Viscoplasticité à l'ambiante du titane en relation avec ses teneurs en oxygène et hydrogène

Bassem Barkia

▶ **To cite this version:**

Bassem Barkia. Viscoplasticité à l'ambiante du titane en relation avec ses teneurs en oxygène et hydrogène. Sciences de l'ingénieur [physics]. Ecole Polytechnqiue, 2014. Français. NNT : . tel-01137807

HAL Id: tel-01137807
https://pastel.hal.science/tel-01137807

Submitted on 31 Mar 2015

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

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

ÉCOLE POLYTECHNIQUE
UNIVERSITÉ PARIS-SACLAY

THÈSE

Pour l'obtention du titre de :

Docteur de L'École Polytechnique

Spécialité : Mécanique

Soutenue le 13 octobre 2014 par :

Bassem BARKIA

Viscoplasticité à l'ambiante du titane en relation avec ses teneurs en oxygène et hydrogène

Jury

Mikhail Lebedkin	Directeur de Recherche CNRS, LEM3, Metz	Rapporteur
Salima Bouvier	Professeur Université de Technologie de Compiègne	Rapporteuse
Xavier Feaugas	Professeur Université de La Rochelle	Examinateur
Franck Montheillet	Directeur de recherche CNRS, LGF, École des Mines de Saint-Étienne	Examinateur
Florence Pettinari-Sturmel	Professeur Université Paul Sabatier	Examinatrice
Michel Bornert	Ingénieur en chef des ponts, École Nationale des Ponts et Chaussées	Examinateur
Véronique Doquet	Directrice de recherche CNRS, LMS, Palaiseau	Co-directrice de thèse
Ivan Guillot	Professeur Université Paris XII	Co-directeur de thèse

Laboratoire de Mécanique des Solides, École Polytechnique, 91120 Palaiseau, France

Institut de Chimie et des Matériaux Paris-Est, 94320 Thiais, France

Remerciements

Ce travail a été effectué au Laboratoire de Mécanique des Solides de l'École Polytechnique dirigé par Patrick Le Tallec et à l'Institut de Chimie et des Matériaux Paris-Est au sein de l'équipe MCMC. L'étude était financée par l'ANR dans le cadre du projet FLUTI.

J'exprime toute ma reconnaissance envers mes directeurs de thèse Véronique Doquet et Ivan Guillot qui m'ont guidé tout au long de cette thèse. Il va être très difficile d'exprimer ici en quelques mots tout le plaisir que j'ai eu à travailler avec eux pendant ces trois années. Je ne pourrai jamais remercier assez Véronique pour toute l'aide qu'elle m'a apporté lors de ce travail, pour sa grande disponibilité malgré de nombreuses occupations et surtout pour la confiance qu'elle m'a accordée.

Je remercie vivement Monsieur Xavier Feaugas, Professeur à l'Université de La Rochelle, de m'avoir fait l'honneur de présider mon jury de thèse.

J'exprime toute ma gratitude envers Monsieur Mikhail Lebedkin, Directeur de Recherche au LEM3 de l'Université de Metz et Madame Salima Bouvier, Professeur à l'Université de Technologie de Compiègne, pour avoir accepté la lourde charge de rapporteur. Je les remercie pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail.

Je tiens à remercier également Messieurs Franck Montheillet et Michel Bornert ainsi que Madame Florence Pettinari-Sturmel, de m'avoir fait le plaisir d'examiner mon travail et de participer à mon jury de thèse.

Jean-Philippe Couzinié m'a initié aux joies de la microscopie électronique en transmission. Je lui en suis extrêmement reconnaissant. Je garde un excellent souvenir de nos séances de travail.

Merci à Eva Héripré, Alexandre Tanguy pour leur apport dans la conduite des essais in situ et à Vincent de Greef et Jean-Erik Guimbretière pour leur aide dans la réalisation des essais mécaniques macroscopiques.

Merci à Sylvie Lartigue et Julie Bourgon pour leur apport dans l'analyse des observations MET ainsi qu'à Fabrice Couturas et Jean-Louis Bonnentien pour leur aide précieuse pendant les chargements et les dégazages en hydrogène.

À tous mes collègues du LMS et de l'équipe MCMC à l'ICMPE.

Enfin, au delà de ces trois années de thèse, je remercie ma famille et en particulier mes parents pour leurs encouragements et leur confiance sans limite.

Tables des matières

Introduction **11**

Chapitre I : Bibliographie **15**

I.1. Notions de base **16**

I.1.1. Structure cristallographique du titane **16**

I.1.2. Notion d'«oxygène équivalent» **17**

I.1.3. Élasticité **17**

I.1.4. Loi de Schmid **18**

I.2. Modes de déformation dans le titane α **19**

I.2.1. Glissement dans les monocristaux **20**

I.2.2. Glissement dans les polycristaux **22**

I.2.3. Le maclage mécanique **24**

I.2.4. Les bandes de pliage **26**

I.3. Structure de cœur des dislocations et conséquences **27**

I.4. Fluage à la température ambiante **28**

I.5. Influence de l'oxygène sur la viscoplasticité du titane **32**

I.5.1. Effet sur les propriétés en traction et rupture **32**

I.5.2. Effet sur l'arrangement et la densité des dislocations **33**

I.5.3. vieillissement dynamique et conséquences **34**

I.6. Influence de l'hydrogène sur la viscoplasticité du titane **38**

I.6.1. Effet sur le comportement en traction **38**

I.6.2. Effet sur la mobilité des dislocations **40**

I.6.3. Hydrogène et vieillissement dynamique **41**

I.6.4. Effet de l'hydrogène sur le fluage à l'ambiante des alliages de titane **42**

I.7. Diffusion de l'hydrogène dans le titane α **42**

I.7.1. Coefficient de diffusion de l'hydrogène **42**

I.7.2. Identification des paramètres de dégazage : abaques d'Albrecht and Mallet **44**

I.8. Limite de solubilité de l'hydrogène à la température ambiante **44**

I.8.1. Solubilité dans la phase α **44**

I.8.2. Solubilité dans la phase β **46**

I.8.3. Effets des éléments d'addition **46**

I.9. Questions ouvertes et objectifs 47

Chapitre II : Matériaux de l'étude 49

II.1. Composition des matériaux 50
II.2. Microstructure et texture 51
II.2.1. Tôles de T40 et T60 51
II.2.1.1. Microstructure 51
II.2.1.2. Texture 55
II.2.1.3. Statistiques des facteurs de Schmid 56
II.2.2 Billette 58
II.2.2.1. Microstructure 58
II.2.2.2. Texture 61
II.2.2.3. Statistiques de facteurs de Schmid 61
II.3. Chargement ou appauvrissement en hydrogène 62
II.3.1 Chargement en hydrogène 62
II.3.1.1. Dispositif et procédure de chargement 62
II.3.1.2. Vérification des teneurs obtenues 63
II.3.1.3. Limite de solubilité de l'hydrogène dans les matériaux étudiés 64
II.3.2. Dégazage de l'hydrogène 66

Chapitre III : Comportement macroscopique 69

III.1. Comportement en traction à vitesse constante 70
III.1.1. Courbes de traction à 2.10^{-4} s^{-1} 70
III.1.2. Taux d'écrouissage 72
III.1.3. Anisotropie transverse de la déformation 76
III.2. Viscosité à la température ambiante 78
III.2.1. Essais de sauts de vitesse 79
III.2.2. Essais de relaxation 83
III.2.2.1. Principe et déroulement des essais 83
III.2.2.2. Mesure de la contrainte relaxée 85
III.2.2.2.1. Cinétiques de relaxation 85
III.2.2.2.2. Effet de la déformation plastique et de la vitesse de mise charge 87
III.2.2.3. Calcul de la sensibilité à la vitesse 88

III.2.3. Partition de la contrainte macroscopique **91**
III.2.3.1. Méthode de dépouillement des essais de charge-décharge-recharge **91**
III.2.3.2. Résultats **93**
III.2.4. Fluage à l'ambiante **95**
III.2.4.1. Fluage primaire **101**
III.2.4.1.1. Période d'incubation **101**
III.2.4.1.2. Fluage primaire normal **106**
III.2.4.2. Fluage secondaire **107**
III.2.4.3. Anélasticité après fluage **108**
III.2.5. Discussion **111**
III.2.5.1. Origine physique du plateau **111**
III.2.5.2. Vieillissement statique **113**
III.2.5.3. Manifestations évoquant un vieillissement dynamique **114**
III.2.6. Effet de l'hydrogène sur la viscoplasticité du titane **117**
III.2.6.1. Effet de l'hydrogène sur le comportement en traction à 2.10^{-4} s^{-1} **117**
III.2.6.2. Effet de l'hydrogène sur la sensibilité à la vitesse **120**
III.2.6.3. Effet de l'hydrogène sur le fluage **121**
III.3. Conclusions **125**

Chapitre IV : Étude des mécanismes de déformation aux échelles mésoscopique et microscopique **127**

IV.1. Procédure expérimentale **128**
IV.1.1. Préparation des éprouvettes **128**
IV.1.2. Déroulement des essais **128**
IV.1.3. Technique d'identification des systèmes activés **132**
IV.1.4. Identification du système π_1<c+a> par observations MET **134**
IV.2 Résultats **141**
IV.2.1. Nature des systèmes de glissement activés **141**
IV.2.2. Morphologie du glissement (analyse qualitative) **146**
IV.2.3. Le maclage mécanique **148**
IV.2.4. Cissions critiques **150**
IV.2.4.1. Glissement prismatique **151**
IV.2.4.2. Autres systèmes de glissement **155**

IV.2.5. Mesure des champs de déformation locale par corrélation d'images numériques (CIN) **157**
IV.2.5.1. Champs de déformation et micromécanismes de déformation **157**
IV.2.5.2. Calcul des coefficients de Lankford à partir des champs de déformation **162**
IV.2.5.3. Hétérogénéité de la déformation **163**
IV.2.6. Corrélation entre taux d'écrouissage et mécanismes activés **165**
IV.2.6.1. Direction longitudinale **165**
IV.2.6.2. Direction Transverse **166**
IV.2.7. Microstructure après fluage **168**
IV.2.7.1. Aspect de la microstructure après fluage et nature des mécanismes activés **168**
IV.2.7.1.1. T40 et T60 ($\geq$ 0,47 % at $O_{éq}$) **168**
IV.2.7.1.2. Billette (0,13 % at $O_{éq}$) **172**
IV.2.7.2. Mouvement et multiplication des dislocations **175**
IV.3 Conclusions **178**

Chapitre V : Modèle de viscoplasticité cristalline **181**

V.1. Principe et hypothèses du modèle **182**
V.1.1. Description des textures **182**
V.1.2. Loi de comportement **186**
V.1.2.1. Monocristal **186**
V.1.2.2. Loi de transition d'échelle **187**
V.2. Identification du modèle **188**
V.3. Applications **195**
V.3.1. Effet de la vitesse de déformation sur les mécanismes de déformation et sur la sensibilité à la vitesse **195**
V.3.2. Contrainte seuil de fluage **196**
V.4. Conclusions **200**

Conclusions générales et perspectives de l'étude **201**

Références **207**

Annexes **221**

A. Techniques expérimentales **222**

B. Trajets de chargement des essais mécaniques **233**

C. Caractéristiques des différents stades de fluage **245**

D. Essais mécaniques sur matériaux bruts, chargés ou dégazés **251**

E. Méthode de détermination des plans de glissement **263**

Introduction

Les alliages de titane sont largement employés dans les domaines de l'aéronautique et de l'espace (aubes de turbine, rotors et pales d'hélicoptères, bagues de trains d'atterrissage, réservoirs de carburant pour satellites…) principalement pour leur caractéristiques mécaniques élevées jusqu'à environ 600 °C (la résistance à la rupture, la ductilité, la fatigue) associés à une densité assez faible (60 % de celle des aciers). La biocompatibilité du titane le rend intéressant dans le domaine biomédical (prothèses articulaires, implants dentaires, montures de lunette…) et une recherche très active est consacrée à sa nano-structuration par déformation plastique sévère, qui permet de le renforcer sans ajouter d'éléments d'alliage. Il est également utilisé dans d'autres secteurs comme la chimie, la construction navale (coques de sous-marins) et la désalinisation d'eau de mer, grâce à une excellente tenue à la corrosion, notamment marine, l'industrie automobile (arbre moteur, bielles, soupapes, ressorts de suspension…), l'industrie de l'armement (blindages) ou encore les loisirs (cadres de vélo, cannes de golf…).

Dans de nombreuses applications, les alliages de titane peuvent être soumis à des contraintes statiques ou résiduelles pour des longues périodes, à basse température ($T<0{,}25\ T_{fusion}$). Par exemple, à température ambiante, le fluage concerne les composants aéronautiques comme les bagues de trains d'atterrissage soumis au poids de l'avion ou les implants biomédicaux (Genou artificiel par exemple), au poids de la personne. Ce phénomène est une source d'autres problèmes industriels comme le desserrage des assemblages vissés, par relaxation des contraintes, ou encore le risque d'effondrement par fluage, sous le poids des roches tombées du plafond des galeries, des protections anti-ruissellement en titane placées au dessus des déchets radioactifs entreposés en couches géologiques profondes aux USA (Figure 1).

Le fluage en pointe de fissure, combiné à d'autres effets, notamment de l'hydrogène, peut également contribuer, comme l'ont montré Mignot *et al.* [I.1] à une propagation lente, sous-critique, telle que celle observée à la température ambiante, dans des couvercles d'échangeurs thermiques en titane sous l'effet de contraintes résiduelles de soudage [I.2] (Figures 2 et 3).

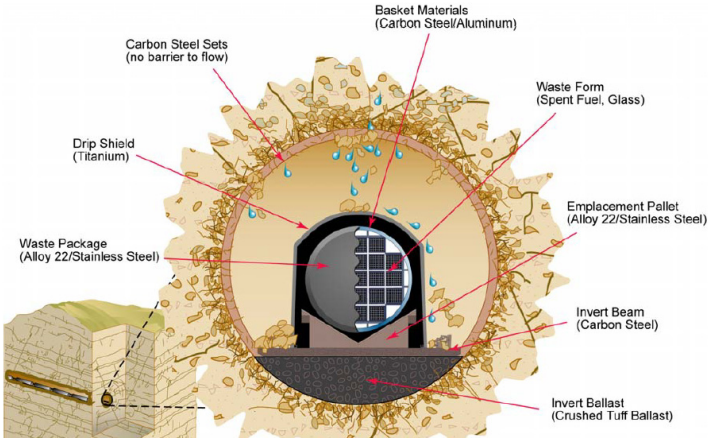


Figure 1 - Protection anti-ruissellement en titane au dessus de déchets radioactifs entreposés en couche géologique profonde aux USA.

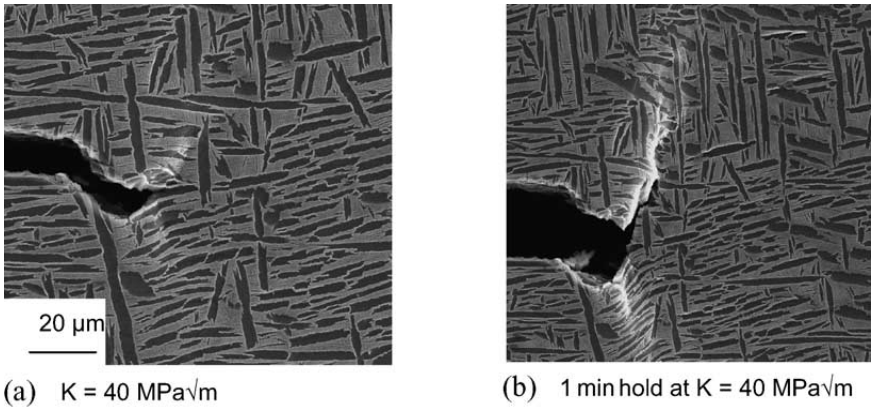


Figure 2 - Fluage à la pointe d'une fissure dans l'alliage Ti6246 à la température ambiante [I.1].

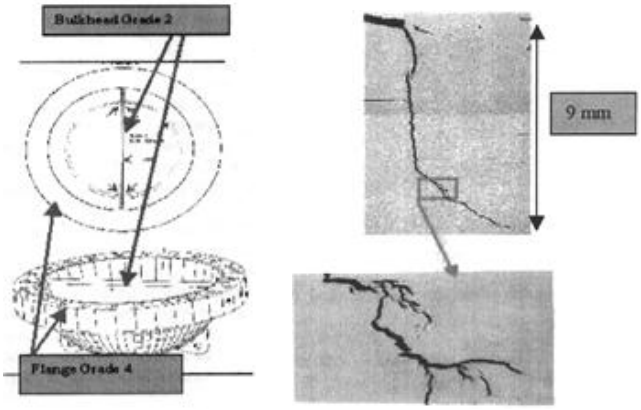


Figure 3 - Fissuration lente à la température ambiante, d'un couvercle d'échangeur thermique de sous-marin en titane de grade 4, sous l'effet de contraintes résiduelles de soudage [I.2].

Afin de faire face à tous ces problèmes et améliorer la résistance au fluage « à froid » des alliages de titane, il est essentiel d'en comprendre les mécanismes de déformation à basse température. Or, ces alliages sont souvent biphasés et constitués d'une phase « α » de structure hexagonale compacte et d'une phase « β » de structure cubique centrée aux propriétés mécaniques (limites d'écoulement) et physico-chimiques (solubilité et diffusivité des impuretés, notamment de l'hydrogène) très contrastées. L'arrangement de ces phases peut, de plus, être très divers, conduisant, suivant les traitements thermomécaniques, à des microstructures globulaires ou aciculaires, en vannerie…Compte tenu du consensus existant dans la littérature pour attribuer à la phase α, beaucoup plus déformable, la propension au fluage à froid des alliages de titane, il a paru pertinent, pour une étude de base des mécanismes viscoplastiques, d'éviter une telle complexité microstructurale et de centrer l'étude sur du titane non allié, de pureté commerciale.

Si le titane de pureté commerciale présente une microstructure plus simple que celle des alliages de titane, il existe toutefois deux difficultés majeures pour prédire ses propriétés mécaniques: la forte anisotropie qui découle de la texture cristallographique et la sensibilité de sa viscoplasticité à la teneur en interstitiels (notamment oxygène et hydrogène), attribuée à des interactions avec les dislocations.
L'objectif de ce travail est donc l'étude multi-échelles de la viscoplasticité du titane à l'ambiante, en relation avec ses teneurs en oxygène et hydrogène.

Ce mémoire s'articule en cinq chapitres.

Le premier chapitre propose une synthèse de la bibliographie qui en fait apparaître les lacunes et les questions à approfondir. On présente d'abord les mécanismes de déformation dans le titane ainsi que les données existantes sur les cissions critiques des systèmes de glissement. On s'intéresse également aux effets des interstitiels et particulièrement l'oxygène et l'hydrogène sur la viscoplasticité du titane et aux phénomènes de vieillissement dynamique.

La seconde partie du manuscrit est consacrée à la démarche expérimentale mise en œuvre : microstructure des matériaux étudiés et techniques permettant de faire varier leur teneur en hydrogène sans affecter cette microstructure. Les techniques de caractérisation microstructurale et mécanique elles-mêmes sont présentées en annexe.

Le troisième chapitre, consacré aux résultats des essais mécaniques à l'échelle macroscopique est composé de deux parties. La première porte sur l'influence de la teneur en oxygène et de la texture, analysées via des essais de traction avec sauts de vitesse, plasticité en retour, relaxation et fluage, selon le sens de laminage et le sens travers. La seconde est dédiée aux effets macroscopiques de l'hydrogène en solution, notamment sur le fluage à l'ambiante. Certains détails sur les essais réalisés ainsi que bon nombre de courbes de fluage sont renvoyés en annexe.

Le quatrième chapitre concerne l'étude des mécanismes de déformation à l'échelle mésoscopique, par des essais *in situ* sous MEB/Microscope optique et à l'échelle microscopique, par des observations MET. La contribution des différents modes de déformation et la facilité relative des systèmes de glissement sont analysés et une corrélation entre la réponse mécanique et les mécanismes activés est proposée. L'évolution des champs locaux de déformation pour différentes teneurs en oxygène et directions de sollicitation est étudiée. Enfin, les observations en microscopie électronique en transmission des microstructures de déformation développées au cours des essais de fluage sont présentées.

La formulation et l'identification d'un modèle de viscoplasticité cristalline 'en champ moyen' à partir des données expérimentales macro et microscopiques recueillies font l'objet du chapitre 5, où quelques applications sont également présentées.

Les principaux résultats obtenus sont ensuite synthétisés et quelques perspectives dégagées.

Références

[I.1] Mignot F, Doquet V, Sarrazin-Baudoux. Contributions of internal hydrogen and room-temperature creep to the abnormal fatigue cracking of Ti6246 at high K_{max}. *Mat. Sci. Eng. A,* 380, (2004), 308-319.

[I.2] T. Millot. Creep and Creep Cracking of a Heat Exanger Component of Submarine Made of ASTM Pure Titanium Grade 4 and Grade 2. Royal Institution of Naval Architects, In 'Advanced Marine Materials: Technology & Applications, London 9-10 October, (2003)'.

Chapitre I

Bibliographie

I.1. Notions de base

I.1.1. Structure cristallographique du titane

Le titane est un métal de structure hexagonale pseudo-compacte dans sa phase α, stable en dessous de 882 °C (Figure 1.1). Au dessus de cette température, la structure est cubique centrée (phase β). À la température ambiante, les paramètres de maille pour le titane de haute pureté sont (a=0,295 nm, c=0,468 nm) soit un rapport c/a=1,58 inférieur au c/a théorique de 1,633.

Il existe deux types de sites interstitiels dans le titane α : les sites octaédriques et les sites tétraédriques. Les éléments interstitiels affectent le rapport c/a. Finley *et al.* [1] ont trouvé que l'azote, l'oxygène et le carbone augmentent les paramètres de maille a et c ainsi que le rapport c/a mais cet effet est faible : une teneur de 0,35 % atomique d'oxygène augmente le ratio c/a d'environ 0,05 % [1].

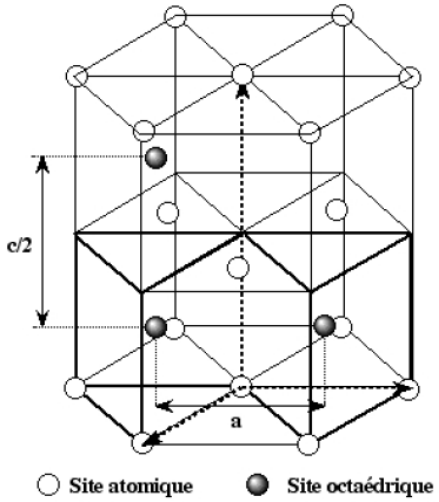


Figure 1.1 - Structure de la maille hexagonale.

Les rayons atomiques des sites interstitiels sont r_{oct}=0,062 nm et r_{tet}= 0,0315 nm. Comme les rayons atomiques des atomes d'oxygène et d'hydrogène sont r_O=0,06 nm et r_H=0,046 nm respectivement, les atomes d'oxygène et la majorité des atomes d'hydrogène vont occuper les sites octaédriques. En revanche, dans la phase β, le rayon du site tétraédrique est de l'ordre de 0,044 nm, les atomes d'hydrogène peuvent ainsi occuper ces sites. C'est la raison pour laquelle l'hydrogène est beaucoup plus soluble dans la phase β que dans la phase α.

I.1.2. Notion d' « Oxygène équivalent »

Considérant l'effet durcissant plus ou moins marqué de divers atomes interstitiels : oxygène, carbone et azote (qui seront détaillés plus loin), Conrad [2] a introduit la notion d'« oxygène équivalent », fraction atomique combinée de ces divers interstitiels qui provoque dans le titane, une augmentation de la limite d'élasticité équivalente à celle d'une certaine teneur en oxygène seul. Dans cette étude, la teneur en oxygène équivalente (% at.) est calculée à partir de la relation empirique :

$$O_{éq} = \%at(O) + 2 \times \%at(N) + (3/4) \times \%at(C)$$

où (*O*), (*N*) et (*C*) désignent l'oxygène, l'azote et le carbone respectivement. Les facteurs 2 et 3/4 ont été calculés par Conrad [2] à partir des données sur les limites d'élasticité.

I.1.3. Élasticité du titane α

L'élasticité du monocristal de titane étant isotrope transverse peut être décrite par cinq coefficients indépendants. Dans un repère $(\vec{x},\vec{y},\vec{z})$ où l'axe $\vec{z}$ correspond à l'axe *c*, la matrice d'élasticité s'écrit :

$$[C] = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{21} & C_{22} & C_{23} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{23} & C_{22} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{66} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{66} \end{bmatrix}_{(\vec{x},\vec{y},\vec{z})}$$

$$\text{Avec } C_{66} = \frac{C_{11} - C_{12}}{2}$$

Le Tableau 1.1 indique les valeurs des coefficients d'élasticité mesurés par Fisher et Renken [3] et Flowers *et al.* [4] à la température ambiante.

L'écart maximal entre les valeurs issues de ces deux sources est de 7 %. Compte tenu de ces rigidités, le module d'Young des monocristaux de titane varie d'environ 40 %, selon l'orientation de leur axe *c* par rapport à la direction de traction.

Rigidité (GPa)	C_{11}	C_{33}	C_{12}	C_{13}	C_{44}
Fisher & Renken	162.4	180.7	92	69	46.7
Flowers	154	183	86	67.1	44.3
Ratio	1.05	0.99	1.07	1.03	1.05

Tableau 1.1 - Coefficients d'élasticité du monocristal de titane α (D'après Fisher [3] et Flowers [4]).

I.1.4. Loi de Schmid

Selon la loi de Schmid, afin d'activer un système de glissement, la cission résolue τ sur le plan de glissement dans la direction de glissement doit être supérieure à la cission critique τ_{CRSS} (CRSS pour *Critical Resolved Shear Stress*). Avec les notations de la Figure 1.2, l'expression de la cission résolue en tension uniaxiale est :

$$\tau = (F / S_0)\cos\theta\cos\chi \tag{1.1}$$

Le facteur de Schmid $m = \cos\theta\cos\chi$ décrit l'orientation du plan de glissement par rapport à l'axe de traction (χ) et l'orientation de la direction de glissement dans ce plan (θ).

Plus généralement, pour un chargement quelconque, en notant *n* et *m* la normale au plan de glissement et la direction de glissement :

$$\tau = \sigma_{ij} n_i m_j \tag{1.2}$$

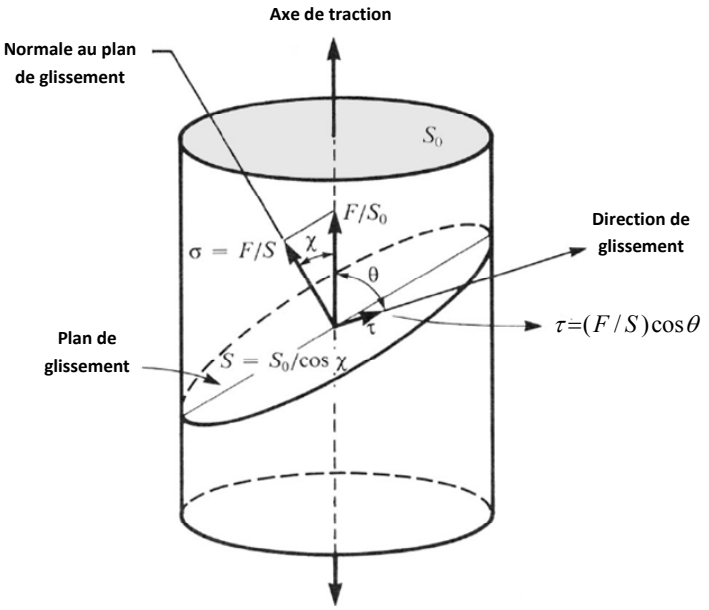


Figure 1.2 - Loi de Schmid et schématisation associée.

I.2. Modes de déformation dans le titane α

Les différents systèmes de glissement observés dans le titane α sont résumés dans le Tableau 1.2. Les matériaux de structure hexagonale possèdent deux directions de glissement <11-20> et <11-23> auxquelles sont associés quatre plans de glissement (Figure 1.3).

Les trois systèmes de glissement qui possèdent un vecteur de Bürgers de type <*a*> ne peuvent produire que 4 systèmes indépendants. Afin de satisfaire le critère de Von- Mises qui exige au moins 5 systèmes indépendants pour une déformation compatible dans les polycristaux, d'autres modes de déformation comme le glissement avec un vecteur de Burgers de type <*c*+*a*>, le maclage ou encore le glissement aux joints doivent être activés.

Plans	Directions	Nombre de systèmes
Basal (0001)	Type <*a*> <1-210>	3
Prismatique (10-10)	Type <*a*> <1-210>	3
Pyramidal π_1 (10-11)	Type <*a*> <1-210>	6
Pyramidal π_1 (10-11)	Type <*c*+*a*> <11-23>	12
Pyramidal π_2 (11-22)	Type <*c*+*a*> <11-23>	6

Tableau 1.2 - Systèmes de glissement dans les métaux hexagonaux.

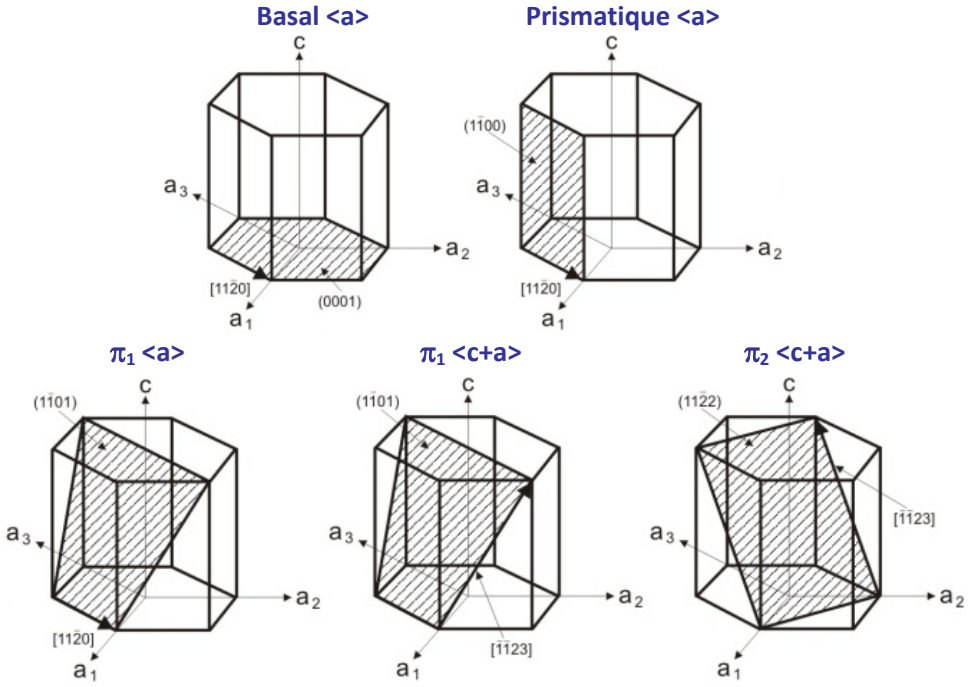


Figure 1.3 - Familles des systèmes de glissement dans les structures hexagonales.

Dans la suite, les modes de déformation dans le titane α seront discutés séparément pour les monocristaux et les polycristaux avec une attention particulière sur la pertinence des données issues des études du titane polycristallin. Le maclage fera l'objet d'une synthèse séparée.

I.2.1. Glissement dans les monocristaux

Dans le titane α, il est bien établi que le mode de glissement le plus facile est le glissement prismatique. Legrand [5] a montré que cette facilité est liée à un étalement du cœur des dislocations de type <*a*> principalement dans les plans prismatiques. Il rapporte des énergies de faute d'empilement de 290 et 110 $mJ.m^{-2}$ sur les plans basaux et prismatiques respectivement, de sorte que le critère, qu'il a proposé (Éq 1.3) pour un glissement prismatique privilégié, est vérifié pour le titane à la température ambiante :

$$R = \frac{\gamma_{basal}}{\gamma_{prism}} \frac{C_{44}}{C_{66}} > 1 \qquad (1.3)$$

où γ, C_{44} *et* C_{66} représentent l'énergie de faute d'empilement et les modules de cisaillement dans les plans basal et prismatique, respectivement.

Les données sur le glissement prismatique issues d'études sur des monocristaux sont relativement nombreuses, celles sur le glissement basal un peu moins [6]. Les effets de la température et de la teneur en éléments interstitiels sur les cissions critiques des systèmes prismatique et basal ont été synthétisés dans la revue de Conrad [6] (Figure 1.4). Les cissions critiques diminuent quand la teneur en interstitiel diminue et quand la température augmente, du moins jusqu'au palier athermique, qui débute à une température d'autant plus élevée que la teneur en oxygène équivalent augmente. L'effet durcissant des interstitiels est plus marqué à basse température.

À noter également d'après la Figure 1.5 que la cission critique du système prismatique est plus sensible que celle du glissement basal à la teneur en oxygène équivalent, notamment à basse concentration. Le rapport entre les cissions critiques des systèmes prismatique et basal décroît d'un facteur 7, pour le titane pur, à 1,2 pour une teneur atomique en oxygène équivalent de 0,6 %.

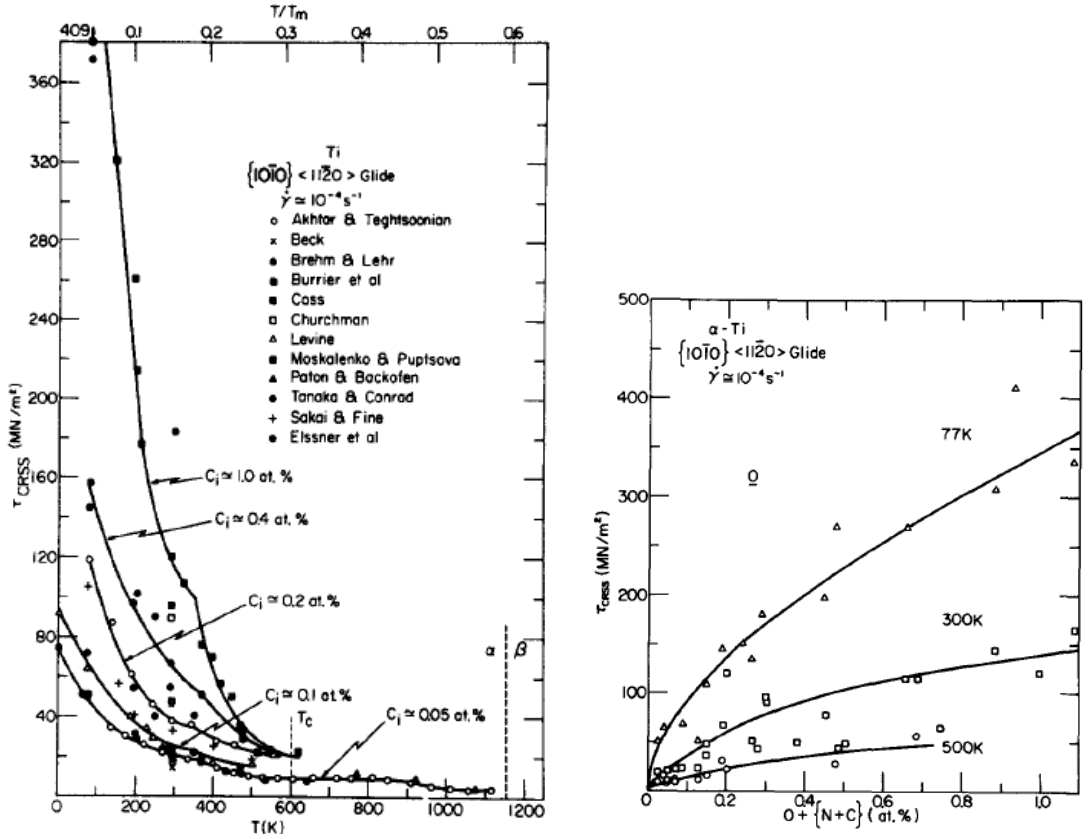


Figure 1.4 - Variation de la cission critique du glissement prismatique en fonction de la teneur en interstitiels et de la température [6].

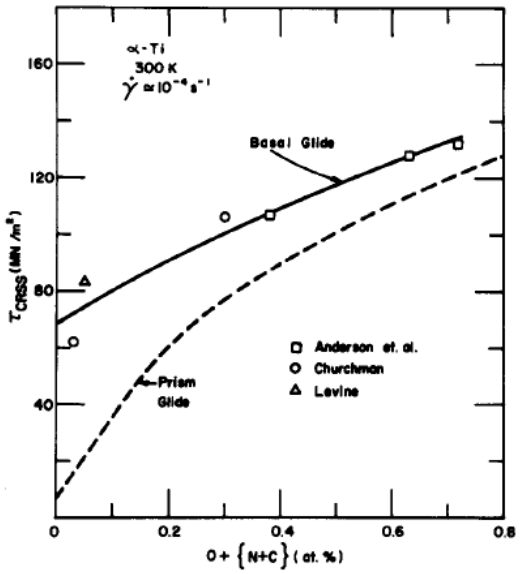


Figure 1.5 - Effet de la teneur en oxygène équivalent sur les cissions critiques des systèmes prismatique et basal [6].

Le glissement pyramidal de 1re espèce joue également un rôle important dans l'écoulement plastique du titane à basse température. L'existence du glissement π_1<*a*> a été initialement mis en évidence par Rosi *et al.* [7] sur des monocristaux de titane renfermant 400 à 600 ppm en masse d'interstitiels. Le glissement prismatique était prédominant et le glissement basal n'a pas été observé.

Churchman [8] a observé, dans le titane à 1000 ppm en masse d'oxygène équivalent, le glissement prismatique comme système primaire, les systèmes secondaires activés étant le basal et le pyramidal de 1re espèce. Il rapporte des cissions critiques de 90, 97 et 107 MPa pour les systèmes prismatique, π_1<*a*> et basal, respectivement. Dans la même étude, le système π_1<*a*> n'a pas été observé dans un monocristal plus pur (100 ppm $O_{éq}$). Churchman en conclut que le système π_1<*a*> est moins sensible au durcissement par les interstitiels et devient donc plus facile que le glissement basal au delà d'une teneur seuil en oxygène équivalent.

Plus récemment, les observations en microscopie électronique à transmission ont permis de mettre en évidence le glissement π_1<*c*+*a*>. Cependant, les données sur ce mode de déformation sont rares. Cass [9] a mené une étude sur les mécanismes de déformation du titane pur et de pureté commerciale. Il note la prédominance du maclage dans la nuance à plus faible teneur en interstitiels. En revanche, pour la nuance à plus forte teneur en oxygène, l'activation du système pyramidal de 1re espèce était associée au glissement des dislocations ayant un vecteur de Bürgers de type <11-23> dans tous les cas.
Le système π_1<*c*+*a*> a été également observé dans les monocristaux de titane par Williams [10] et Paton [11]. Ce dernier rapporte que l'activité de ce système commence à être significative à 400 °C et qu'il accommode environ 90 % de la déformation plastique à 800 °C. Signalons enfin une étude de Xiaoli *et al.* [12] effectuée sur du titane de haute pureté, selon laquelle, une traction parallèle à l'axe <*c*> favorise l'activation du système pyramidal de 2ème espèce, après le maclage de type {11-21} <-1-126>.

I.2.2. Glissement dans les polycristaux

Les études des mécanismes de déformation des polycristaux confirment la prédominance du glissement prismatique [6;13;14;15], en accord avec les observations sur des monocristaux. Cependant, d'après les travaux de Zaefferer *et al.* [16] sur le T40 (1495 ppm en poids $O_{éq}$) et le T60 (2903 ppm) sollicités en traction bi-axiale jusqu'à 5 % de déformation plastique, les modes de glissement principaux étaient le basal et le pyramidal de 1re espèce. Zaefferer

observe des dislocations de type <*c*+*a*> principalement dans les plans pyramidaux de 1re espèce, mais aussi de 2ème espèce. Le glissement π_2<*c*+*a*> a été également rapporté par Roth [17] dans le T40 (1155 ppm en poids $O_{éq}$).
Ces deux études semblent être les seules à rapporter ce mode de glissement en traction dans le titane polycristallin. Numakura *et al.* [18] suggèrent que les bonnes ductilités du titane et du zirconium sont liées à l'activation du système π_1<*c*+*a*> et que, dans les autres métaux hexagonaux de faible ductilité, c'est le glissement π_2<*c*+*a*> qui est privilégié.

Il existe très peu de données sur l'évolution de l'activité des divers modes de déformation aux différents stades de déformation qui soient basées sur des observations directes. En revanche, dans de multiples travaux [19-23], les cissions critiques des divers modes de déformation sont obtenues de façon indirecte, par identification d'un modèle de viscoplasticité cristalline, le plus souvent en champ moyen, pour des applications de mise en forme en grandes déformations et principalement en compression. Dans ces travaux, la viscosité n'est généralement introduite que comme un artifice de régularisation des calculs et ne s'appuie sur aucune mesure.

Lors du laminage à froid du T40 (1062 ppm en poids d'oxygène) suivi d'observations en microscopie optique et MET, Philippe *et al.* [24] constatent la prédominance initiale du glissement prismatique, avec une faible contribution des systèmes basal et pyramidal de 1re espèce, puis l'activation des macles {10-12} et {11-22} et du glissement de type <*c*+*a*> après saturation du maclage, vers 50 % de déformation. Dans une étude similaire sur du T60, Fundenberger *et al.* [25] donnent la fréquence d'activation relative à chaque système de glissement après laminage à froid : 50 % prismatique, 20 % basal, 20 % π_1<*a*> et 10 % π_1<*c*+*a*>. L'activité relative de chaque système (évaluée au MET par la proportion de grains présentant ce type de glissement) a été utilisée pour une première estimation des rapports entre les cissions critiques ($\tau^{CRSS}_{Basal} / \tau^{CRSS}_{prism} = 5$; $\tau^{CRSS}_{\pi_1<a>} / \tau^{CRSS}_{prism} = 9$; $\tau^{CRSS}_{\pi_1<c+a>} / \tau^{CRSS}_{prism} = 12-15$) affinée ensuite par l'identification d'un modèle de plasticité cristalline, de façon à rendre compte des évolutions de texture lors du laminage, des limites d'élasticité et des coefficients de Lankford selon diverses directions de traction. Les auteurs notent toutefois que les résultats de l'identification dépendent fortement du type de modèle de changement d'échelle (modèle de Taylor *« full constraint »* ou *« relaxed-constraint »*, ou bien modèle de Sachs).

Benmhenni *et al.* [19] ont identifié un modèle de viscoplasticité cristalline autocohérent pour le grade 2 (T40), à partir d'essais de traction, de compression et de cisaillement selon diverses

directions et des évolutions de texture associées. Les cissions critiques normalisées par rapport à celle du glissement prismatique (36 MPa) sont : 4 pour le pyramidal <*a*>, 7 pour le basal et 8.04 pour le pyramidal <*c*+*a*> de première espèce. Les auteurs soulignent toutefois la difficulté à reproduire l'évolution mesurée des coefficients de Lankford et des limites de l'identification de la cission critique résolue seulement à partir de la réponse macroscopique.

Il existe d'autres techniques plus récentes pour l'estimation des cissions critiques. Gong et Wilkinson [26] ont utilisé des essais de flexion sur des nano-poutres monocristallines à section triangulaire de 5 μm de côté, découpées par FIB dans des polycristaux, couplés à des calculs éléments finis en plasticité cristalline. Ils rapportent, pour le grade 1 (240 ppm en poids $O_{éq}$), des cissions critiques de 181 MPa pour le glissement prismatique, 209 et 474 MPa pour les systèmes π_1<*a*> et π_1<*c*+*a*> respectivement. Dans une seconde étude [27], ayant fait varier de 1 à 10 μm la largeur *w* des nano-poutres, ils rapportent une évolution de la cission critique prismatique de la forme $\tau = \tau_0 + Aw^{-1.1}$ donnant comme valeur asymptotique pour des monocristaux massifs 127 MPa.

Zambaldi *et al.* [28] ont évalué, par des mesures de nano-indentation sur des polycristaux de titane de pureté commerciale (à teneur en interstitiels non rapportée) et un modèle de plasticité cristalline, des cissions critiques de 150±4, 349±10 et 1107±39 MPa pour le glissement prismatique, basal et π_1<*c*+*a*> respectivement.

I.2.3. Le maclage mécanique

Dans les métaux hexagonaux, plusieurs types de macles sont susceptibles de s'activer. Généralement, plus le rapport *c/a* est petit, plus la variété des macles est importante. Dans le titane pur, les trois systèmes de maclage les plus courants sont les macles de tension {10-12} <10-11> et {11-21} <-1-126> ainsi que la macle de compression {11-22} <-1-123>, appelées ainsi car les premières accommodent une extension selon l'axe <*c*> et les secondes une contraction (Figure 1.6). À chaque macle correspond un angle de rotation entre le grain parent et la macle autour d'un axe spécifique.

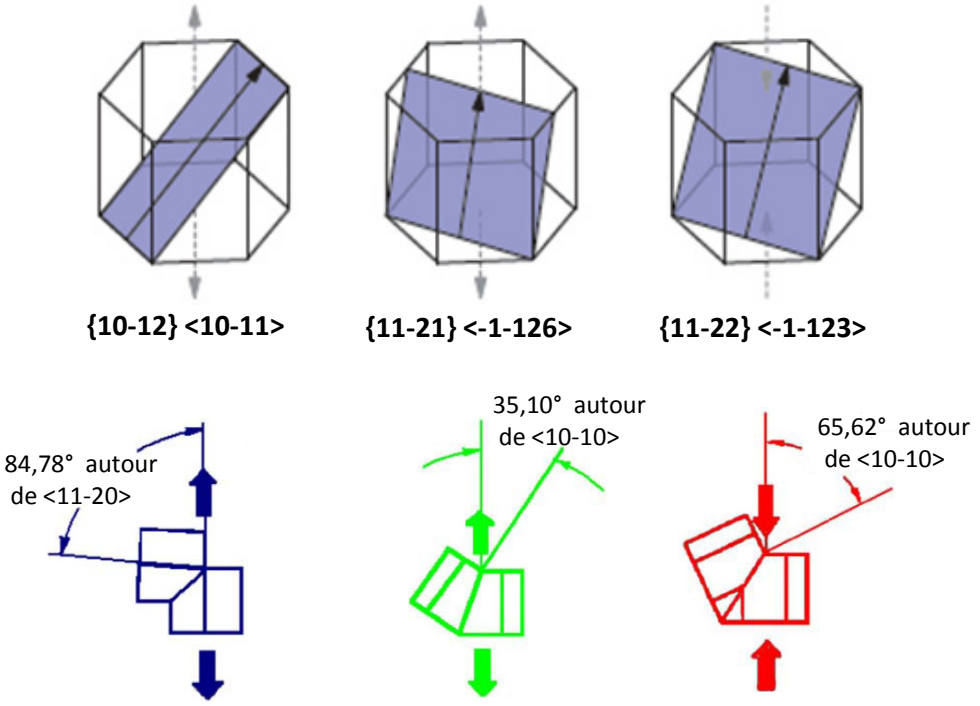


Figure 1.6 - Les principaux modes de maclage dans le titane.

D'après Schmid et Boas [29], une tension dans une direction proche de l'axe <c> ou une compression normale à cette direction favorisent l'activation des macles {10-12} <10-11>. Une traction normale à l'axe <c> ou une compression parallèle à l'axe <c> favorisent les macles de types {11-21} et {11-22} respectivement [30].

À basse température, le maclage est le mode de déformation principal du titane α. Dans des conditions de sollicitation données, la fraction volumique des macles formées est une fonction croissante de la taille des grains. Une loi de type Hall-Petch, avec une pente k_{twin}= 11,3 MPa√m supérieure à la pente trouvée lorsque le glissement prédomine, a d'ailleurs été proposée pour le grade 2 par Ghaderi *et al.* [31] pour décrire l'accroissement de la contrainte seuil de maclage lorsque la taille des grains diminue :

$$\sigma = \sigma_0 + \frac{k_{twin}}{\sqrt{d}} \tag{1.4}$$

Salem *et al.* [32] ont suivi l'activité du maclage au cours d'essais de compression sur du titane de bonne pureté et montré qu'il s'active vers 5 % de déformation plastique et se sature vers 22 à 30 % de déformation.

Nemat-Nasser *et al.* [33,34] ont réalisé des essais de compression sur du T40, pour des températures allant de 77 à 1000 K et des vitesses de sollicitation entre 10^{-3} et 8000 s^{-1}. Ils

constatent que le maclage est favorisé par de fortes vitesses de sollicitation et des températures basses. Cette tendance a été également mise en évidence par Chichili [13] et Gray [35]. De même, Jieping [36] a montré que pour des températures inferieures à 200 K, la cission d'activation du maclage dans les plans {10-12} et {11-21} est inférieure à celle du glissement prismatique, mais supérieure à celle-ci, au dessus de 300 K.

D'après Fujishiro [37] et Akhtar [38], il est difficile de définir une cission critique pour l'activation du maclage. Cependant Battaini [39] en propose une estimation : dans le titane de pureté commerciale (Grade 1, 400 ppm O), il rapporte des valeurs de 65, 83 et 180 MPa pour les macles de type {10-12}, {10-11} et {11-22} respectivement, la cission critique du glissement prismatique rapportée dans la même étude étant 70 MPa.

Altshuler [40] et Hull [41] ont suggéré que l'activation du glissement est une condition préalable à la nucléation des macles. Cependant, Akhtar [38] conclut que cette hypothèse n'est pas vérifiée pour les macles de type {10-12}.

De nombreuses études ont mis en évidence la propension des éléments interstitiels et particulièrement de l'oxygène à inhiber le maclage [35;41;42]. Battaini [39], rapporte, pour une teneur croissante en oxygène, une forte augmentation de la cission d'activation du maclage et une baisse de la fraction volumique des macles de type {10-12} <10-11>.

I.2.4. Les bandes de pliage

Rosi [43] a mis en évidence, lors d'essais de traction sur des monocristaux de titane contenant 0.23 % en poids d'impuretés, la formation de bandes de pliage, zones de réorientation du réseau cristallin limitées par des plans « courbés », quasi perpendiculaires aux lignes de glissement dans la matrice (Figure 1.7-a), à partir de 5 % de déformation. Ce mécanisme permettrait l'accommodation de la déformation lorsque ni le glissement secondaire ni le maclage ne sont activés. Ces bandes de pliage se formeraient particulièrement dans les zones où la déformation est hétérogène et seraient souvent associées à des bandes de Lüders initiées dans les zones d'amarrage des éprouvettes.

Lors de ses essais de traction sur des monocristaux à 100 et 1000 ppm en poids d'impuretés, Churchman [44] n'a pas observé de bandes de pliage dans le titane le plus pur où les lignes de glissement sont fines et distribuées de façon homogène et l'entrée en plasticité progressive. Au contraire, il note, dans le second cas, une distribution initialement hétérogène de lignes de glissement, et la formation, à partir de 0.1 % de déformation, de bandes de pliage associées à un brusque adoucissement (crochet de traction) (Figure 1.7-b).

Charrier [45] mentionne aussi, pour le T40, le pliage comme mécanisme de déformation provoquant une baisse de l'écrouissage. Ce mode de déformation serait absent à -100 °C et démarrerait vers 7,7 % de déformation à -50 °C, 3.9 % à 20 °C et dès 2 % à 100 et 200 °C.

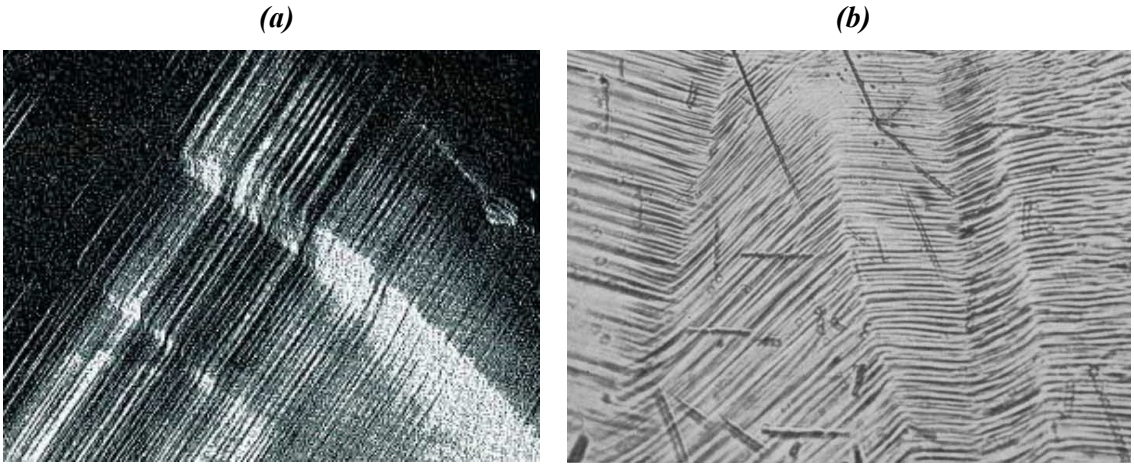


Figure 1.7 - Aspect typique d'une bande de pliage dans le titane,
(a) d'après Rosi [7] ; (b) d'après Churchman [44].

I.3. Structure de cœur des dislocations et conséquences

Sob [46] a été le premier à proposer une structure de cœur dissociée en trois dislocations partielles, dont une de caractère vis, les deux autres étant de caractère mixte, étalées sur les plans prismatiques et pyramidaux. Cette configuration serait d'après lui capable d'expliquer l'effet durcissant de l'oxygène.

Après l'observation du glissement dévié du plan prismatique vers les plans pyramidaux dans des monocristaux de titane pur [47], Naka *et al.* [48] suggèrent que le cœur des dislocations vis de type <*a*> se dissocie en quatre dislocations partielles dans le plan prismatique et les deux plans pyramidaux. Cette structure tridimensionnelle serait à l'origine d'une forte friction de réseau et d'une mobilité bien plus faible des dislocations vis que des coins, la constriction thermiquement activée du cœur étant nécessaire au glissement des vis.

Farenc, Couret et Caillard [49-51] ont réalisé des observations dynamiques du glissement des dislocations dans des lames minces de titane de diverses puretés à diverses températures et observé un mouvement saccadé des dislocations, dont la longueur de saut diminue quand la température augmente (Figure 1.8). Ils proposent donc un mécanisme de blocage-déblocage d'une configuration sessile à une configuration glissile (Figure 1.9-b). La dissociation du cœur de la dislocation en configuration sessile hors de son plan de glissement est à l'origine

d'une importante force de friction, la dislocation se dissociant selon le schéma proposé par Naka [48]. Le déblocage correspond, alors, à la recombinaison de la dislocation. Farenc [52] note qu'en configuration glissile, les atomes de solutés n'affectent pas les dislocations. En revanche les dislocations épinglent les autres dislocations lorsque le cœur s'étale en configuration sessile. Au dessus de 400 K, la longueur de saut redevient égale à la distance séparant deux vallées de Peierls et l'on retrouve le mécanisme de Peierls où le blocage s'effectue à chaque rangée atomique.

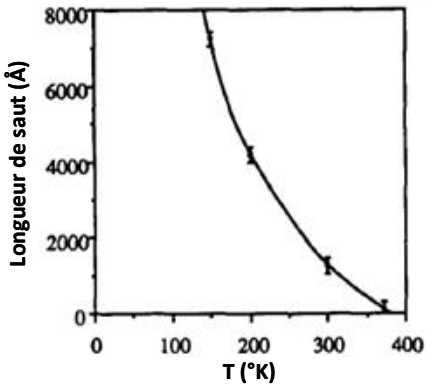


Figure 1.8 - Longueur de saut des dislocations en fonction de la température [50].

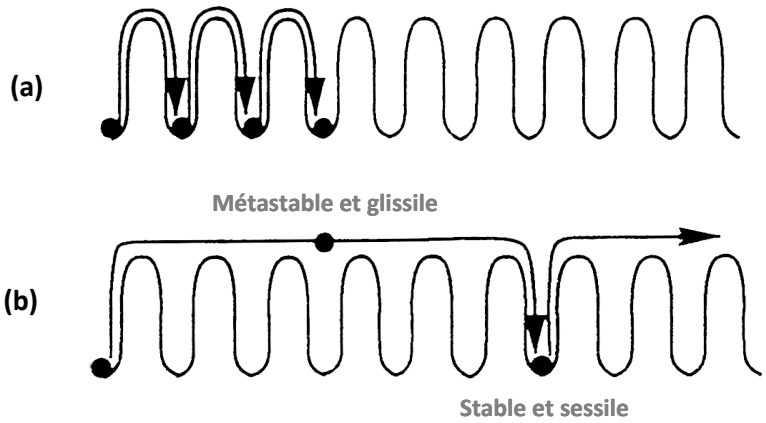


Figure 1.9 - Schématisation du mécanisme de Peierls (a) et Peierls étendu (b), d'après Farenc [52].

I.4. Fluage à la température ambiante

Le fluage est souvent considéré comme un phénomène apparaissant à haute température ($T>0,5T_{fusion}$). Cependant, les métaux à structure hexagonale : magnésium, zirconium et titane fluent à température ambiante, comme l'illustre la Figure 1.10 empruntée à Sato *et al.* [53],

bien que cette température ne représente respectivement que 0.32, 0.14 et 0,15 fois leur température absolue de fusion.

En 1949, Adenstetd [54] a été le premier à observer ce phénomène dans le titane de pureté commerciale au dessus de 60 % de la limite d'élasticité. Il rapporte notamment du fluage tertiaire conduisant à la rupture au dessus de $0{,}9\,\sigma_{0,2}$. Depuis lors, un certain nombre d'études ont été consacrées à ce phénomène dans le titane de pureté commerciale [55-63]. Le fluage a également été observé à l'ambiante dans des alliages de titane α/β où il est responsable du *« cold-dwell effect »*, réduction substantielle de la durée de vie en fatigue, en présence de temps de maintien à la contrainte maximale [64-72].

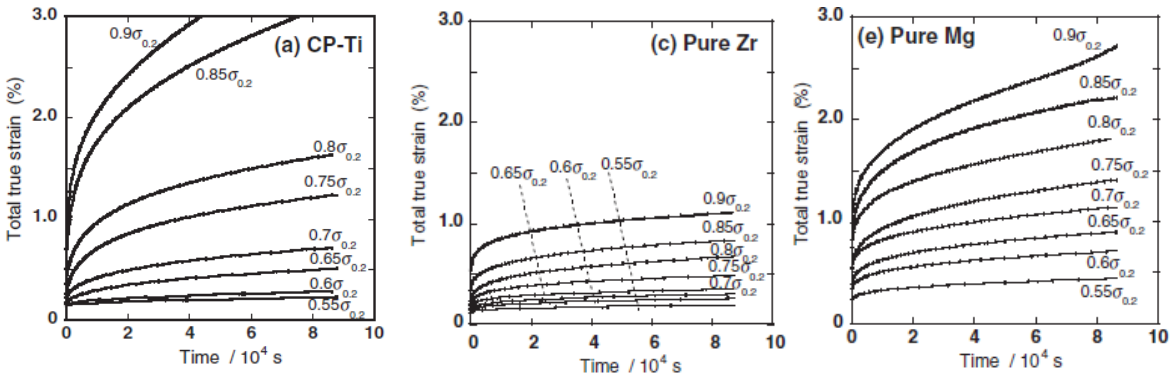


Figure 1.10 - Fluage à 300 K des métaux hexagonaux d'après Sato et al. [53].

Contrairement à d'autres métaux où la déformation atteinte en fluage primaire est négligeable devant la déformation en fluage secondaire, elle peut atteindre plusieurs pourcents dans le titane. Diverses études [69-71] rapportent que le fluage primaire à l'ambiante du titane peut être décrit par une loi puissance :

$$\varepsilon = A \times t^{m} \qquad avec\left(m < 1\right) \tag{1.5}$$

Dans cette équation, ε représente la déformation de fluage (après soustraction de la déformation en fin de mise en charge), t le temps, m un paramètre rendant compte de la compétition entre écrouissage et restauration et A paramètre fonction du niveau de contrainte et de la microstructure.

Paties [70] rapporte un exposant m allant de 0.45 à 0.72 pour le grade 4 et Aiyangar *et al.* [71] un exposant de 0.32 pour l'alliage α Ti-1.6V.

On relève toutefois des divergences quant à l'évolution du paramètre A avec la taille des grains. Selon les travaux d'Oberson et Ankem sur le fluage de solutions solides α Ti-1.6V ou Ti-0.4Mn [72], A serait une fonction croissante de la taille des grains (plus précisément, une

fonction puissance d'exposant positif). Pour de fortes tailles de grains, le fluage serait en effet contrôlé par une croissance lente de macles mécaniques, elle-même contrôlée par la diffusion d'oxygène hors de la zone maclée, le maclage supprimant des sites octaédriques où résident les atomes d'oxygène. Or, comme cela a été mentionné précédemment, le maclage est d'autant plus actif que la taille des grains est élevée, ce qui expliquerait l'effet de ce paramètre.

Au contraire, Matsunaga *et al.* [58] notent une intensification du fluage à l'ambiante du titane de pureté commerciale lorsque sa teneur en oxygène augmente, ou lorsque la taille des grains diminue, ces deux observations étant incompatibles avec un contrôle par le maclage. Observant, pour le titane comme pour d'autres métaux hexagonaux (Zinc et magnésium) que la vitesse de fluage secondaire est inversement proportionnelle à la taille des grains et que l'énergie d'activation du fluage à basse température est particulièrement faible (Figure 1.11), ces auteurs l'attribuent à du glissement aux joints. Des mesures de la composante hors plan du glissement aux joints, effectuées au microscope à force atomique, montrent en effet que ce mécanisme contribue d'une manière significative au fluage à l'ambiante du Zinc (Figure 1.12).

