliage Ti 17 (Figure 23). L'opération est simple en théorie, puisqu'il s'agit simplement de faire diffracter séparément la matrice β et la phase α , et de mettre en relation les deux clichés de diffraction pour en tirer la relation d'orientation entre les phases. En pratique cette opération peut s'avérer délicate car les nodules ou plaquettes étant souvent de petites dimensions, il n'est pas forcément simple de conserver sur l'axe optique la zone observée lorsqu'on incline l'échantillon (un problème lié à l'impossibilité mécanique de régler l'eucentrisme du porte-objet à double inclinaison pour les deux axes de rotation possibles), et le plus souvent les clichés de diffraction présentent des taches correspondants aux deux phases α et β . Finalement, lorsqu'on a bien orienté l'échantillon, il est alors facile de constater, par diffraction d'aire sélectionnée, que la rangée systématique 0001 de la phase hexagonale s'aligne parfaitement avec une des rangées $\langle 110 \rangle$ de la phase cubique : le plan (0001) de la phase α est donc parallèle à un des plans $\{110\}$ de la phase β .

III.2.2. Présence de la phase α_2 (Ti_3Al) dans les plaquettes ou nodules α_p .

Les clichés de diffraction (Figure 24) réalisés en axe de zone sur la phase α_p du Ti 5553 et du Ti 17 révèlent la présence de spots de surstructure attestant de la présence d'ordre dans la structure hexagonale.

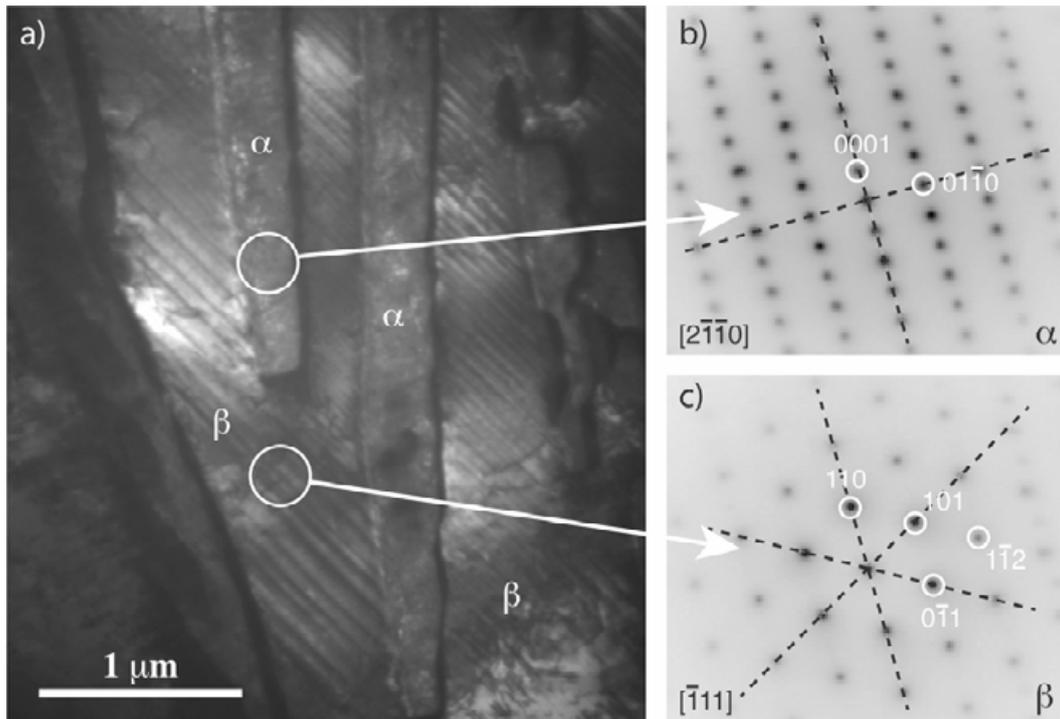


Figure 23. a) Micrographies dans Ti 17 de lamelle de phase α hexagonale dans la matrice cubique centrée β ; (b) et (c) diffraction d'aire sélectionnée (contraste inversé) respectivement de la phase α et de la matrice β , attestant de l'alignement du plan de base (0001) de la phase α avec un des plans $\{110\}$ de la matrice. Les traces obliques dans la phase β de la figure (a) correspondent à des traces de glissement de dislocations dans le plan (101). On peut aussi noter sur la figure (b) que l'onde 0001 donne une tache de surstructure visible sur le cliché de diffraction attestant de la présence de la phase ordonnée DO_{19} dans la microstructure (voir § 1.2.2).

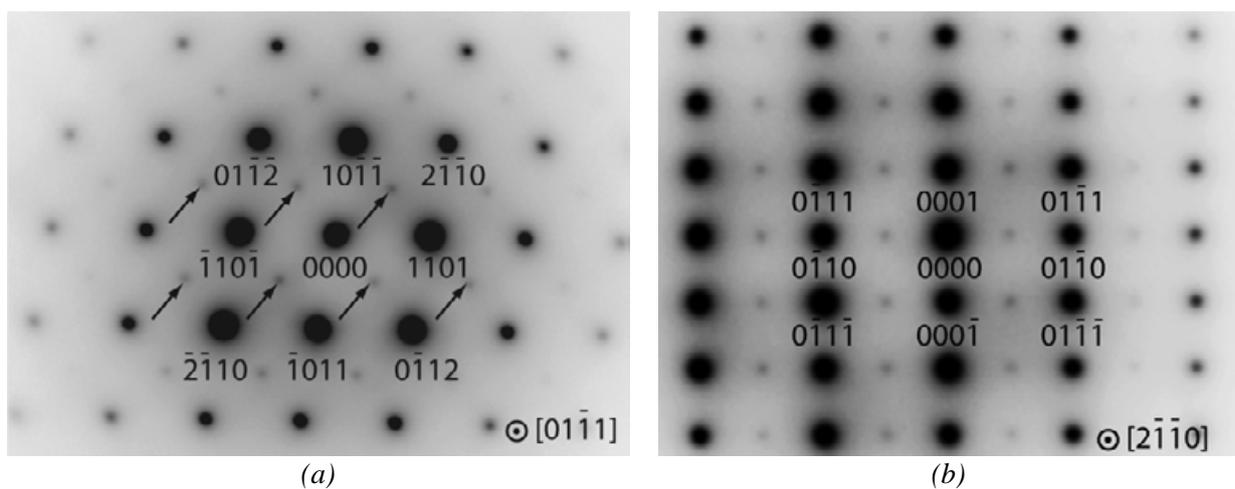


Figure 24. Clichés de diffraction électronique réalisés dans la phase α_p et présentant des spots de surstructure qui peuvent être attribués à la présence d'une phase ordonnée DO_{19} . (a) dans Ti 17 ; (b) dans Ti 5553.

Ces spots de surstructure sont caractéristiques de la précipitation de la phase Ti_3Al de structure hexagonale compacte ordonnée $D0_{19}$, appelée le plus souvent α_2 . Il a été montré dans la littérature [Lütjering et Williams 2003] que dans les alliages α/β possédant une double précipitation de phase α , la phase Ti_3Al précipite au sein de la phase α_p lors du revenu thermique destiné à faire croître les fines lamelles de phase α_s pourvu que la concentration en aluminium soit suffisante. Aussi, afin de vérifier cette hypothèse, nous avons étudié un échantillon de Ti 17 dont le traitement thermique n'est pas complet. Ce traitement thermique ne comprend pas de revenu destiné à faire croître les fines lamelles α_s . Dans ce cas, la microstructure de ce matériau ne se compose que de matrice β et de plaquettes de phase α_p comme le montre la Figure 25.

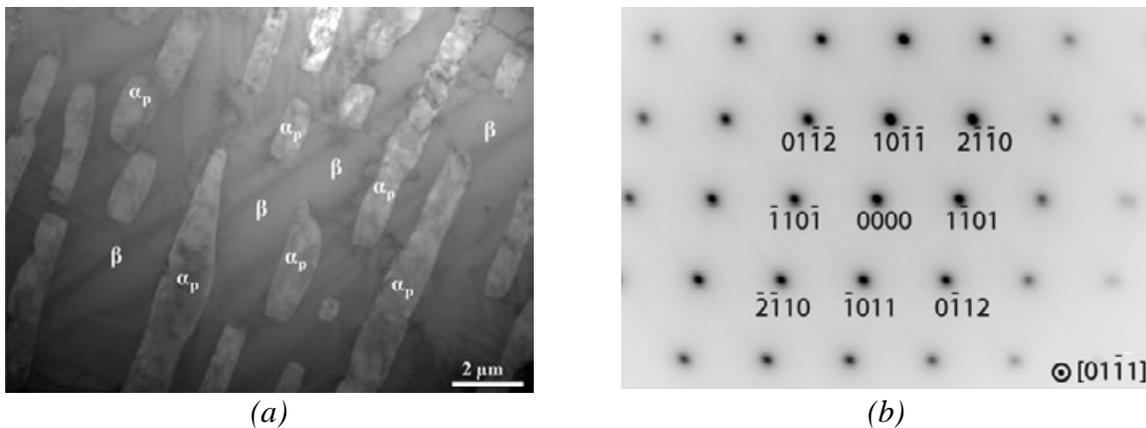


Figure 25. (a) Micrographies MET présentant l'alliage Ti 17 sans précipitation de phase α_s . (b) cliché de diffraction électronique réalisé en axe de zone dans une plaquette de cet alliage. Nous n'observons pas de spots de surstructure.

Les clichés de diffraction électronique réalisés dans les plaquettes de phases α_p de ce matériau ne présentent pas les spots de surstructure caractéristiques de la phase Ti_3Al et indiquent que la phase α_2 n'a pas précipité (Figure 25b).

Il faut cependant noter qu'il est difficile d'imager directement la phase Ti_3Al par MET conventionnelle en champ sombre. Ceci indique que la précipitation de Ti_3Al est distribuée de façon homogène et extrêmement fine. Cependant, la présence de cette phase sous forme de nano-précipités est systématiquement reliée à une hausse de la limite élastique et de la dureté au détriment de la ductilité. Nous étudierons dans les prochains chapitres l'effet de ces nano-précipités sur la limite élastique de ces matériaux.

III.3. Microstructure de la phase α_s .

Les précipités de phase α_s qui croissent lors de la dernière phase du traitement thermique ont une microstructure hexagonale compacte et présentent globalement la même relation d'orientation avec la matrice β que les nodules ou plaquette α_p . Les calculs élastiques menés par l'équipe de l'IJL montrent que ces précipités adoptent essentiellement une forme de disque aplati et présentent quatre variants qui se placent sur ou au voisinage des plans $\{111\}$ de la matrice, soit schématiquement sur les faces d'un tétraèdre inscrit dans la matrice cubique centrée (Figure 26).

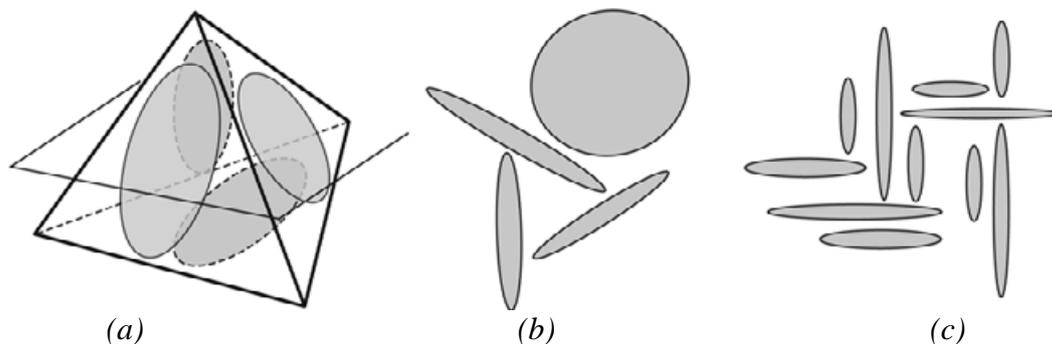


Figure 26. (a) Schéma 3D de l'agencement des lamelles α_s . et projection 2D (b) dans une direction $\langle 111 \rangle$ de la phase β et (c) dans une direction $\langle 110 \rangle$

Il est important de noter qu'en MET nous n'observons qu'une fine tranche de la microstructure, en transmission et donc en projection. Compte tenu de la faible épaisseur de l'échantillon (< 200 nm), les lamelles α_s qui ont une épaisseur proche de 75 nm apparaissent ainsi presque toujours sous la forme de cigares aplatis, quel que soit l'angle d'inclinaison donné à l'échantillon (Figure 27). La seule façon d'observer une lentille entière en MET serait de préparer une lame mince parallèlement à un des plans $\{111\}$ de la matrice, et espérer obtenir un des variants de phase α_s qui serait alors entièrement localisé dans l'épaisseur de la lame mince. Malheureusement, lors de la préparation de nos échantillons par polissage électrolytique, nous ne maîtrisons pas ce paramètre.

Par ailleurs, suivant la direction d'observation, ces plaquettes apparaissent, en coupe, allongées avec des orientations différentes (Figure 27). Ainsi, en fonction de l'angle sous lequel les échantillons sont préparés pour les observations MET (ou en fonction du plan de surface pour un échantillon MEB) nous obtenons différents motifs (Figure 28a et Figure 28b).

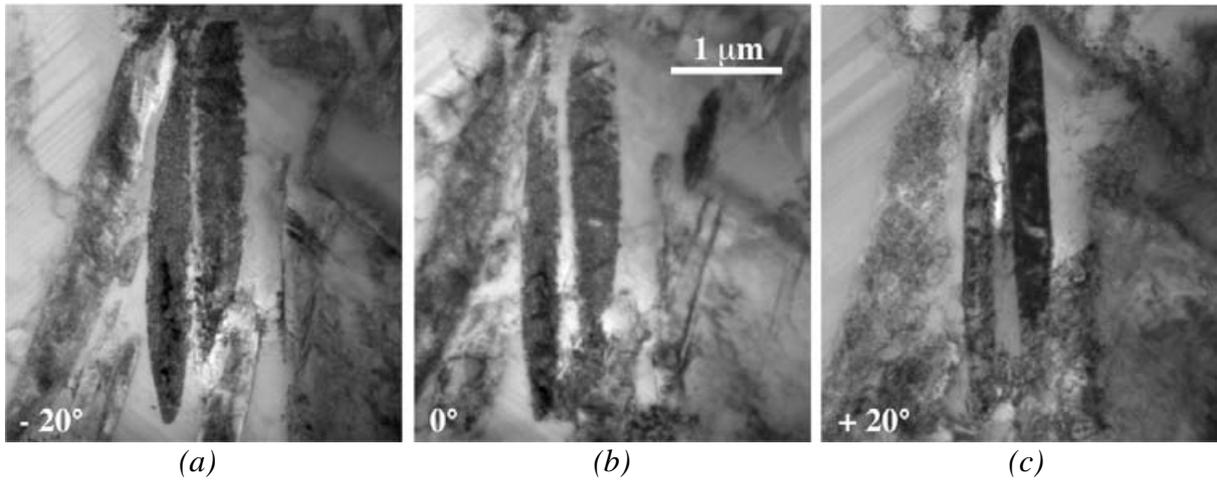


Figure 27. Micrographies MET présentant des lamelles α_s sous trois angles différents, après rotation autour de l'axe vertical de la figure de -20° à $+20^\circ$.

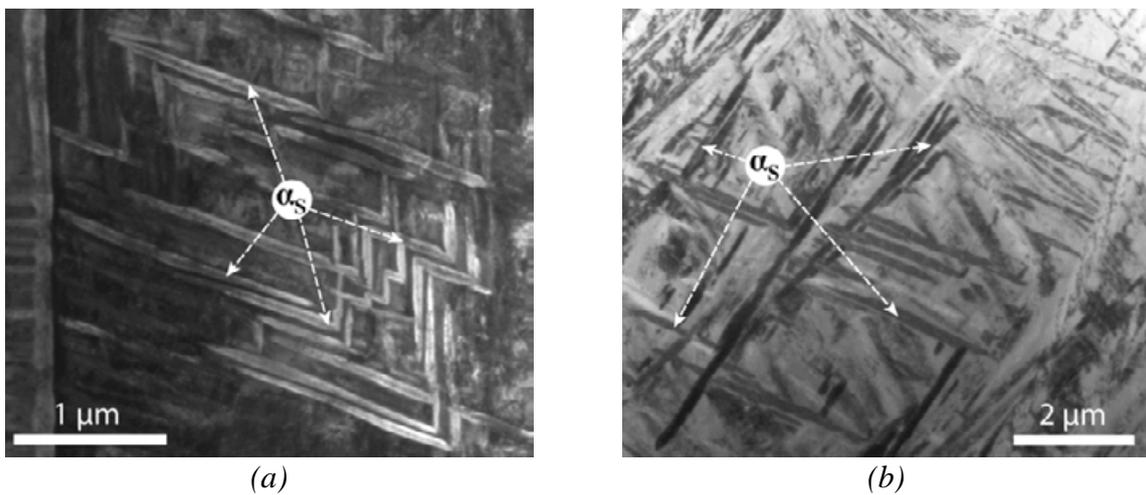


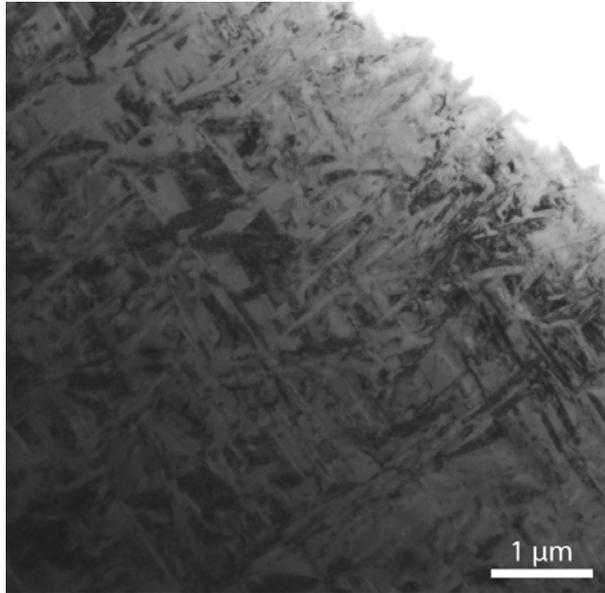
Figure 28. Les micrographies (a) et (b) ont été réalisées dans deux grains différents d'un même alliage (Ti 5553). En fonction de l'angle sous lequel est poli le grain, le motif réalisé par les lamelles sera différent.

Distribution des variants de phase α_s dans la matrice β

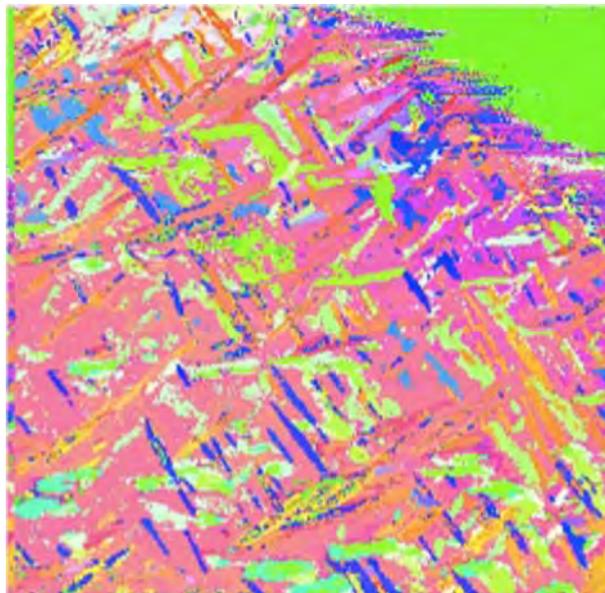
Les lamelles α peuvent choisir de s'orienter selon l'un des 12 variants en accord avec la relation de Burgers [Burgers 1934] :

$$\begin{aligned} <110>_{\beta} // [0001]_{\alpha} \\ <111>_{\beta} // <2\bar{1}\bar{1}0>_{\alpha} \end{aligned}$$

La question de l'équipartition des différentes orientations de lamelles α dans la matrice β est difficile à résoudre en utilisant les techniques conventionnelles de microscopie électronique en transmission. Elle est accessible par l'utilisation du système ACOM (Automated Crystal lattice Orientation, § II.5) et un exemple en est donné ci-dessous.



(a)



(b)

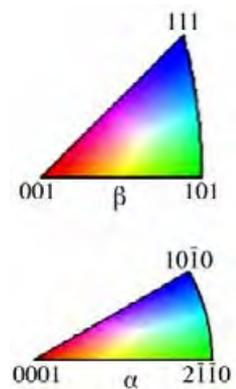


Figure 29. Micrographies de l'alliage Ti 5553 (a) et détermination des orientations des grains correspondante (b). (Les deux phases sont superposées).

L'échantillon analysé Figure 29a est un alliage de Ti 5553 dont l'une des particularités est que sa microstructure possède seulement une phase β et les fines lamelles α_s . La répartition des directions cristallographiques parallèles à la direction du faisceau d'électrons est présentée Figure 29b. L'ensemble des directions cristallographiques orientées parallèlement à la direction des électrons, ou figure de pôles inverse, peut être automatiquement reporté sur un triangle stéréographique standard, à la fois pour les grains de phase β (Figure 30a) et pour les grains de phase α (Figure 30b). Sur ces figures, chaque point correspond à une zone du cristal de taille de l'ordre de 400 nm^2 . Dans l'orientation choisie de la lame mince, les grains de la matrice β sont orientés relativement au faisceau d'électrons principalement le long de deux directions : $[111]$ et $[113]$ (respectivement en rouge et vert sur Figure 30a).

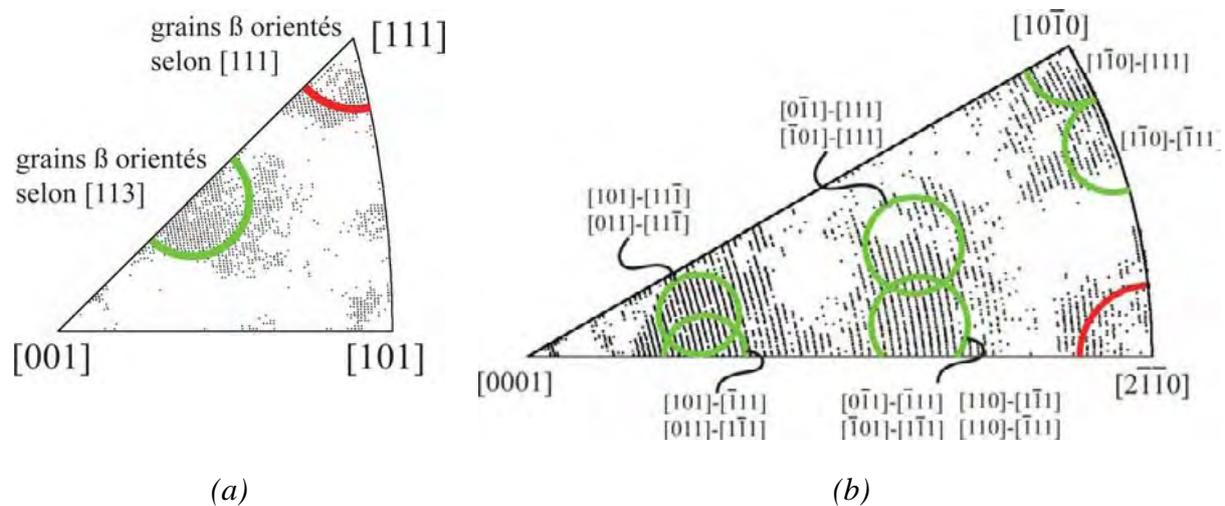


Figure 30. Figures de pôles inverse des grains de phase β (a) et des grains de phase α (b) de la zone présentée sur la Figure 29a. Sur la figure b), la notation $\langle 110 \rangle - \langle 111 \rangle$ précise pour les 12 variants quelle direction $\langle 110 \rangle$ est parallèle à l'axe $[0001]$ de la phase hexagonale α , et quelle direction $\langle 111 \rangle$ est parallèle à une direction $\langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$.

Dans les grains β orientés selon $[111]$ précipitent des lamelles α orientées selon $[2\bar{1}\bar{1}0]$ (en rouge sur la Figure 30b, en accord avec la relation d'orientation de Burgers :

$$[111]_\beta // [2\bar{1}\bar{1}0]_\alpha$$

Bien sur le choix de cette relation d'orientation est purement arbitraire, et n'importe quelle autre relation d'orientation équivalente aurait pu être adoptée. Cependant, il n'est pas possible ici de différencier parmi les trois différentes possibilités équivalentes correspondant à la deuxième condition d'orientation de Burgers :

$$\{110\}_\beta // (0001)_\alpha$$

Pour les grains β orientés selon $[113]$, la situation est plus complexe à analyser, puisque chacun des variants qui suit la relation d'orientation de Burgers va donner lieu à une

localisation différente du point représentatif de cette relation d'orientation sur la Figure 30b. L'analyse géométrique montre que les 12 variants α_s se répartissent sur la figure de pôles inverse en 6 zones, avec une densité de points représentatifs en bon accord avec le nombre de variants correspondant à chaque zone.

La détermination exacte de la proportion des différents variants est délicate et dépasse le cadre de cette étude. L'observation de la densité de pôles sur la Figure 30b donne cependant l'indication qu'il n'y a pas de différences significatives dans ces proportions, ce qui confirme donc qu'il n'y a pas de variant d'orientation privilégié dans la zone observée.

III.4. Alliage Ti 17

III.4.1. Microstructure générale

L'alliage Ti 17 possède une microstructure relativement hétérogène constituée de colonies de phase α_p et d'un enchevêtrement de phase α_s , ces deux phases ayant bien précipité dans la matrice β cubique centrée. Ainsi dans la microstructure de cet alliage, la phase α_p précipite en colonies. Et nous ne trouvons pas de lamelles α_s entre les plaquettes α_p d'une même colonie. La phase α_p précipite sous forme de plaquettes et la phase α_s sous forme de fines lamelles (Figure 31).

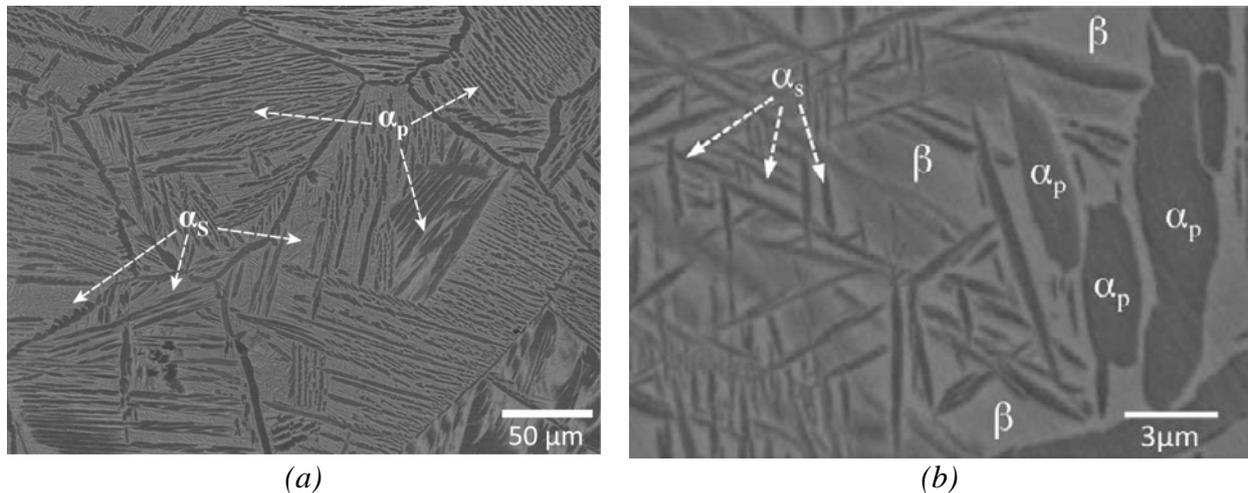


Figure 31. Micrographies MEB à deux échelles différentes présentant la microstructure générale de l'alliage Ti 17 : la micrographie MEB (b) met en évidence la matrice β (en clair), les plaquettes α_p et les lamelles α_s (en gris foncé).

Ces différentes phases vérifient comme nous l'avons décrit précédemment les relations d'orientations de Burgers. De plus, les clichés de diffraction électronique réalisés au sein de la phase α_p mettent en évidence la présence de Ti_3Al au sein de celle-ci (Figure 24).

III.4.2. Deuxième niveau de structure hiérarchique

En étudiant la phase α_s à plus fort grossissement et dans des conditions bien choisies de contraste, nous avons pu mettre en évidence la présence d'une sous-structure constituée de plusieurs domaines à l'intérieur des lamelles α_s (Figure 32).

Les clichés de diffraction électronique réalisés sur ces sous-structures cristallines montrent qu'elles ont la même structure hexagonale compacte que la phase mère, mais que leur orientation cristallographique a changé (Figure 33). Il est à noter que le volume diffractant est suffisamment important pour donner un signal non négligeable sur le cliché de diffraction, mais que chaque domaine qui diffracte est trop petit pour qu'il soit possible expérimentalement de sélectionner uniquement (par diffraction d'aire sélectionnée) un seul de ces domaines.

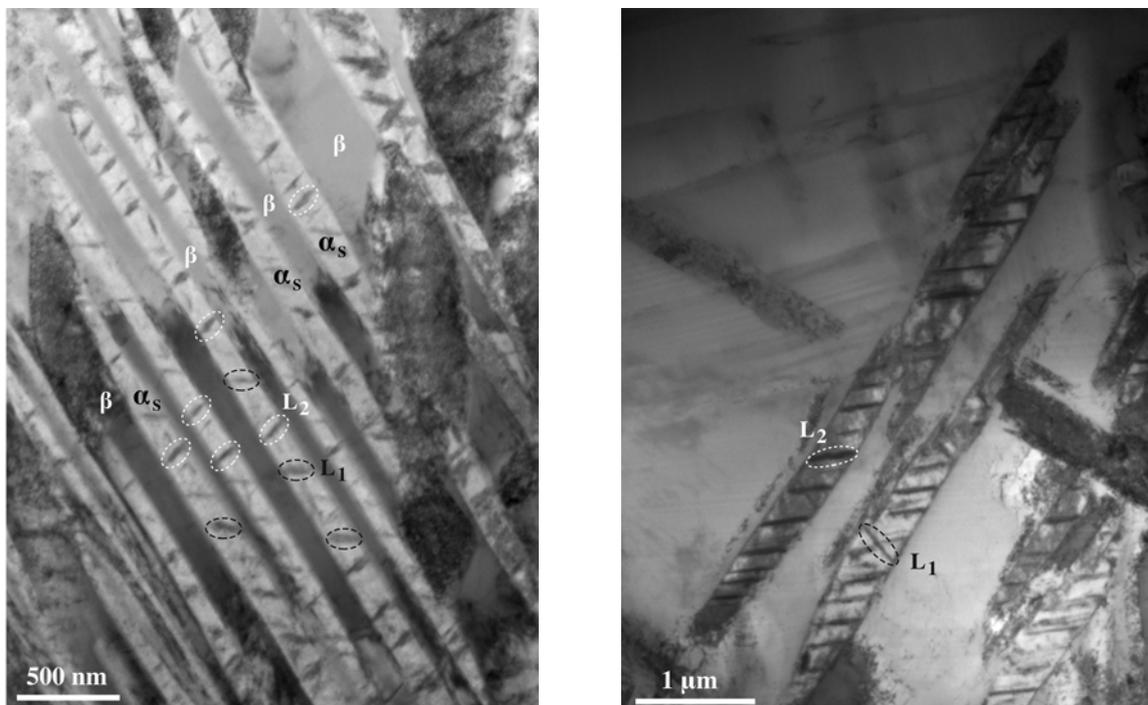


Figure 32. Micrographies MET présentant des lamelles α_s avec une sous-structure cristalline à deux variants L1 et L2 à l'intérieur de celles-ci.

Comme précédemment (§ I.2.1), pour peu que l'on oriente l'échantillon dans les bonnes conditions de diffraction (ce qui vu la taille des domaines peut s'avérer fastidieux), on peut déconvoluer le cliché de diffraction de la zone globale et montrer que les lamelles α_s sont agrémentées de deux familles de lattes notées L1 et L2 possédant une structure hexagonale compacte et qui adoptent des relations d'orientation bien définies avec leur phase mère α_s :

$$\begin{array}{l} [10\bar{1}0]_{L1} // [0001]_{\alpha_s} \\ (10\bar{1}0)_{L1} // (10\bar{1}0)_{\alpha_s} \end{array} \quad \text{et} \quad \begin{array}{l} [2\bar{1}\bar{1}3]_{L2} // [0001]_{\alpha_s} \\ (0\bar{1}12)_{L2} // (10\bar{1}0)_{\alpha_s} \end{array}$$

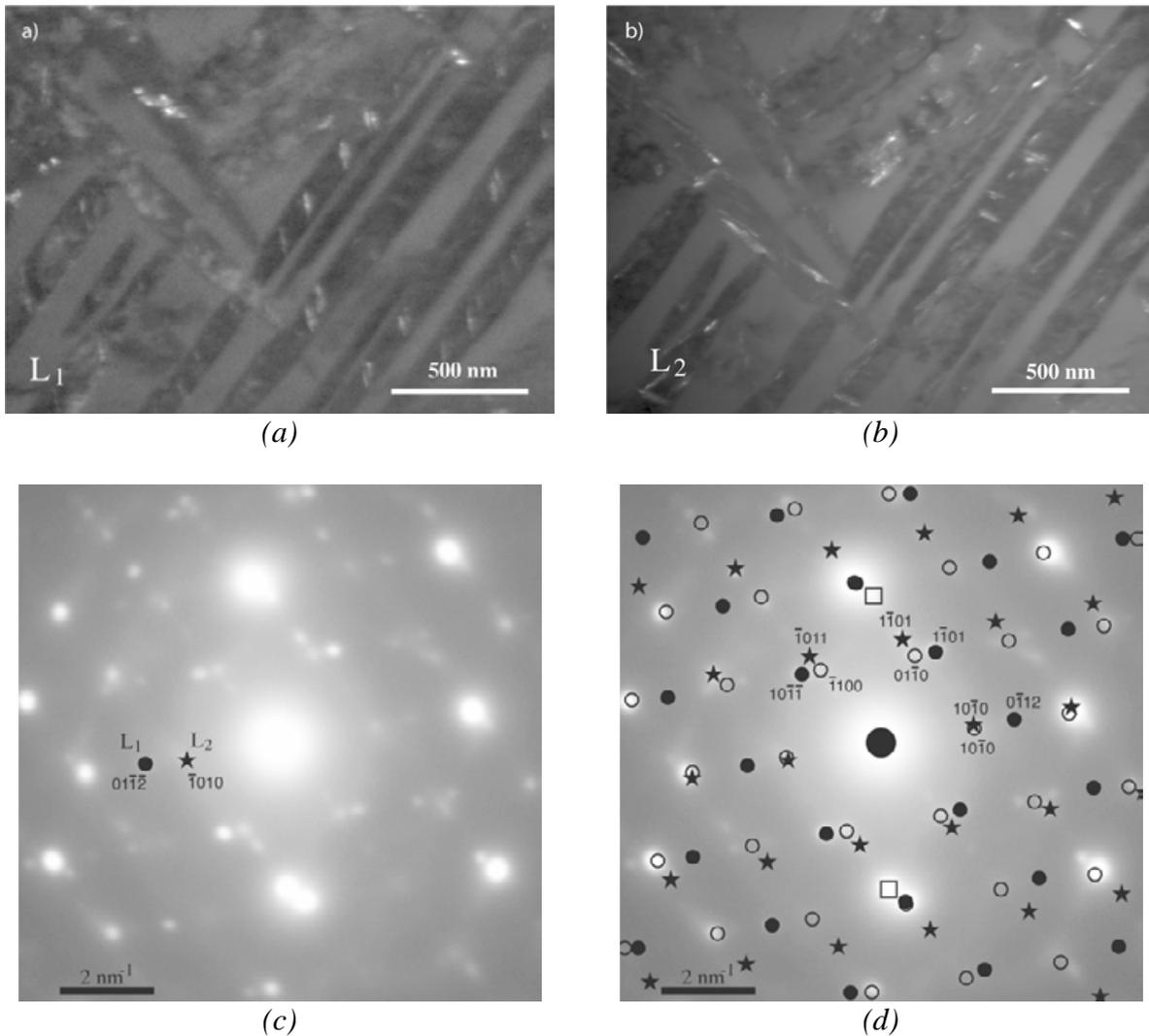


Figure 33. a) et b) Micrographies MET de l'alliage Ti 17 en condition de fond noir pour deux conditions de diffraction différentes et mettant en évidence à l'intérieur des lamelles α_s les domaines L1 en (a) et L2 en (b). c) cliché de diffraction de la zone entière, les ondes utilisées pour imager les domaines L1 et L2 en (a) et (b) sont indiquées. d) indexation complète du cliché de diffraction: (\circ) correspond à la phase hexagonale mère, alors que (\bullet) et (\star) correspondent aux sous lattes verticales L1 et horizontales L2, respectivement. Les carrés (\square) sont les spots 100 de la matrice β .

III.4.3. Troisième niveau de structure hiérarchique

L'observation avec un grandissement encore plus fort de la structure des lamelles montre qu'il existe un autre niveau de sous-structure cristalline. Ainsi les lattes internes aux lamelles α_s , et notées L1 et L2 au paragraphe précédent, possèdent elles aussi des sous domaines cristallographiques notés M (Figure 34). La figure 34 présente une micrographie en champ sombre obtenue en sélectionnant avec le diaphragme d'objectif une onde provenant des lattes verticales L1 : seules les zones du cristal appartenant aux lattes L1 donnent un signal clairement identifiable (et apparaissent en blanc) sur l'image, la phase β apparaissant en grisé, et la phase mère α_s en plus sombre. L'intérieur des lattes L1 est strié de bandes noires qui ne diffractent donc pas dans les mêmes conditions que les lattes L1.