La contribution du glissement des dislocations au fluage à l'ambiante a été étudiée en détail, à l'aide d'observations en MET, pour les alliages Ti-6Al et Ti6242 [67] assez différents du titane non allié, compte tenu de l'ordre à courte distance et de la planéité du glissement qu'ils présentent. En revanche, seuls Yamada *et al.* [59] et Matsunaga *et al.* [58] rapportent des observations MET après fluage d'un titane de pureté commerciale (400 ppm $O_{éq}$) sollicité à $0.8\sigma_{0.2}$ faisant apparaître uniquement du glissement de type <*a*>, avec une prépondérance du glissement pyramidal de 1re espèce.

Tout comme dans le zirconium [73] on passe, dans le titane, en quelques MPa d'une saturation du fluage à un fluage secondaire. Paties [70] a trouvé que dans le T60, le niveau de contrainte de transition dépend de la vitesse de mise en charge : 0.7 à $0.8\sigma_{0,2}$ pour une vitesse de 10^{-3} s^{-1} et $0.9\sigma_{0,2}$ pour 10^{-5} s^{-1}.

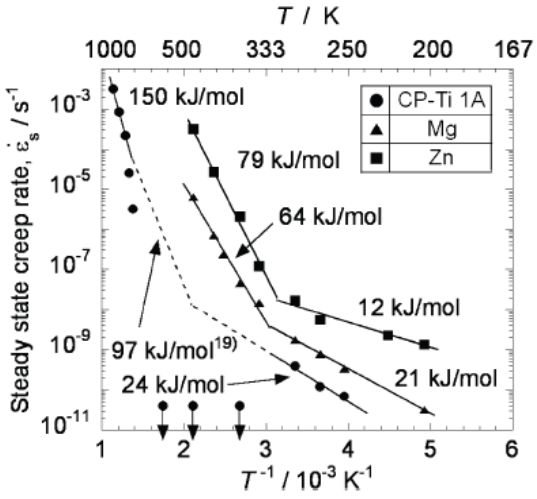


Figure 1.11 - Détermination de l'énergie d'activation du fluage dans le Zinc, le Magnésium et le Titane [6].

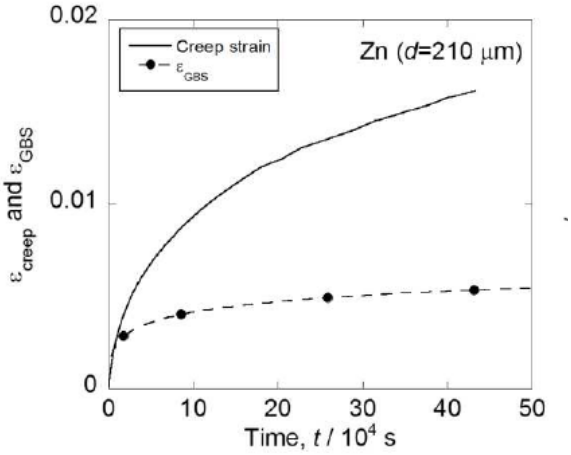


Figure 1.12 - Contribution du glissement aux Joints à la déformation en fluage du Zinc [6].

Quant au fluage secondaire qui ne serait, selon Neeraj *et al.* [67], pas observé à l'ambiante dans les alliages de titane de type Ti6Al, Ti6242 ou Ti6246, il l'est dans le titane de pureté commerciale, où il peut même être suivi de fluage tertiaire. Selon Matsunaga *et al.* [58], la vitesse de fluage secondaire suivrait une classique loi de Norton avec un exposant de 3, 5.5 et 6 pour des teneurs en oxygène équivalent de 400, 600 et 900 ppm respectivement. Ces conclusions sont toutefois à considérer avec circonspection, étant basées sur une estimation des vitesses de fluage secondaire $\dot{\varepsilon}_s$ par extrapolation d'une équation de la forme : $\varepsilon = \varepsilon_0 + \ln(1+\beta t) + \dot{\varepsilon}_s t$

Notons que ces valeurs de l'exposant de Norton sont très différentes de celles trouvées par Paties [70] et Pujol [73], qui rapportent respectivement des valeurs de 29 dans le T60 et 27 dans le zirconium, situant plutôt le fluage à 20 °C dans le régime du *« power law breakdown »*, pour lequel une évolution exponentielle avec la contrainte est plus adaptée.

On note que la totalité des études disponibles sur le fluage à l'ambiante du titane reposent sur des essais selon la direction de laminage et que l'anisotropie de son comportement en fluage n'est donc pas, à notre connaissance, documentée.

Deux types d'approches micromécaniques ont été mises en œuvre pour rendre compte du fluage à l'ambiante des alliages de titane et de ses conséquences sur l'endommagement en fatigue-fluage *(« cold-dwell effect »)* : des modèles de viscoplasticité cristalline (Hasija [74], Deka [75], Dunne [76]) et des modèles d'automates cellulaires (Boutana *et al.* [77]).

I.5. Influence de l'oxygène sur la viscoplasticité du titane

I.5.1. Effet sur le comportement en traction

L'effet de la teneur en oxygène sur le comportement en traction et rupture du titane de pureté commerciale à la température ambiante est présenté sur la Figure 1.13 [78]. La limite d'élasticité et la résistance ultime augmentent de façon quasi linéaire avec la teneur en oxygène. En revanche, on note une baisse régulière de la ductilité et une chute de la résilience à partir de 0.25 % at.

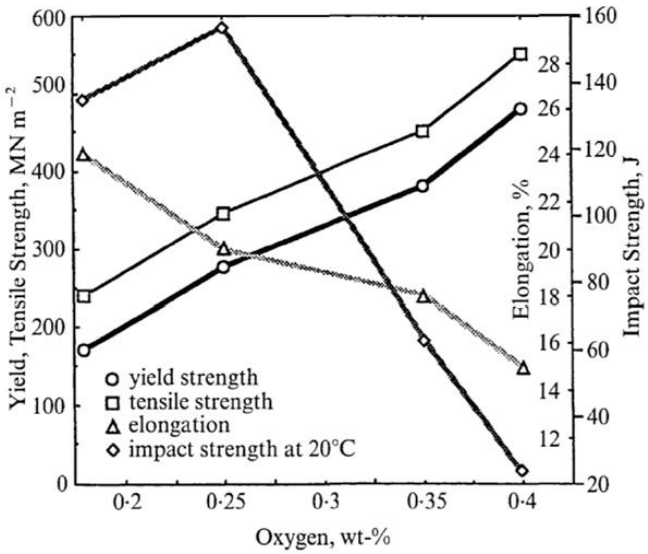


Figure 1.13 - Propriétés mécaniques du titane de pureté commerciale [78].

Conrad [2,79] conclut que la composante thermiquement activée de la contrainte est proportionnelle à la racine carrée de la teneur en oxygène équivalent et indépendante du niveau de la déformation et de la taille des grains. Il suggère qu'à basse température ($T<0,4 \cdot T_f$), le mécanisme thermiquement activé qui contrôle l'écoulement plastique est le franchissement des atomes interstitiels par les dislocations glissant dans les plans prismatiques.

Tyson [80] rapporte que la limité d'élasticité est linéairement proportionnelle à la concentration en impuretés à faible teneur en interstitiels et conclut que le champ de déformation non symétrique associés aux atomes d'impureté n'est pas l'origine du durcissement et que c'est plutôt le résultat de l'interaction entre les atomes interstitiels et le cœur des dislocations. D'après Naka [81], le durcissement provoqué par l'oxygène, le carbone et l'azote résulte du fait que ces interstitiels modifient la structure de cœur des dislocations vis, rendant la constriction nécessaire au glissement plus difficile.

I.5.2. Effet sur l'arrangement et la densité des dislocations

Selon Williams et Sommer [82] qui ont pratiqué des observations au MET après déformation du titane de pureté commerciale entre 200 et 550 K, un accroissement de teneur en oxygène induit une transition d'un glissement sinueux à un glissement planaire des dislocations à basse température et le glissement planaire persiste jusqu'à des températures d'autant plus élevées que la teneur en oxygène est forte.

Dans le titane à forte teneur en éléments interstitiels, Conrad [6] a observé en microscopie électronique à transmission des bandes de dislocations rectilignes de caractère vis, avec quelques débris de dislocations coins et des boucles prismatiques. Ces bandes ont tendance à se multiplier quand le niveau de déformation augmente. La distribution des dislocations devient alors plus uniforme.

Cass [9], quand à lui, a observé des structures similaires dans les monocristaux de titane à faible niveau de déformation. Les dislocations glissent dans le plan prismatique, avec une distribution uniforme et coplanaire de dislocations longues, rectilignes et de caractère vis. Dans le titane de bonne pureté, les dislocations sont plus aléatoirement dispersées. Des débris de dislocations coins et des boucles prismatiques sont aussi équitablement distribués [6,25]. Les dislocations enchevêtrées ont tendance à former des réseaux cellulaires quand le niveau de déformation augmente. Cette tendance n'est plus observée dans les grains de petite taille. Conrad [6] a par ailleurs compilé des mesures de l'évolution de la densité de dislocations qui, pour un niveau de déformation et une taille de grains donnés, s'avère d'autant plus grande que la teneur en oxygène est élevée (Figure 1.14).

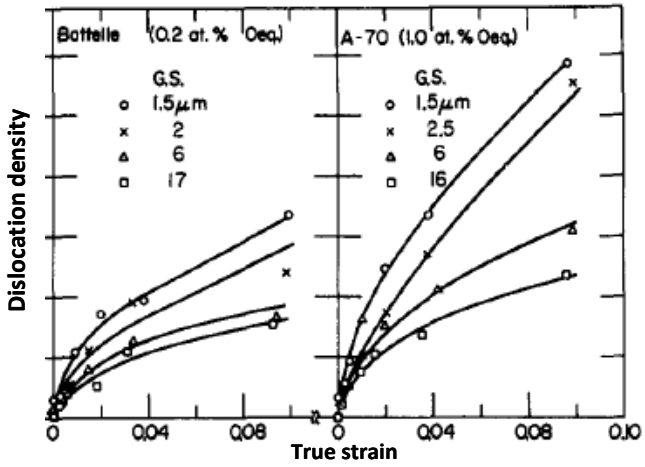


Figure 1.14 - Variation de la densité des dislocations avec la déformation pour le titane déformé à 300 K en fonction de la taille de grain et de la pureté (d'après Conrad [6]).

I.5.3. Vieillissement dynamique et conséquences

À haute température ou faible vitesse de déformation, les atomes de soluté peuvent migrer par diffusion vers le cœur des dislocations qui traînent avec elles, en se déplaçant, leur nuage d'impureté exerçant sur elles une force de traînage qui croît avec la vitesse de glissement (Figure 1.15, d'après Strudel [83] et Jousset [84]). Leur mouvement est régulier et l'énergie d'activation est celle de la diffusion de l'impureté, c'est le 'mode traînage'. À basse température ou vitesse de déformation élevée, les dislocations se déplacent trop rapidement pour que les atomes de soluté les suivent. Ils peuvent alors être considérés comme des obstacles immobiles ne générant qu'un durcissement de solution solide. C'est le « mode friction ».

Il existe un domaine intermédiaire de température et/ou de vitesse où les deux modes sont en compétition car la vitesse de diffusion des solutés est du même ordre de grandeur que la vitesse de glissement des dislocations. Il correspond au vieillissement dynamique, qui se traduit par des 'ancrages-désancrages' répétés des dislocations, à l'origine de changements de propriétés mécaniques et parfois d'instabilités, qui ne sont toutefois pas systématiques en présence de vieillissement dynamique.

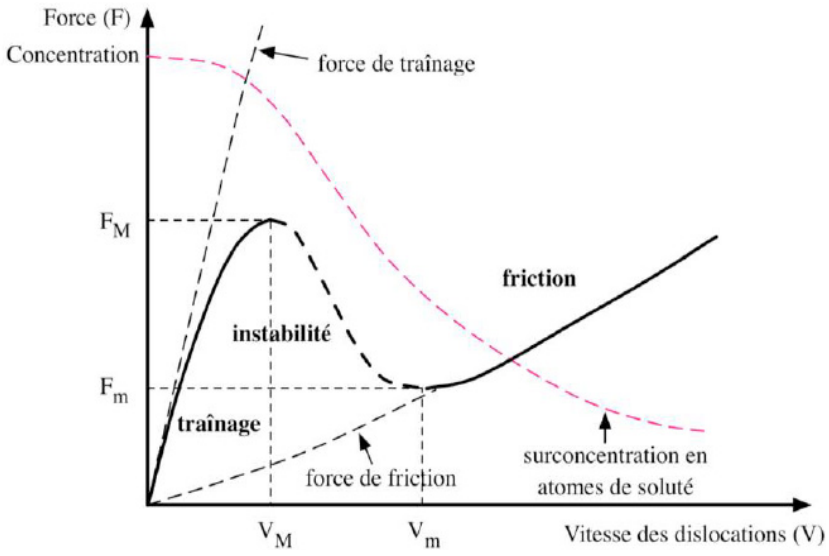


Figure 1.15 - Diagramme contrainte/vitesse ressenti par une dislocation dans un réseau contenant des atomes de soluté (d'après Jousset [84]).

À l'échelle macroscopique, plusieurs anomalies peuvent être observées dans le domaine de vieillissement dynamique :

Serrations sur les courbes de traction

La courbe de traction peut présenter des instabilités de type Portevin-Le Châtelier (PLC). On observe alors des décrochements successifs de plus ou moins grande amplitude suivant la température, la vitesse de déformation et la composition chimique. Les décrochements sur la courbe sont liés à l'activité de bandes de déformation localisées.

Dans le titane et ses alliages, ces serrations sont généralement de faible amplitude (au plus une douzaine de MPa dans l'alliage IMI 834 sollicité entre 400 et 475 °C à 6.6 10^{-4} s^{-1}, d'après Prasad *et al.* [85] (Figure 1.16).

Senkov et Jonas [86] observent également de très discrètes serrations dans du titane non allié, sollicité entre 500 et 700 °C à des vitesses allant de 10^{-3} à 1 s^{-1}.

Augmentation de la contrainte d'écoulement

Garde *et al.* [87] ont mis en évidence deux domaines de température disjoints, centrés autour de 350 et 800 K, où les limites d'élasticité d'un titane très pur (O: 63 ppm, C: 78 ppm, N: 6 ppm, Fe: 50 ppm, H: 4 ppm en poids) et d'un titane de grade 2 (O: 1360 ppm, C: 200ppm, N: 100 ppm, Fe: 1600 ppm, H < 92 ppm) s'écartent de l'évolution en température normalement attendue dans le cadre de la plasticité thermiquement activée (Figure 1.17). Le surcroît de résistance à l'écoulement, plus marqué dans le titane de pureté commerciale, est attribué à la force de traînage de solutés qui, selon les auteurs, seraient l'oxygène, le carbone et l'azote pour l'anomalie centrée autour de 800 K.

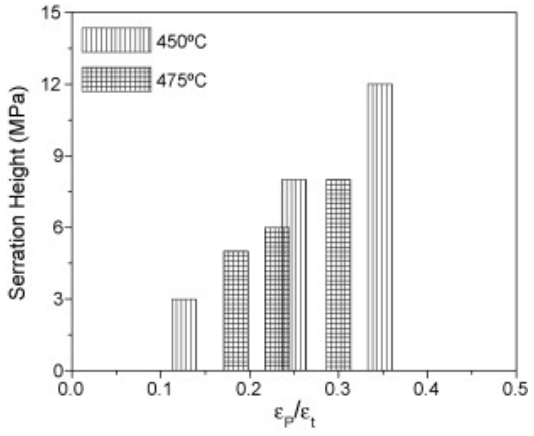


Figure 1.16 - Augmentation de l'amplitude des serrations avec la déformation dans le régime correspondant au pic de vieillissement dynamique (450-475 °C), d'après Prasad et al. [85].

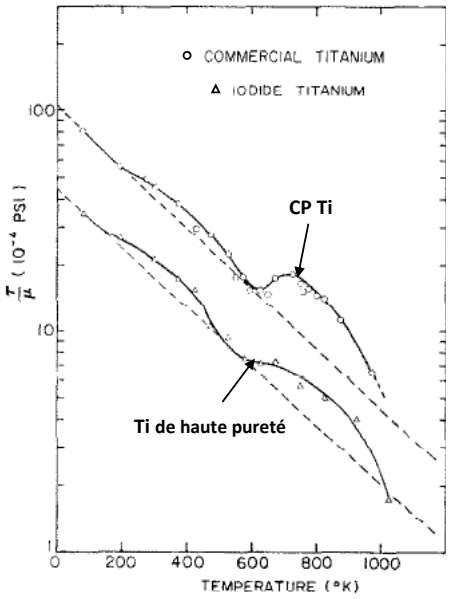


Figure 1.17 - Évolution en fonction de la température de la CRSS du glissement prismatique, normalisée par le module de cisaillement dans deux lots de titane, selon Garde et al. [87].

Baisse de sensibilité à la vitesse

Dans les conditions de température et vitesse propices au vieillissement dynamique, on observe souvent une chute de la sensibilité à la vitesse qui peut devenir négative. C'est ce qu'ont observé Senkov et Jonas [86] dans du titane de grade 2 entre 750 et 950 K (Figure 1.18).

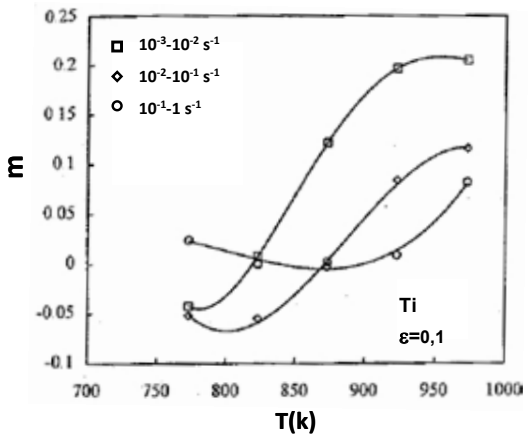


Figure 1.18 - Évolution avec la température de la sensibilité à la vitesse d'un titane de grade 2 selon Senkov et Jonas [86].

Chute de la ductilité

La Figure 1.19-a présente l'évolution de la déformation à la rupture ε_t et à la striction ε_n en fonction de la température pour le titane de grade 2 [87] et la Figure 1.19-b, le même type de graphique pour du titane de grade 2, d'après Sévérac *et al.* [56]. On note l'existence de deux minimas de ductilité : (vers 200 K et 700 K dans le premier cas, vers 200 et 500 °C dans le second) dûs à une faible sensibilité à la vitesse dans ces gammes favorisant l'accélération locale de la déformation dans les zones où elle se localise. Ainsi, la déformation devient hétérogène, ce qui provoque une rupture précoce du matériau.

Anomalie de comportement en fluage

Kiessel et Sinnott [55] ont mesuré, pour le titane de pureté commerciale (0,7 % at $O_{éq}$), la contrainte nécessaire pour obtenir une vitesse de fluage secondaire de 3.10^{-10} s^{-1} en fonction de la température (Figure 1.20). Pour la gamme [350-500 K], la force de traînage de soluté que les dislocations subissent, conduit à une évolution non monotone de la résistance au fluage avec la température. Sévérac et al [56] rapportent également une évolution non monotone de la résistance au fluage du titane de grade 2.

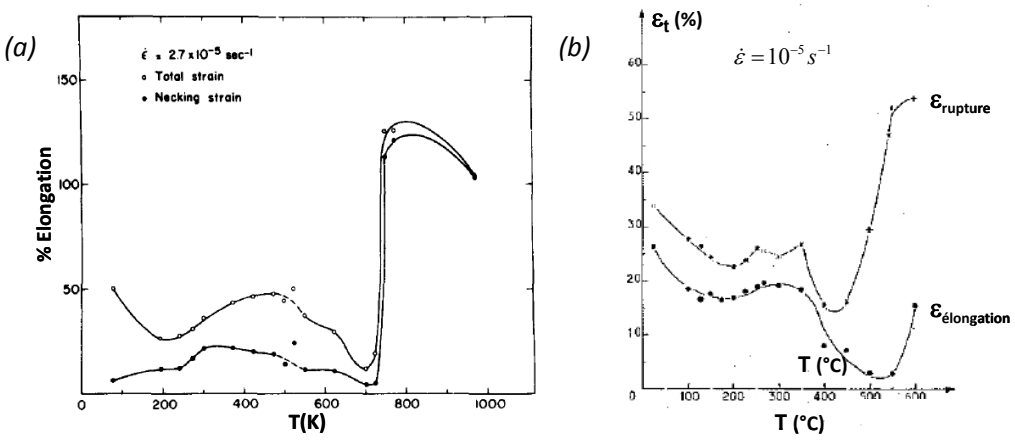


Figure 1.19 - Effet de la température sur la déformation répartie et la déformation à rupture du titane grade 2 : (a) d'après Garde et al. [87] ; (b) d'après Sévérac et al. [58].

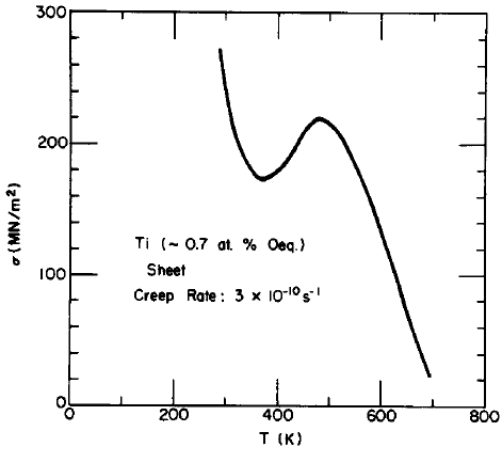


Figure 1.20 - Évolution avec la température de la contrainte nécessaire pour une observer une vitesse de fluage secondaire de 10^{-10} s^{-1} [55].

I.6. Influence de l'hydrogène sur la viscoplasticité du titane

I.6.1. Effet sur le comportement en traction

Si les études consacrées à la fragilisation du titane en présence d'hydrures sont nombreuses, celles sur les effets de l'hydrogène en solution solide sur le comportement du titane sont rares et souvent anciennes.

Beck [88] a étudié, à la température ambiante, à l'aide d'essais de compression à une vitesse de $8{,}7.10^{-5}$ s^{-1} sur des monocristaux de deux niveaux de pureté, l'effet de l'hydrogène en solution sur la « cission critique » du glissement prismatique (en fait, la cission correspondant à la limite d'élasticité conventionnelle $\sigma_{0,2p}$ pour un facteur de Schmid de 0,5). La « cission critique » du glissement prismatique pour le matériau à 0,28 % at $O_{éq}$ évolue de 44 à 54 MPa lorsque la teneur en hydrogène varie de 0,02 à 0,11 % at (soit 4 à 24 ppm en poids) (Figure 1.21). Le durcissement est moins significatif dans le matériau plus pur. Dans la même étude, Beck trouve que l'hydrogène diminue la cission critique d'activation des macles de compression de type {11-22} <-1-12-3> (Figure 1.22). Ces observations sont en accord avec celles de Lenning [89] qui rapporte une légère augmentation de la limite d'élasticité $\sigma_{0,2p}$ dans le titane chargé en hydrogène.

Wan et Gao [90] ont effectué des essais de traction sur du Ti-6Al-4V plus ou moins riche en hydrogène à faible vitesse de déformation (10^{-6} s^{-1}). Ils trouvent que l'hydrogène adoucit le matériau pendant l'entrée en plasticité, en diminuant sa micro-limite élastique, puis le durcit,

en augmentant sa limite d'élasticité $\sigma_{0,2p}$ de sorte que les courbes de traction du matériau brut et chargés se croisent (Figure 1.23).

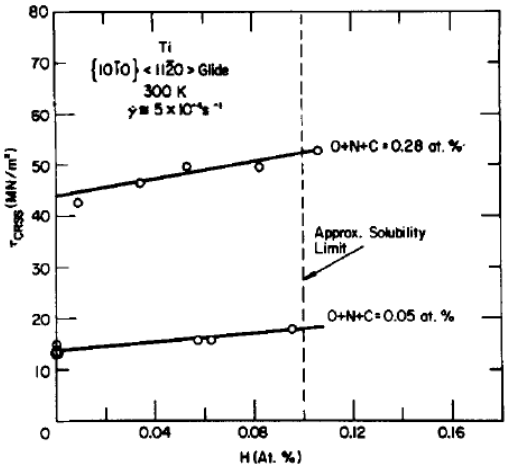


Figure 1.21 - Effet de l'hydrogène sur la CRSS du glissement prismatique dans le titane [88].

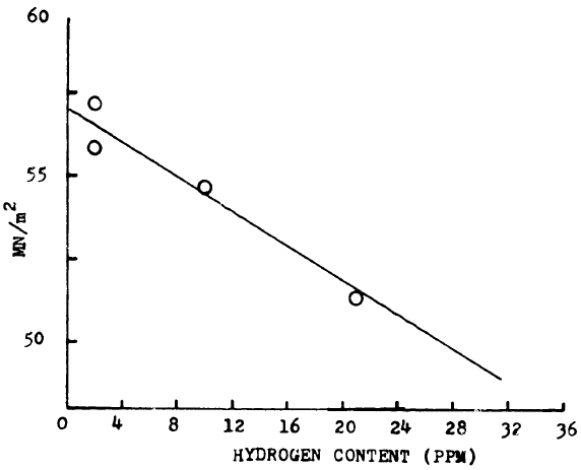


Figure 1.22 - Effet de l'hydrogène sur la CRSS des macles {11-22} <-1-12-3> [88].

Gerland *et al.* [68] rapportent que l'effet d'un dopage en hydrogène dépend en fait de la vitesse de sollicitation. Il abaisse la micro-limite d'élasticité de l'alliage Ti6242, à 5.10^{-5} comme à 5.10^{-3} s^{-1} (Figure 1.24-a), mais n'augmente la limite d'élasticité conventionnelle qu'à la plus grande de ces deux vitesses (Figure 24-b). Ils attribuent ce second effet à du vieillissement dynamique par l'hydrogène.

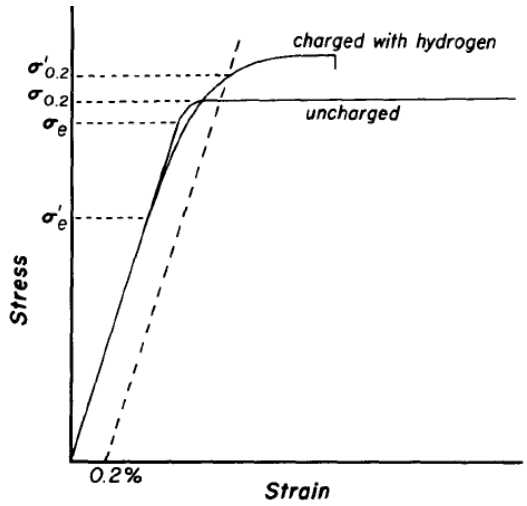


Figure 1.23 - Schématisation de la réponse mécanique du Ti-6Al-4V (d'après Wan et Gao [90]).

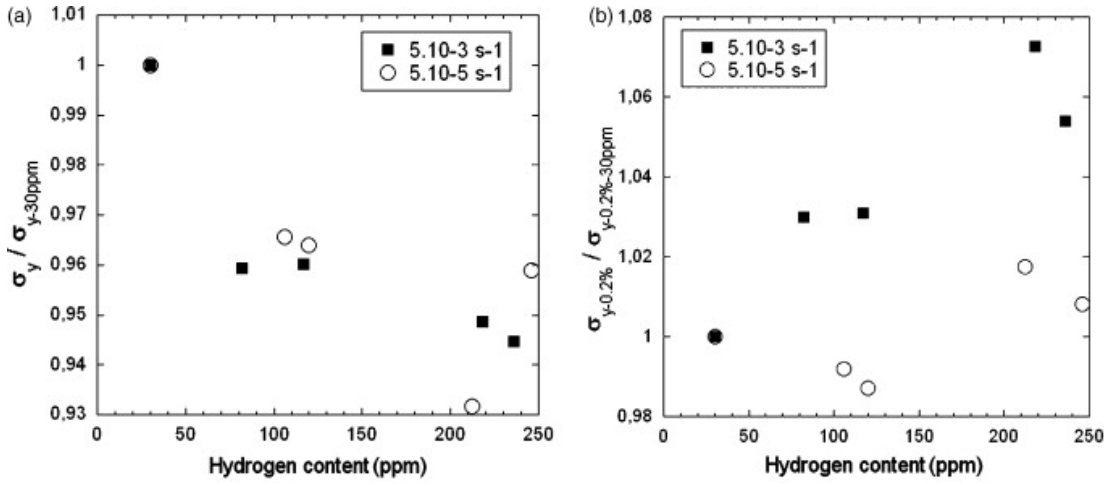


Figure 1.24 - Évolutions de : (a) la micro-limite d'élasticité ; (b) la limite d'élasticité conventionnelle de l'alliage Ti6242 avec sa teneur en hydrogène, d'après Gerland et al. [68].

I.6.2. Effet sur la mobilité des dislocations

D'après les essais de traction *in situ* dans un microscope électronique à transmission équipé d'une enceinte permettant de faire varier la pression d'hydrogène autour de la lame mince, effectués par Shih *et al.* [91] sur du titane-α, l'hydrogène gazeux augmente la vitesse moyenne de glissement des dislocations sous un chargement donné (Figure 1.25). Cet effet est réversible, une restauration du vide diminuant la vitesse des dislocations. Dans une étude consacrée à l'effet de l'hydrogène sur la dynamique des dislocations, Robertson [92], observe que l'hydrogène augmente la mobilité des différents types (vis, coins, parfaites, partielles) et configurations (isolées, enchevêtrées) des dislocations. Cet effet accélérateur dépend de plusieurs paramètres tels que la teneur en interstitiels [93]. Ainsi, dans le fer α, l'accélération augmente avec la teneur en carbone. Il est attribué à un écrantage par l'hydrogène des interactions entre dislocations mobiles et autres interstitiels.

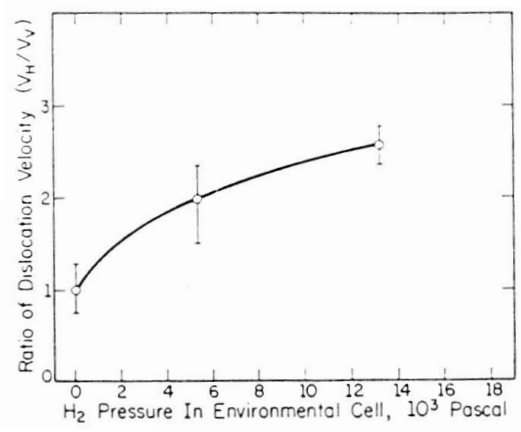


Figure 1.25 - Évolution de la vitesse moyenne normalisée des dislocations dans le titane, selon la pression d'hydrogène autour de la lame mince, d'après Shih et al. [91].

I.6.3. Hydrogène et vieillissement dynamique dans le titane

L'évolution anormale en température de la limite d'élasticité de deux lots de titane mise en évidence par Garde *et al.* [87] a déjà été présentée (Figure 1.17). Si les auteurs attribuent l'anomalie visible entre 600 et 1000 K à un vieillissement dynamique par l'oxygène, le carbone et l'azote, c'est à l'hydrogène qu'ils attribuent l'anomalie (moins marquée) observée dans la gamme 75-450 K. Dans cette gamme de température, l'hydrogène peut en effet diffuser assez rapidement dans le titane α pour interagir avec les dislocations mobiles, contrairement aux autres interstitiels comme l'oxygène dont la diffusion devient quasiment négligeable. L'hydrogène peut donc être à l'origine de vieillissement dynamique à la température ambiante, pour une vitesse de déformation de 2.5 à 4.10^{-4} s^{-1}. Ces conclusions recoupent celles de Gerland *et al.* pour l'alliage Ti6242 [68].

En revanche, Senkov et Jonas [86] ont montré, par des essais effectués entre 500 et 700 °C pour des vitesses de déformation allant de 10^{-3} et 1 s^{-1}, qu'un dopage en hydrogène réduit les manifestations de vieillissement dynamique par l'oxygène, le carbone et l'azote dans le titane, augmentant la sensibilité à la vitesse et adoucissant le matériau.

Gerland *et al.* [68] ont observé qu'un dopage en hydrogène de l'alliage Ti6242 réduit l'amplitude des serrations visibles sur les courbes de traction à l'ambiante à une vitesse de 5.10^{-5} s^{-1}. Ces conclusions sont en accord avec celles de Robertson [92] et de Birnbaum *et al.* [93] sur la capacité de l'hydrogène à écranter les interactions dynamiques entre dislocations mobiles et autres interstitiels diffusant moins rapidement.

I.6.4. Effet de l'hydrogène sur le fluage à l'ambiante des alliages de titane

Gao et Dexter [94] ont observé une accélération du fluage à la température ambiante de l'alliage Ti-6Al-4V suite à un dopage en hydrogène en dessous de la limite de solubilité (Figure 1.26). Mignot *et al.* [95] rapportent un effet similaire dans l'alliage Ti6246 sollicité à 80 % de sa limite d'élasticité.

Selon Gerland *et al.* [68], l'effet d'un dopage en hydrogène sur le fluage à l'ambiante de l'alliage Ti6242 dépend du niveau de contrainte. Ils constatent une accélération du fluage en dessous de la limite d'élasticité conventionnelle (domaine où, comme on l'a mentionné plus haut, l'hydrogène adoucit le matériau) mais un ralentissement au-delà.
On peut également mentionner le fait que, d'après Rupa [96], l'hydrogène en solution adoucit le Zircaloy-4 recristallisé et en accélère le fluage, surtout dans les gammes de vitesse et température donnant lieu à du vieillissement dynamique par l'oxygène, alors que des hydrures ralentissent le fluage.

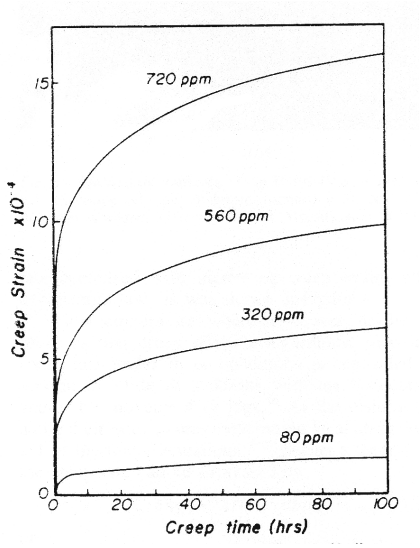


Figure 1.26 - Courbes de fluage du Ti-6-Al-4V pour différentes teneurs en hydrogène, (d'après Gao et Dexter [94]).

I.7. Diffusion de l'hydrogène dans le titane α

I.7.1. Coefficient de diffusion de l'hydrogène

La diffusion de l'hydrogène dans la phase alpha est de type interstitiel. L'hydrogène peut occuper les sites octaédriques (r_{octa}=62 pm) ou les sites tétraédriques ($r_{tétr}$=31,5 pm) de la

maille hexagonale. Comme son rayon atomique est de l'ordre de 46 pm, on considère souvent que l'hydrogène occupe principalement les sites octaédriques [88].

Il existe différentes méthodes pour le calcul du coefficient de diffusion. Wasilewski [97] et Papazoglou [98] ont placé un échantillon de titane pur sous une atmosphère d'hydrogène gazeux à une température fixée et suivi l'évolution de la pression au cours du temps, ce qui permet de déduire le coefficient de diffusion à la température correspondante. Phillips [99], a étudié l'effet de la température sur la cinétique de la diffusion de l'hydrogène par chargement cathodique. Le coefficient de diffusion a été calculé à partir de la mesure de la quantité d'hydrogène introduite en tenant compte de l'épaisseur de la couche d'oxyde formée au cours du chargement. Brauer *et al.* [100] ont proposé une technique de physique nucléaire fondée sur la réaction de l'hydrogène avec l'azote :

$$N + H \rightarrow C + He + \gamma \qquad (1.6)$$

La concentration en H a été calculée à partir du rayonnement γ émis. Les résultats de ces travaux sont présentés sur la Figure 1.27.

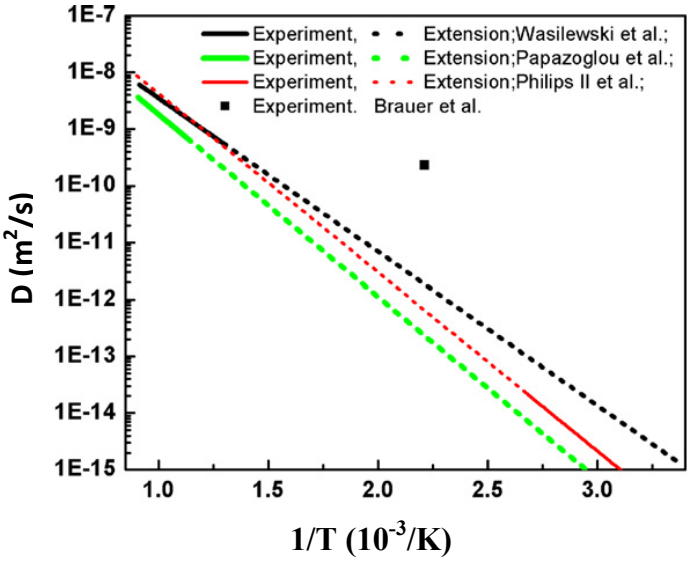


Figure 1.27 - Coefficients de diffusion de l'hydrogène dans le Titane-α en fonction de la température (d'après Gao [101]).

Parmi ces travaux, la formation d'hydrures et/ou de la phase β n'a été évitée que dans les expériences de Papazoglou et Hepworth [98]. C'est donc leur expression du coefficient de diffusion donnée par l'équation (1.7) qui sera retenue pour la suite de l'étude :

$$D_\alpha \left(\mathrm{m}^2.\mathrm{s}^{-1} \right) = 3 \times 10^{-6} \exp\left[\frac{-14700 \pm 650}{RT} \right] \quad (1.7)$$

avec R la constante des gaz parfaits et T la température en K.

I.7.2. Identification des paramètres de dégazage : abaques d'Albrecht et Mallet

Au cours de ce travail, l'un des moyens mis en œuvre pour faire varier la teneur en hydrogène du titane est le dégazage sous vide à haute température. Une étude bibliographique sur les paramètres adéquats est donc présentée ici. En partant de la solution générale de la loi de diffusion de Fick, Demarez *et al.* [102] ont proposé une équation qui relie la quantité d'hydrogène dégazé, le coefficient de diffusion et le temps nécessaire pour le dégazage. Pour des formes géométriques cylindriques, l'expression est la suivante :

$$\log_{10}\left(C / C_0 \right) = -0,252 - \left(\frac{4,28}{l^2} + \frac{2,52}{R^2} \right) Dt \quad (1.8)$$

où C/C_0 = fraction d'hydrogène non dégazée.

t = temps (s).

R = rayon (cm).

l = longueur (cm).

D = Coefficient de dégazage (diffusion) (cm^2/s).

L'équation (1.8) a été par la suite utilisée par Albrecht et Mallet [103] pour tracer des courbes ou abaques de variation de la fraction d'hydrogène restante en fonction du temps de dégazage pour une gamme de pression entre 10^{-5} et 10^{-6} Torr (Figure 1.28).

I.8. Limite de solubilité de l'hydrogène dans le titane à la température ambiante

I.8.1. Solubilité dans la phase α

La limite de solubilité en hydrogène dans le titane-α est souvent donnée à haute température, et rares sont les résultats à l'ambiante. Paton [104] a étudié l'effet de la température entre 25 et 200 °C sur la limite de solubilité de l'hydrogène dans du titane contenant 300 à 400 ppm d'impuretés. La technique consistait à doper les matériaux en hydrogène puis à pratiquer des observations en microscopie électronique à transmission pour détecter d'éventuels hydrures. La limite de solubilité de l'hydrogène à l'ambiante a ainsi été estimée à 21 ppm massique soit 0,1 % at.

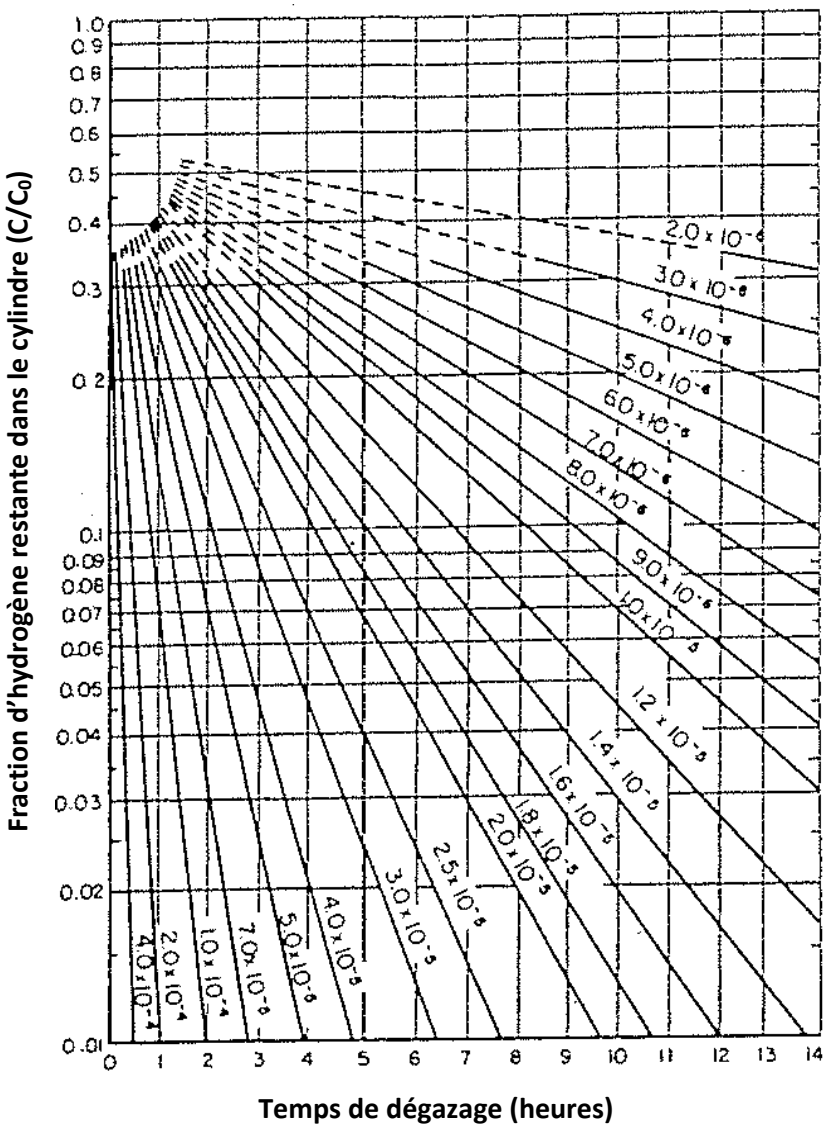


Figure 1.28 - Abaques d'Albrecht et Mallet.

Du titane de pureté 99,999 % a été utilisé dans les travaux de Vitt [105] qui a employé la même technique que Paton pour mesurer la limite de solubilité de l'hydrogène entre 343 et 430 K.

À 70 °C, il donne 50 ppm comme limite de solubilité.

La Figure 1.29 présente une synthèse des principaux travaux. La limite de solubilité S_H de l'hydrogène dans le titane α (Pureté >99,7 %) suit une loi de Sieverts :

$$S_H = K \times p^{1/2} \tag{1.9}$$

où p représente la pression partielle d'hydrogène et K la constante de Sieverts, qui varie avec la température :

$$\log_{10} K = A + B/T \tag{1.10}$$

avec A et B des constantes.

D'après la Figure 1.29, les données expérimentales de Paton [104], Vitt [105] et Köster *et al.* [106] sont en bon accord, mais en désaccord ceux de Lenning *et al.* [107] qui donne une limite de solubilité de 20 ppm à 125 °C. Cette dispersion peut être attribuée à la technique métallographique adoptée lors de cette étude. Les résultats de McQuillan [108] sont aussi différents et difficiles à interpréter, car la pureté du matériau et la technique expérimentale ne sont pas précisées.

D'après les résultats de Paton, Vitt et Koster, la limite de solubilité en hydrogène en fonction de la température peut s'écrire sous la forme :

$$S(ppm) = 8,6\times10^{4} \exp(-2,52\times10^{3}/T) \quad T = \left[25° - 300°C\right] \tag{1.11}$$

Cette relation est schématisée par une ligne droite sur la Figure 1.29.

I.8.2. Solubilité dans la phase β

L'hydrogène est ''bêta stabiliseur'' et donc sa limite de solubilité dans la phase bêta est plus importante que dans la phase alpha. D'après Paton [109], pour une teneur en hydrogène de 1 % at. (soit environ 200 ppm), il n'y a pas de formation d'hydrure dans la phase bêta. Ces résultats ont été confortés par de nombreuses études. Tiner et Mackay [110], ont montré que dans un alliage Ti-8Al-1Mo-1V, l'hydrogène est concentré dans la phase β et les joints α–β. San Martin *et al.* [111] estiment la limite de solubilité de l'hydrogène dans la phase bêta à 1,32 % at. à 300 °C soit environ 13 fois la solubilité dans la phase alpha.

I.8.3. Effets des éléments d'addition

Les éléments bêtagènes, notamment le fer, stabilisent la phase β, et par conséquent augmentent la limite de solubilité de l'hydrogène.

L'effet des éléments alphagènes comme l'oxygène et les autres éléments interstitiels (C, N) est plus discret. Une légère augmentation de la solubilité de l'hydrogène a été enregistrée dans le titane assez pur [112], cette augmentation à été estimé à moins de 15 % pour des teneurs en interstitiels inférieures à 7 at. % [113,114].

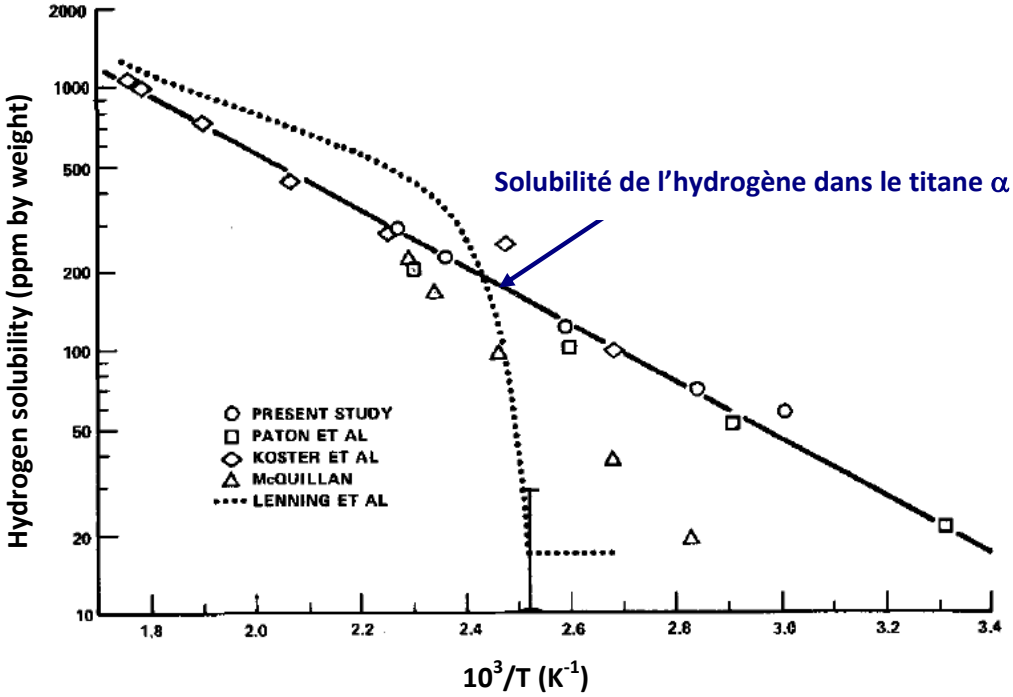


Figure 1.29 - Solubilité de l'hydrogène dans le titane α (Vitt [105], 1971).

I.9. Questions ouvertes et objectifs

Cette revue bibliographique montre que le comportement viscoplastique à l'ambiante du titane de pureté commerciale soulève encore de nombreuses interrogations.

Malgré une quantité assez importante d'études des modes de déformation dans le titane, les données sur le glissement dans le plan pyramidal de 1re espèce, notamment pour le système π_1<*c*+*a*>, restent limitées. En outre, il existe un écart important entre les rapports des cissions critiques des différents systèmes de glissement issues des études menées sur des monocristaux et sur des polycristaux, ainsi qu'entre les diverses études menées sur des polycristaux. Ces écarts sont sans doute en partie imputables au caractère indirect du second type de données, potentiellement biaisées par les multiples hypothèses propres aux modèles de plasticité cristalline mis en œuvre pour les obtenir, mais aussi aux différences de tailles de grain, teneurs en éléments interstitiels et vitesses de déformation. L'étude menée récemment par Roth *et al.* [17] suggère d'ailleurs que les contributions relatives des divers systèmes de glissement changent selon la vitesse de déformation.

Aussi, il est souhaitable de déterminer la nature des mécanismes de déformation actifs dans le titane, ainsi que les cissions critiques, par un suivi en temps réel de zones statistiquement représentatives, et de préciser la façon dont ces cissions critiques évoluent avec la teneur en

oxygène. Ceci constitue un des objectifs de la thèse. Cette partie du travail sera rapportée dans le quatrième chapitre.

D'autre part, les caractéristiques « macroscopiques » du fluage à la température ambiante du titane non allié (dépendance en contrainte de la vitesse de fluage secondaire, anisotropie du fluage, seuil de saturation) tout comme ses mécanismes (glissement de dislocations, glissement aux joints, maclage) et sa dépendance vis-à-vis des teneurs en oxygène et hydrogène restent mal connue. L'étude de ces diverses questions et plus généralement des aspects visqueux du comportement à l'ambiante du titane sera présentée dans le troisième chapitre.

Enfin, s'il existe dans la littérature, des modèles de viscoplasticité cristalline pour des alliages de titane, il n'en existe pas pour le titane de pureté commerciale qui soient basés sur des données expérimentales de sensibilité à la vitesse, fluage ou relaxation. L'identification d'un tel modèle et sa mise en œuvre pour analyser, par exemple, la saturation du fluage ou la variation des mécanismes actifs avec la vitesse de déformation constituent un autre des objectifs de cette étude auquel sera consacré le cinquième chapitre du manuscrit.

Chapitre II

Matériaux de l'étude

Cette étude concerne essentiellement la caractérisation de la viscoplasticité des deux tôles de titane commercialement pur désignées par T40 et T60. Ces matériaux sont comparables en terme de microstructure et disponibles en quantité suffisante. Un tronçon de billette de meilleure pureté, nous a été fourni par TIMET. Limitée par la faible quantité de matière disponible, l'étude expérimentale qui y consacrée est moins détaillée que celle dédiée aux deux matériaux de pureté commerciale. Cependant, les données expérimentales issues de la billette seront utilisées afin de permettre une meilleure interprétation de l'effet de l'oxygène.

II.1. Composition des matériaux

Le T40 (ou grade 2) et le T60 (ou grade 4) correspondent à deux tôles laminées à froid de 20 mm et 26 mm d'épaisseur respectivement. Le tronçon de billette de titane plus pur (grade 1) a un diamètre de 90 mm et 50 mm de longueur. Les trois matériaux possèdent des teneurs différentes en oxygène. Leur composition chimique est donnée dans le Tableau 2.1.
Les éléments tels que l'oxygène, le carbone, et l'azote sont alphagènes : ils stabilisent la phase alpha à la température ambiante. Le fer, plus présent dans le T60, est betagène : il favorise la présence de la phase β sous forme d'îlots au niveau des joints de grains, qui représentent une faible fraction volumique, estimée à 4 %. Les Grade 1 et Grade 2 sont composés à 100 % de phase alpha.

Élément	H	O	C	Fe	N	Ti	$O_{éq}$ (% at)
Billette	5±2 (0,023 % at)	450±30 (0,134 % at)	<80	<200	<30	Base	0,138
Grade 2 (T40)	7±2 (0,032 % at)	1600±50 (0,476 % at)	40	340	30	Base	0,508
Grade 4 (T60)	15±3 (0,07 % at)	3200±100 (0,952 % at)	70±20	1750±50	60	Base	1,020

Tableau 2.1 - Composition chimique en ppm massique des matériaux brut.

Comme nous souhaitons étudier l'effet de l'hydrogène sur la viscoplasticité du titane, et donc faire varier cette teneur par des recuits sous hydrogène ou sous ultravide, un recuit identique (montée à 500 °C en 5 heures, maintien de 12 heures et refroidissement lent au four) sous vide secondaire (nécessaire pour empêcher l'oxydation, mais insuffisant pour provoquer un dégazage de l'hydrogène) a aussi été réalisé sur les éprouvettes de « matériau brut » afin

d'assurer une microstructure identique pour les matériaux bruts, chargés ou appauvris en hydrogène. Ce recuit contribue également à la relaxation des contraintes résiduelles de laminage.

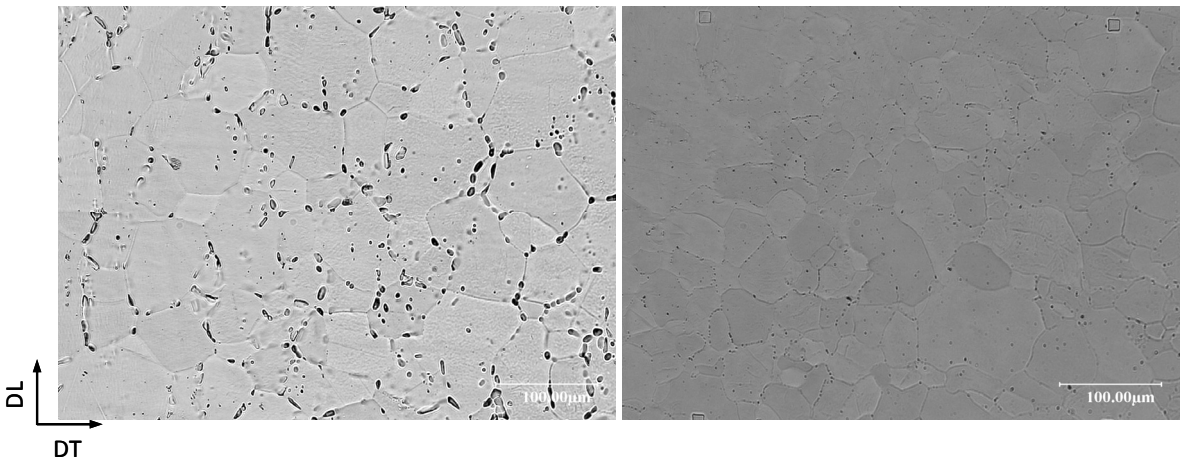
II.2. Microstructure et texture

II.2.1. Tôles de T40 et T60

II.2.1.1. Microstructure

Caractérisation microstructurale à l'échelle mésoscopique (MEB)

La microstructure des matériaux après recuit a été observée dans les trois plans de la tôle. On désigne par DL la direction de laminage, DT la direction transverse et DN la normale au plan de la tôle. L'analyse au microscope électronique à balayage ainsi que les analyses EBSD effectuées sur les différentes faces ont permis de caractériser la microstructure (Figure 2.1 et 2.2) et d'estimer la taille moyenne des grains dans les différents plans des tôles (Tableau 2.2). Dans le plan de laminage, les grains sont quasiment équiaxes et le diamètre moyen est de l'ordre de 40 µm et 45 µm dans T40 et T60 respectivement. La distribution de la taille des grains est donnée sur la Figure 2.3. Elle est plus hétérogène pour le T40 dans lequel les grains peuvent atteindre 185 µm de diamètre. La taille des grains dans la direction normale est plus petite. Des éprouvettes cylindriques de 8 mm de diamètre et 16 mm de partie utile, ainsi que des éprouvettes plates pour l'étude micromécanique (Annexe A) ont été prélevées dans la direction de laminage et la direction transverse (Figure 2.2).



(a) T60 Mise en évidence des îlots de la phase bêta *(b) T40*

Figure 2.1 - Micrographies du T60 et du T40.

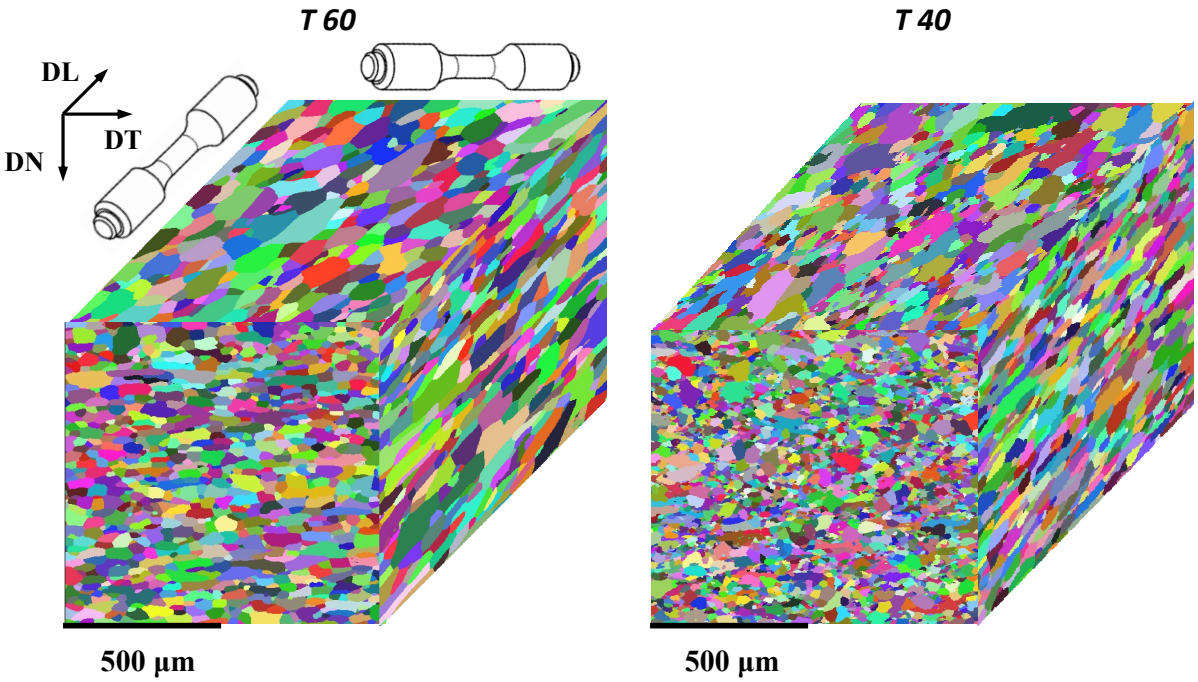


Figure 2.2 - Microstructure en 3D et prélèvement des éprouvettes.

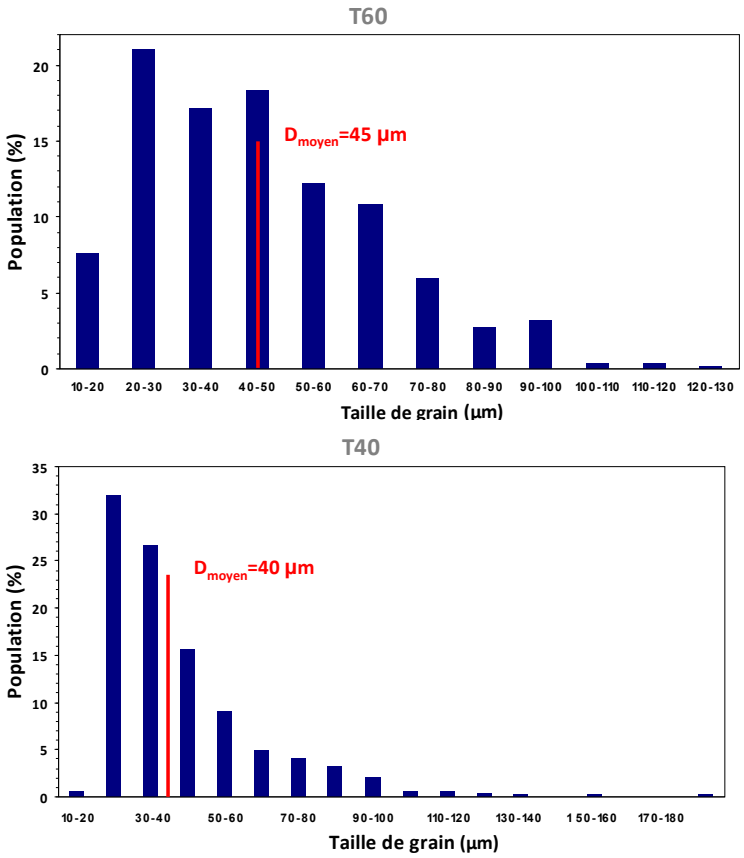


Figure 2.3 - Distribution de la taille des grains dans le plan de la tôle.

	Taille moyenne des grains (en µm)		
Matériau	DL	DT	DN
T40	40	38	25
T60	45	41	27

Tableau 2.2 - Diamètre moyen des grains dans les trois directions des tôles.

Caractérisation microstructurale à l'échelle microscopique (MET)

- T60

La Figure 2.4 illustre la présence des îlots de phase β au niveau des joints de grains et particulièrement aux joints triples. Ils mesurent quelques centaines de nanomètres en largeur et quelques microns en longueur.

La densité initiale des dislocations est très faible. En revanche, on note la présence de sources de dislocations de type <a> au niveau des interfaces α/β. Il est possible que des incompatibilités de déformation thermique entre les deux phases lors du refroidissement après le recuit soient à l'origine de l'activation de ces sources. Les dislocations émises sont courbées, ce qui dénote une contrainte interne localement significative et forment des empilements dont la persistance, indique une forte friction de réseau, provoquée probablement par l'oxygène.

- T40

Les observations sur le T40 font apparaître de nombreux sous grains de 1 à 2 µm de large (Figure 2.5-a). Les sous-joints sont constitués d'arrangements plans de trois familles de dislocations de type <a>. Un exemple de cette structure est présenté sur la Figure 2.5-b. Les cartographies réalisées sur les lames minces indiquent une désorientation entre sous-grains adjacents de l'ordre de quelques degrés.

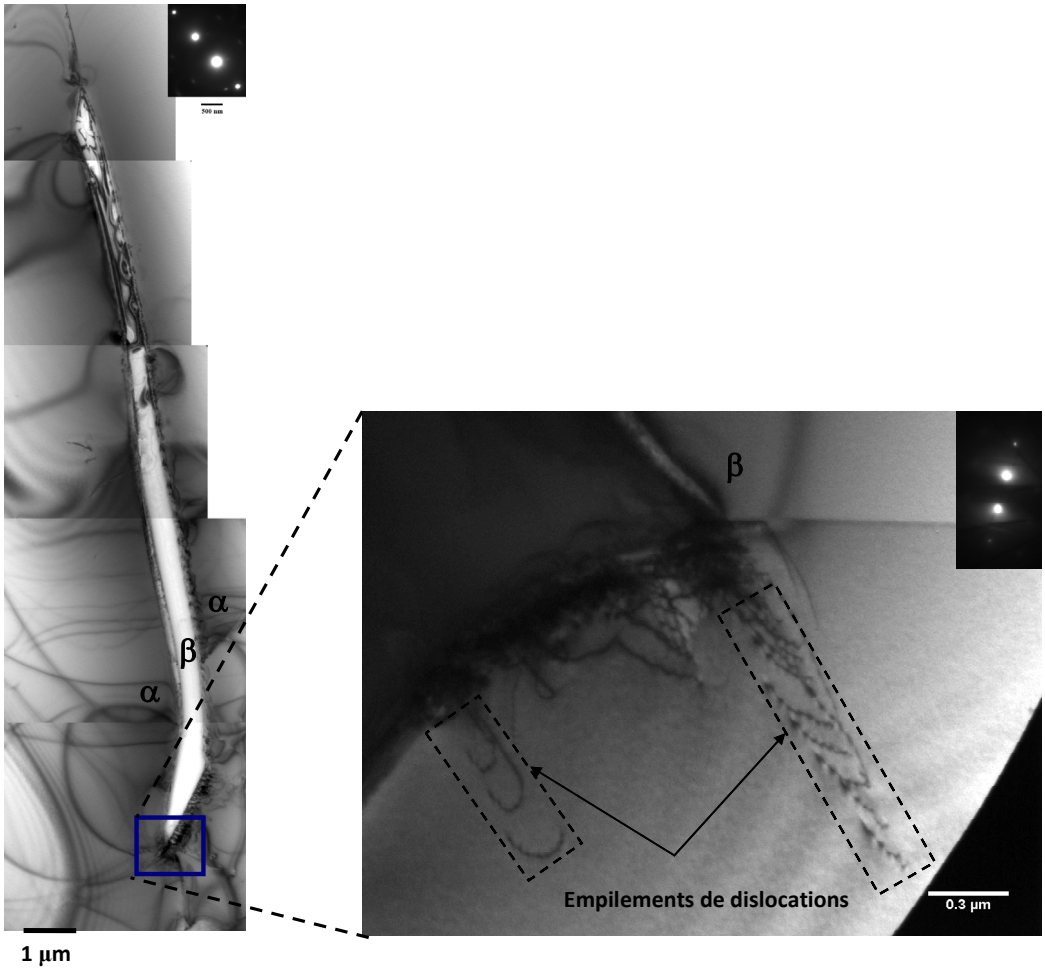


Figure 2.4 - Microstructure à l'etat brut du T60 : (a) Mise en évidence de la phase β ; (b) source de dislocations au voisinage de l'interface α/β.

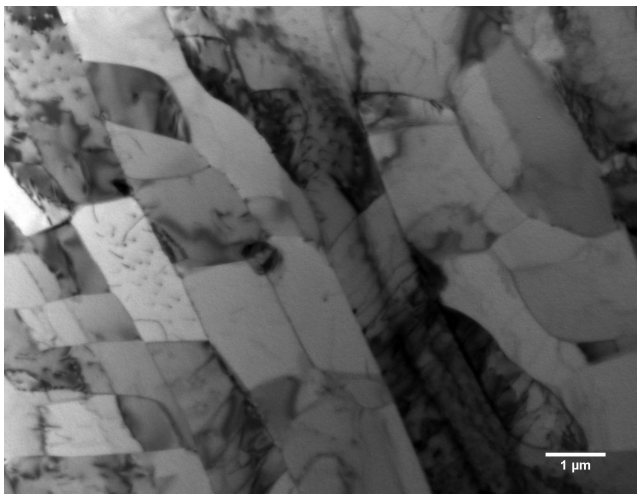


Figure 2.5.a - Sous-grains dans le T40 à l'état brut.

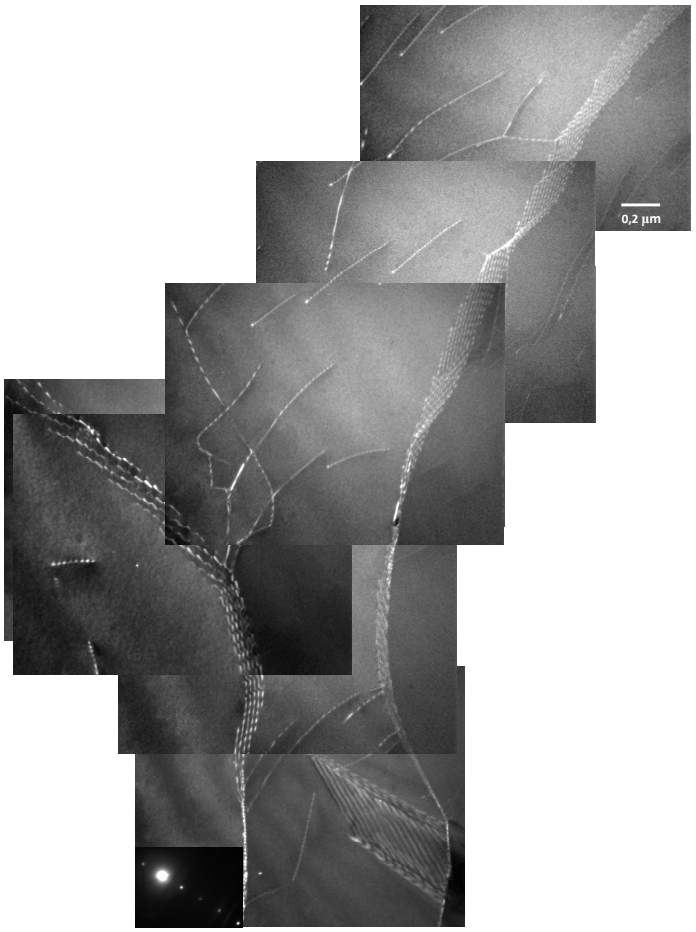


Figure 2.5.b - Structure des sous-joints dans le T40.

II.2.1.2. Texture

Les figures de pôles des deux tôles obtenues par EBSD sur une zone de 1x1 mm^2 représentant plus de 400 grains sont présentées dans la Figure 2.6. La direction prismatique [10-10] est parallèle à la direction de laminage et l'axe <c> est désorienté de 30 à 90° par rapport à la direction normale de la tôle vers la direction transverse. Cette texture est classique des tôles de titane laminées à froid [115-117].

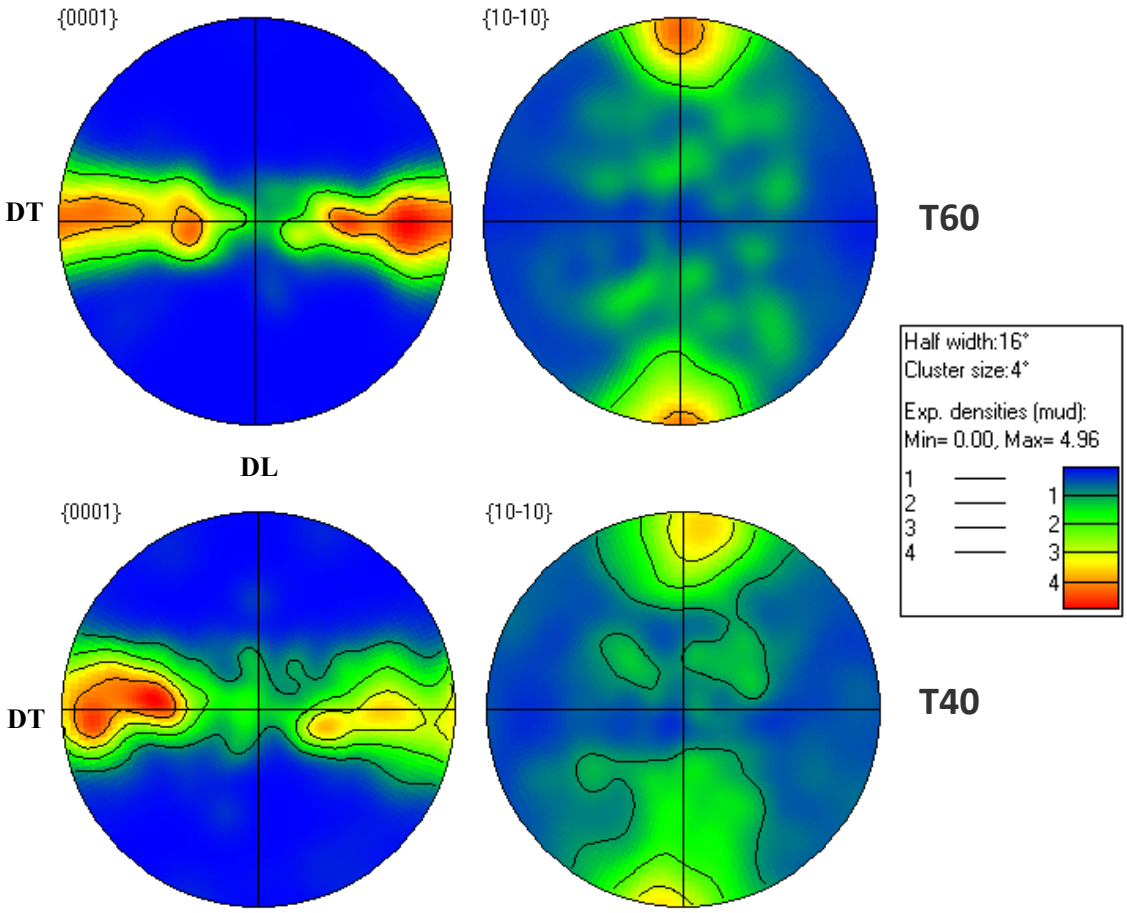


Figure 2.6 - Texture initiale du titane de pureté commerciale.

II.2.1.3. Statistiques des facteurs de Schmid

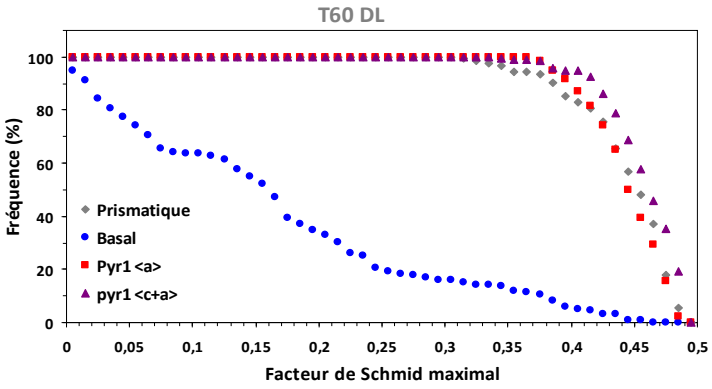
À partir des analyses EBSD, les facteurs de Schmid maximaux dans chaque grain et pour chaque famille de système de glissement peuvent être calculés pour une direction de sollicitation donnée. Une analyse statistique est conduite à partir d'une surface de 600 X 600 μm^2 pour le T40 et le T60 à l'état non déformé.

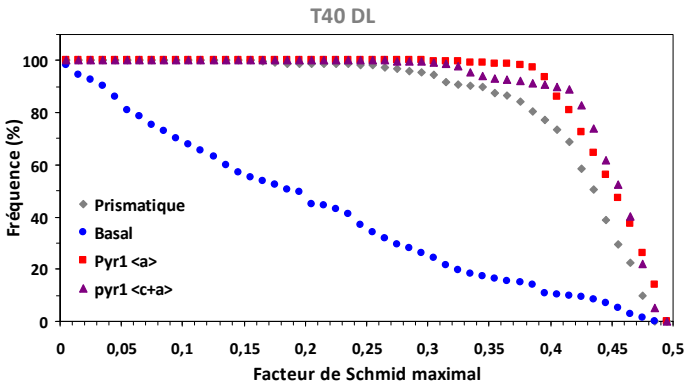
La statistique concerne 4 systèmes de glissement : le prismatique {10-10} <1-210>, le basal {0001} <1-210>, le pyramidal π_1 de type <a> {10-11} <1-210> et de type <c+a> {10-11} <11-23>. La Figure 2.7 présente les distributions cumulées correspondantes pour deux directions de sollicitation: longitudinale et transverse. Un pas de 0,01 est choisi pour assurer une bonne description de la distribution des facteurs de Schmid.

Pour une direction de sollicitation donnée, la distribution des facteurs de Schmid est très similaire dans les deux tôles. Ceci s'explique naturellement par le fait que les deux grades de titane possèdent des textures très proches. Pour une sollicitation suivant la direction de

laminage, les grains sont favorablement orientés pour le glissement prismatique, pyramidal π_1<a> et π_1<c+a>, avec un très léger avantage au dernier système. L'activation du système basal sera a priori difficile pour une sollicitation suivant la direction de laminage, avec seulement 5 % des grains qui possèdent un facteur de Schmid supérieur à 0,4 pour ce type de glissement.

Au cours d'un essai de traction suivant la direction transverse, la texture initiale favorise l'activation du système π_1<c+a> (environ 80 % des grains ont un facteur de Schmid supérieur à 0,4). Le deuxième système en termes d'orientation favorable pour l'activation du glissement est le π_1<a>, les systèmes prismatique et basal étant les moins bien orientés pour ce type de sollicitation. Notons que ces statistiques des facteurs de Schmid sont utiles mais ne permettent pas de prévoir le système de glissement activé sans tenir compte des valeurs de cission critiques d'activation correspondant à chaque système de glissement.





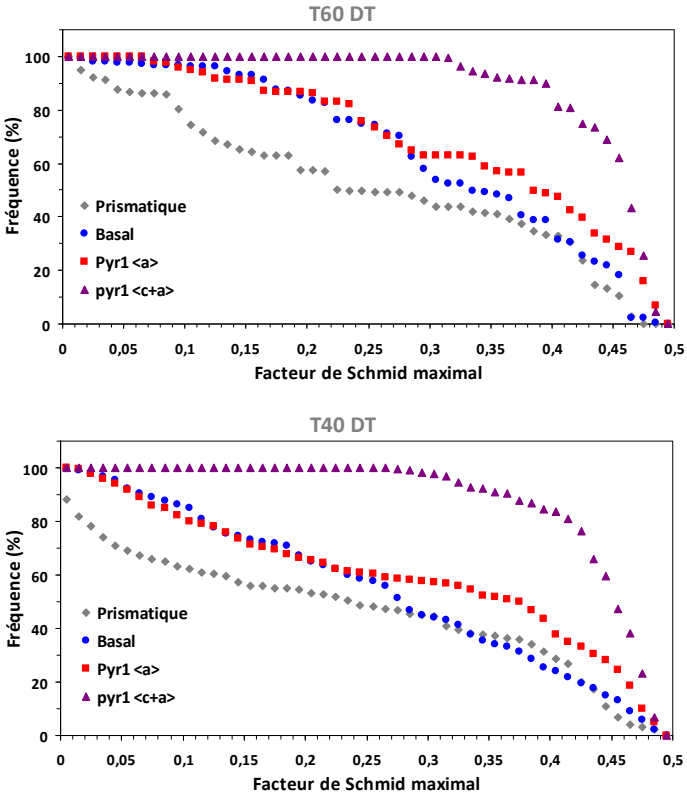


Figure 2.7 - Distribution cumulée des facteurs de Schmid maximaux dans T40 et T60 pour des sollicitations dans les directions longitudinale et transverse.

II.2.2. Billette

II.2.2.1. Microstructure

Microstructure globale

La Figure 2.8 présente une micrographie de la surface normale à l'axe de révolution de la billette. Les grains sont équiaxes avec un diamètre moyen de 220 µm et leur distribution est donnée sur la Figure 2.9. Les éprouvettes ont été prélevées perpendiculairement à l'axe z (Figure 2.10).

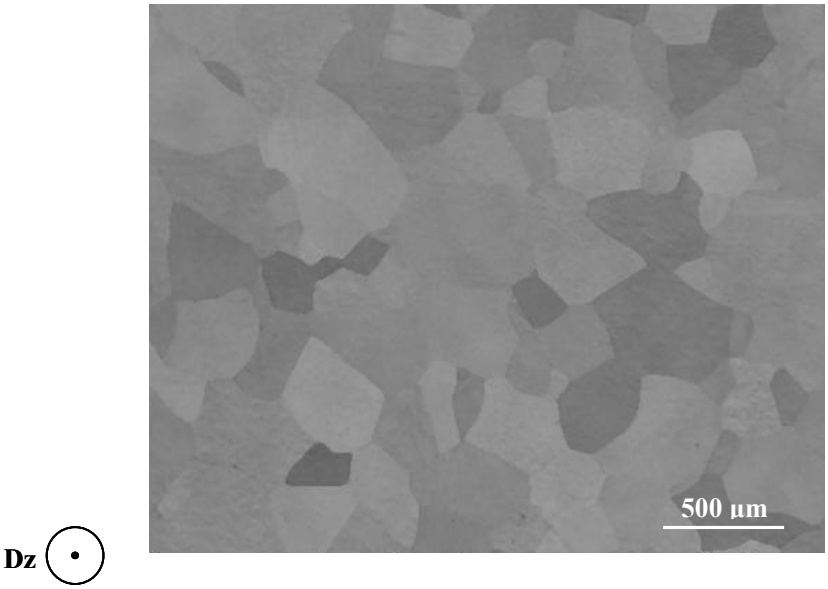


Figure 2.8 - Micrographie de la billette

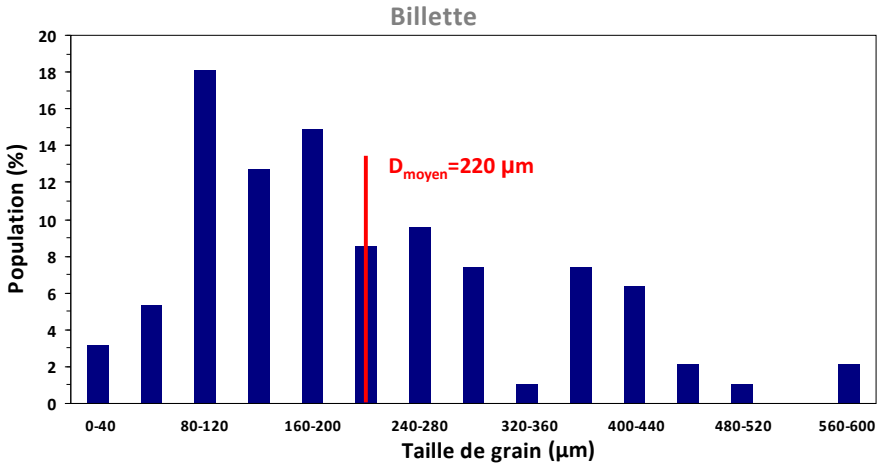


Figure 2.9 - Distribution de la taille des grains dans la billette.

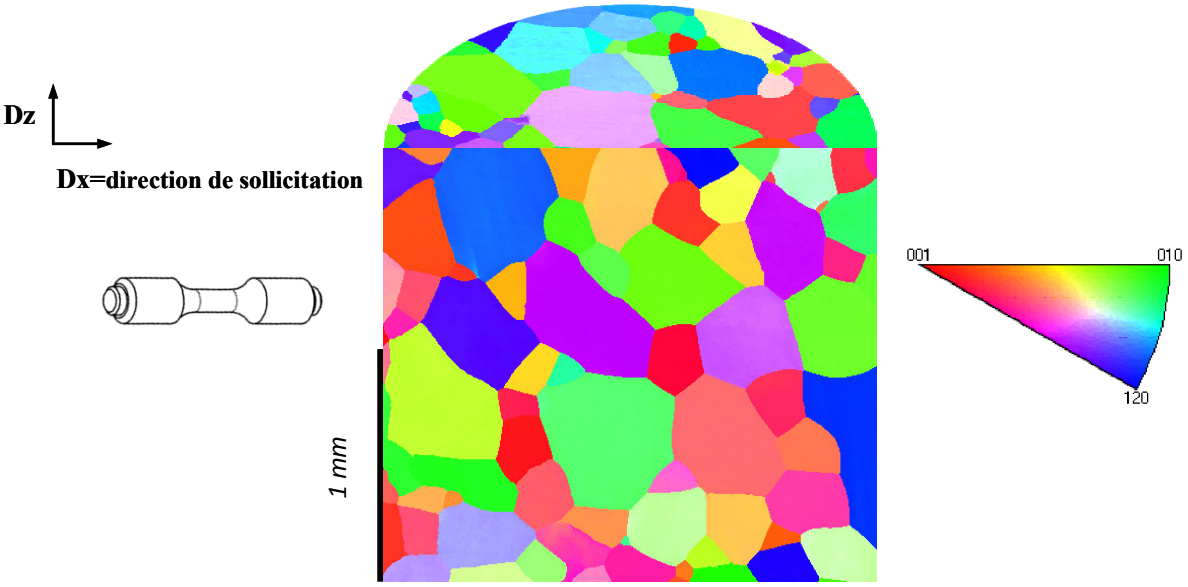


Figure 2.10 - Microstructure de la billette en 2D et prélèvement des éprouvettes.

Caractérisation microstructurale à échelle microscopique (MET)

Les observations mettent en évidence une faible densité de dislocations initiales réparties d'une façon plus ou moins homogène dans les grains (Figure 2.11). On n'observe pas d'augmentation particulière de la densité de dislocations au niveau des joints de grains, comme c'était le cas aux interfaces α/β dans le T60. En revanche, on distingue la présence des très fines macles de tension de type {10-12} qui pourraient être provoquées par le polissage.

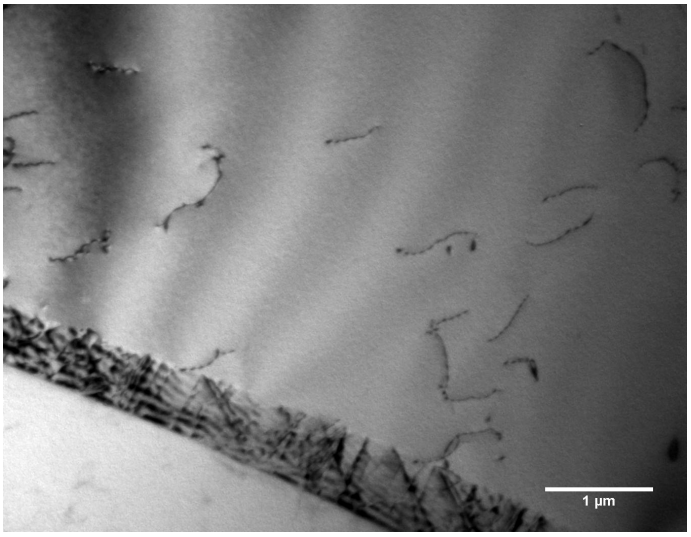


Figure 2.11 - Microstructure typique de la billette.

II.2.2.2. Texture

Les figures de pôles montrent que la billette forgée est moins texturée que les tôles laminées. La distribution des axes <c> est plus étalée que dans les tôles de T40 et T60 (Figure 2.12).

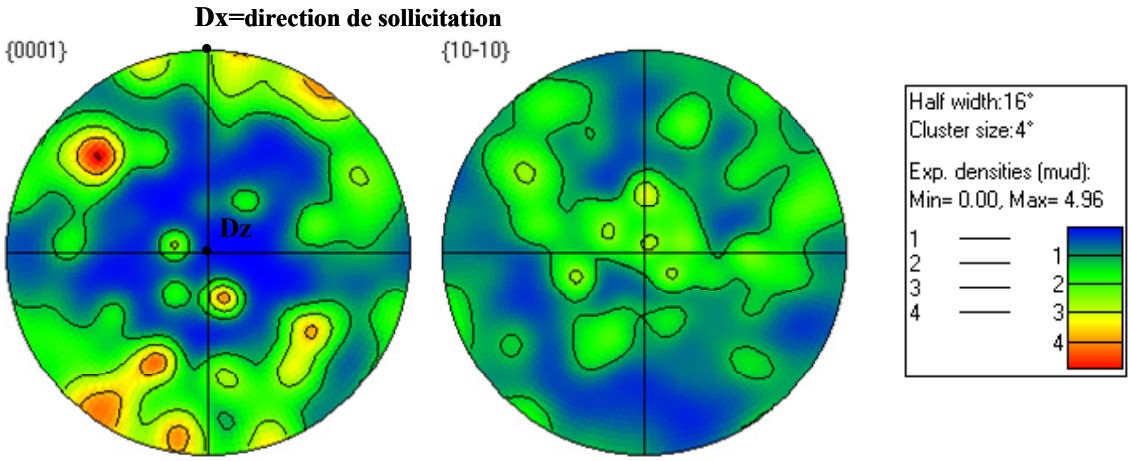


Figure 2.12 - Texture initiale de la billette.

II.2.2.3. Statistiques de facteurs de Schmid

L'analyse statistique est conduite à partir d'une surface 2,8 x 2,3 mm^2 (environ 135 grains). Pour une sollicitation parallèle à une direction radiale, les systèmes prismatiques sont les moins favorablement orientés. Les systèmes de glissement basal, pyramidaux π_1 de type <a> et <c+a> sont aussi bien orientés les uns que les autres pour s'activer (Figure 2.13).

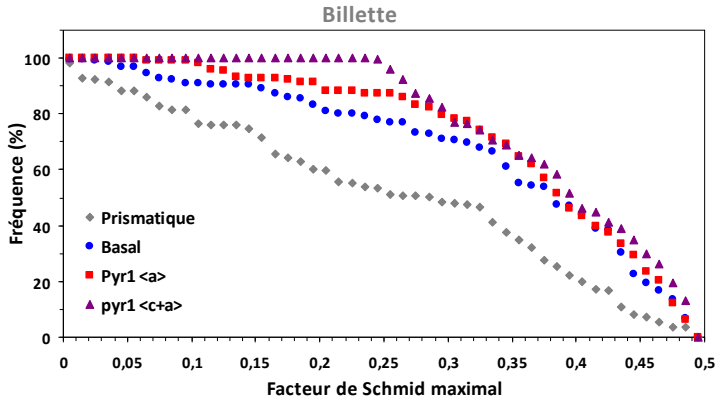


Figure 2.13 - Distribution cumulée des facteurs de Schmid maximaux dans la billette pour une sollicitation parallèle à la direction radiale.

Ces caractérisations montrent que les tôles de T40 et de T60 ont des microstructures très voisines, tant en termes de tailles de grains que de texture. Leurs différences de comportement mécanique pourront donc être attribuées à leurs différences de composition chimique et notamment de teneur en oxygène. Par contre, la billette présente de plus gros grains et une texture différente. Il faudra donc plus de prudence dans l'interprétation de ses différences de comportement mécanique avec les deux autres matériaux.

II.3. Chargement ou appauvrissement en hydrogène

II.3.1. Chargement en hydrogène

II.3.1.1. Dispositif de chargement

Une des techniques d'hydrogénation souvent employée est le chargement cathodique. Elle permet d'introduire une grande quantité d'hydrogène. Cependant, l'un des risques inhérents à ce mode de chargement est la formation d'hydrures en surface de l'échantillon qui font barrière à la diffusion ultérieure de l'hydrogène ainsi que l'apparition de gradients de concentration d'hydrogène dans l'éprouvette. Un recuit d'homogénéisation ultérieur est généralement nécessaire.

Le chargement en hydrogène par voie gazeuse conduit à une meilleure homogénéité de la distribution de l'hydrogène et une maîtrise de la quantité d'hydrogène introduit en contrôlant la pression de l'hydrogène gazeux H_2 dans l'enceinte.

Le dispositif de chargement utilisé lors de cette étude est schématisé sur la Figure 2.14. L'éprouvette est dégraissée à l'acétone puis introduite dans le porte échantillon, l'ensemble est mis sous vide primaire ($P \approx 10^{-3}$ Torr) afin d'éviter l'oxydation du matériau lors du chauffage et introduit dans un four de traitement thermique à résistance. La température de chargement, 500°C, est atteinte en 5 heures. L'hydrogène pur est alors introduit à la pression qui convient pour obtenir la teneur désirée, compte tenu de la masse de l'échantillon, du volume de l'enceinte et de la température de chargement. Cette pression est estimée à l'aide du logiciel 'Gaspak' (mis au point à ICMPE, Figure 2.15) qui corrige la loi des gaz parfaits ($PV=nRT$). Le suivi de la chute de pression dans l'enceinte indique que l'échantillon absorbe toute la quantité d'hydrogène introduite en 1 heure environ. La température est toutefois maintenue pendant 12 h à 500 °C afin de permettre une partition homogène de l'hydrogène. Un refroidissement lent dans le four éteint est par la suite effectué.

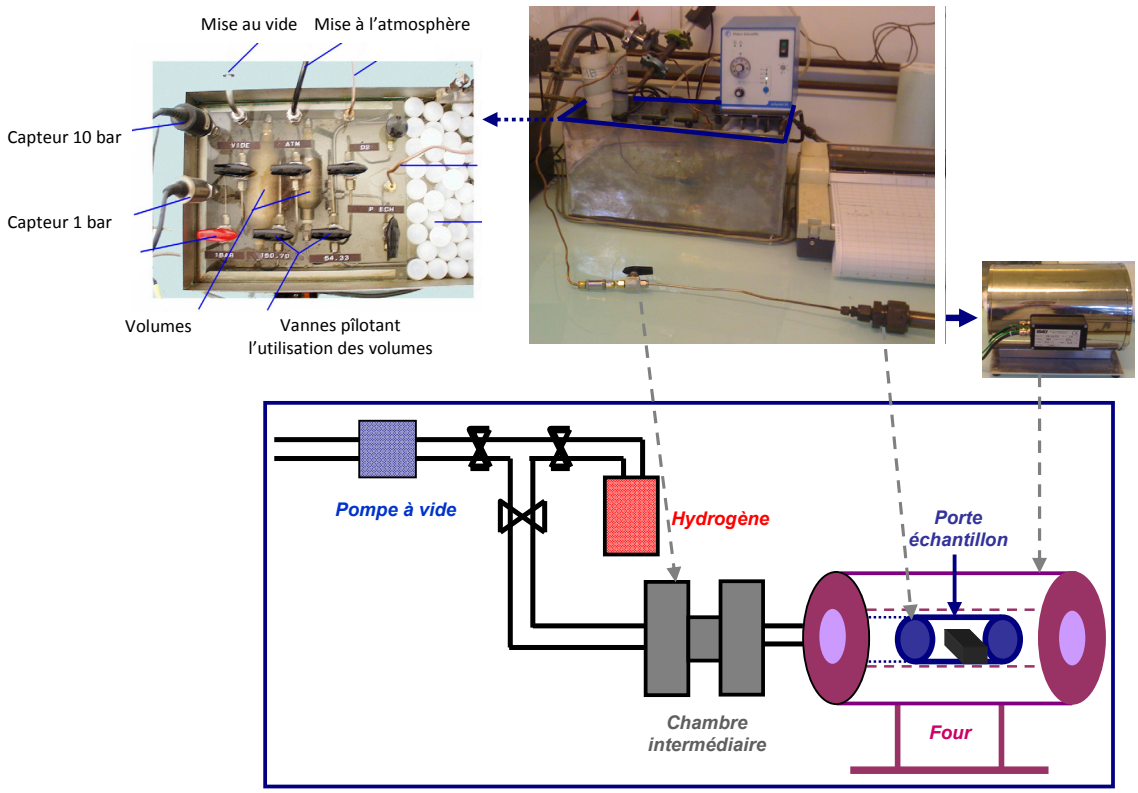


Figure 2.14 - Dispositif de chargement en hydrogène.

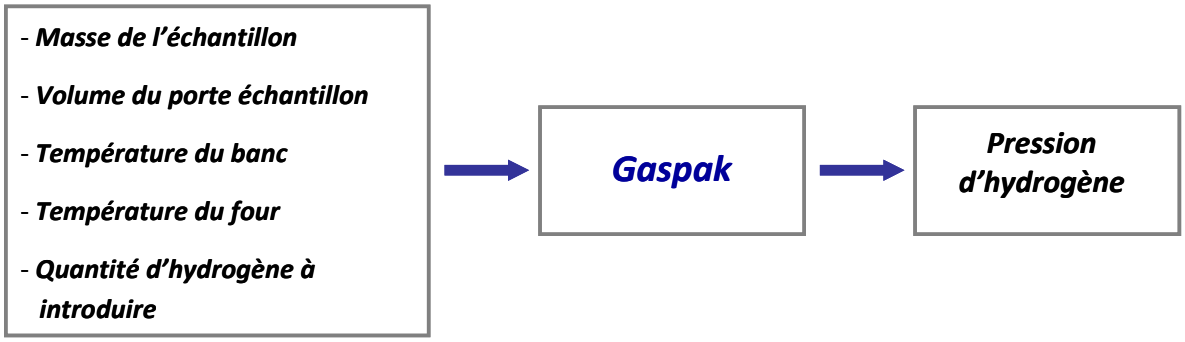


Figure 2.15 - Paramètres pour le calcul de la pression de H_2.

II.3.1.2. Vérification des teneurs obtenues

Les teneurs en hydrogène effectivement obtenues ont été systématiquement vérifiées sur chaque éprouvette après essai mécanique. Les dosages effectués par 'Bureau Veritas' par analyse des gaz de fusion sous atmosphère réductrice montrent des écarts par rapport aux teneurs visées, d'autant plus importants que la masse des échantillons à charger et l'accroissement de teneur visée (donc la pression d'hydrogène introduite qui va de 10 à 60

mbar) sont faibles. Pour les éprouvettes cylindriques, dont la masse est plus importante, l'écart entre teneur visée et obtenue est nettement moindre. Par ailleurs, l'incertitude sur les teneurs mesurées est systématique et varie entre 22 et 37 % (Figure 2.16).

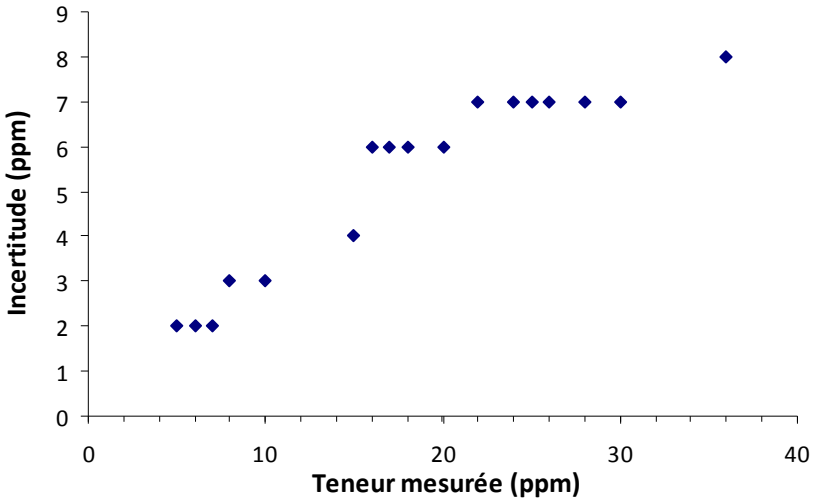


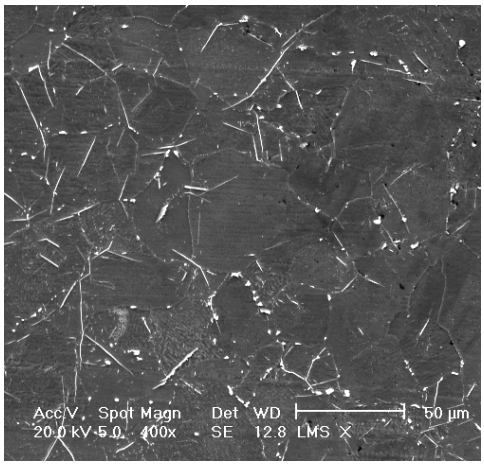
Figure 2.16 - Évolution de l'incertitude sur la teneur en hydrogène mesurée.

II.3.1.3. Limite de solubilité de l'hydrogène dans les matériaux étudiés

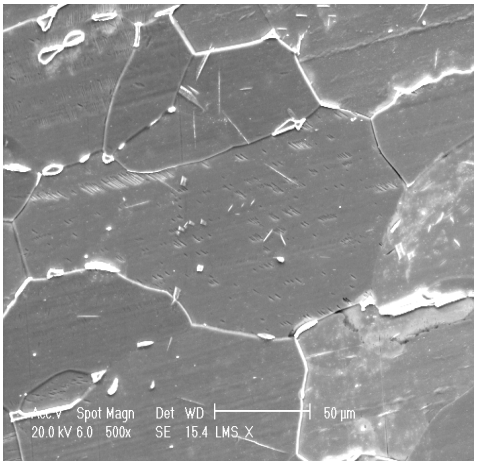
Les données de la littérature sur la solubilité de l'hydrogène à la température ambiante concernent le titane très pur et notamment sans les îlots de phase β présents aux joints de grains dans le T60 susceptibles d'accroître la solubilité. Des chargements en hydrogène en visant 50, 30 et 20 ppm suivis d'observations au MEB à la recherche d'hydrures de titane ont donc été effectués sur des échantillons de T40 et T60.

Les échantillons sont attaqués avec le réactif de Rémington modifié (40 % HNO_3, 40 % glycérine, 20 % HF) afin de révéler d'éventuels hydrures. Les observations MEB montrent un contraste entre la phase-α (qui apparaît en sombre) et les hydrures (en clair) qui sont très fins (épaisseur de l'ordre du micron). Leur longueur varie entre 2 et 50 microns environ. Ils précipitent aux joints de grains et dans les grains et leur orientation est aléatoire (Figure 2.17).

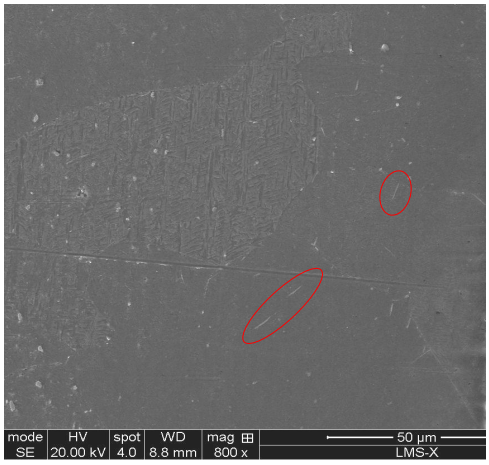
D'après les observations MEB, on constate dans le T60 chargé à 30 ppm d'hydrogène la présence de très rares hydrures. Le même matériau à 29 ppm de H ne semble pas en contenir, du moins d'une taille détectable au MEB. La limite de solubilité en H pour le T60 semble donc être de 29 ppm.



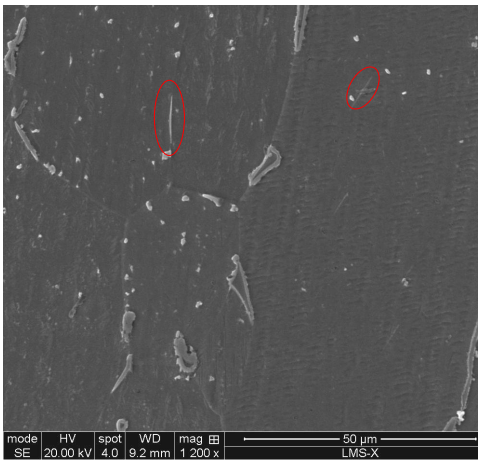
T40 (77 ppm H)



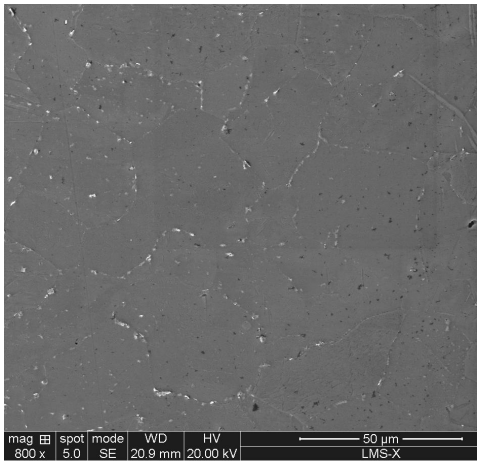
T60 (77 ppm H)



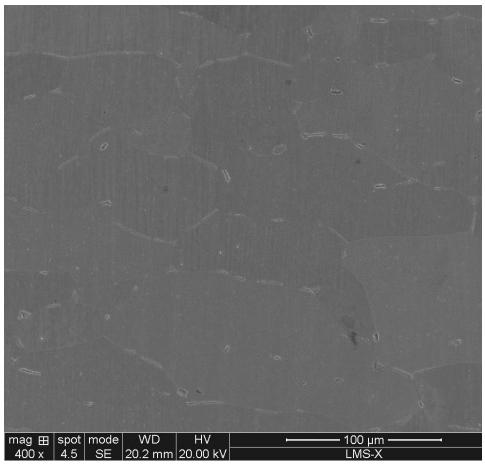
T40 (36 ppm H)



T60 (30 ppm H)



T40 (23 ppm H)



T60 (29 ppm H)

Figure 2.17 - Observations MEB des échantillons chargés en hydrogène.

Comme le T60 est plus riche en oxygène réputé augmenter légèrement la solubilité de l'hydrogène [107,113,114] et qu' il contient environ 4 % de phase β dans laquelle l'hydrogène est au moins 5 fois plus soluble que dans la phase α [88], la solubilité de H dans le T40 est probablement légèrement inférieure à sa valeur dans le T60, mais supérieure à la solubilité dans le titane très pur (20 ppm selon Vitt [105]). Si on néglige l'effet de l'oxygène, il est possible d'estimer la solubilité du T40 (phase α) par une simple loi de mélange :

$$S_{T60} = 0,96 \times S_\alpha + 0,04 \times S_\beta$$

Or $$S_\beta \geq 5 \times S_\alpha$$

Soit $$S_{T60} \geq 0,96 \times S_\alpha + 0,04 \times 5 \times S_\alpha = 1,16 S_\alpha$$

$$S_{T40} = S_\alpha \leq S_{T60} / 1,16$$

$$22 < S_{T40} \leq 25 ppm$$

Cette estimation semble être cohérente avec les observations MEB.

II.3.2. Dégazage de l'hydrogène

Le coefficient de diffusion de l'hydrogène dans le titane à une température donnée est donné par l'équation (1.7) (chapitre I). Le temps nécessaire pour dégazer à cette température tout l'hydrogène initialement présent dans une éprouvette cylindrique de diamètre 8 mm dépend de la qualité du vide dans l'enceinte. Ainsi, à 500 °C, le coefficient de diffusion de l'hydrogène étant $D_{T=500°} \approx 2 .10^{-6}$ $cm^2.s^{-1}$, le temps nécessaire pour dégazer les éprouvettes serait, d'après Albrecht, de 75 h environ, sous un vide secondaire de 10^{-5} à 10^{-6} Torr. Le vide obtenu grâce à une pompe turbo-moléculaire, dans le four de traitement thermique du LMS atteignant en fin de pompage 10^{-7} Torr, il semblait possible de l'utiliser et des tests de dégazage du T60 ont donc été effectués en utilisant ce four à des températures de 550, 600 et 650 °C.

Le Tableau 2.3 indique les durées de ces traitements et la teneur en hydrogène obtenue.

On constate que pour dégazer significativement le T60 et passer de 15 à 5 ppm en un temps raisonnable, il est nécessaire de monter à 650 °C. Un traitement à cette température, bien supérieure à la température de 500 °C utilisé pour charger en hydrogène et recuire le matériau « brut » étant susceptible de modifier sa microstructure et de fausser les comparaisons, il a été décidé de mettre en place, un dispositif de dégazage équipé d'un système de pompage plus performant afin d'obtenir un vide plus poussé permettant d'abaisser la température de dégazage.

Test	T (°C)	D ($cm^2.s^{-1}$)	D/r^2 (s^{-1})	Temps de dégazage théorique (P= [10^{-5}-10^{-6}] Torr)	Temps de dégazage appliqué (P≈10^{-7} Torr)	Teneur en H obtenue (ppm)
1	650	10^{-5}	$1,56.10^{-5}$	13 h	48h	5
2	600	6.10^{-6}	$9,3810^{-6}$	20 h	48 h	10
3	550	4.10^{-6}	$6,25.10^{-6}$	32 h	48 h	15

Tableau 2.3 - Tentatives de dégazage en hydrogène sur le T60 (Teneur de départ=15ppm)- Four traitement thermique LMS.

Ce dispositif a été conçu à ICMPE (Figure 2.18). Le groupe de pompage est composé d'une pompe turbo-moléculaire et d'une pompe ionique. L'éprouvette à dégazer est d'abord placée dans un tube en quartz. L'ensemble est mis sous vide secondaire de l'ordre de 10^{-5}-10^{-6} Torr dans un premier temps (pompe turbo-moléculaire). L'ultravide est par la suite assuré par la pompe ionique qui permet d'atteindre une pression d'air résiduelle inférieure à 4.10^{-8} Torr. Une fois le niveau de pression minimale atteint, le cycle de traitement thermique (montée en 5 h à 550 °C, maintien de 12 h et refroidissement lent dans le four éteint) est lancé. Ce dispositif a permis de réduire la teneur en hydrogène du T60 de 15 à 5 ppm. Les analyses EBSD ont montré que par rapport à une température de 500 °C, un traitement à 550 °C ne change ni la taille des grains ni la texture.

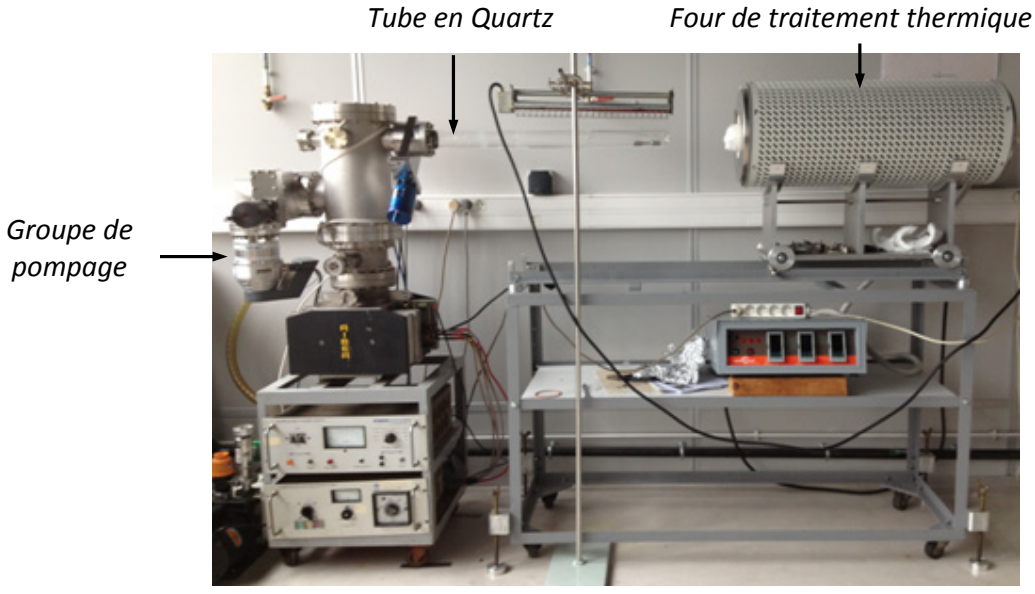
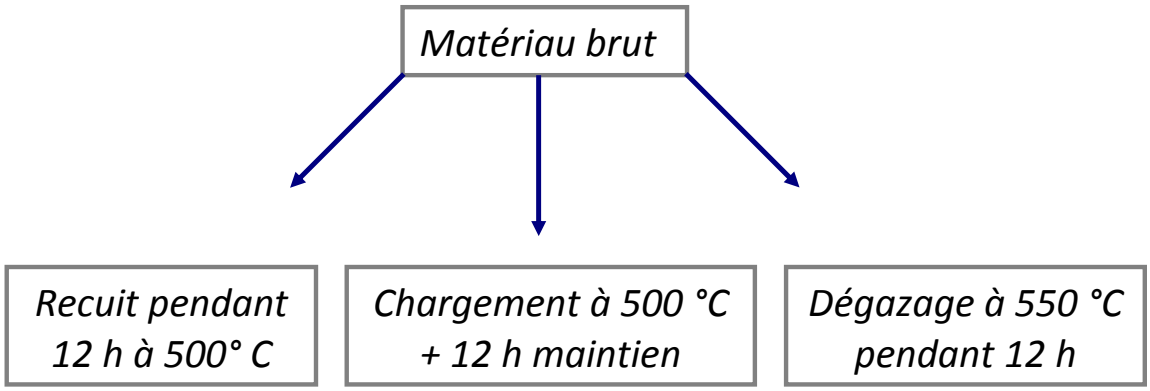


Figure 2.18 - Dispositif de dégazage développé à ICMPE.

Ainsi, le même cycle de traitement thermique est appliqué sur les matériaux bruts, chargés et dégazés, les différences de comportement mécanique seront liées à la composition chimique propre à chaque matériau.



Chapitre III

Comportement macroscopique

L'objectif de ce chapitre est de comprendre l'effet de l'oxygène, l'hydrogène et la texture sur le comportement viscoplastique du titane à l'échelle macroscopique. La caractérisation du comportement est effectuée à travers plusieurs types d'essais (traction, saut de vitesse, relaxation, fluage…) pour différentes teneurs en interstitiels et directions de sollicitation.

III.1. Comportement en traction à vitesse constante

III.1.1. Courbes de traction à 2. 10^{-4} s^{-1}

Les essais de traction jusqu'à rupture ont été menés à une vitesse de déformation constante de 2.10^{-4} s^{-1}. Les courbes contrainte vraie-déformation vraie pour T40 et T60 sollicités dans les directions longitudinale et transverse sont présentées sur la Figure 3.1.

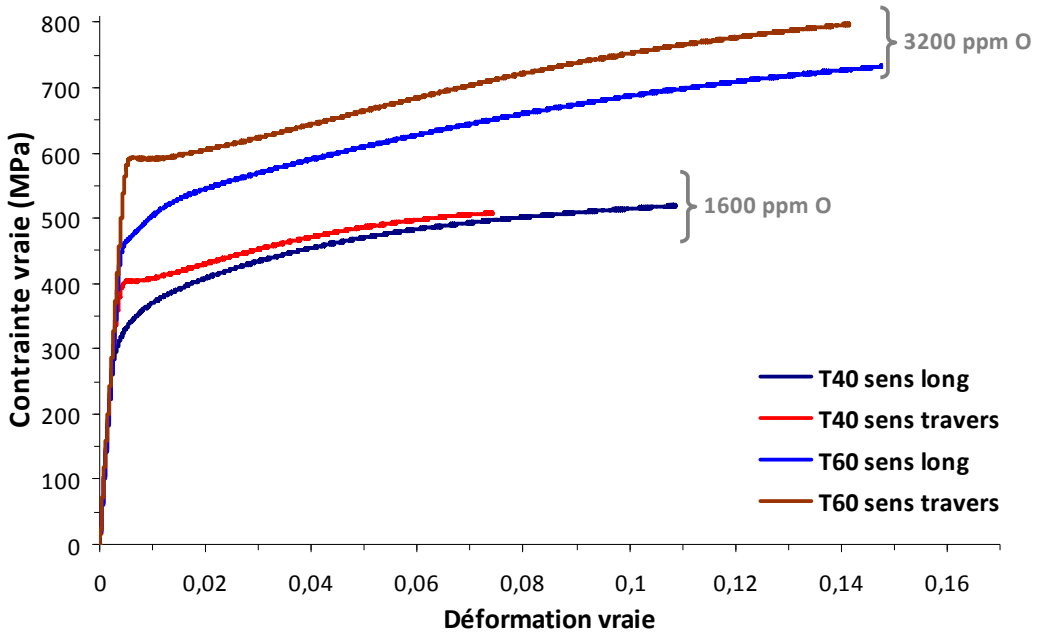


Figure 3. 1 - Courbes de traction à 2.10^{-4} s^{-1}.

La réponse mécanique est anisotrope dans les deux grades de titane. La maille hexagonale du titane présentant une forte anisotropie élastoplastique, combinée à la présence d'une texture marquée identifiée au chapitre I, explique l'anisotropie de la réponse mécanique en traction. Cette anisotropie se manifeste notamment sur le module de Young, la limite d'élasticité, ou encore la ductilité (Tableau 3.1). Ces résultats confirment aussi l'effet durcissant de l'oxygène, par exemple, pour le T40 sollicité dans la direction de laminage, la valeur de la limite d'élasticité conventionnelle $\sigma_{0,2p}$ est un tiers plus faible que celle obtenue pour le T60.

On a également noté sur les courbes de traction suivant la direction transverse, après une légère plastification (ε_p>3.10^{-3}), la présence d'un pic de contrainte suivi d'un plateau. Pour

une vitesse de déformation donnée, la hauteur du pic est assez variable d'une éprouvette à l'autre, de sorte qu'on ne peut conclure sur une éventuelle dépendance du pic à la vitesse de déformation à partir des courbes de traction en sens travers du T60 à 2.10^{-4} s^{-1} et 2.10^{-3} s^{-1} présentées sur la Figure 3.2.

	T40 long	T40 travers	Rapport d'anisotropie	T60 long	T60 travers	Rapport d'anisotropie
Module d'Young (GPa)	108±4	119± 3	0,96	116±3	126±6	0,85
Micro-limite d'élasticité $\varepsilon_p=2.10^{-5}$ (MPa)	241 ±4	264 ±4	0,91	274 ±4	308 ±4	0,89
Limite d'élasticité $\sigma_{0,2p}$ (MPa)	330 ±5	404 ±6	0,82	473 ±7	592 ±8	0,80
Déformation répartie (% brute)	0, 115	0,077	1,49	0,159	0,152	1,05
Déformation à rupture (% brute)	0,463	0,488	0,95	0,417	0,25	1,67

Tableau 3.1 - Caractéristiques en traction à 2.10^{-4} s^{-1} des matériaux bruts.

Quoi qu'il en soit, ce phénomène n'existe pas en sens longitudinal ni dans la billette de meilleure pureté. Il semble en outre moins marqué pour le T40, moins riche en oxygène, qui ne présente pas réellement de pic, mais seulement un plateau s'étendant sur 0,3 % de déformation plastique contre 0,7 % pour le T60, comme on peut le voir sur la Figure 3.3. L'origine physique de ce phénomène sera discutée ultérieurement.

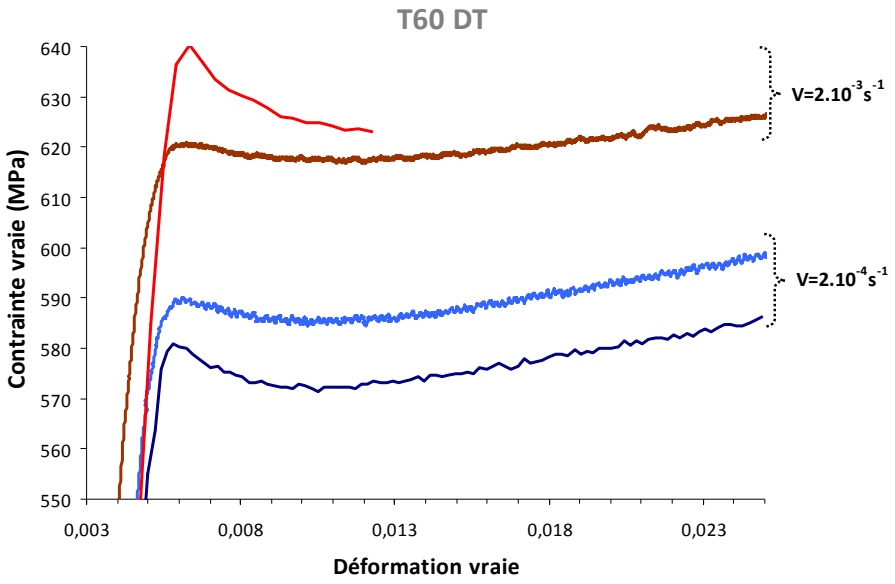


Figure 3.2 - Effet de la vitesse sur l'entrée en plasticité pour le T60 DT et dispersion d'une éprouvette à l'autre.

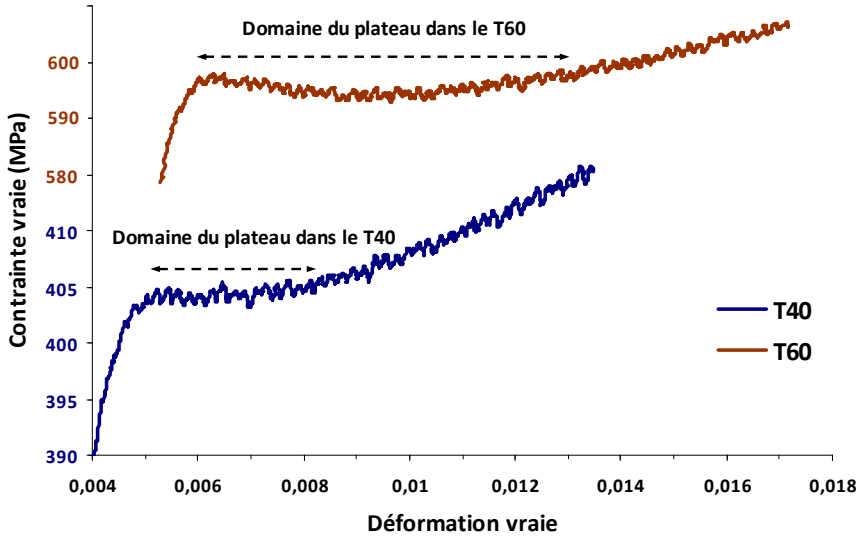


Figure 3.3 - Effet de l'oxygène sur l'entrée en plasticité dans les sens travers.

III.1.2. Taux d'écrouissage

Afin de caractériser l'évolution du taux d'écrouissage en fonction de la déformation plastique dans les deux matériaux, nous avons choisi de tracer, $\Theta=d\sigma/d\varepsilon_p$ en fonction de ε_p dans un diagramme bi-logarithmique. Cette technique, initialement proposé par Crussard et Jaoul [118], permet de détecter facilement les changements du comportement mécanique. Pour chaque matériau, les données sont exploitées seulement jusqu'à la déformation plastique répartie, en évitant le domaine de striction (Figure 3.4-a et 3.4-b). Chaque partie linéaire de ce

diagramme est désignée comme ‘’stade’’ et la pente correspondante $w=(\log (d\sigma/d\varepsilon_p))/\log \varepsilon_p$ qui représente la vitesse de décroissance du taux d’écrouissage, est indiquée pour chaque stade dans le Tableau 3.2.

À ce stade de l’étude, les évolutions du taux d’écrouissage dans les deux matériaux et pour les deux sens de sollicitation seront simplement décrites ici. Une interprétation et une analyse plus détaillée, couplée avec l’identification des mécanismes de déformation activés au cours de chaque stade seront proposées au chapitre IV.

		$\varepsilon_{tot\ début}$ (%)	$\varepsilon_{tot\ fin}$ (%)	$\varepsilon_{p\ début}$ (%)	$\varepsilon_{p\ fin}$ (%)	Θ début (MPa)	Θ fin (MPa)	W (MPa)
T40 DL	*Stade 1*	0,25	0,38	0,012	0,1	63000	19700	-0,55
	Stade 2	0,38	3,38	0,1	3	19700	2150	-0,65
	Stade 3	3,38	7,43	3	7	2150	$\Theta_{striction}$=510 $\sigma_{striction}$=519	-1,67
T60 DL	*Stade 1*	0,33	0,50	0,01	0,1	59000	8700	-0,89
	Stade 2	0,50	1,03	0,1	0,58	8700	7200	-0,07
	Stade 3	1,03	1,98	0,58	1,5	7200	2650	-1,05
	Stade 4	1,98	6,5	1,5	5,94	2650	1740	-0,305
	Stade 5	6,5	14,85	5,94	14,2	1740	$\Theta_{striction}$=738 $\sigma_{striction}$=732	-0,99
T40 DT	*Stade 1*	0,31	0,41	0,03	0,064	82000	43000	-0,47
	Transition	0,41	1,02	0,064	0,65	43000	1800	-----
	Stade 2	1	3,58	0,65	3,2	1800	1830	+0,01
	Stade 3	3,58	7,52	3,2	7,1	1830	$\Theta_{striction}$=514 $\sigma_{striction}$=508	-1,59
T60 DT	*Stade 1*	0,37	0,43	0,027	0,06	99000	43000	-0,73
	Transition	0,43	1,68	0,06	1,22	43000	1380	-----
	Stade 2	1,68	7,07	1,22	6,5	1380	1880	+0,17
	Stade 3	7,07	14,5	6,5	13,8	1880	$\Theta_{striction}$=811 $\sigma_{striction}$=796	-1,11

Tableau 3.2 - Délimitation des stades d’écrouissage.