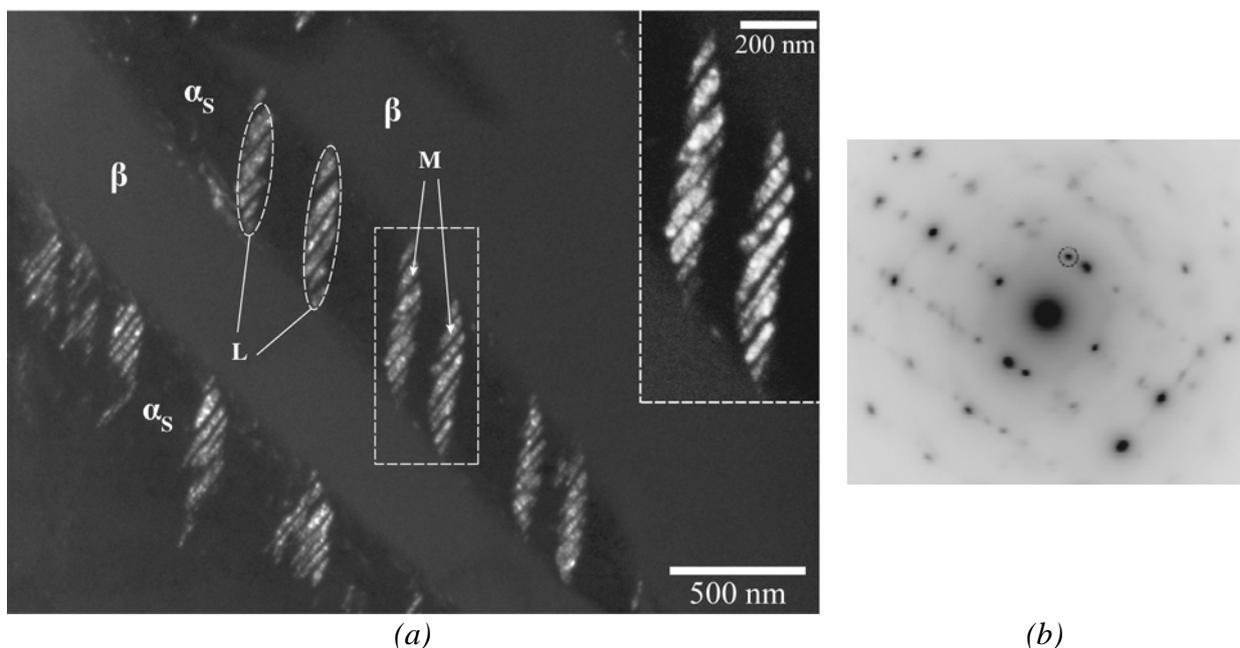
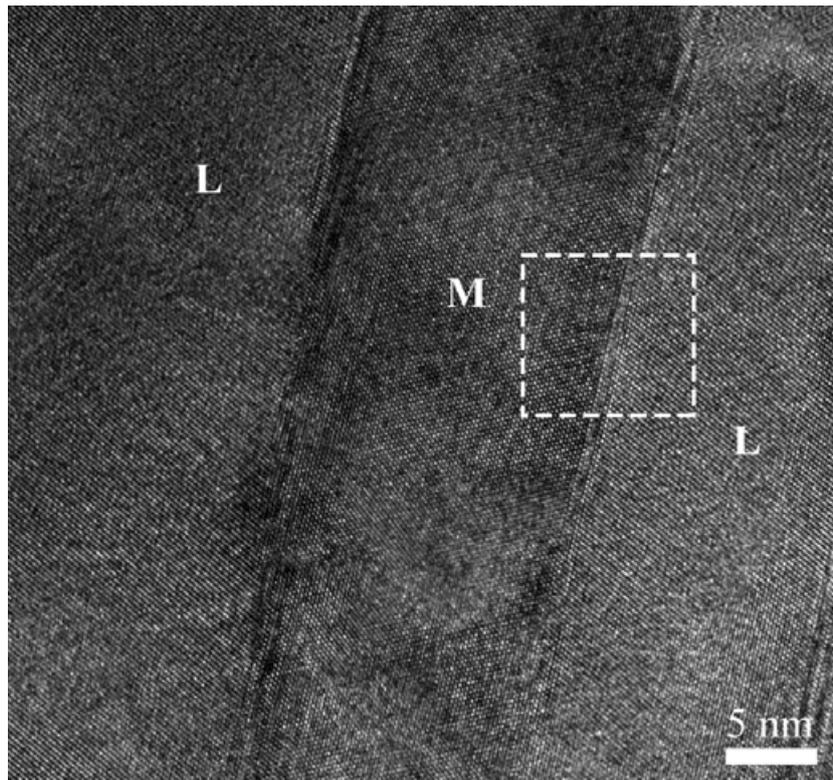
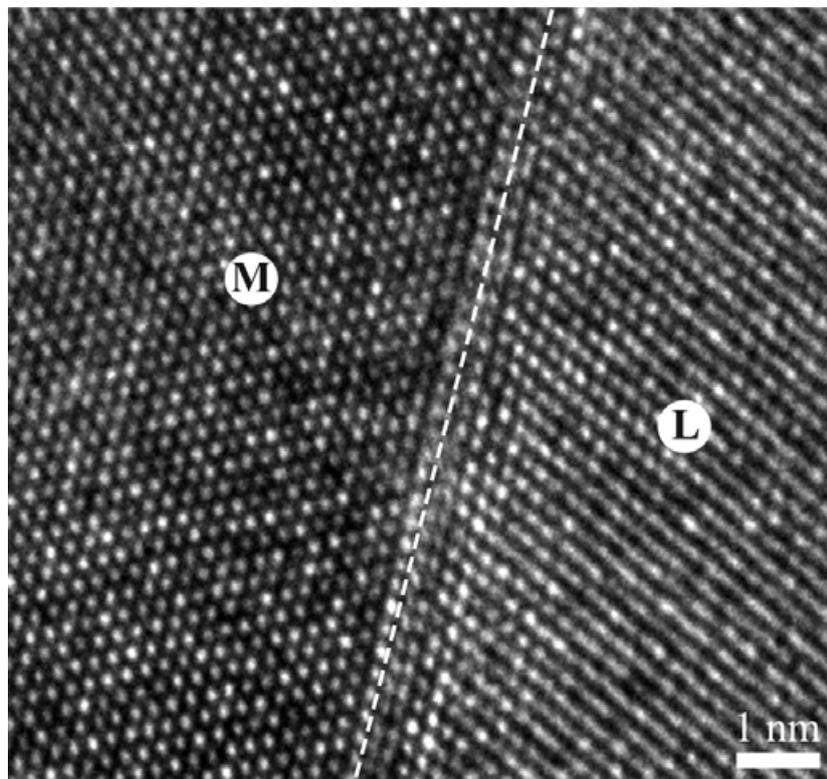


Figure 34. (a) Micrographies MET en champ sombre réalisée avec l'onde entourée sur le cliché de diffraction correspondant (b), et présentant une autre sous-structure cristalline M à l'intérieur des lamelles L.

Les techniques de microscopie électronique conventionnelle ne nous ont pas permis de déterminer directement la nature de ces lattes, que l'on appellera M par la suite, et la relation d'orientation les liant à la phase L. En effet, compte tenu de la complexité de la microstructure, mais surtout de la très faible taille des lamelles α_s et donc du très petit volume des lattes M, le signal provenant de la diffraction des lattes M est difficile à détecter dans le fond continu du cliché : l'indexation des clichés de diffraction électronique s'est donc avérée impossible dans un premier temps (Figure 34b). Aussi afin de caractériser ces lattes M, nous avons eu recours à la microscopie électronique en haute résolution (Figure 35).



(a)



(b)

Figure 35. (a) HREM d'une sous-latte M dans une latte L d'un précipité de phase α_s dans l'alliage Ti 17 ; (b) agrandissement dans la zone indiquée montrant la relation d'orientation entre les sous-domaines L et M. Les colonnes atomiques correspondent aux points blancs. La localisation de l'interface entre les deux domaines est précisée.

La relation d'orientation entre sous-lattes L et sous-sous-lattes M peut être obtenue soit directement, en faisant correspondre les colonnes atomiques avec les points blancs de l'image, soit en indexant les diffractogrammes calculés à partir de l'image en haute résolution. Pour rappel, un diffractogramme n'est autre que le spectre de puissance de l'image, obtenu numériquement ici à partir de sa transformée de Fourier : le diffractogramme possède les mêmes éléments géométriques de symétrie que l'image : pour les microscopistes, il ressemble fortement au cliché de diffraction qu'on pourrait obtenir si on pouvait techniquement faire diffracter la zone très petite choisie du cristal.

Les diffractogrammes du domaine M, du domaine L, et d'une zone incluant leur interface ont été obtenus par l'intermédiaire du logiciel Digital Micrograph (Gatan©). Par indexation de ces clichés, il est possible de remonter à la relation d'orientation liant les phases L et M (Figure 36):

$$\begin{aligned} & [\bar{1}\bar{2}1\bar{3}]_M // [\bar{1}\bar{2}1\bar{3}]_L \\ & (\bar{1}10\bar{1})_M // (01\bar{1}\bar{1})_L \end{aligned}$$

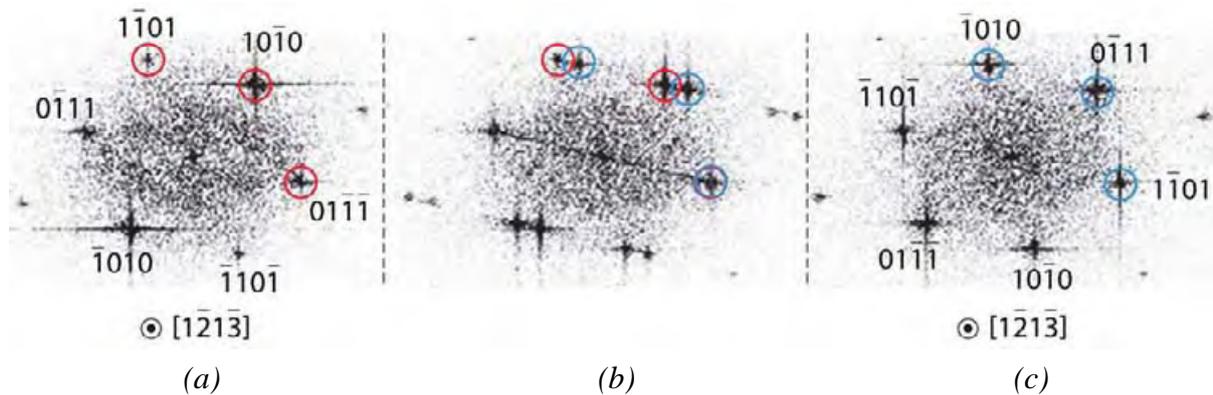


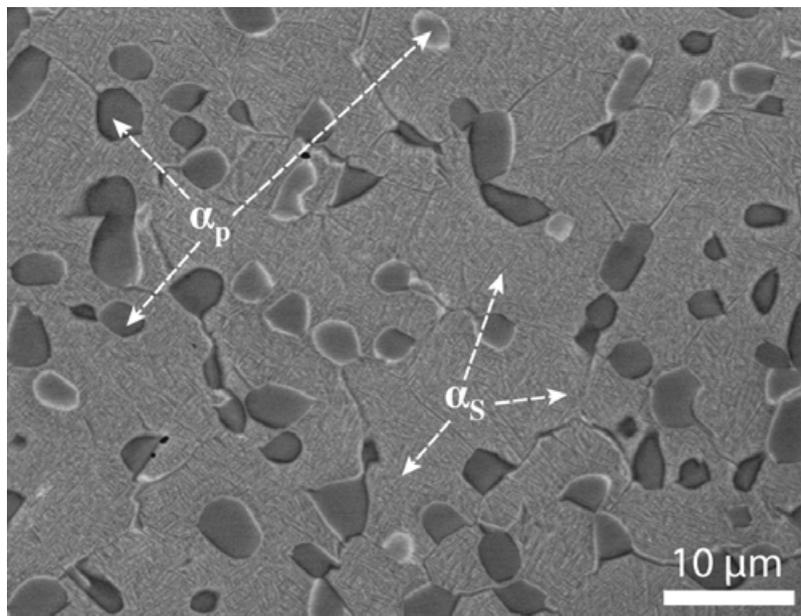
Figure 36. Diffractogrammes numériques obtenus à partir de la micrographie MEHR de la Figure 35. Le diffractogramme (a) est réalisé dans la lamelle M, (b) à l'interface M/L et (c) dans L.

III.5. Alliage Ti 5553

Après les traitements thermiques spécifiques décrits au chapitre II, la microstructure de l'alliage Ti 5553 est proche de celle de l'alliage 17 : elle est constituée d'une matrice β dans laquelle précipitent des nodules de phase α_p et de fines lamelles de phase α_s (Figure 38). Les relations d'orientation entre précipités et matrice sont identiques à celles observées dans le Ti

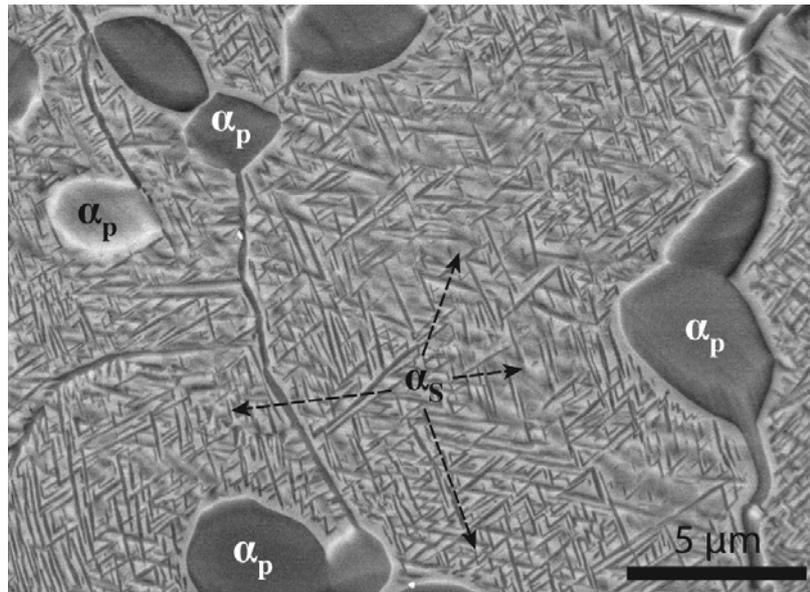
17. Cependant, une différence notable apparaît à l'observation : contrairement à l'alliage Ti 17, la microstructure de l'alliage Ti 5553 est relativement homogène : il n'y a pas de colonies de lamelles α_p , et la phase α_p apparaît exclusivement sous forme de nodules, assez uniformément répartis dans la microstructure, et essentiellement dans les zones correspondant aux anciens joints de grains de la structure β (Figure 38).

La micrographie présentée sur la Figure 39 met en évidence la présence autour des nodules α_p d'une zone mesurant entre 200 et 250 nm d'épaisseur, constituée de matrice β et dans laquelle aucune lamelle de phase α_s ne précipite. L'existence de cette zone peut être attribuée à la différence de stœchiométrie entre les phases α et β de l'alliage : lors de la précipitation du nodule, les éléments alphagènes sont absorbés par le nodule de phase hexagonale, et donc pompés de la matrice β . La précipitation des lamelles α_s dans cette zone de déplétion lors du traitement thermique de revenu devient difficile, du fait même de la plus grande rareté des éléments alphagènes au voisinage immédiat du nodule. Cette variation de stœchiométrie n'a toutefois pas pu être mise en évidence directement avec les moyens expérimentaux dont nous disposons. En particulier, les mesures EDX et EELS n'ont pas été concluantes car présentant une incertitude de mesure bien au-delà des variations locales attendues de composition.



(a)

Figure 37. (a) Micrographies MEB présentant la microstructure de l'alliage Ti 5553. (b) La micrographie (b) met en évidence la présence de phase α_p et α_s .



(b)

Figure 38. (a) Micrographies MEB présentant la microstructure de l'alliage Ti 5553. (b) La micrographie (b) met en évidence la présence de phase α_p et α_s .

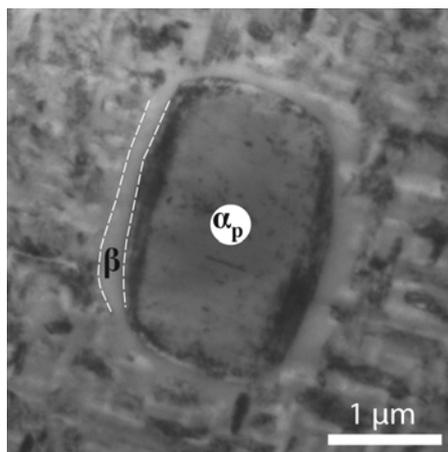


Figure 39. Micrographie MET présentant un nodule α_p entouré d'une zone de déplétion.

Enfin, compte tenu du traitement thermique subi par l'alliage Ti 5553, celui-ci possède des lamelles de phase α_s beaucoup plus fines que celles de l'alliage Ti 17, mais des observations à très fort grandissement et dans les bonnes conditions de diffraction révèlent encore une fois la présence d'une sous-structure à l'intérieur de certaines lamelles (Figure 40). Les relations d'orientation observées sont équivalentes à celles déterminées ci-dessus pour l'alliage Ti 17. Les lamelles α_s du Ti 5553 possèdent une famille de sous domaine L, l'alliage Ti 17 en possède deux L et M.

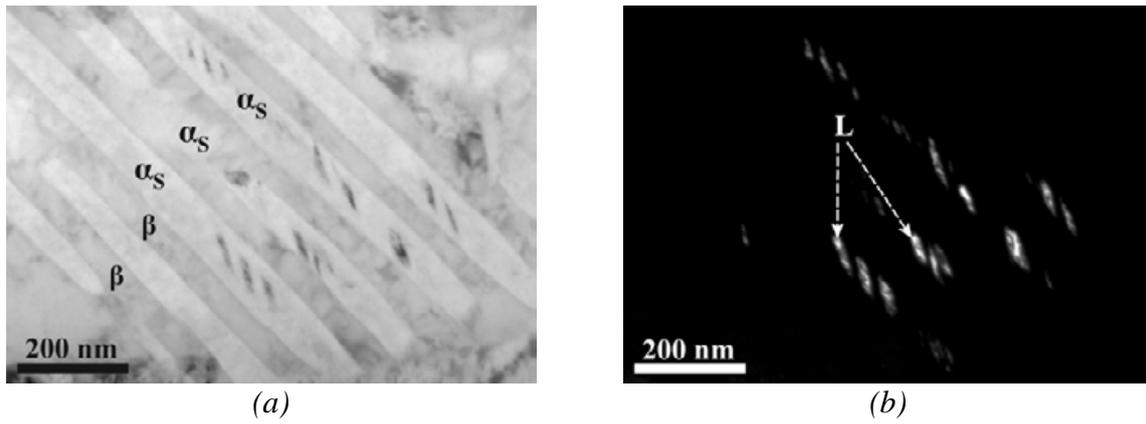


Figure 40. (a) Micrographies MET réalisées sur des lamelles α_s présentant une sous-structure cristalline au sein de celles-ci. (b) Champ sombre mettant en évidence la présence de la sous structure cristalline L au sein de la phase α_s du Ti 5553.

Chapitre IV : Les micro-mécanismes de déformation

L'identification et la compréhension des mécanismes pertinents à l'origine de la ductilité et de la résistance des alliages de titane β -métastables nécessitent une analyse précise des interactions des dislocations avec la microstructure complexe de ces matériaux. Les observations post mortem menées au MET sur des échantillons déformés permettent d'apporter des éléments de réponse, mais ce sont les essais de traction in situ dans un MET qui nous ont permis d'identifier les endroits où les sources de dislocations naissent, les différents lieux d'où sont émises et où se multiplient les dislocations, les obstacles qui gênent la propagation des dislocations et qui apportent leur contribution à la résistance des alliages.

Dans ce chapitre, après avoir présenté les caractéristiques générales de la déformation (origine, transmission, ...), nous nous intéresserons aux différents obstacles rencontrés par les dislocations que nous avons identifiés et surtout cherchés à quantifier dans le but d'apporter des éléments de réponse sur la résistance particulièrement élevée des alliages ($\sigma_{0,2} = 1200$ MPa pour Ti 5553 et $\sigma_{0,2} = 1100$ MPa pour Ti 17) (Figure 40).

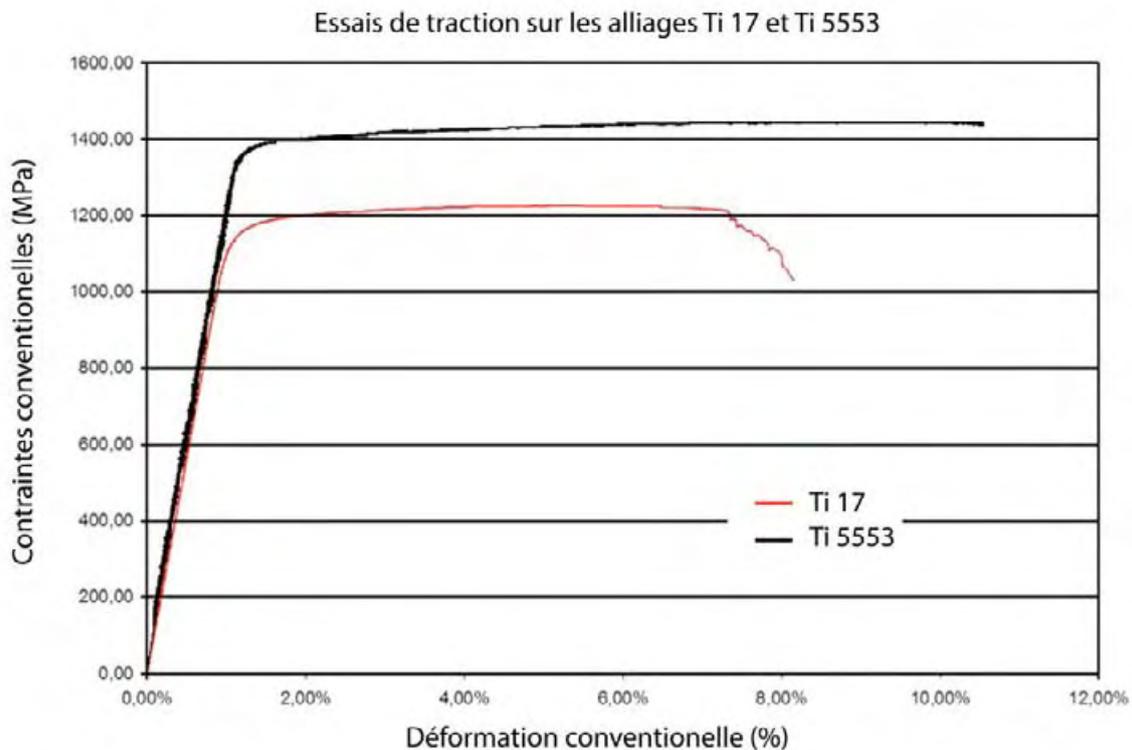


Figure 40. Courbes de traction des alliages Ti 17 et Ti 5553.

IV.1. Caractéristiques générales

IV.1.1. Introduction

Avant de rentrer dans le détail des mécanismes de déformation, il nous a semblé important de présenter des micrographies générales à faible grossissement d'échantillons déformés à 0.2% de déformation plastique, car elles permettent d'obtenir qualitativement certains résultats intéressants.

La micrographie illustrée Figure 41a qui concerne le Ti 5553 observé après 0.2% de déformation au MEB, rappelle une fois encore la complexité de la microstructure des alliages étudiés. Il apparaît clairement sur ce type de micrographie que les dislocations, qui naissent dans la phase α_p (cf. IV.2.), ont à se propager au travers des interfaces α_p/β , puis dans la phase β qui offre très peu de place (environ 75 nm), pour rencontrer à nouveau de nouvelles interfaces avec les lamelles α_s , dans lesquelles on imagine ensuite une propagation encore plus difficile du fait du confinement créé par la dimension de ces phases (environ 50 nm). Un grand nombre de dislocations restent bloquées aux interfaces α_p/β comme on peut l'observer par exemple sur une autre micrographie du Ti 5553 (cf. Figure 41b) au niveau des nodules α_p (Zone 1 & 2).

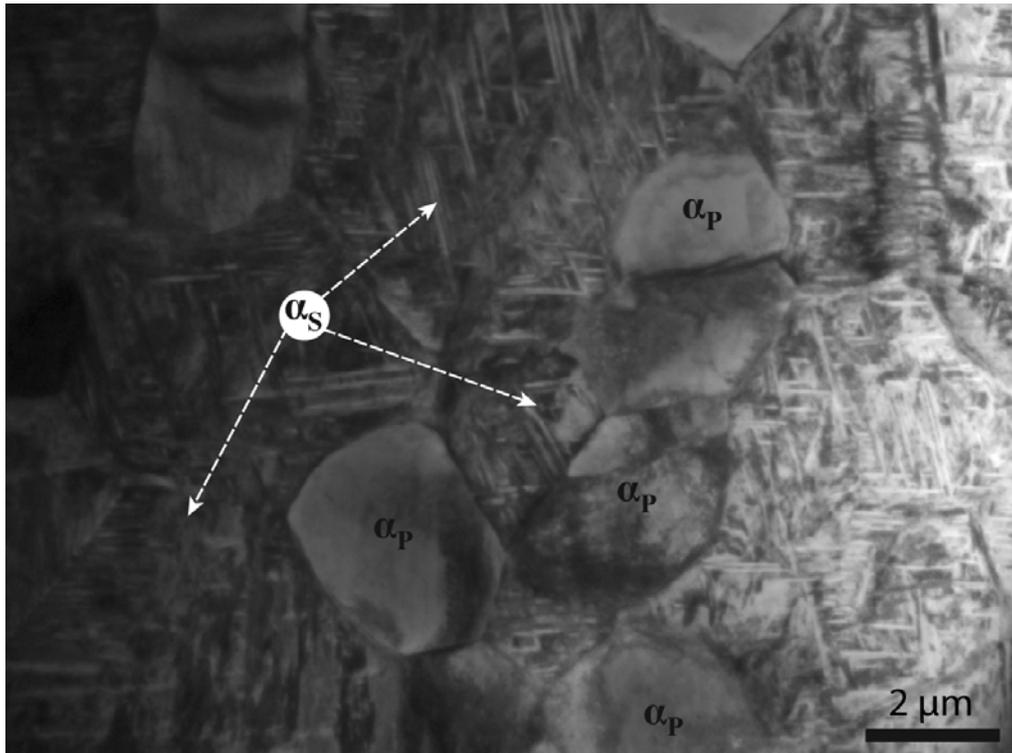


Figure 411a. Micrographie MET illustrant la microstructure complexe du Ti-5553 dans laquelle les dislocations ont à se propager.

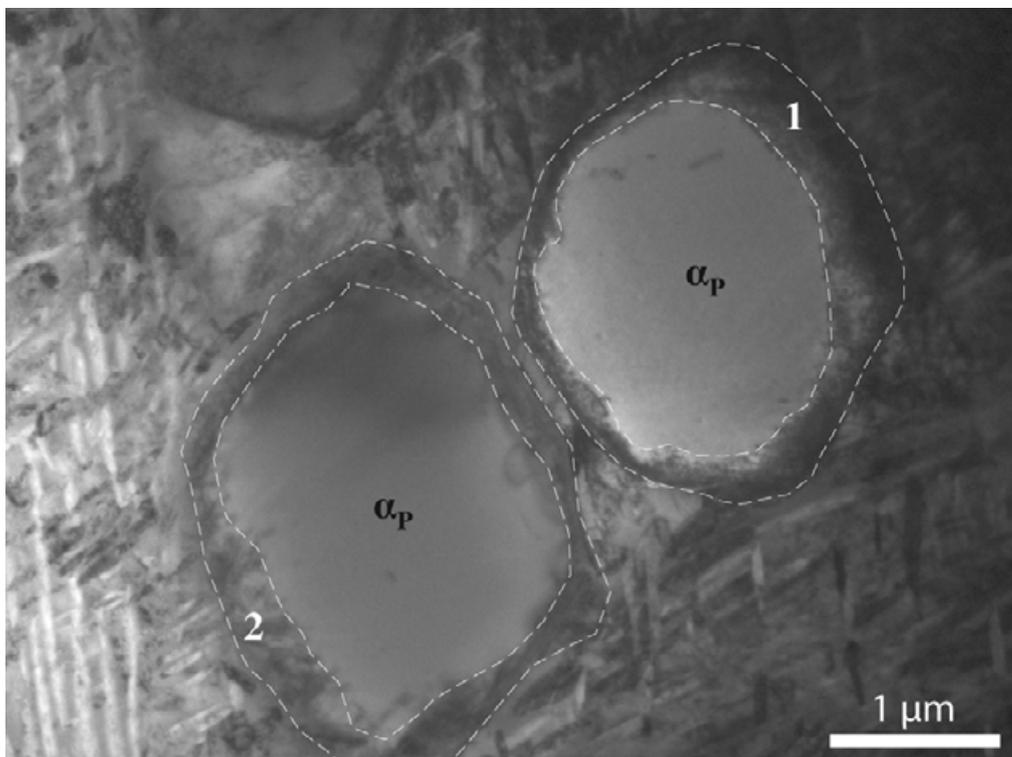


Figure 42b. Présence d'une densité importante de dislocations au niveau des interfaces α_P/β pour les deux nodules α_P du Ti-5553.

Une des caractéristiques notable de la déformation à cette échelle d'observation est son caractère hétérogène. En effet, si on observe attentivement par exemple les lamelles α_s dans différentes zones d'un échantillon déformé jusqu'à la rupture, on constate qu'il existe des lamelles qui ont subi une telle déformation qu'elle se voit d'un simple coup d'œil (comme en 1, 2 et 3 Figure 43a) alors que dans d'autres zones, leur déformation, si elle existe, n'est pas observable (cf. Figure 43b). Ceci constitue un aspect important à prendre en compte pour nos observations au MET qui ne concernent que de très petites zones, et nous a donc imposé un grand nombre d'observations pour obtenir une bonne statistique et des résultats fiables. Par ailleurs, l'origine de cette hétérogénéité sera discutée plus loin. Elle a été analysée en détail par T. Duval et P. Villechaise grâce à leurs études à l'échelle mésoscopique en MEB.

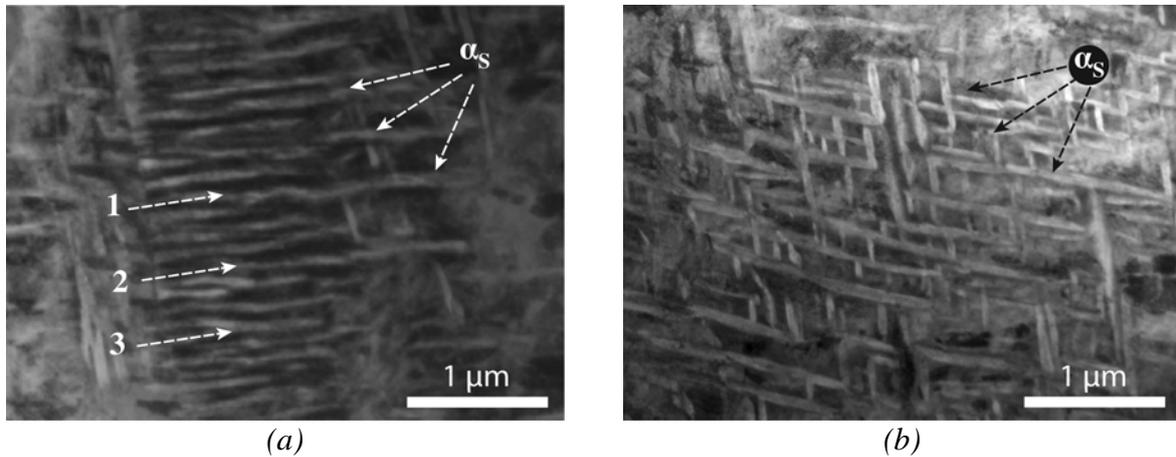


Figure 43. Lamelles α_s a) présentant des formes ondulées cf. 1, 2 et 3 suggérant une déformation macroscopique assez importante ; b) présentant une morphologie identique à celle d'origine suggérant une déformation, si elle a eu lieu, peu importante.

IV.1.2. Déformation des phases α_p

Au cours de ce travail, nous nous sommes particulièrement intéressés aux micro-mécanismes de déformations se produisant dans cette phase car c'est là que naissent et se multiplient les dislocations (cf § IV.2.) et c'est essentiellement dans cette phase qu'une analyse quantitative des paramètres pertinents à l'origine de la résistance de l'alliage a pu être réalisée. Dans ce paragraphe, nous nous contentons de présenter qualitativement les caractéristiques de la déformation de la phase α_p à l'échelle microscopique, une analyse plus détaillée est proposée dans le §IV.3.

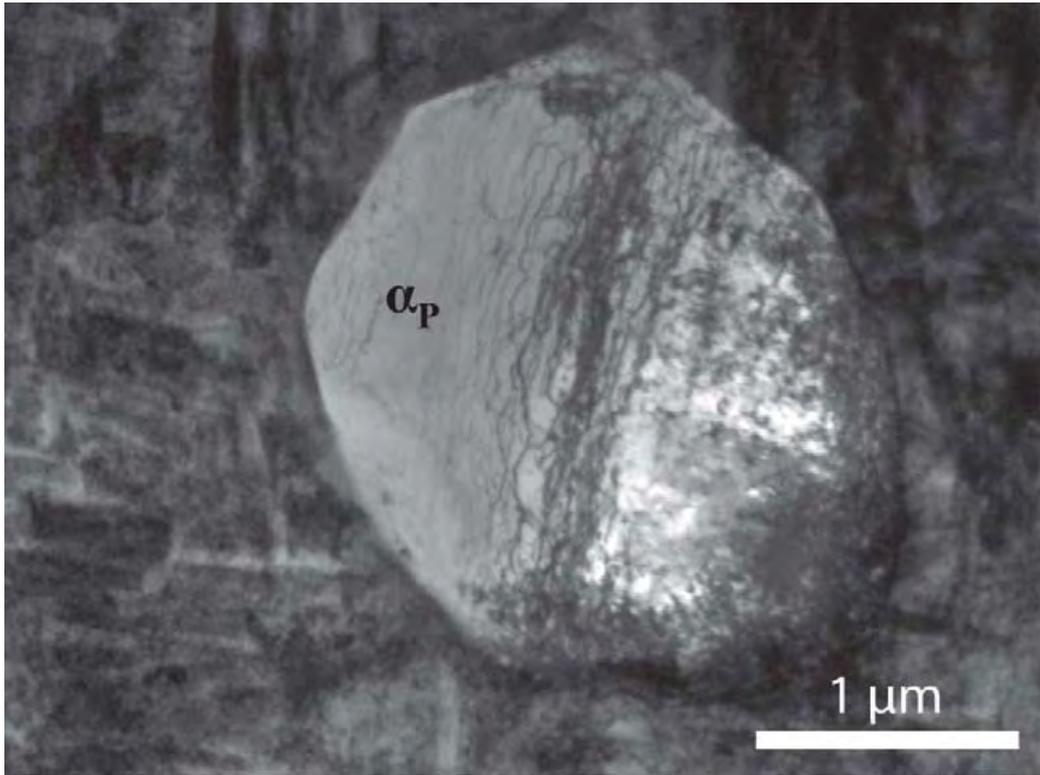
Des clichés à forts agrandissements de dislocations observées dans α_p sont proposés Figure 44 pour le Ti 5553 et Figure 45 pour le Ti 17. Pour ce qui concerne le Ti5553, on note une densité de dislocations très différente d'un nodule à l'autre (cf. Figure 42a et b) ce qui témoigne d'une hétérogénéité de la déformation. Si on examine plus en détail les micrographies des Figure 42b et Figure 44, les dislocations apparaissent souvent très rectilignes (comme en *i* et *j* Figure 42b et en *i* Figure 44), et sont parfois épinglées par des obstacles nanométriques (comme en 1 Figure 44). Il apparaît clairement sur le cliché de la Figure 44 une densité importante de dislocations au niveau de l'interface avec la phase β (la phase β n'est pas visible sur la micrographie)

Les Figure 45a et Figure 45b sont particulièrement intéressantes car elles nous donnent une vision complète d'une plaquette α_p dans le Ti-17 déformé lors d'un essai *in situ*. On constate que la déformation est localisée dans cette phase et qu'il y a eu peu de transmission de la déformation via les interfaces α_p/β . On observe une répartition hétérogène des dislocations qui ont glissé essentiellement dans des plans prismatiques. Une grande densité de dislocations est aussi présente à l'interface α_p/β dans la phase α_p .

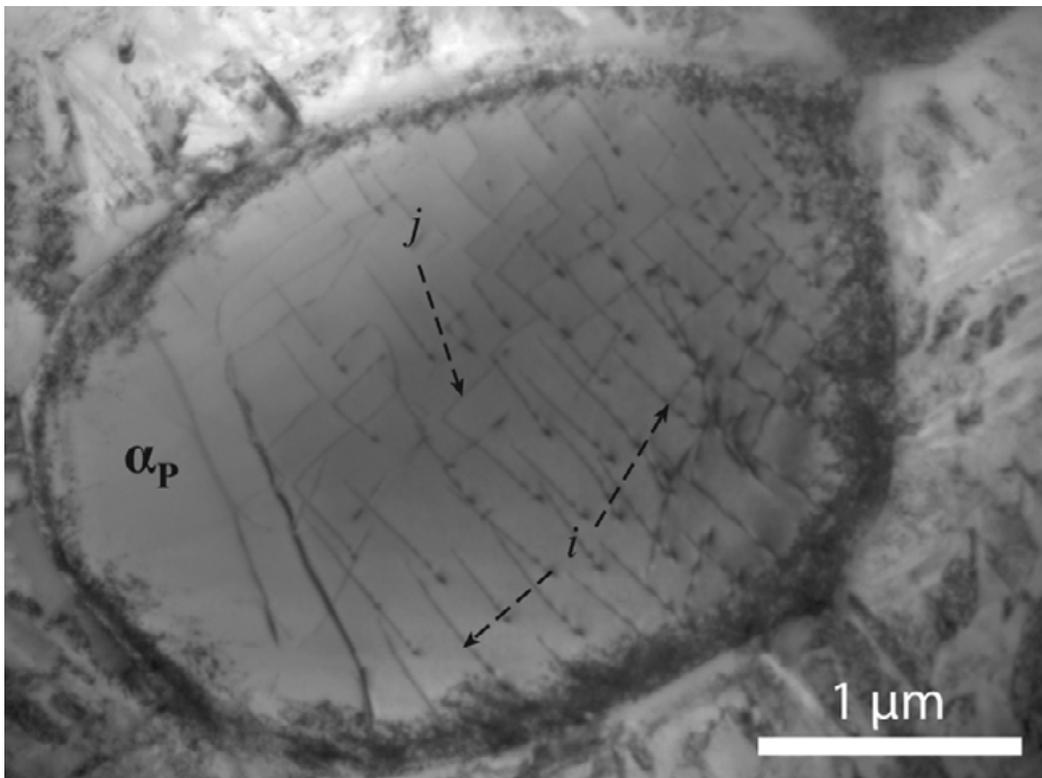
Les systèmes de glissement ont été identifiés dans le Ti-17 et Ti-5553. Il s'agit de dislocations de type **a** glissant dans des plans basal et prismatique avec une prédominance des systèmes de glissements de type $\langle 11\bar{2}0 \rangle (0001)$ pour le basal et de type $\langle 11\bar{2}0 \rangle (10\bar{1}0)$ pour le prismatique.

Si l'on compare, à cette échelle d'observation, l'aspect général des dislocations dans le Ti-17 et le Ti-5553, on peut dire que, dans les deux cas :

- il existe une très forte concentration de dislocations à l'interface α_p/β du côté de la phase α
- les dislocations présentent les mêmes caractéristiques : alignement préférentiel selon la direction vis, dislocations épinglées sur des nano-obstacles.



(a)



(b)

Figure 442. Micrographies MET présentant différents types de paysages de dislocations dans la phase α_p du Ti 5553.