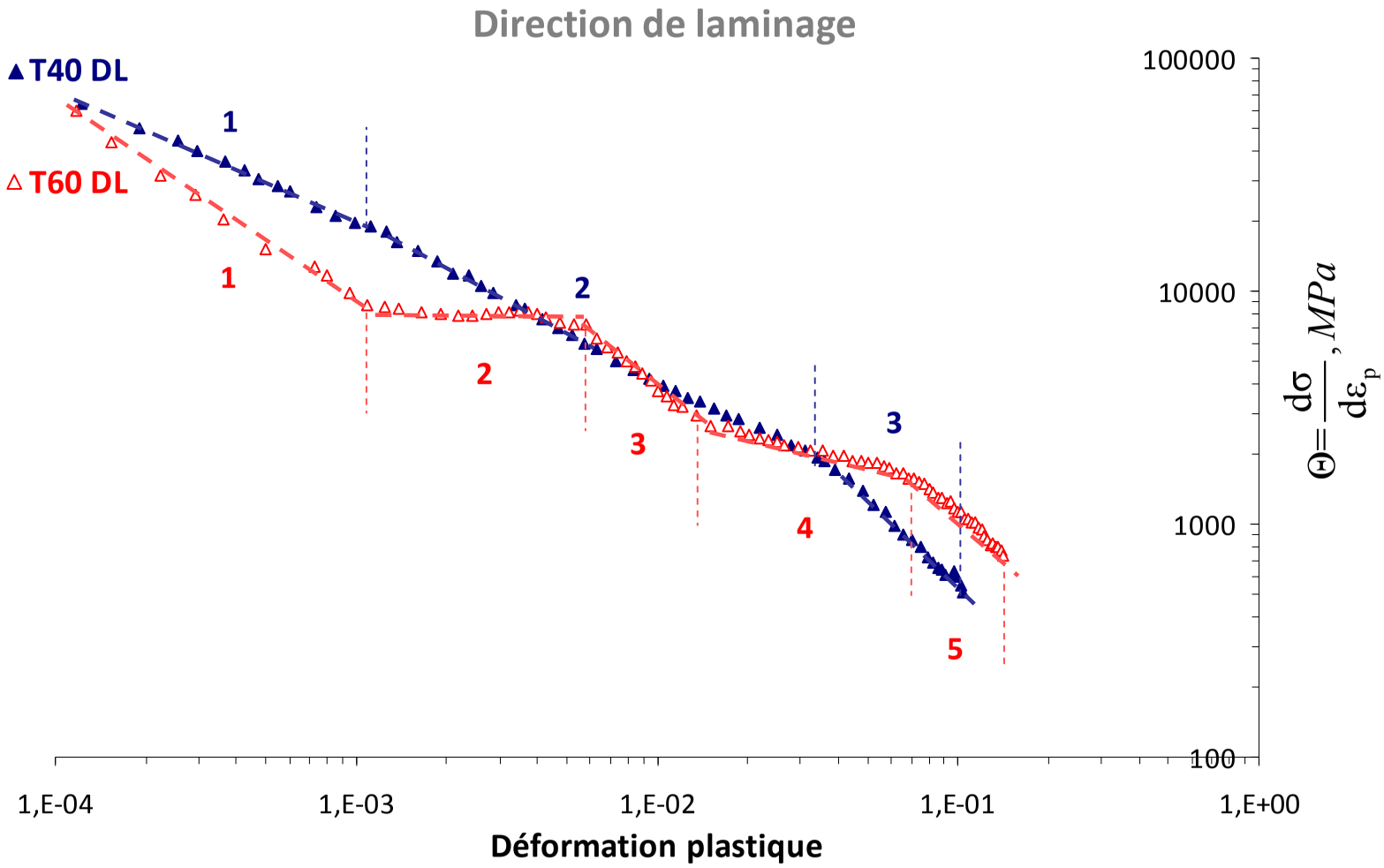


Figure 3.4-a - Effet de l'oxygène sur le taux d'écrouissage : courbes de Crussard-Jaoul dans la direction longitudinale.

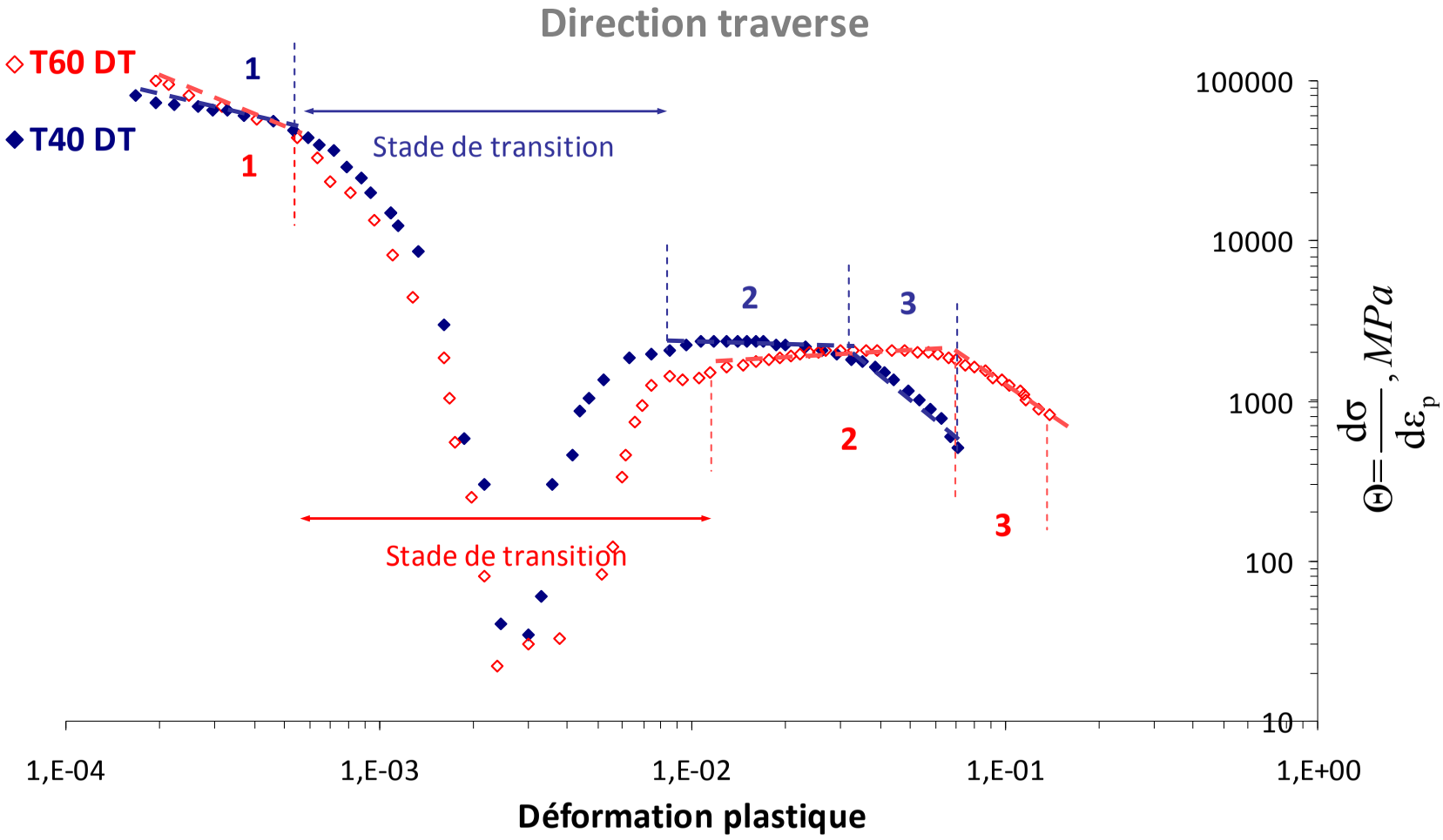


Figure 3.4-b - Effet de l'oxygène sur le taux d'écrouissage: courbes de Crussard-Jaoul dans la direction traverse.

Écrouissage en sens long

Pour une sollicitation suivant DL, on distingue trois stades pour le matériau à plus faible teneur en oxygène, contre 5 pour le T60. Pour les deux nuances, le stade 1 s'étend jusqu'à $\varepsilon_p=10^{-3}$. Au delà, l'évolution de l'écrouissage devient propre à chaque nuance. Pour le T40, on note un deuxième stade qui s'étend jusqu'à $\varepsilon_p=3.10^{-2}$, suivi par une chute plus rapide du taux d'écrouissage jusqu'à la striction dans le troisième stade. Le comportement du T60 est différent, en particulier, le taux d'écrouissage devient constant au cours du stade 2 et la courbe se décompose en cinq stades ce qui suggère que l'oxygène affecte les mécanismes de déformation et donc la réponse mécanique.

Écrouissage en sens travers

Pour les éprouvettes sollicitées suivant la direction transverse, le stade 1 est plus court que celui observé dans le sens long et s'étend seulement jusqu'à une déformation plastique de 6.10^{-4}. On note par la suite l'apparition d'un stade transitoire au cours duquel l'écrouissage chute brutalement, devenant temporairement négatif (ce qui correspond au crochet mentionné plus haut) puis quasi nul (ce qui correspond au plateau) avant d'augmenter de nouveau. Le ''creux'' observé au cours du stade transitoire est plus marqué dans le T60, en raison d'un crochet plus marqué et d'un plateau plus étendu.

Le stade 2 au cours duquel Θ croît présente 'la reprise' de l'écrouissage après le plateau.

Au cours du stade 3, on note une chute brutale de la valeur de Θ vers $\varepsilon_p=6.10^{-2}$ dans le T60, et $\varepsilon_p=3.10^{-2}$ pour le T40. Cette baisse de la valeur du taux d'écrouissage laisse supposer l'apparition de nouveaux mécanismes rendant la déformation plus facile.

Les valeurs du taux d'écrouissage Θ juste avant la striction sont en accord avec le critère d'instabilité plastique de Considère [119] défini par la relation $\Theta = \sigma$ (voir tableau 3.2).

III.1.3. Anisotropie transverse de la déformation

L'examen des surfaces de rupture montre qu'après une sollicitation dans la direction longitudinale, la section de l'éprouvette reste quasiment circulaire (Figure 3.5-a). En revanche, une forme elliptique est observée dans l'éprouvette déformée selon la direction transverse (Figure 3.5-b) ce qui signifie que les contractions dans les directions orthogonales à l'axe de traction sont différentes. Cette anisotropie de déformation indique que les mécanismes activés dépendent de la direction de sollicitation, comme le laissent supposer les distributions des facteurs de Schmid (Figure 2.7-chapitre II).

Le degré d'anisotropie de la déformation plastique peut être caractérisé par le coefficient de Lankford *r* qui correspond au rapport entre les déformations plastiques selon deux directions orthogonales à l'axe de traction :

$$r=\varepsilon_{22}^{p} / \varepsilon_{33}^{p} \tag{3.1}$$

Le calcul des coefficients de Lankford, par la mesure du petit axe et du grand axe de la section elliptique de l'éprouvette rompue, n'est pas très précis (la déformation n'étant, par définition, plus uniforme lorsque la striction débute) et surtout, cette mesure « post mortem » ne donne pas accès aux évolutions de *r* au cours de la déformation. En revanche, une analyse des champs de déformations, obtenus par corrélation d'images lors d'essais *in situ* a permis, comme on le verra au chapitre IV, de mesurer le coefficient de Lankford en fonction de la déformation plastique.

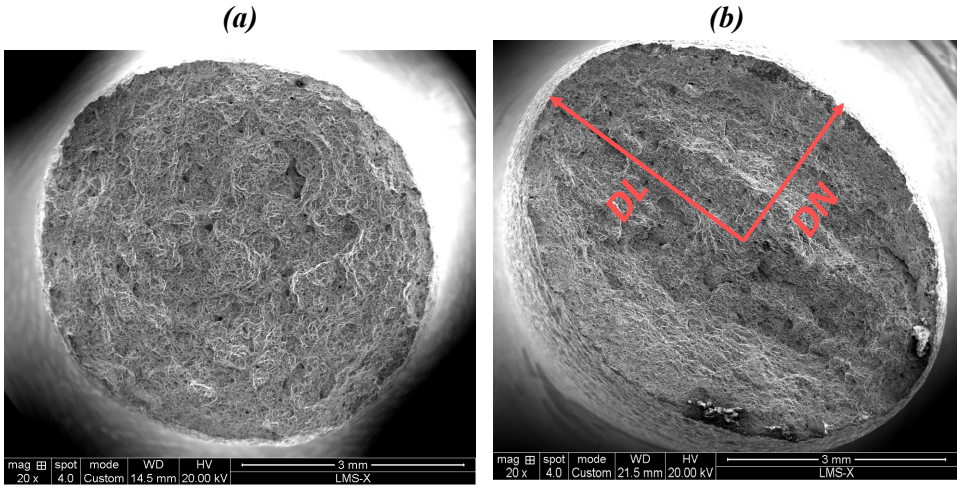


Figure 3.5 - Surfaces de rupture du T40 : (a) Traction selon la direction de laminage ; (b) traction selon la direction transverse.

III.2. Viscosité à la température ambiante

III.2.1. Essais de sauts de vitesse

L'effet de la vitesse de sollicitation sur la contrainte d'écoulement a été caractérisé par des essais de traction avec des sauts de vitesse, menés dans les deux directions du plan de laminage. Des vitesses allant de 2.10^{-7} à 2.10^{-2} s^{-1} et de 2.10^{-6} à 2.10^{-2} s^{-1} ont été explorées respectivement pour le T40 et le T60, pour des niveaux de déformation inférieurs à la déformation uniforme. Le changement de la vitesse est effectué avec un facteur de 10 pour tous les sauts. Les détails des chargements appliqués sont résumés dans l'Annexe B. Les courbes contrainte –déformation sont données à la Figure 3.6.

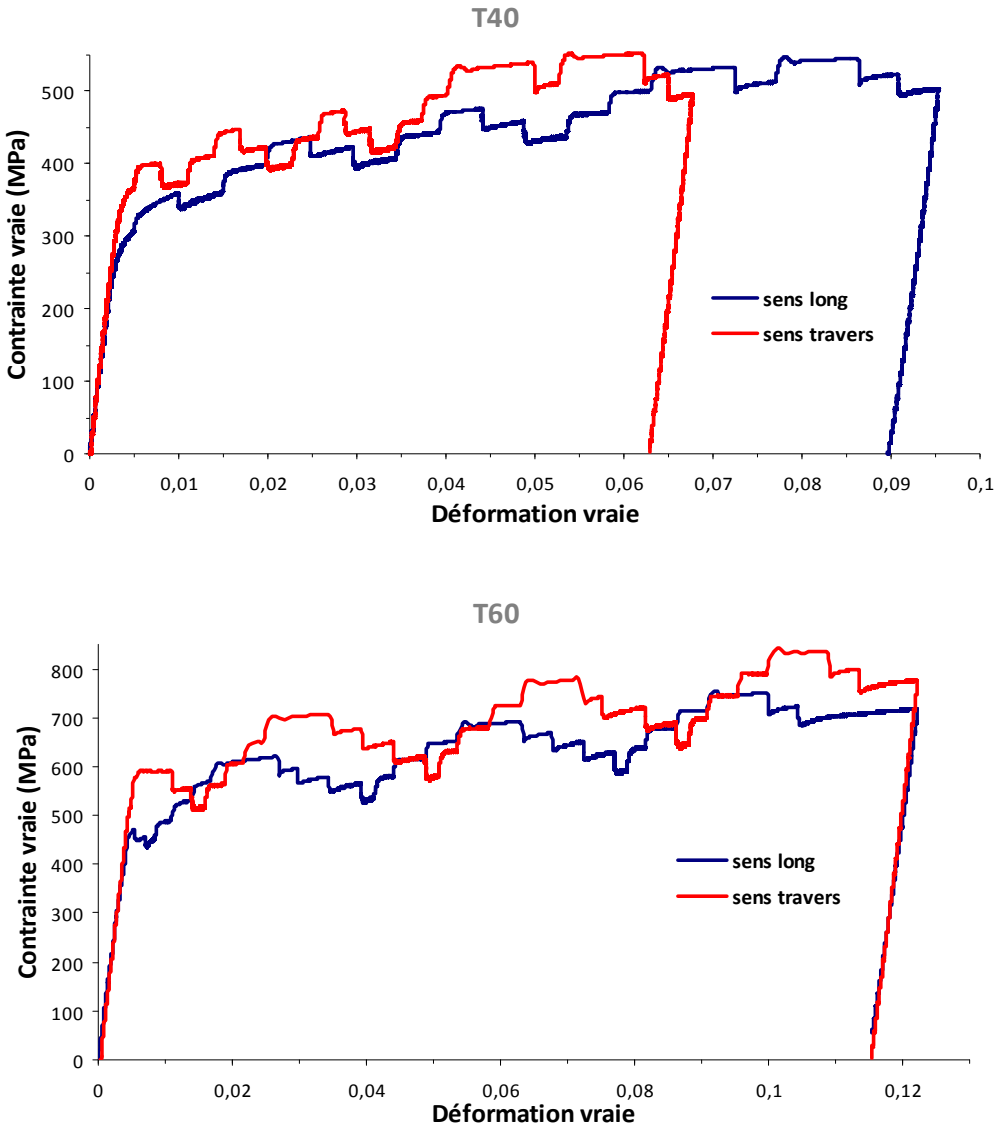


Figure 3.6 - Courbes contrainte-déformation des essais de sauts de vitesse.

La sensibilité à la vitesse de déformation (Strain Rate Sensitivity : SRS) représente la viscosité et correspond à la mesure du saut de contrainte associé à un saut instantané de vitesse de déformation à microstructure constante (Figure 3.7), soit

$$m = \left[\frac{\Delta\sigma}{\Delta \ln\left(\dot{\varepsilon}_p\right)}\right]_{T,\mu S} = \left[\frac{\sigma_1 - \sigma_2}{\ln\left(\dot{\varepsilon}_{p1}\right) - \ln\left(\dot{\varepsilon}_{p2}\right)}\right]_{T,\mu S} \tag{3.2}$$

Où T est la température et μS l'état microstructural du matériau.

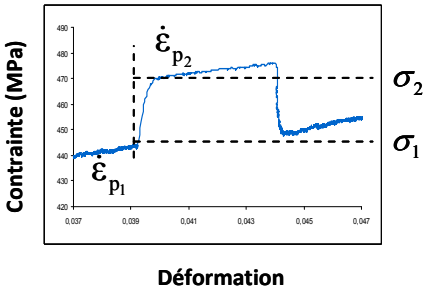


Figure 3.7 - Mesure de la sensibilité à la vitesse.

On peut également définir le volume d'activation comme produit du volume d'activation apparent et d'un coefficient de changement d'échelle M :

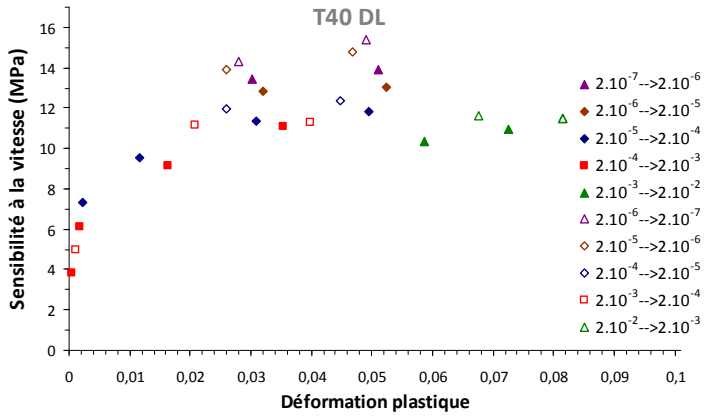
$$v_a = \frac{kT}{m} \; ; \; v = v_a.M \tag{3.3}$$

M est compris entre 2 et 4 selon les auteurs. D'après Béchade et *al.* [120,121], les simulations de la texture de laminage à froid obtenus avec M =2 sont en bon accord avec les résultats expérimentaux. Ainsi, un facteur de changement d'échelle M=2 sera utilisé dans cette étude.

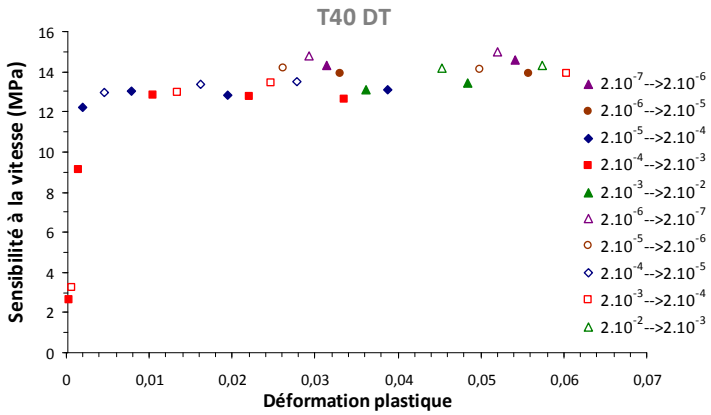
Les Figures 3.8-a à 3.8-e présentent les évolutions de la sensibilité à la vitesse en fonction de la déformation. On note que, pendant les premiers stades de l'écoulement plastique, la sensibilité à la vitesse croît sensiblement, puis tend à se stabiliser. Cette évolution peut traduire soit un changement de microstructure (évolution de la nature des systèmes actifs, de la densité et de l'arrangement des dislocations) soit un changement de la nature des obstacles au glissement des dislocations (atomes interstitiels, dislocations de forêt, joints de grains). Elle peut aussi être liée en partie à l'accroissement progressif de la fraction de grains plastifiés, la sensibilité à la vitesse des grains encore en régime élastique étant nulle et abaissant la valeur moyenne. On observe également un léger effet du sens de changement de

la vitesse sur la SRS. Le saut de contrainte est plus important quand on passe de la vitesse la plus élevée à la vitesse la moins élevée.

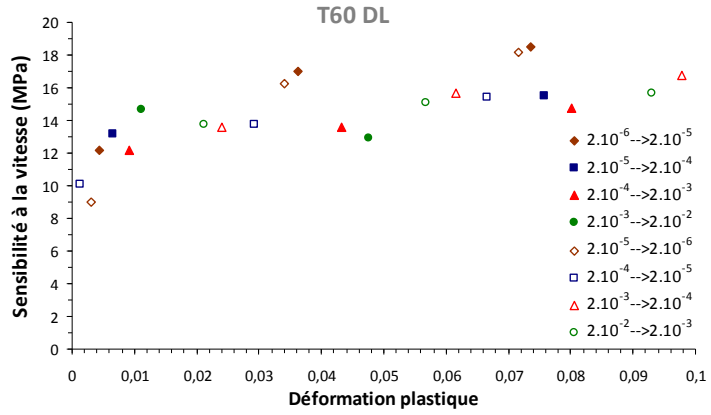
(a)



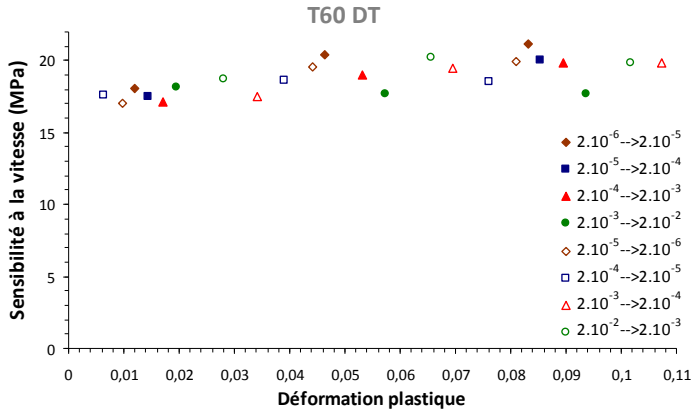
(b)



(c)



(d)



(e)

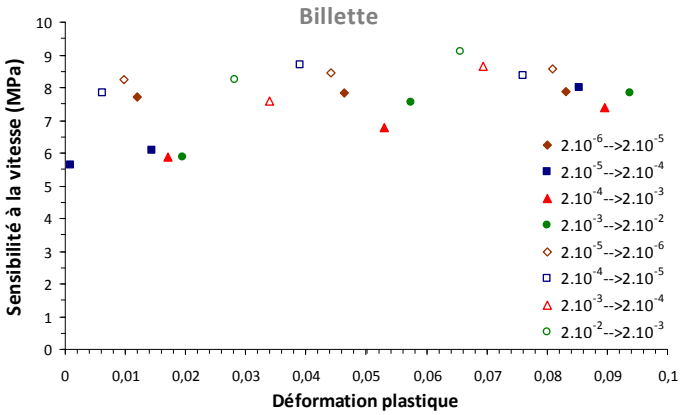


Figure 3.8 - Évolution de la sensibilité à la vitesse au cours de la déformation.

Les effets de la teneur en oxygène, de la direction, et de la vitesse de sollicitation sur la sensibilité à la vitesse sont présentés sur les Figures 3.9 et 3.10. Seuls les sauts de vitesse effectués après 3 % de déformation plastique sont pris en compte, afin d'éviter l'évolution transitoire enregistrée pendant les premiers stades de l'écoulement plastique. Pour une gamme de vitesse donnée, on présente ici la moyenne de sensibilité à la vitesse calculée à partir des sauts de vitesses effectués dans les deux sens pour neutraliser l'effet du sens de changement. Les résultats obtenus sur la billette sont également rapportés, mais doivent être interprétées avec précaution, car la taille des grains et la texture sont sensiblement différents.

Pour le T40 comme pour le T60, on constate que la sensibilité à la vitesse est plus élevée en sens travers qu'en sens long, avec un écart qui atteint 23 % pour le T60. Or, comme on le verra plus loin, les mécanismes de déformation préférentiellement activés en sens long et travers sont différents. L'anisotropie de sensibilité à la vitesse suggère donc que ces divers modes de déformation possèdent des viscosités différentes. C'est d'ailleurs ce que rapporte Levine [122] qui a mesuré un volume d'activation à l'ambiante de $50b^3$ pour des monocristaux

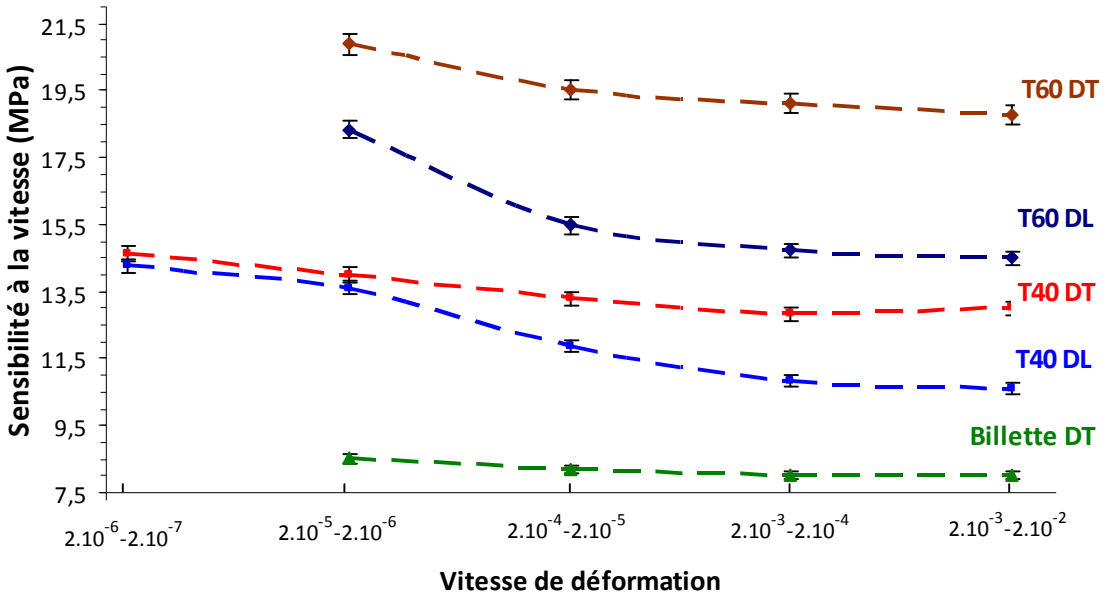


Figure 3.9 - Effet de la vitesse et de la direction de sollicitation sur la sensibilité à la vitesse, pour diverses teneurs en oxygène.

en glissement basal et 425 b^3 pour des monocristaux en glissement prismatique. On s'attend donc à une moindre sensibilité à la vitesse lorsque le glissement prismatique prédomine, ce qui, comme on le verra plus loin est bien le cas en sens longitudinal.
À titre indicatif, les volumes d'activation dans le T40 DL et le T60 DL sont de 14,5 b^3 et 10,5 b^3 pour une vitesse de déformation égale à 2.10^{-4} s^{-1}.

On observe également que l'oxygène augmente nettement la sensibilité à la vitesse à toute vitesse de sollicitation et quelle que soit la direction de chargement : un passage de 1600 ppm à 3600 ppm d'oxygène augmente la sensibilité à la vitesse d'environ 38 % dans le sens travers. Ces résultats sont cohérents avec ceux de Moskalenko [123] (Figure 3.10) ou Garde [124] et suggèrent, que la viscosité du titane est due à une interaction oxygène-dislocations, mécanisme thermiquement activé à l'ambiante [2,79,125,126].

On note enfin que la sensibilité à la vitesse n'est pas indépendante de la vitesse de déformation. Si elle varie peu, pour une gamme de vitesse allant de 2.10^{-2} à 2.10^{-3} s^{-1}, la sensibilité à la vitesse augmente à plus faible vitesse [2.10^{-5}-2.10^{-7} s^{-1}], gamme pour laquelle on observe, comme on le verra plus loin, des serrations sur les courbes contrainte-déformation. Cette augmentation est plus marquée dans le T60, plus riche en oxygène que pour la billette et dans le sens long que dans le sens travers.

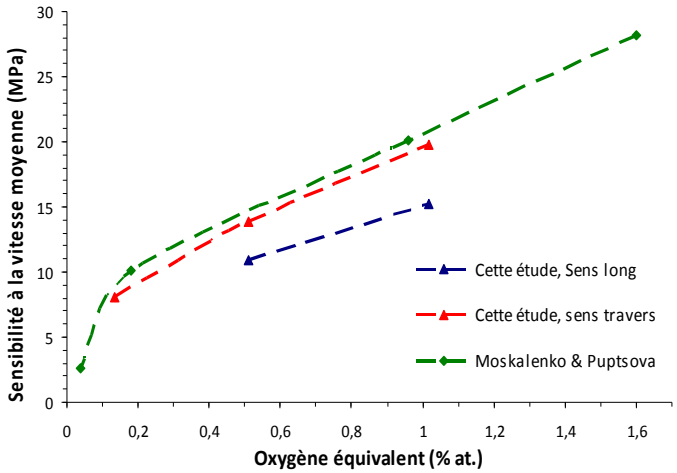


Figure 3.10 - Effet de l'oxygène équivalent sur la sensibilité à la vitesse [V=2.10^{-2}-2.10^{-6} s^{-1}].

III.2.2. Essais de relaxation

III.2.2.1. Principe et déroulement des essais

Les essais de relaxation de la contrainte permettent d'étudier le comportement viscoplastique des matériaux dans une large gamme de vitesse de déformation (10^{-3} s^{-1}-10^{-9} s^{-1}). L'essai de relaxation est composé de deux étapes :

- Le chargement jusqu'à une déformation ε_0.
- La relaxation, au cours de laquelle la déformation totale est maintenue constante et égale à ε_0 et où la contrainte est mesurée en fonction du temps. Elle diminue en raison d'une augmentation de la déformation plastique :

$$\dot{\varepsilon}_{tot} = \dot{\varepsilon}_e + \dot{\varepsilon}_p = \dot{\sigma}/E + \dot{\varepsilon}_p = 0 \qquad (3.3)$$

D'où:

$$\dot{\varepsilon}_p = -\dot{\sigma}/E \qquad (3.4)$$

Pour la suite, on désigne par :

- σ_0 le niveau de contrainte à la fin du chargement/début de relaxation.
- t_0 le temps zéro indiquant le début de la relaxation.
- σ la contrainte enregistrée à l'instant $t>t_0$.
- $\sigma_0-\sigma$ la contrainte relaxée.
- $\Delta\sigma_{relax\ normalisée} = (\sigma_0-\sigma)/\sigma_0$ la contrainte relaxée normalisée.
- $\varepsilon_p(t) = \varepsilon_0-\sigma/E$ la déformation plastique à l'instant t.

Plusieurs cycles de chargement-relaxation peuvent être enchaînés à des niveaux de déformation croissants, et des vitesses diverses pour étudier l'influence éventuelle de la

déformation et de la vitesse de chargement sur la relaxation. Les essais réalisés (décrits en détail en Annexe B) comportent quatre ou cinq « cycles » avec des périodes de relaxation de 20h. Pour le T40, une décharge jusqu'à 20 MPa suivie d'un vieillissement de 4 heures à ce niveau de contrainte ont été insérés entre chaque cycle de chargement-relaxation (Figure 3.11-a). Pour le T60, la décharge entre deux cycles de relaxation a été prolongée jusqu'à plastification en compression, afin de réaliser une partition de la contrainte d'écoulement en composantes isotrope, cinématique et visqueuse (Figure 3.11-b). Cette décharge n'a pas alors été suivie d'un temps de vieillissement, ce phénomène ayant fait l'objet d'un essai spécifique.

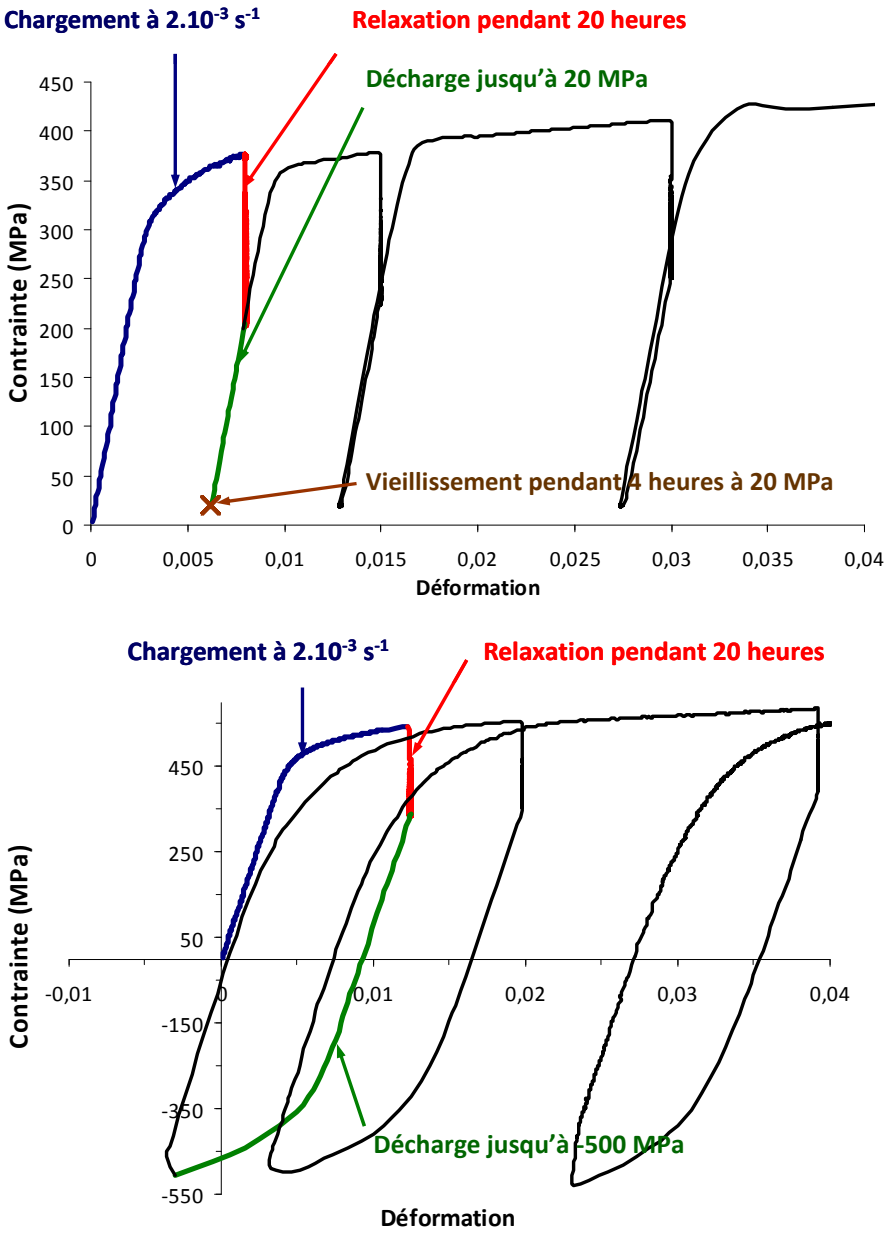


Figure 3.11 - Principe des essais de relaxation : (a) T40 ; (b) T60.

III.2.2.2. Mesure de la contrainte relaxée

III.2.2.2.1. Cinétiques de relaxation

Les courbes contrainte vraie-temps des cycles de relaxation effectués sur le T40 et le T60 dans les deux directions de sollicitation sont présentées sur la Figure 3.12.

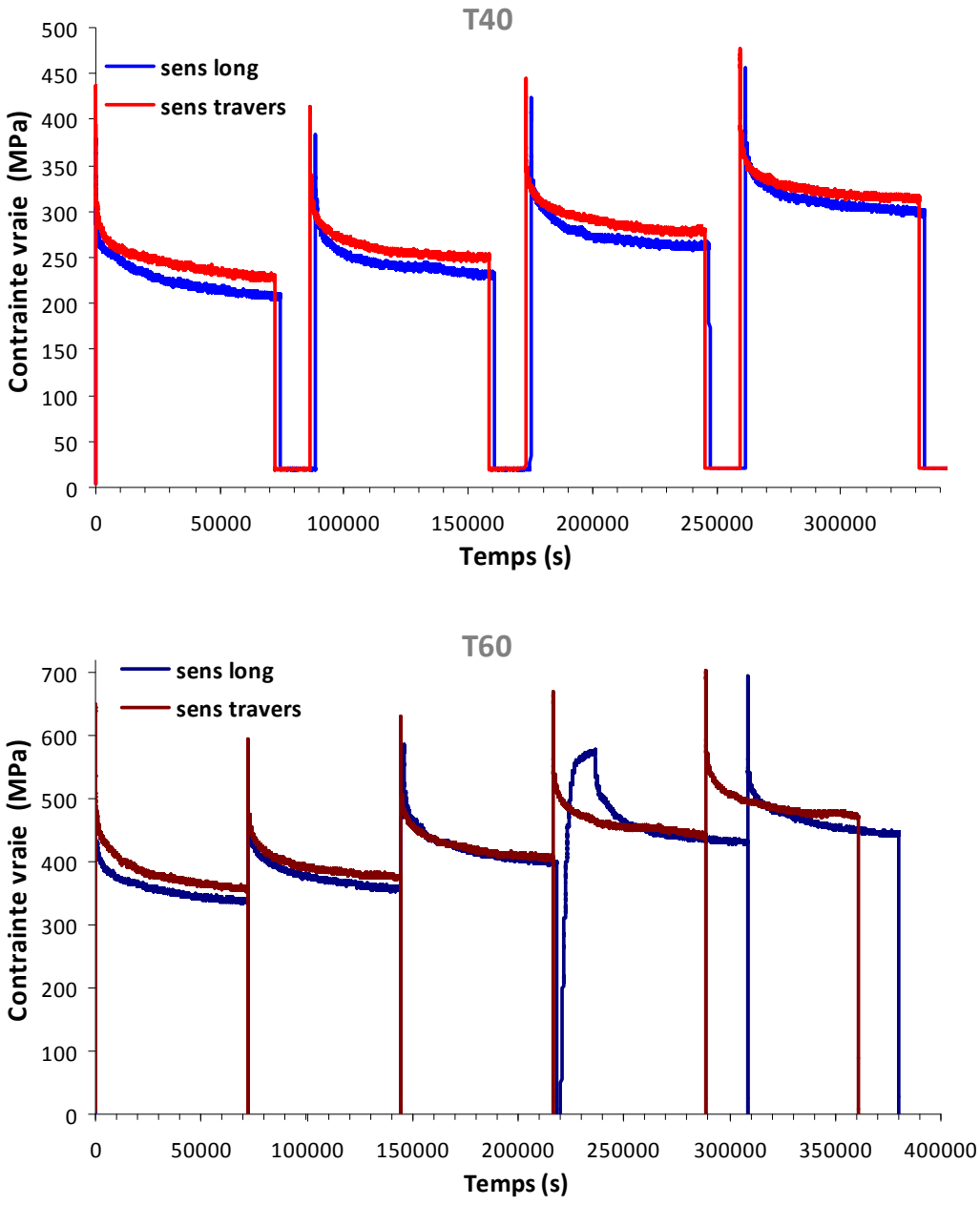


Figure 3.12 - Courbes de relaxation.

La relaxation est rapide au début (un tiers de la relaxation totale se produisant pendant les 20 premières secondes) puis ralentit et tend vers une valeur asymptotique (Figure 3.13-a). L'évolution de $\Delta\sigma_{relaxée}$ en fonction du temps est linéaire dans un diagramme semi-logarithmique (Figure 3.13-b) ce qui montre que la chute de la contrainte suit une évolution logarithme en fonction du temps, pour les deux nuances de titane. Agrawal, Sargent et Conrad [127,128] ont également observé cette tendance dans du titane à 0,2 % at d'oxygène pour des températures T ≤ 300 K. Le temps au bout duquel la relaxation est quasi complète semble peu sensible à la teneur en oxygène et à la direction de sollicitation (Tableau 3.3).

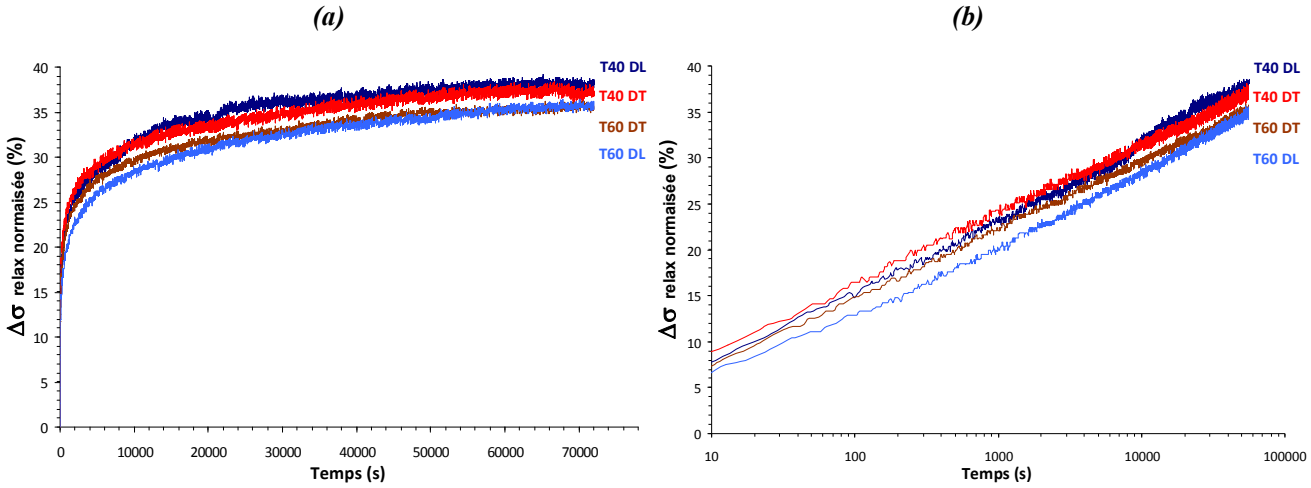


Figure 3.13 - Évolution de la contrainte relaxée en fonction du temps pendant le troisième cycle (V=2.10^{-4} s^{-1}).

	Temps de relaxation (s)	$\Delta\sigma(t)/\Delta\sigma_{relaxée}$ (%)
T40 DL	10	21
	100	40
	58000	100
T40 DT	10	20
	100	43
	56000	100
T60 DL	10	19
	100	36,5
	68000	100
T60 DT	10	22
	100	41
	53000	100

Tableau 3.3 - Quelques valeurs décrivant la cinétique de la relaxation.

III.2.2.2.2. Effets de déformation plastique et de la vitesse de mise en charge

Pour une vitesse de mise en charge donnée (2.10^{-4} s^{-1}), la fraction de la contrainte initiale relaxée à l'état stabilisé a tendance à décroître avec la déformation plastique selon une loi linéaire (Figure 3.14). Cependant, la chute de contrainte à la fin de la relaxation semble être moins sensible à la déformation dans le matériau à plus forte teneur en oxygène que dans le T40. Ceci suggère que la viscosité et la restauration du T60 sont contrôlées par le même type d'obstacles au glissement des dislocations (probablement des atomes interstitiels) dans toute la gamme de déformation explorée, alors que dans le T40, les interactions entre dislocations (arbres de la forêt), qui croissent avec le niveau de déformation, jouent un rôle plus important. La direction de sollicitation semble avoir peu d'effet sur la contrainte relaxée.

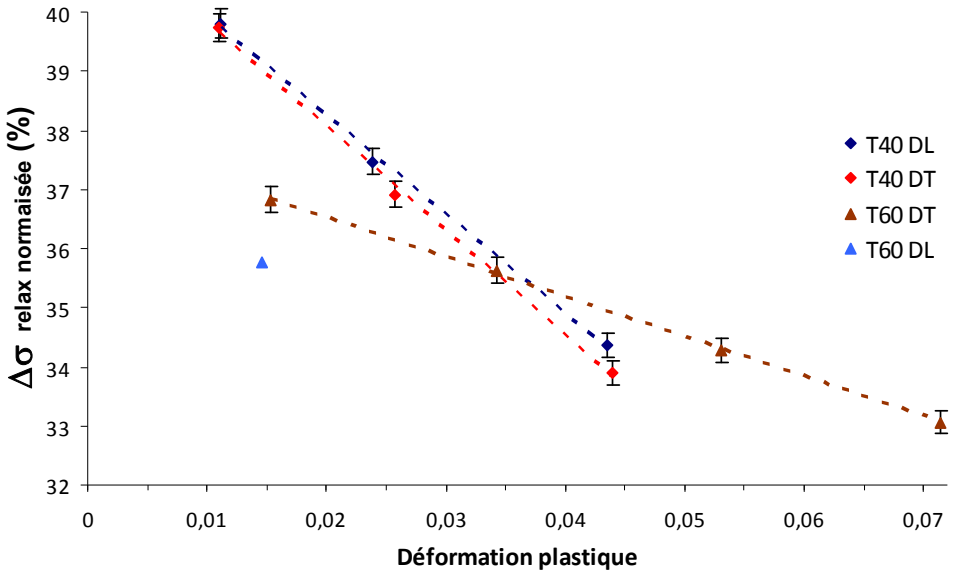


Figure 3.14 - Effet de la déformation plastique sur la contrainte relaxée normalisée ($V=2.10^{-4}$ s^{-1}).

L'évolution linéaire de la contrainte relaxée normalisée avec la déformation a été utilisée pour ramener les valeurs de $\Delta\sigma_{\text{relax normalisée}}$ mesurées lors des cycles successifs de traction-relaxation sur le T60 en sens long à une même déformation. Ces valeurs sont tracées fonction de la vitesse de déformation sur la Figure 3.15. On observe que la fraction relaxée augmente avec la vitesse de mise en charge.

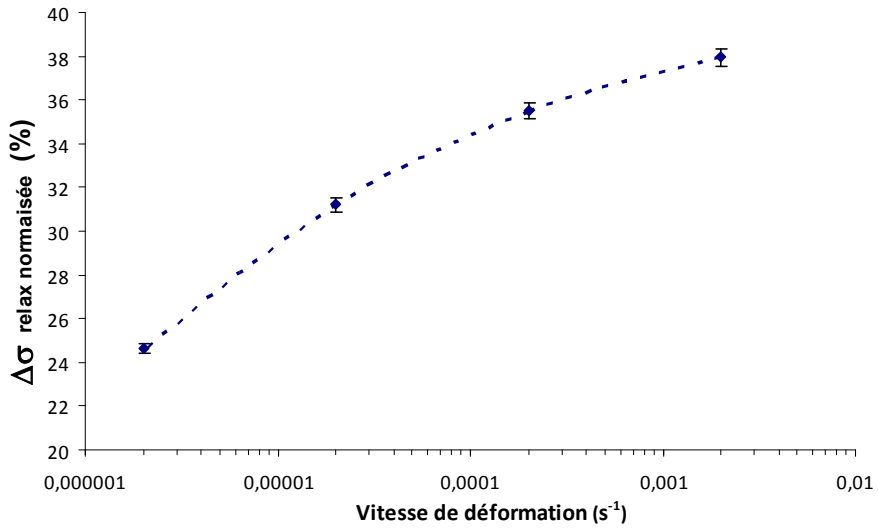


Figure 3.15 - Effet de la vitesse de mise en charge sur la fraction de contrainte relaxée.

III.2.2.3. Calcul de la sensibilité à la vitesse

Les évolutions de la vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte vraie sont tracées sur les Figures 3.16 et 3.17.

La pente de ces courbes est proportionnelle au volume d'activation apparent:

$$V_a = kT\left(\frac{\partial \ln \dot{\varepsilon}_p}{\partial \sigma}\right)_{T,\mu} \tag{3.5}$$

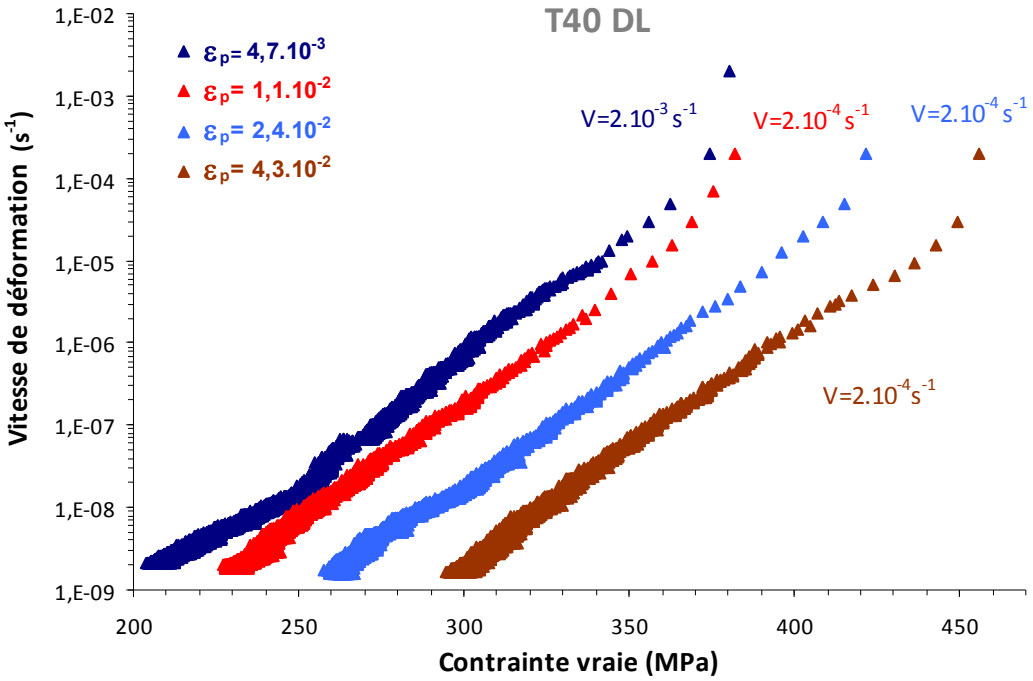
Où T est la température et μ l'état microstructural du matériau.

L'inverse de cette pente représente donc la sensibilité à la vitesse (SRS) précédemment définie et calculée à partir des essais de sauts de vitesse.

Les changements de pente au cours de chaque cycle de relaxation confirment les observations faites lors des essais de sauts de vitesse concernant la variation de la viscosité avec la vitesse de déformation. Des lissages locaux des courbes de relaxation ont donc été effectués afin d'estimer la SRS, tracée en fonction de la vitesse de déformation et comparée aux valeurs obtenues par des sauts de vitesse sur la Figure 3.18.

Les valeurs issues des essais de relaxation sont légèrement supérieures à celles issues des sauts de vitesse, mais les évolutions avec la vitesse de déformation sont similaires.

La variation de la sensibilité à la vitesse au cours de la phase de la relaxation peut être provoquée un changement de la microstructure (modification des structures de dislocation ou une augmentation de la densité des dislocations). Cette explication est peu probable car d'une part, la déformation plastique évolue peu au cours de la relaxation et, d'autre part, l'effet de la



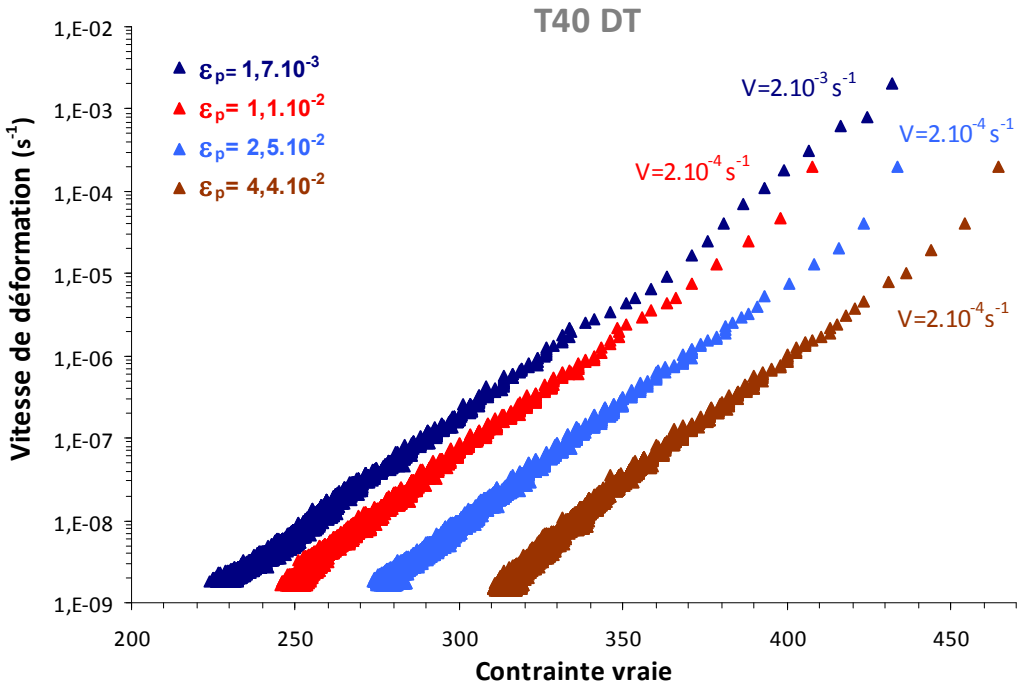


Figure 3.16 - Évolution de la vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte : T40.

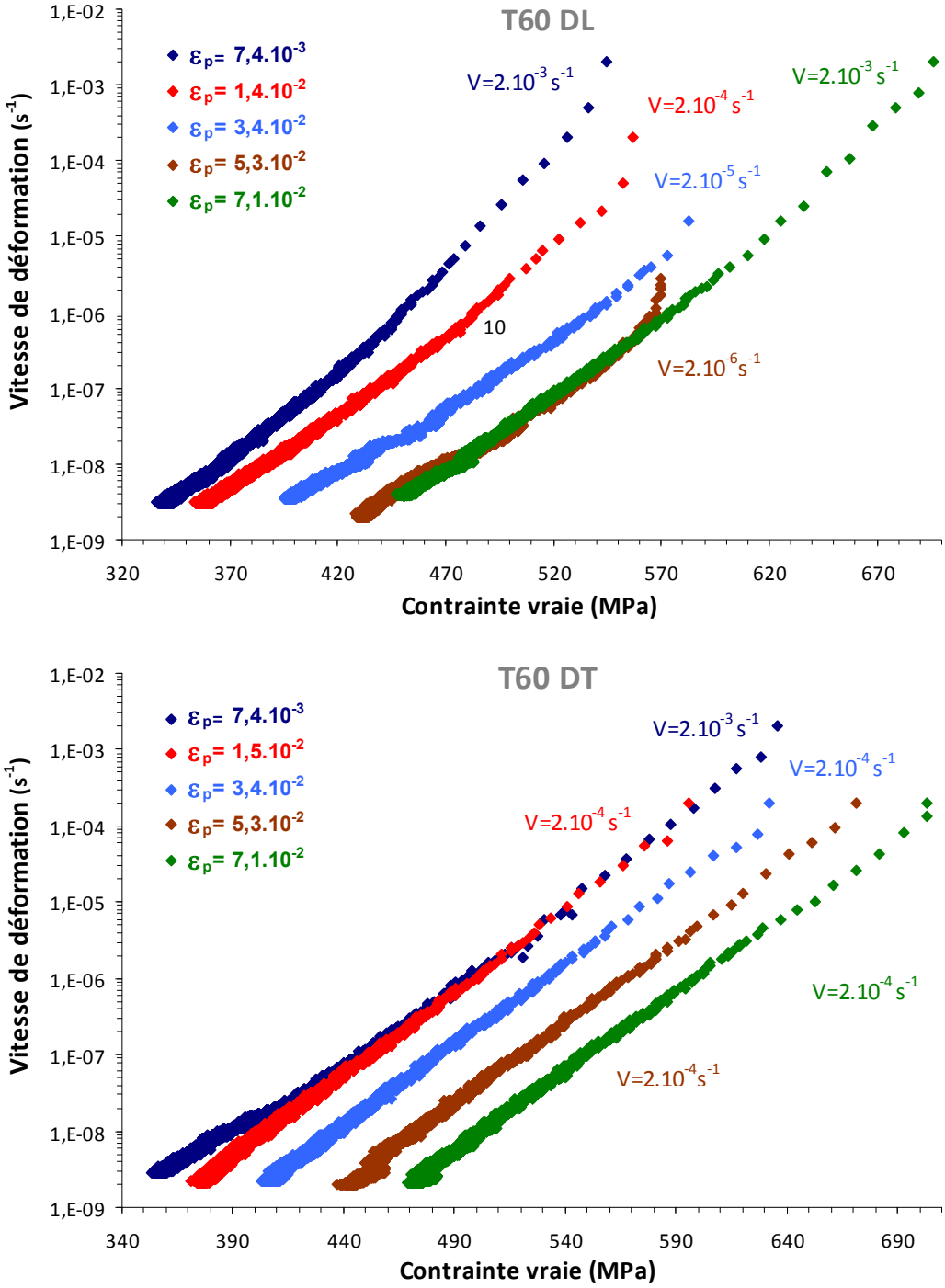


Figure 3.17 - Évolution de la vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte : T60.

déformation plastique de mise en charge sur la contrainte relaxée est faible. Le changement de pente pourrait également être le signe d'une évolution de la viscosité provoquée par une modification de la nature des interactions dislocation-obstacle. Il est également possible qu'il soit dû à une contribution de plus en plus faible du glissement prismatique (dont la sensibilité

à la vitesse semble plus faible que celle des autres systèmes de glissement) lorsque la vitesse de déformation diminue, comme on le verra au chapitre V.

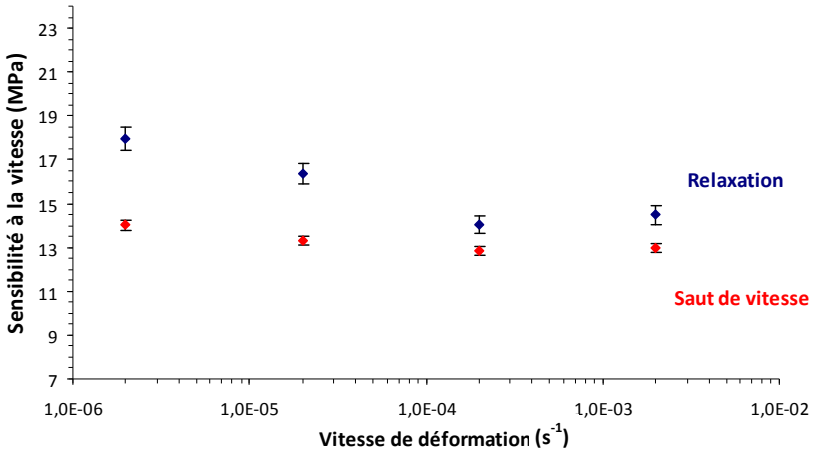


Figure 3.18 - Comparaison entre les valeurs de la sensibilité à la vitesse obtenues à partir des essais de relaxation et de sauts de vitesse (T40 DT).

III.2.3. Partition de la contrainte macroscopique

III.2.3.1. Méthode de dépouillement des essais de charge-décharge-recharge

L'écrouissage est dit isotrope quand la taille de la surface d'écoulement change au cours de la déformation suite, principalement, aux évolutions de la densité de dislocations. Il est de nature cinématique si le centre du domaine est translaté. En plasticité, en raison de la relation de consistance, la contrainte appliquée peut se décomposer en une contrainte effective (notée Σ_{ef}) et une contrainte interne (cinématique, notée X).

$$\Sigma=\Sigma_{ef}+X \tag{3.6}$$

La partition de la contrainte d'écoulement en un terme isotrope et un terme cinématique peut se faire à partir des boucles d'hystérésis générées sous chargement cyclique. Cottrell [129] fut le premier à proposer une partition de la contrainte d'écoulement à partir de l'analyse des boucles d'hystérésis. Ses travaux ont été repris par Kuhlmann-Wilsdorf [130] puis Dickson [131] qui ont adapté cette méthode aux matériaux viscoplastiques.

Dans ce cas, la contrainte effective comporte, en plus de la partie athermique, Σ_μ, une partie thermiquement activée, ou visqueuse notée Σ^*.

$$\Sigma= \Sigma_\mu+\Sigma^*+X \tag{3.7}$$

D'après Feaugas [132], d'un point de vue microscopique, la contrainte effective traduit les interactions à courte distance (quelques vecteurs de Bürgers) entre dislocations et obstacles,

qui peuvent être de nature intrinsèque (friction de réseau, interaction entre dislocations) ou extrinsèque (durcissement par solution solide, par des précipités cohérents cisaillables). Les interactions à longue distance auxquelles est associée la contrainte interne proviennent des champs élastiques des empilements, des précipités incohérents, des inclusions ou encore l'incompatibilité liés aux joints de grains, à des structures multiphasées ou encore des structures de dislocations (murs, cellules...).

Des essais de charge-décharge-recharge à une vitesse de 2.10^{-4} s^{-1} ont été effectués sur le T40 dans les deux directions de sollicitation et sur le T60 en sens long, afin d'étudier l'évolution de l'écrouissage (le trajet de chargement est détaillé dans l'Annexe B). La méthode de Dickson (Figure 3.19) a été utilisée pour la partition de la contrainte : l'étendue du domaine élastique lors de la décharge est déterminée par la hauteur du segment BD, le point B correspondant au début de la partie linéaire de la courbe et le point D à un incrément de déformation plastique en retour de 2.10^{-4}. La demi-hauteur de ce segment correspond à la composante isotrope et l'ordonnée de son milieu (point C) à la contrainte interne, ou cinématique. La hauteur du segment AB correspond à la contrainte visqueuse, thermiquement activée Σ^*.

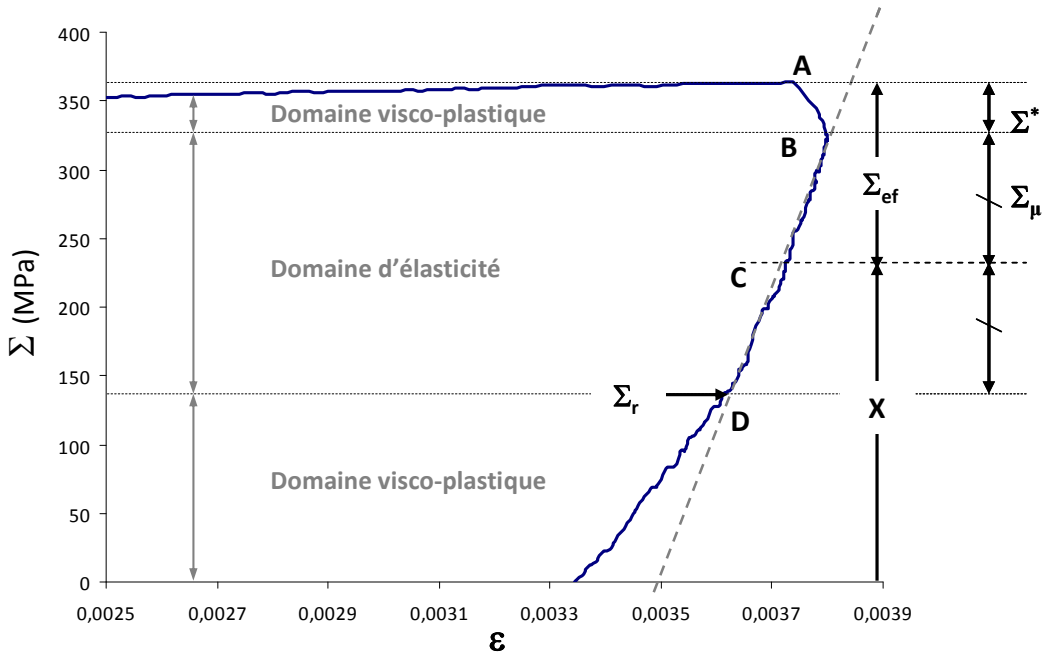


Figure 3.19 - Dépouillement de Dickson associé à une décharge : partition de l'écrouissage et du domaine d'élasticité associé.

III.2.3.2. Résultats

Les valeurs de Σ_{max}, X, Σ_μ et Σ^* ainsi obtenues sont tracées en fonction de la déformation plastique (Figure 3.20). Ces graphes comparent les évolutions de X, Σ_μ et Σ^* dans le T40 et le T60 sollicités en sens longitudinal et la Figure 3.21 représente les évolutions de X, Σ_μ et Σ^* normalisées par Σ_{max} dans le sens long et travers, pour le T40.

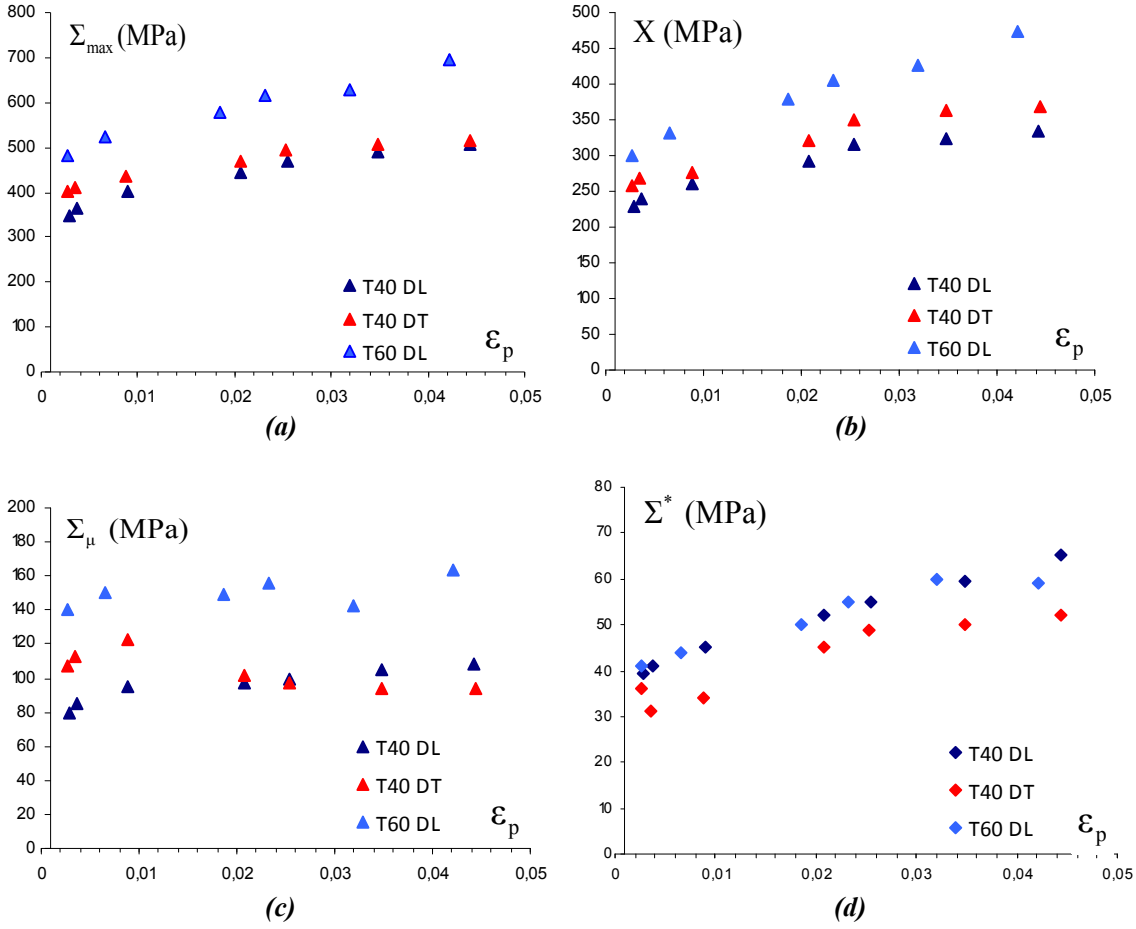


Figure 3.20 - Partition de la contrainte macroscopique :

(a) Contrainte appliquée (Σ_{max}) ; (b) Contrainte interne (X) ;

(c) Contrainte effective athermique (Σ_μ) ; (d) Contrainte effective thermiquement activée (Σ^*).

Ces courbes indiquent que l'effet durcissant de l'oxygène résulte essentiellement d'une augmentation de la contrainte interne X et dans une moindre mesure de la contrainte athermique Σ_μ, la contrainte visqueuse Σ^* étant peu sensible à la hausse de la teneur en oxygène.

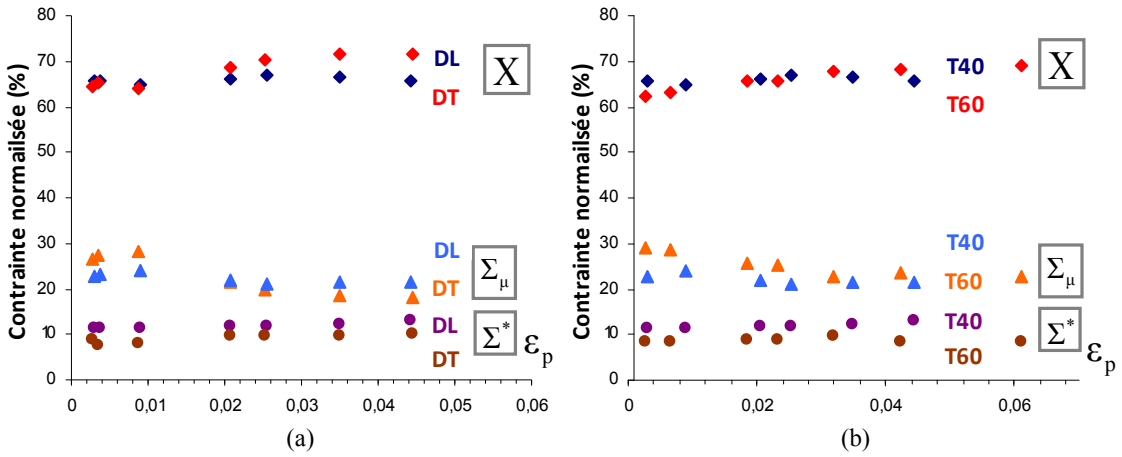


Figure 3.21 - Comparaison des évolutions avec la déformation de X, Σ_μ et Σ^* normalisées par Σ_{max} : (a) dans le T40 DL et DT ; (b) dans le T40 et le T60 sollicités en sens longitudinal.

Les Figures 3.20-d et 3.21-a indiquent une contrainte visqueuse légèrement plus faible en sens travers qu'en sens long et un accroissement de la proportion d'écrouissage cinématique, au détriment de la composante isotrope en sens travers, au-delà d'environ 2 % qui pourrait, comme on le verra plus loin être lié à l'activation du maclage.

La Figure 3.21 montre que pour les deux matériaux, la contrainte interne représente la contribution majoritaire à l'écrouissage (62 à 69 % de Σ_{max}) et que cette fraction reste assez stable sur toute la gamme de déformation explorée, tout comme celle de la composante isotrope qui représente entre 20 et 30 % de la contrainte d'écoulement. La contrainte visqueuse mesurée ici représente une fraction bien moindre de la contrainte totale (8 à 12 %) que la contrainte relaxée au cours des essais de traction-relaxation (environ 34 à 40 %) pour une même vitesse de mise en charge. Il est donc fort probable que la restauration des contraintes internes contribue fortement à la relaxation. Brandes [133] attribue cette restauration inhabituelle à l'ambiante à une plasticité réversible qui résulte du retour en arrière des dislocations vis formant des empilements. Ce caractère réversible de la plasticité est tout à fait cohérent avec l'importance de la contrainte interne mesurée ici.

III.2.4. Fluage à l'ambiante

Pour chaque teneur en oxygène, des essais de fluage ont été réalisés à plusieurs niveaux de contrainte, pour une durée maximale de 200 heures, en sens longitudinal et transversal. Les contraintes initiales de fluage rapportées aux limites d'élasticité conventionnelles dans le même sens de sollicitation varient entre $0{,}65\,\sigma_{0,2}$ et $1{,}25\,\sigma_{0,2}$. La vitesse de mise en charge est 2.10^{-4} s^{-1}. Les courbes de fluage $\varepsilon_{fluage} = f(t)$ et $\dot{\varepsilon}_{fluage} = f(t)$ obtenues après soustraction de la déformation en fin de mise en charge sont présentées sur les Figures 3.22 à 3.26. Il faut noter que les courbes de fluage à basse vitesse sont très irrégulières avec de brusques « bouffées » de déformation et qu'il a été nécessaire, afin de comparer les évolutions globales des vitesses de déformation, de lisser ces fluctuations.

Selon la contrainte appliquée différents stades de fluage sont observés :

- Fluage saturation, à basse contrainte : pour une contrainte de 305 MPa représentant 65 % de la limite d'élasticité conventionnelle du T60 sollicité en sens longitudinal, la déformation de fluage se sature à $2{,}2.10^{-4}$ au bout d'environ 14 h. Cependant, pour une même fraction de la limite d'élasticité (soit 214 MPa), le T40 ne manifeste pas de saturation et continue à fluer durant les 90 heures de l'essai (Figure 3.27).

- Fluage transitoire ou primaire, au cours duquel, normalement la vitesse de déformation diminue constamment, suite à l'écrouissage du matériau jusqu'à atteindre une valeur constante qui marque le début du fluage secondaire. Toutefois, comme on le verra plus loin, une anomalie de comportement a été observée dans la nuance à plus forte teneur en oxygène (T60) où le fluage primaire est parfois précédé d'un « temps d'incubation ».

- Fluage secondaire caractérisé par une vitesse de déformation constante, résultant d'un équilibre entre taux d'écrouissage et taux de restauration.

- Pour des niveaux de contrainte élevée (dès $0.96\,\sigma_{0,2}$ pour le T40 en sens travers), fluage tertiaire amenant à la rupture en quelques heures.

Des tableaux présentés en Annexe C synthétisent, pour chaque essai, les caractéristiques de chaque stade de fluage: durée, déformation de début et de fin ainsi que la description analytique de l'évolution de la déformation.

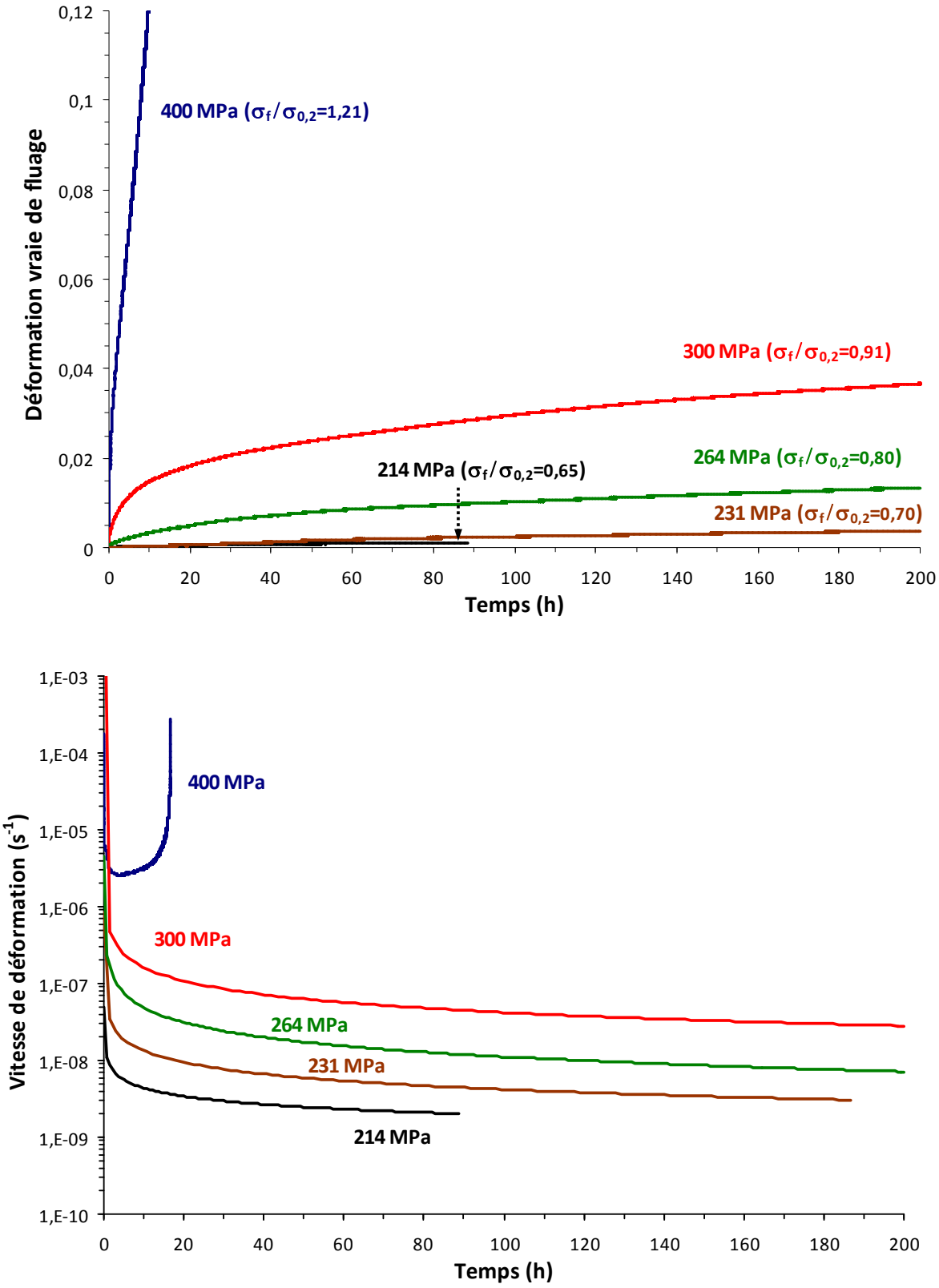


Figure 3.22 - Fluage du T40 selon la direction longitudinale : (a) Courbes de fluage ; (b) Évolution des vitesses.

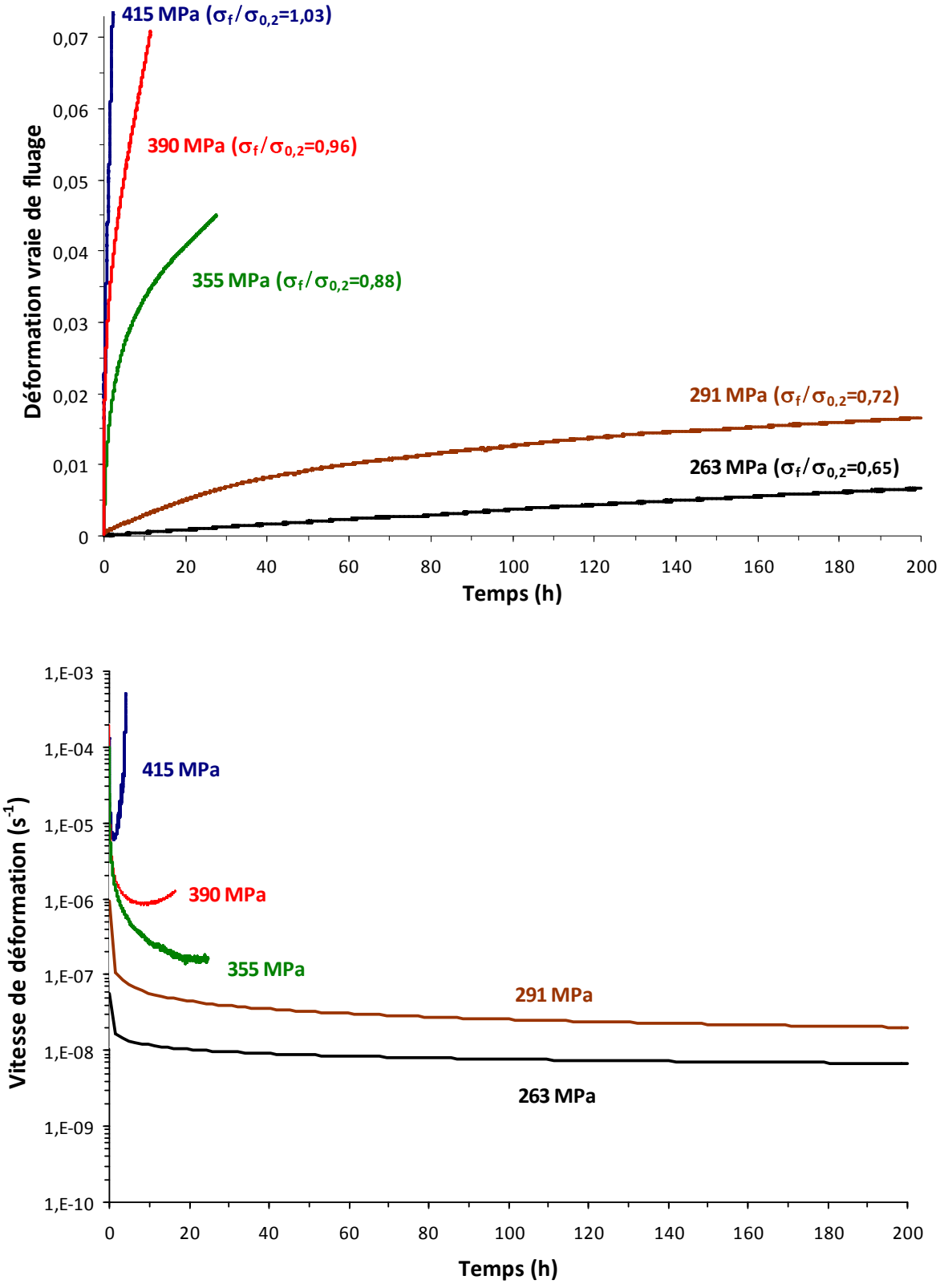


Figure 3.23 - Fluage du T40 selon la direction transverse : (a) Courbes de fluage ; (b) Évolution des vitesses.

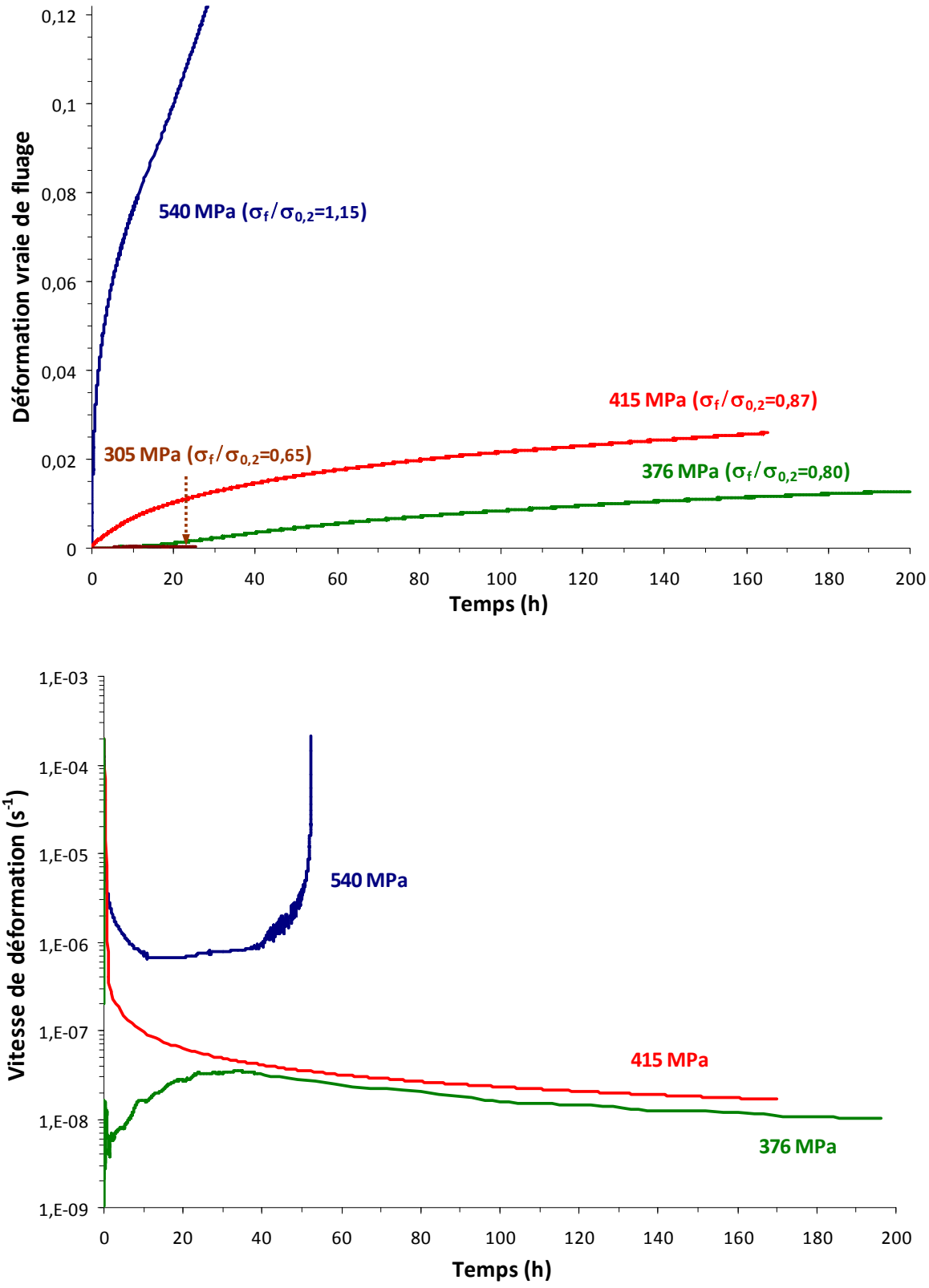


Figure 3.24 - Fluage du T60 selon la direction longitudinale : (a) Courbes de fluage ; (b) Évolution des vitesses.

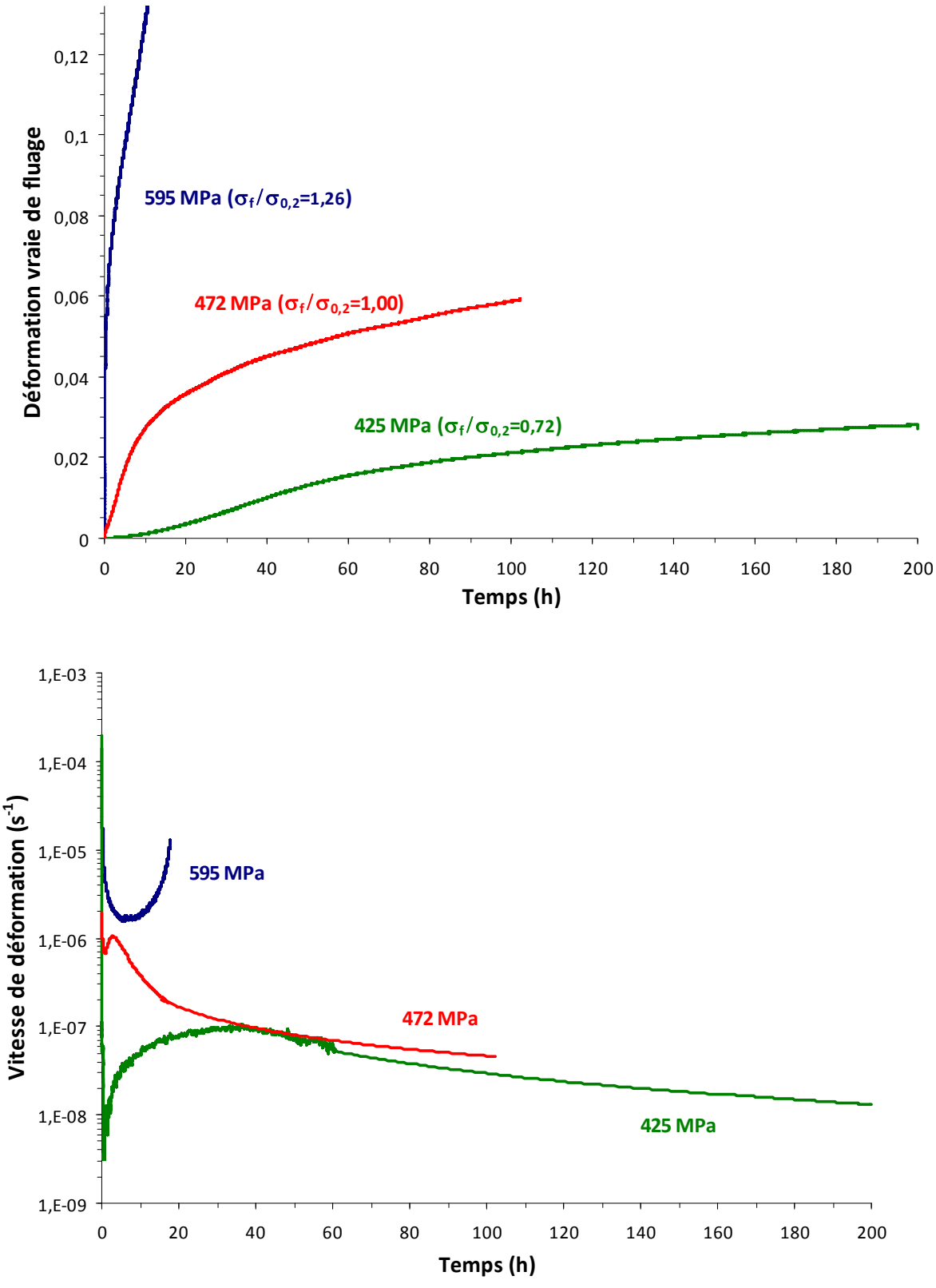


Figure 3.25 - Fluage du T60 selon la direction transverse : (a) Courbes de fluage ; (b) Évolution des vitesses.

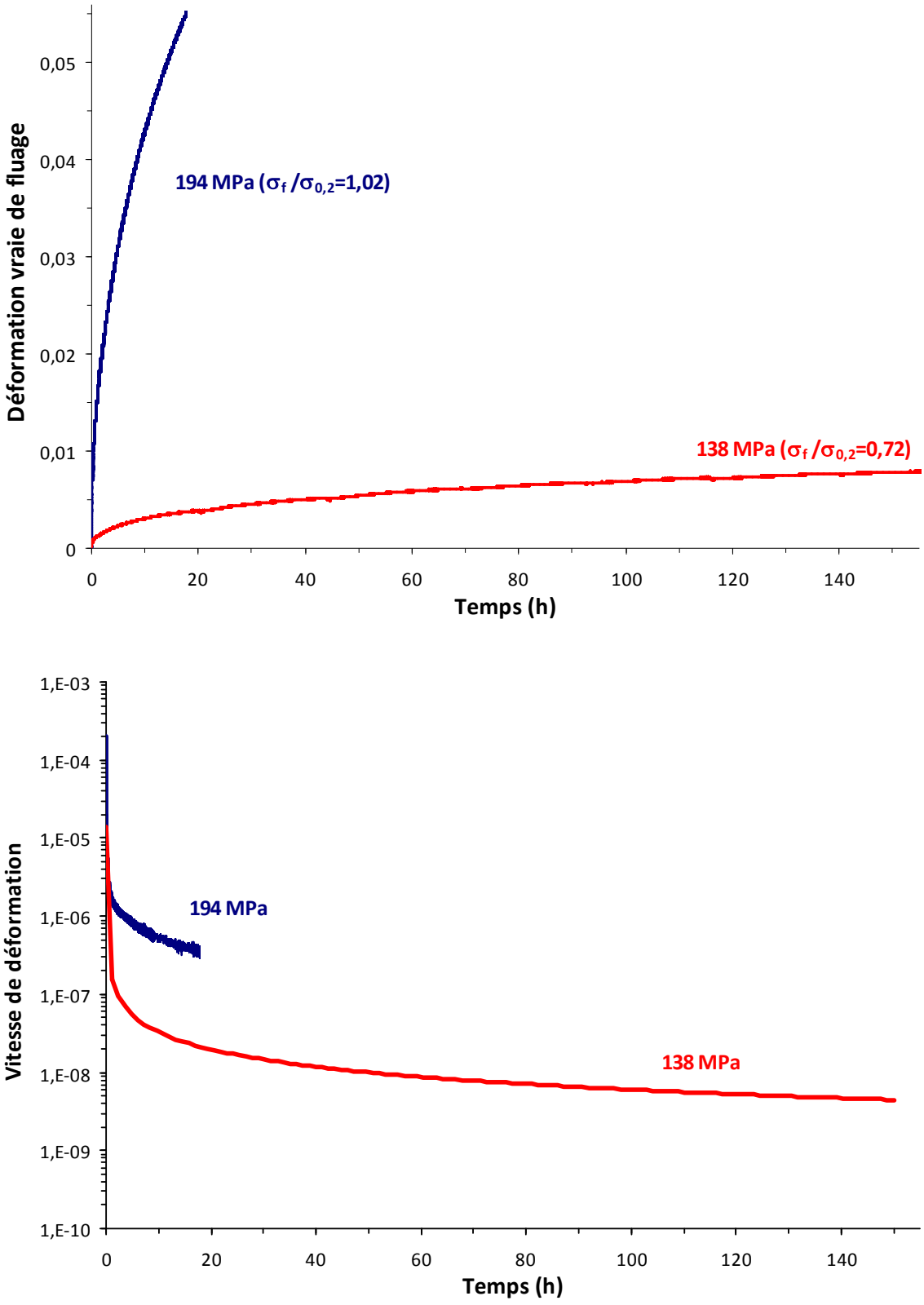


Figure 3.26 - Fluage de la billette : (a) Courbes de fluage ; (b) Évolution des vitesses.

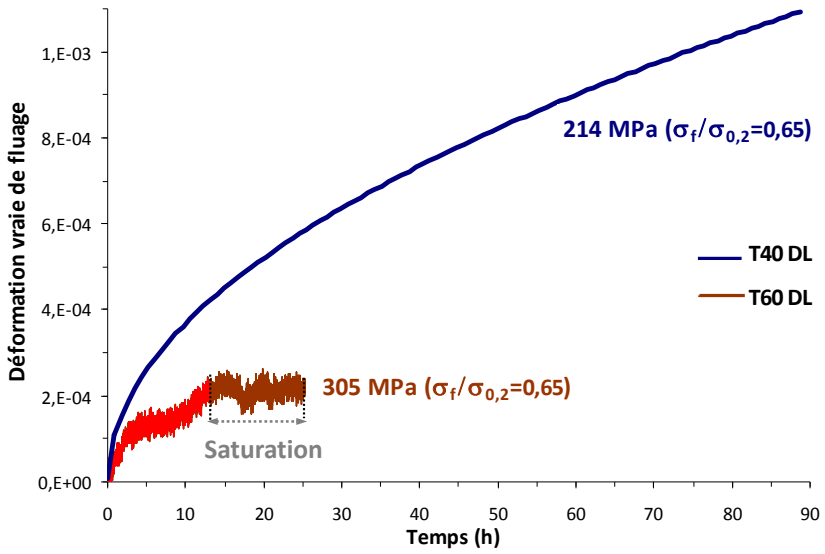


Figure 3.27 - Comparaison du fluage à même contrainte normalisée (65 % de la limite d'élasticité) dans le T40 (fluage primaire et secondaire) et le T60 (fluage saturation).

III.2.4.1. Fluage primaire

III.2.4.1.1. Période d'incubation

Pour des niveaux de contrainte normalisée à $0{,}8\,\sigma_{0,2}$ dans le sens DL et $0{,}72\,\sigma_{0,2}$ dans le sens DT, correspondant à des vitesses de fluage constamment inférieures à 10^{-7} s^{-1}, une anomalie est observée au début du fluage du T60, alors qu'à la même contrainte normalisée, le comportement du T40, tout comme celui de la billette, correspondent à un fluage primaire classique (Figure 3.28).

Après une période d'incubation caractérisée par une très faible vitesse de déformation, la vitesse de fluage s'accroît fortement, avant de décroître normalement, comme on s'y attend pour un fluage primaire. Dans le sens travers, l'incubation est précédée par un très court stade de fluage rapide.

À plus forte contrainte ($0{,}8\,\sigma_{0,2}$) correspondant à une vitesse de fluage initiale de l'ordre de 8.10^{-7} s^{-1}, la période d'incubation disparaît pour le T60 sollicité en sens transversal, mais une discrète anomalie persiste néanmoins. Ainsi, on note à partir de 5000 s une nouvelle accélération du fluage, dont la vitesse double pratiquement, avant d'évoluer plus classiquement.

Pour les niveaux de contrainte donnant lieu, dans le T60 à une vitesse de fluage constamment supérieure à 10^{-6} s^{-1}, aucune anomalie n'est observée.

Il faut descendre à un niveau de contrainte de $0{,}65\,\sigma_{0,2}$, correspondant à une vitesse de fluage constamment inférieure à 10^{-8} s^{-1}, pour observer le même type de phénomène sur le T40 sollicité en sens longitudinal: à une très brève phase de fluage rapide succède un temps d'incubation avant le démarrage du fluage primaire (Figure 3.29). Pour la même contrainte ($0{,}65\,\sigma_{0,2}$), la vitesse de fluage du T40 en sens DT reste légèrement supérieure à 10^{-8} s^{-1} et ne donne lieu ni à une période d'incubation ni à une seconde accélération du fluage.

Dans une revue consacrée aux phénomènes de vieillissement, Cottrell [134] mentionne des expériences de fluage effectuées par Dumbleton sur des monocristaux de zinc dopés en azote au cours desquels la vitesse de fluage décroît soudainement à zéro après une courte période initiale de fluage, et attribue ce phénomène à une transition d'un glissement des dislocations contrôlé par la friction de réseau à un glissement piloté par le traînage des atomes interstitiels. Dans cette étude, une augmentation d'au moins 10 % de la contrainte appliquée était nécessaire pour avoir une reprise du fluage, alors que dans le cas du T60, le fluage reprend spontanément après un temps d'incubation.

D'autre part, Arsenault et Weertman [135] ont effectué des essais de fluage incrémental sur des lots de fer avec différentes teneurs en carbone. Après chaque incrément de contrainte, ils observent un temps d'incubation d'autant plus long que le matériau est riche en carbone. Dans le lot à plus forte teneur en carbone, une hausse de la contrainte est nécessaire pour redémarrer le fluage. En ajoutant une période de vieillissement sous contrainte avant chaque incrément, ils observent que le temps d'incubation est une fonction puissance du temps de vieillissement avec un exposant de 2/3 (Figure 3.30), tout comme la concentration en atomes interstitiels autour d'une dislocation coin selon le modèle de vieillissement de Cottrell [126]. Pour des temps de vieillissement très longs, le fluage ne redémarre plus spontanément, mais seulement si la contrainte appliquée est augmentée. À l'aide d'essais de fluage incrémental à diverses températures, l'énergie d'activation pour l'incubation a été mesurée et correspond à celle de la diffusion du carbone dans le fer. Les périodes d'arrêt du fluage sont donc clairement dues à un vieillissement dynamique par le carbone. La raison pour laquelle le fluage reprend spontanément après un temps d'incubation n'est pas vraiment éclaircie. Par ailleurs, les auteurs n'observent pas de bande de Lüders pendant les périodes d'incubation et supposent que l'écrouissage dû au glissement de dislocations en mode ''traînage'' est suffisant pour activer des sources de nouvelles dislocations non ancrées par une atmosphère de Cottrell et donc capables de glisser bien plus facilement, ce qui permettrait un redémarrage du fluage.

Enfin, Warda *et al* [136] ont également effectué des essais de fluage entre 350 et 500 °C sur trois lots de zirconium avec différentes teneurs en oxygène. La nuance à plus faible teneur en oxygène montre un comportement normal en fluage tandis que les deux autres nuances, plus riches en oxygène, présentent une période d'incubation suivie par une accélération spontanée (Figure 3.31), comme c'est le cas dans cette étude. Comparant l'aspect des lignes de glissement avant et après reprise du fluage, en fin d'incubation, ils notent une distribution initialement assez uniforme du glissement puis une intensification de certaines bandes de glissement préexistantes qui s'accompagne de la germination d'autres bandes dans les grains voisins. Ces auteurs suggèrent que le passage récurrent de dislocations glissant à très faible vitesse dans les bandes de glissement actives en collectant et traînant des atomes d'oxygène aurait pour effet de nettoyer ces bandes en atomes de soluté, permettant ainsi aux nouvelles dislocations de glisser sans force de traînage, donc plus rapidement ce qui expliquerait l'accélération spontanée du fluage.

Les anomalies constatées en fluage primaire en dessous d'une vitesse de 10^{-7} s^{-1} dans le T60 et, en dessous de 10^{-8} s^{-1} dans le T40 sont donc très probablement des effets de vieillissement dynamique par l'oxygène. Notons que Scholl et Knorr [137] ont également observé un phénomène d'incubation avant fluage du titane à 150 °C et l'ont également attribué à des interactions dynamiques entre dislocations et interstitiels.

On peut par ailleurs suggérer que le stade de fluage rapide parfois observé juste avant la période d'incubation soit dû au glissement des dislocations coins, dont la mobilité est sensiblement plus élevée que celle des dislocations vis, ces dernières subissant une forte friction de réseau en raison de leur structure de cœur complexe.

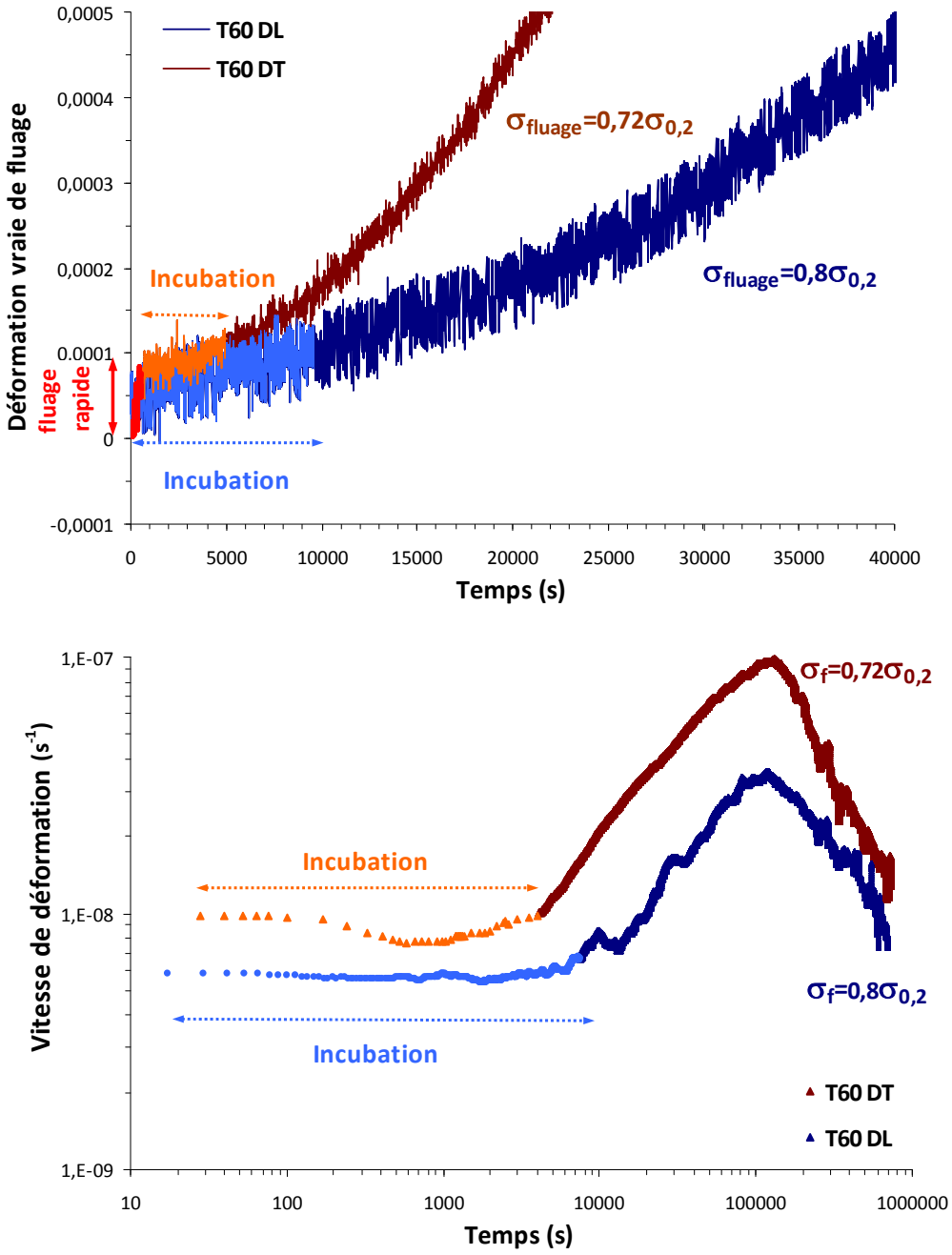


Figure 3.28 - Mise en évidence du phénomène d'incubation dans le T60.

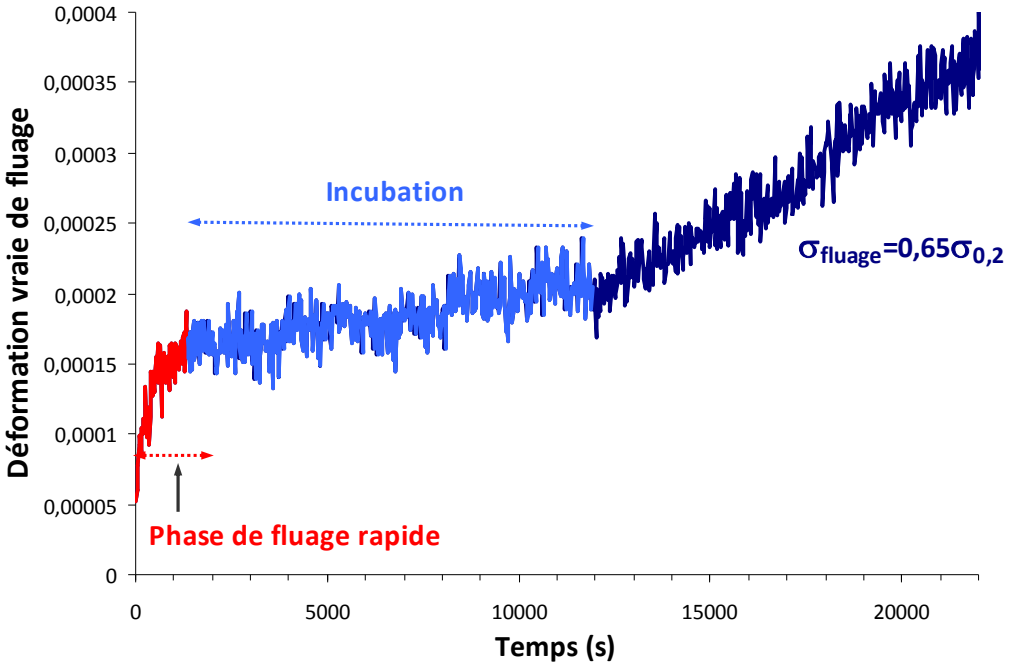


Figure 3.29 - Mise en évidence du phénomène d'incubation dans le T40 sollicité en sens longitudinal.

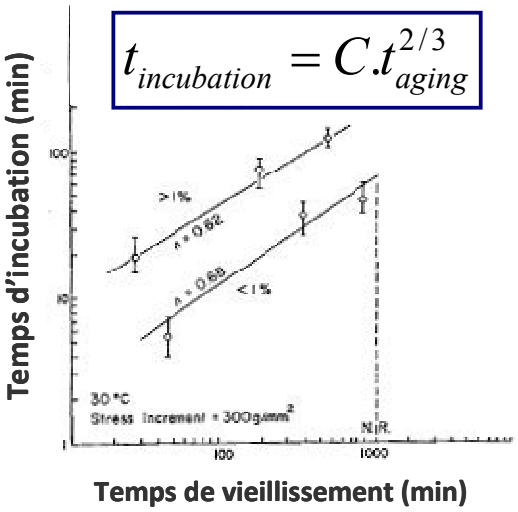


Figure 3.30 - Évolution du temps d'incubation avant fluage avec le temps de vieillissement sous contrainte du fer α, d'après Arsenault et Weertman [135].

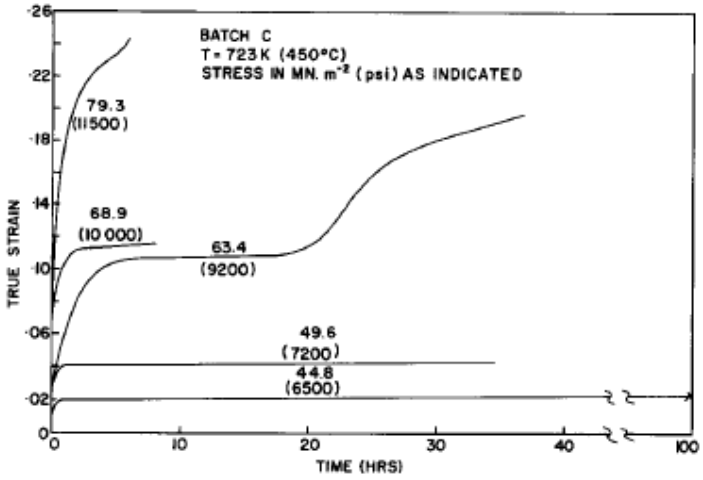


Figure 3.31 - Mise en évidence du phénomène d'incubation dans le zirconium à 723 K [136].

III.2.4.1.2. Fluage primaire normal

Pendant les essais donnant lieu à des vitesses de fluage supérieures à $5.10^{-7}s^{-1}$, au cours desquels on n'observe pas de phénomène d'incubation, le fluage transitoire peut être décrit par une loi puissance de la forme $\varepsilon_p = At^m$ dont l'exposant m reflète la vitesse à laquelle la microstructure évolue, suite à la compétition entre le durcissement et la restauration.

Les valeurs de l'exposant mesurées varient entre 0,27 et 0,64 avec une valeur moyenne de 0.41, sans évolution apparente avec la contrainte ou la teneur en oxygène, comme on peut le voir sur la Figure 3.32. Malgré l'anisotropie du comportement en traction, le fluage primaire en sens long et travers peut, en normalisant la contrainte appliquée par la limite d'élasticité dans la même direction, être décrit par une même équation, qui rassemble en outre les données obtenues sur les trois lots de titane :

$$\varepsilon_{\text{fluage-primaire}} = 6.10^{-4}.\left(\frac{\sigma}{\sigma_{0.2}(O_{\%})}\right)^{11,3}.t^{0,41} \qquad (3.8)$$

Dans ce régime « normal », l'effet de l'oxygène est un simple décalage de la limite d'élasticité, donc de la contrainte normalisée, sans impact sur la vitesse du fluage en régime stabilisé.

La valeur moyenne de l'exposant est plus élevée que celle rapportée par Drefhal *et al* [69] dans le titane à 770 ppm d'oxygène après 26 ans de fluage à l'ambiante. Ils donnent une valeur de 0,17, indépendante du niveau de contrainte et valable entre 1 et 15 % de déformation. Pour $\varepsilon_p < 1$ %, une loi logarithmique est, selon les auteurs, plus appropriée pour

décrire le fluage transitoire. L'écart avec les résultats de cette étude pourrait être attribué à la microstructure grossière de leur matériau (D_{grain}=1000 µm) qui favorise le maclage.

Les valeurs mesurées ici sont par ailleurs un peu plus basses que celles trouvées par Paties [70] qui rapporte des valeurs de l'exposant m comprises entre 0,45 à 0,72 pour le grade 4 avec 3000 ppm en oxygène et une taille moyenne des grains de 315 µm.

Pour le fluage primaire d'un alliage monophasé α Ti-1,6V à l'ambiante, Aiyangar [71] trouve un exposant m de 0,32, indépendant de la taille moyenne des grains comprise entre 38 à 226 µm. Toutefois ces auteurs, considèrent la déformation totale (y compris la déformation de mise en charge) et non pas la déformation de fluage.

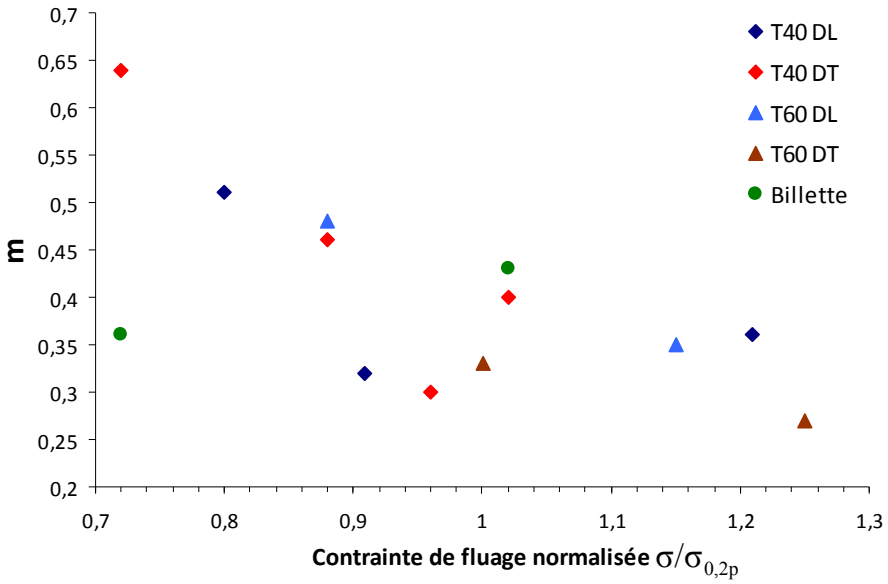


Figure 3.32 - Comparaison des exposants de fluage primaire mesurés.

III.2.4.2. Fluage secondaire

Les vitesses de fluage secondaire mesurées en sens long et travers dans les trois matériaux sont tracées dans un diagramme bi-logarithmique sur la Figure 3.33-a en fonction de la contrainte appliquée. Ces courbes sont quasiment linéaires, donc représentables par une loi de Norton :

$$\dot{\varepsilon}_{II}=k\sigma^{n} \qquad (3.9)$$

où $\dot{\varepsilon}_{II}$ représente la vitesse de fluage secondaire, σ la contrainte appliquée, n le coefficient de Norton et k constante.

Le coefficient de la sensibilité à la contrainte varie entre 12 et 17 et semble être indépendant du sens de sollicitation et à la teneur en oxygène. Il ne correspond à aucun modèle micromécanique de fluage existant.

Ces valeurs très élevées situent le fluage du titane à l'ambiante dans le régime dit PLB (pour Power Law Breakdown [138] pour lequel une loi exponentielle est parfois préférée et rend effectivement mieux compte des données (Figure 3.33-b).

Les données sur le fluage secondaire à l'ambiante du titane sont limitées dans la littérature car il a été souvent considéré à tort qu'à cette température, seul le fluage transitoire peut se produire. Matsunaga *et al*. [58] rapportent pour le titane de pureté commerciale, après 119 h de fluage, des exposants de 3, 5,5 et 6 respectivement pour des teneurs en oxygène de 400, 600 et 900 ppm avec des tailles moyennes des grains de 75, 75 et 17 μm. Les vitesses de fluage secondaire ayant été obtenues par extrapolation à partir de l'équation $\varepsilon=\varepsilon_0+\ln(1+\beta t)+\dot{\varepsilon}_s t$.

III.2.4.3. Anélasticité après fluage

On constate, indépendamment de la teneur en oxygène, une légère décroissance anélastique de la déformation après fluage et décharge complète. Ainsi, comme cela est visible sur les Figures 3.34-a à 3.34-c, une baisse de 2.10^{-4} de la déformation en 19 heures (à partir d'une valeur initiale de 1,14 %) a été observée pour le T60, après fluage en sens long sous 376 MPa. Cette évolution peut être décrite par une loi logarithmique. On note également une baisse de 8.10^{-5} de la déformation en seulement 4 heures dans le T40, après fluage en sens long sous 231 MPa. Enfin, la déformation décroît de 10^{-4} en 5 heures dans la billette, après fluage en sens travers sous 138 MPa. Dans ce cas, au lieu d'une chute régulière, on observe une sorte d'incubation avant l'effet anélastique. L'ordre de grandeur de la baisse de déformation est similaire dans les trois matériaux et voisin de celui rapporté par Matsunaga *et al.* [58] pour du titane de grade 1 (10^{-4} en 4 heures) mais la vitesse est plus faible dans le cas du T60. Ceci pourrait être dû à une friction de réseau plus forte, mais aussi à un niveau plus important de la déformation initiale.

Ferrer [139] a réalisé des essais de fluage sur du Zirconium suivis d'observation au MET. Dans les lames minces réalisées peu après les essais, il observe des dislocations courbées par la contrainte interne, mais un mois plus tard, dans la même lame, les dislocations sont redevenues rectilignes, ce qui indique une relaxation de la contrainte interne. Il est possible que l'anélasticité observée dans le titane résulte du même phénomène.

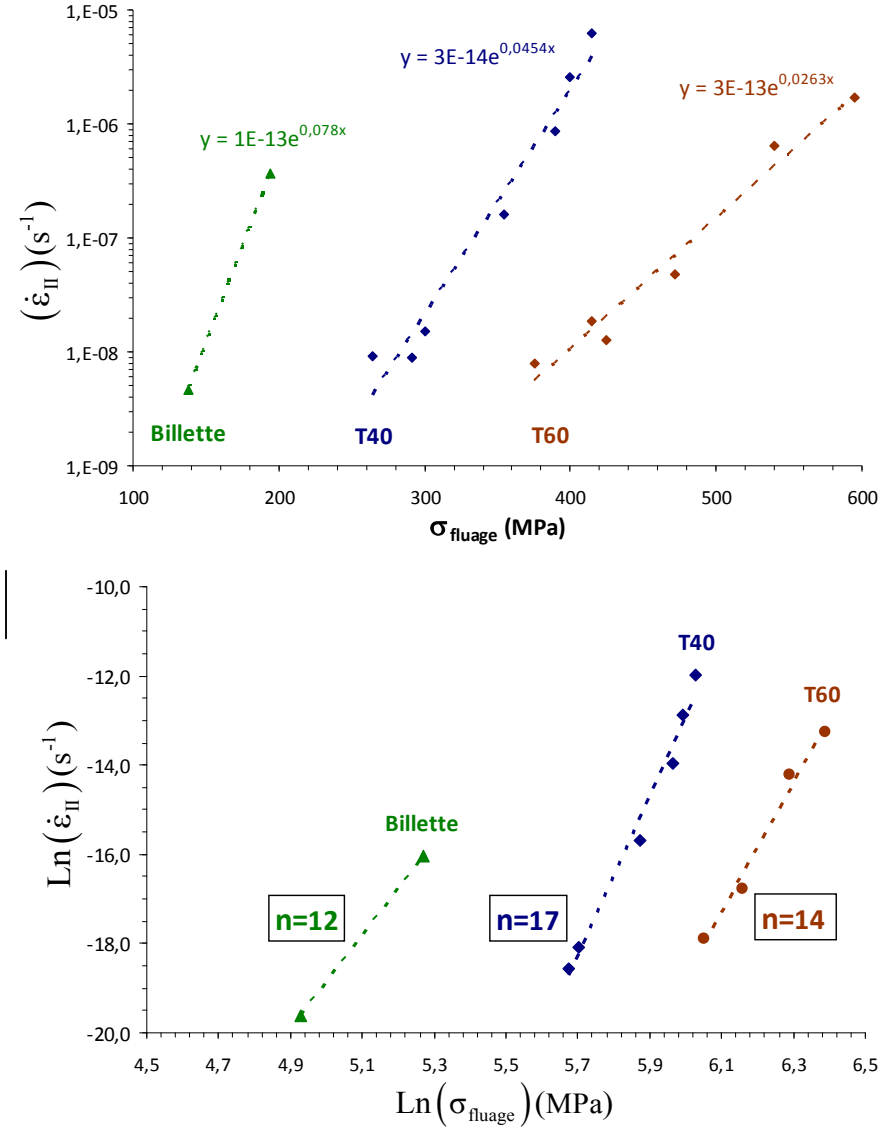


Figure 3.33 - Effet de la contrainte sur la vitesse de fluage stabilisé :

(a) diagramme bi-logarithmique ; diagramme semi-logarithmique.

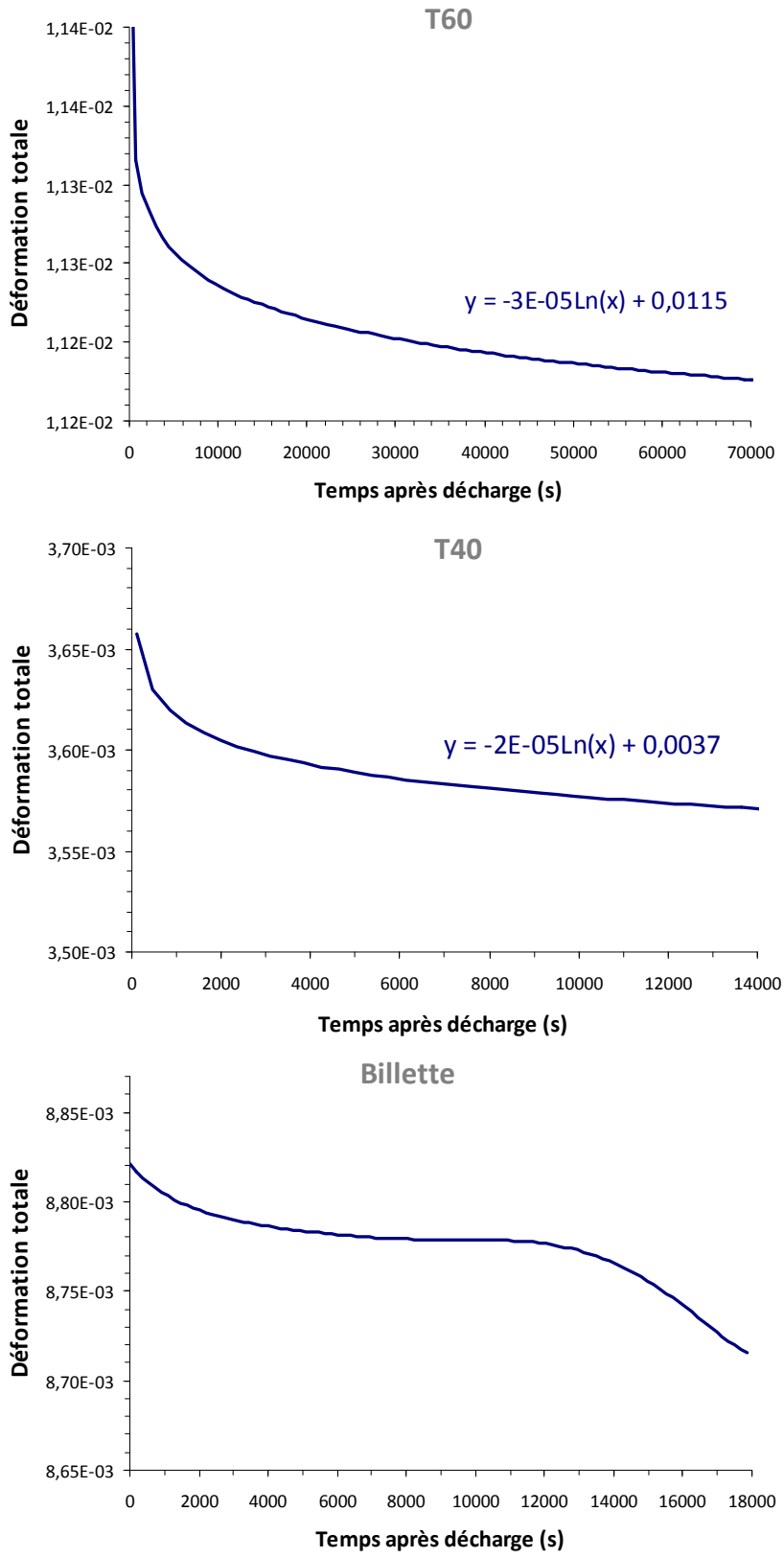


Figure 3.34 - Décroissance anélastique de la déformation après fluage : (a) T60 DL sous 376 MPa ; T40 DL sous 231 MPa ; billette DT sous 138 MPa.