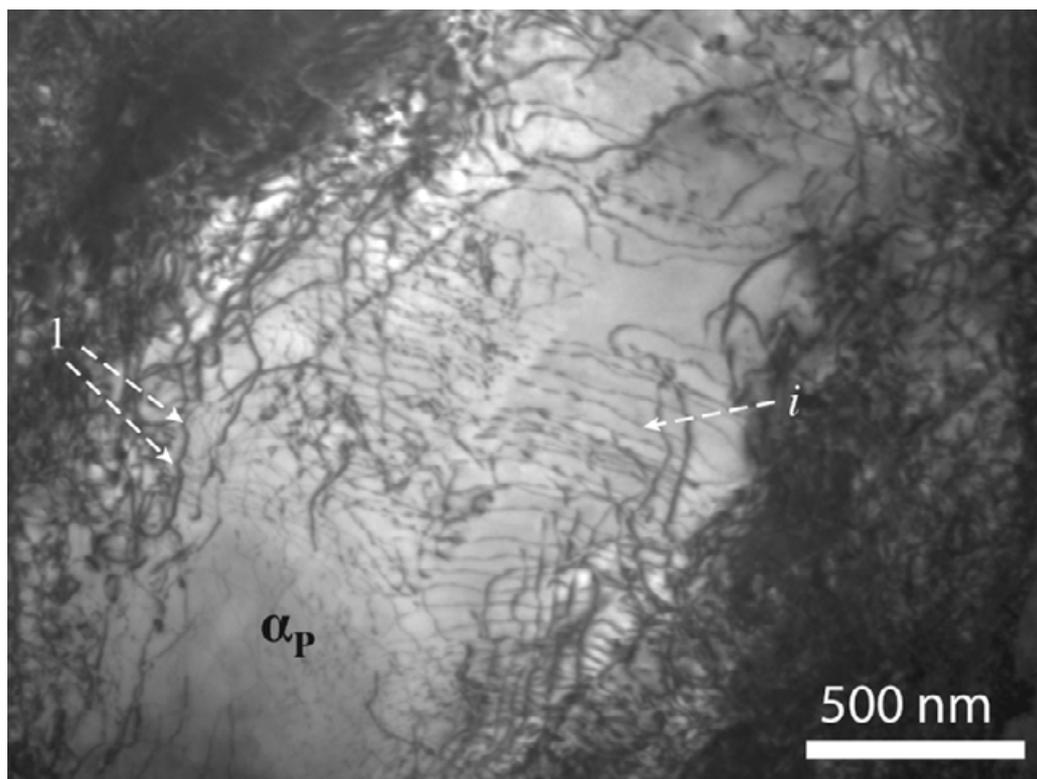


Figure 43. Micrographie MET présentant le paysage de dislocation dans la phase α_p du Ti 5553.

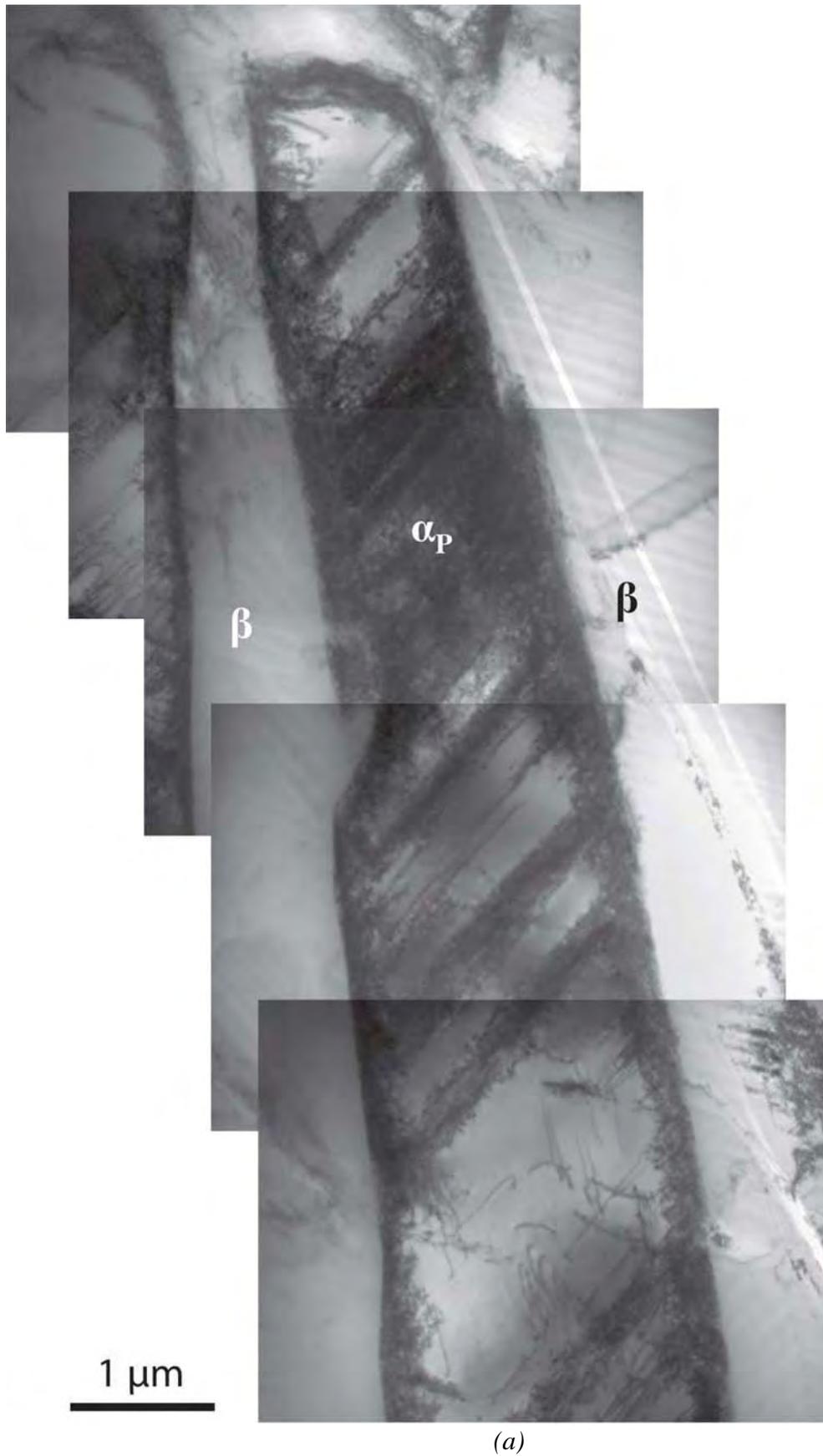


Figure 45. Micrographie MET présentant les paysages de dislocations dans la phase α_p du Ti 17.

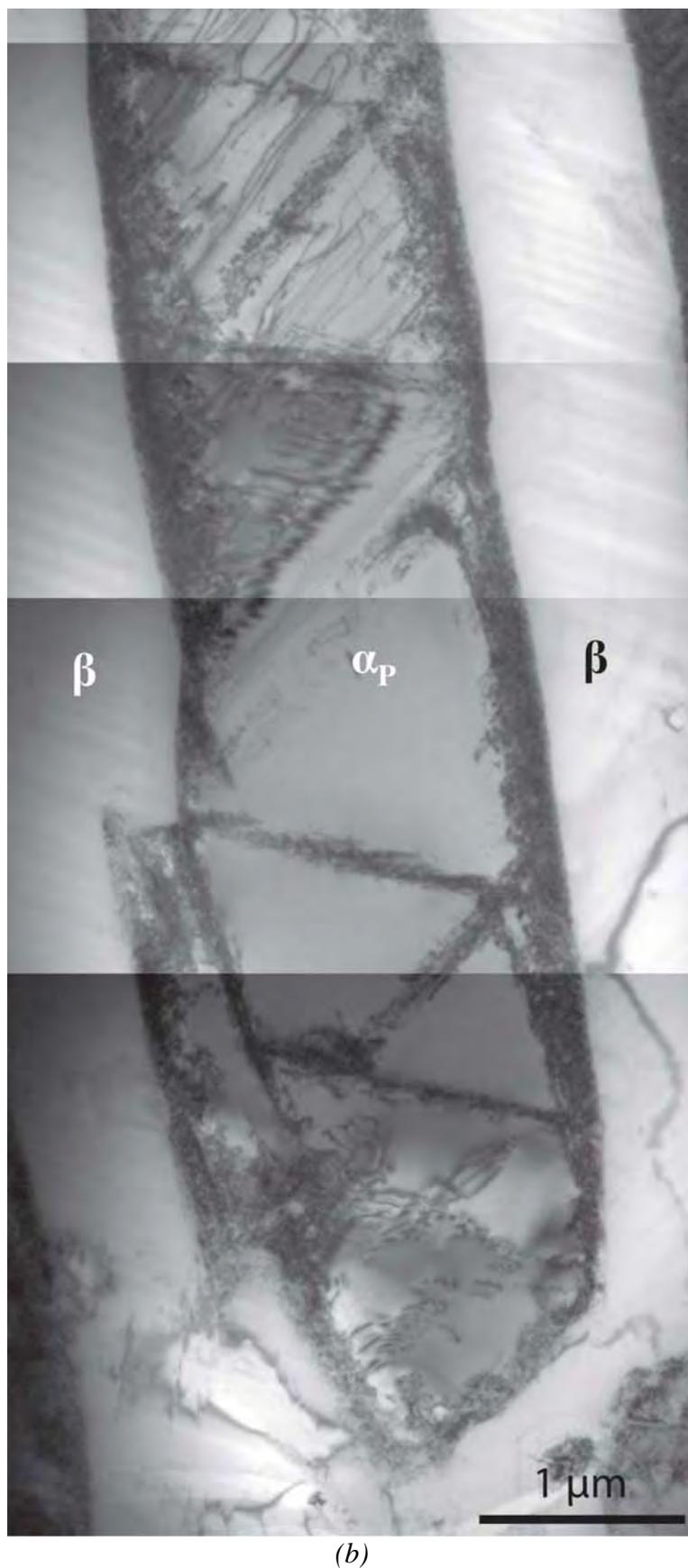


Figure 46. Micrographie MET présentant les paysages de dislocations dans la phase α_p du Ti 17.

IV.1.3. Déformation de la phase β

La plasticité dans la phase β des alliages de titane multiphasés α/β n'a été que très peu, voire pas étudiée. En effet dans les alliages comme le TA6V cette phase ne représente que 3% de la fraction volumique de l'alliage et il est par conséquent très compliqué d'aller observer les mécanismes entrant en jeu dans des colonies lamellaires β ne mesurant seulement qu'une trentaine de nanomètres. Dans les alliages de titane β -métastables multiphasés α/β la fraction volumique de la phase β est proche de 40 %. Néanmoins à l'intérieur de celle-ci précipitent à la fois la phase α_p et la phase α_s . L'enchevêtrement de lamelles α_s ne laissent ainsi que de très fins espaces (des couloirs inférieurs à la centaine de nanomètres) de phase β entre celles-ci rendant les observations également très délicates.

Nous avons quand même réussi plusieurs observations intéressantes soit en observations post mortem dans des échantillons déformés macroscopiquement soit lors d'essai de déformation in situ dans un MET.

a. Observations post mortem.

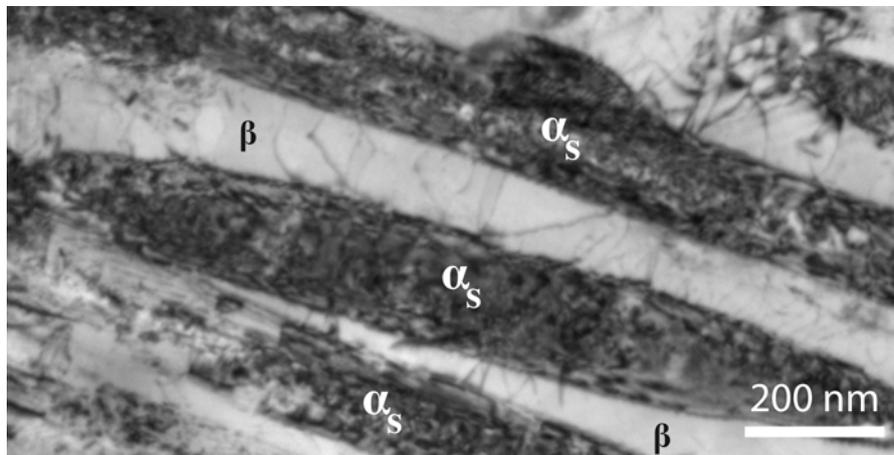


Figure 47. Micrographie post mortem d'un échantillon de Ti 5553 présentant des dislocations confinées dans la matrice β entre deux lamelles α_s .

La Figure 47 présente une zone issue d'un échantillon de Ti 5553 déformé à 0,8 % et illustre bien ces propos. En effet nous pouvons observer sur cette micrographie la présence de dislocations dans la phase β entre les lamelles de phase α_s . Ce type d'observation est la preuve d'une déformation plastique de la phase β sous contrainte. Malheureusement, du fait de la très petite taille des « couloirs » de phase β - leur largeur varie entre 15 nm et 100 nm –

il ne nous a pas été possible d'identifier les vecteurs de Burgers et les plans de glissement de ces dislocations.

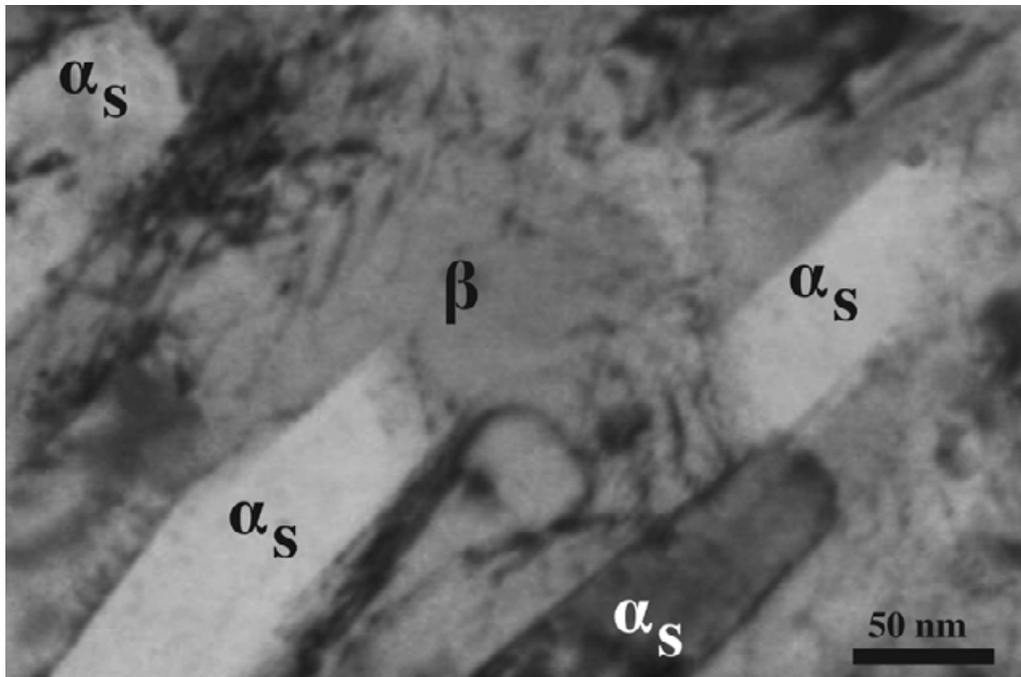


Figure 48. Paysage de dislocations dans la phase β entre les lamelles α_s . (Echantillon déformé *in situ*)

Sur la Figure 48 on observe également des dislocations courbées entre les lamelles α_s ce qui montre que la flexibilité des dislocations est très sollicitée dans ces couloirs étroits.

Aussi à partir de ce type d'observation nous pouvons estimer la contrainte effective qui assiste la propagation des dislocations entre ces lamelles grâce à la relation :

$$\tau = \frac{T}{br_c} \quad (8)$$

où r_c le rayon de courbure de la dislocation que nous prendrons égal à 25 nm (qui correspond à la moitié de la largeur du couloir)

T la tension de ligne $\approx 1,6$ nN

b la norme du vecteur de Burgers = 0,332 nm

Dans ces conditions cette contrainte vaut environ 200 MPa.

La Figure 49 a été réalisée sur un alliage Ti 5553 déformé de 0,8% et montre que la déformation peut aussi être hétérogène, traversant la phase α_s et β . On observe sur ce cliché la

présence d'un empilement d'une trentaine de dislocations qui s'est propagé en cisillant plusieurs phases comme la phase β et la phase α_s situées au bas de la micrographie. Cet aspect sera comparé plus loin aux observations réalisées lors d'essais in situ dans un MEB par les équipes partenaires.

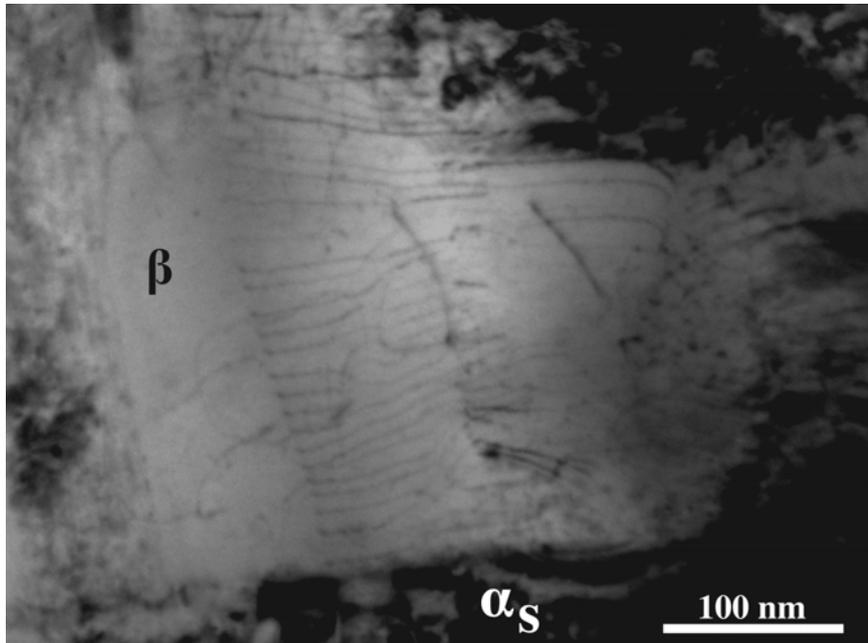


Figure 49. Empilement de dislocations dans la phase β .

Dans la zone de déplétion entourant les phases α_p il est moins difficile d'observer les micro-mécanismes de déformation de la phase β .

La Figure 49 présente la structure post mortem de la phase β située entre deux nodules de phase α_p de l'alliage Ti 5553 (déformé de 0,8%) dont les interfaces sont écrouies selon un mécanisme que nous étudierons en détail plus loin (§ V).

Nous observons ici plusieurs micro-mécanismes :

- Des boucles de dislocations ont été extraites par la contrainte des zones écrouies et se propagent dans β en a.
- Des brins vis rectilignes dans ces boucles mais aussi en i, ce qui montre que l'ancrage des vis joue un rôle dans la déformation de la phase β .
- L'existence de boucles en u qui sont laissées par le glissement dévié des dislocations vis selon un mécanisme bien connu qui contrôle la multiplication de ces dislocations.
- La présence de nombreux débris qui sont aussi laissés par le glissement dévié des dislocations.

Le cliché de la Figure 50 confirme les observations précédentes dans une autre région du même échantillon. Nous pouvons y voir par exemple des boucles en a, des dislocations vis rectilignes en b et des débris

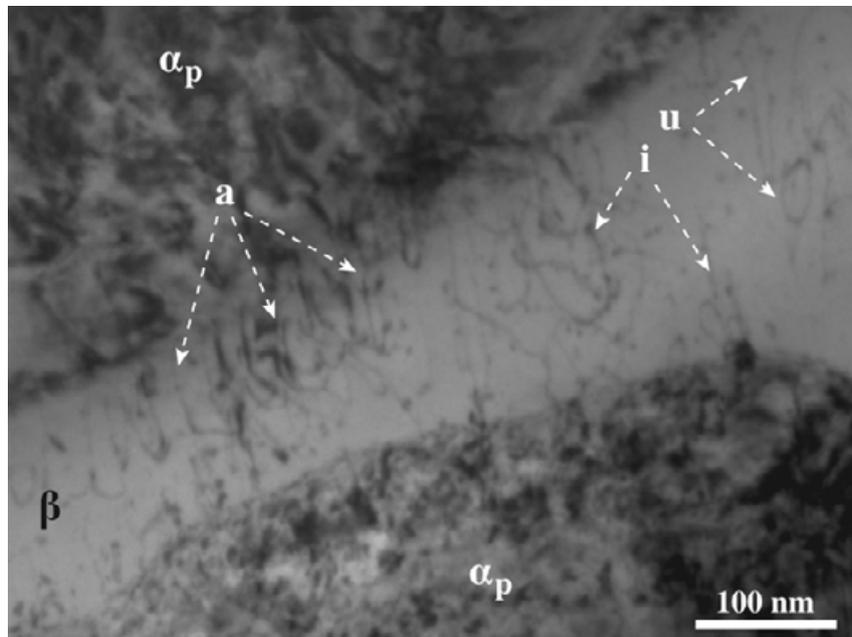


Figure 50. Micrographie MET réalisée dans la zone de déplétion comprise entre deux nodules α_p .

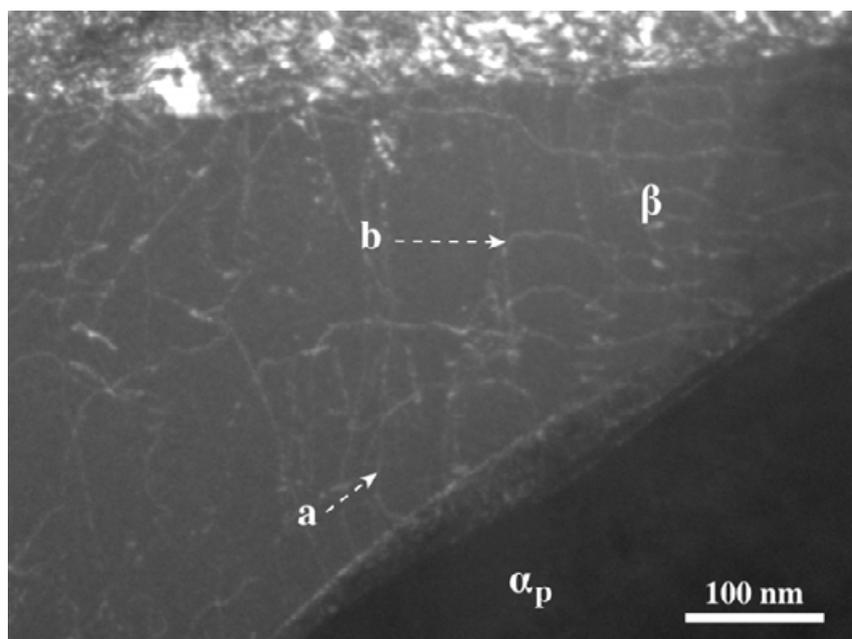


Figure 51. Champ sombre présentant le paysage de dislocations réalisé dans la zone de déplétion entourant un nodule de phase α_p dans le Ti 5553.

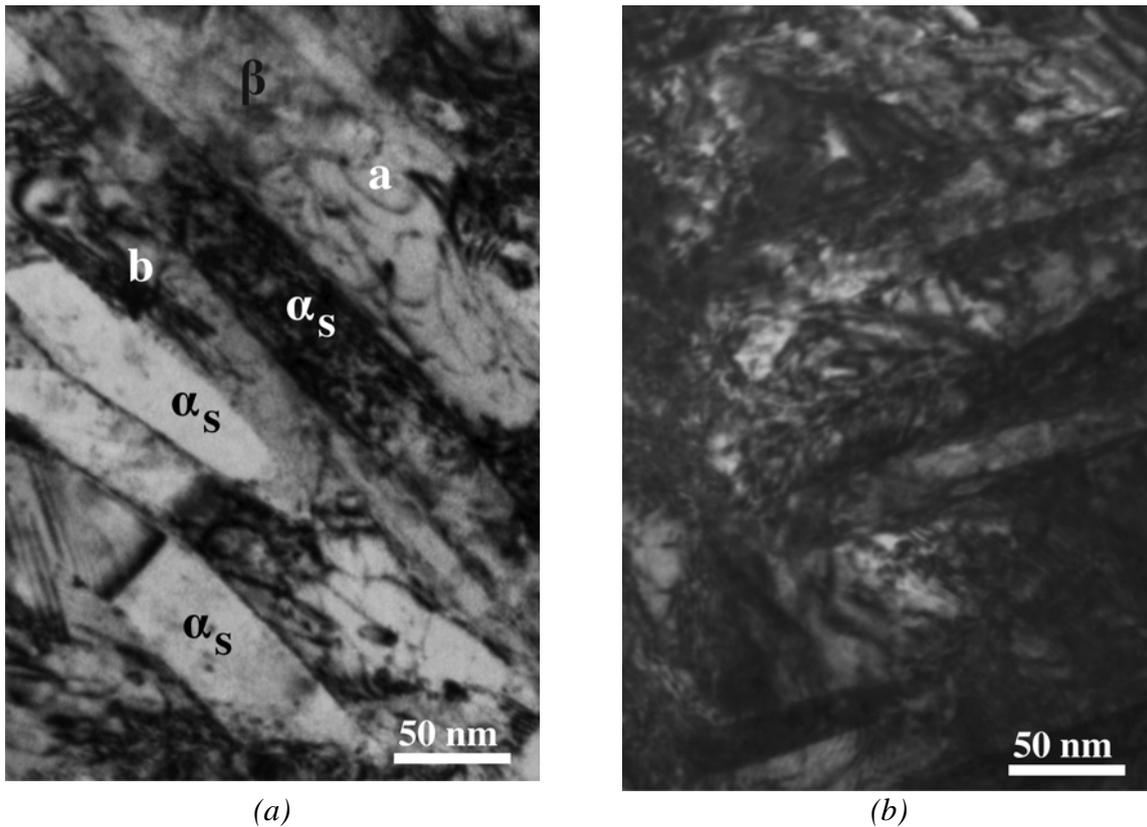


Figure 52. Micrographies MET présentant l'accumulation de dislocations dans les couloirs β .

Dans certaines régions où le glissement des dislocations est plus confiné il existe des « embouteillages » qui sollicitent certainement l'interaction des dislocations (mécanismes de forêt). Ceci se produit dans un couloir β comme en a et en b (Figure 52a) et ce phénomène peut gagner toute la zone comme présenté Figure 52b.

b. Observations par déformation in situ

La réalisation d'essais MET in situ nous a permis d'observer quelques mouvements de dislocations dans cette phase. Un exemple est présenté dans ce qui suit. Il concerne la zone encadrée sur la Figure 53.



Figure 53. Micrographie présentant une vue à relativement faible grossissement de la zone étudiée (alliage Ti 5553).

La Figure 54 présente une séquence prenant place au sein de la phase β de l'alliage Ti 5553. Sur la Figure 54a nous pouvons voir la présence de deux dislocations notées 1 et 2. Ces deux dislocations glissent sous contrainte dans la phase β entre deux lamelles α_s . La Figure 54b présente la scène 80 ms plus tard. Sur cette figure nous pouvons voir que la dislocation 1 n'a que très peu évolué contrairement à la dislocation 2 qui s'est déplacée vers la droite de la zone observée de façon saccadée : le brin supérieur de la dislocation s'est déplacé alors que sa partie inférieure n'a pas bougé. La troisième image de cette séquence, la Figure 54c nous montre la zone observée 40 ms plus tard. La dislocation notée 1 n'a toujours pas bougé alors que la dislocation notée 2 continue à glisser entre les lamelles de phase α_s et à aucun moment nous ne l'avons vue traverser ces dernières.

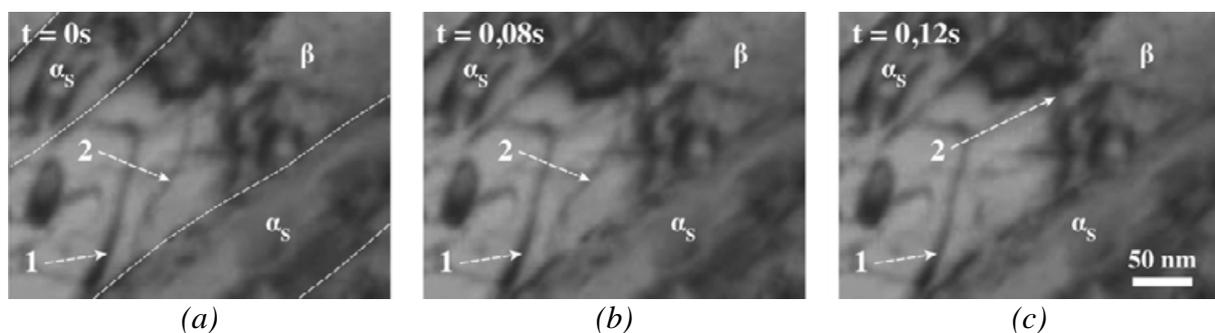


Figure 54. Séquence in situ présentant l'évolution de dislocations au sein de la matrice β entre les colonies de lamelles α_s d'un alliage de Ti 5553.

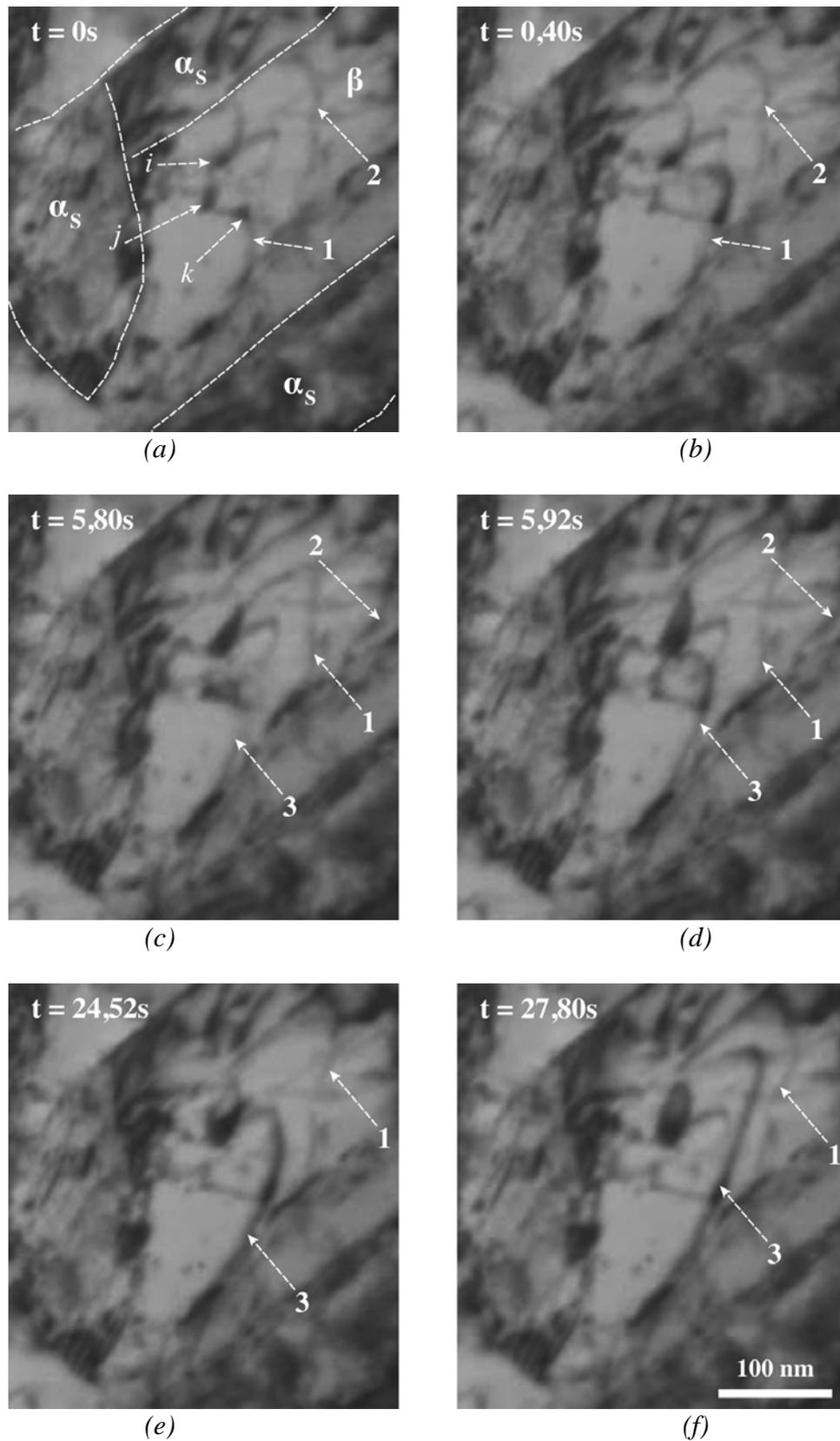


Figure 55. Séquence *in situ* présentant des dislocations évoluant dans la matrice β , entre des lamelles α_s .

La Figure 55 est une autre séquence se déroulant au cours d'un essai de déformation *in situ*. Les dislocations notées 1 et 2 sur le cliché (a) se situent entre des lamelles α_s dans la matrice

β . Nous pouvons observer toujours sur ce même cliché que la dislocation 1 semble épinglée en 3 points notés i , j et k , par contre, compte tenu de la complexité de la microstructure et des dimensions de la zone étudiée nous ne pouvons pas dire s'il s'agit d'obstacles ponctuels ou tout simplement d'interactions dislocations / dislocations. Sur le cliché (b) la dislocation 1 n'est plus bloquée par l'obstacle j , la position de la dislocation 2, elle n'a que très peu varié. En (c) la dislocation 2 s'est déplacée vers le haut à droite de la zone observée tandis que la dislocation 1 est venue s'arrêter au niveau de la position qu'occupait la dislocation 2 sur le cliché précédent. Nous remarquons qu'une troisième dislocation notée 3 est arrivée dans la zone d'observation. Sur le cliché (d) les dislocations 1 et 2 se sont légèrement déplacées vers la zone en haut à droite et la dislocation 3 semble bloquée sur les mêmes obstacles qui bloquaient la dislocation 1 en (b) (sur les obstacles notés i et k). Le cliché (e) expose la scène 24,52s secondes après le début de l'observation. La dislocation 2 est complètement sortie de la zone étudiée, les dislocations 1 et 3 ne se sont quasiment pas déplacées. Enfin sur le cliché (f) la dislocation notée 3 s'est débloquée et semble être alignée selon une direction préférentielle, la situation de la dislocation notée 1 n'a pas évolué.

Pour conclure, nous pouvons dire qu'il existe à la fois une déformation homogène de la phase β par des mouvements individuels de dislocations et une déformation hétérogène sous la forme d'empilements.

- Les couloirs entre les lamelles α_s confinent la déformation.
- Pour se propager dans la phase β entre les lamelles α_s les dislocations doivent se courber, ce qui nécessite une contrainte de 200 MPa qui contribue à la résistance de ces alliages.
- Certaines zones fortement confinées génèrent un « embouteillage » dans lequel les dislocations vont devoir interagir entre elles pour se propager, ce qui correspond à un mécanisme de forêt dont la contribution à la résistance de l'alliage est difficile à évaluer.
- L'ancrage des vis constitue aussi une contribution importante à la résistance des alliages.
- Les empilements vont eux aussi avoir un rôle majeur dans plasticité du matériau.
- Enfin dans les zones de déplétion autour des phases α_p les micro-mécanismes y prenant place ont un rôle qui est certainement beaucoup moins important que les micro-mécanismes se déroulant entre les lamelles α_s

La phase β a donc un rôle très important dans la déformation plastique de ces alliages, ces résultats seront comparés à ceux obtenus à l'échelle mésoscopique par l'équipe partenaire de l'Institut P'.

IV.1.4. Déformation des phases α_s

Nous avons réalisé à la fois des observations post mortem dans des échantillons pré déformés macroscopiquement et une expérience de déformation in situ. Cependant à cause des dimensions des lamelles et des déformations qu'elles subissent lors du traitement thermique les micrographies sont difficiles à exploiter. Nous avons quand même mis en évidence des mécanismes qui nous paraissent importants.

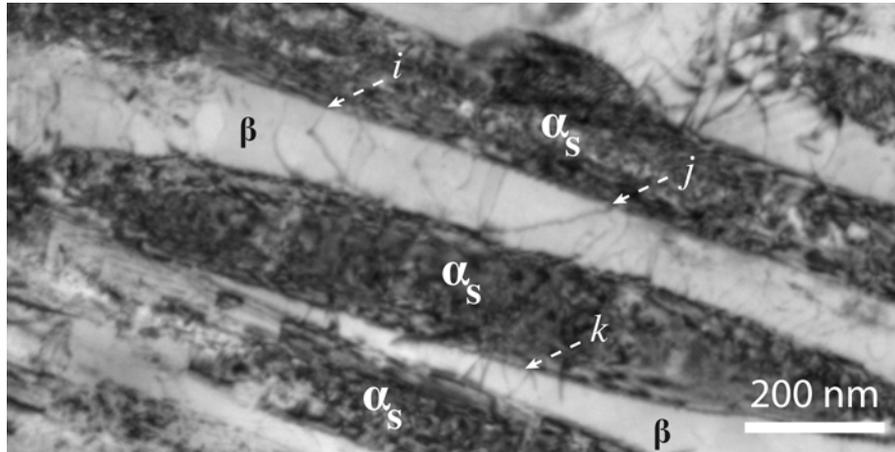


Figure 56. Paysage de dislocations entre et dans les lamelles α_s

Sur la Figure 55 réalisée post mortem (que nous avons déjà présentée § IV.1.3.) nous pouvons voir que les phases α_s sont très écrouies et nous pensons que cet écrouissage est due au traitement thermique. Nous voyons également que les dislocations situées dans la phase β vont interagir avec celles situées à l'intérieur des lamelles comme on peut le voir en i, j et k.

La Figure 57 prise elle aussi post mortem met en évidence la présence de dislocations rectilignes (vis ?) en a, b et c et un nombre incalculable de boucles de dislocations dont nous en avons surligné quelques unes en rouge. Ces boucles étant certainement dues à du glissement dévié.

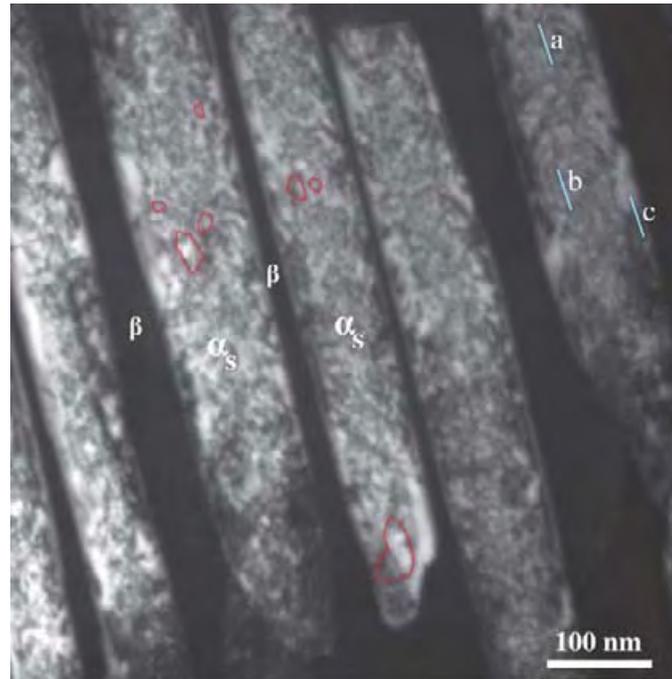


Figure 57. Paysage de dislocations dans des lamelles α_s .