III.2.5. Discussion

III.2.5.1. Origine physique du plateau

Deux phénomènes physiques peuvent expliquer l'existence du crochet et du plateau sur les courbes de traction dans la direction transverse :

- un manque initial des dislocations mobiles suivi d'une multiplication rapide des dislocations. Selon l'équation d'Orowan :

$$\dot{\gamma}=\rho_m bv \qquad (3.10)$$

Si la densité de dislocations mobiles ρ_m augmente, une moindre vitesse de glissement suffit pour assurer une vitesse de déformation constante. Le ralentissement des dislocations se traduit alors par une chute de la contrainte visqueuse.

- un épinglage initial des dislocations par des atomes en solution solide (vieillissement statique). Leur désancrage brutal provoque une chute de contrainte (crochet) suivi d'une phase sans écrouissage (palier de Lüders) au cours de laquelle des bandes de localisation de la déformation plastique (bandes de Lüders) se propagent dans l'échantillon. Quelques ppm d'atomes de soluté suffisent pour mettre en jeu un tel mécanisme et les teneurs en oxygène du T40 et du T60 seraient suffisantes pour le provoquer. En outre, le recuit à 500°C pendant 12 h a pu permettre la diffusion des atomes d'oxygène vers les dislocations.

Donoso et Reed-Hill [140] ont étudié le vieillissement statique d'un titane de pureté commerciale (0,41 % at oxygène) au dessus de 280 °C, par des essais de charge-décharge-vieillissement-recharge. Ils observent que l'amplitude du pic de contrainte augmente avec le temps de vieillissement à la puissance 2/3, ce qui est cohérent avec un vieillissement de type Cottrell [141,142] et concluent que ce phénomène est principalement contrôlé par l'interaction oxygène-dislocations.

Toutefois, dans les travaux récents de Roth [143], une technique d'extensométrie locale rapide par suivi de marqueurs a été utilisée pour tenter de mettre en évidence la propagation de bandes de Lüders sur des échantillons de titane commercialement pur qui manifestaient, lors des essais de traction dans la direction transverse, la présence d'un pic et d'un plateau de contrainte s'atténuant lorsque la vitesse de déformation diminuait. L'entrée en plasticité s'est en fait avérée quasi-simultanée sur l'ensemble du champ observé, sans propagation d'une bande de Lüders. Les auteurs considèrent donc que le vieillissement statique n'est pas la cause du crochet et du plateau.

Si le crochet et le plateau de traction, observés ici uniquement dans le sens DT, trouvent leur explication au travers du vieillissement statique, il faut supposer en outre que l'ancrage par les

atomes interstitiels des dislocations <c+a> (actives lors de l'apparition du crochet comme on le verra au chapitre III) est plus fort que celui des dislocations de type <a>.

En revanche, Naka [81] considère plutôt le crochet de traction observé dans le titane comme un pic de multiplication des dislocations vis et attribue le domaine de microplasticité qui le précède au glissement des dislocations coins, plus mobiles (Figure 3.35).

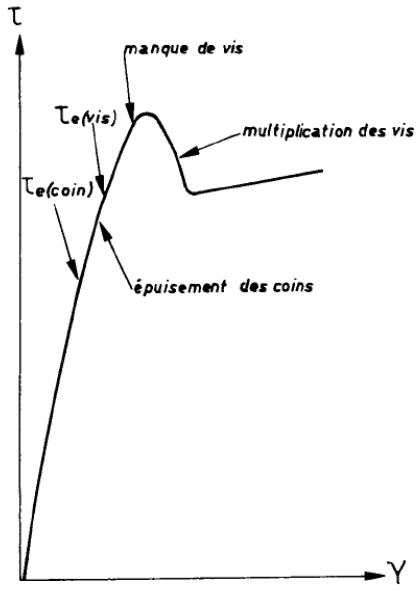


Figure 3.35 - Scénario expliquant le pic de contrainte selon Naka [81].

Conrad [6] considère également le crochet dans le titane comme un pic de multiplication des dislocations et énonce trois critères pour qu'il se produise :

- Faible densité initiale de dislocations.
- Multiplication rapide de celles-ci.
- Forte sensibilité à la vitesse. Il note que dans le titane, le pic est particulièrement marqué dans la gamme de température où la sensibilité à la vitesse est maximale.

Le dernier critère est cohérent avec l'existence d'un pic plus marqué dans le T60, dont la sensibilité à la vitesse est plus forte que celle du T40. Il permet en outre d'expliquer la présence du pic et du plateau en sens travers seulement, car, la sensibilité à la vitesse y est plus forte qu'en sens longitudinal dans les deux matériaux. Le fait que le crochet et le plateau ne soient probablement pas dûs au vieillissement statique n'exclut toutefois pas, comme on va le voir, d'autres manifestations de ce phénomène.

III.2.5.2. Vieillissement statique

Un essai de traction-décharge complète-vieillissement-recharge a été conduit à une vitesse de 2.10^{-3} s^{-1} sur le T60 en sens travers, en variant le temps de vieillissement à contrainte nulle, pour étudier l'influence de ce paramètre sur l'amplitude du pic de contrainte lors de la recharge. La courbe contrainte vraie-déformation vraie est représentée sur la Figure 3.36 Le temps de vieillissement avant chaque recharge y est indiqué.

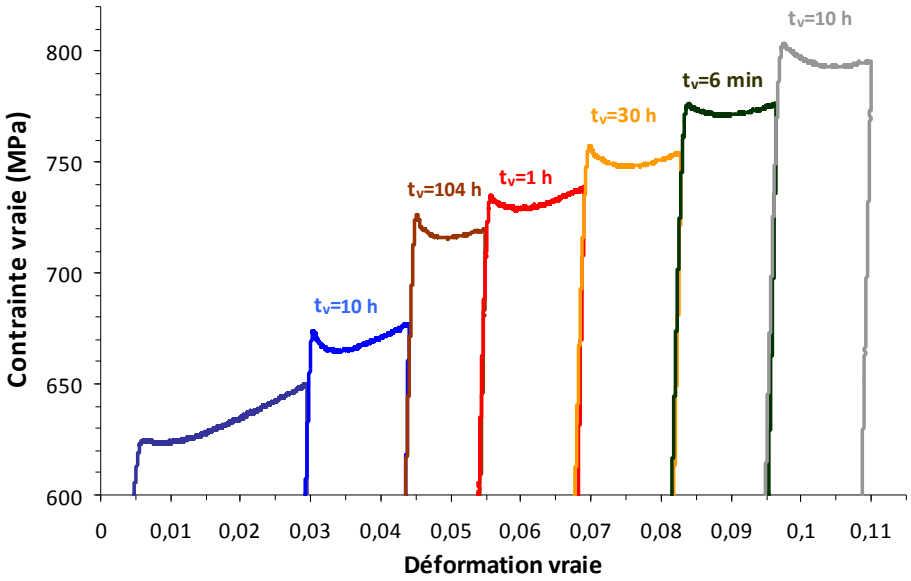


Figure 3.36 - Essai de charge-décharge-vieillissement sur le T60 DT ($V=2.10^{-3}.s^{-1}$).

La Figure 3.37 présente l'incrément de contrainte $\Delta\sigma_{crochet}=\sigma_{pic}-\sigma_{plateau}$ en fonction du temps de vieillissement. Une courbe « en S » du même type que celle obtenue par Donoso et Reed-Hill [140] à plus haute température semble se dégager. Toutefois, l'amplitude du pic n'est pas indépendante du niveau de déformation puisque pour un même temps de vieillissement de 10 h, elle est plus importante à 9,5 % qu'à 3 %. Il aurait été préférable d'utiliser une éprouvette pour chaque mesure, en réalisant la décharge et le vieillissement pour des déformations identiques.

La présence de crochets à chaque recharge suggère un phénomène de vieillissement statique, dont l'apparition au bout de seulement 6 minutes de vieillissement semble toutefois difficile à concilier avec le faible diffusivité en volume de l'oxygène à l'ambiante. Il faudrait envisager une diffusion bien plus rapide de l'oxygène, via le cœur des dislocations, ou bien un effet de l'hydrogène.

Selon Malik et Dickson [144] qui ont également observé de tels crochets après vieillissement

à contrainte nulle dans du titane à 1170 ppm d'oxygène, en dessous de 150 °C, le phénomène serait athermique et correspondrait à un simple pic de multiplication des dislocations, en raison d'une restauration pendant la période de vieillissement. Le vieillissement statique n'y contribuerait qu'au dessus de 150 °C. Cette explication serait également compatible avec un accroissement de la hauteur du crochet avec le temps de vieillissement, donc de relaxation.
Il est donc difficile de conclure sur l'origine de la réapparition de ces crochets sans mener d'essais complémentaires, sur le T40 et la billette, pour évaluer l'influence de la teneur en oxygène, mais aussi sur les matériaux chargés ou appauvris en hydrogène.

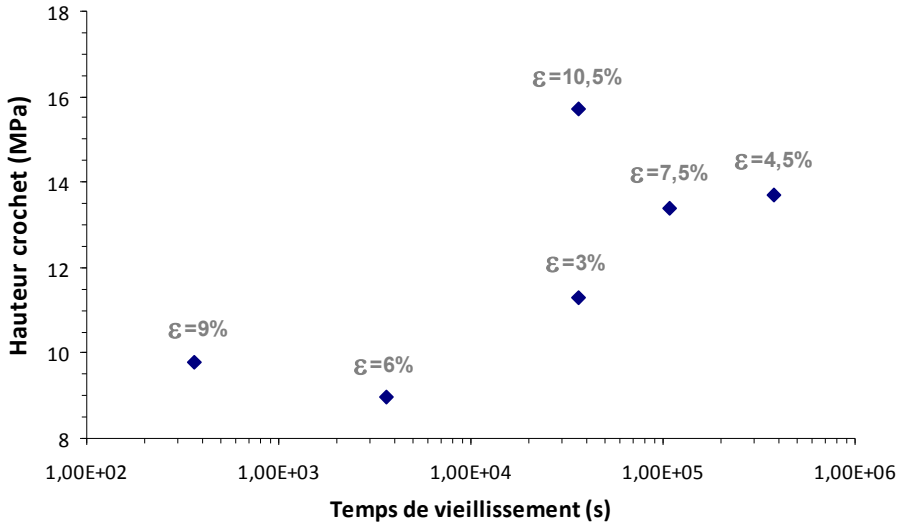


Figure 3.37 - Effet du temps de vieillissement sur l'amplitude du crochet dans le T60 selon DT ($V=2.10^{-3}\ s^{-1}$).

III.2.5.3. Manifestations évoquant un vieillissement dynamique

Au cours des essais de sauts de vitesse, on observe, dès l'entrée en plasticité, de légères serrations sur les courbes contrainte-déformation, dont l'amplitude croît de 1 à 6 MPa lorsque la vitesse de sollicitation passe de 2.10^{-3} à 2.10^{-6} s^{-1} (Figures 3.38 et 3.39). Ces valeurs sont largement supérieures au bruit du capteur de force de la machine de traction (0,22 MPa) et du même ordre de grandeur que les amplitudes rapportées pour le titane α par Garde et Santhanam [87], Senkov et Jonas [86] ou pour l'alliage Ti6242 par Jousset [84] ou Gerland *et al.* [68]. Le fait que l'amplitude des serrations augmente quand la vitesse diminue est tout à fait cohérente avec un phénomène de vieillissement dynamique : plus leur vitesse de glissement diminue, plus les dislocations traînent d'atomes interstitiels (Figure 1.15-chapitre I).

On peut rapprocher ce phénomène de l'évolution de plus en plus irrégulière de la déformation, caractérisée par de brusque « bouffées » de déformation en fluage, lorsque la vitesse diminue, ou de l'évolution de la contrainte en fin de relaxation.

L'amplitude des serrations, pour une vitesse de déformation donnée est moindre dans la billette de meilleure pureté et constituée de plus gros grains, Ce point permet d'exclure qu'il s'agisse d'une manifestation de maclage, puisque ce mécanisme est favorisé par une faible teneur en oxygène et une forte taille de grain.

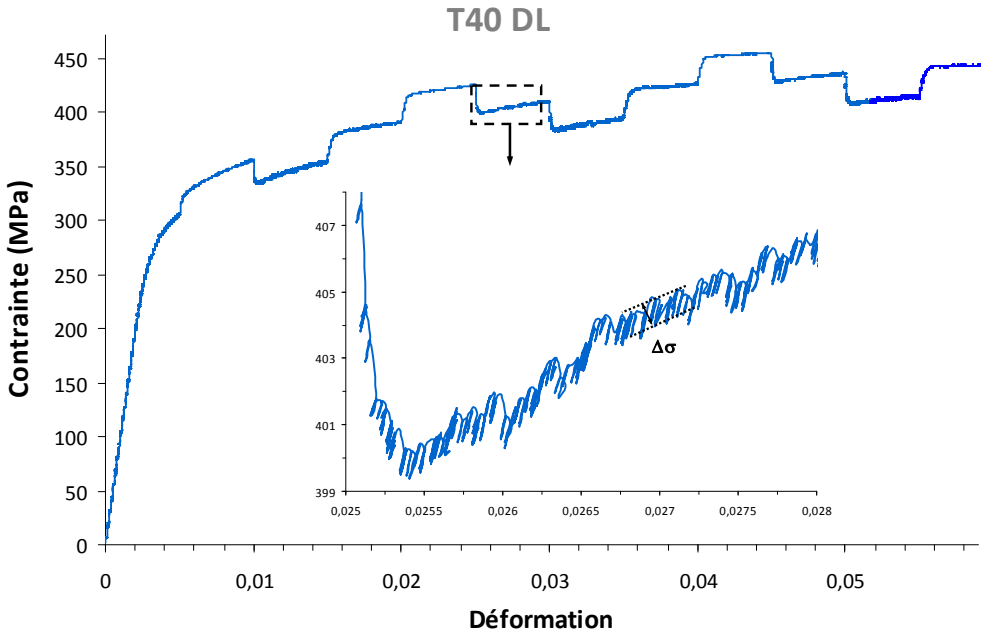


Figure 3.38 - Serrations observés dans T40 DT à 2.10^{-4} s^{-1}.

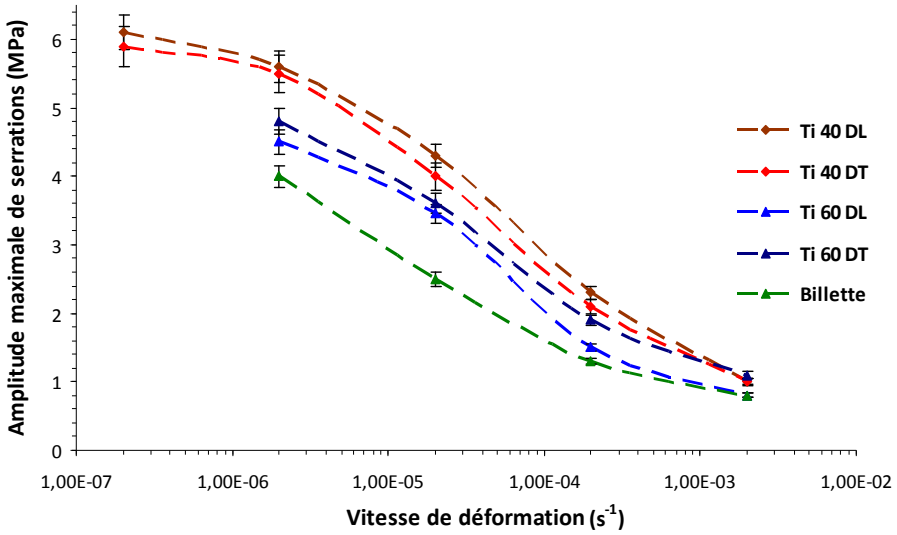


Figure 3.39 - Effet de la vitesse de déformation sur l'amplitude des serrations.

Ces serrations pour des valeurs positives de la sensibilité à la vitesse sont en apparence contradictoires avec les prévisions des modèles fondés sur la physique de la dynamique des dislocations en présence des atomes d'impureté (Kubin et Estrin [145-147]). Cependant, comme l'indique Jousset [84] (Figure 3.40) le domaine de vitesse et température pour lequel la SRS devient négative se situe en fait à l'intérieur d'un domaine plus large où peut se manifester le phénomène PLC, pour des valeurs positives de la sensibilité à la vitesse.

Les serrations pourraient aussi être de nature intrinsèque et résulter du caractère saccadé du glissement des dislocations dans le titane et des transitions entre les deux configurations de cœur des dislocations vis, l'une stable, l'autre métastable qui, selon Farenc [52], contrôlent la déformation plastique.

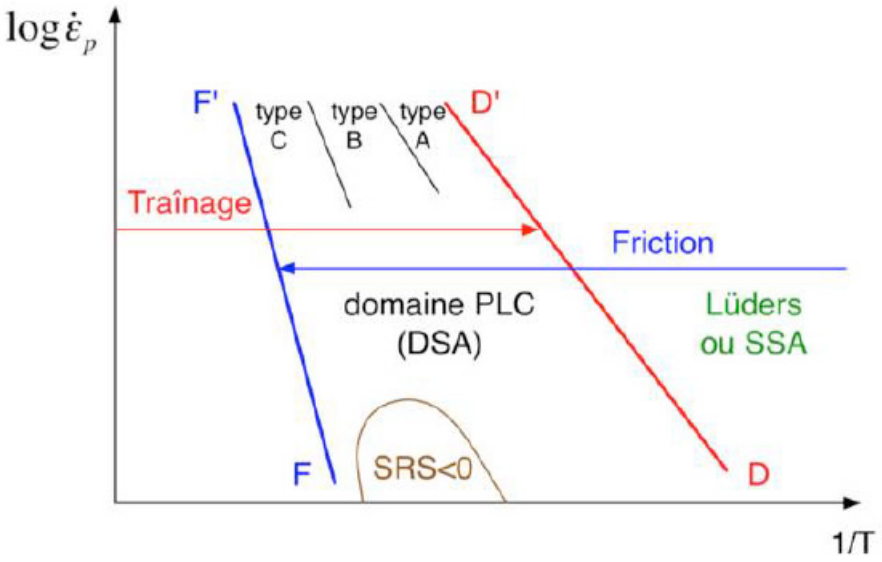


Figure 3.40 - Schématisation du domaine d'existence du phénomène PLC dans le diagramme $\log \dot{\varepsilon}_p$ *en fonction de 1/T [84].*

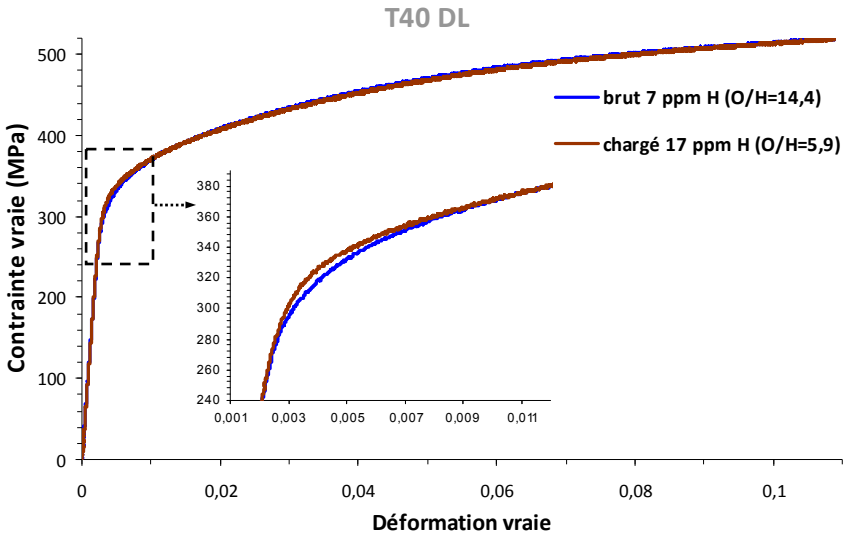
III.2.6. Effet de l'hydrogène sur la viscoplasticité du titane

Il a été observé que l'effet de l'hydrogène dans le zirconium dépend de sa teneur en oxygène [148,149]. De même, l'effet de l'hydrogène dans le fer α dépend de sa teneur en carbone [150]. Aussi, dans ce chapitre, pour l'interprétation des effets de l'hydrogène sur la viscoplasticité du titane, la comparaison entre matériaux bruts, chargés ou appauvris en hydrogène sera basée sur la proportion atomique oxygène/hydrogène, déduite des teneurs massiques en tenant compte du rapport des masses atomiques (environ 16) entre les deux espèces.

III.2.6.1. Effet de l'hydrogène sur le comportement en traction à 2.10^{-4} s^{-1}

La Figure 3.41 présente les courbes de traction à une vitesse de déformation de 2.10^{-4} s^{-1} sur les matériaux bruts et chargés en hydrogène. Les différences sont très faibles et ne permettent pas de dégager de tendance claire et cohérente quant aux effets de l'hydrogène, que ce soit sur l'entrée en plasticité, l'écrouissage ou la ductilité. Ainsi, pour une sollicitation dans la direction de laminage, un dopage en hydrogène semble durcir le T40 et adoucir le T60. D'autre part, pendant l'entrée en plasticité du T40 DT, l'hydrogène semble parfois durcir le matériau (éprouvette chargée à 20 ppm H) et l'adoucir dans d'autres cas (échantillon chargé à 30 ppm H).

Ces résultats sont donc peu concluants et il est fort probable qu'il s'agisse d'un effet de dispersion d'un échantillon à l'autre.



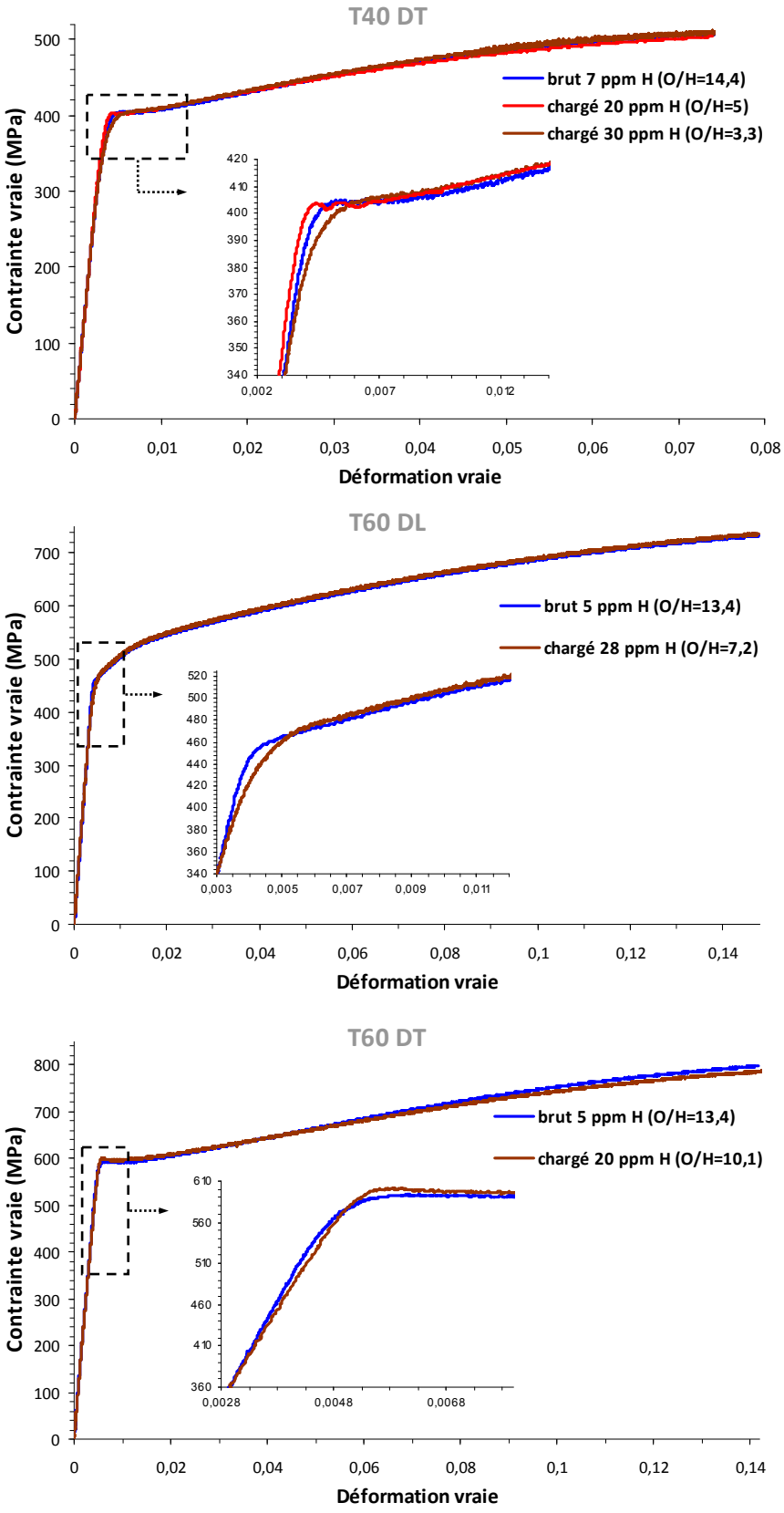


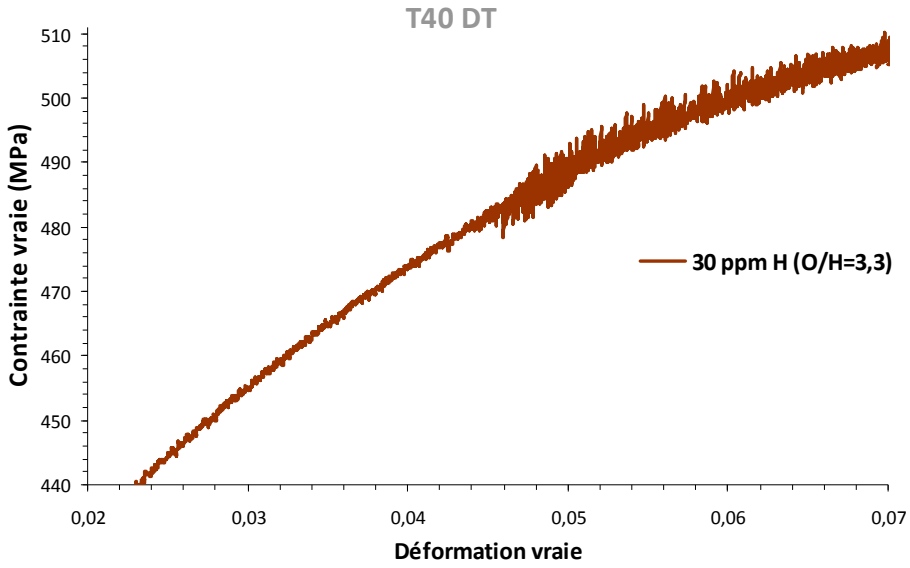
Figure 3.41 - Courbes de traction à 2.10^{-4} s^{-1} des matériaux bruts et chargés.

En revanche, en zoomant sur les courbes de traction en sens travers sur le T40 chargé à 30 ppm d'hydrogène (O/H=3.4) et sur la billette brute (O/H=5.7), on observe des serrations, à partir d'une déformation de l'ordre de 5 %. L'aspect de ces serrations est assez différent de celles observées précédemment lors des essais de saut de vitesse, dès l'entrée en plasticité et à plus faible vitesse de déformation. Leur amplitude est également plus grande et peut atteindre 8 et 14 MPa dans le T40 et la billette, respectivement (Figure 3.42).

On a précédemment conclu que l'oxygène est à l'origine d'un vieillissement dynamique à faible vitesse de déformation. Les serrations observées à 2.10^{-4} s^{-1} suggèrent que l'hydrogène peut être également l'élément déclencheur de vieillissement dynamique, mais à plus grande vitesse, ce qui est cohérent avec sa bien plus grande diffusivité à l'ambiante dans le titane.

On rappelle que Garde et al [87] attribuent à l'hydrogène le pic de vieillissement dynamique centré sur 350 K qu'ils ont observé pour des rapports O/H voisins de 1 et des vitesses de déformation allant de $2{,}7.10^{-4}$ s^{-1} à $8{,}5.10^{-3}$ s^{-1}.

Le fait qu'il existe une déformation critique pour l'apparition des serrations sur les courbes de traction, suggère que la multiplication des défauts ponctuels au cours de la déformation plastique facilite la diffusion de l'hydrogène vers les dislocations mobiles.



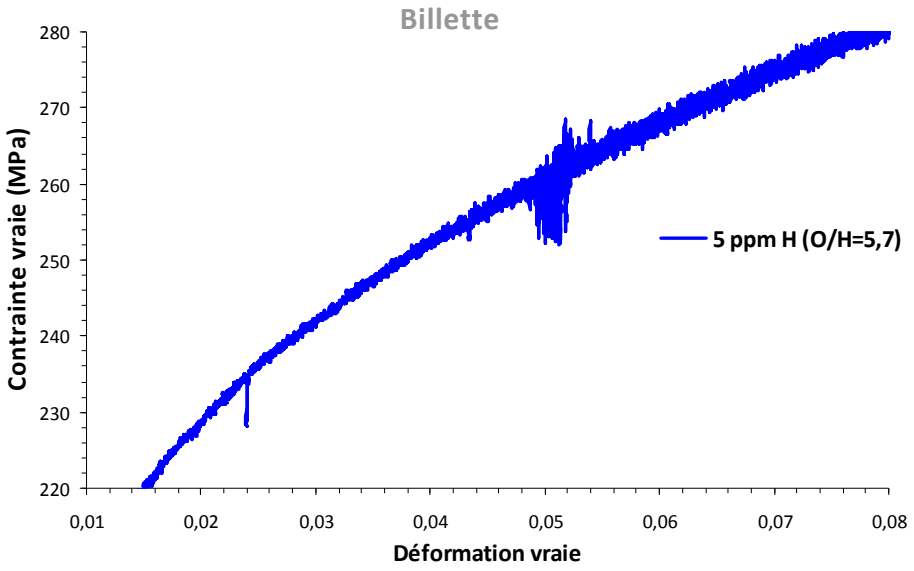


Figure 3.42 - Serrations sur les courbes de traction à 2.10^{-4} s^{-1}.

III.2.6.2. Effet de H sur la sensibilité à la vitesse

Des essais de saut de vitesse ont été effectués sur les matériaux chargés/appauvris en hydrogène avec des trajets de chargements identiques à ceux appliqués pour les matériaux bruts (Voir Annexe D).

Les valeurs moyennes de la sensibilité à la vitesse des matériaux bruts et chargés/appauvris en hydrogène sont présentées sur la Figure 3.43. On note que l'hydrogène en solution solide ne modifie pas de manière significative la sensibilité à la vitesse. Toutefois, on observe une légère augmentation de la sensibilité lorsque la teneur en hydrogène croît. Par exemple, pour le T40 DT la sensibilité augmente de 5 % lorsque la teneur en hydrogène passe de 7 à 20 ppm.

Beck [88] a étudié l'effet de l'hydrogène sur un alliage de titane Ti-8Al-1Mo-1V, il rapporte que le passage de 10 à 150 ppm H augmente la sensibilisé à la vitesse d'environ 40 %. Il note également une localisation plus tardive de la déformation dans le matériau chargé, qu'il attribue à la hausse de la sensibilité à la vitesse.

Senkov et Jonas [86], qui ont étudié le comportement d'un titane de pureté commerciale entre 750 et 1000 K pour des vitesse allant de 10^{-3} à 1 s^{-1}, notent que l'ajout d'hydrogène accroît la sensibilité à la vitesse dans la gamme de température et de vitesse pour lesquelles elle est négative dans le matériau brut.

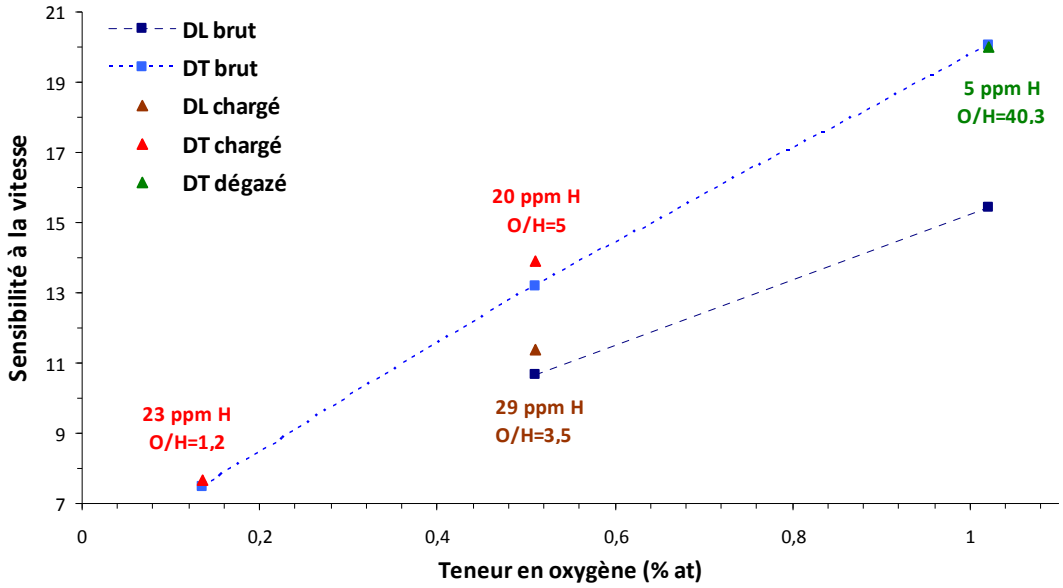


Figure 3.43 - Effet de l'oxygène et de l'hydrogène sur la sensibilité à la vitesse.

III.2.6.3. Effet de l'hydrogène sur le fluage

Plusieurs essais de fluage ont été effectués aux mêmes niveaux de contrainte sur les éprouvettes brutes, chargées ou appauvries en hydrogène. Tous les résultats sont rapportés dans l'Annexe D. Dans la plupart des cas, tout comme en traction, les effets observés, peu cohérents et peu reproductibles, semblent plus relever d'un phénomène de dispersion que d'un effet réel du changement de composition.

Le doute est permis, par exemple, pour le fluage à 138 MPa=0.72$\sigma_{0.2}$ d'une éprouvette de billette dopée en hydrogène à 27 ppm (O/H= 1.1) sensiblement plus rapide que celui des deux éprouvettes de matériau brut testées (0/H=6) pour lesquelles la vitesse tombe rapidement en dessous de 10^{-7} s^{-1}. Pour conclure à un effet accélérateur de l'hydrogène, il aurait fallu pouvoir dupliquer l'essai sur matériau chargé, ce qui n'a pas été possible compte tenu de la trop faible quantité de matière disponible.

En revanche, pour la nuance à plus forte teneur en oxygène (T60), sollicitée suivant la direction transverse à σ=0,72$\sigma_{0,2}$=425 MPa, niveau de contrainte pour lequel le matériau brut (15 ppm H) présente un temps d'incubation synonyme de vieillissement dynamique, on observe qu'un appauvrissement en hydrogène conduisant à une teneur de 5 ppm bloque totalement le fluage (Figure 3.44). Ce résultat suggère que l'hydrogène réduit la force de traînage d'atomes d'oxygène que subissent les dislocations et qui est responsable du

phénomène d'incubation. En réduisant la teneur en hydrogène, la force de traînage augmente et le matériau ne flue plus.

Si l'hydrogène ne semble pas avoir d'effet sur le fluage à des vitesses supérieures à $5.10^{-7}s^{-1}$, il l'accélère dans des conditions favorables au vieillissement dynamique par l'oxygène (faible contrainte et basse vitesse). La contrainte seuil de fluage à la température ambiante du titane est donc probablement contrôlée par le rapport O/H.

Ces conclusions sont cohérentes avec celles de Senkov et Jonas [86] selon lesquels l'hydrogène adoucit le titane dans le domaine favorable au vieillissement dynamique par l'oxygène.

Par ailleurs, Shih *et al.* [91] observent, lors d'essais de traction sous microscope électronique à transmission, qu'un environnement d'hydrogène gazeux augmente la vitesse des dislocations dans le titane comme dans le fer α et que dans ce dernier, l'effet accélérateur s'accentue avec une teneur croissante en carbone [150] dont l'hydrogène atténue les interactions avec les dislocations.

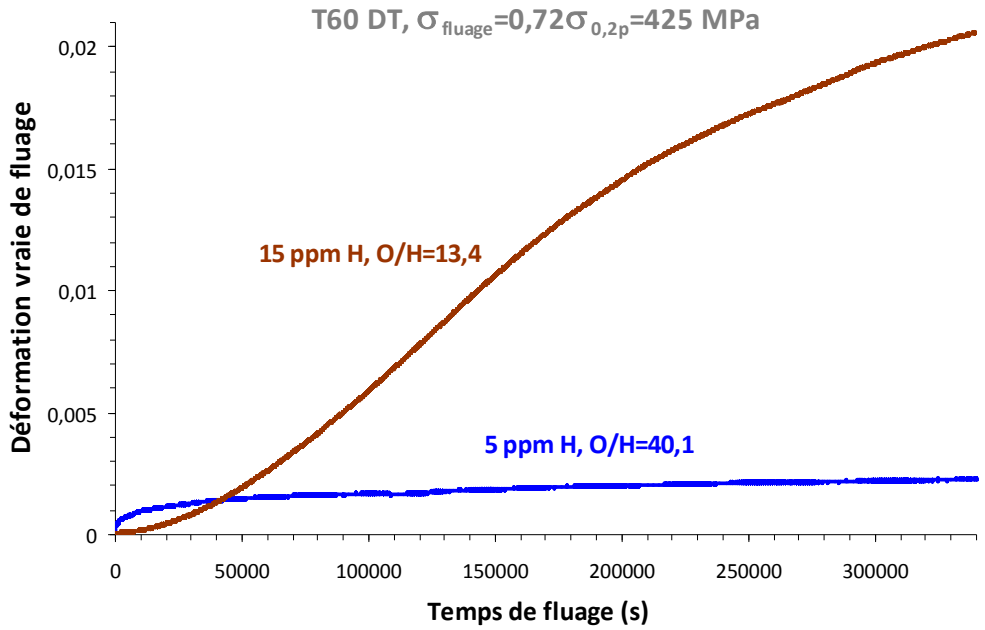


Figure 3.44 - Effet de l'hydrogène sur la capacité de fluage du T60 DT.

L'hydrogène semble en outre susciter une anomalie du fluage à l'ambiante du titane.

L'essai de fluage à 138 MPa=$0.72\sigma_{0.2}$ effectué sur la billette chargée à 8 ppm d'hydrogène (O/H=3.54) a été accidentellement interrompu après environ 46 h de fluage avec une déformation totale de $7{,}6.10^{-3}$. L'échantillon est resté déchargé pendant 30 h environ avant que

le test soit redémarré dans les mêmes conditions (Figure 3.45). La vitesse initiale de fluage après redémarrage s'est avérée 9 fois supérieure à la vitesse finale avant l'interruption et comparable à la vitesse initiale de fluage du matériau vierge. La vitesse de fluage après vieillissement et recharge n'a rejoint la vitesse avant interruption qu'au bout de 56h et une déformation de 6.10^{-3}.

Il a donc été décidé d'interrompre un essai de fluage à 138 MPa sur la billette brute (O/H=5.67) après 46 h ($\varepsilon_{tot}=4{,}4.10^{-3}$), de décharger l'échantillon et de le laisser vieillir pendant 30h avant de redémarrer. La vitesse de fluage après redémarrage s'est avérée identique à la vitesse juste avant la décharge.

Cette capacité de 'renaissance' de fluage a été recherchée dans le titane de pureté commerciale en redémarrant, après un vieillissement de 22 h 30', un essai en sens long sur le T40 à $0{,}91\sigma_{0,2p}$= 300 MPa interrompu à 2,55 % de déformation, et, après 24 h de vieillissement, un essai en sens long sur le T60 à $0{,}8\,\sigma_{0,2p}$=376 MPa interrompu après 1,13 % de déformation. Aucun de ces tests n'a donné lieu à une recrudescence de fluage. Il semble donc que seul un faible rapport O/H permette la recrudescence de fluage après vieillissement à l'état déchargé.

Ce phénomène a été observé, à l'ambiante, dans des solutions solides titane-aluminium ainsi que des alliages α/β par Brandes et Mills [151]. Ils ont montré que ce phénomène est thermiquement activé (accentué par l'augmentation de la durée et de la température de vieillissement) et qu'il est lié à la présence d'empilements de dislocations : plus le degré de l'ordre à courte distance Ti-Al, la densité des interfaces (joints de grains ou de lamelles α) et la déformation de fluage sont élevés, plus il y a d'empilements de dislocations et plus la réaccélération du fluage après vieillissement est importante. La forte contrainte en retour due à la présence des empilements « gelés » par la forte friction de réseau serait le moteur d'un réarrangement des dislocations à l'état déchargé. Brandes et Mills soulignent également la similitude de l'énergie d'activation pour la recrudescence du fluage après vieillissement et de l'énergie d'activation pour la diffusion de l'hydrogène dans le titane, ce qui suggère que l'hydrogène est responsable de ce phénomène.

Le fait que, dans cette étude, la recrudescence de fluage soit observée seulement pour les faibles rapports O/H est en accord avec ces conclusions. Bien qu'il n'ait pas été observé d'empilements de dislocations après fluage, la contrainte interne constitue près de 70 % de la contrainte d'écoulement. La combinaison de cette contrainte interne et d'un accroissement de mobilité des dislocations lorsque le rapport O/H diminue pourrait expliquer l'instabilité des

microstructures de fluage, peu enchevêtrées et peu structurées et leur restauration permettant une régénération de la capacité de fluage du matériau.

Cette différence de comportement entre la billette d'une part, et le T40 et le T60 d'autre part, pourrait également être liée à la contribution du maclage au fluage de la billette, comme on le verra plus tard dans le chapitre IV. L'épaisseur des macles décroît à la décharge mais elles ne disparaissent pas. Lors de la relance de l'essai de fluage après vieillissement, les micro-macles déjà formés croissent de nouveau sans étape de nucléation ce qui pourrait expliquer la rapidité initiale du fluage. Le fait qu'un dopage en hydrogène accentue la recrudescence du fluage après vieillissement pourrait être dû au fait que l'hydrogène en solution réduit la cission critique de maclage, comme l'a montré Beck [88] sur les monocristaux de titane.

Quoi qu'il en soit, un tel phénomène est très problématique pour les applications industrielles comportant une alternance de sollicitation sous forte contrainte et de décharges, du type dwell-fatigue.

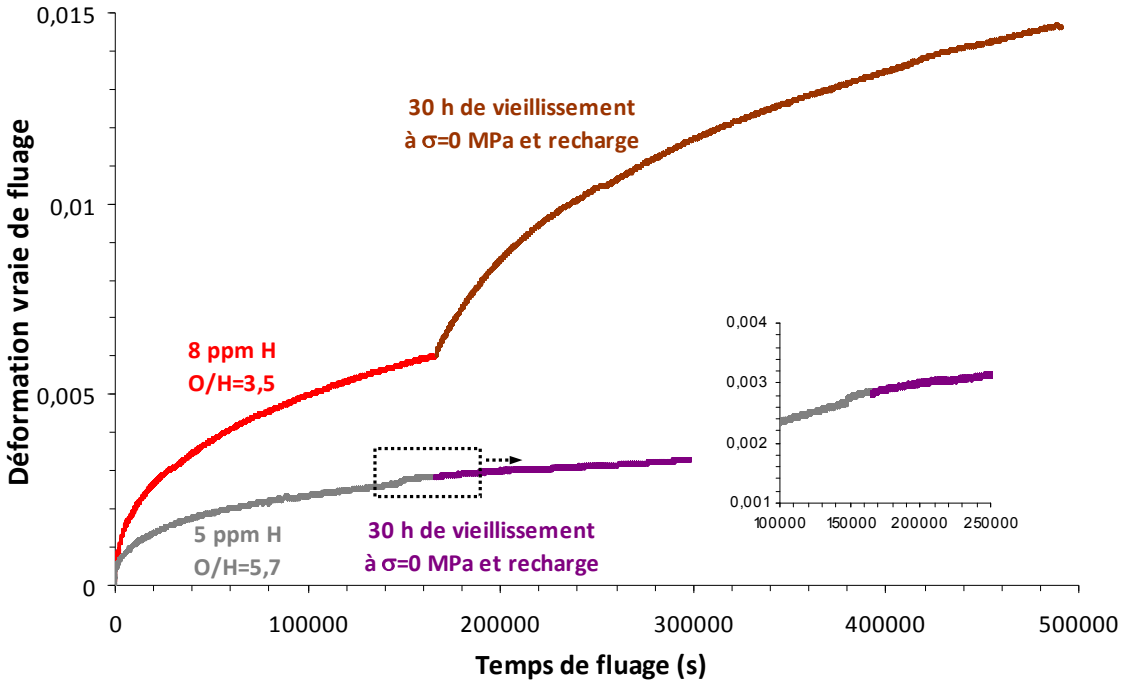


Figure 3.45 - Recrudescence de fluage dans la billette après vieillissement à contrainte nulle.

III.3. Conclusions

Les essais menés dans les directions de laminage et transverse mettent en évidence une réponse mécanique anisotrope des deux grades de titane :

* Contrainte d'écoulement plus élevée en sens travers.
* Crochet et plateau peu après l'entrée en plasticité, seulement en sens DT, résultant soit d'une multiplication des dislocations vis, soit d'un vieillissement statique avec un ancrage plus prononcé des dislocations <c+a>.
* Évolutions différentes de l'écrouissage selon DL et DT.
* Sensibilité à la vitesse plus élevée en sens travers.

La composante cinématique représente 62 à 69 % de la contrainte d'écoulement, la composante isotrope 20 à 30 % et la contrainte visqueuse 8 à 12 %.

Les trois matériaux étudiés fluent à la température ambiante dès 65 % de leur limite d'élasticité et la rupture survient en quelques heures lorsque la contrainte est proche de la limite d'élasticité. Le fluage primaire selon DL ou DT peut être décrit par une équation unique, indépendante de la teneur en oxygène, en normalisant la contrainte par la limite d'élasticité dans la même direction. Les vitesses de fluage secondaire varient exponentiellement avec la contrainte appliquée.

La relaxation de contrainte est également importante : 33 à 40 % de la contrainte est relaxée en environ 20 h suivant une évolution logarithmique en fonction du temps. L'importance de la relaxation dépend peu du niveau de déformation, particulièrement dans la nuance à plus forte teneur en oxygène.

Les essais de traction avec des sauts de vitesse tout comme les essais de relaxation mettent en évidence un accroissement de la sensibilité à la vitesse à faible vitesse de déformation [2.10^{-5}-2.10^{-7} s^{-1}], suggérant une modification des interactions dislocations-interstitiels.

L'oxygène en solution :

* Durcit le matériau, essentiellement via un accroissement de la contrainte interne.
* Accroit sa sensibilité à la vitesse.
* Accentue l'anomalie à l'entrée en plasticité (plateau plus étendu dans le T60).
* Est sans doute à l'origine du vieillissement dynamique qui se manifeste par des serrations sur les courbes de traction s'amplifiant lorsque la vitesse de sollicitation diminue.

* Est à l'origine d'un phénomène d'incubation avant fluage à l'ambiante sous faible contrainte, lié à la force de traînage qu'il exerce sur les dislocations mobiles.
* Pourrait être à l'origine du vieillissement statique observé dans le T60 DT.

L'hydrogène en solution n'affecte pas de façon mesurable l'entrée en plasticité et l'écrouissage en traction.

Il semble toutefois accroître légèrement la sensibilité à la vitesse et déclencher du vieillissement dynamique, mais à plus grande vitesse de déformation ($> 2.10^{-4}$ s^{-1}) que l'oxygène, compte tenu de sa plus grande diffusivité.

L'hydrogène accélère le fluage dans les conditions favorables au vieillissement dynamique par l'oxygène (faible contrainte et vitesse de déformation $< 10^{-7}$ s^{-1}) en réduisant la force de traînage provoquée par les atomes d'oxygène. La contrainte seuil de fluage à la température ambiante du titane est probablement contrôlée par le rapport O/H.

En outre, pour un faible rapport d'O/H, l'hydrogène, même en quantité relativement faible, est responsable d'une forte recrudescence du fluage après vieillissement à contrainte nulle, attribuée à un accroissement de mobilité des dislocations qui, combinée à une forte contrainte interne, permet une restauration quasi totale pendant le vieillissement.

Chapitre IV

Étude des mécanismes de déformation aux échelles mésoscopique et microscopique

L'objectif de cette partie est l'étude de l'effet de l'oxygène et de la direction de sollicitation sur les mécanismes de déformation du titane par des essais *in-situ* sous MEB ou Microscope optique. L'analyse statistique des modes de déformation effectuée sur des zones représentatives couplée avec des mesures EBSD ont permis de caractériser la contribution et l'ordre d'activation des différents modes de déformation. La cission critique d'activation pour chaque système de glissement ayant un vecteur de Burgers type <a> est alors estimée. Les observations en microscopie électronique à transmission ont par ailleurs été utilisées pour l'identification des dislocations de type <c+a>. La technique de corrélation d'images numériques (CIN) a permis de caractériser l'hétérogénéité de la déformation pour différentes teneurs en oxygène et directions de sollicitation et de calculer l'évolution du coefficient de Lankford qui traduit l'anisotropie de la déformation. La CIN a permis également de mettre en évidence les micro-mécanismes de déformation comme le glissement aux joints. Une corrélation entre les mécanismes de déformation activés et l'évolution du taux d'écrouissage a été proposée.

IV.1. Procédure expérimentale

IV.1.1. Préparation des éprouvettes

Des éprouvettes plates de 1,2 mm d'épaisseur et de 6 mm de largeur dans leur partie utile ont été usinées dans les directions longitudinale et transverse des tôles de T40 et T60. Après un polissage mécanique et électrolytique, la technique de micro-lithographie (voir Annexe A) a été utilisée pour déposer des grilles d'or avec un pas de 4 μm, sur une surface de 1x1 mm^2 afin de permettre la mesure du champ de déformation locale par corrélation d'images numériques (CIN). Des mesures EBSD ont été effectuées sur une autre zone de 1x1 mm^2 qui a servi à identifier l'évolution des mécanismes de déformation au cours de l'essai (Figure 4.1).

IV.1.2. Déroulement des essais

Les essais de traction ont été réalisés sur une machine électromécanique (voir Annexe A), d'une capacité maximale de 5 kN en déplacement contrôlé, avec une vitesse de déplacement de 0,01 mm/s ce qui correspond approximativement à une vitesse de déformation de 4.10^{-5} s^{-1}. Un extensomètre avec une base de mesure de 14 mm a permis de mesurer la déformation macroscopique de l'éprouvette.

Pour chaque matériau et chaque direction de sollicitation, ces essais ont été réalisés sous microscopie optique ainsi que sous MEB (Figure 4.2). Les décharges appliquées permettent d'éviter la relaxation du matériau au cours de la capture des images (Figure 4.3).

Les essais sous MEB ont été menés jusqu'à des niveaux de déformation allant de 8 à 14 %, c'est-à-dire juste avant la striction.

Les images à haute résolution (4000x4000 pixels^2) prises durant chaque arrêt, ont servi pour la CIN, qui a permis de caractériser l'effet de l'oxygène et de la direction de sollicitation sur l'hétérogénéité de la déformation, ainsi que l'évolution du coefficient de Lankford.

Les essais sous microscope optique ont été conduits jusqu'à une déformation plastique de 3 %, avec un incrément de déformation plus petit entre deux arrêts (Figure 4.3), afin de déterminer avec précision l'ordre d'activation des différents modes de déformation. On note que le microscope optique permet, en éclairage coaxial, une meilleure visualisation des traces de glissement que le MEB (Figure 4.4).

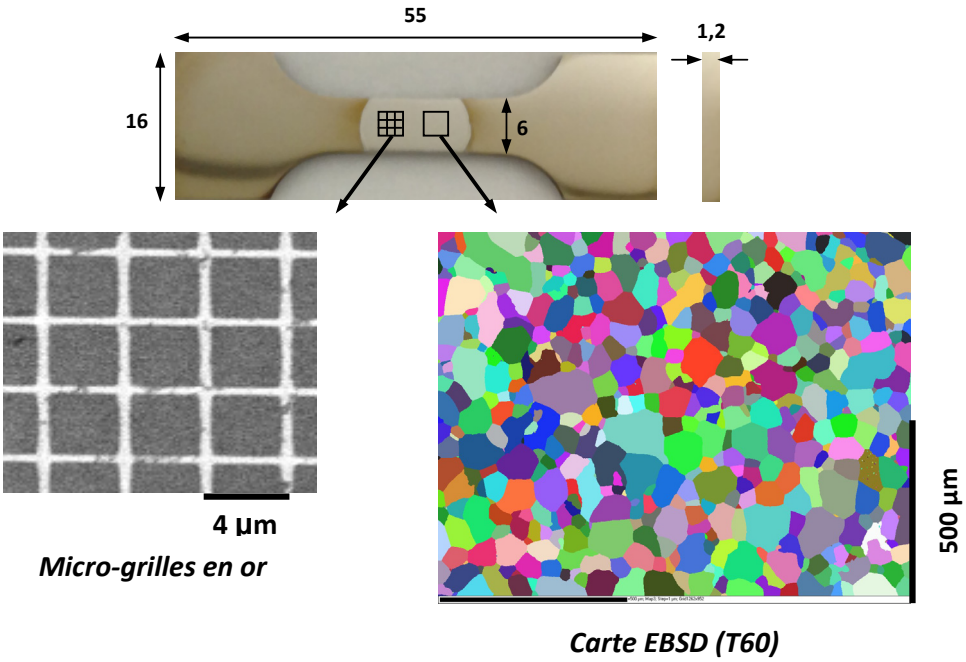


Figure 4.1 - Préparation des échantillons pour les essais in-situ.

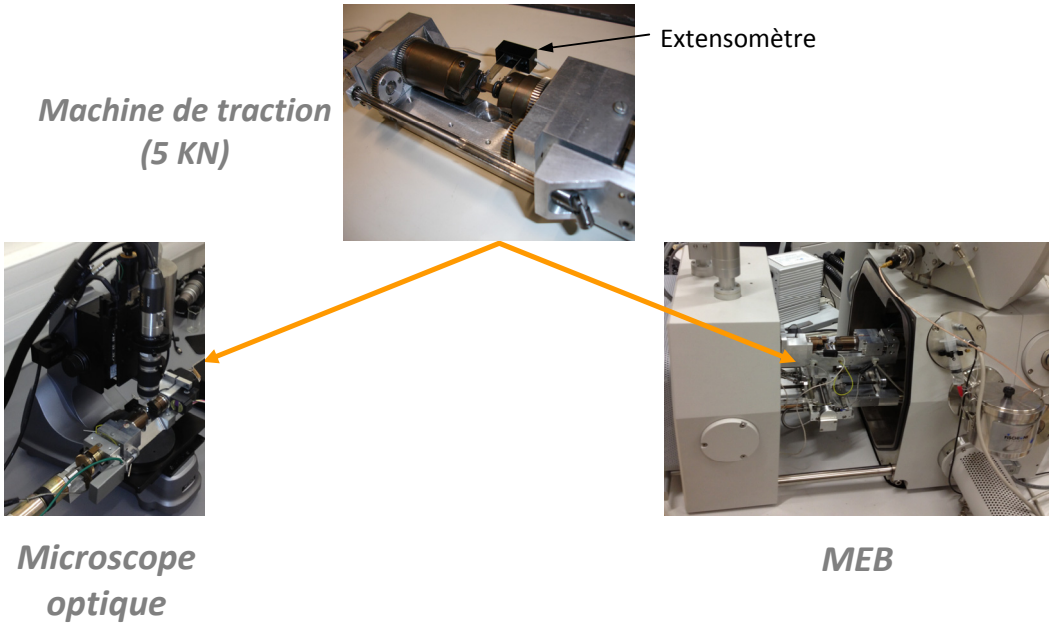


Figure 4.2 - Principe des essais de traction in-situ.

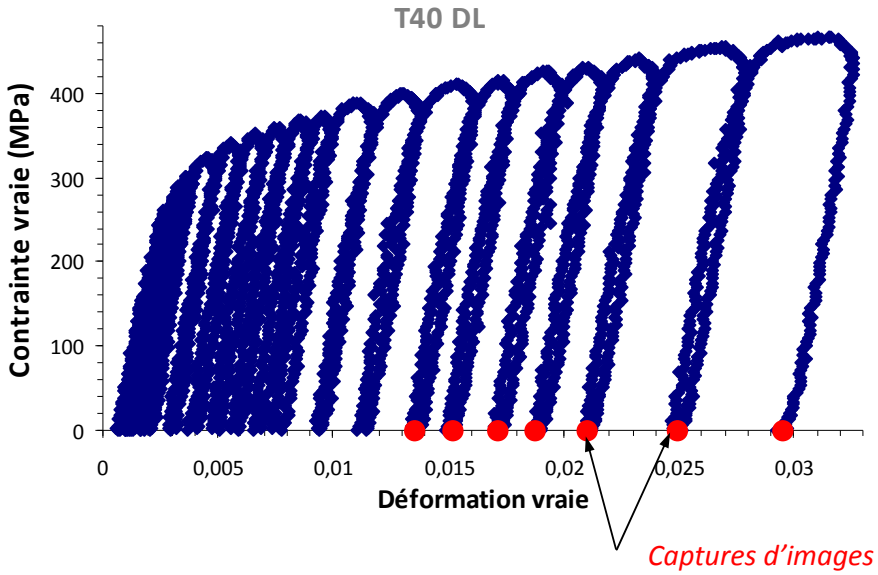


Figure 4.3 - Exemple de courbe contrainte-déformation avec des décharges périodiques pour la capture d'images.

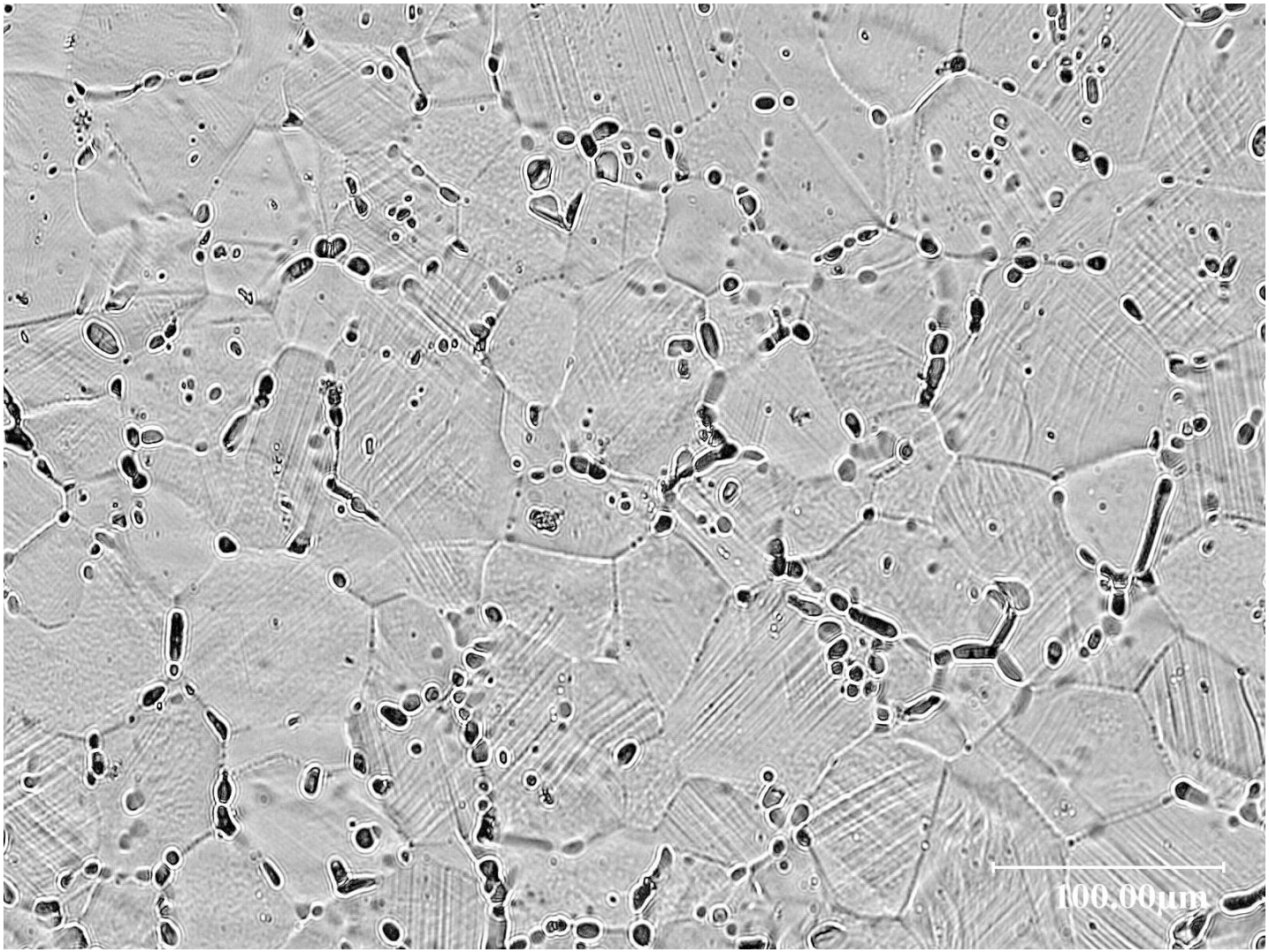
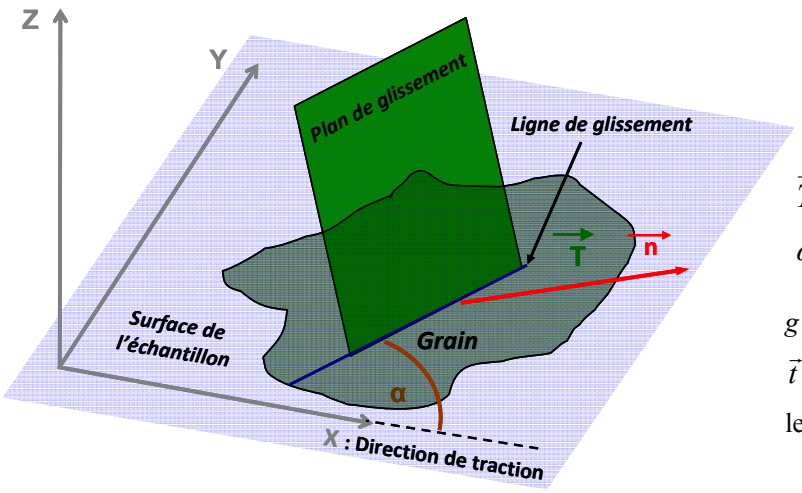


Figure 4.4 - Observation des modes de déformation dans le T60 DT (ε_p =1,7 %)
(Présence de la phase β aux joints de grains).