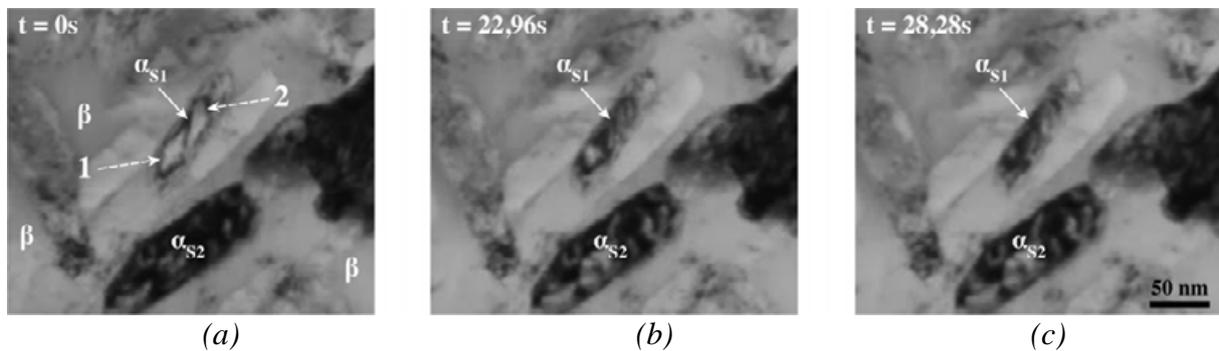


Figure 58. Séquence de déformation *in situ* mettant en scène un exemple de plasticité confinée dans des lamelles α_s de l'alliage Ti 5553.

La Figure 58 présente une séquence *in situ* se déroulant au sein de lamelles α_s de l'alliage Ti 5553. Sur le cliché (a) nous pouvons observer particulièrement deux lamelles, une première notée α_{s1} et une deuxième notée α_{s2} . Nous pouvons très clairement voir deux dislocations dans α_{s1} . Ces deux dislocations sont notées 1 et 2. Dans la lamelle α_{s2} , il est très difficile de voir quelque chose si ce n'est la présence d'un fort contraste sombre dû à un très grand nombre de dislocations. Sur le cliché (b) on se rend compte que la situation au sein de la lamelles α_{s1} a évolué, en effet nous ne distinguons plus les dislocations 1 et 2 du fait de la nucléation d'autres dislocations. De plus le contraste à l'intérieur de la lamelle α_{s2} a

également changé, traduisant très sûrement le mouvement de dislocations. Enfin, sur le cliché (c) le nombre de dislocations à l'intérieur de la phase α_{s1} a encore augmenté. Cependant il ne nous a pas été possible d'identifier l'origine de ces dislocations : si elles sont émises à partir d'une source de dislocations à l'intérieur de la phase α_s , ou bien de dislocations présentes au niveau des interfaces α_s/β qui sous l'effet de la contrainte peuvent être émises dans les lamelles α_s ou encore de dislocations provenant de la phase β .

Ce type d'expérience nous permet toutefois d'obtenir des données quantitatives et l'on peut avoir accès à la contrainte effective qui assiste la propagation des dislocations par la relation :

$$\tau = \frac{T}{br_c} \quad (8)$$

où r_c le rayon de courbure de la dislocation que nous prendrons égal à 25 nm (qui correspond au rayon de la lamelle)

T la tension de ligne $\approx 1,6$ nN

b la norme du vecteur de Burgers = 0,274 nm

Nous obtenons ainsi une contribution d'environ 250 MPa

En conclusion, il ressort que la phase α_s :

- Est très écrouie à cause du traitement thermique
- Se déforme sous contrainte en créant des boucles qui multiplient les dislocations
- Cette déformation se fait en partie avec la phase β par l'interaction des dislocations entre ces deux phases.

IV.2. Origine de la ductilité des alliages

IV.2.1. Naissance de dislocations dans les phases α_p

Un des mécanismes majeur de multiplication des dislocations est l'activation de sources polaires à un point d'ancrage. Un tel exemple est donné Figure 59. Nous pouvons observer sur le cliché (a) un brin de dislocation noté 1 ancré sur un point fixe noté 2. Le brin 1 va effectuer une révolution autour du brin 2 dans le sens de la flèche et générer ainsi une dislocation pour chaque tour réalisé. Sur le cliché (b) le brin 1 continue sa rotation, nous pouvons voir qu'une partie de la dislocation s'aligne selon une direction préférentielle, la direction vis. Sur les clichés (c) et (d) la dislocation 1 s'étale un peu plus, toujours en s'alignant selon la direction vis. Sur le cliché (e) la rotation du brin est terminée. Une dislocation a été émise, mais compte tenu de la rapidité à laquelle la dislocation s'est déplacée

et de la période de la caméra d'acquisition (40 ms) il ne nous a pas été possible de suivre cette dislocation. Enfin, au cours de notre observation, ce sont pas moins de 50 rotations qui ont été faites par le brin 1 et donc autant de dislocations qui ont été émises, et tout ceci dans un plan prismatique. Ceci est en accord avec les observations réalisées au MEB par l'équipe de P. Villechaise à l'Institut P' (ENSMA, Poitiers) [Duval 2012] où les auteurs observent d'abord l'apparition de traces de glissement dans la phase α_p . Nous en reparlerons dans le chapitre VI.

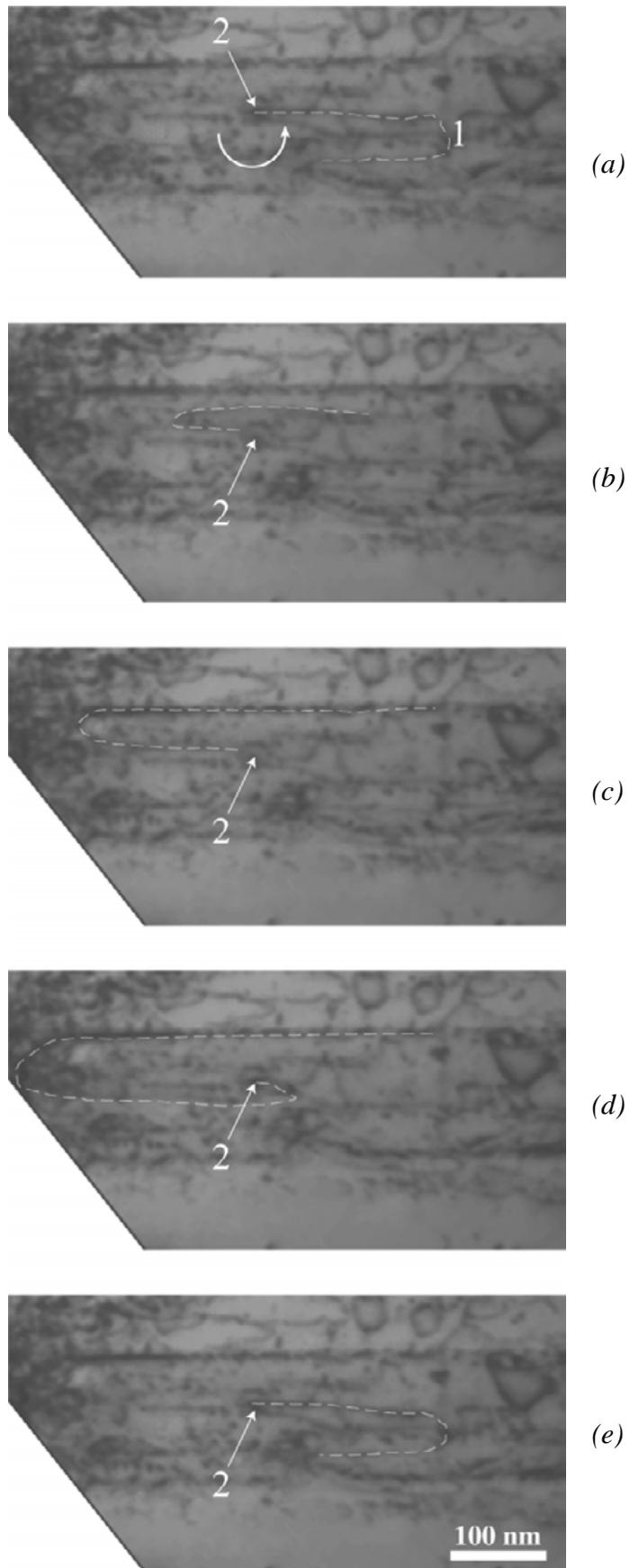


Figure 59. Source polaire dans une plaquette α_p . La rotation d'un brin mobile autour d'un brin fixe créé une nouvelle boucle de dislocation.

IV.2.2. Multiplication des dislocations à partir des interfaces α_p/β

Lors de nos essais de traction MET in situ nous avons systématiquement observé que les premières dislocations mobiles dans la phase α_p sont émises à partir des interfaces entre les phases α_p et β .

La Figure 59 est un exemple de telles émissions dans une plaquette α_p de l'alliage Ti 17. Sur le cliché (a) une dislocation notée 1 est émise dans une plaquette α_p à partir de l'interface α_p/β . Sur le cliché (b) la dislocation 1 a légèrement avancé et nous remarquons qu'une nouvelle dislocation (notée 2) a été émise depuis cette même interface. Le cliché noté (c) représente la situation quelques secondes plus tard. Les dislocations notées 1 et 2 se propagent toujours, une troisième dislocation notée 3, a à son tour, été émise depuis l'interface α_p/β . Enfin le cliché (d) représente la zone étudiée plusieurs dizaines de minutes plus tard, on peut se rendre compte qu'un très grand nombre de dislocations a été émis depuis l'interface α_p/β . Ces dislocations possèdent toutes un vecteur de Burgers de type **a** et glissent dans le plan basal.

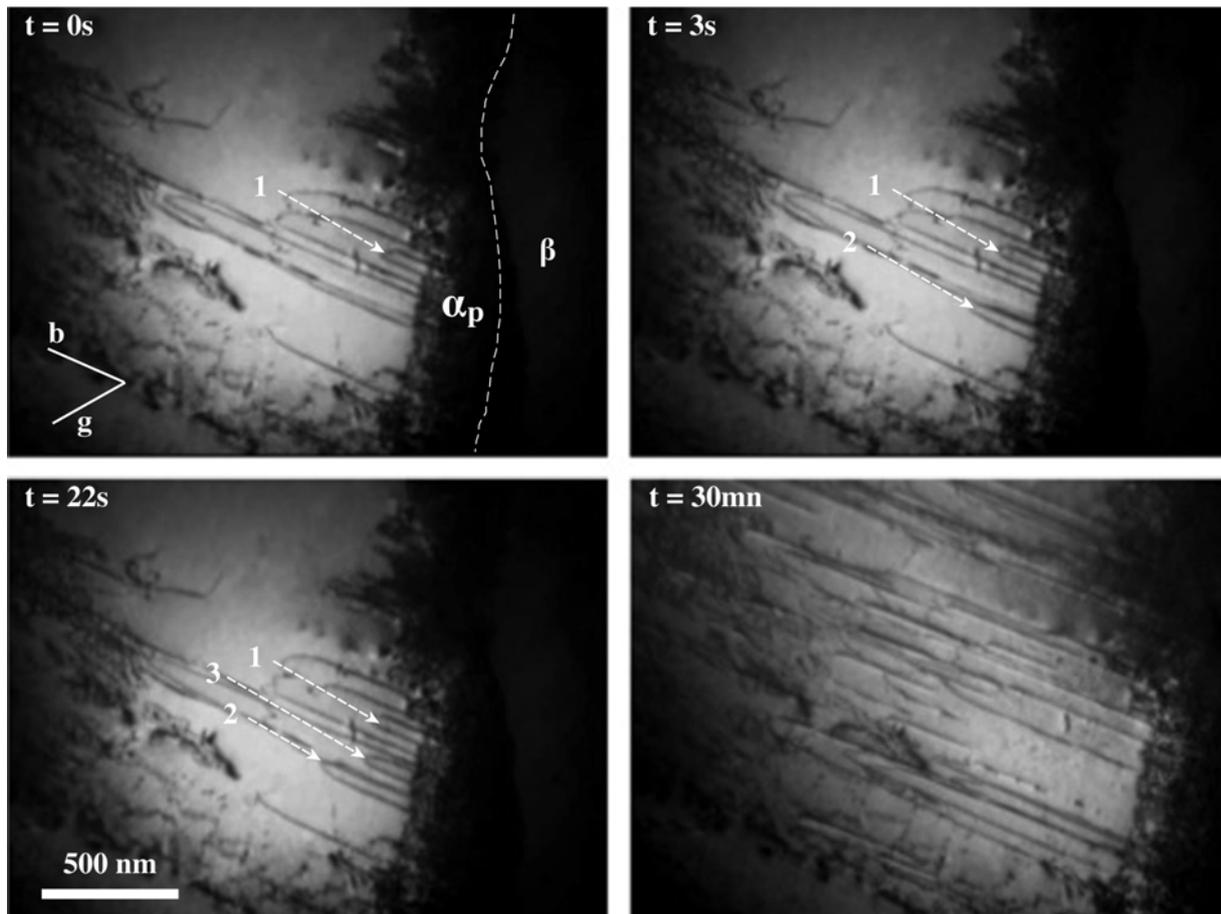


Figure 60. Emission de dislocations depuis l'interface α_p/β dans la phase α_p .

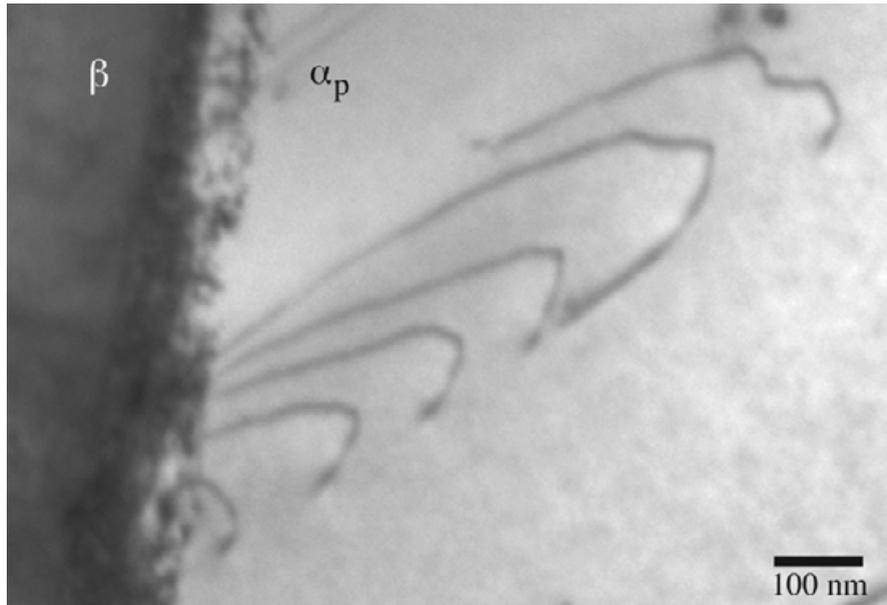


Figure 61. Micrographie MET post mortem présentant l'émission de dislocations depuis l'interface α_p/β dans la phase α_p d'un alliage Ti 17.

La Figure 61 est un autre exemple de ce type de mécanisme. Cette micrographie a été réalisée sur un alliage de Ti 17 déformé post mortem. On y observe plusieurs dislocations toutes émises depuis une même zone de l'interface α_p/β dans la phase α_p .

Enfin il est important de noter que lors de nos différentes observations tant post mortem que in situ, nous n'avons jamais observé l'émission de dislocations depuis l'interface α_p/β vers la phase β . Toutes les observations réalisées ont montré des émissions de dislocations depuis l'interface α_p/β vers la phase α_p .

IV.2.3. Transmission de la déformation.

Certains auteurs [Chan et al. 1981] ont montré que dans les alliages multiphasés α/β les interfaces pouvaient confiner la plasticité au sein d'une phase, les dislocations ne pouvant les traverser. D'autres auteurs ont montré que lorsque les relations d'orientation liant une phase à l'autre étaient respectées, les dislocations pouvaient alors les traverser aisément [Ambard 2001, Castany 2007].

La Figure 62 présente un empilement de dislocations de type **a** glissant dans le plan prismatique d'une plaquette α_p de l'alliage Ti 17 lors d'un essai de déformation in situ. Toutes ces dislocations sont émises depuis une source de dislocations située sous la micrographie. Nous observons que ces dislocations se dirigent vers l'interface α_p/β qui est très écroûie.

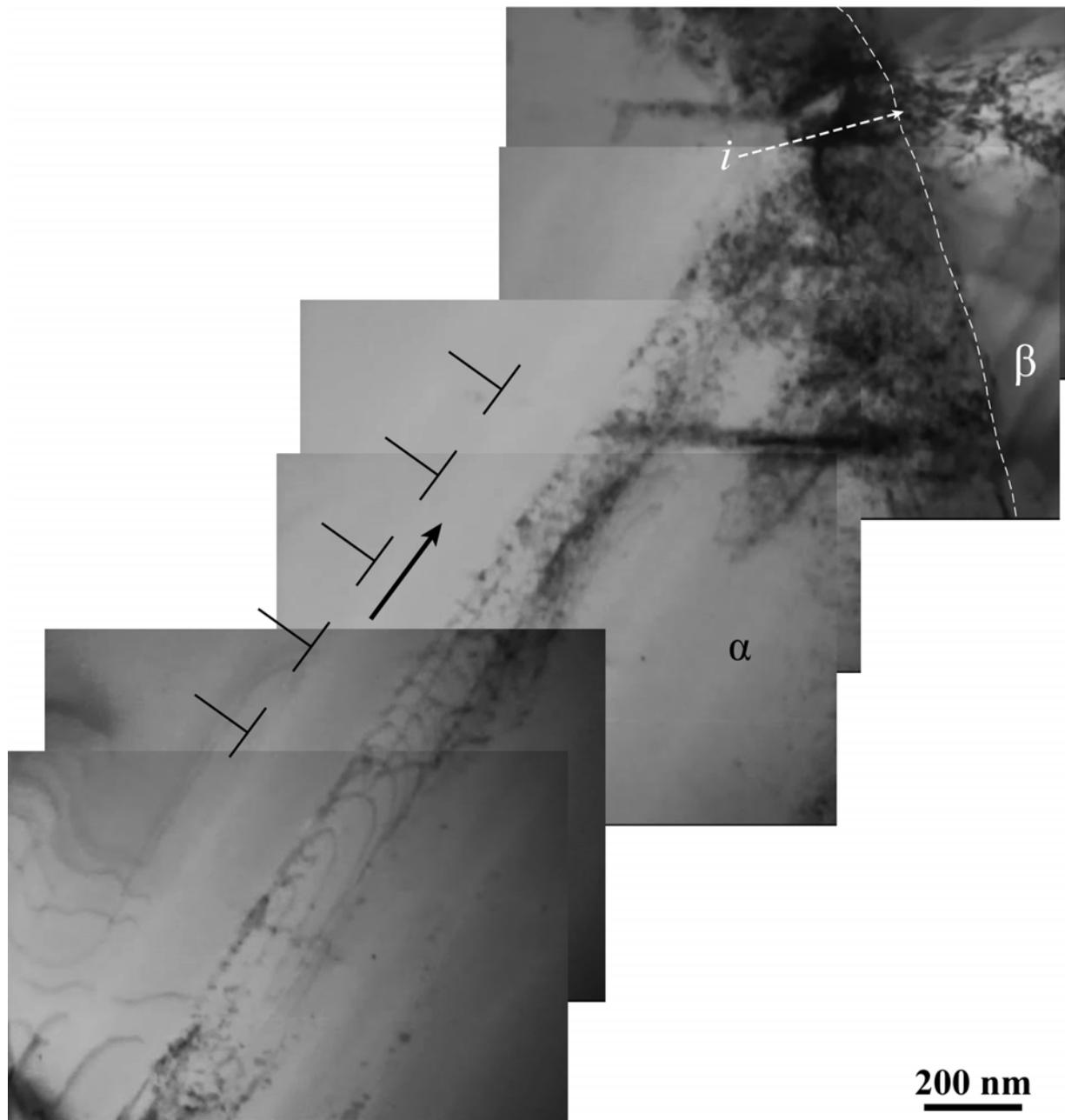


Figure 62. Empilement de dislocations dans la phase α_p de l'alliage Ti 17 généré par une source située au dessous de la zone observée lors d'un essai de déformation in situ.

La Figure 63 est un agrandissement de la zone interfaciale où arrivent les dislocations de l'empilement. Nous avons observé que ces dislocations ne traversaient pas directement l'interface. Nous observons également, dans la phase β , le mouvement corrélé de dislocations.

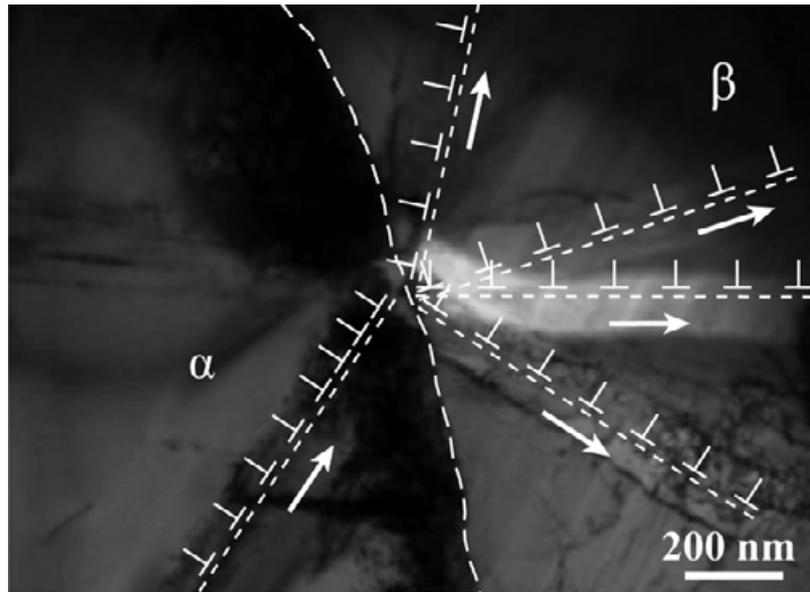


Figure 63. Différents systèmes de glissement activés dans la phase β .

Notre interprétation de cette séquence est la suivante :

Sous l'effet de la contrainte appliquée, une source de dislocations est activée au sein d'une plaquette α_p . Ces dislocations ne glissant pas dans un plan basal mais prismatique il leur est impossible de traverser « simplement » l'interface α_p/β . Néanmoins, l'empilement de dislocations généré par la source va être à l'origine d'une accumulation de contrainte contre l'interface α_p/β . La phase β qui est de structure cubique centrée offre un grand nombre de systèmes de glissement facilement activables et sous l'effet de la contrainte accumulée au niveau de l'interface va se déformer par l'intermédiaire de dislocations glissant dans différents plans qu'il ne nous a malheureusement pas été possible d'identifier clairement, l'échantillon s'étant brisé sous l'accumulation de contrainte.

La Figure 64 est un autre exemple de ce type de manifestation où une source de dislocations génère dans la phase α_p de l'alliage Ti 17 des dislocations dans un plan prismatique. Sous l'effet de la contrainte accumulée contre l'interface α_p/β des dislocations vont être générées dans la phase β .

Ainsi ces deux séquences de déformation in situ montrent que la déformation, au delà d'une certaine contrainte, peut se propager de la phase α_p vers la phase β même si les dislocations ne glissent pas dans des plans orientés favorablement, c'est à dire respectant les relations d'orientation liant ces deux phases.

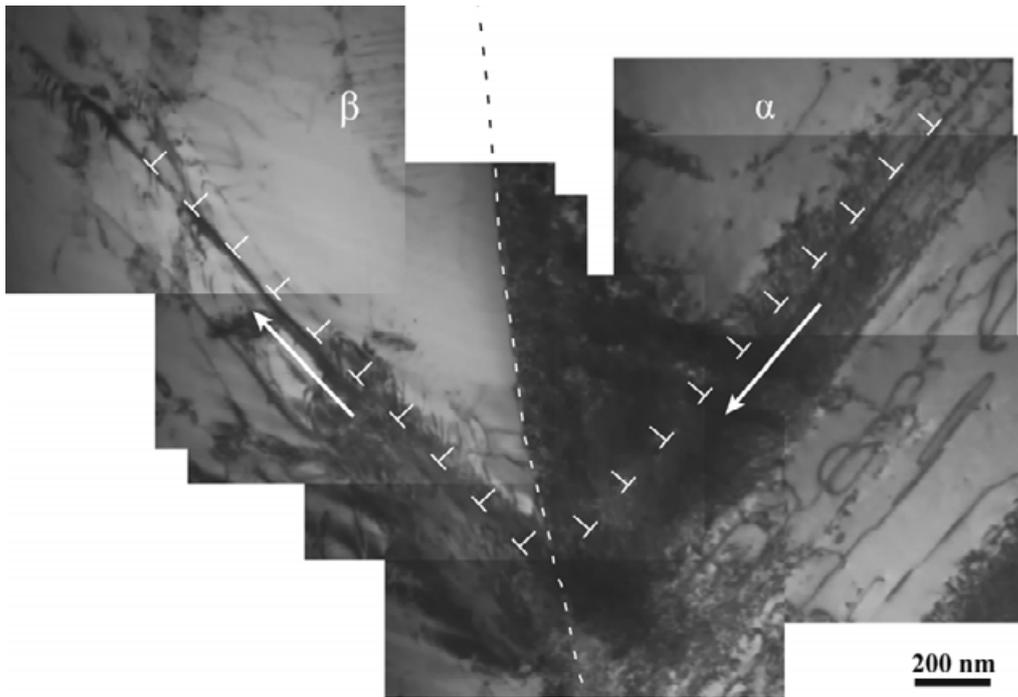


Figure 64. Empilement de dislocations dans la phase α_p de l'alliage Ti 17 généré par une source lors d'un essai de déformation in situ.

N.B. Une étude réalisée récemment au sein de notre équipe sur un alliage de TA6V alliant à la fois une préparation d'échantillon FIB-EBSD et déformation in situ dans un MET (Figure 65) a montré la traversée d'interface α_p/β par des dislocations. L'analyse détaillée des systèmes de glissement mis en jeu a permis de montrer qu'il s'agissait de dislocations de type $c+a$ glissant dans des plans pyramidaux. Nous avons pu mettre en évidence expérimentalement que le franchissement de l'interface α_p/β était facile pour ce type de dislocations, à l'intérieur de colonies lamellaires [Ding et al. 2011]. Donc, même si les dislocations ne glissent pas dans le plan basal, elles peuvent passer de la phase α à la phase β .

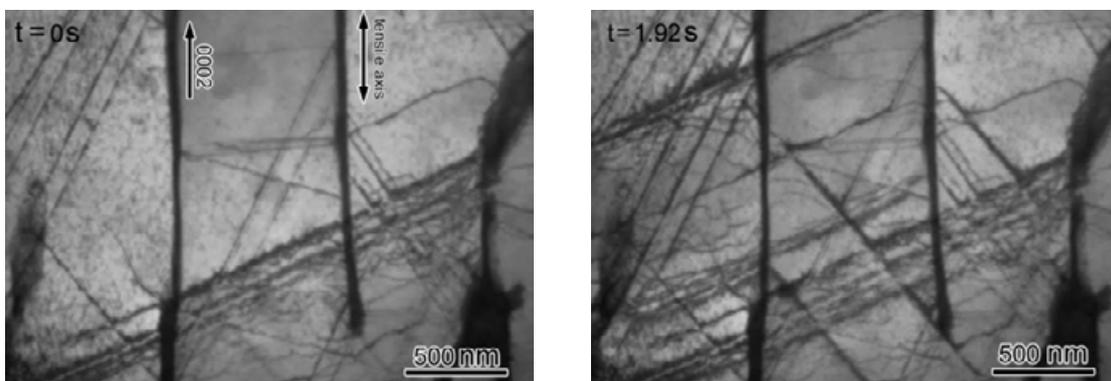


Figure 65. Séquence MET in situ réalisée sur un alliage de TA6V montrant le franchissement de phase β dans un alliage de TA6V. [Ding et al. 2011].

IV.3. Obstacles qui contrôlent la déformation dans la phase α_p

La compréhension des paramètres physiques pertinents à l'origine de la résistance des alliages étudiés nécessite une analyse fine des interactions entre les dislocations et les différents obstacles qui peuvent être extrinsèques mais aussi intrinsèques à ces dernières.

Comme nous l'avons souligné précédemment, il ne nous a pas été possible de procéder à une analyse précise et quantitative des micro-mécanismes de déformation de la phase β . Nous nous focaliserons ici sur les mécanismes de déformation qui concernent la phase α_p et que nous avons étudiés. Cette phase est le siège de différents micro-mécanismes qui vont être détaillés dans ce qui suit.

La Figure 66 montre une séquence réalisée au cours d'un essai de déformation in situ au sein de la phase α_p de l'alliage Ti 17. Sur la Figure 66a nous observons la présence de deux paires de dislocations notées A et B possédant un vecteur de Burgers de type **a**. Ces deux paires sont constituées respectivement des dislocations 1, 2 et 3, 4. La paire A ne va que très peu évoluer au cours du temps. La paire B, elle, se déplace vers la gauche de la zone observée dans le plan basal. Sur la Figure 66b la dislocation notée 3 va s'épingler sur un obstacle noté *i*. Sur la Figure 66c la dislocation 3 a cisailé le précipité *i* et c'est maintenant la dislocation 4 qui est épinglée sur celui-ci. Sur les Figure 66d et e, nous observons que la dislocation 4 est toujours épinglée sur l'obstacle *i* et que le cisaillement du précipité ne s'est toujours pas produit. Sur la Figure 66f la dislocation 4 n'est plus épinglée par le nano précipité. De plus, nous n'observons aucun contraste résiduel. Nous pouvons également observer sur cette séquence que les dislocations de la paire B ont tendance à s'aligner selon une direction préférentielle, la direction vis.

Ainsi à partir de cette séquence nous pouvons souligner trois mécanismes importants. Ils vont contrôler la mobilité des dislocations et donc le comportement en déformation du matériau :

- La présence de nano-précipités qui crée un durcissement structural.
- L'existence d'un ordre local qui se manifeste ici par la présence de paires de dislocations.
- La structure de cœur des dislocations particulière à l'origine de la rigidité des brins vis.

Aussi au cours des paragraphes suivants, nous allons essayer de quantifier chacun de ces mécanismes indépendamment les uns des autres.

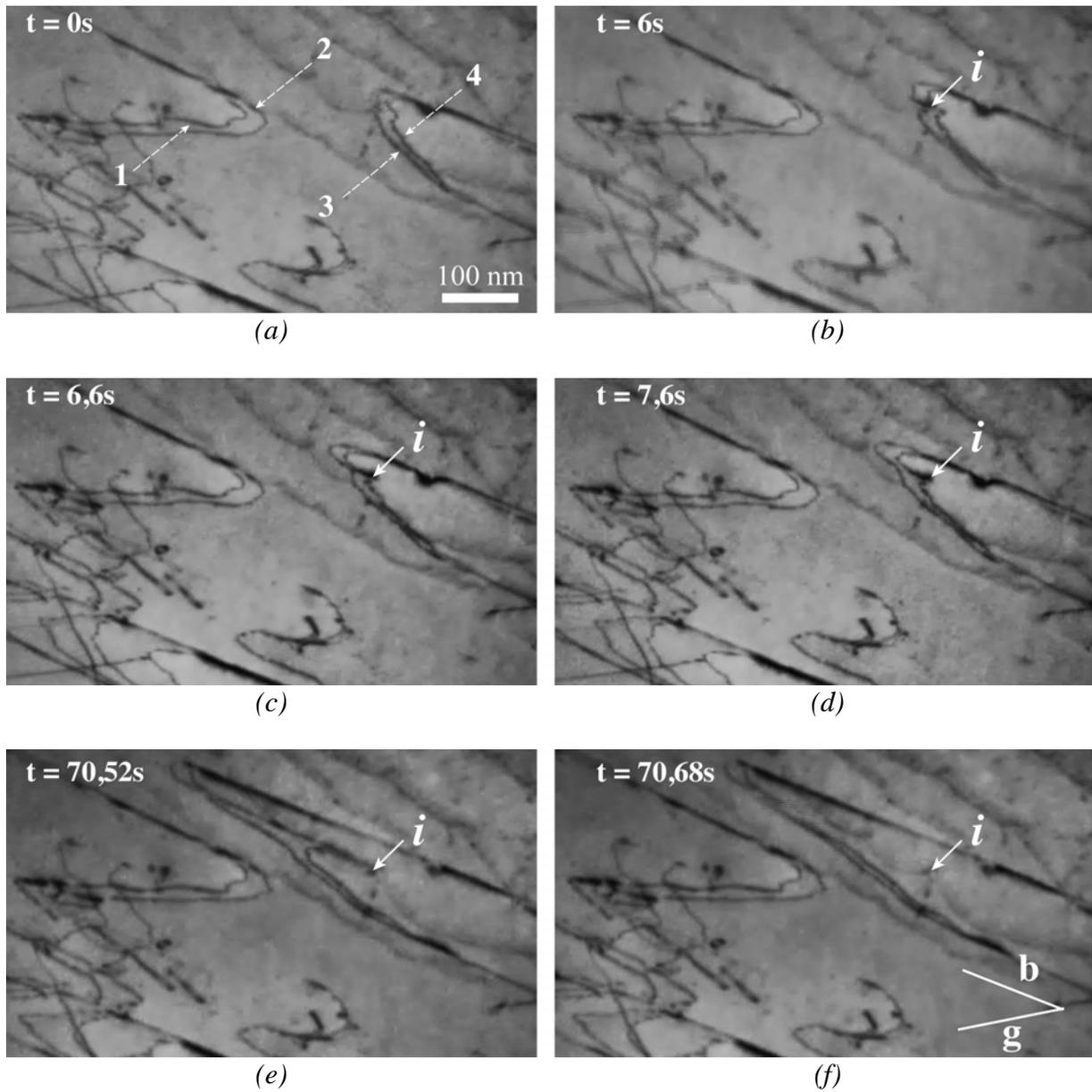


Figure 66. Séquence de déformation *in situ* prenant place dans la phase α_p d'un alliage de Ti 17 présentant deux dislocations qui vont tout à tour se bloquer puis cisailier un précipité.

IV.3.1. Durcissement structural

Le durcissement structural résulte de l'interaction des dislocations avec une fine répartition de précipités [Ardell 1985]. Ici, nous avons identifié des obstacles de taille nanométrique qui gênent le mouvement des dislocations. La Figure 66 met en évidence une situation de ce type où effectivement les dislocations 1, 2, 3 et 4 sont épinglées sur des obstacles extrinsèques au sein de la phase α_p de l'alliage Ti 5553 déformé macroscopiquement de 0,8%. Nous pouvons clairement observer que la dislocation 4 est ancrée en i, j et k tandis que la dislocation notée 3 est épinglée par exemple par le nano obstacle l . Ce type d'observation est très fréquent dans nos alliages que ce soit dans le Ti 5553 ou le Ti 17.

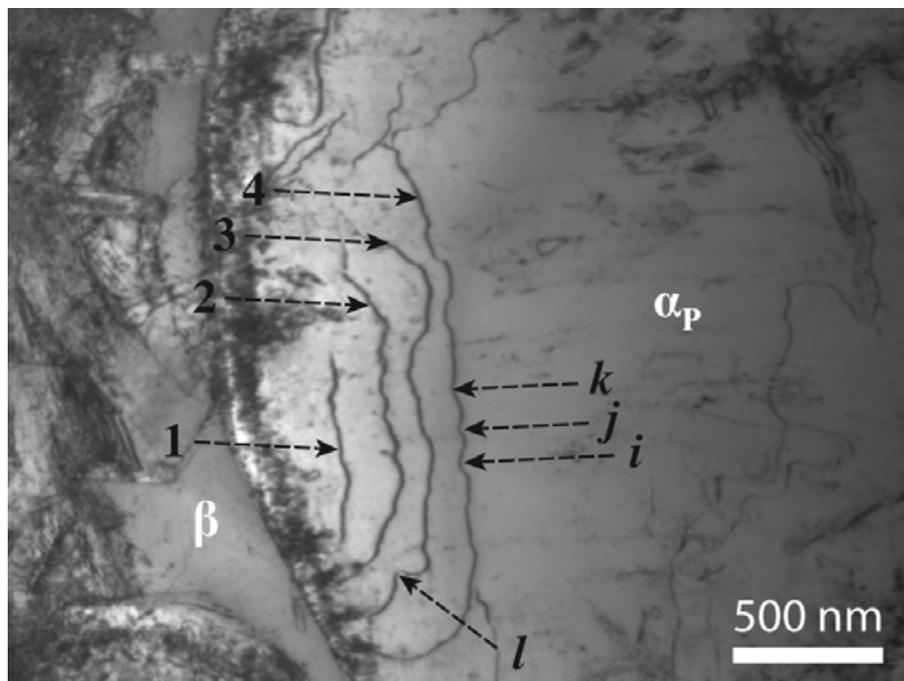


Figure 67. Dislocations épinglées par de nano obstacles dans la phase α_p de l'alliage Ti 5553.

La Figure 68 en est un autre exemple. Lors d'un essai de déformation in situ une source de dislocations a été activée. Cette séquence présente l'émission de dislocations dans une plaquette α_p de l'alliage Ti 17. Les dislocations ont un vecteur de Burgers de type $\mathbf{b} = a/3[\bar{1}2\bar{1}0]$. Ce vecteur de Burgers est un vecteur de type \mathbf{a} comme celui de la majorité des dislocations des alliages de titane déformés à température ambiante. Ces dislocations sont toutes émises et glissent dans le même plan prismatique ($10\bar{1}0$), la source se situe en dessous de la zone investiguée sur la Figure 68. Durant l'essai ce sont plus de cinquante dislocations qui ont été émises et toutes possèdent les mêmes caractéristiques.

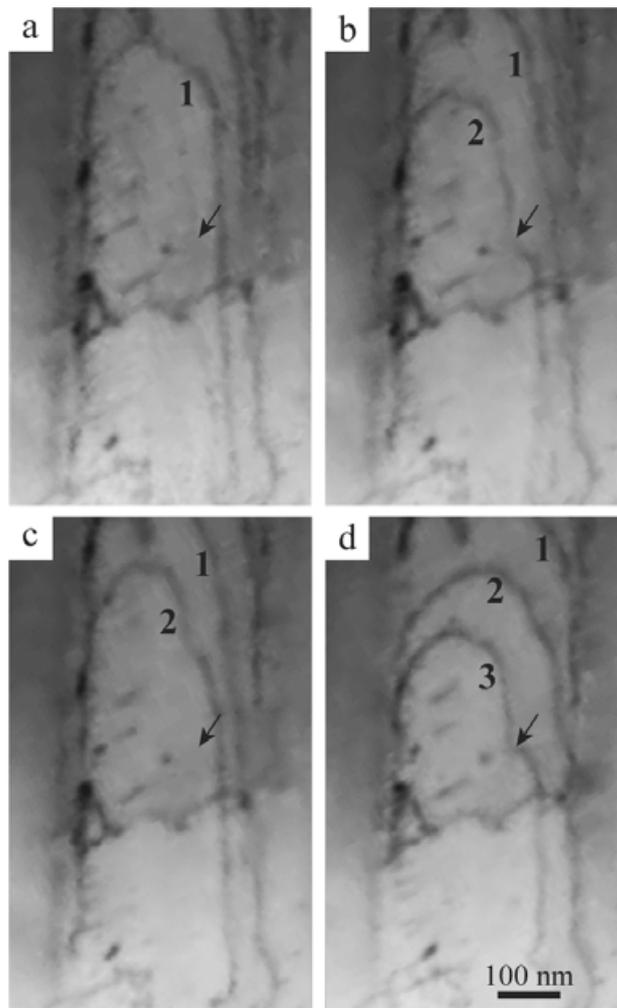


Figure 68. Séquence présentant l'activation d'une source de dislocations dans la phase α_p durant un essai *in situ*. La flèche présente toujours le même point sur toutes les micrographies, et, à cet endroit se trouve un nano obstacle qui n'est pas visible compte tenu des conditions de diffraction utilisées mais qui bloque temporairement les dislocations 2 et 3.