IV.1.3. Technique d'identification des systèmes activés

Pour chaque essai, une zone de 600x600 μm^2 représentant environ 80 grains a été choisie pour l'analyse des modes de déformation activés. À partir des analyses EBSD préliminaires, les angles d'Euler sont déterminés pour chaque grain. Ils correspondent aux rotations permettant le passage du repère macroscopique au repère cristallographique. Connaissant la trace des différents plans de glissement dans le repère cristallographique, il est donc possible de déterminer l'angle entre l'axe de traction et la trace de glissement de chaque système dans le repère macroscopique (Figure 4.5) (Les détails de la technique utilisée sont rapportés dans l'Annexe E). Ainsi, à partir de la comparaison des angles des traces des systèmes observés et calculés, les systèmes de glissement activés (prismatique, pyramidal ou basal) ont été identifiés. Un exemple d'identification des modes de déformation est donné sur la Figure 4.6.



$$\vec{T} = g^{-1} x \ \vec{t}$$

$$\alpha = arc\tan(-T_X / T_Y)$$

g : matrice de rotation

$\vec{t}$: ligne de glissement dans le repère cristallographique

Figure 4.5 - Ligne de glissement sur la surface de l'échantillon.

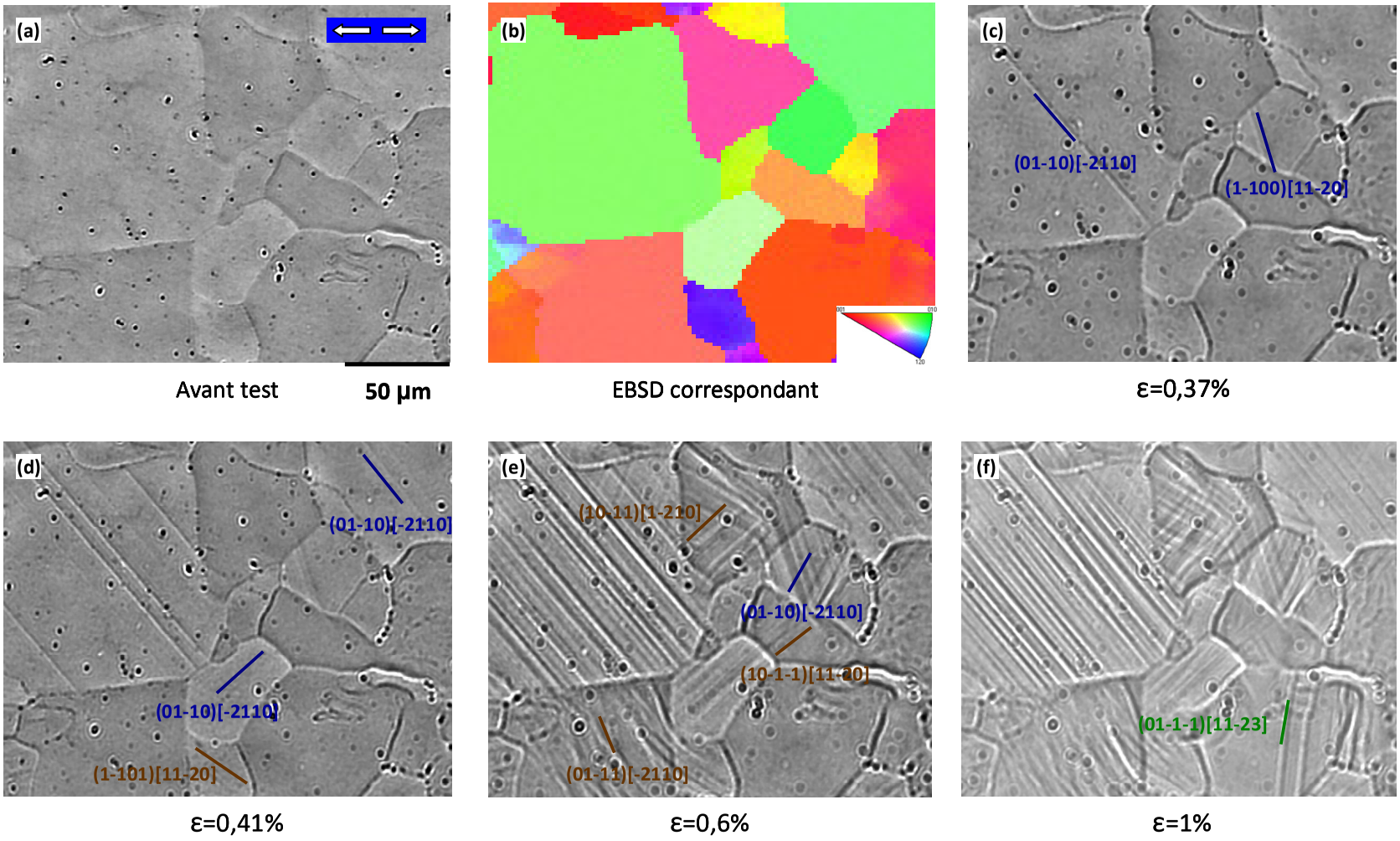
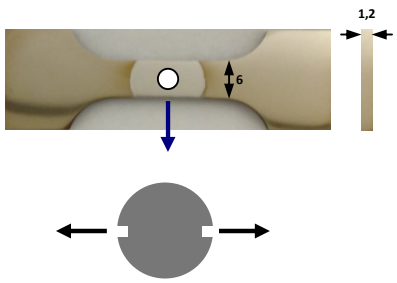


Figure 4.6 - Exemple d'identification des systèmes de glissement dans le T40 DT : (a) Image au microscope optique de la microstructure avant Test ; (b) EBSD correspondant ; (c-f) Images à différentes étapes de l'essai de traction.

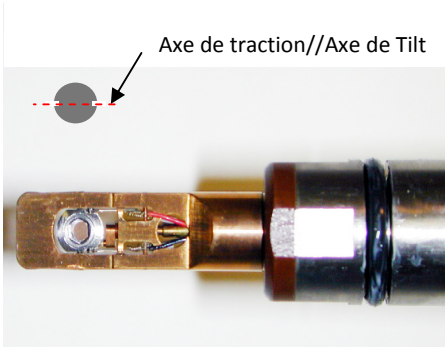
Les systèmes de glissement de type π_1<a> et π_1<c+a> produisent la même trace de glissement sur la surface de l'échantillon et la distinction entre les deux vecteurs de Bürgers reste impossible à cette échelle. Cependant, la cission critique du système de glissement π_1<c+a> est plus élevée que pour le système π_1<a>. Cela implique que, lorsque la trace de glissement du système pyramidal est observée dans un grain où le facteur de Schmid maximal des 6 systèmes π_1<a> est supérieur au facteur de Schmid maximal des 12 systèmes π_1<c+a>, le système activé est donc le π_1<a>. Si cette condition n'est pas remplie, seules les observations au microscope électronique à transmission permettent l'identification sans équivoque de ces deux modes de déformation.

IV.1.4. Identification du système π_1<c+a> par observations MET

Afin d'identifier les dislocations de type <c+a> et d'estimer la cission critique d'activation du système π_1<c+a>, des lames minces ont été préparées à partir des éprouvettes plates déformées dans la direction transverse jusqu'à un niveau de déformation plastique de 3%. Les échantillons déformés dans le sens travers ont été choisis, car d'après la distribution des facteurs de Schmid (Figure 2.7-chapitre II), cette direction de sollicitation est plus favorable à l'activation du glissement π_1<c+a>. L'axe de traction a été repéré sur les lames minces, positionnés ensuite dans le porte objet du microscope de telle manière que l'axe de sollicitation soit parallèle à l'axe de tilt. Ainsi, la projection stéréographique des grains examinés permettra de déduire les angles d'Euler et donc les facteurs de Schmid de tous les systèmes de glissement observés (Figure 4.7). Le microscope utilisé pour l'examen des lames minces est un JEOL-2000 opérant à 200 kV.

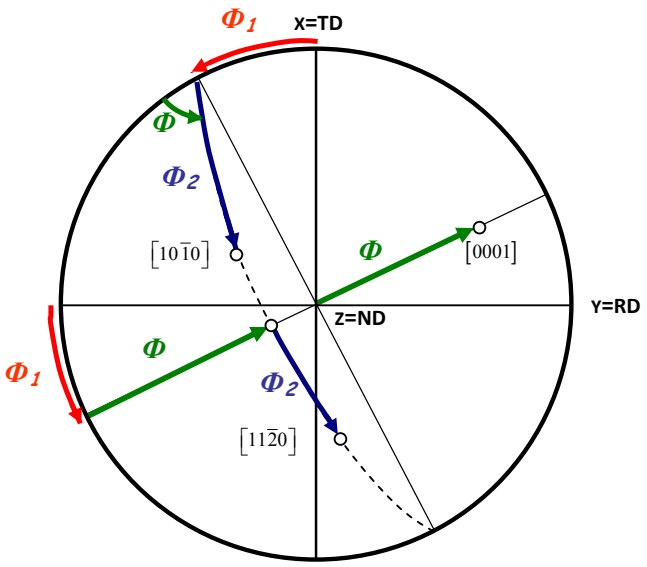


Lame mince avec repérage de l'axe de traction=DT



Porte-objet du MET

(a)



(b)

Figure 4.7 - Technique utilisée pour la mesure des angles d'Euler des grains analysés par MET : (a) Positionnement de la lame ; (b) Angles d'Euler à partir de la projection stéréographique.

Les grains manifestant seulement du glissement de type π_1<c+a> sont rares, puisque la grande majorité des grains présentent également des dislocations <a>. Dans ce dernier cas, il n'est pas possible de déterminer, par les observations *post-mortem,* l'ordre d'activation des deux systèmes. Ainsi, l'analyse a porté essentiellement sur les grains qui ne présentent que des dislocations de type <c+a>, dont l'axe *c* était proche de la direction de sollicitation DT.

Les dislocations <c+a> présentent un contraste résiduel avec un vecteur de diffraction $\vec{g}_{basal}$=(0001) . Celles de type <a> sont hors contraste avec le même $\vec{g}_{basal}$.

Les analyses effectuées à partir de plusieurs vecteurs de diffraction permettent de vérifier si des dislocations de type <a> sont présentes dans le même grain ou pas.

Les Figures 4.8 et 4.9 montrent des micrographies MET du T60 et du T40 déformés à ε_p=3 % selon la direction transverse qui illustrent l'activation du système π_1<c+a>. La projection stéréographique correspondante ainsi que les facteurs de Schmid maximaux de tous les systèmes de glissements calculés à partir des angles d'Euler sont également rapportés.

Méthode d'évaluation des cissions critiques

La contrainte apparente d'activation pour chaque système primaire de glissement, caractérisé par un plan de glissement de normale n^s et une direction de glissement m^s, a été calculée en supposant un champ de contrainte uniforme:

$$\tau^s_{apparente} = \sigma_{ij} n^s_i m^s_j \qquad (4.1)$$

où σ_{ij} représente le tenseur des contraintes macroscopique.

En raison de contraintes de compatibilité intergranulaires, l'équation (4.1) surestime la cission d'activation dans certains grains et la sous-estime dans d'autres. Cependant, si les données sont obtenues pour un nombre suffisant de grains, ces erreurs devraient se compenser et la moyenne de toutes les cissions apparentes d'activation mesurées à partir de plusieurs grains, pour un système de glissement donné, est considérée comme une estimation raisonnable de la cission critique d'activation τ^{c}_{syst} pour ce système.

Comme la précision de cette méthode est meilleure lorsque le nombre de grains impliqués dans le calcul est grand, d'une part, et que le système prismatique est, comme on le verra, le mode de déformation le plus activé d'autre part, il a été décidé d'estimer dans un premier temps la cission critique du système prismatique. En utilisant les rapports entre les facteurs de Schmid, les ratios des cissions critiques entre le système prismatique et les systèmes primaires basal et pyramidal ont été par la suite déduits, comme cela sera détaillé plus loin.

L'ordre d'activation des systèmes est un facteur important pour l'estimation des ratios de la cission critique. Si par exemple, pour un grain donné, le système primaire activé est le prismatique, le ratio de la cission apparente d'activation $\tau^{app}_{\pi_1<a>} / \tau^{app}_{prism}$ doit donc être supérieur au ratio des facteurs de Schmid $FS_{\pi_1<a>} / FS_{prism}$ (en supposant un état de contrainte uniforme). L'analyse de plusieurs grains où la compétition entre les deux systèmes est également favorable au système prismatique permet ainsi de déterminer une borne inférieure du ratio $\tau^{c}_{\pi_1<a>} / \tau^{c}_{prism}$. Inversement, si le premier système activé est le π_1<a>, alors le ratio $\tau^{app}_{\pi_1<a>} / \tau^{app}_{prism}$ doit être dans ce cas inférieur au rapport $FS_{\pi_1<a>} / FS_{prism}$. Ainsi une borne supérieure du ratio $\tau^{c}_{\pi_1<a>} / \tau^{c}_{prism}$ est estimée par l'analyse de plusieurs grains dans lesquels le système π_1<a> est le premier activé.

Par exemple, pour un grain du T40, les facteurs de Schmid maximaux sont de 0,4 et 0,43 respectivement pour le glissement prismatique et π_1<a> et le système primaire activé est le prismatique. Dans un deuxième grain manifestant du glissement pyramidal du premier ordre, les FS maximaux étaient de 0,33 et 0,47 respectivement pour le π_1<a> et le P<a>.

L'analyse effectuée sur ces deux grains conduit à l'inégalité :

$$\frac{0,43}{0,4} = 1,07 \leq \frac{\tau_{\pi_1<a>}}{\tau_{prism}} \leq 1,42 = \frac{0,47}{0,33}$$

Après l'analyse d'un grand nombre de grains, le ratio des cissions critiques peut donc être encadré par :

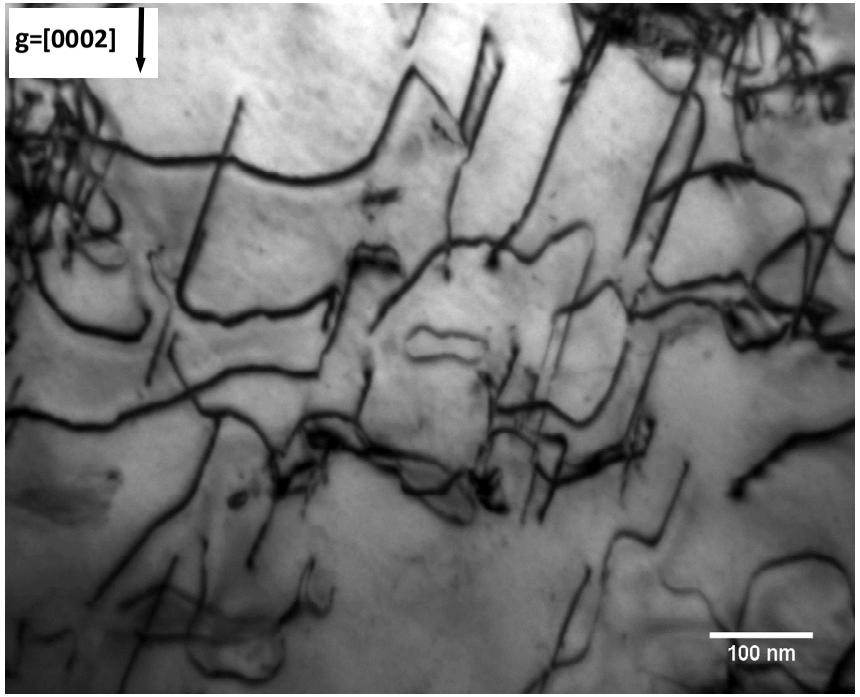
$$\min_{\text{prism-activé}}\left(\frac{FS_{\pi_1<a>}}{FS_{\text{prism}}}\right) \leq \frac{\tau^c_{\pi_1<a>}}{\tau^c_{\text{prism}}} \leq \max_{\pi_1<a>\text{-activé}}\left(\frac{FS_{\pi_1<a>}}{FS_{\text{prism}}}\right) \quad (4.2)$$

Une procédure similaire a été utilisée pour le calcul du rapport des cissions critiques des systèmes prismatique et basal.

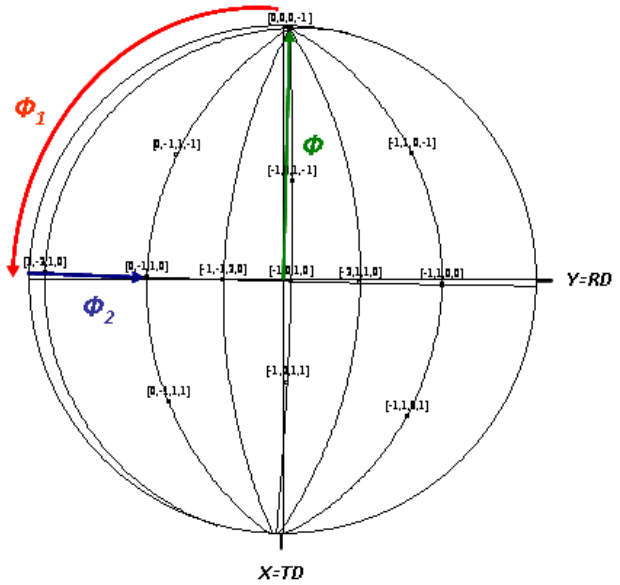
Les observations MET ont été utilisées pour estimer la cission critique du système π_1<c+a> : Dans le grain correspondant à la Figure 4.9, les facteurs de Schmid maximaux étaient 0.063, 0.33, 0.18 et 0.5 pour les systèmes P<a>, B<a>, π_1<a> et π_1<c+a> respectivement. En se référant aux valeurs des ratios des cissions critiques déjà calculées par l'analyse des traces de glissement observées au microscope optique, le glissement basal devrait être activé en premier. Il est donc plus pertinent de calculer d'abord une borne supérieure du ratio $\tau^{app}_{\pi_1<c+a>} / \tau^{app}_{basal} = 0,5/0,33 = 1,51$ et de déduire $\tau^{app}_{\pi_1<c+a>} / \tau^{app}_{prism}$ en utilisant le rapport entre la cission critique du prismatique et du basal déjà calculé.

Inversement, l'analyse des grains avec seulement des dislocations de type <a> permet d'estimer une borne inférieure du ratio $\tau^c_{\pi_1<c+a>} / \tau^c_{basal}$. La Figure 4.10 met en évidence l'activation du système basal ainsi que le calcul d'une borne inférieure du rapport $\tau^{app}_{\pi_1<c+a>} / \tau^{app}_{prism}$.

(a)



(b)



(d)

Système	Basal	Pris	π_1<a>	π_1<c+a>
FS (max)	0,04	0,0007	0,019	0,42

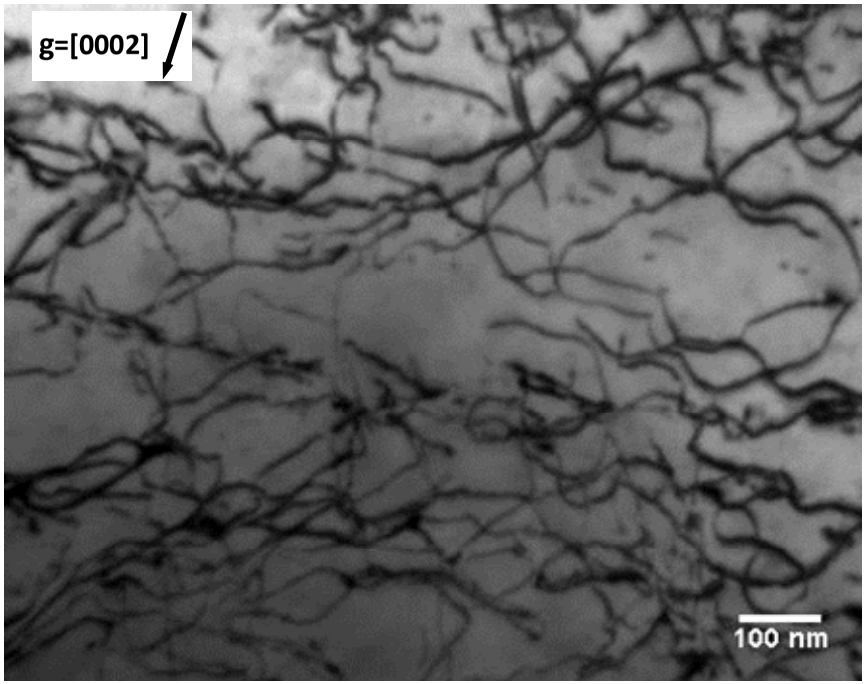
(c)

Angles d'Euler	Φ_1	Φ	Φ_2
Grain 1	89	-88	-36

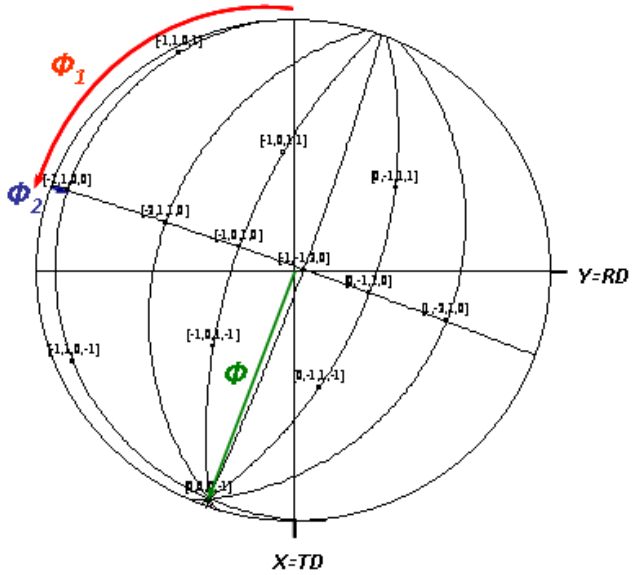
A.N: $\frac{FS_{\pi_1<c+a>}}{FS_{basal}} = 10,15$ **σ homogène** $\frac{\tau^{app}_{\pi_1<c+a>}}{\tau^{app}_{basal}} < 10,15$ **or** $\frac{\tau^{c}_{basal}}{\tau^{c}_{prism}} \approx 1,48$ $\frac{\tau^{app}_{\pi_1<c+a>}}{\tau^{app}_{prism}} < 15,02$

Figure 4.8 - (a) Dislocations de type <c+a> dans le plan de glissement π_1 pour le T60 ; (b) Projection stéréographique correspondante ; (c) Angles d'Euler du grain analysé ; (d) Facteurs de Schmid maximaux.

(a)



(b)



(d)

Système	Basal	Pris	π_1<a>	π_1<c+a>
FS (max)	0,33	0,063	0,18	0,5

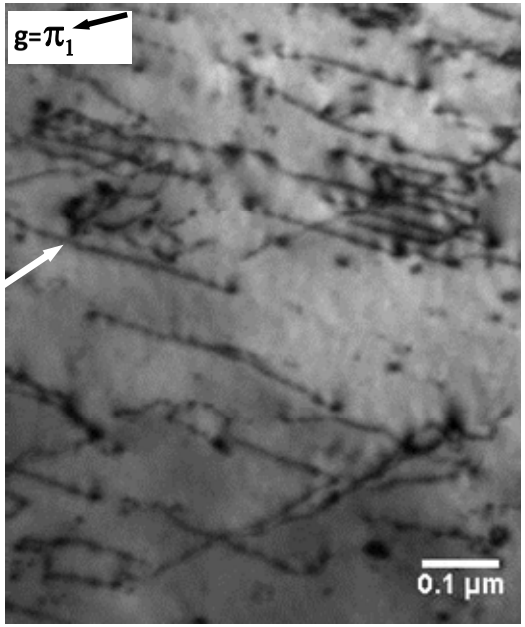
(c)

Angles d'Euler	Φ_1	Φ	Φ_2
Grain 2	70	83	-4

A.N: $\frac{FS_{\pi_1<c+a>}}{FS_{basal}} = 1,51$ **σ homogène** $\frac{\tau^{app}_{\pi_1<c+a>}}{\tau^{app}_{basal}} < 1,51$ **or** $\frac{\tau^{c}_{basal}}{\tau^{c}_{prism}} \approx 1,52$ $\longrightarrow$ $\boxed{\frac{\tau^{app}_{\pi_1<c+a>}}{\tau^{app}_{prsim}} < 2,36}$

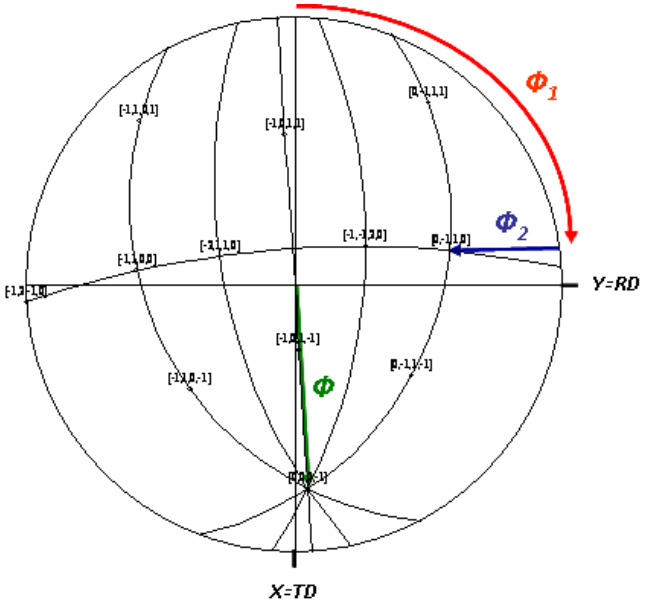
Figure 4.9 - (a) Dislocations de type <c+a> dans le plan de glissement π_1 pour le T40 ; (b) Projection stéréographique correspondante ; (c) Angles d'Euler du grain analysé ; (d) Facteurs de Schmid maximaux.

(a)



Glissement dans le plan (0001)

(b)



(d)

Système	Basal	Pris	π<a>	π<c+a>
FS (max)	0,42	0,10	0,21	0,48

(c)

Angles d'Euler	Φ_1	Φ	Φ_2
Grain 2	-78	64	-31

A.N: $\dfrac{FS_{\pi_1<c+a>}}{FS_{basal}} = 1,17$ **σ homogène** $\dfrac{\tau^{app}_{\pi_1<c+a>}}{\tau^{app}_{basal}} > 1,17$ **or** $\dfrac{\tau^{c}_{basal}}{\tau^{c}_{prism}} \approx 1,48$ $\longrightarrow$ $\boxed{\dfrac{\tau^{app}_{\pi_1<c+a>}}{\tau^{app}_{prsim}} > 1,73}$

Figure 4.10 - (a) Dislocations de type <a> dans le plan de glissement basal pour le T60 ; (b) Projection stéréographique correspondante ; (c) Angles d'Euler du grain analysé ; (d) Facteurs de Schmid maximaux.

IV.2. Résultats

IV.2.1. Nature des systèmes de glissement activés

L'évolution avec la déformation de la fraction des grains de la zone de 600x600 μm^2 analysée présentant tel ou tel type de glissement primaire est représentée sur les Figures 4.11 à 4.14 pour le T40 et le T60 dans les deux directions de sollicitation. Les systèmes secondaires de même nature ne sont pas rapportés. Pour établir ces graphes, le vecteur de Bürgers du système pyramidal été identifiée comme étant de type <c+a> lorsque le rapport entre le facteur de Schmid maximal $FS_{\pi 1<c+a>}$/ $FS_{\pi 1<a>}$ était plus grand que 1,62 dans le T40 et 1,54 dans le T60, ce qui, comme on le verra, est cohérent avec les observations MET.

Notons que l'enveloppe des Figures 4.11-a à 4.14-a représente l'évolution avec la déformation de la fraction de grains plastifiés (qui sera notée FGP dans la suite). Ce paramètre semble croître de façon plus régulière en traction dans le sens DL que DT et n'atteint une valeur proche de 100 % qu'à partir de 0.8 à 1.2 % de déformation plastique.

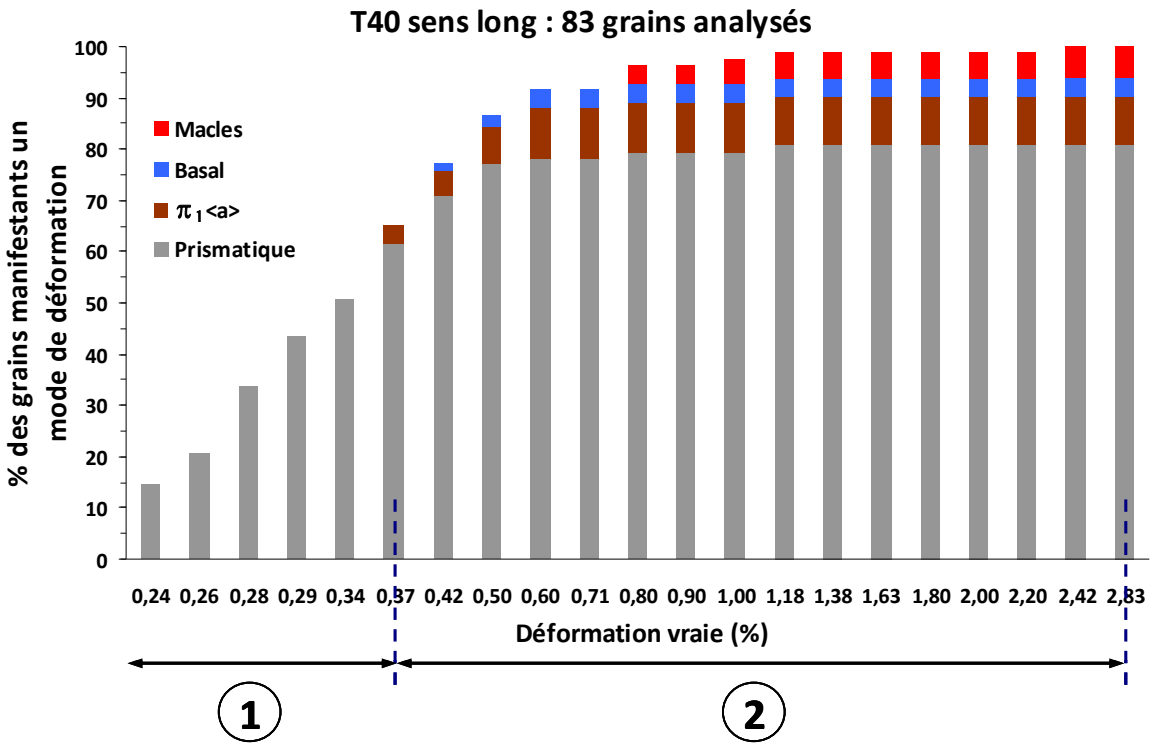
Le glissement prismatique prédomine au début de l'écoulement plastique dans le T40 et le T60 pour les deux directions de sollicitation, ce qui indique que c'est le système de glissement qui possède la cission critique d'activation la plus faible. C'est également le système le plus fréquent, avec environ 80 % des grains qui manifestent un glissement primaire prismatique dans les éprouvettes sollicitées en sens longitudinal.

Le deuxième mode de glissement, le plus fréquent, est le π_1<a> notamment dans le cas d'une traction selon DT avec environ 30 % des grains qui présentent ce mode de déformation dans le T60.

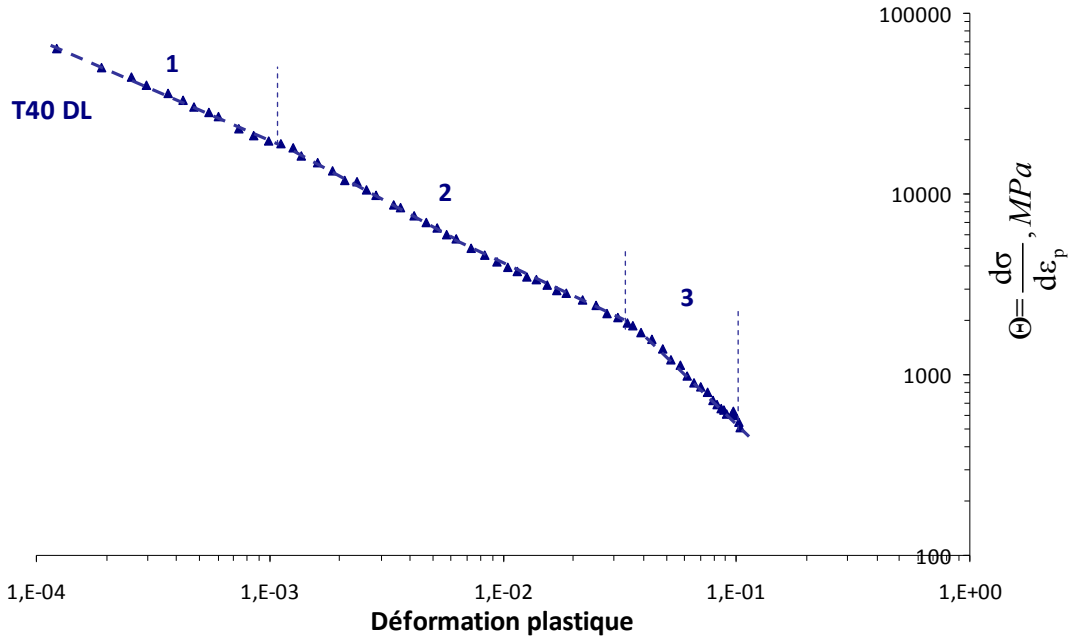
Le glissement pyramidal π_1<c+a> n'a pas été observé dans les échantillons déformés selon la direction de laminage. Cependant pour les éprouvettes sollicitées en sens travers, le glissement de type <c+a> opère comme système primaire dans 13 % et 19 % des grains pour le T40 et le T60 respectivement.

Aucune trace de glissement pyramidal de second ordre π_2<c+a> n'a été observée. Selon la littérature, ce mode de glissement est rarement observé en tension. Cependant, il a été observé par Zaefferer [16] dans le T40 et le T60 en traction bi-axiale et plus récemment par Roth [143] en traction simple sur du T40.

La Figure 4.15 compare la fréquence d'activation des divers systèmes dans le T40 et le T60 à 3 % de déformation. On constate qu'un accroissement de la teneur en oxygène favorise le glissement prismatique, au détriment du maclage.

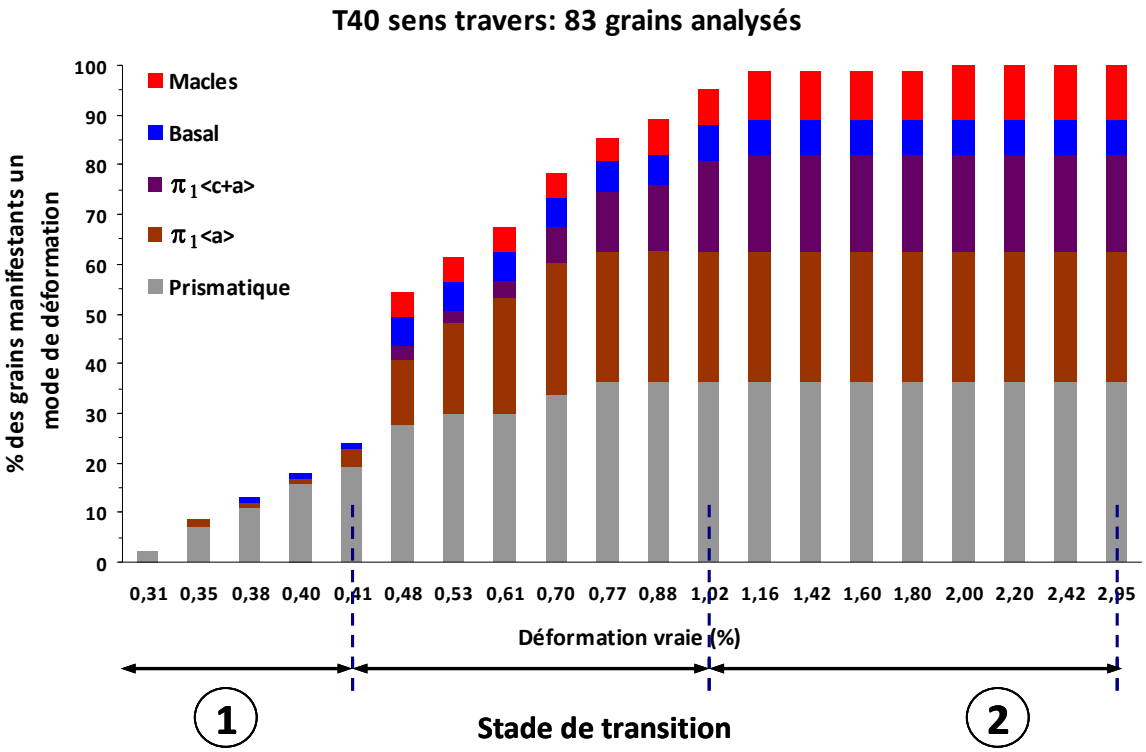


(a)

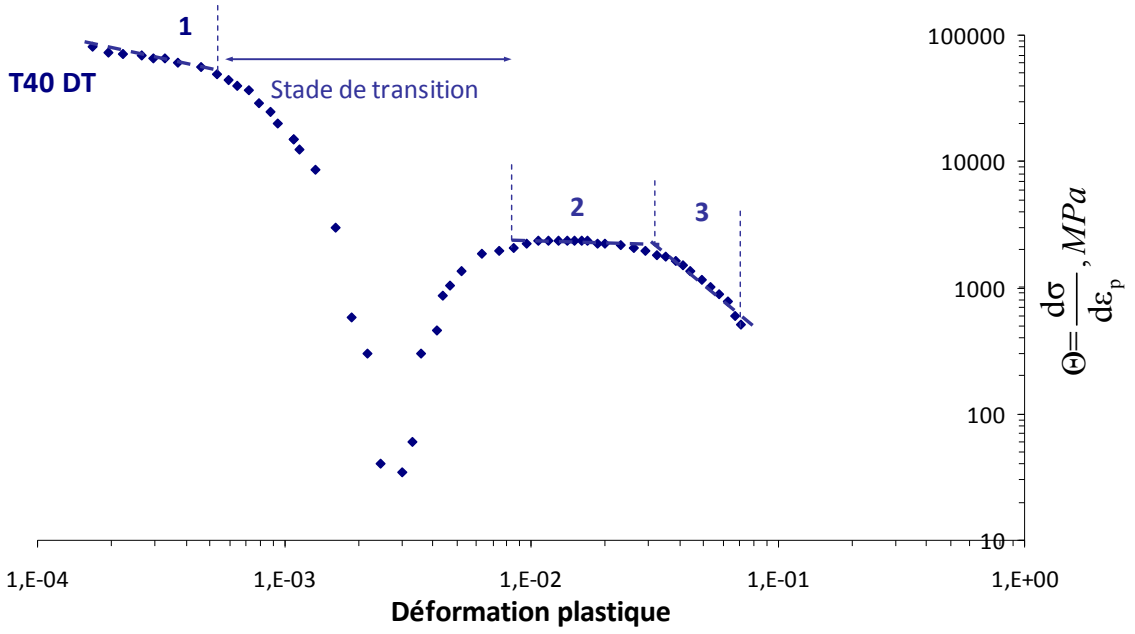


(b)

Figure 4.11 - (a) Fréquence des divers modes de glissement selon la déformation en traction selon le sens longitudinal dans le T40 ; (b) Correspondance avec la courbe de Crussard-Jaoul.

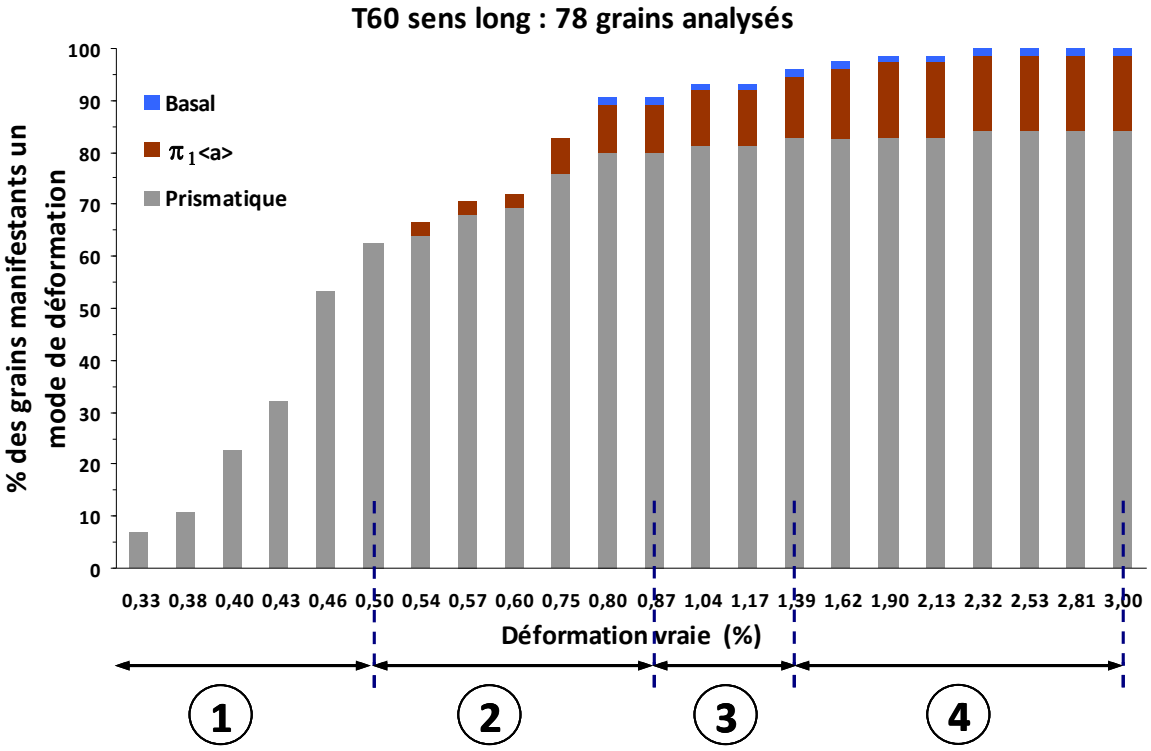


(a)

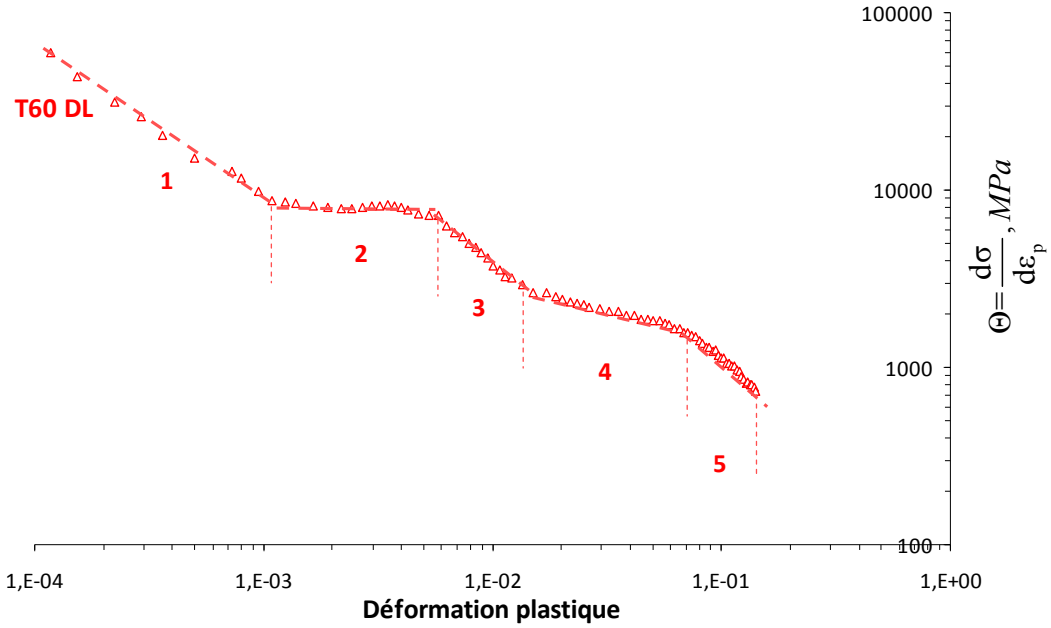


(b)

Figure 4.12 - (a) Fréquence des divers modes de glissement selon la déformation en traction selon le sens travers dans le T40 ; (b) Correspondance avec la courbe de Crussard-Jaoul.

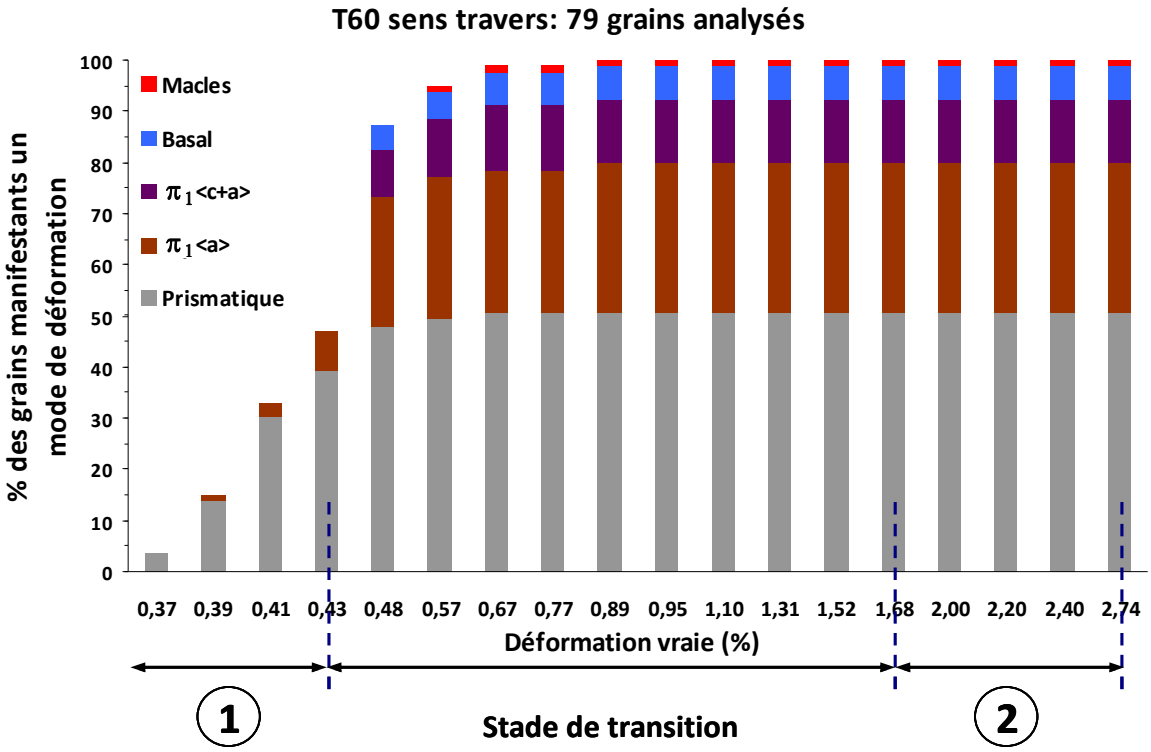


(a)

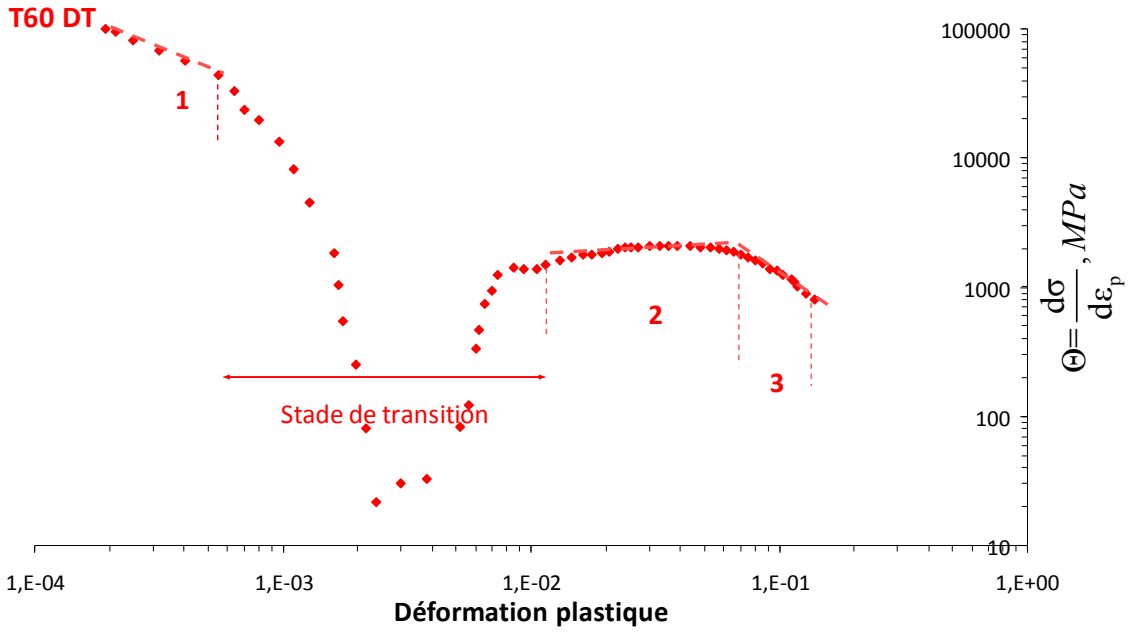


(b)

Figure 4.13 - (a) Fréquence des divers modes de glissement selon la déformation, en traction selon le sens longitudinal dans le T60 ; (b) Correspondance avec la courbe de Crussard-Jaoul.



(a)



(b)

Figure 4.14 - (a) Fréquence des divers modes de glissement selon la déformation en traction selon le sens transversal dans le T60 ; (b) Correspondance avec la courbe de Crussard-Jaoul.

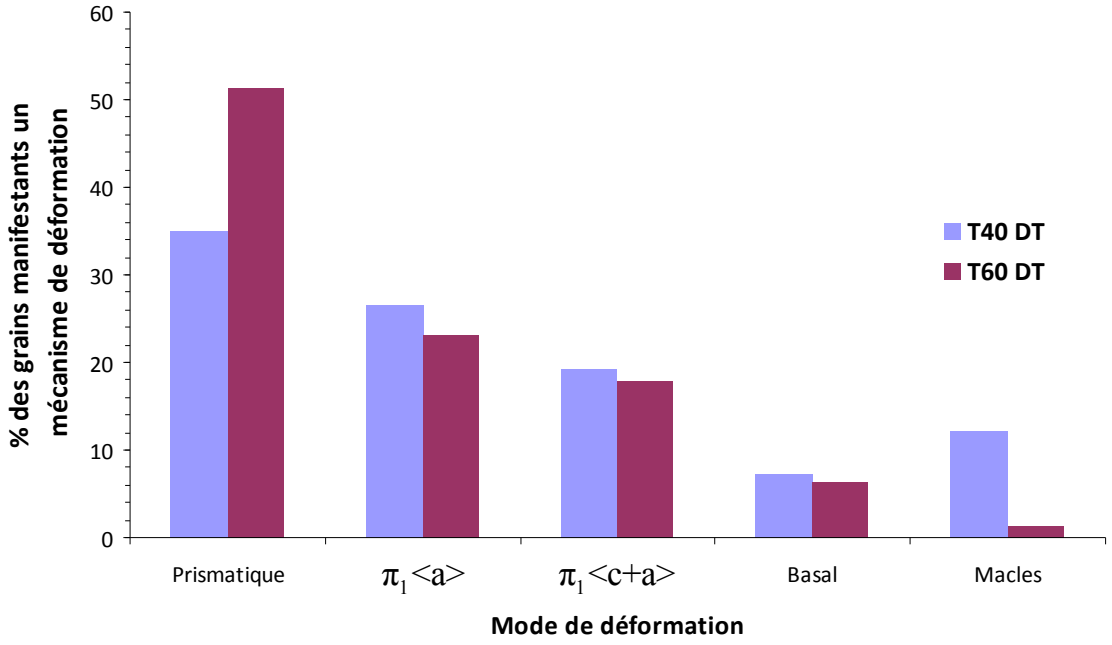


Figure 4.15 - Effet de l'oxygène sur l'activation des modes de déformation.

IV.2.2. Morphologie du glissement (analyse qualitative)

Le matériau se plastifie par multiplication et intensification des lignes de glissement. Les lignes du glissement prismatique sont les plus prononcées et initialement relativement espacées, comme on peut l'observer sur la Figure 4.16-a. L'espace interligne diminue lorsque ε_p augmente. Les premières traces de glissement prismatique sont rectilignes, mais les nouvelles traces ont tendance à devenir plus ondulées au fur et à mesure que le matériau se déforme (Figure 4.16-b). Naka *et al* [48,152] ont observé des lignes de glissement ondulées dans des monocristaux de titane au-dessus de 300 K et l'attribuent au glissement dévié des dislocations prismatiques vers les plans pyramidaux. En revanche, les lignes de glissement du système basal sont ondulées et grossières sur toute la gamme de déformation. Les mêmes observations ont été rapportées pour le titane monocristallin [38,88]. Le glissement π_1<a> est caractérisée par des lignes fines et distribuées d'une façon homogène.

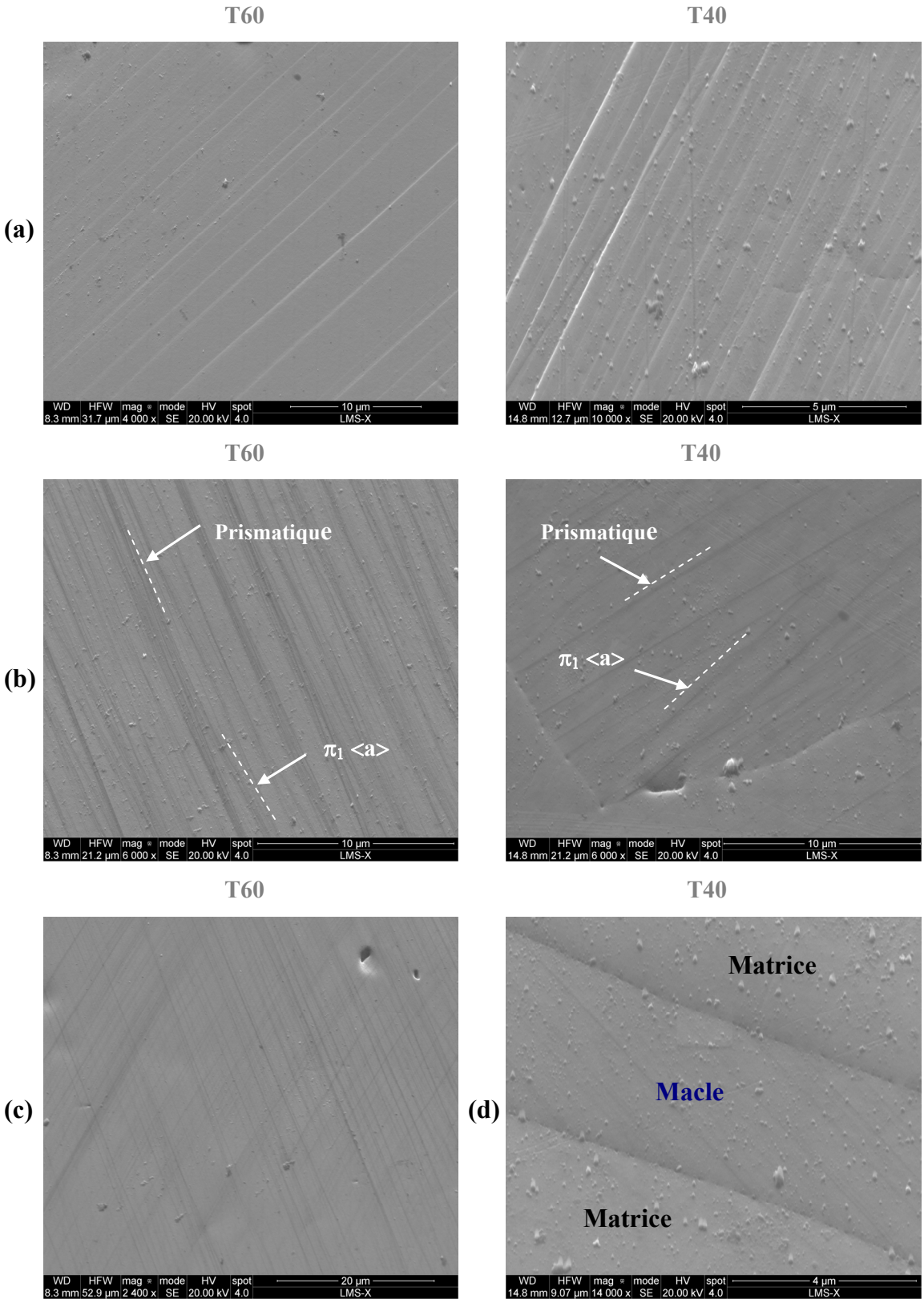


Figure 4 .16 - Morphologie des lignes de glissement : (a) système prismatique ; (b) glissement dévié ; (c) double glissement prismatique ; (d) activation du glissement dans les macles {10-12} <-1011>.

IV.2.3. Le maclage mécanique

Le maclage reste inactif dans le T60 jusqu'à 8 % de déformation dans la direction longitudinale. Cependant, quelques rares macles ont été observées dans ce matériau sollicité dans la direction transverse. Le maclage est plus actif dans le T40, particulièrement dans la direction transverse. Les analyses EBSD des macles activées ont révélé une désorientation de 85° par rapport à l'axe <11-20> ce qui correspond à des macles de tension de type {10-12} <-1011>. Les grains maclés ont leur axe *c* proche de la direction de sollicitation. Les macles sont légèrement lenticulaires et ont tendance à croître en épaisseur. La Figure 4.17 montre un exemple de germination et de croissance de quelques macles. Une estimation de la fraction surfacique des macles a été effectuée à l'aide du logiciel 'ImageJ', en post-traitant des cartes EBSD de 600x600 μm^2 avec une résolution de 800x800 $pixels^2$ soit 0,75 µm/pixel. Un tracé manuel du contour de chaque macle détectée par EBSD permet la mesure de la surface qu'elle occupe et la fraction surfacique totale correspondante peut donc être calculée. La Figure 4.18 décrit l'évolution de la fraction surfacique de macles en fonction de la déformation plastique pour le T40 sollicité en sens travers, pour lequel le maclage est le plus actif. La surface maclée croît avec la déformation mais ne dépasse pas 2 % à ε_p=8 %. Notons que les nouvelles orientations des zones maclées deviennent favorables pour l'activation du glissement comme le montre la Figure 4.16-d.

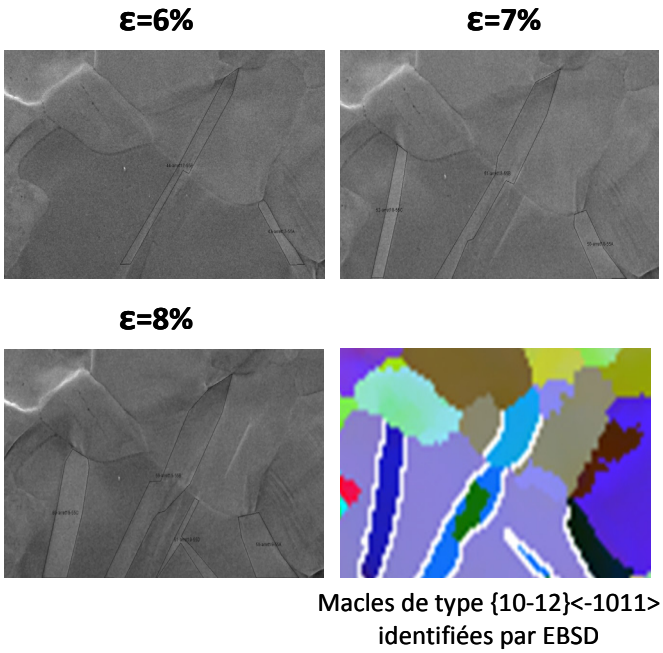


Figure 4.17 - Macles de tension dans le T40 sollicité dans la direction transverse.