Nous pouvons observer sur la Figure 68a une dislocation notée 1 qui se déplace vers le haut de la zone observée, cette dislocation est essentiellement allongée le long de sa direction vis. Sous la contrainte appliquée lors de l'essai, une dislocation notée 2, vient se placer sur la zone observée et s'arrêter à proximité de la dislocation 1. Nous notons que la dislocation 2 est maintenant épinglée en différents points et tout particulièrement sur le nano-obstacle pointé par la flèche. La Figure 68c présente cette même zone 80 ms plus tard. La dislocation 2 n'est plus ancrée sur le nano obstacle. Les observations ne montrent pas la présence d'éventuel contraste à l'emplacement de l'obstacle. On peut en déduire que la dislocation n'a pas laissé de boucle autour de celui-ci, ni que celle-ci a dévié, ainsi le mécanisme d'interaction dislocation / nanoprécipité est le cisaillement.

Sur la Figure 68d, une troisième dislocation notée 3 est apparue. Cette dislocation est également épinglée sur le même précipité qui a déjà épinglé la dislocation 2. Ceci atteste bien que l'obstacle n'est pas intrinsèque mais bel et bien extrinsèque à la dislocation.

Cette séquence permet d'affirmer que:

- Ces obstacles sont extrinsèques
- Le franchissement de ces obstacles s'effectue par cisaillement

La nature de ces obstacles est délicate à obtenir de façon certaine. Cependant les diagrammes de diffraction en aire sélectionnée réalisés dans la phase α_p présentent de faibles taches de sur-structure caractéristiques de la phase ordonnée α_2 (Ti_3Al) (Figure 69). Compte tenu de leur très petite taille, ces nano précipités α_2 sont très difficiles à observer. Notons cependant que certains auteurs ont également montré la présence de phase α_2 dans la phase α_p d'un Ti 5553 [Cotton et al. 2007] ainsi que dans la phase α d'un TA6V [Gysler et Lütjering 1982].

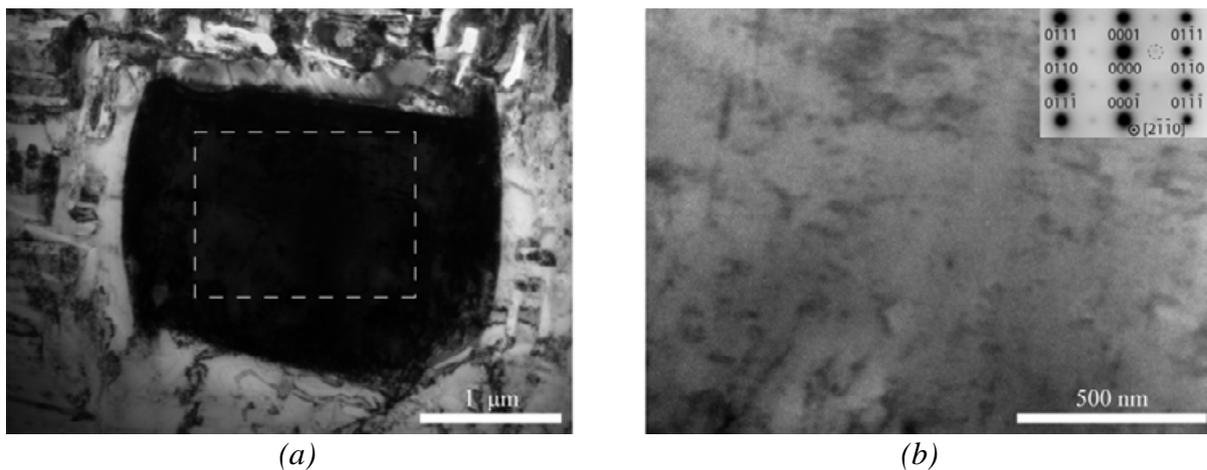


Figure 69. Micrographies MET présentant un nodule α_p dans le Ti 5553 (a). Le cliché (b) est réalisé en champ sombre sur la zone encadrée de la micrographie (a) à partir de l'onde entourée sur le cliché de diffraction (axe de zone $[2\bar{1}\bar{1}0]$). Les spots de surstructures sont dus à la structure ordonnée α_2 (Ti_3Al).

Afin de quantifier la contribution de ces nano obstacles à la limite élastique du matériau nous avons utilisé la relation établie par Hirsh et Kelly [Hirsch et Kelly 1965] puis par Deschamp et Bréchet [Deschamps et Bréchet 1998] qui permet d'effectuer un lien entre l'aspect microscopique et les propriétés macroscopiques :

$$\sigma = \frac{M \langle F \rangle}{b \langle d \rangle} \quad (9)$$

où σ est la contribution du durcissement structural à la limite élastique, $\langle F \rangle$ la résistance moyenne d'un seul nano précipité, b la norme du vecteur de Burgers et $\langle d \rangle$ la distance moyenne entre deux précipités le long d'une ligne d'ancrage constituée par une dislocation épinglée par les précipités, M la constante de Taylor qui est relative à la cristallographie du matériau et vaut 5 pour le titane hexagonal [Tanaka et Conrad 1972, Okazaki et Conrad 1973].

Au cours de la thèse de F. Delmas sur le durcissement structural des alliages d'aluminium, il a été clairement montré que les paramètres à considérer pour quantifier le durcissement structural sont :

- La distance moyenne $\langle d \rangle$ entre deux précipités le long d'une ligne d'ancrage.
- La résistance moyenne de ces précipités $\langle F \rangle$.

Ces deux paramètres peuvent être mesurés seulement lors d'expériences de déformation MET in situ.

a. Mesure de la distance moyenne $\langle d \rangle$.

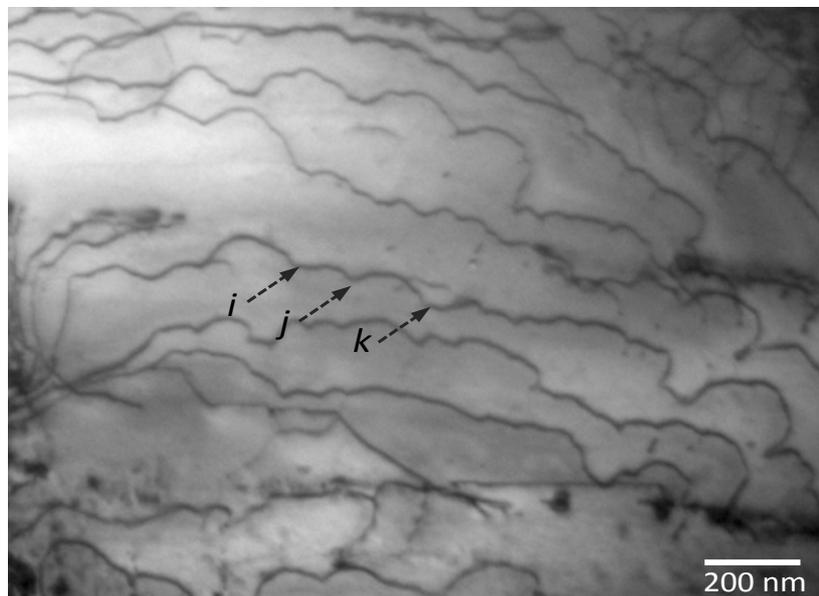


Figure 70. Dislocations sous contrainte épinglées sur des nano précipités dans la phase α_p du Ti 17.

La Figure 70 présentent des dislocations au sein d'une plaquette α_p dans l'alliage Ti 17, sous contrainte lors d'un essai de déformation in situ. Ces dislocations possèdent un vecteur de Burgers $\mathbf{b} = a/3[\bar{1}2\bar{1}0]$ et glissent dans le plan prismatique $(10\bar{1}0)$.

Cette micrographie MET met bien en évidence le grand nombre de points d'épinglage le long d'une ligne de dislocation. Ces obstacles sont notés i, j, k,... Nous avons donc utilisé ce type d'images pour obtenir une mesure expérimentale de la distance entre deux précipités le long d'une ligne d'ancrage et fait les corrections suggérées par F. Delmas [Delmas 2002] (corrections de projection).

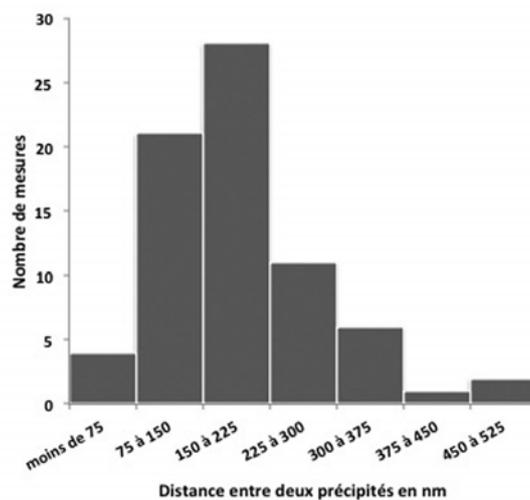


Figure 71. Histogramme présentant la distribution des distances entre deux précipités le long d'une ligne d'ancrage. Les mesures ont été effectuées sur la micrographie illustrée Figure 62.

Un exemple de la distribution des distances séparant deux précipités consécutifs le long d'une ligne de dislocation dans son plan de glissement est donné par l'histogramme présenté Figure 71. Pour une telle répartition il est difficile de définir une valeur moyenne $\langle d \rangle$, aussi nous avons pris le parti d'utiliser la valeur la plus fréquente pour $\langle d \rangle$ qui nous paraît aussi être la plus pertinente pour obtenir une valeur moyenne de la contrainte associée au durcissement structural soit :

$$\langle d \rangle = 180 \pm 40 \text{ nm}$$

b. Mesure de la résistance moyenne.

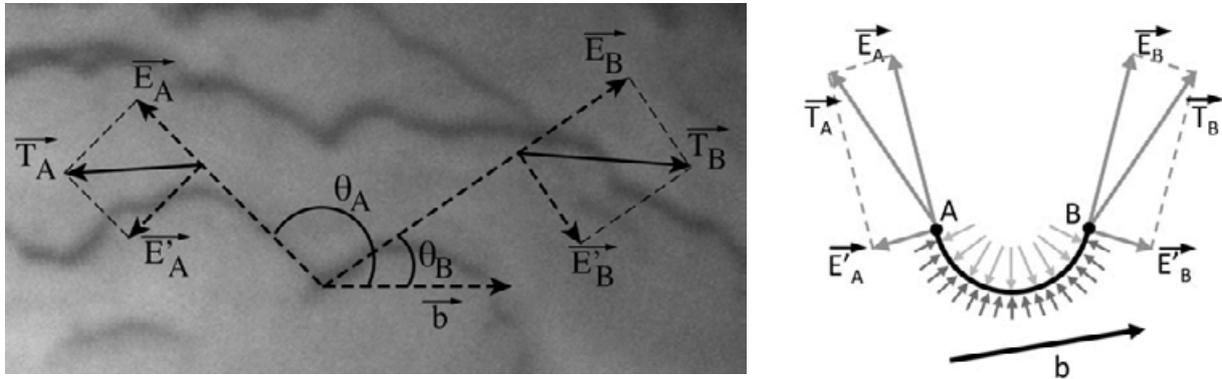


Figure 72. Schémas illustrant le bilan des forces s'exerçant sur un brin de dislocation en équilibre contre un précipité sphérique au dernier instant avant que celle-ci ne cisaille l'obstacle.

Pour déterminer la résistance moyenne d'un nano obstacle nous avons utilisé la méthode proposée par Hazzledine [Hazzledine et al. 1984]. Le principe de cette méthode a été présenté dans le chapitre I et nous l'appliquons ici. Ainsi une dislocation se déplaçant dans son plan de glissement sous l'action d'une contrainte extérieure appliquée τ se retrouve en équilibre contre un précipité sphérique. Les points A et B sont les deux points au delà desquels la dislocation n'est plus en contact avec le précipité. Les forces exercées sur l'arc de dislocation AB épinglé par le précipité au dernier moment avant que celle-ci ne le cisaille peuvent être calculées en réalisant le bilan des forces qui s'exerce sur l'arc de dislocation \overline{AB} :

$$\vec{R}_n = \vec{T} + \vec{F}_a \quad (10)$$

avec

\vec{R}_n la résultante des forces appliquées par le précipités sur l'arc de dislocation \overline{AB} .

\vec{T} la somme des forces s'exerçant en A et B et qui résulte de la tension de ligne, c'est à dire la force exercée par le reste de la dislocation sur l'arc de dislocation \overline{AB} .

\vec{F}_a est la force appliquée et compte tenu de la loi de Peach-Koehler $\|\vec{F}_a\| = \tau b l_{AB}$. A cause de la taille nanométrique des obstacles, la longueur l_{AB} de l'arc \overline{AB} est très petite (environ quelques nanomètres) et la force \vec{F}_a devient donc négligeable devant la force \vec{T} . En conséquence nous pouvons approximer la résistance d'un nano obstacle par :

$$\vec{R}_n = \vec{T} \quad (11)$$

La force \vec{T} possède deux composantes : la première est tangente à la ligne de dislocation et de module E, où E est l'énergie de ligne de la dislocation. La seconde composante est perpendiculaire à la ligne de dislocation et tend à faire tourner le segment de dislocation vers la direction possédant une énergie minimale correspondant à la direction vis. La deuxième composante possède un module noté E' qui est une dérivée de E par rapport au caractère θ de la dislocation. Ainsi d'après les lois de l'élasticité :

$$E(\theta) = \frac{\mu b^2}{4\pi} \left(\cos^2 \theta + \frac{\sin^2 \theta}{1-\nu} \right) \ln \left(\frac{L}{r_c} \right) \quad (12)$$

$$E'(\theta) = \frac{\partial E(\theta)}{\partial \theta} = \frac{\mu b^2}{4\pi} \frac{\nu \sin 2\theta}{1-\nu} \ln \left(\frac{L}{r_c} \right) \quad (13)$$

Avec μ le module de cisaillement (41,4 GPa pour le titane pur)

ν le coefficient de Poisson (usuellement pris à 0,34 pour les alliages de titane multiphasé α/β)

b la norme du vecteur de Burgers, ici de type \mathbf{a} donc égal à 0,274 nm

L l'extension du champ de déformation de la dislocation $\approx 4 b$

r_c le rayon de cœur de la dislocation = b

θ le caractère de la dislocation

Ainsi en réalisant une mesure systématique des angles d'échappement θ_A et θ_B pour un grand nombre de points d'épingleage, nous avons obtenu une valeur moyenne de la résistance par précipité de :

$$\langle F \rangle = 1,6 \pm 0,5 \text{ nN}$$

c. Contribution du durcissement structural.

Disposant de la résistance moyenne d'un nano obstacle, de la distance moyenne entre deux précipités le long d'une ligne d'ancrage et la norme du vecteur de Burgers étant de 0,274 nm, la contribution du durcissement à la limite élastique de la phase α_p est ainsi de :

$$\sigma = 160 \pm 50 \text{ MPa}$$

Il est maintenant intéressant de comparer cette valeur à la limite élastique théorique de la phase α hexagonale pure du titane qui est comprise entre 250 et 400 MPa. Ainsi la

précipitation de ces nano obstacles présumés comme étant des nano précipités de Ti_3Al engendre une hausse comprise entre 40 et 60% de la limite élastique.

IV.3.2. Ordre local

Dans certains nodules de Ti 5553 ou plaquettes de Ti 17 les dislocations se déplacent par paires comme nous l'avons vu Figure 62.

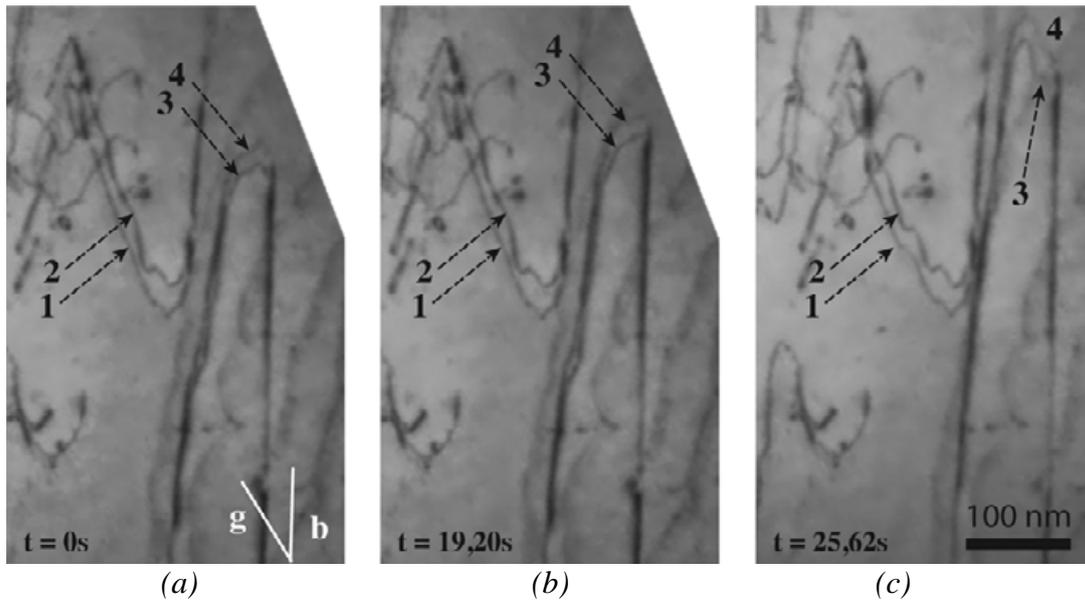


Figure 73. Séquence *in situ* présentant le mouvement corrélé de deux paires de dislocations dans la phase α_p de l'alliage Ti 17.

La Figure 73 présente deux paires de dislocations glissant sous contrainte dans le plan de base d'une plaquette α_p de l'alliage Ti 17. Ces dislocations ont un vecteur de Burgers de type **a**. La première paire est constituée des dislocations notées 1 et 2 tandis que la deuxième est constituée des dislocations notées 3 et 4. La première paire se déplace vers le bas de la zone étudiée, la deuxième paire vers le haut de cette même zone. Pour ces deux cas les dislocations composant la paire avancent de manière corrélée, la paire avançant de façon saccadée. Nous noterons également la présence de point d'épingle gênant la propagation de la première paire ainsi que l'alignement de la deuxième paire selon sa direction vis.

La Figure 74 présente cinq paires de dislocations arrachées de l'interface α_p/β et glissant vers la gauche de la zone observée dans une plaquette de phase α_p de l'alliage Ti 17. Les paires numérotées de 1 à 4 empruntent toutes le même chemin, elles glissent dans le plan de base et les dislocations les constituant possèdent un vecteur de Burgers de type **a**. On peut se rendre compte sur cette micrographie que l'écart entre la première et la deuxième dislocation de

chaque paire augmente. Ainsi la distance séparant la première dislocation de la deuxième est de 26 nm pour la première paire, de 55 nm pour la deuxième, de 88 nm pour la troisième et de 199 nm pour la paire n°4. La paire n°5 glisse également dans le plan de base mais les dislocations la constituant possèdent un vecteur de type **a** différent du précédent et s'aligne selon leur direction vis.

La présence de paires de dislocations est aujourd'hui bien identifiée comme la signature d'un ordre local qui peut être à courte (OCD) ou à longue distance (OLD). C'est dans les alliages base nickel et les Ni-Cr que des études les plus approfondies sur l'ordre local ont été menées (citons par exemple les travaux de Clément et al. [Clément et al. 1996, Clément et al. 1996] ou encore de Pettinari et al. [Pettinari-Sturm et al. 2006]).

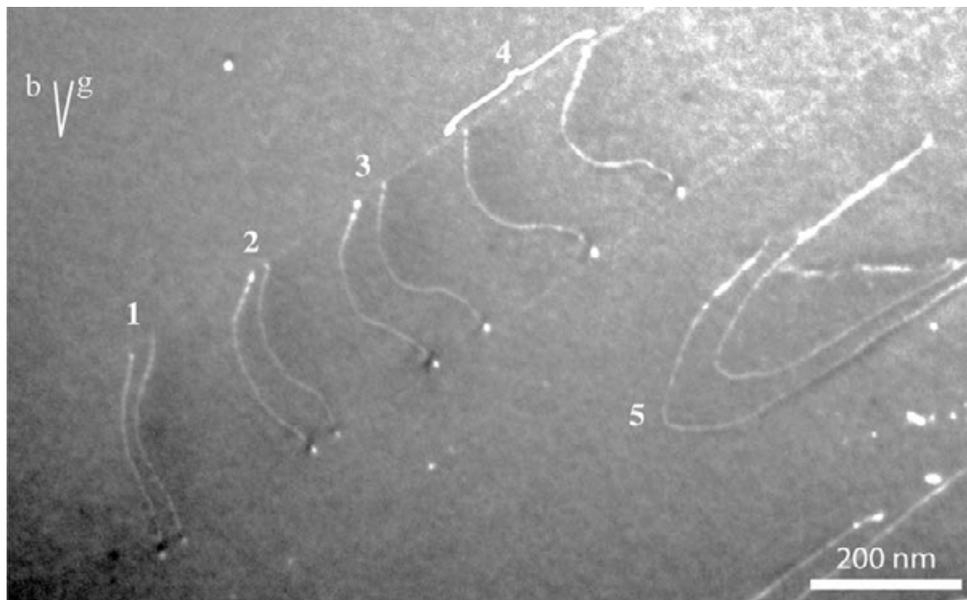


Figure 74. Micrographie en champ sombre présentant des paires de dislocations dans la phase α_p de l'alliage Ti 17.

Il a été montré qu'en présence d'OCD, les dislocations s'empilent, les deux dislocations de tête (et elles seules) formant une paire. Cette distribution des dislocations s'explique de la façon suivante : La présence d'OCD est à l'origine d'une contrainte de friction supérieure à la limite d'élasticité résolue, si bien que lors d'un essai à vitesse de déformation imposée, une dislocation seule ne peut pas vaincre l'obstacle diffus constitué par l'OCD. Les dislocations s'empilent alors pour créer le supplément de contrainte en tête d'empilement nécessaire au franchissement de cet obstacle. Par ailleurs, la propagation de la première dislocation de l'empilement détruit en grande partie cet ordre. Il se crée alors un défaut auquel on peut associer une énergie qui peut être évaluée expérimentalement [Pettinari-Sturm et al. 2006].

On montre que l'énergie associée aux défauts dus aux passages successifs des dislocations décroît très rapidement dès la deuxième dislocation, ce qui permet d'expliquer l'appariement des 2 dislocations de tête.

Dans le cas de précipités ordonnés (à longue distance), on observe la présence d'une ou plusieurs dislocations appariées qui correspondent au nombre de dislocations nécessaires pour cisailer le précipité. Si on note n le nombre de paires de dislocations de vecteur de Burgers b , le diamètre des précipités cisailés s'obtient par la relation (cf. Figure 74) :

$$d = 2 n b \quad (14)$$

Dans les solutions solides complexes, il peut coexister de l'OCD et de l'OLD, l'OCD pouvant être dans ce cas prémonitoire de nanoprecipités ordonnés à longue distance.

Dans les alliages de Titane, la présence d'OCD a été identifiée dans le TA6V au cours de la thèse de Castany et dans un alliage modèle de Titane (Ti-6Al) par Neeraj et al. [Neeraj et al. 2000]

Dans les alliages étudiés ici, nous avons observés simultanément la présence d'empilements avec une paire de dislocations en tête, la présence d'une unique paire et la présence de plusieurs paires. Par ailleurs, nous avons mis en évidence l'existence de tache de surstructure (de type Ti_3Al), de façon systématique dans la phase α_p (cf Figure 69a). L'utilisation de la technique du champ sombre à partir d'une tache de surstructure n'a pas permis de révéler de façon explicite l'existence de précipités (cf. Figure 69b). On peut ainsi penser que, dans les alliages étudiés, coexistent des zones ordonnées à courte distance et des nanoprecipités ordonnés à longue distance.

Il est possible de définir la dimension des zones ordonnées : l'OCD peut être décrit comme des obstacles diffus de taille $d = 2b$ soit 0,55 nm [Pettinari-Sturmel et al. 2006]. Pour ce qui est des nanoprecipités ordonnés, ayant observé en moyenne 3 paires, leur diamètre peut être évalué autour de 1,65 nm.

Enfin, il faut souligner que l'existence ou pas d'ordre local est conditionnée par la "chimie" du matériau. Une légère variation de composition chimique peut favoriser ou au contraire défavoriser la présence d'ordre local. Expérimentalement :

- nous n'avons pas identifié d'ordre dans les phases α_s
- nous avons étudiés des alliages de Ti 17 proposé par l'IJL qui avaient la particularité de ne pas avoir subi de revenu et donc la croissances des lamelles α_s n'a pas eu lieu. Les clichés de diffraction électronique réalisés dans la phase α_p de cet alliage ne présentaient pas de surstructure et donc ne possédaient pas de phase Ti_3Al .

Pour conclure, quelle que soit la nature de cet ordre local (OCD ou OLD) il peut être décrit comme un obstacle nanométrique gênant la propagation des dislocations. Il est évident qu'il influence les modes de propagation des dislocations et participe ainsi à la résistance de l'alliage.

IV.3.3. Structure de cœur des dislocations

Il est maintenant admis que dans le titane pur la déformation est avant tout contrôlée par la propagation des segments vis des dislocations. La faible mobilité des segments vis est due à leur structure de cœur qui présente deux configurations : une configuration stable et sessile étalée tri dimensionnellement dans plusieurs plans et une configuration métastable et glissile permettant aux dislocations d'avancer. Ceci a également été montré entre autres par Castany dans la phase α d'un alliage de TA6V. En effet l'auteur montre que la partie vis de la dislocation est beaucoup moins rapide que la partie coin et ceci aussi bien dans les nodules α_p que dans les lamelles α_s . Nous avons également été confronté à ce genre de situation dans la phase α_p de nos alliages de titane β -métastables. La Figure 75 est une bonne illustration de cette situation. En effet elle présente un certain nombre de dislocations toutes alignées selon une direction préférentielle, la direction vis.

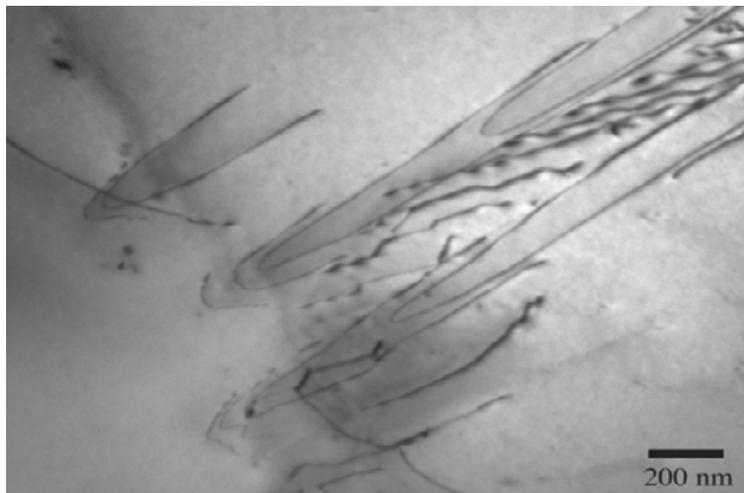


Figure 75. Micrographie MET présentant des dislocations s'alignant selon leur direction vis.

De plus, les dislocations vis se propagent de manière très saccadée par une succession de sauts. La Figure 76 est une illustration de ces propos. En effet, elle présente trois clichés d'une expérience de déformation in situ. Sur le cliché (a), on observe deux dislocations notées 1 et 2. Ces deux dislocations sont parfaitement immobiles. La dislocation notée 1 ainsi que le

point noté i ne bougeront pas lors de l'expérience et serviront ainsi de repère. Le cliché (b) a été réalisé seulement quelques dixièmes de secondes plus tard. Sur ce cliché nous nous rendons compte que la dislocation notée 2 s'est éloignée de la dislocation 1 en se déplaçant vers la droite de la zone d'observation, ce déplacement s'est fait par sauts puis la dislocation s'arrête dans une situation d'équilibre. En résumé, la dislocation 2 est passée de (a) à (b) par l'intermédiaire d'un saut. Enfin, le même phénomène est observé lors du passage du cliché (b) vers le cliché (c). La dislocation 2 immobile en (b) s'est rendue en (c) en réalisant un saut, puis s'est de nouveau immobilisée.

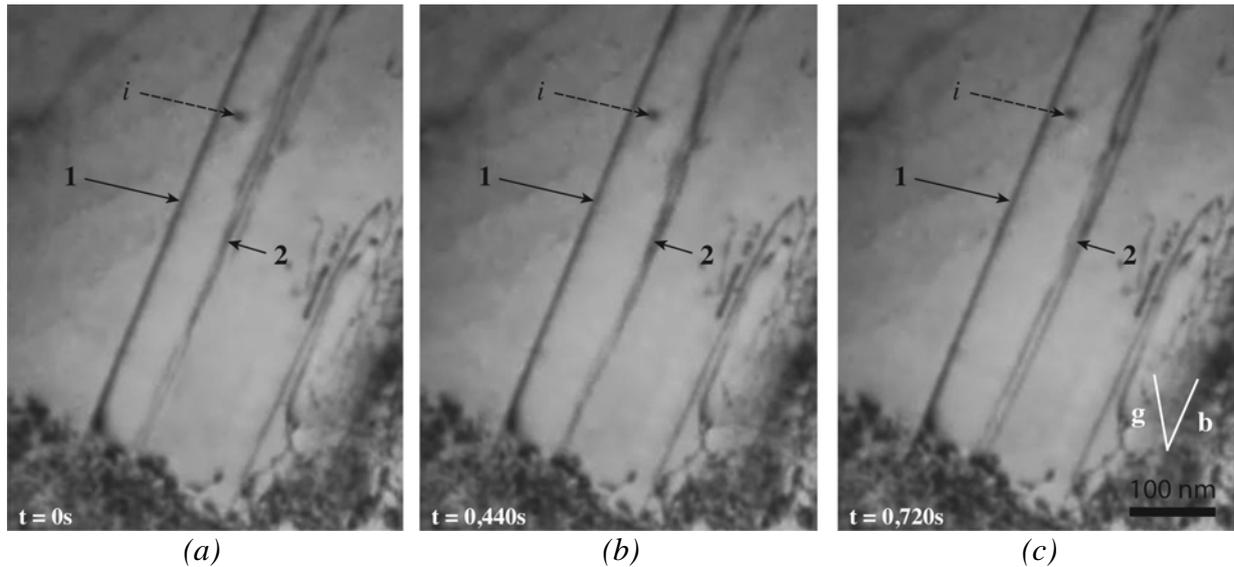


Figure 76. Mouvement saccadé d'une dislocation vis.

Lors du premier chapitre nous avons vu que c'est le passage de la configuration de cœur sessile à la configuration glissile qui est le phénomène contrôlant le mouvement des dislocations vis, comme nous venons de le montrer ces dislocations se déplacent alors en réalisant une succession de sauts rapides menant ainsi à un mouvement saccadé. Enfin, nous pouvons facilement penser que plus le brin vis sera long, plus la dislocation aura du mal à avancer, car l'ancrage sera d'autant plus important.

Aussi nous avons voulu connaître l'énergie de l'ancrage de ces dislocations.

Pour se faire nous avons repris le protocole proposé par Castany [Castany et al. 2007] et qui se base sur la comparaison entre la forme d'une boucle de dislocation expérimentale sous contrainte et une boucle de dislocation modélisée.

La variation classique de l'énergie par unité de longueur $E(\theta)$ d'une dislocation en fonction de son caractère θ est donnée en élasticité linéaire isotrope par la relation :

$$E(\theta) = E_v \left(\cos^2 \theta + \frac{\sin^2 \theta}{1 - \nu} \right) \quad (15)$$

$$\text{avec } E_v = \frac{\mu b^2}{4\pi} \ln \left(\frac{L}{r} \right) \quad (16)$$

Avec E_v est l'expression de l'énergie du brin vis, μ le module de cisaillement, ν le coefficient de Poisson, b la norme du vecteur de Burgers, r le rayon de courbure de cœur de la dislocation et L la taille du grain.

Comme l'énergie des brins vis est inférieure à celle des brins coin et mixte, les parties à caractère vis sont majoritaires et la boucle est naturellement allongée selon la direction vis.

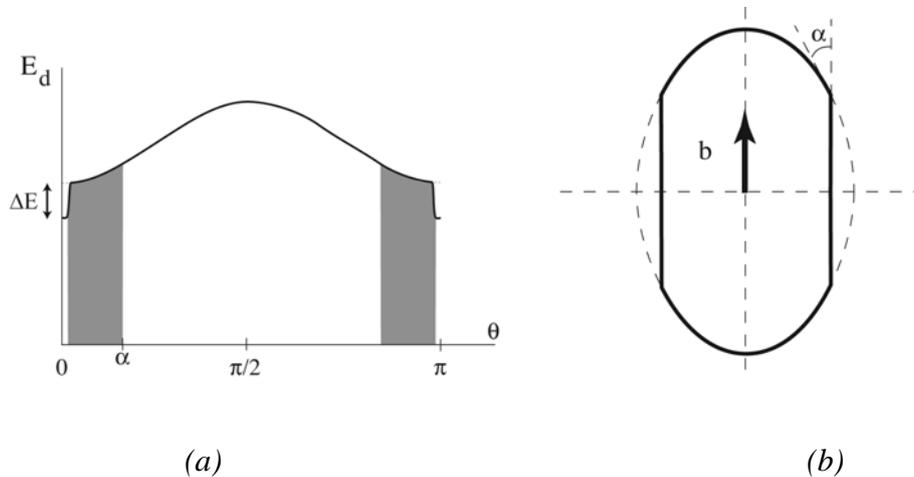


Figure 77. Energie d'une dislocation en fonction de son caractère dans le cas où la direction vis est plus stable que dans le cas classique (a). Les zones grisées correspondent à des orientations défavorables du point de vue énergétique. (b) est une représentation de la boucle de dislocation correspondant faisant apparaître α l'angle d'échappement.

La Figure 77a représente l'évolution de $E(\theta)$ pour le cas d'une dislocation ancrée le long de sa direction vis et la Figure 77b représente cette boucle de dislocation. Nous pouvons supposer que ce cas diffère du cas précédent seulement par le caractère vis de la dislocation. En effet, l'orientation vis préférentielle est guidée par un abaissement noté ΔE du niveau d'énergie de la dislocation. Cet abaissement du niveau d'énergie correspond au niveau d'énergie le plus favorable. Ce qui signifie que plus la dislocation est alignée le long de sa direction vis plus l'abaissement de son niveau d'énergie ΔE sera important. Ainsi nous avons mesuré expérimentalement l'angle que fait le brin vis de la dislocation par rapport au reste de la dislocation [Douin et al. 2009]. Nous appellerons cet angle : angle d'échappement (cf. Figure 78).

Nous avons ainsi mesuré les angles d'échappement des dislocations vis. Nous avons réalisé des mesures dans la phases α_p , les phases α_s étant trop fines pour se prêter à ce type de mesures. Les valeurs des angles sont présentées sur l'histogramme Figure 79. La valeur moyenne de ces angles est de $26^\circ \pm 3$.

Nous remarquons cependant une certaine dispersion dans les valeurs de ces angles, probablement due à la présence des nano obstacles influençant la courbure de ces dislocations, aussi la valeur moyenne de 26° est celle qui sur les micrographie MET présente les dislocations vis qui ne semblent être soumises à aucun phénomène extérieur (nano précipités, autres dislocations...).

A partir de la mesure de ces angles nous avons pu en utilisant la relation analytique établie par Douin et al. [Douin et al. 2009] remonter à la valeur de $\Delta E_v/E_v$ qui est ici de

$$\frac{\Delta E}{E} = 1 - \frac{(1 - 2\nu)\cos\alpha + \cos^3\alpha}{1 - \nu} = 0,20 \pm 0,03 \quad (17)$$

Nous remarquerons toutefois que cette modélisation est réalisée dans l'approximation de la tension de ligne et ne prend donc pas en compte les interactions entre les différents brins de la boucle et par conséquent n'est pas valable pour les boucles trop petites (c'est à dire ayant un diamètre inférieur à environ $1000b$).

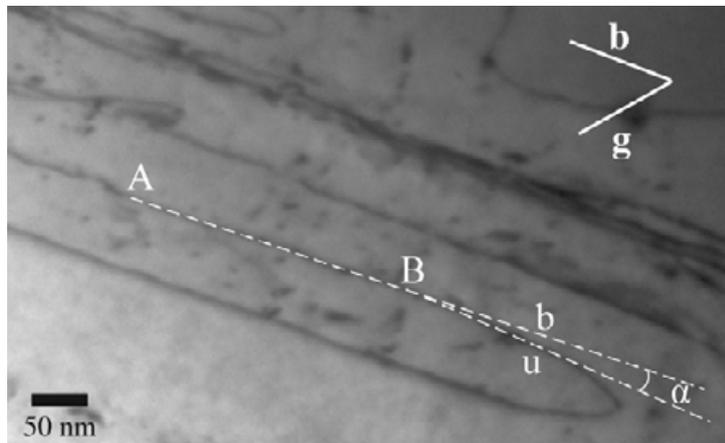


Figure 78. Micrographie MET d'une boucle de dislocation sous contrainte, l'angle d'échappement α est représenté.

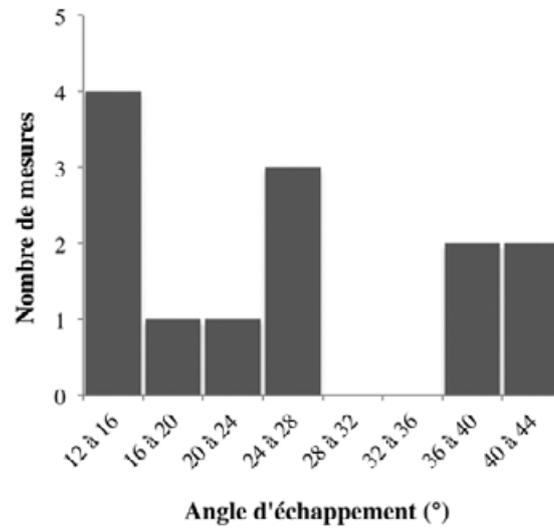


Figure 79. Histogramme présentant la mesure des angles d'échappement dans la phase α_p pour du glissement prismatique.

IV.4. Conclusion.

Pour conclure sur les micro-mécanismes de qui contrôlent la déformation des alliages de titane β -métastables étudiés, nos observations nous ont permis de montrer quels sont les chemins de la déformation et quels sont les obstacles qui contrôlent le glissement des dislocations sur ces chemins.

- Nous avons montré que les dislocations naissent et se multiplient au sein des phases α_p , franchissent les interfaces selon différents mécanismes, traversent les zones de déplétion entourant les nodules α_p et se propagent dans la matrice β dans les couloirs formés par les lamelles de phases α_s . Cette déformation est à la fois hétérogène (empilement de dislocations notamment dans la phase α_p) et homogène dans les lamelles α_s et la phase β .
- Nous avons également montré que sur ce parcours, les obstacles contrôlant la déformation sont de différentes natures :
 - Dans la phase α_p les dislocations vont être ralenties par la présence de nano-précipités ordonnés de Ti_3Al ainsi que par la structure de cœur intrinsèque à la dislocation vis.
 - Dans la phase β entre les lamelles de phase α_s , les dislocations vont devoir se courber pour se propager dans les couloirs, augmentant la résistance du matériau, les dislocations sous l'effet de leur propre nombre vont générer un phénomène « d'embouteillage » et vont également interagir entre elles (mécanisme de forêt). La structure de cœur des dislocations vis va aussi générer une contribution supplémentaire à la résistance des alliages.
 - Les lamelles α_s , elles même très écrouies, vont jouer un rôle important en confinant les dislocations.
 - Enfin la zone de déplétion entourant les nodules ou plaquettes α_p semblent avoir un rôle moins important vis à vis des deux autres phases.
- Ainsi nous avons pu quantifier :
 - La taille des zones ordonnées
 - La résistance des nano-précipités
 - L'effet de la structure de cœur des vis
 - La contribution des couloirs β entre les lamelles α_s .

Chapitre V : Interfaces α/β , contraintes internes et écrouissage

V.1. Observations expérimentales.

Comme nous avons pu le voir dans les chapitres précédents les interfaces α/β et plus particulièrement les interfaces α_p/β sont fortement écrouies par une grande densité de dislocations à l'issue du traitement thermomécanique. Ces dislocations jouent un rôle essentiel dans le début de la déformation plastique du Ti 17 et du Ti 5553 et nous pensons qu'elles sont responsables de la contrainte résiduelle présente dans ces deux alliages. Nous montrerons par la suite que leur présence est certainement due aux contraintes générées à l'interface par une variation rapide du coefficient de dilatation de la phase β au cours du traitement thermique. Nous évaluerons les contraintes internes engendrées et nous les associerons aux dislocations générées aux interfaces.

V.1.1. Observations MET.

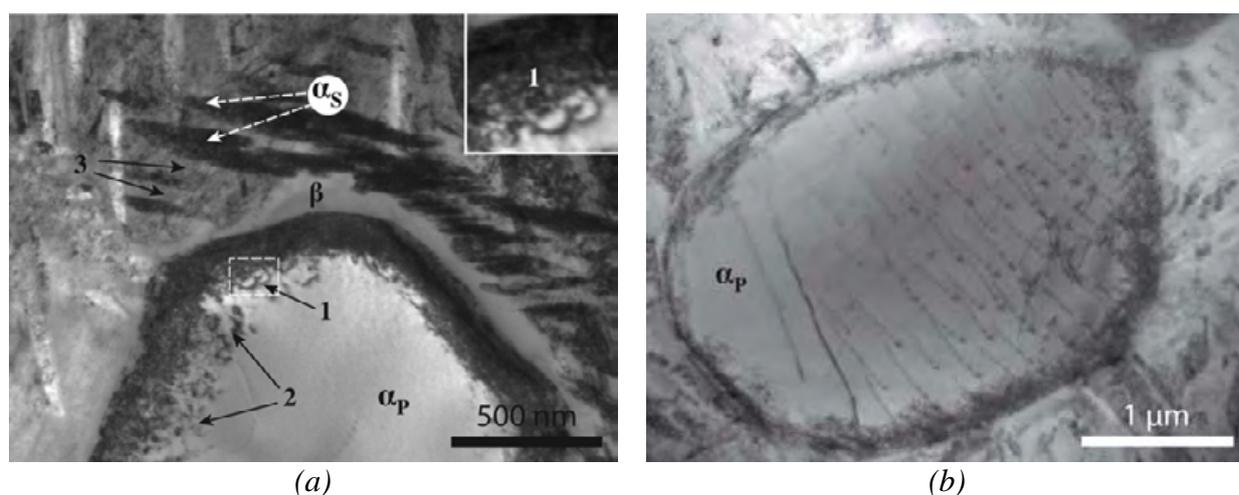


Figure 80. Micrographies MET présentant deux microstructures et paysages de dislocations hérités du traitement thermique dans l'alliage Ti 5553.

La Figure 79a présente la microstructure et le paysage de dislocations hérités du traitement thermomécanique de l'alliage. On observe la présence d'une forte densité de dislocations à l'interface entre le nodule α_p et la phase β . Cette zone fortement écrouie qui est située dans la phase α a une épaisseur à peu près régulière voisine de 200 nm. En bordure de cette zone nous pouvons observer en 1 des dislocations courbées qui sont la signature d'un supplément de contrainte dans cette région. On observe aussi en 2 de nombreuses boucles de dislocations. La phase β quant à elle semble très peu écrouie au niveau de l'interface avec la phase α_p . Par

contre au niveau de la zone 3, la phase β située entre les lamelles de phase α_s paraît plus écrouie.

La Figure 79b correspond à un autre échantillon toujours de l'alliage Ti 5553. La zone écrouie est toujours présente et son épaisseur varie entre 100 nm et 250 nm. De plus le centre du nodule de phase α_p est déformé par une répartition homogène de dislocations.

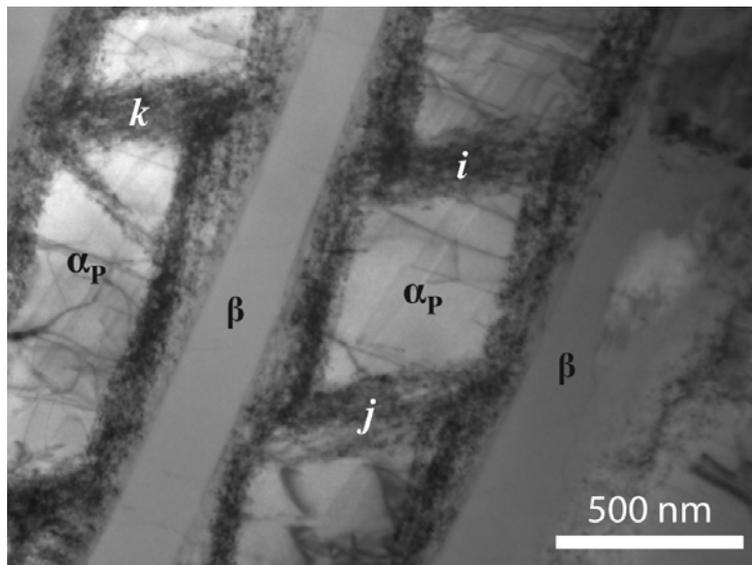


Figure 81. Microstructure et paysage de dislocations hérités du traitement thermomécanique dans l'alliage Ti 17.

Le cliché présenté Figure 80 correspond à l'alliage Ti 17. On constate que dans cet alliage l'interface α_p/β est également très écrouie. Cette zone d'écrouissage s'étend sur tout le périmètre des plaquettes α_p sur une épaisseur d'environ 200 nm, comme pour l'alliage Ti 5553. Ici aussi la phase β semble peu déformée. Nous pouvons aussi constater que la déformation pénètre et même parfois traverse toute la plaquette α_p . Par exemple, sur le cliché (a) en i, j, et k. Nous noterons que sur ces deux clichés les lamelles α_s ne sont pas présentes car elles sont réparties de façon très hétérogène dans cet alliage.

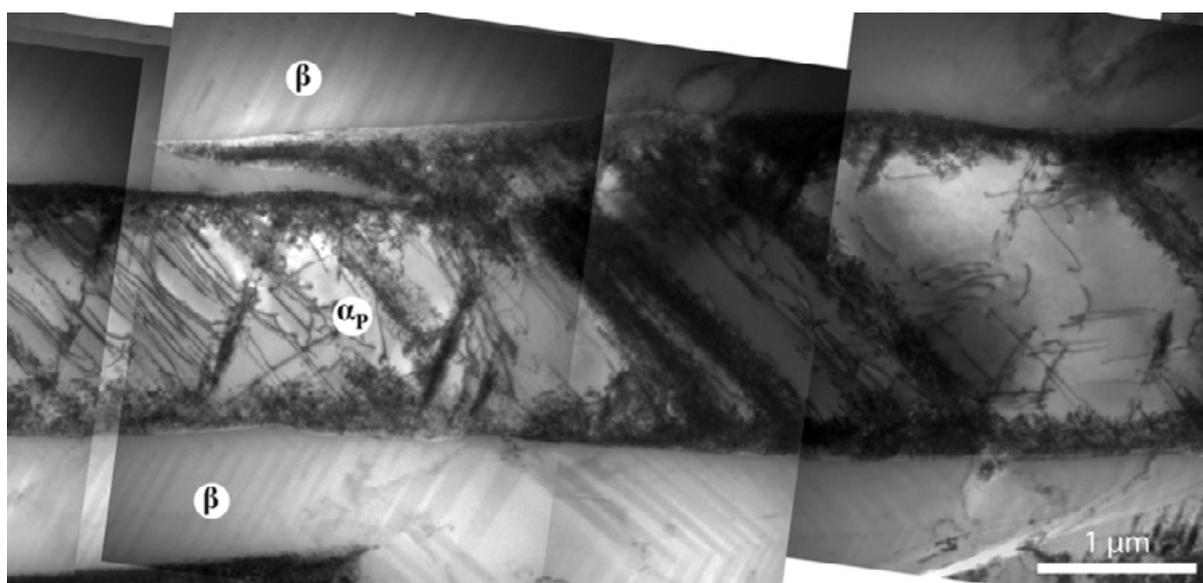


Figure 82. Observations de traces de glissement dans la phase β dans l'alliage Ti 17 après polissage électrolytique.

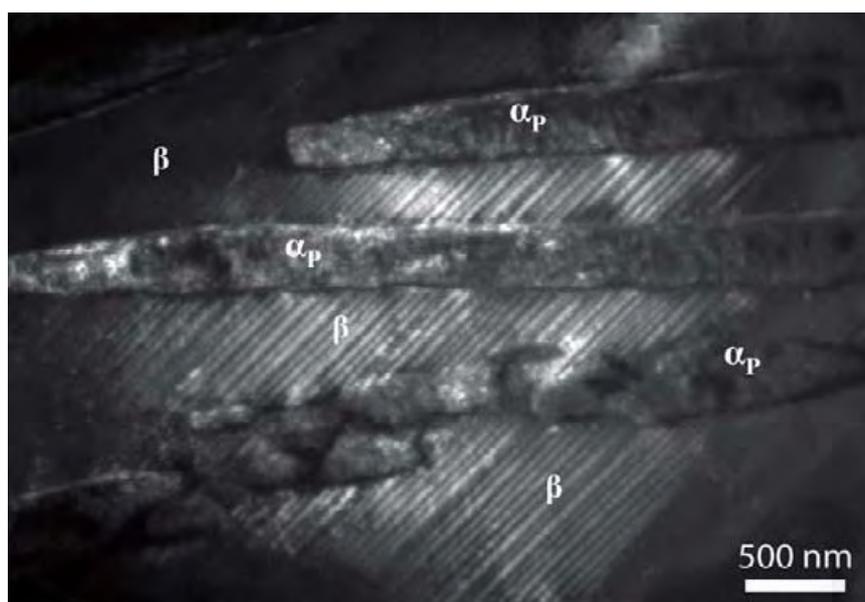
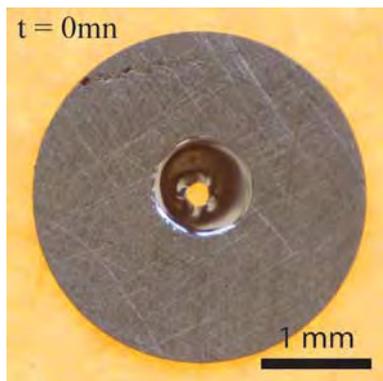


Figure 83. Observations de trace de glissement dans la phase β de l'alliage Ti 17 juste après le polissage électrolytique.

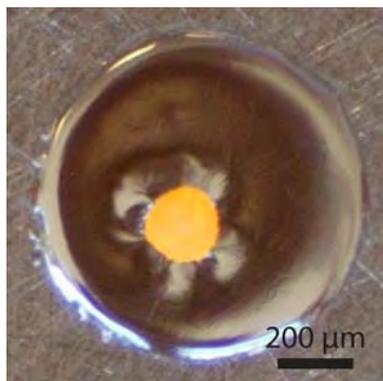
Les clichés de la Figure 81 et de la Figure 82 mettent en évidence la présence de traces de glissement dans la phase β . La présence de ces traces montre que les dislocations qui les ont laissées se sont propagées après le polissage électrolytique. Ces dislocations sont donc émises par les zones écrouies aux interfaces pour relaxer les contraintes dans cette zone. Nous pouvons également remarquer que des dislocations sont aussi émises vers l'intérieur de la plaquette α_p . Nous associons cette relaxation de la contrainte interne créée par cet écrouissage aux observations à l'échelle mésoscopique que nous allons présenter par la suite.

V.1.2. Observations à l'échelle mésoscopique.

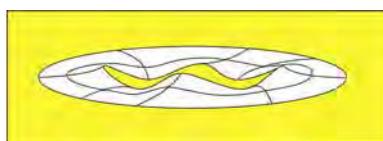
Nous avons observé lors de la préparation des microéchantillons par polissage électrolytique pour les études MET un phénomène qui nous a beaucoup surpris car n'avait jamais été observé dans aucun autre alliage métallique. Nous le présentons Figure 83 et Figure 84.



(a)

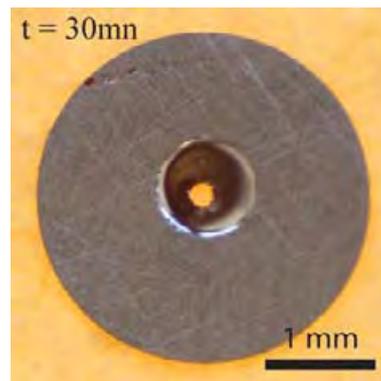


(b)

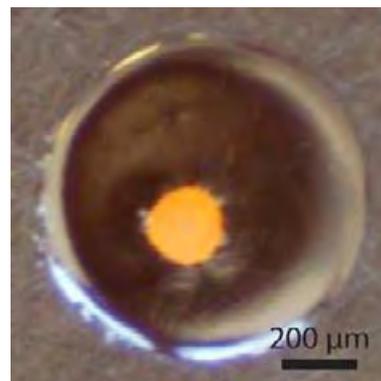


(c)

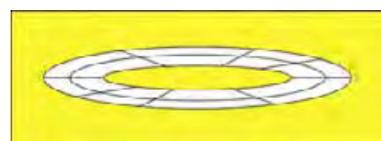
Figure 84. Cliché du trou de l'échantillon juste après le polissage électrolytique (a), (b) agrandissement de la zone polie et (c) est une schématisation du trou déformé.



(a)



(b)



(c)

Figure 85. Cliché du trou de l'échantillon 30 mn après le polissage électrolytique (a), (b) agrandissement de la zone polie et (c) est une schématisation du trou revenu pratiquement à plat.

La Figure 83a présente le trou réalisé lors du polissage électrolytique juste après le retrait du bain. Le cliché (b) est un agrandissement du trou. On constate qu'à l'issue du polissage les

bords du trou sont gondolés. Ceci est visible à l'œil nu et se traduit par un contraste sur l'image en lumière réfléchi. L'illustration (c) est une représentation schématique de cette déformation. La Figure 84 correspond à cette même zone 30 mn plus tard, l'échantillon ayant été laissé à l'air libre et à température ambiante. Nous pouvons constater que cette déformation a quasiment disparue.

Nos interprétations de ce phénomène s'appuient sur les observations précédentes. L'écrouissage des interfaces créé par le traitement thermomécanique engendre des contraintes résiduelles dans le matériau qui sont en équilibre dans le matériau massif et qui se relaxent lorsque le matériau est aminci puis percé.

Nous pensons que les dislocations empilées dans la phase α_p contre les interfaces créent dans leur environnement une contrainte interne (contrainte résiduelle) correspondant à un état d'équilibre métastable dans le matériau massif. La création du trou de polissage modifie cet équilibre et cette contrainte se relaxe par glissement des dislocations vers le trou de polissage en l'absence de lamelles α_s . Il est intéressant de constater que ce phénomène de déformation sous l'action des contraintes résiduelles se produit aussi dans les **pièces massives** après les différents traitements thermiques [Daffos 2011]. Une certaine relaxation de cette contrainte se produit au cours du temps mais ce phénomène est moins aisé puisque les surfaces sont beaucoup plus éloignées.

V.1.3. Observations à l'échelle microscopique.

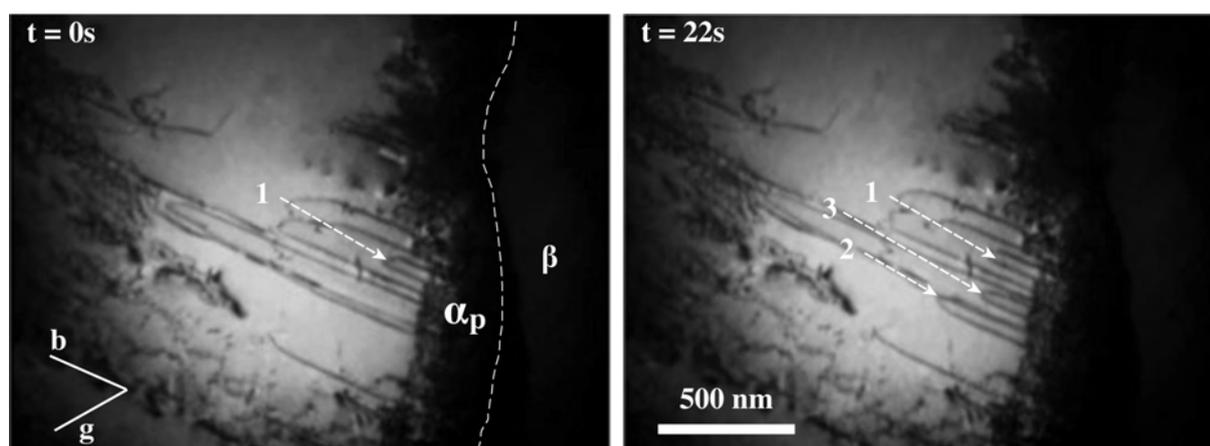


Figure 86. Emission de dislocations depuis l'interface α_p/β dans la phase α_p . (cf figure 59).

Les clichés présentés figure 85 sont pris sous contrainte lors d'un essai de déformation in situ dans un MET sur l'alliage Ti 17 à température ambiante. Sur ces clichés, la phase β apparaît en sombre et la phase α_p en clair. Sur le cliché (a) qui correspond au début de la déformation

nous constatons que des dislocations ont déjà été arrachées par la contrainte locale (contrainte appliquée + contrainte résiduelle) à la zone écrouie et se sont propagées vers l'intérieur de la phase α_p . Ces brins de dislocations ont la forme de boucles allongées dans une direction sensiblement perpendiculaire à l'interface. Le vecteur de Burgers est de type **a** et glissent dans le plan de base. Les brins vis sont ancrés et peu mobiles tandis que les brins coin se sont déplacés davantage (Figure 85).

Ainsi ce type de séquence montre que :

- Au début de la déformation ce sont les interfaces écrouies qui servent de lieu d'émission de dislocations.
- Ce sont des dislocations de vecteur de Burgers **a** qui glissent dans le plan de base.
- Que l'étalement des boucles de dislocation est contrôlé par le mouvement des brins vis.

V.2. Discussion

Nous avons montré dans le paragraphe précédent à l'issue du traitement thermomécanique l'existence d'un fort écrouissage de la phase α_p au voisinage de son interface avec la phase β . Nous allons maintenant discuter ce résultat en recherchant l'origine de cet écrouissage, la source des contraintes qui le crée et les contraintes internes qu'il génère. Nous analyserons aussi l'influence qu'il a sur les propriétés mécaniques de l'alliage.

V.2.1. Les causes de l'écrouissage de la phase α_p au voisinage de l'interface α_p/β .

Comme nous avons pu le voir dans les paragraphes précédents, la région écrouie se situe dans la phase α_p au voisinage de son interface avec la phase β . Ce type d'écrouissage et cette émission de dislocations existent aussi dans d'autres alliages multiphasés α/β comme par exemple dans le TA6V [Castany 2007].

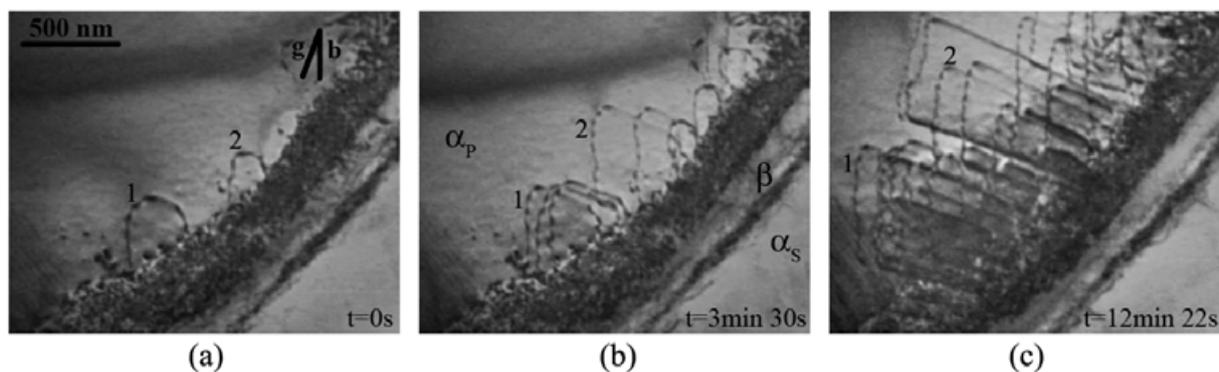


Figure 87. Séquence in situ réalisée par Castany [Castany et al. 2008] dans la phase α_p d'un TA6V présentant l'émission de dislocation de type a depuis l'interface α_p/β très écrouie.

La Figure 86 est issue d'une séquence in situ réalisée par Castany [Castany et al. 2008]. On observe dans cet alliage aussi un fort écrouissage de l'interface avec émission de dislocations de type a depuis l'interface α_p/β dans un nodule de TA6V.

Ce type d'observation est parfaitement en accord avec les nôtres. Ainsi que ce soit dans nos alliages ou dans le TA6V, l'existence de cette zone très fortement écrouie laisse supposer qu'elle a été soumise, pendant le traitement thermique à un niveau de contrainte supérieur à la contrainte critique de glissement des dislocations dans cette phase. Nous pensons donc que cette contrainte est due à la variation du paramètre de maille subie par la phase β au cours du refroidissement et que l'équipe de l'IJL [Bruneseaux 2008] [Settefrati 2012] et Elmer [Elmer et al. 2005] ont mis en évidence.

- La Figure 87 présente les résultats obtenus par Elmer [Elmer et al. 2005] concernant la variation du paramètre de maille de la phase α et de la phase β au cours du refroidissement dans l'alliage TA6V ainsi que l'évolution de la fraction volumique de la phase β . Ces résultats sont obtenus à partir d'expériences de diffraction in situ de rayons X au synchrotron. Nous pouvons constater que la fraction volumique de la phase β diminue lorsque que la température diminue. Au dessous de 600°C elle reste à peu près constante (voisine de 12%). La figure (b) montre que le paramètre de maille de la phase α décroît à peu près linéairement lorsque la température diminue ce qui traduit le fait que le coefficient de dilatation de cette phase est à peu près constant. Le paramètre du réseau cristallin de la phase β subit une forte variation. A très haute Température ($T^\circ > 900^\circ\text{C}$) la phase β est majoritaire et la pente de la courbe correspond au coefficient de dilatation de la phase β . A plus basse température ($600^\circ\text{C} < T^\circ < 800^\circ\text{C}$) le paramètre de maille de la phase β varie très rapidement. Au dessous de 650°C cette variation est plus lente et le coefficient de dilatation de la phase β s'aligne sur celui de la phase α .

- La Figure 88 donne, dans une représentation différente, les résultats obtenus par l'équipe de l'IJL sur l'alliage Ti 5553, en ce qui concerne l'évolution des paramètres des deux phases au cours du refroidissement. On retrouve la même tendance et des valeurs voisines que dans le travail de Elmer : cette étude confirme l'existence d'une contraction du paramètre de la phase β au cours du traitement thermique.

A partir des résultats des Figures 87 et 88 il est possible d'évaluer les déformations des réseaux de part et d'autre de l'interface : le segment IJ que nous avons tracé sur la Figure 87a mesure la déformation imposée par la phase α sur la phase β . L'extrémité I de la flèche correspond à la valeur du paramètre qu'aurait la phase β si elle était seule à cette température. L'extrémité J correspond à la valeur réelle du paramètre en présence de phase α . La longueur de la flèche correspond donc à la contraction maximale que la phase α impose à la phase β quand elle devient largement majoritaire. Son amplitude est de $(\Delta a/a)_\beta \approx 0,3 \%$ de déformation. Cette adaptation doit être absolument réalisée pour que la continuité de l'interface α/β soit parfaite.

- La Figure 87 présente la mesure de la déformation de la phase α . Le point K correspond à la valeur du paramètre a de la maille hc en absence de phase β et le point L à la valeur expérimentale de α . On obtient $(\Delta a/a)_\alpha \approx 0,25 \%$
- Sur la Figure 88 on obtient $(\Delta c/c)_\alpha \approx 0,3 \%$ en mesurant le segment MN

Enfin, la Figure 90 qui présente l'évolution des paramètres de maille de l'alliage Ti 17 lors d'expérience in situ par rayons X confirme ces résultats [Bruneseaux et al. 2008].

A partir de ces mesures on peut écrire les composantes du tenseur des déformations et remonter ensuite aux contraintes pour prévoir enfin les systèmes de glissement susceptibles d'être déclenchés par ces états de contrainte.

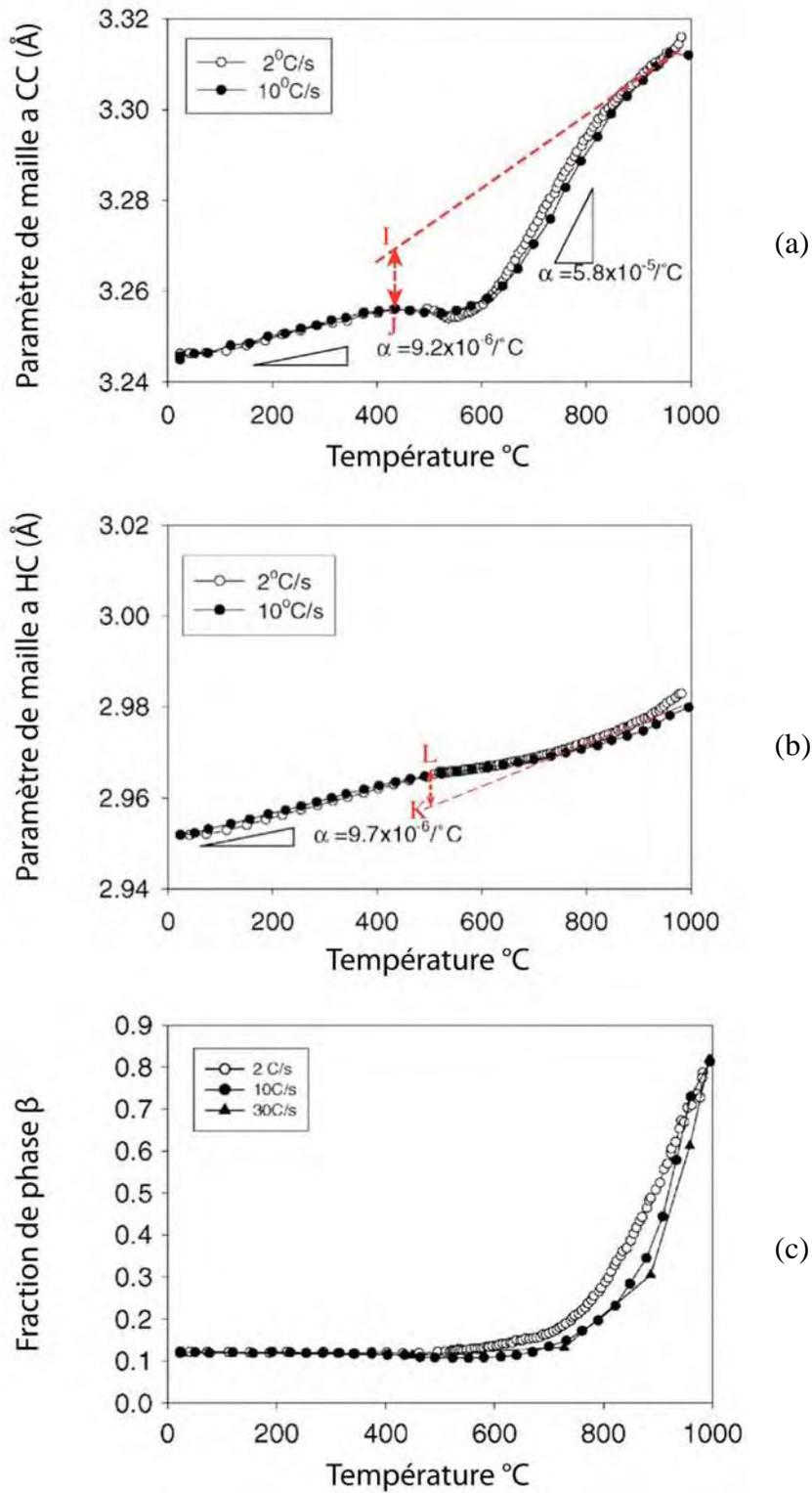


Figure 88. Variation des paramètres de maille mesurée à partir d'expérience de diffraction in situ par Rayons X dans l'alliage TA6V (a) dans la phase β , (b) dans la phase α et (c) la fraction volumique de β en fonction de la température et de la vitesse de chauffage [Elmer et al. 2005].

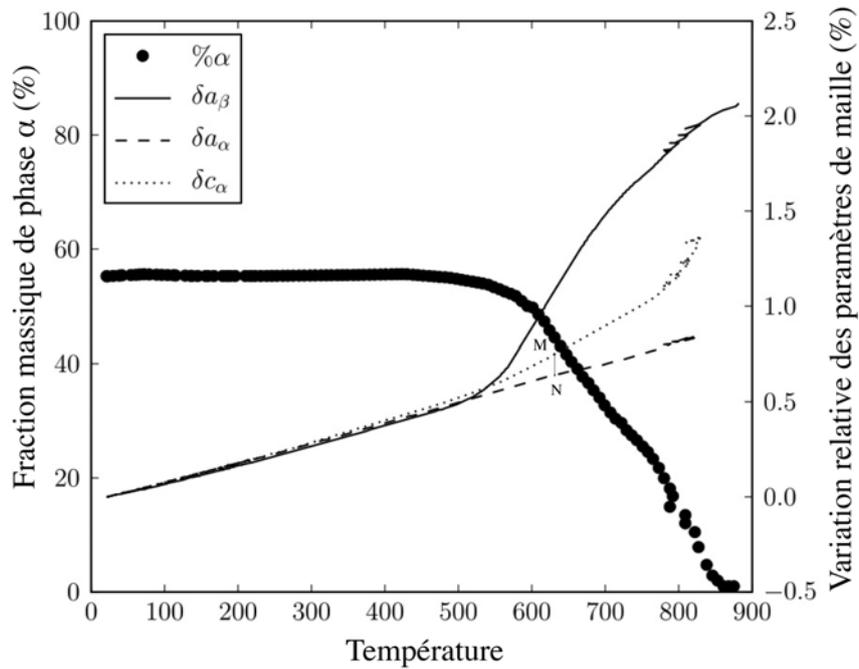


Figure 89. Variation des paramètres de maille mesurée à partir d'expérience de diffraction *in situ* par Rayons X dans les deux phases de l'alliage Ti 5553 [Settefrati 2012].

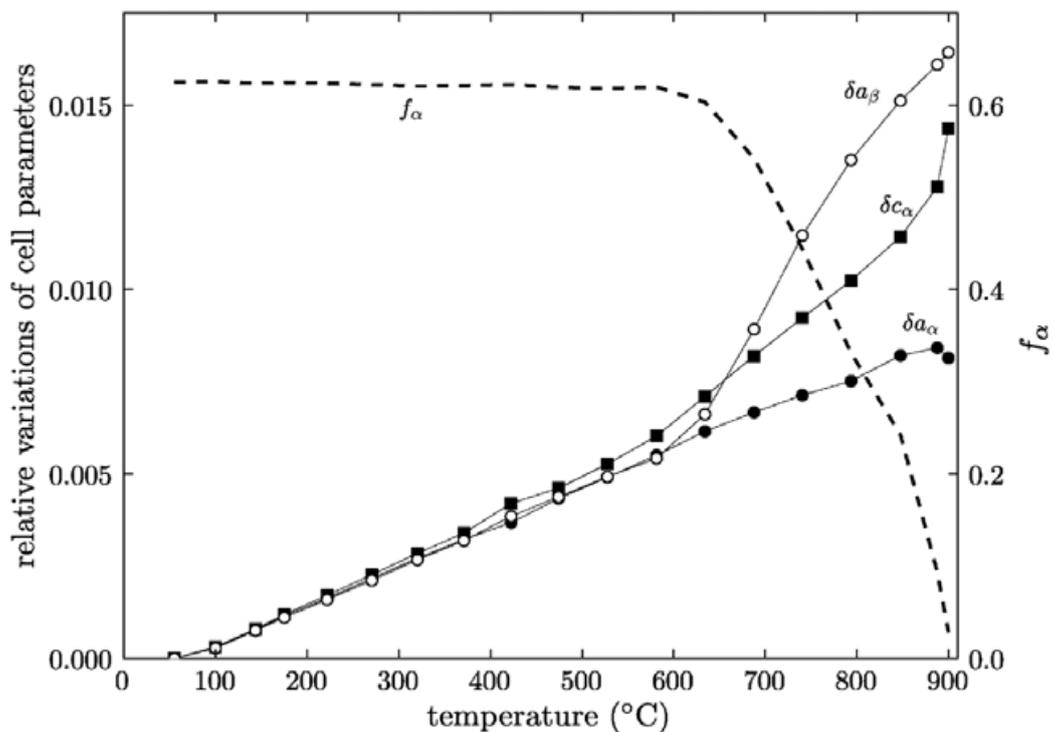


Figure 90. Variation des paramètres de maille mesurée à partir d'expérience de diffraction *in situ* par Rayons X dans les deux phases de l'alliage Ti 17 [Bruneseaux et al. 2008].

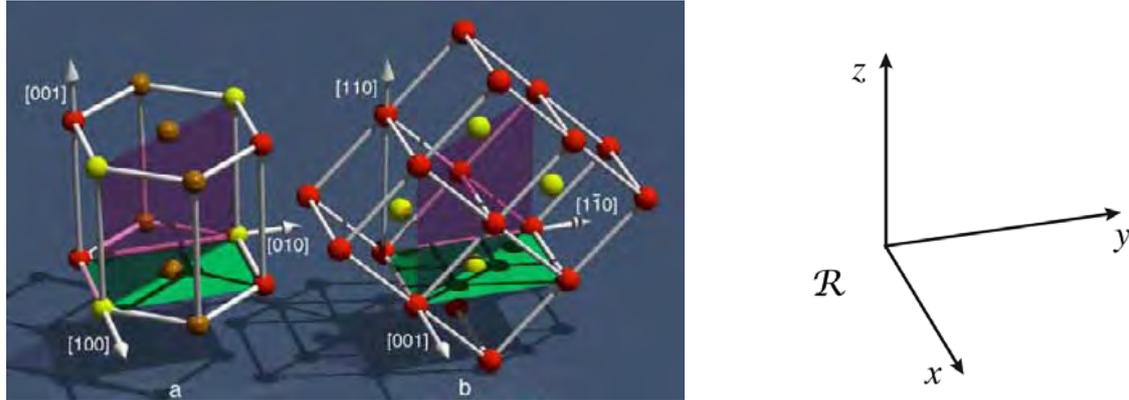


Figure 91. Relation d'orientation liant la phase α à la phase β et repère R associé.

La Figure 91 donne les relations d'orientation des deux phases au voisinage de l'interface α / β . On constate que le plan (110) de la phase β se prolonge dans le plan (001) de la phase α et que la direction de sa normale [001] est confondue avec la direction [110] de la phase β . Cette situation permet d'identifier le repère R précisé sur la figure qui est commun aux deux réseaux et qui va nous permettre de prévoir les déformations de chacune des phases. Nous noterons R' le repère du cristal de la phase β .

Pour la phase β la situation est claire : la maille cc subit une contraction de 0,3% environ selon Elmer. Le tenseur des déformations n'a de termes que sur la diagonale (annexe). C'est aussi le cas du tenseur des contraintes qui correspond donc à une pression. Cette sollicitation, imposée par la phase α ne crée donc **pas de cisaillement et donc pas d'écrouissage dans la phase β** .

Pour la phase α hexagonale compacte la situation est un peu plus complexe. La déformation de la maille hc a été évaluée ci-dessus à partir des travaux de Elmer et al. Dans le repère R les termes de la diagonale du tenseur des déformations sont respectivement 0,25%, 0,25%, et 0,4%. Nous avons en annexe 1 calculé le tenseur des contraintes correspondant en prenant les constantes élastiques du titane calculées par V. Trinité [Trinité 2007]. Le tenseur des contraintes n'a de termes que sur la diagonale mais dans ce cas le troisième est différent des deux autres ce qui rend possible le cisaillement de cette phase. Nous avons calculé la contrainte de cisaillement sur les différents systèmes de glissement possibles à partir de la relation :

$$\tau = \frac{\sigma_{ij} n_j b_i}{b} \quad (19)$$

Nous montrons en annexe que les vecteurs de Burgers de type **a** ne sont pas sollicités ni dans le plan basal ni dans le plan prismatique.

Nous avons ensuite cherché la contrainte qui sollicite les cisaillements de type **c+a** dans les plans prismatiques et pyramidaux de première espèce et de deuxième espèce. Nous montrons que certains de ces systèmes sont fortement sollicités avec des contraintes de cisaillement de l'ordre ou supérieurs à 600 MPa.

Ce calcul que nous proposons est certainement très imprécis:

- Il est très local et ne reste donc valable qu'au voisinage de l'interface.
- Il n'est valable qu'avant l'écrouissage car il faudrait prendre en compte le champ de contraintes généré par la forte densité de dislocations présentes.
- Les valeurs des constantes élastiques utilisées sont elles aussi imprécises car ce sont celles du titane pur.
- Les conditions des mesures expérimentales des évolutions des paramètres de maille ne sont pas clairement explicitées : les interfaces sont certainement écrouies lors de la mesure ...

Malgré cela, et même s'il est très difficile de vérifier par MET si les vecteurs de Burgers dans la bande écrouie sont de type **c+a** la réflexion ci-dessus est très utile car elle permet de comprendre :

- Pourquoi la phase β n'est pas déformée au voisinage de l'interface ?
- Pourquoi l'aspect de la zone écrouie est très particulier : les dislocations avec de longs vecteurs de Burgers (**c+a**) ont du mal à glisser dans des plans non compacts et donc très rugueux [Legros 1994]. Dès que la contrainte baisse en s'éloignant de l'interface type les dislocations de ce s'immobilisent.
- Pourquoi la largeur écrouie a une épaisseur à peu près constante : au delà de cette distance de l'interface, la contrainte n'est plus suffisante pour déplacer ces dislocations.

On pourrait penser que ce résultat (interfaces écrouies par des dislocations de type (**c+a**)) est contradictoire avec les observations de déformation in situ au cours desquelles, ce sont les dislocations de type **a** qui sont arrachées de l'interface. En fait, nous pensons que les dislocations **c+a** se décomposent en deux dislocations (**c** et **a**) et que ce sont les dislocations **a**, plus mobiles qui sont alors extraites de l'interface.

V.2.2. Contraintes générées par cet écrouissage, influence sur les propriétés mécaniques.

Cette région écrouie génère elle-même une contrainte interne (résiduelle) qui est certainement celle qui déforme les bords du trou lors du polissage électrolytique de la micro-éprouvette de déformation, et, qui peut-être déforme aussi les pièces macroscopiques après traitement thermomécanique.

On comprend bien les raisons physiques de cet écrouissage. Castany [Castany et al. 2008] a déterminé expérimentalement cette contrainte en mesurant le rayon de courbure des dislocations à différentes distances de cette zone dans le TA6V. Nous reportons ses résultats dans la Figure 91 : il montre que la contrainte évolue en $1/d$ lorsque l'on s'éloigne de l'interface et qu'elle est d'environ 250 MPa à son voisinage.

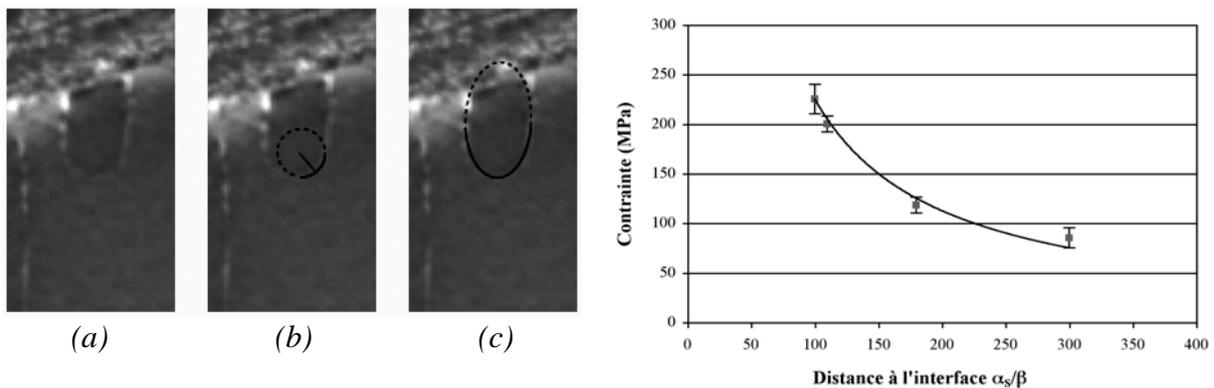


Figure 92. Dislocation arrachée depuis l'interface lors d'un essai *in situ* (a), mesure de la contrainte au voisinage des zones écrouies [Castany et al. 2008]

Dans l'alliage Ti17, les situations observées ne sont pas aussi favorables aux mesures. Nous avons quand même réalisé des mesures qui sont certainement moins précises que celles présentées ci-dessus. Elles sont présentées dans la Figure 93. La contrainte effective qui sollicite les dislocations (contrainte appliquée + contrainte résiduelle) est supérieure (de l'ordre d'un facteur 2) dans l'alliage étudié ici. Nous discuterons ce point plus loin.

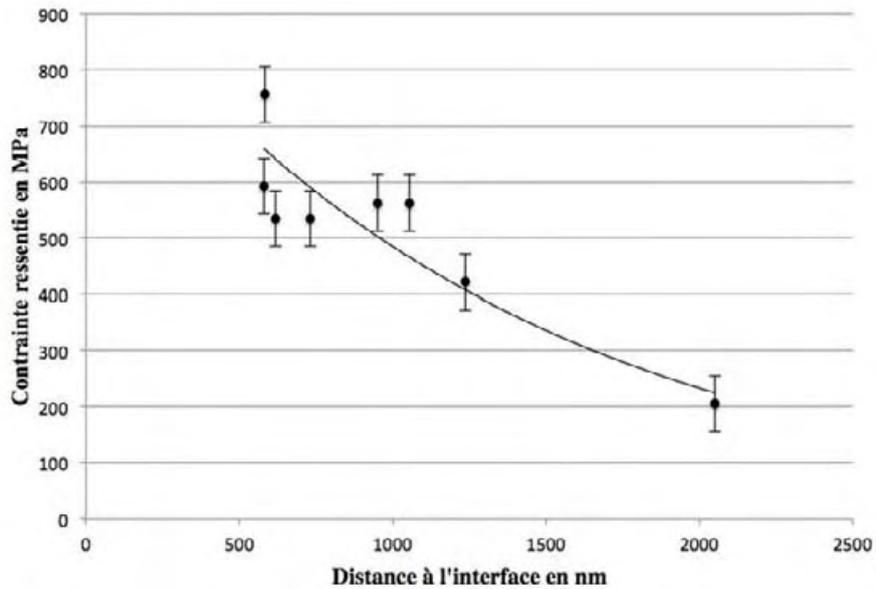


Figure 93. Mesure de la contrainte au voisinage de l'interface α/β dans la phase α_p .

Cet écrouissage influence donc les propriétés mécaniques de plusieurs manières :

- Il crée une contrainte interne (ou résiduelle) qui déforme à la fois les microéchantillons et aussi les pièces macroscopiques.
- La relaxation de ces contraintes se produit par la décomposition des dislocations **c+a** en dislocations **c** qui reste immobiles et **a** qui glissent dans la phase α .
- Il influence le comportement en déformation puisque « in situ » les premiers mouvements de dislocations se produisent dans cette zone.

Chapitre VI : Discussion

Nous avons, au cours de ce travail étudié, la microstructure et les micro-mécanismes de déformation des alliages β -métastables Ti 17 et Ti 5553.

Nous avons en particulier montré :

- Que la microstructure est complexe. Elle se compose d'une matrice β cubique centrée dans laquelle précipitent deux catégories de phases hexagonales compactes α_p et α_s .
- Qu'il existe différentes contributions à la résistance mécanique des deux alliages parmi lesquelles : un durcissement structural, un ordre local, la présence de nombreuses interfaces et la structure de cœur des dislocations vis.
- L'existence d'une contrainte résiduelle, à l'origine de phénomènes aussi bien nanoscopiques, mésoscopiques que macroscopiques : nous avons en particulier identifié la cause de cette contrainte et les mécanismes de sa relaxation.

Nous allons maintenant concentrer la discussion sur trois points qui nous paraissent les plus importants. Dans un premier temps nous comparerons les résultats obtenus sur nos alliages β -métastables à ceux obtenus par P. Castany dans le TA6V, nous discuterons ensuite du passage « micro/macro », enfin nous comparerons nos résultats à ceux obtenus par les équipes partenaires au sein du projet PROMITI

VI.1. Comparaison avec le TA6V.

Comme il a déjà été dit, l'alliage TA6V est l'alliage de titane de référence dans le monde de l'aéronautique. Il a fait l'objet de nombreuses études destinées à caractériser tant ses microstructures que ses propriétés mécaniques que ce soit à l'échelle microscopique que macroscopique. L'alliage de TA6V auquel nous allons comparer nos résultats est celui étudié par Castany lors de sa thèse dans notre équipe dans le cadre du projet APROSUTIS. Il s'agit d'un alliage multiphasé α/β composé de nodules de phases α_p et de colonies α_s/β (cf Figure 94) répartis de façon relativement homogène. Cet alliage présente une limite élastique à 0,2% de 960 MPa.

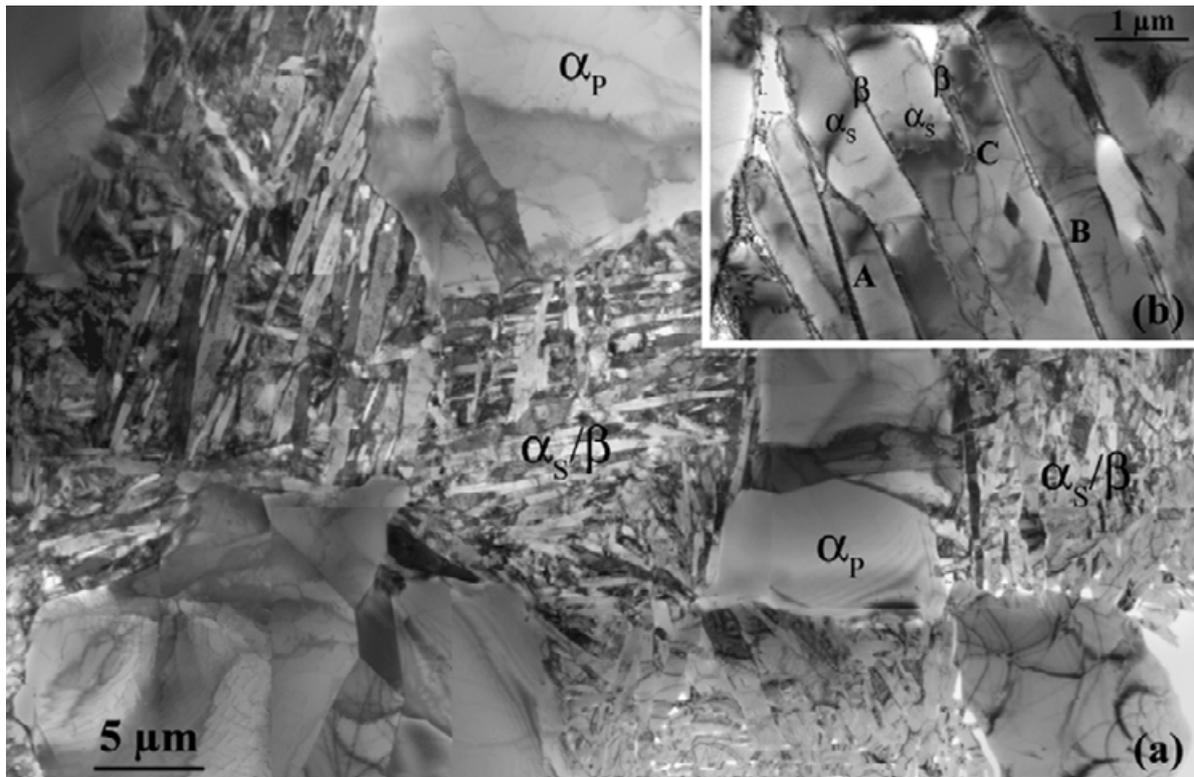


Figure 94. Microscopie MET présentant l'alliage de TA6V étudié par Castany. a) microstructure générale de l'alliage, b) vue détaillée des colonies lamellaires.

VI.1.1. Comparaison des microstructures

Les trois microstructures des alliages TA6V, Ti 5553 et Ti 17 sont présentées pour une même échelle sur la Figure 95, un agrandissement des colonies α_s/β est proposée Figure 96.

Nous pouvons voir que ces matériaux ont des similitudes mais aussi des différences :

- Tous ces matériaux sont multiphasés α/β . Ils possèdent une phase α_p , une phase α_s et une phase β .
- Le TA6V possède seulement 3% de phase β contre près de 40% pour le Ti 17 et le Ti 5553
- Le Ti 17 et le Ti 5553 possèdent une matrice β dans laquelle précipitent des phases α_p et α_s , alors que dans le TA6V on considère effectivement que la matrice est constituée de phase α dans laquelle précipite la phase β qui se présente sous forme de colonies lamellaires.
- Le Ti 17 et le Ti 5553 ont des microstructures beaucoup plus fines que le TA6V.
- Le TA6V et le Ti 5553 présentent une précipitation homogène alors que le Ti 17 possède une microstructure plus hétérogène, avec au sein d'un même grain des colonies de plaquettes α_p d'une part et des colonies de lamelles α_s d'autre part.

- Le Ti 5553 et le Ti 17 possèdent des sous-structures hiérarchiques au sein des lamelles α_s . Le Ti 17 possédant une famille de plus que le Ti 5553 (Figure 96).

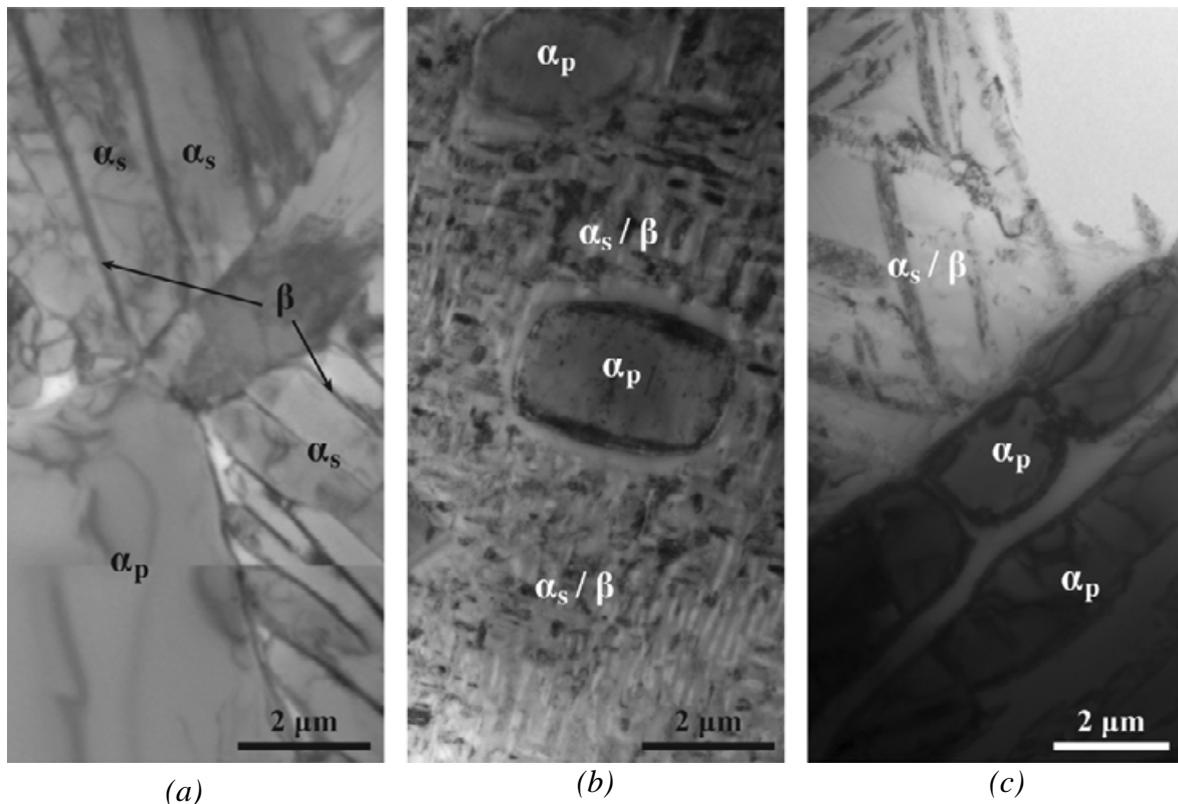


Figure 95. Micrographies MET des microstructures des alliages a) TA6V, b) Ti 5553 et c) Ti 17.

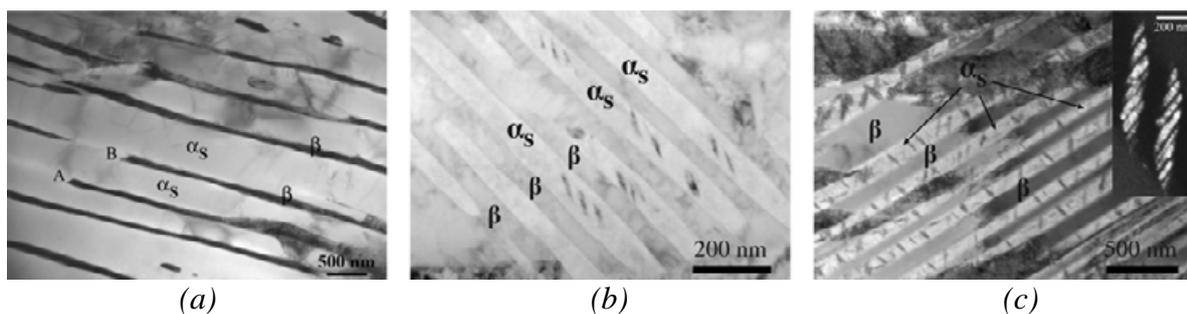


Figure 96. Micrographies MET présentant la phase α_s et la matrice β des alliages a) TA6V, b) Ti 5553 et c) Ti 17.

VI.1.2. Comparaison des micro-mécanismes

P. Castany [Castany 2007, Castany et al. 2007, Castany et al. 2008] a réalisé le travail le plus complet sur les micro-mécanismes de déformation à l'échelle des dislocations sur l'alliage

TA6V. Il a montré que la résistance mécanique était notamment due à la présence d'OCD et à la l'ancrage des dislocations vis. Il a aussi étudié le rôle des interfaces.

Notre étude sur les alliages Ti 5553 et Ti 17 présente des analogies avec l'étude précédente :

- L'ancrage des vis
- La présence d'ordre
- L'écroissage des interfaces α_p/β

Mais il existe aussi certaines différences :

- La phase β est beaucoup plus présente dans nos alliages (40% dans les β -métastables contre 3% pour le TA6V). Elle est le siège d'une déformation confinée entre les lamelles α_s qui exige une flexibilité des dislocations.
- Dans nos alliages, l'ordre que nous appelons ordre local apparaît sous forme de nano-précipités ordonnés à longue distance qui créent un durcissement structural de l'alliage (et dont le diamètre est de $\phi = 1,7$ nm), ce phénomène a déjà été observé par X. Feaugas lors de ses travaux sur l'alliage multiphasé α/β Ti-6246 (Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo). L'auteur a mis en évidence la présence de nano-précipités de Ti_3Al ($\phi=1,5$ nm) répartis de façon homogène dans la phase α de l'alliage. Cette précipitation induit un mouvement apparié des dislocations.
- En ce qui concerne l'ancrage des dislocations, nous trouvons dans la phase α_p les mêmes niveaux d'énergie avec :

$$E_v = 1,6 \cdot 10^{-9} J.m^{-1} \quad \text{un} \quad \Delta E_v = 0,2 E_v = 0,3 \cdot 10^{-9} J.m^{-1}$$

Concernant les interfaces α_p/β nous retrouvons des résultats analogues :

- La phase α_p est écrouie au voisinage de l'interface α_p/β . L'écroissage paraît plus important dans les alliages de notre étude.
- Dans tous les cas, les interfaces sont les lieux de naissance et de multiplication des dislocations au début de la déformation plastique.
- Dans tous les cas, les interfaces sont aisément cisillées par des dislocations de type **a** qui glissent dans le plan de base des phases α .

Par ailleurs, nous avons montré que même si ces dislocations ne glissent pas dans le plan basal, la déformation peut se transmettre de la phase α_p vers la phase β . Des dislocations sont émises depuis des sources de dislocations et glissent dans un plan qui peut être prismatique ou basal. Ces dislocations viennent s'accumuler sur l'interface créant ainsi des empilements. Ces empilements vont générer une accumulation de contrainte au niveau de l'interface α_p/β . La phase β de structure cubique centrée possède un grand nombre de systèmes de glissement

activables (12 systèmes (110) $\langle 111 \rangle$, 12 systèmes (211) $\langle 111 \rangle$ et 24 systèmes de type (123) $\langle 111 \rangle$). Ainsi sous l'effet du supplément de contrainte créé à l'interface, un certain nombre de ces systèmes vont pouvoir être activés. Ceci permet la nucléation de dislocations dans la phase β , permettant ainsi à la déformation de se propager mais de façon relativement difficile.

VI.2. Passage micro / macro.

Les observations aux échelles microscopiques et nanoscopiques des paysages de dislocations et du comportement dynamique des dislocations sous contrainte permettent à la fois d'identifier les lieux de résistance de la microstructure au glissement des dislocations, les micro-mécanismes qui permettent le franchissement de ces lieux et les niveaux de contrainte qui rendent possibles ces franchissements. Nous allons discuter comment ces résistances rencontrées par les dislocations se combinent pour construire la contrainte macroscopique. Mais dans un premier temps nous reviendrons sur la contrainte résiduelle créée par l'érouissage et sur les mécanismes possibles de sa relaxation.

VI.2.1. Contraintes résiduelles.

Nous avons étudié en détail l'érouissage de la phase α au voisinage de l'interface α/β . Un tel érouissage avait déjà été observé dans l'alliage TA6V [Castany 2007] mais n'avait pas fait l'objet, à l'époque, d'une étude particulière. Parce qu'il paraît associé à ces manifestations macroscopiques spectaculaires nous l'avons étudié ici avec plus de détails. Nous avons fait l'hypothèse qu'il était dû à une contraction imposée par la phase β à la phase α au cours du refroidissement, qui a été récemment mise en évidence par deux équipes [Elmer et al., 2005] (Settefrati et al. 2011). Cette contraction est due à la différence des coefficients de dilatation entre les phases, environ $3.10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ pour la phase β et $1.10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ pour la phase α (pour l'alliage TA6V selon Elmer). L'équipe de l'IJL a obtenu des résultats similaires dans le cas des alliages Ti 17 et Ti 5553.

Nous avons évalué par un calcul simple les contraintes résultantes au voisinage immédiat des interfaces et comparé les résultats de ce calcul aux observations expérimentales issues à la fois des études des paysages de déformation post mortem et des observations en déformation in situ. Cet ensemble de réflexions et d'observations valide notre hypothèse puisque selon cette hypothèse :

- La phase β n'est pas cisailée par des dislocations
- La phase α est cisailée par des dislocations $\mathbf{c+a}$ glissant dans les plans pyramidaux.

Nous avons vu que le premier point est parfaitement vérifié et que pour le second l'identification exacte des vecteurs de Burgers est impossible à réaliser étant donné la densité importante de dislocations présentes.

Si on s'en réfère aux faits expérimentaux énoncés ci-dessous, on peut être convaincu qu'il s'agit effectivement de ce type de dislocations :

- L'intensité du contraste généré par les dislocations présentes au niveau des interfaces et en accord avec celui créé par des dislocations à très grand vecteur de Burgers.
- Le fait que des dislocations **a** qui soient arrachées de ces régions sous l'effet de la contrainte appliquée, est compatible avec la présence des dislocations **c+a** dans la bande écrouie.
- Les dislocations se dissocient en deux dislocations de vecteurs de Burgers respectifs **c** et **a**, la dislocation **a** étant la seule à être arrachée par la contrainte appliquée.

Il est rassurant de constater que ce résultat peut être prévu intuitivement : la phase β soumise à une pression n'est pas cisailée ; la phase α qui est cisailée par la partie déviatorique du tenseur qui correspond à une compression selon l'axe c , ne sollicite donc pas les dislocations **a**.

Nous pensons aussi que la compacité des structures doit intervenir : la phase β non compacte se laisse imposer la déformation par la phase α dans le plan Oxy compact (Figure 81) quand la phase α devient majoritaire.

On comprend aussi à partir de ce qui précède le mécanisme de relaxation de la contrainte interne générée par ces régions écrouies : les dislocations **a** sont éjectées de ces régions par la contrainte interne due aux dislocations de vecteurs de Burgers **c+a**. Cette émission peut avoir lieu dans la phase α ou même dans la phase β comme les lignes de glissement observées Figure 75 le suggèrent. Le vecteur de Burgers qui intervient dans ces conditions ne peut être que celui qui est parallèle à l'interface et le plan de glissement déterminé Figure 91 est compatible avec cette hypothèse.

Mais cette réflexion sur l'écrouissage des interfaces en relation avec l'existence et la relaxation des contraintes résiduelles permet, même si elle est encore imprécise, de mieux comprendre leur existence. Les évènements suivants rendent possible l'interprétation des phénomènes mis en jeu :

- **les variations des paramètres de maille au cours du traitement thermique ont été mesurées,**
- **les coefficients élastiques des deux phases ont été évalués par des calculs ab initio,**
- **la MET et en particulier la MET in situ permet de déterminer les systèmes de glissement mis en jeu,**

- **il existe une manifestation à la fois mésoscopique et macroscopique qui intéresse les industriels.**

Nous pensons que notre démarche permet de comprendre l'essentiel. Mais les petits calculs que nous avons réalisés demeurent imprécis. Pour aller plus loin dans cette réflexion il faudrait à la fois améliorer la précision des mesures et améliorer le calcul en réalisant une simulation du champ de contrainte dans la microstructure réelle en partant des dimensions des phases mesurées par MET. Ce calcul permettrait d'explorer les efforts en tout point de la microstructure et prévoir par exemple l'épaisseur des régions écrouies. Enfin il faudrait trouver une zone moins écrouie au voisinage des interfaces pour pouvoir vérifier que les dislocations concernées sont effectivement des **c + a**.

VI.2.2. Contribution des différentes sources de durcissement à la résistance macroscopique des alliages de titane.

Les expériences que nous avons réalisées et en particulier les expériences de déformation in situ ont permis d'identifier les différents obstacles que les dislocations rencontrent dans leur plan de glissement : les obstacles extrinsèques (les « arbres de la forêt », les nano-précipités, les domaines ordonnés, les interfaces qui, lorsqu'elles ne sont pas franchies, confinent la déformation) et l'obstacle intrinsèque (l'ancrage du cœur des dislocations vis). On pense généralement que chacun de ces obstacles apporte une contribution à la résistance de l'alliage et que cette contribution est d'autant plus grande que leur densité augmente.

Discuter de cette superposition, c'est attaquer un vieux et très compliqué problème de plasticité qui n'est toujours pas vraiment réglé. Nous nous appuyons sur l'excellent article de Kocks [Kocks 1979] qui a bien exploré ce sujet fondamental. Nous commencerons par rappeler les points suivant qui nous paraissent utiles :

1. L'évidence de la superposition des champs de contrainte est fournie par le mécanisme de l'écrouissage lorsque les obstacles à la propagation des dislocations mobiles sont les autres dislocations (arbres de la forêt) qui percent leur plan de glissement. Lorsque la densité des arbres augmente la contrainte d'interaction augmente et la contrainte pour les franchir doit elle-même augmenter.
2. On peut ne s'intéresser qu'à la limite d'élasticité (ou plus généralement à la contrainte d'écoulement plastique) : c'est ce que nous ferons ici. On peut, et c'est ce que fait Kocks, avoir une ambition plus grande et regarder l'influence de la température et de la vitesse de déformation sur les composantes de la contrainte.
3. La connaissance de l'organisation spatiale des obstacles est importante :

- Elle conditionne « les chemins de déformation » : les chemins où les obstacles sont « durs » seront sans importance si les dislocations peuvent choisir des chemins où les obstacles qu'elles rencontrent sont plus « mous ».
 - La situation est différente selon que ces obstacles sont franchis en série ou en parallèle par la dislocation.
 - La distance moyenne entre obstacles conditionne (Figure 97) les profils de contraintes, qui seront très différents en fonction de cette distance.
4. On admet souvent que la superposition des contraintes est linéaire. On l'admet en particulier lorsque l'on parle de « contrainte effective » ou de « contrainte interne » comme la somme de plusieurs contributions. Nous l'avons fait nous même, dans les paragraphes précédents. Kocks montre que cette linéarité n'est pas toujours évidente mais nous l'adopterons comme une première approximation.

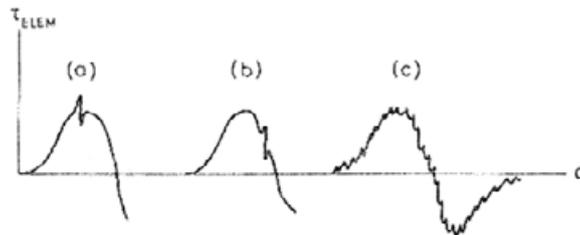


Figure 97. a) présente le cas peu probable où deux obstacles vont avoir leur maximum d'efficacité en même temps, b) le cas le plus probable où deux obstacles auront leur maximum d'efficacité en même temps, et c) le cas où les deux obstacles seront très nombreux augmentant très fortement la probabilité de a). [Kocks, 1979].

Ces idées générales sont applicables potentiellement dans toutes les situations parmi lesquelles on peut distinguer :

- Les métaux purs et les alliages simples (par exemple binaires monophasés) pour lesquels on peut espérer atteindre le niveau quantitatif.
- Les alliages industriels complexes pour lesquels les situations sont beaucoup plus complexes (alliages polyphasés à plusieurs solutés, et plusieurs sources de durcissement). Dans ce cas seule une approche qualitative peut être envisagée.

L'article de Kocks a été écrit avant la mise au point des expériences de déformation in situ dans un MET qui permettent de visualiser sous contrainte et / ou en température les chemins de déformation des dislocations mobiles dans la microstructure, d'identifier les obstacles qui

contrôlent le mouvement des dislocations, de préciser le mécanisme de leur franchissement et parfois même de mesurer le niveau de contrainte nécessaire à ce franchissement.

Ainsi, dans nos alliages, si nous regardons nos résultats avec le regard de Kocks nous avons obtenu des renseignements sur la naissance des dislocations, sur les chemins de la déformation, et sur les obstacles que les dislocations rencontrent sur ces chemins.

Les chemins de déformation partent des lieux d'où naissent les dislocations et se poursuivent dans les régions offrant le moins de résistance à leur mouvement. Les expériences de déformation in situ permettent de les préciser :

- La déformation plastique commence au voisinage des interfaces α_p/β à la fois dans la phase α et dans la phase β avant même que la contrainte extérieure soit appliquée. Cette déformation initiale relaxe la contrainte interne héritée des traitements thermiques que nous avons analysés en détail. Si la déformation a lieu longtemps après le traitement thermique la déformation commence encore dans cette région stimulée par la contrainte résiduelle.
- Des bandes de glissement se forment dans la phase α_p qui concentrent la contrainte sur les interfaces faisant naître des dislocations dans plusieurs systèmes de glissement de la phase β .
- La déformation se poursuit par le mouvement de dislocations dans la phase β entre les lamelles de phase α_s .

Nous avons aussi pu identifier **ces obstacles qui freinent les dislocations sur ces chemins**

- **Dans la phase α_p** plusieurs obstacles ont été mis en évidence : l'ancrage du cœur des vis, l'interaction avec un «ordre local» qui semble être «un mélange» d'OCD et de nanoprecipités ordonnés, la résistance de la solution solide et bien sûr, dans les régions écrouies, le durcissement par la forêt.
- a) l'interaction avec un «ordre local» qui semble être «un mélange» d'OCD et de micro précipités ordonnés, se traduit à la fois par un mouvement de dislocations appariées et des ancrages ponctuels sur ces dislocations qui créent un durcissement structural. Le supplément de contrainte créé par l'empilement de deux dislocations séparées par une distance $X \approx 50$ nm est égal à $\mu b^2/2\pi X \sim 40$ MPa. C'est donc surtout la contrainte de cisaillement appliquée (≈ 550 MPa qui assure le glissement des dislocations dans cette situation, cette contrainte appliquée est assimilée à la CRSS déterminé par Duval et al.

[Duval 2012]. La contribution de l'effet d'empilement (contrainte interne) intervient pour 10 % environs de la contrainte appliquée.

b) l'ancrage de cœur des vis. Nous avons évalué l'amplitude de cet ancrage par la variation relative de l'énergie $\Delta E_v/E_v$ par unité de longueur du brin vis associée à cet ancrage. Cette quantité a été obtenue par la mesure de l'angle d'échappement [Castany et al. 2007]. Nous avons obtenu $\Delta E_v/E_v \approx 0,2$ avec¹ $E_v = 1,6$ nJ/m soit $\Delta E_v \approx 0,32$ nJ/m. Cette énergie correspond au travail de la contrainte pour arracher le brin vis de la zone d'ancrage. Si on admet que la contrainte reste constante pendant l'arrachement on a $\Delta E_v \approx \tau b \Delta l$. Comme on observe « in situ » que la vis se débloque pour une contrainte voisine de celle qui permet de franchir les nano-obstacles (~ 200 MPa), nous pouvons en déduire la valeur du volume $b \Delta l = 1,6$ nm² que nous considérons comme l'aire d'activation du processus ce qui correspond bien à l'ordre de grandeur de l'étalement du cœur des dislocations dans le titane obtenu par les calculs à l'échelle atomique [Vitek et al. 1991].

- **Dans la phase β** certains obstacles sont de même nature (cœur des vis, forêt et solution solide) ; nous n'avons pas vu d'évidence d'ordre local. Par contre le confinement de la déformation entre les lamelles α_s nécessite une contrainte de cisaillement que nous pouvons évaluer. La situation qui nécessite le plus de contrainte est réalisée lorsqu'il s'agit de courber une dislocation vis dans les couloirs les plus étroits (50 nm). La contrainte nécessaire est $\tau = T/Rb$ avec $R = d/2$ ($d =$ largeur du couloir, $T =$ tension de ligne du brin vis $\approx 1,6$ nJ/m). On obtient $\tau \approx 200$ MPa
- **Contribution de ces différentes sources à la résistance des alliages de titane.** Nous portons sur le Tableau 3 l'ordre de grandeur des contributions que nous avons évaluées ci-dessus. Nous noterons respectivement τ_{vis} , τ_{DS} , τ_{conf} , τ_{ordre} , $\tau_{forêt}$, τ_{ss} les différentes contributions à la contrainte correspondant respectivement à l'ancrage des brins vis, au durcissement structural, à l'ordre local, à la forêt et à la solution solide.

	τ_{vis} (MPa)	τ_{DS} (MPa)	τ_{conf} (MPa)
α_p	200	200	
β	?	X	200
α_s	?		250

Tableau 3. Contributions des différentes sources à la résistance de l'alliage.

¹ $E_v = \mu b^2/4\pi \text{Log } R/r_0 = 1,6 \cdot 10^{-9}$ J/m avec $\mu = 40$ GPa , $b = r_0 = 0,275$ nm, $R = 200$ nm

Il est évident que certaines contributions s'ajoutent. Par exemple :

- Lorsque dans la phase α les vis ancrées par leur cœur doivent en plus franchir des micro précipités la contrainte nécessaire est $\tau_{\text{vis}} + \tau_{\text{DS}}$
- Lorsque dans la phase β les vis ancrées doivent en plus se courber pour se propager entre les lamelles α_s la contrainte correspondante est $\tau_{\text{vis}} + \tau_{\text{conf}}$

Il ne faut pas oublier que ce sont des contraintes de cisaillement. Pour atteindre la contrainte macroscopique on utilise $\tau = \sigma \cdot s$ (s = facteur de Schmid) et on obtient ainsi bien l'ordre de grandeur de la contrainte fournie par les essais de traction macroscopique.

VI.3. Comparaison avec les résultats des partenaires PROMITI.

Le projet PROMITI regroupe différents collaborateurs. Au cours des paragraphes suivants nous comparerons et mettrons en parallèles nos résultats à ceux obtenus par les équipes partenaires à Nancy, Poitiers et Paris.

VI.3.1. Comparaison avec les travaux d'Amico Settefrati, Institut Jean Lamour (LSG2M).

Au cours de sa thèse sur le Ti 5553 A. Settefrati a étudié les cinétiques de transformation de phase, la prédiction des cinétiques, la transformation du revenu à partir d'une structure 100% β -métastable ou $\alpha+\beta$ -métastable. Une étude des propriétés mécaniques sur des microstructures modèles a également été réalisée ainsi que des calculs micromécaniques.

Ces travaux ont permis d'établir en particulier la cinétique de transformation nécessaire à l'obtention des microstructures des alliages Ti 5553 et Ti 17 et l'établissement d'un modèle prédictif. Lors de sa thèse Settefrati a également montré par des observations MEB et au travers de calculs micromécaniques la morphologie et l'arrangement que prennent les lamelles α_s .

3.1.a. Cinétique de transformation, Contraintes internes.

Grace à l'établissement des courbes donnant les paramètres de maille des différentes phases en fonction de la température réalisées à l'ESRF par l'équipe de l'IJL, nous avons pu

proposer le mécanisme élémentaire à l'origine des contraintes résiduelles (Figure 81 - chapitre V).

3.1.b. Morphologie et arrangement spatial des précipités.

Au cours de notre étude sur la caractérisation microstructurale des alliages, nous avons pensé dans un premier temps que les phases α_s avaient une morphologie de « cigare aplati ». En effet dans la littérature, le terme cigare ou aiguille revient relativement souvent lorsqu'il s'agit de qualifier la morphologie des lamelles α_s du Ti 17 [Gourbesvilles 2000, Delfosse 2005]. Par la suite, des observations au MEB (Figure 98) sur un échantillon ayant une bonne orientation cristallographique, des calculs micromécaniques et de champ de phase ont permis de démontrer que les précipités possèdent une morphologie lenticulaire et s'arrangent selon les plans (111) de la matrice (Figure 99).

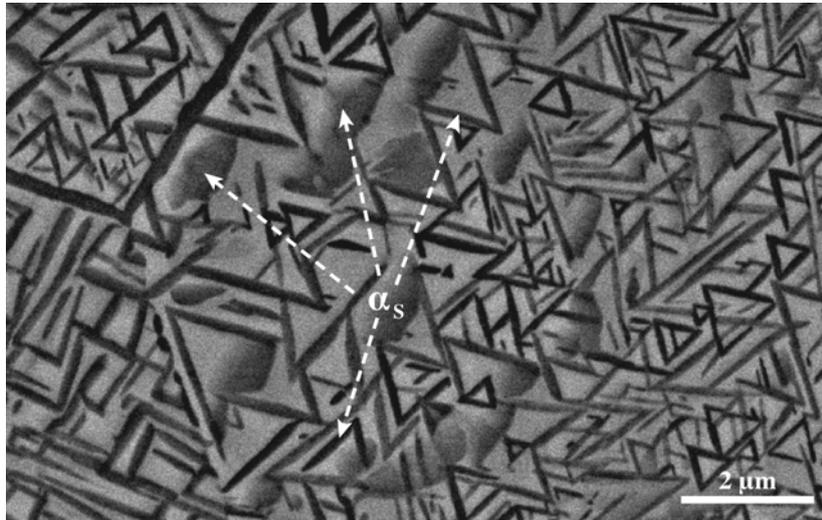


Figure 98. Micrographie MEB présentant les quatre variants des lamelles α_s se plaçant au voisinage des plans (111) de la matrice β cubique centrée (gris clair) [Settefrati 2012].

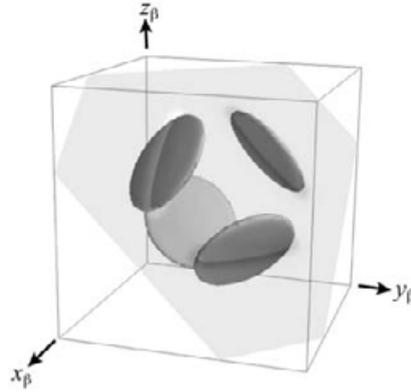


Figure 99. Distribution spatiale déterminée numériquement par A. Settefrati. [Settefrati 2012].

VI.3.2. Comparaison avec les travaux de Timothée Duval et P. Villechaise, Institut P' (ENSMA).

Au cours de ses travaux T. Duval a notamment étudié par déformation MEB in situ les mécanismes de déformation et d'endommagement des alliages Ti 17 et Ti 5553. Il a ainsi pu montrer où la déformation semble commencer, sa localisation dans la microstructure, son hétérogénéité, et l'importance de l'orientation des grains β vis à vis de la sollicitation.

3.2.a. Origine de la déformation.

Au cours de ses différents essais tant post mortem qu'in situ, T. Duval a montré que les tout premiers stades de la déformation semblent se dérouler au sein de la phase α_p avec notamment l'observation de bandes de cisaillement qui semblent naître dans les nodules α_p (Figure 100). Des traces de plasticité sans aucun lien direct avec la phase α_p semblent aussi apparaître dans la solution constituée des phases α_s et β (Figure 101).

Les auteurs ont pu grâce à la technique de déformation in situ dans un MEB, trouver les valeurs des contraintes critiques résolues CRSS (Critical Resolved Shear Stress) nécessaires à l'activation du glissement dans le plan basal, le prismatique et le pyramidal. Ces valeurs sont présentées dans le Tableau 4 et sont relativement semblables. Lors de nos différentes observations nous avons observé principalement des dislocations glissant dans des plans de base et prismatiques. L'absence d'observation de dislocations glissant dans le plan pyramidal peut être due à la microstructure local qui n'est pas favorablement orientée pour favoriser l'activation de ce plan.

Systèmes	CRSS	Ecart Type
Basal	538,45 MPa	31,02 MPa
Prismatique	549,53 MPa	38,36 MPa
Pyramidal	546,38 MPa	26,52 MPa

Tableau 4. CRSS nécessaire à l'activation de glissement dans les plans de base, prismatiques et pyramidaux [Duval 2012].

Ces résultats sont en accord avec ceux observés en MET où l'émission de dislocations depuis les interfaces α_p/β et la présence de sources de dislocations au sein de cette même phase ont été observées.

Par ailleurs, comme nous l'avons dit dans le chapitre IV nous ne pouvons pas affirmer que la déformation commence uniquement dans la phase α_p . Nous avons en effet montré que la phase β se déforme plastiquement, mais nous n'avons jamais pu assister à la nucléation de dislocations au sein de cette phase.

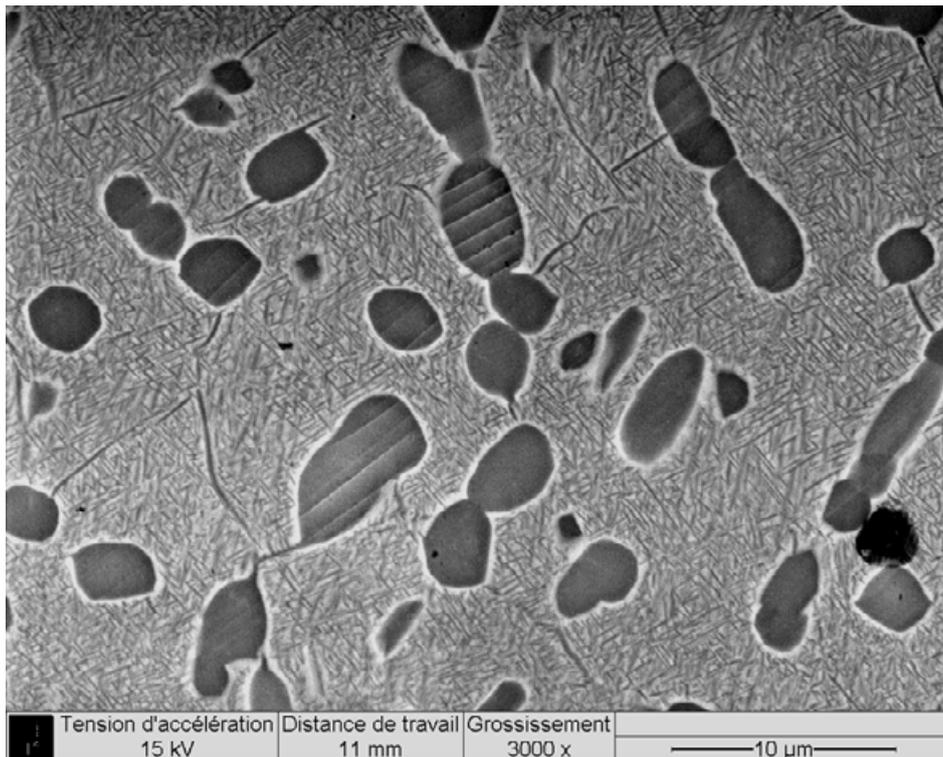


Figure 100. Micrographie montrant des bandes de glissement dans la phase α_p de l'alliage Ti 5553 lors des premiers instants de la déformation plastique [Duval 2012].

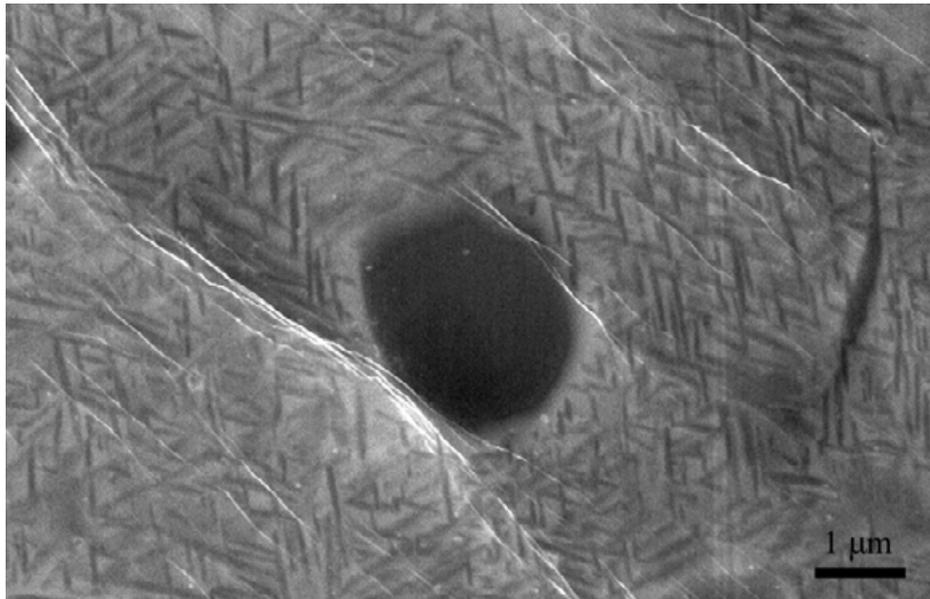


Figure 101. Micrographie MEB présentant des bandes de glissement dans la phase comprenant la matrice $\beta + \alpha_s$ [Duval 2012].

3.2.b. Localisation et hétérogénéité de la déformation.

Les auteurs ont également montré une localisation de la déformation, avec principalement des traces de glissement dans les nodules α_p . Ils ont également montré une hétérogénéité de la déformation en fonction de l'orientation des grains par rapports à l'axe de sollicitation.

Ils ont aussi identifié une activation principale de certains systèmes de glissement (Figure 100). On peut supposer que les systèmes de glissement les plus activés sont ceux qui sont en relation d'orientation de Burgers avec la phase β , ce qui rend la déformation plus facile. L'interface joue ainsi l'effet d'un « filtre » en imposant une sorte de sélection des systèmes de glissement et donc une hétérogénéité de la déformation.

Nous avons également remarqué cette hétérogénéité, en effet dans un échantillon déformé post mortem jusqu'à la rupture, nous avons observé des grains à l'intérieurs desquels les lamelles α_s sont complètement déformées alors que dans le grain voisin ce n'est pas le cas (Figure 43 – chapitre IV).

Enfin nous devons souligner que le lien avec la quatrième équipe partenaire s'est fait majoritairement via les résultats obtenus à l'échelle mésoscopique qui fournissent les données expérimentales nécessaires à la modélisation. La détermination des systèmes de glissement que nous avons faite et qui est en accord avec les résultats obtenus dans l'équipe partenaire de Poitiers, participe à cette interaction multiéchelle modélisation / expérience.

3.2.c. Conclusion.

Au cours de ce travail nous avons pu, à de nombreuses reprises, comparer nos différents résultats. Ces deux études sont parfaitement complémentaires et vont dans le même sens et montrent que :

- La déformation semble commencer dans la phase α_p ,
- La phase β se déforme plastiquement,
- Il y a une hétérogénéité et une localisation de la déformation.

Conclusions et perspectives

Au cours de cette thèse nous avons étudié la dernière génération d'alliages de titane, celle des β -métastables et notamment les alliages Ti 17 (Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr) et Ti 5553 (Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr). Ce travail a été réalisé dans le cadre du projet PROMITI dont l'objectif est l'étude multi-échelles des **PRO**priétés et des **MI**crostructures des alliages de **TI**tane β -métastables.

Notre contribution à ce projet concerne l'étude aux échelles microscopiques et nanoscopiques des microstructures et des micro-mécanismes de déformation dans ces alliages qui sont des alliages industriels.

Nous avons dans un premier temps caractérisé les deux microstructures en utilisant des techniques de microscopie électronique conventionnelle telle que la diffraction électronique mais aussi des techniques plus avancées comme la HREM ou l'ACOM (Automated Crystal Lattice Orientation). Nous avons montré que :

- L'alliage Ti 17 précipite de façon hétérogène au sein d'un même grain, avec des colonies de plaquettes de phase α_p d'un côté et des colonies de phase α_s de l'autre.
- L'alliage de Ti 5553 précipite de façon homogène avec une répartition aléatoire de nodules α_p et α_s .
- Dans ces deux alliages les relations d'orientation liant les phases α à la phase β sont respectées et les phases α_p de ces deux alliages sont le siège d'une nano précipitation de phase Ti_3Al .
- Les phases α_s ont une morphologie lamellaire ou lenticulaire.
- Pour la première fois nous avons mis en évidence et caractérisé une sous-structure hiérarchique à l'intérieur de ces lamelles α_s , le Ti 5553 possédant une famille de sous structure, le Ti 17, lui, en possède deux. Compte tenu des observations réalisées en HREM nous pensons que ces sous domaines servent à accommoder la contrainte (maclage).
- L'existence de zones très fortement écrouies au voisinage des interfaces α/β dans la phase α_p .

Nous avons, dans un deuxième temps, identifié le chemin de la déformation et les obstacles qui contrôlent le glissement des dislocations le long de ce chemin et qui conditionnent donc la résistance mécanique de ces alliages.

Nous avons montré que la déformation se fait de façon hétérogène et commence dans la phase α_p . Les dislocations sont émises depuis les régions écrouies au niveau des interfaces α_p/β et se multiplient selon un mécanisme que nous avons pour la première fois mis en évidence dans ces alliages :

La déformation traverse les interfaces et se propage dans la matrice β entre les couloirs créés par les lamelles α_s .

Les obstacles rencontrés dans chacune des phases ont été identifiés et quelquefois quantifiés.

Dans α_p différents types d'obstacles ont été mis en évidence.

- Des obstacles **extrinsèques** :
 - Les nano-précipités de Ti_3Al qui créent un durcissement structural
 - Un ordre local qui oblige les dislocations à se déplacer à plusieurs
 - Des interactions dislocations / dislocations (arbres de la forêt).
- Des obstacles **intrinsèques** constitués par la structure de cœur des dislocations vis.

Enfin, nous avons montré que les interfaces sont facilement traversées.

Pour la première fois dans ce type d'alliage le **mouvement de dislocations au sein de la phase β a pu être observé** :

- Les dislocations sont confinées entre les lamelles α_s .
- Elles rencontrent des obstacles extrinsèques (ancrages ponctuels) et intrinsèques (vis).

Des manifestations de la plasticité ont pu également être mises en évidence à l'intérieur des fines lamelles de phase α_s sans toutefois avoir pu être caractérisées précisément.

Nous avons, au cours de ce travail, révélé le rôle capital des interfaces et notamment celui des interfaces α_p/β qui sont fortement écrouies.

Il en résulte que :

- Cet écrouissage est dû à des variations des coefficients de dilatation (des phases α et β) au cours des traitements thermiques
- La phase β n'est pas écrouie. Ceci a été vérifié en MET et aussi par des calculs des états de contrainte de cette phase.

- La phase α est écrouie essentiellement par des dislocations de vecteur de Burgers de type $\mathbf{c+a}$ ce qui explique la faible mobilité de ces dislocations et la localisation de la déformation au voisinage de l'interface α/β .
- La relaxation de contrainte que l'on observe à l'échelle mésoscopique (microéchantillons) mais aussi macroscopique (pièces massives) est due à l'émission de dislocations de type \mathbf{a} de ces régions écrouies, les dislocations \mathbf{c} restant immobiles au niveau de l'interface créant ainsi une contrainte résiduelle

Enfin nos résultats sont en accord avec ceux des équipes partenaires, par exemple :

- L'aspect lenticulaire des phases α_s ainsi que leur agencement dans la matrice est en accord avec les résultats obtenus par des observations MEB et des calculs à l'IJL
- La variation des coefficients de dilatation obtenue à l'IJL nous a permis de déterminer l'origine de la contrainte interne
- La localisation, l'hétérogénéité, le début des phénomènes de plasticité et les systèmes de glissement sont en accord avec les travaux réalisées à l'Institut P'.

En perspectives, même si les travaux menés au cours de cette thèse ont permis de nombreuses avancées du point de vue de la compréhension des microstructures et des micro-mécanismes de déformation, il reste encore des sujets qui pourraient être approfondis comme par exemple :

- Le rôle de la matrice β . En effet certaines observations réalisées dernièrement au MEB ont montré la présence de bandes de cisaillement dans la solution solide constituée de phases α_s et de β , ces bandes de glissement ne semblent pas provenir de nodules α_p . Peut être une étude en déformation MET in situ sur un alliage sans α_s et un autre sans α_p pourrait clarifier la situation.
- Affiner le calcul lié à la contrainte résiduelle par l'utilisation de constantes élastiques plus proches de nos alliages industriels.
- Essayer d'aller plus loin dans la compréhension du mode de création des lamelles α_s .
- Etudier plus attentivement les interfaces qui existent au sein des sous-structures hiérarchiques dans ces lamelles (nous pensons notamment à l'aspect discontinue de ces interfaces visibles sur les clichés de HREM et qui servent très certainement à accommoder la contrainte) peut être par une étude en GPA (Geometrical Phase Analysis), technique qui permet d'étudier les variations de contraintes au sein d'une zone précise à l'échelle atomique.

Annexe : Evaluation de la contrainte associée à la contraction de la phase β .

Nous allons, à partir des mesures des déformations des mailles de chacune des phases déterminer les tenseurs des contraintes correspondants afin d'interpréter les résultats expérimentaux.

Nous avons vu que pour la phase β l'état de contrainte est une pression qui ne crée donc pas de cisaillement. Dans ces conditions nous ne cherchons pas à atteindre le niveau de contrainte puisque cet état ne crée pas de dislocations ce qui est vérifié expérimentalement : la phase β n'est pas écrouie au voisinage de son interface avec la phase α .

Pour la phase α notons respectivement δ_1 , δ_2 et δ_3 les déformations mesurées

$$\delta_1 = \delta_2 = (\Delta a/a)_\alpha \approx 0,25 \%, \quad \delta_3 = (\Delta c/c)_\alpha \approx 0,4 \%$$

Ce sont les termes du tenseur des déformations de la phase α dans le repère R. En appliquant la relation de Hooke et en introduisant les constantes élastiques on obtient les termes de la diagonale du tenseur des contraintes :

$$\sigma_{11} = (C_{11} + C_{12} + C_{13}) \delta$$

$$\sigma_{22} = (C_{11} + C_{12} + C_{13}) \delta$$

$$\sigma_{33} = (2C_{13} + C_{33}) \delta$$

Le troisième terme est différent des deux autres. Ce n'est donc pas une pression et dans ces conditions le cisaillement est possible. Pour calculer la valeur de ces contraintes principales nous avons utilisé les coefficients élastiques calculés par V. Trinité [Trinité 2007] pour les phases du titane à partir de calculs ab initio (Tableau 5).

Constantes élastiques de la phase α en GPa	
C_{11}	210
C_{12}	75
C_{13}	94
C_{33}	205
C_{44}	38

Tableau 5. Constantes élastiques du Titane pur déterminées par Trinité [Trinité 2007].

Nous avons calculé ces contraintes de cisaillement dans un plan de normale \mathbf{n} pour un cisaillement dans la direction $\hat{\mathbf{b}}/b$ à partir de la relation habituelle :

$$\tau = \frac{\sigma_{ij} n_j b_i}{b} \quad (19)$$

Nous avons évalué ces contraintes :

- Pour les trois systèmes de glissement du plan de base ces contraintes sont nulles. Les systèmes de glissement du plan de base ne sont pas sollicités par cet état de contrainte.
- Pour les dislocations \mathbf{a} dans les plans prismatiques : ces dislocations ne sont pas non plus sollicitées.
- Pour les dislocations $\mathbf{c+a}$ glissant dans les plans prismatiques et dans les plans pyramidaux 1 et 2. Certains de ces systèmes sont très sollicités. La Figure 94 présente les résultats pour certains plans. On constate que pour une contraction de 0,4% de la maille β la contrainte peut atteindre pour certaines dislocations $\mathbf{c+a}$ des niveaux de l'ordre ou supérieur à 600 MPa.

Pour réaliser ce calcul il a fallu déterminer les composantes des vecteurs unitaires des normales aux plans examinés ainsi celles des vecteurs de Burgers concernés. Ces composantes sont portées dans la feuille de calcul présentée sur le Tableau 6. Le rapport c/a nécessaire au calcul a été pris égal à 1,6.

Sur la Figure 101 nous avons représenté les systèmes de glissement de la phase α hc et les contraintes de cisaillement résolues que nous avons calculées.

Nous avons enfin vérifié que les contraintes et les déformations mesurées et/ou calculées maintiennent l'interface à la fois collée et en équilibre :

1. Continuité de la déformation à l'interface : $\varepsilon_{xx}^{\alpha} = \varepsilon_{xx}^{\beta}$ et $\varepsilon_{yy}^{\alpha} = \varepsilon_{yy}^{\beta}$
2. Equilibre des forces $\sigma_{iz}^{\alpha} = \sigma_z^{\beta}$

Pour la condition 1, on a $\varepsilon_{xx}^{\beta} = \varepsilon_{yy}^{\beta} \approx 0,3$ et $\varepsilon_{xx}^{\alpha} = \varepsilon_{yy}^{\alpha} \approx 0,25$

Pour la composante de la contrainte normale à l'interface qui est la seule non nulle $\sigma_{zz}^{\alpha} \approx 1570$ MPa et $\sigma_{zz}^{\beta} \approx 1400$ MPa évaluée avec les constantes élastiques de la phase β calculées par V. Trinité.

Compte tenu de la précision des mesures nous considérons que les conditions sont réalisées.

Déformations mesurées		
	δ_1	0,0025
	δ	0,0025
	δ	-0,004

Constantes élastiques phase α (GPa)		
	C11	210
	C12	75
	C13	94
	C33	205
	C44	38
	C11+C12+C13	379
	2C13+C33	393

Tenseur des contraintes (en GPa)		
	σ_{11}	0,9475
	σ_{22}	0,9475
	σ_{33}	-1,572

Systèmes de glissement				τ en MPa
	bi	0,265	0,46	-0,85
	prismatique	0,866	-0,5	0
	PI1	0,762	-0,442	0,472
	bj	-0,265	0,459	0,849
	prismatique	0,866	0,5	0
	PI1	0,762	0,442	0,472
	PI2	0,478	0,826	-0,12
	bk	0,26	0,459	-0,849
	prismatique	0	1	0
	PI1	0	0,87	0,475

Tableau 6. Présentations des contraintes nécessaires à l'activation de certains plans de glissement.

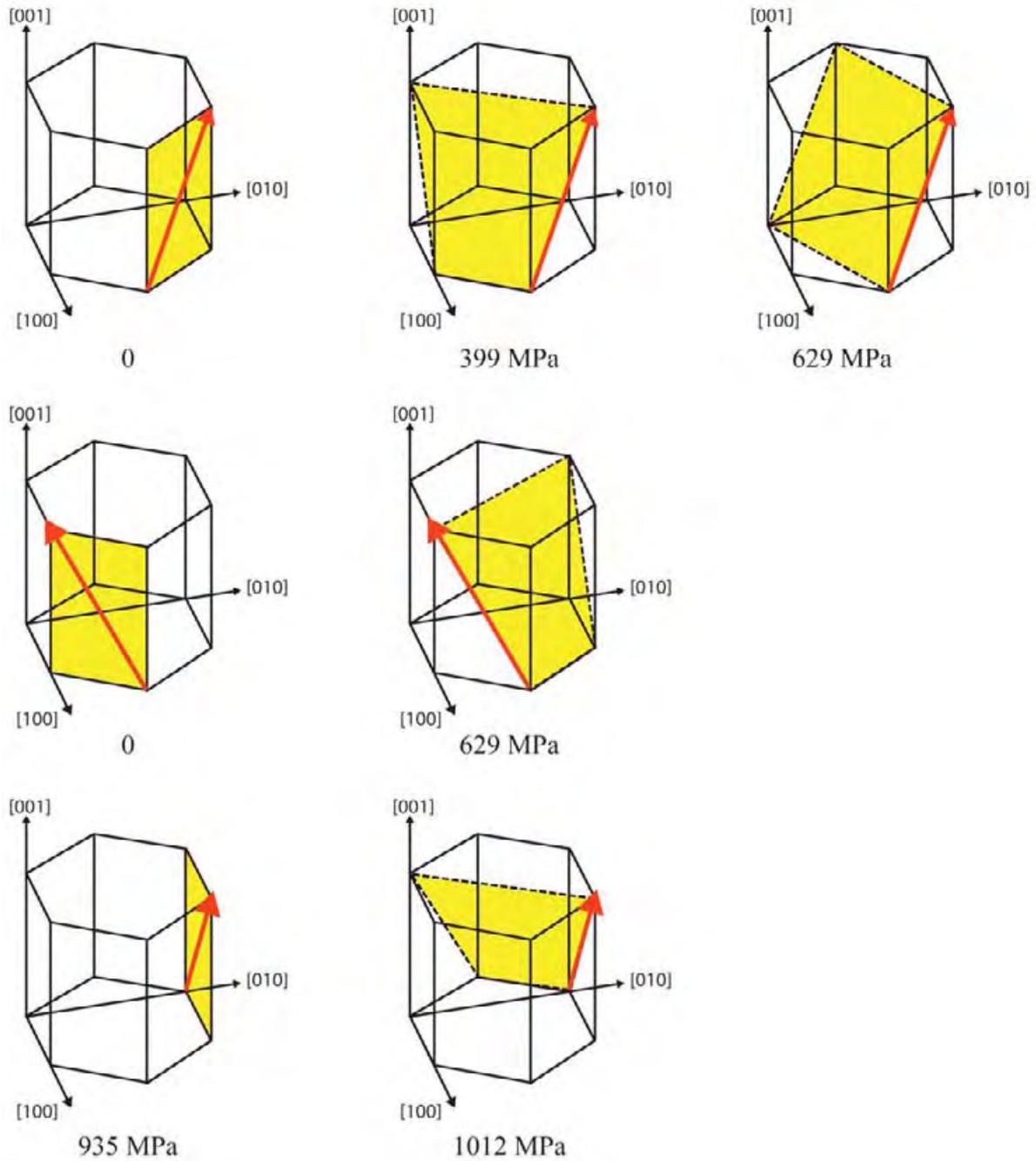


Figure 102. Représentation des systèmes de glissement de la phase α hexagonale compacte et des contraintes de cisaillement résolues calculées pour les dislocations $c+a$.

Références Bibliographiques

- Akhtar A., *Metallurgical Transactions A*, 6(5), p.1105-1113. 1975
- Akhtar A., Teghtsoonian E., *Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, 6(12), p.2201-2208. 1975
- Ambard S., *Thèse du CEA, Grenoble*. 2001
- Ankem S., Margolin H., *Metallurgical Transactions A*, 17(12), p.2209-2226. 1986
- Ankem S., Margolin H., Greene C.A., Neuberger B.W., Oberson P.G., *Progress in Materials Science*, 51(5), p.632-709. 2006
- Aoki M., Nguyenmanh D., Pettifor D., Vitek V., *Progress in Materials Science*, 52(2-3), p.154-195. 2007
- Ardell A.J., *Metallurgical Transactions A*, 16(12), p.2131-2165. 1985
- Bacon D.J., Vitek V., *Metallurgical and Materials Transactions A*, 33(3), p.721-733. 2002
- Beranger A.S., Feaugas X., Clavel, M., *Materials Science and Engineering: A*, 172(1-2), p.31-41. 1993
- Bertrand E., Castany P., Péron I., Gloriant T. *Scripta Materialia*, 2011
- Biget M., Saada G., *Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties*, 59(4), p.747-757. 1989
- Blackburn M.J., *ASM Transactions Quarterly*, 1966
- Boyer R.R., *Materials Science and Engineering: A*, 213(1-2), p.103-114. 1996
- Brewer W.D., Bird R.K., Wallace T.A., *Materials Science and Engineering A*, 243(1-2), p.299-304. 1998
- Bridier F., *Thèse de l'ENSMA, Poitiers*. 2006
- Bridier F., Villechaise P., Mendez J., *Acta Materialia*, 53(3), p.555-567. 2005
- Bridier F., Villechaise P., Mendez J., *Acta Materialia*, 56(15), p.3951-3962. 2008
- Bridier F., McDowell D.L., Villechaise P., Mendez J., *International Journal of Plasticity*, 25(6), p.1066-1082. 2009
- Bruneseaux F., Aeby-Gautier E., Geandier G., Da Costa Teixeira J., Appolaire B., Weisbecker P., Mauro A., *Materials Science and Engineering: A* 47, p.60-68. 2008
- Burgers W.G., *Physica*, 1(7-12), p.561-586. 1934

- Castany P., *Thèse de l'INSA, Toulouse*. 2007
- Castany P., Pettinari-Sturmel F., Crestou J., Douin J., Coujou A., *Acta Materialia*, 55(18), p.6284-6291. 2007
- Castany P., Pettinari-Sturmel F., Douin J., Coujou A., *Materials Science and Engineering: A*, 483-484, p.719-722. 2008
- Chan K.S., Wojcik C.C., Koss D.A., *Metallurgical Transactions A*, 12(11), p.1899-1907. 1981
- Churchman A.T., *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*, 226(1165), p.216 -226. 1954
- Clément N., *Thèse de l'Université Catholique de Louvain, Louvain*. 2010
- Clément N., Coujou A., Jouiad M., Caron P., Kirchner H.O.K., Khan T., *Superalloys 1996, TMS Publishers, Warrendale, PA (1996)*, p.239. 1996
- Clément N., Lenain A., Jacques P.J., *JOM*, 59(1), p.50-53. 2007
- Clément N., Molenat G., Caillard D., *Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties*, 64(3), p.697-708. 1991
- Clément N., Coujou A., Calvayrac Y., Guillet F., Blavette D., Duval S., *Microscopy Microanalysis Microstructures*, 7(1), p.20. 1996
- Conrad H., *Acta Metallurgica*, 14(11), p.1631-1633. 1966
- Cotton J.D., Boyer R.R., Briggs R.D., Baggerly R.G., Meyer C.A., Carter M.D., Wood W., Tewksbury G., Li V., Yao X., *Ti-2007 Science and Technology, edited by M. Ninomi, S. Akiyama, M. Ikeda, M. Hagiwara, K. Maruyama*. 2007
- Coujou A., Lours P., Roy N.A., Caillard D., Clément N., *Acta Metallurgica et Materialia*, 38(5), p.825-837. 1990
- Couret A., *Philosophical Magazine A*, 79(8), p.1977. 1999
- Couret A., Caillard, D., *Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties*, 59(4), p.783-800. 1989a
- Couret A., Caillard D., *Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties*, 59(4), p.801-819. 1989b
- Couret A., Crestou J., Farenc S., Molenat G., Clément N., Coujou A., Caillard D., *Microscopy Microanalysis Microstructures*. 1993
- Curtis R.E., Boyer R.R., Williams J.C., *ASM Transactions Quarterly*. 1969
- Daffos C., *Communication privée*. 2011
- Delfosse J., *Thèse de l'Ecole Centrale Paris, Paris*. 2005
- Delmas F., *Thèse de l'Université Paul Sabatier, Toulouse*. 2002
- Delmas F., Casanove M.J., Lours P., Couret A., Coujou A., *Materials Science and*

- Engineering A*, 373(1-2), p.80-89. 2004
- Deschamps A., Brechet Y., *Acta Materialia*, 47(1), p.293-305. 1998
- Ding R., Chiu Y., Jones I.P., Escalé N., Pettinari-Sturmel F., Douin J., *Journal of Electron Microscopy*. 2011
- Douin J., Castany P., Pettinari-Sturmel F., Coujou A., *Acta Materialia*, 57(2), p.466-473. 2009
- Duerig T.W., Albrecht J., Richter D., Fischer P., *Acta Metallurgica*, 30(12), p.2161-2172. 1982
- Duval T., *Thèse de l'Institut P', Poitiers*, 2012
- Elmer J.W., Palmer T.A., Babu S.S., Specht E.D., *Materials Science and Engineering A*, 391(1-2), p.104-113. 2005
- Farenc S., *Thèse de l'Université Paul Sabatier, Toulouse*. 1992
- Farenc S., Caillard D., Couret, A., *Acta Metallurgica et Materialia*, 43(10), p.3669-3678. 1995
- Farenc S., Caillard D., Couret, A., *Acta Metallurgica et Materialia*, 41(9), p.2701-2709. 1993
- Feaugas X., *Thèse de l'Université de Technologie de Compiègne. Compiègne*. 1994
- Feaugas X., Clavel M., *Acta Materialia*, 45(7), p.2685-2701. 1997
- Fleischer R.L., *Acta Metallurgica*, 10(9), p.835-842. 1962
- François D., Pineau A., Zaoui A., *Comportement mécanique des matériaux* Hermes Paris. 1995
- Gerold V., Karnthaler H.P., *Acta Metallurgica*, 37(8), p.2177-2183. 1989
- Gil F.J., Ginebra M.P., Manero J.M., Planell J.A., *Journal of Alloys and Compounds*, 329(1-2), p.142-152. 2001
- Girshick A., Pettifor D.G., Vitek V., *Philosophical Magazine A*, 77, p.999-1012. 1998
- Gloriant T., Texier G., Prima F., Laillé D., Gordin D.M., Thibon I., Ansel D., *Advanced Engineering Materials*, 8(10), p.961-965. 2006
- Gloriant T., Texier G., Sun F., Thibon I., Prima F., Soubeyroux J.L., *Scripta Materialia*, 58(4), p.271-274. 2008
- Gourbesvilles O., *Caractérisation par DRX de la microstructure d'alliages à base de Nickel (718) et à base de Titane (Ti 17). Prévisions des propriétés mécaniques*. ENSAM. 2000.
- Grosdidier T., Roubaud C., Philippe M.J., Combres Y., *Scripta Materialia*, 36(1), p.21-28. 1997
- Gysler, A., Lütjering G., *Metallurgical Transactions A*, 13(8), p.1435-1443. 1982
- Hanada S., Izumi, O., *Metallurgical Transactions A*, 18(2), p.265-271. 1987

- Hanada S., Izumi O., *Metallurgical Transactions A*, 17(8), p.1409-1420. 1986
- Hazzledine P.M., Karnthaler H.P., Korner A., *Physica Status Solidi (a)*, 81(2), p.473-484. 1984
- Hirsch P.B., Kelly A., *Philosophical Magazine*, 12(119), p.881-900. 1965
- Ishiyama S., Hanada S., Izumi O., *ISIJ International*, 31(8), p.807-813. 1991
- Ivasishin O.M., Markovsky P.E., Matviychuk Y.V., Semiatin S.L., Ward C.H., Fox S., *Journal of Alloys and Compounds*, 457(1-2), p.296-309. 2008
- Jones N.G., Dashwood R.J., Dye D., Jackson M., *Materials Science and Engineering: A*, 490(1-2), p.369-377. 2008
- Kahveci A.I., Welsch G.E., *Scripta Metallurgica*, 20(9), p.1287-1290. 1986
- Kahveci A.I., Welsch G.E., *Scripta Metallurgica et Materialia*, 25(8), p.1957-1962. 1991
- Kocks U.F., *5. international conference on the strength of metals and alloys*, , 3, p.1661. 1979
- Lee D.-G., Lee S., Lee C.S., *Materials Science and Engineering A*, 366(1), p.25-37. 2004
- Lefranc P., *Thèse de l'ENSMA, Poitiers*. 2008
- Legrand P.B., *Philosophical Magazine A*, 52(1), p.83. 1985
- Legros M., *Thèse de l'Université Paul Sabatier, Toulouse*. 1994
- Lin F.S., Starke E.A., Chakraborty S.B., Gysler A., *Metallurgical Transactions A*, 15(6), p.1229-1246. 1984
- Lütjering G., Weissmann S., *Acta Metallurgica*, 18(7), p.785-795. 1970
- Lütjering G., *Materials Science and Engineering: A*, 243(1-2), p.32-45. 1998
- Lütjering G., Williams J.C., *Titanium*, 2003
- Mahajan Y., Margolin H., *Metallurgical Transactions A*, 13(2), p.257-268. 1982a
- Mahajan Y., Margolin H., *Metallurgical Transactions A*, 13(2), p.269-274. 1982b
- Martin J.L., Kubin L.P., *Ultramicroscopy*, 3, p.215-226. 1978
- Maruyama K., Sawada K., Koike J., *ISIJ International*, 41(6), p.641-653. 2001
- Máthis K., Rauch E.F., *Materials Science and Engineering: A*, 462(1-2), p.248-252. 2007
- Miller W.H., Chen R.T., Starke E.A., *Metallurgical Transactions A*, 18(8), p.1451-1468. 1987
- Mitsuo N., *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 1(1), p.30-42. 2008
- Moeck P., Rouvimov S., Rauch E.F., Véron M., Kirmse H., Häusler I., Neumann W., Bultreys D., Maniette Y., Nicolopoulos S., *Crystal Research and Technology*. 2011
- Mondolfo L.F., *Aluminium alloys: structure and properties* Butterworths. 1976

- Morawiec A., Bouzy E., *Journal of Applied Crystallography*, 39(1), p.101-103. 2006
- Naka S., Kubin L., Perrier C., *Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties*, 63(5), p.1035-1043. 1991
- Naka S., Lasalmonie A., Costa P., Kubin L., *Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties*, 57(5), p.717-740. 1988
- Neeraj T., Hou D.H., Daehn G.S., Mills M.J., *Acta Materialia*, 48(6), p.1225-1238. 2000
- Neeraj T., Mills M.J., *Materials Science and Engineering A*, 319-321, p.415-419. 2001
- Oka M., Taniguchi Y., *Metallurgical Transactions A*, 10(5), p.651-653. 1979
- Okazaki K., Conrad H., *Acta Metallurgica*, 21(8), p.1117-1129. 1973
- Olfe J., Neuhäuser H., *Physica Status Solidi (a)*, 109(1), p.149-160. 1988
- Pelissier C., *Thèse de l'Institut National Polytechnique de Grenoble, Grenoble*. 1996
- Peters J.O., Lütjering G., Koren M., Puschnik H., Boyer R.R., *Materials Science and Engineering: A*, 213(1-2), p.71-80. 1996
- Pettinari-Sturmel F., Douin J., Coujou A., Clément N., *Zeitschrift Fur Metallkunde*, 97(3), p.200-204. 2006
- Pettinari-Sturmel F., Couret A., Caillard D., Molenat G., Clément N., Coujou A., *Journal of Microscopy*, 203(1), p.47-56. 2001
- Plessing J., Achmus C., Neuhauser H., Schonfeld B., Kistorz G., *Zeitschrift Fur Metallkunde*, 88(8), p.630-635. 1997
- Prima F., *Thèse de l'INSA, Rennes*. 2000
- Rauch E. F., Veron M., *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 36(10), p.552-556. 2005
- Rauch E.F., Dupuy L., *Journal of Applied Crystallography*, 39(1), p.104-105. 2006
- Sakai T., Fine M.E., *Acta Metallurgica*, 22(11), p.1359-1372. 1974
- Sastry D.H., Vasu K.I., *Acta Metallurgica*, 20(3), p.399-405. 1972
- Savage M.F., Tatalovich J., Mills M.J., *Interfacial Engineering for Optimized Properties III.*, p. 37-49. 2004
- Schwander P., Schönfeld B., Kistorz G., *Physica Status Solidi B-Basic Research*, 172(1), p.73-85. 1992
- Settefrati A., *Thèse de l'Ecole des Mines de Nancy, Nancy*. 2012
- Šob M., Kratochvíl J., Kroupa F., *Czechoslovak Journal of Physics*, 25(8), p.872-890. 1975
- Suri S., Viswanathan G.B., Neeraj T., Hou D.H., Mills MJ., *Acta Materialia*, 47(3), p.1019-1034. 1999
- Tanaka T., Conrad H., *Acta Metallurgica*, 20(8), p.1019-1029. 1972

Terlinde G.T., Duerig T.W., Williams J.C., *Metallurgical Transactions A*, 14(10), p.2101-2115. 1983

Trinité V., *Thèse de l'Ecole Polytechnique de Paris, Paris*. 2007

Vitek V., Igarashi M., *Philosophical Magazine A*, 63(5), p.1059. 1991

Welsch G., Bunk W., *Metallurgical Transactions A*, 13(5), p.889-899. 1982

Welsch G., Lütjering G., Gazioglu K., Bunk W., *Metallurgical Transactions A*, 8(1), p.169-177. 1977

Williams J.C., Baggerly R.G., Paton N.E., *Metallurgical and Materials Transactions A*, 33(13), p.837-850. 2002

Zaefferer S., *Materials Science and Engineering A*, 344(1-2), p.20-30. 2003

Titre de la thèse :

Etude par Microscopie Electronique en Transmission des microstructures et des micromécanismes de déformation d'alliages de titane bêta-métastable

Résumé :

L'allègement des structures qui est une des tâches prioritaires dans le développement de nouveaux avions peut être obtenu par l'introduction de matériaux ayant de très hautes performances mécaniques spécifiques. Les alliages de titane, par leurs hautes propriétés mécaniques, leur faible densité, leur haute tolérance au dommage et leur résistance à la corrosion sont particulièrement intéressants pour atteindre cet objectif. Ce travail a pour but de caractériser et de comprendre les micro-mécanismes fondamentaux de déformation dans deux alliages de titane de nouvelle génération, dits -métastables, qui sont le Ti 5553 (Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr) et le Ti 17 (Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr). Ces deux alliages apparaissent comme de très bons candidats pour remplacer l'alliage de référence dans l'aéronautique qui est le TA6V (Ti-6Al-4V).

Pour mener à bien cette étude nous avons dans un premier temps caractérisé par Microscopie Electronique en Transmission la microstructure très complexe de ces deux alliages : celle-ci est constituée de différentes phases hexagonales compactes ayant précipité dans une matrice cubique centrée. Une étude par déformation MET in situ couplée à des observations conventionnelles et en haute résolution ont permis d'identifier et quantifier les micro-mécanismes de déformation jouant un rôle dans la plasticité de ces matériaux. Nous avons ainsi déterminé que la résistance de ces alliages est due à différentes contributions telles qu'un durcissement structural, la présence d'un ordre local ou encore la structure de cœur des dislocations vis.

Mots clés :

Alliages de titane, alliages -métastable Ti 5553, Ti 17, micro-mécanismes de déformation, MET, déformation in situ, dislocations.

Title :

Microstructure and deformation micro mechanisms of beta-metastables Titanium alloys determined by Transmission Electron Microscopy

Abstract :

The lightening of structure is one of the most important issue in the aircraft industry. The weight saving for future planes could be obtained by the use of materials with very high specific mechanical performances. Titanium alloys have high mechanical properties, a relatively low density, an high damage tolerance and corrosion resistance are particularly interesting to reach this purpose. The aim of this present work is to characterize and understand the fundamental micro-mechanisms of deformation in two titanium alloys: Ti 5553 (Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr) and Ti 17 (Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr). These two alloys seem to be good candidates to substitute the Ti64 alloy, which is the aeronautical industry reference.

To carry out this study we have characterized by Transmission Electron Microscopy the microstructure, which consists in hexagonal phases embedded in a cubic centered matrix. In situ straining TEM experiments combined with conventional and High Resolution observations allow us to identify and quantify the micro-mechanisms of deformation that influence the plasticity in these materials. So we have determined that the strength is due to several contributions like: a structural hardening, the presence of a local order or the core structure of screw dislocations.

Key words:

Titanium alloys, -metastable alloys, Ti 5553, Ti 17, micro-mechanisms of deformation, TEM, In situ straining TEM experiments, dislocations.