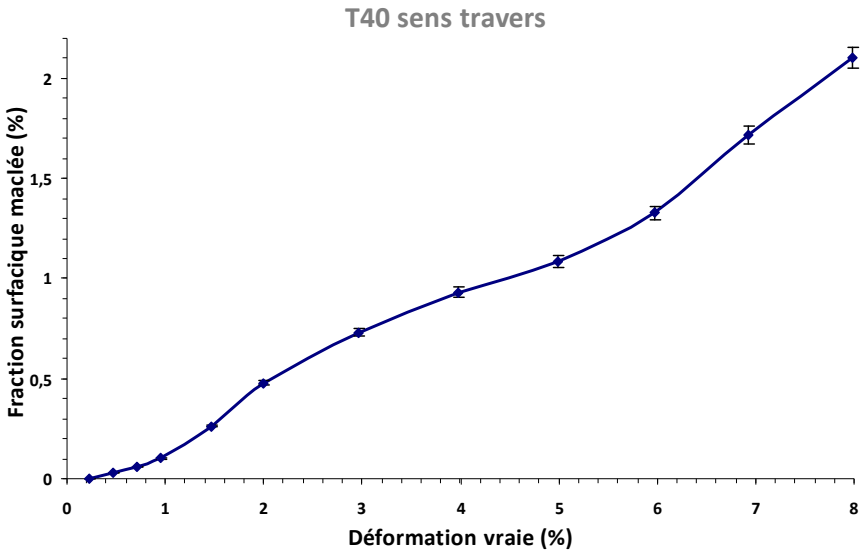


Figure 4.18 - Évolution de la fraction surfacique des macles dans le T40 sollicité en sens travers.

Des analyses EBSD ont également été effectuées sur la section des éprouvettes cylindriques de T40 déformées jusqu'à rupture ($\varepsilon_{\text{T40 long}}^{\text{rupture}} = 46$ % et $\varepsilon_{\text{T40 travers}}^{\text{rupture}} = 48$ %). La fraction surfacique maclée est de 8 % environ pour l'échantillon sollicité suivant la direction transverse contre 5,2 % dans la direction de laminage. Outre les macles de tension de type {10-12} <-1011> déjà observées à faible déformation, on note la présence de macles de compression de type {11-22} <11-23> (Figure 4.19).

L'analyse des orientations des grains maclés avant et après maclage montre que les macles d'extension {10-12} s'activent quand l'axe <*c*> est proche de l'axe de traction et réorientent celui-ci de 85° (Figure 4.20-a). Cette nouvelle orientation où l'axe <*c*> devient quasiment normal à la direction de tension est maintenant favorable à l'activation de macles de compression {11-22} ce qui suggère la transformation au cours de l'essai des macles d'extension en macles de contraction qui de nouveau réorientent l'axe <*c*> de 65° (Figure 4.20-b). Ainsi, des macles peuvent aussi se créer au sein d'autres macles plus massives. Battaini [39] observe, dans le titane pur, des macles de type {10-12} au sein de macles massives de type {11-22}, et réciproquement.

Compte tenu de son activité limitée, le maclage contribue peu à l'accommodation de la déformation plastique, du moins pour une vitesse de sollicitation de 2.10^{-4} s^{-1}, et ne peut pas expliquer à lui seul les différences observées en termes de réponse mécanique et d'écrouissage entre T40 et T60 ainsi qu'entre les sens DL et DT.

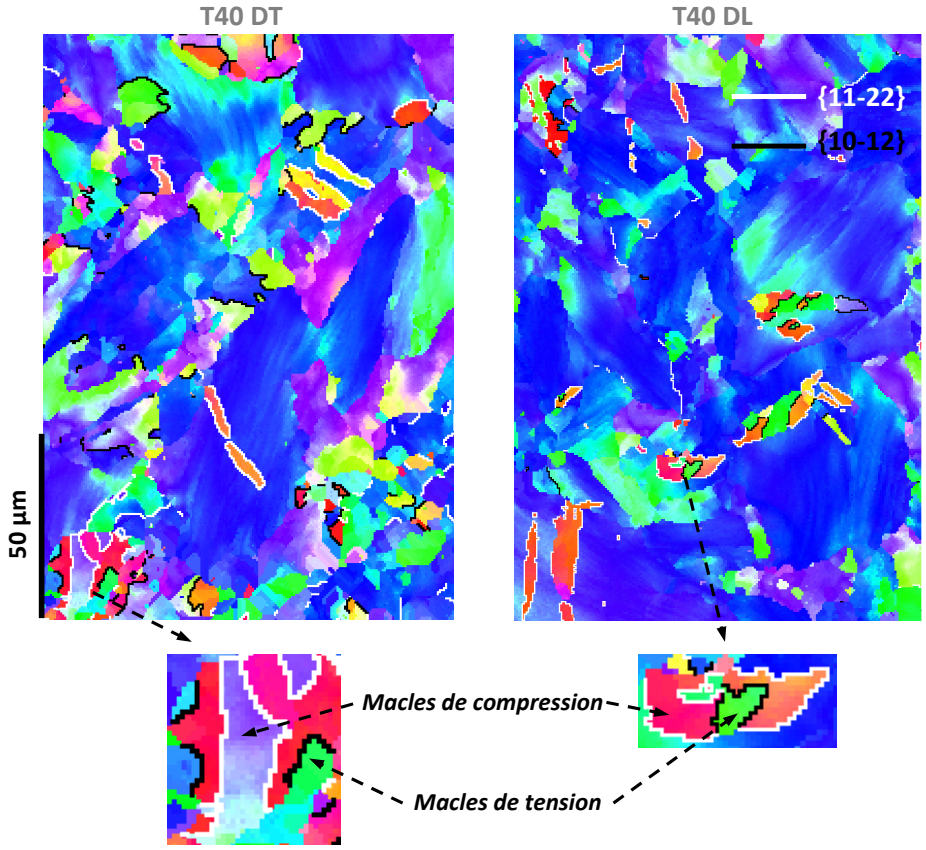
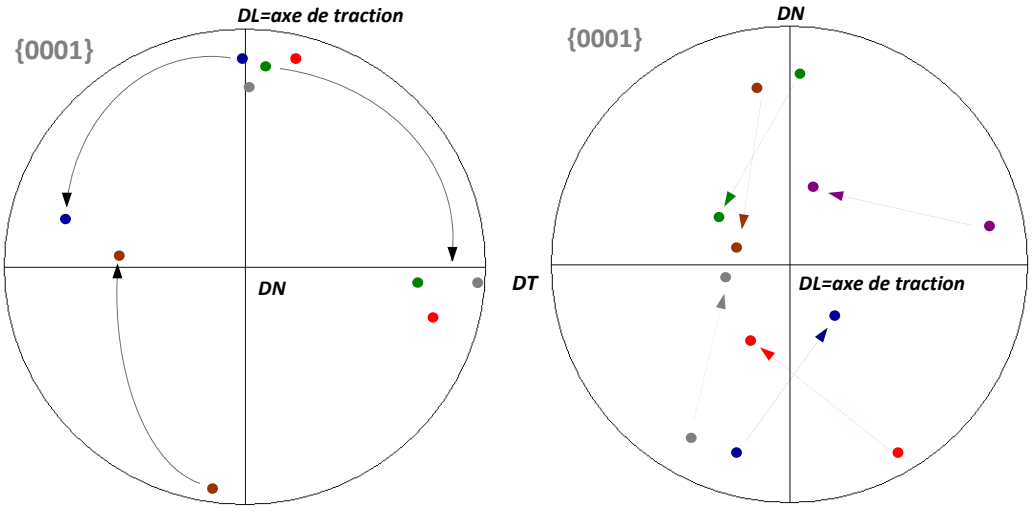


Figure 4.19 - Exemple d'identification des macles dans le T40 déformé à 2.10^{-4} s^{-1} jusqu'à rupture.



(a) Macles {10-12} **(b) Macles {11-22}**

Figure 4.20 - Orientation de l'axe c avant et après maclage (a) {10-12} <-1011> ; (b) {11-22} <11-23>.

IV.2.4. Cissions critiques

IV.2.4.1. Glissement prismatique

La Figure 4.21 montre la répartition de la cission apparente d'activation du glissement prismatique mesurée sur 65 grains dans le T40 et 59 grains dans le T60. Les valeurs moyennes sont respectivement de 120 et 192 MPa, avec un étalement de ±60 et ±70 MPa.

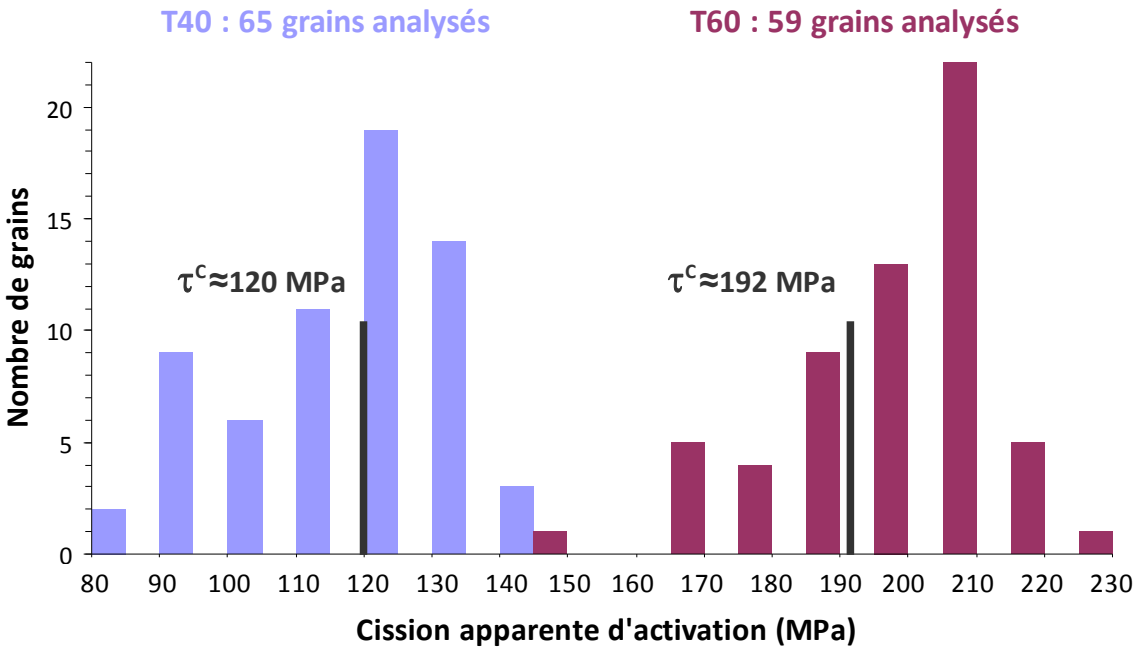


Figure 4.21 - Répartition de la cission apparente d'activation du glissement prismatique dans le T40 et le T60.

Plusieurs pistes qui pourraient expliquer la dispersion des valeurs de τ_{prism}^{app} dans le T60 ont été examinées. Tout d'abord, une corrélation avec la taille des grains a été envisagée. La Figure 4.22 présente τ_{prism}^{app} fonction de $1/\sqrt{d}_{grain}$ et montre effectivement que la cission apparente d'activation tend à augmenter lorsque la taille de grain décroît, comme le prévoit la loi de Hall-Petch. Cependant, le coefficient de corrélation est faible et la pente est environ deux fois plus faible que celle mentionnée par Conrad [6] pour le titane.

Par ailleurs, pour une taille de grain donnée, la cission apparente d'activation peut varier de près de 35 MPa (Figure 4.22-'Ensemble 1'). Ainsi, la dispersion de la taille des grains n'explique qu'en partie la dispersion des cissions apparentes d'activation.

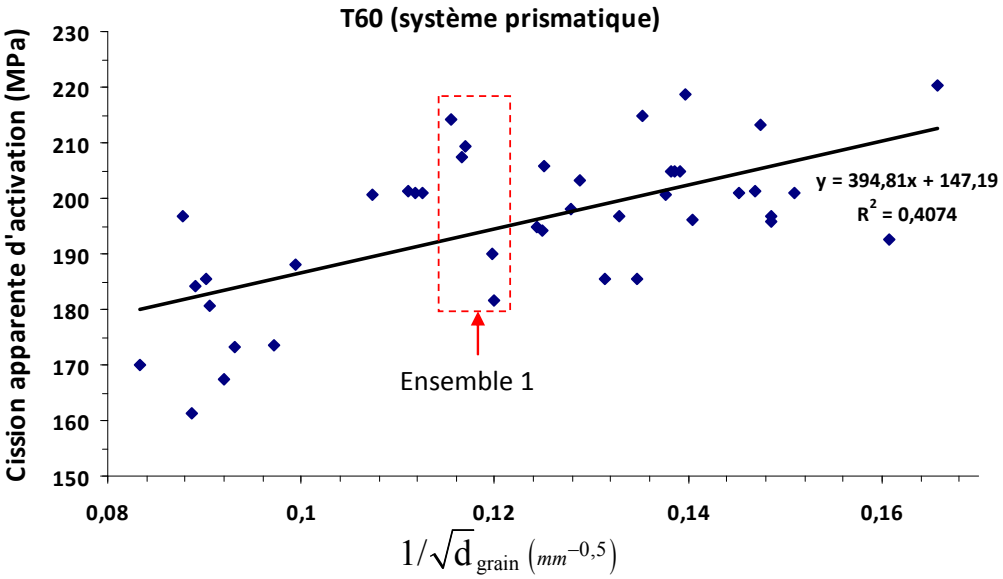


Figure 4.22 - Effet de la taille des grains sur la cission apparente d'activation du glissement prismatique dans le T60.

Une deuxième cause possible de cette dispersion est un écart à la loi de Schmid. Naka [81], rapporte une différence de 40 % entre les valeurs minimale et maximale de la cission critique du système prismatique dans des monocristaux de titane sollicités en compression (Figure 4.23).

Considérant que l'activation d'un système prismatique requiert une constriction du cœur des dislocations vis étalé sur les plans pyramidaux, il en déduit que la cission résolue sur les deux plans pyramidaux qui contiennent le vecteur de Bürgers ne doit pas être trop faible et montre effectivement que la cission critique prismatique augmente quand le facteur de Schmid minimal des deux systèmes pyramidaux possédant le même vecteur de Bürgers diminue (Figure 4.24).

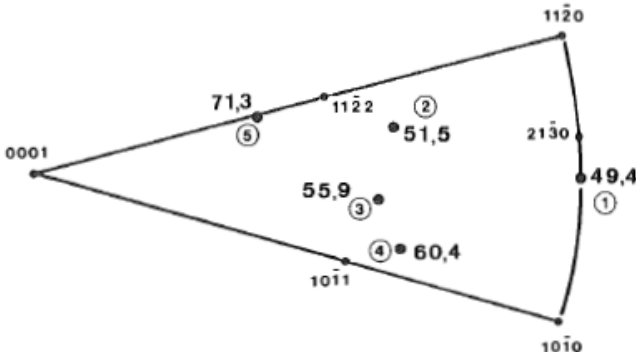


Figure 4.23 - Cissions critiques d'activation du glissement prismatique dans des monocristaux de titane en compression, selon leur orientation (Naka [81]).

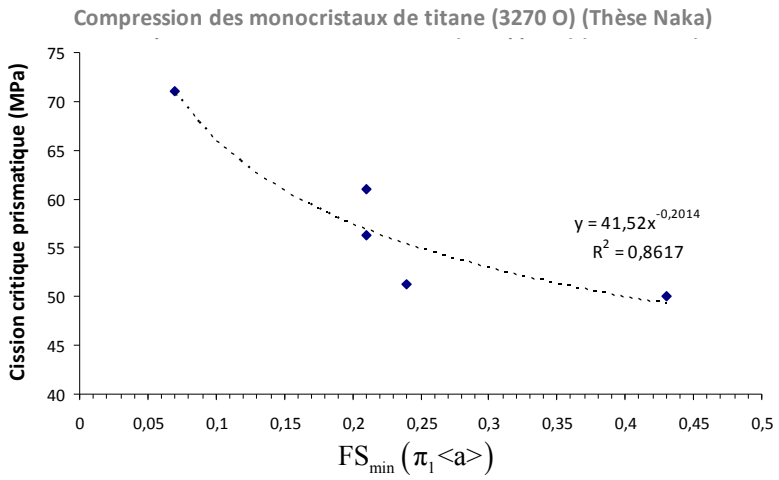


Figure 4.24 - Évolution de la cission critique du système prismatique en fonction du facteur de Schmid minimal sur les deux plans pyramidaux contenant le vecteur de Bürgers (Naka [81]).

Pour étudier l'hypothèse d'un tel phénomène, en le séparant de l'effet de taille de grain, les différences de cission apparente d'activation du glissement prismatique entre des grains ayant des tailles similaires (population de cinq grains désignée par « ensemble 1 » sur la Figure 4.22 ont été analysées. La Figure 4.25 indique la position de l'axe de traction par rapport à chacun de ces grains, ainsi que les cissions apparentes d'activation du glissement prismatique correspondantes. Les facteurs de Schmid sur les deux systèmes pyramidaux π_1<a> partageant le même vecteur de Bürgers que le système prismatique activé ont été calculés pour ces grains mais aucune corrélation avec le plus faible des ces deux facteurs de Schmid n'est apparue. S'il existe un écart à la loi de Schmid, il ne semble pas pouvoir être expliqué comme le propose Naka.

La possibilité que les lignes de glissement des systèmes prismatiques dont le vecteur de Bürgers est quasi-normal à la surface de l'échantillon soient détectées plus tôt que celles avec un vecteur de Bürgers presque parallèle à la surface a été également testée. Le produit scalaire entre la normale à la surface et le vecteur de Bürgers a été calculé, mais aucune corrélation avec la cission apparente d'activation du glissement prismatique n'a été trouvée. Ainsi, la possibilité que la dispersion de τ_{prism}^{app} soit liée à une différence de visibilité est exclue.

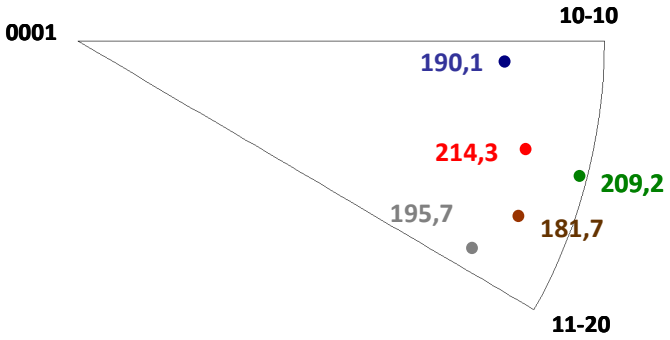


Figure 4.25 - Valeurs des cissions apparentes d'activation du système prismatique (en MPa) en fonction de l'orientation des grains de l'ensemble 1 (D_{grain}≈71±2 µm), dans le T60 sollicité dans la direction longitudinale.

Il semble donc finalement que cette dispersion découle en partie des effets de taille de grain mais aussi des contraintes de compatibilité intergranulaires et de l'hétérogénéité du champ de contrainte local qui en résulte. Selon Fisher et Renken [3], le module d'Young des monocristaux de titane à l'ambiante varie entre 104 et 142 GPa, selon l'orientation de leur axe *c* par rapport à la direction de sollicitation. Si on ajoute l'effet de l'anisotropie plastique, il est certain que les contraintes de compatibilité sont importantes.

Les valeurs moyennes de 120 et 192 MPa des cissions apparentes d'activation du glissement prismatique sont cohérentes avec les mesures effectuées à une vitesse de 10^{-4} s^{-1} sur des monocristaux de diverses puretés (Figure 4.26-a), en prenant en compte l'effet de la taille des grains via la loi de Hall-Petch. Avec le coefficient k =6 MPa√mm donné par Conrad [6] et une taille des grains de 40 µm, on prévoit une cission critique dans nos polycristaux supérieure d'environ 30 MPa à celle des monocristaux de même pureté, ce qui est assez bien vérifié.

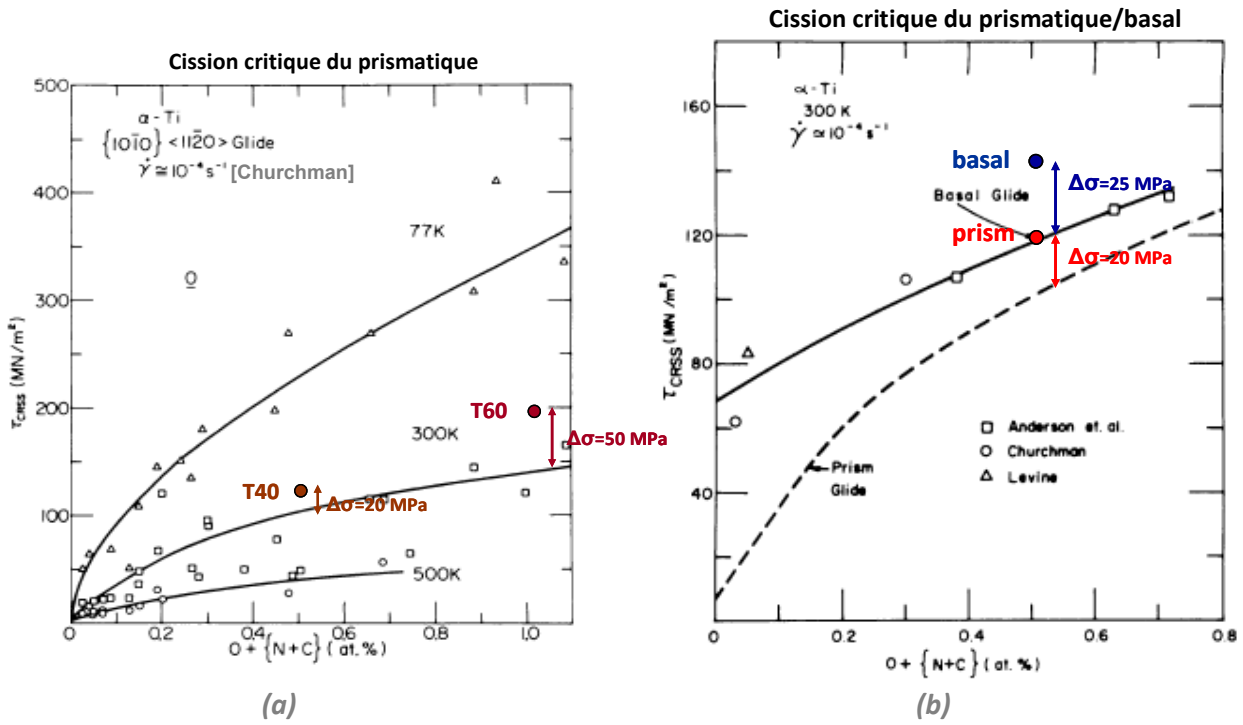


Figure 4.26 - Compilation de données sur la cission critique d'activation du glissement prismatique dans des monocristaux de titane : (a) prismatique ; (b) prismatique/basal (Conrad [6]).

IV.2.4.2. Autres systèmes de glissement

Le Tableau 4.1 présente les cissions critiques obtenues pour le glissement basal et pyramidal de type <a> ou <c+a> normalisées par la valeur moyenne de la cission apparente d'activation du glissement prismatique. Le nombre de grains analysés pour obtenir chaque valeur est indiqué dans le Tableau 4.2.

Matériau	Prism <a>	Basal <a>	π_1<a>	π_1<c+a>
T40	1	1,52±0,08	1,24±0,04	**2,01±0,30**
T60	1	1,48±0,08	1,18±0,05	**1,82±0,15**

Tableau 4.1 - Cissions critiques normalisées par rapport au prismatique.

	Matériau	Nombre de grains analysé pour l'estimation des ratios des cissions critiques	
		Borne inférieure	Borne supérieure
$\tau^c_{basal <a>}/\tau^c_{prism}$	T40	59	6
	T60	65	5
$\tau^c_{\pi_1 <a>}/\tau^c_{prism}$	T40	59	22
	T60	65	23
$\tau^c_{\pi_1 <c+a>}/\tau^c_{prism}$	T40	59	6
	T60	65	7

Tableau 4.2 - Nombres de grains analysés pour l'estimation des ratios des cissions critiques.

Les ordres de grandeur des ratios trouvés pour le glissement basal et pyramidal <a> sont cohérents avec les données de la littérature sur des monocristaux. Churchman [8] rapporte, pour le titane à 1000 ppm d'oxygène, des valeurs de 1,08 et 1,19 pour les ratios $\tau^c_{\pi_1 <a>}/\tau^c_{prism}$ et $\tau^c_{basal}/\tau^c_{prism}$ respectivement.

Le faible rapport entre la cission critique du glissement prismatique et basal tant dans le T60 que dans le T40 est également en accord avec les données sur des monocristaux compilées par Conrad [6] montrant que ces deux cissions se rapprochent quand la teneur en oxygène augmente (Figure 4.26-b). La faible activité du système basal peut sembler étonnante, sa cission critique étant plus faible que celle du système π_1<c+a> plus actif. Cependant, la texture de laminage conduit à des faibles valeurs de facteurs de Schmid (Figure 2.7-chapitre II), ce système ne s'active donc qu'assez peu.

IV.2.5. Mesure des champs de déformation locale par corrélation d'images numériques (CIN)

La technique de mesure des champs de déformation locale par CIN est détaillée dans l'annexe A. Les images de haute résolution acquises à chaque arrêt lors des essais sous MEB permettent, comme on le verra, de mettre en évidence des mécanismes de déformation comme le glissement aux joints. La CIN permet en outre de caractériser l'évolution des champs de déformation et de quantifier leur degré d'hétérogénéité, qui s'avère dépendant de la teneur en oxygène et du sens de sollicitation. Les valeurs moyennes axiale et transverse des champs de déformation permettent également de déterminer l'évolution du coefficient de Lankford.

IV.2.5.1. Champs de déformation et micro-mécanismes de déformation

À partir de chaque cartographie de déformation, la déformation plastique moyenne dans la direction de traction, $\varepsilon_{p11_moyenne}$, peut être calculée. Si celle-ci est égale à la déformation plastique globale mesurée par l'extensomètre on peut estimer que la zone analysée est représentative du comportement moyen. En partant d'une zone de 1x1 mm^2 et en effectuant des analyses sur des zones de plus en plus petites, la taille de la zone élémentaire représentative a été estimée à 500x500 μm^2 soit environ 100 grains, pour le T40 comme pour le T60.

Les Figures 4.27-a et 4.27-b présentent, pour le T60 et le T40 sollicités dans la direction transverse, des cartographies de déformation plastique dans la direction de traction ε_{p11} à différents stades. La courbe noire superposée à chaque échelle de couleur correspond à l'histogramme de la déformation, (qui sera analysé en détail plus loin). On n'observe pas de déplacement de bandes de localisation, mais plutôt une intensification progressive d'une localisation précoce de la déformation en bandes inclinées d'environ 45° par rapport à l'axe de traction.

Deux mécanismes de déformation peuvent être distingués :

- Une déformation intra-granulaire par glissement et/ou maclage.
- Une déformation intergranulaire par glissement aux joints.

Les Figures 4.28 à 4.30 montrent la correspondance entre les images MEB et les champs de déformation locale correspondants et mettent en évidence l'activation de ce second mode de déformation vers ε_p=3 et 7 % dans le T40 et le T60 respectivement. Dans le T40, le glissement aux joints s'accompagne parfois d'une décohésion et conduit à un endommagement intergranulaire (Figure 4.31).

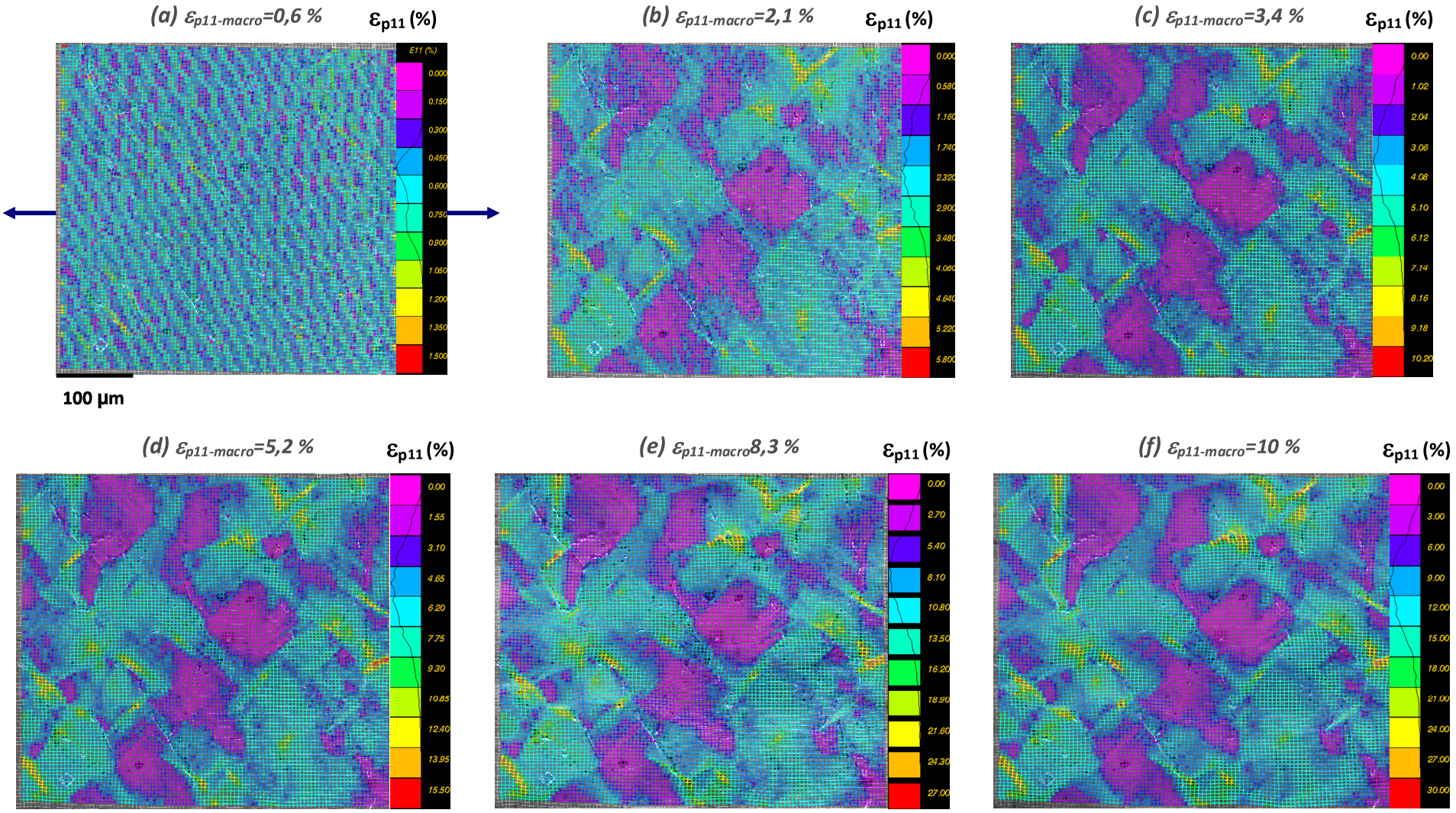


Figure 4.27-a - Cartes des déformations plastiques axiales ε_{p11} pour le T60 sollicité en sens travers.

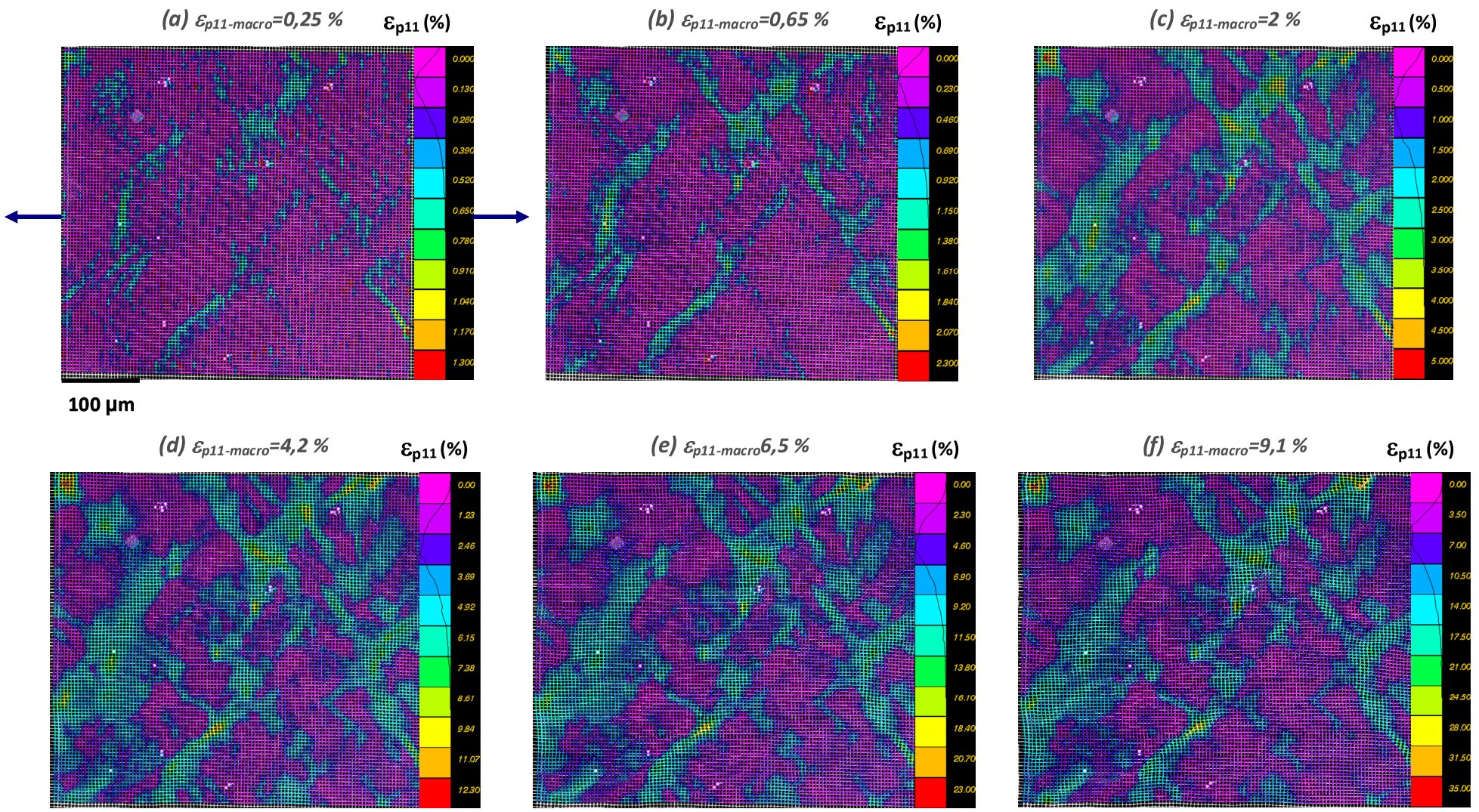


Figure 4.27-b - Cartes des déformations plastiques axiales ε_{p11} pour le T40 sollicité en sens travers.

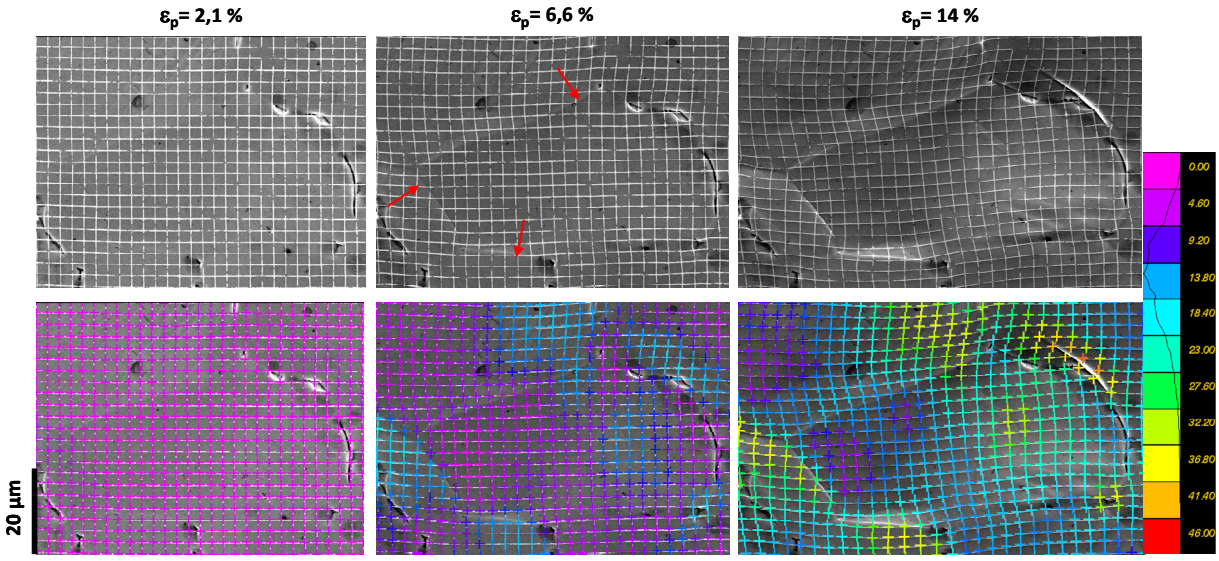


Figure 4.28 - Illustration du mécanisme de glissement aux joints dans le T60 DT.

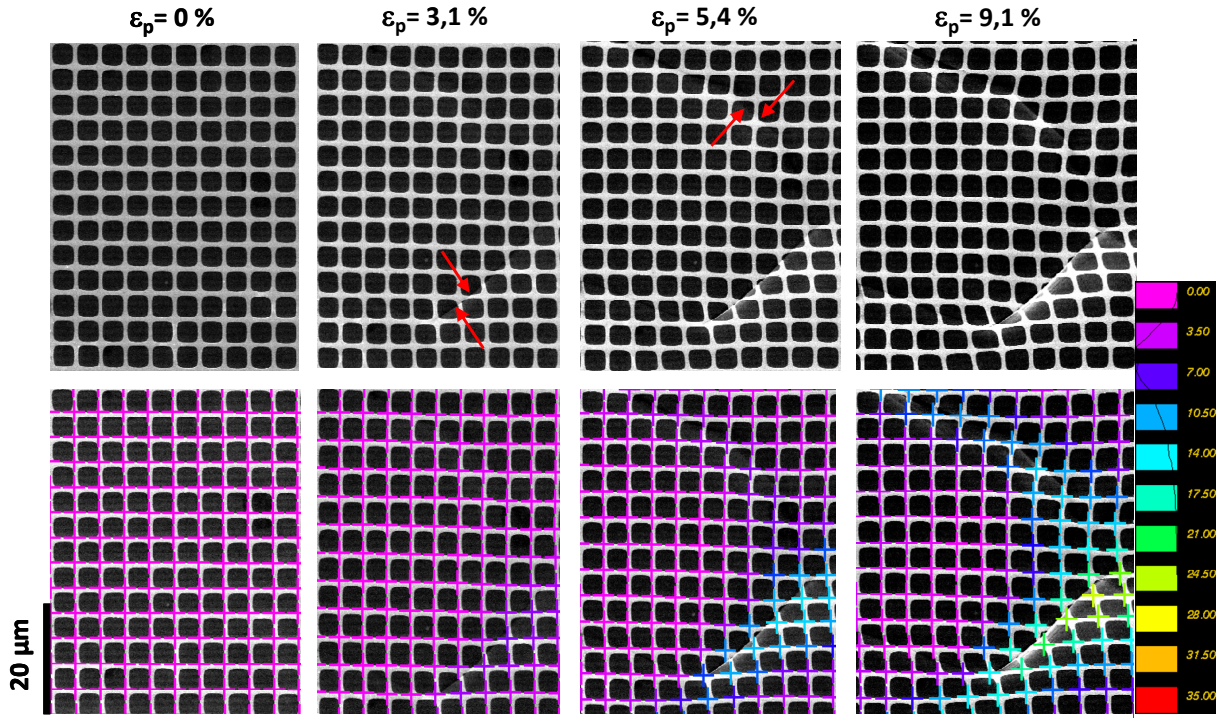


Figure 4.29 - Illustration du mécanisme de glissement aux joints dans le T40 DT.

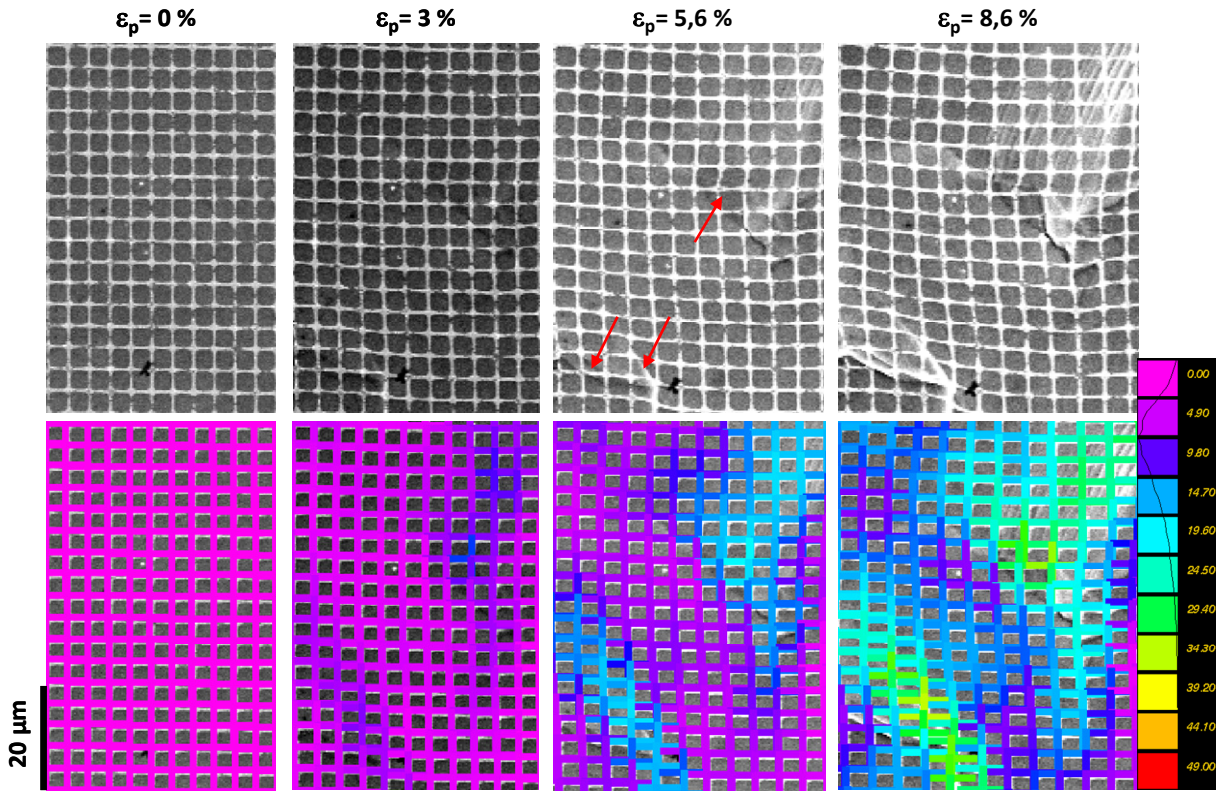


Figure 4.30 - Illustration du mécanisme de glissement aux joints dans le T40 DL.

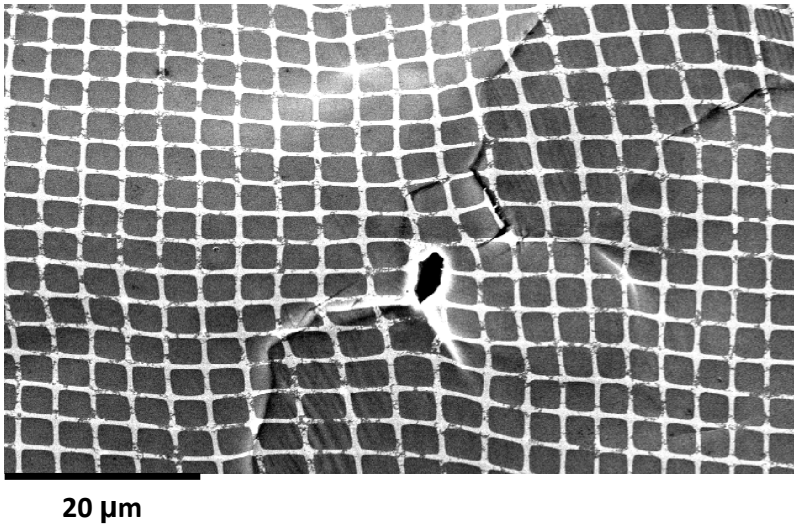


Figure 4.31 - Décohésion de certains joints de grains et cavitation intergranulaire dans le T40 déformé de 8,6 % en sens longitudinal.

On note que ce mode de déformation intervient aux interfaces où les incompatibilités plastiques entre grains voisins semblent importantes (traces de glissement ou maclage visibles dans un des grains et non dans l'autre, déformations locales différentes) ce qui permet de relaxer les contraintes de compatibilité et donc de baisser le taux d'écrouissage.
Ce mécanisme d'accommodation à été observé par Matsunaga *et al.* [153] dans le Zinc-α lors d'essais de fluage à l'ambiante.

IV.2.5.2. Calcul des coefficients de Lankford à partir des champs de déformation

Le coefficient de Lankford mesurant l'anisotropie transverse de la déformation correspond au rapport entre la déformation plastique selon la largeur de l'éprouvette ε_{22} et celle selon l'épaisseur ε_{33}. En supposant l'incompressibilité plastique : $\varepsilon_{p11} + \varepsilon_{p22} + \varepsilon_{p33} = 0$, le coefficient de Lankford peut être exprimé en fonction des déformations axiale et transverse :

$$r = \frac{\varepsilon_{22}^{p}}{\varepsilon_{33}^{p}} = -\frac{\varepsilon_{22}^{p}}{\varepsilon_{11}^{p} + \varepsilon_{22}^{p}} \qquad (4.3)$$

Les déformations moyennes ε_{p11} et ε_{p22} sont calculées à partir des champs de déformation mesurés. L'évolution du coefficient de Lankford en fonction de la déformation plastique est tracée sur la Figure 4.32 pour les quatre échantillons testés.

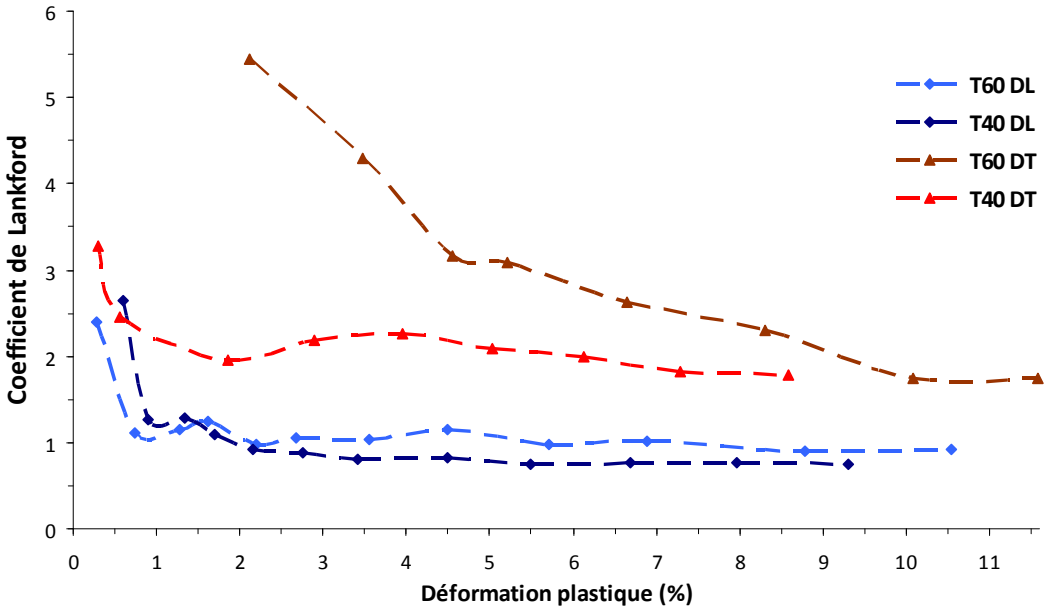


Figure 4.32 - Évolution du coefficient de Lankford au cours d'un essai de traction.

Au cours de la déformation, le coefficient de Lankford a tendance à diminuer (ce qui traduit un changement des contributions des divers modes de déformation) et il se stabilise plus rapidement pour une sollicitation dans la direction longitudinale. Les valeurs finales sont présentées dans le Tableau 4.3 et comparées à celles de la littérature. L'anisotropie est plus marquée lors d'une traction dans la direction transverse, avec des coefficients de Lankford plus élevés que dans la direction de laminage ce qui est cohérent avec les observations des faciès de rupture, qui sont plus elliptiques dans le premier cas (Figure 3.5-b-chapitre III). Dans la direction longitudinale, les coefficients de Lankford sont inférieurs à 1, ce qui traduit une aptitude à la déformation plus importante dans la direction normale à la tôle que dans la direction transverse. De la même façon, pour le sens travers, les valeurs de Lankford supérieures à l'unité reflètent une meilleure déformabilité de la tôle dans la direction de laminage que dans la direction normale. Enfin, pour une même direction de sollicitation, les valeurs du coefficient de Lankford sont proches dans le T40 et le T60.

	Cette étude		**Benmhenni [154]**	**Revil-Baudard [155]**
	T60	**T40**	**T40**	**T40**
Sens long	0,90	0,81	2,17	2,34
Sens travers	1,74	1,77	5,19	4,86

Tableau 4.3 - Coefficients de Lankford pour le T40 et le T60.

Pour le T40, les valeurs de *r* mesurées dans cette étude sont bien plus basses que celles rapportées dans d'autres travaux [154,155]. Ceci est probablement dû à la texture plus marquée du T40 étudié par Benmhenni [154], avec des axes *c* majoritairement tiltés de 30° par rapport à la direction normale à la tôle, alors qu'ici, les pôles (0001) sont plus étalés et désorientés entre 30 à 90° par rapport à la direction normale de la tôle vers la direction transverse. La texture n'est pas mentionnée dans l'étude de Revil-Baubard [155].

IV.2.5.3. Hétérogénéité de la déformation

À partir des champs de déformation locale, les histogrammes de distribution de la déformation plastique axiale ε_{11}^{p} normalisée par la déformation plastique moyenne permettent de caractériser l'hétérogénéité de la déformation. Un histogramme étalé traduit un champ de déformation hétérogène et un histogramme plus resserré caractérise un champ plus homogène.

La dispersion de la déformation peut également être évaluée à partir des écarts-types correspondants à chaque distribution. La Figure 4.33-a présente, pour le T40 DL, la superposition des histogrammes mesurés pour différents niveaux de ε_p. On note qu'en certains endroits, la déformation plastique atteint six fois la déformation moyenne et que les histogrammes successifs sont quasiment superposés. L'hétérogénéité de la déformation apparaît donc précocement et évolue peu au cours de l'essai, la localisation apparaissant dès les premiers stades de l'écoulement plastique. La faible variation de l'écart type au cours de l'essai (Figure 4.33-b) confirme ces constatations.

Une augmentation de la teneur en oxygène rend la déformation plus homogène, avec un histogramme plus resserré et un écart type plus bas (Figure 4.34). À ε_p =9 %, le rapport entre la déformation maximale et la déformation moyenne macroscopique atteint 4,75 pour le T40 DT contre seulement 3 % pour le T60 DT. Ces observations sont cohérentes avec une sensibilité à la vitesse plus élevée dans la nuance à plus forte teneur en oxygène, qui tend à s'opposer à l'accélération locale de la déformation dans les zones où elle se localise.

Pour le T40, une traction dans la direction de laminage provoque une localisation plus forte que dans le cas d'une sollicitation suivant le sens travers. On note un écart type de 0,61 pour le T40 DL contre 0,54 pour le T40 DT et une déformation maximale qui peut atteindre 6 fois la déformation macroscopique, à ε_p =9 %.

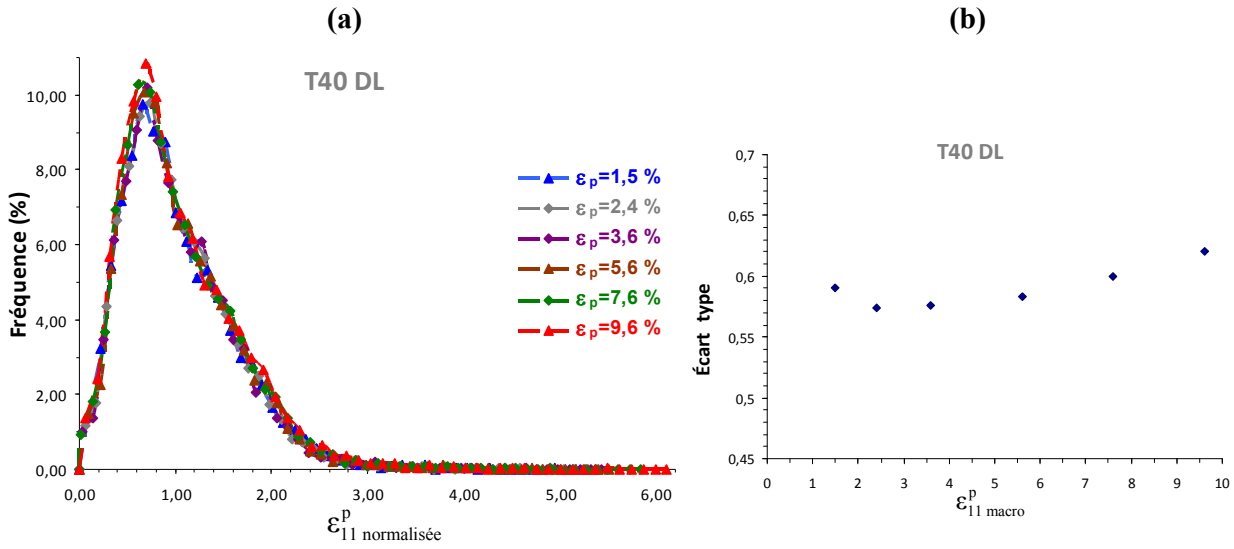


Figure 4.33 - Évolution de l'hétérogénéité de la déformation plastique du T40 sollicité en sens longitudinal en fonction de la déformation plastique moyenne : (a) Histogrammes ; (b) Écart-type.

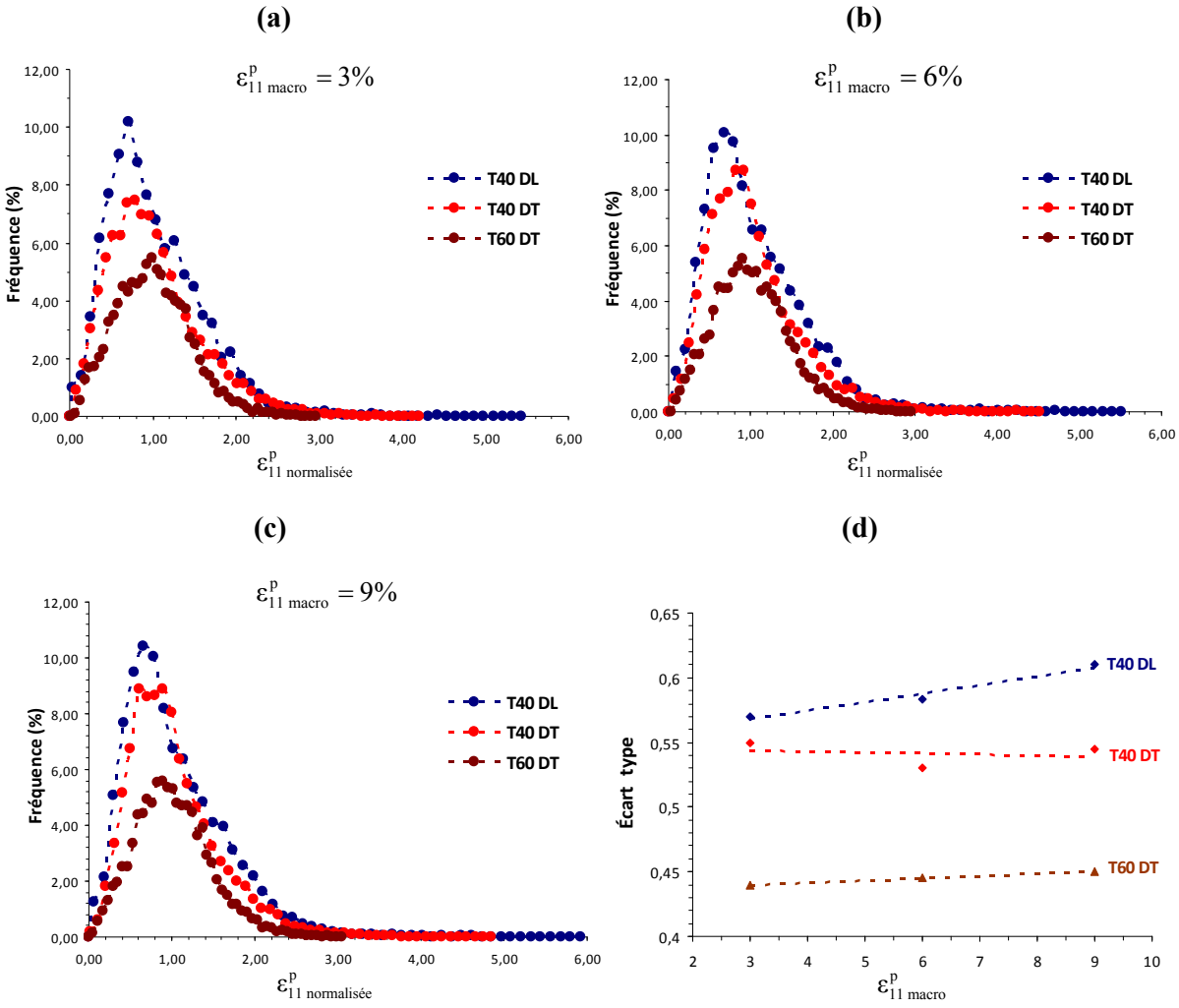


Figure 4.34 - Effet de l'oxygène et de la direction de sollicitation sur l'hétérogénéité de la déformation : (a-b-c) comparaison des histogrammes à 3, 6 et 9 % de déformation plastique ; (d) Écart-type.

IV.2.6. Corrélation entre taux d'écrouissage et mécanismes activés

IV.2.6.1. Direction longitudinale

Au cours du 'stade 1' défini sur les courbes d'écrouissage sur les Figures 4.11 et 4.13, seul le système prismatique est actif et accommode la déformation plastique dans les deux matériaux et pour les deux directions de sollicitation. La diminution du taux d'écrouissage est due à une augmentation progressive de la fraction des grains plastifiés (FGP).

Pour le T40, l'activation des systèmes pyramidal et basal, à $\varepsilon_p=10^{-3}$, coïncide avec le début du stade 2 où le taux d'écrouissage chute plus rapidement, ce qui traduit une déformation plastique ''plus facile''. Au cours de ce stade, la FGP continue à augmenter et se stabilise vers

$\varepsilon_p=10^{-2}$ soit avant la fin du stade 2. Cependant, aucun changement de pente sur la courbe $\Theta=f(\varepsilon_p)$ n'est observé jusqu'à la fin de ce stade ($\varepsilon_p=3.10^{-2}$). La baisse du taux d'écrouissage suggère que l'écrouissage du système prismatique est plus élevé que celui du pyramidal <a> ou du basal.

Un troisième stade, caractérisé par une diminution plus rapide du taux d'écrouissage, est observé à partir de $\varepsilon_p=3.10^{-2}$. Ce niveau de déformation coïncide avec l'activation du glissement aux joints, mis en évidence lors des essais sous MEB. Ce mode de déformation est en effet susceptible de relaxer en partie les contraintes de compatibilité intergranulaire, faisant ainsi chuter le taux d'écrouissage.

Pour le T60, on note, que durant le deuxième stade le taux d'écrouissage demeure constant. Pourtant, pendant ce stade, la fraction des grains plastifiés est encore croissante, ce qui devrait plutôt introduire une diminution du taux d'écrouissage et non pas une stagnation. Ceci suggère l'existence d'un mécanisme de compensation comme l'écrouissage latent entre les systèmes de glissement prismatiques non coplanaires, plus important dans le T60 que dans le T40, en raison d'une friction de réseau plus élevée introduite par l'oxygène, rendant le glissement dévié du prismatique au système π_1<a> plus difficile.

Pendant le stade 3, le taux d'écrouissage décroit de nouveau, ce qui pourrait être attribué à l'activation du système π_1<a>, ainsi qu'à l'augmentation de la FGP qui se stabilise à la fin de ce stade ($\varepsilon_p=1{,}2.10^{-2}$).

Tous les mécanismes de déformation sont activés au début du stade 4 et le matériau conserve jusqu'à une déformation de 7.10^{-2} une chute régulière du taux d'écrouissage qui s'accélère pendant le stade 5 traduisant l'activation du glissement aux joints.

IV.2.6.2. Direction Transverse

Durant le 'stade 1', l'écoulement plastique est accommodé principalement par le glissement prismatique (Figures 4.12 et 4.14). Cependant, en raison de la texture, la fraction des grains plastifiés par l'activation du système prismatique est plus faible que celle dans la direction longitudinale. Par exemple, dans le T40, 25 % des grains sont déformés à la fin du stade 1 dans le sens DT contre 50 % dans la direction de laminage. C'est la raison pour laquelle le stade 1 est plus court dans le sens travers ($\varepsilon_p=6.10^{-4}$ contre 10^{-3} pour DL), ce qui est en accord avec une activation plus précoce des systèmes secondaires dans la direction DT que DL et donc un changement de pente plus rapide sur la courbe $\Theta=f(\varepsilon_p)$.

Le ‘‘creux’’ observé au cours du stade transitoire correspond au plateau sur les courbes de traction, plus marqué dans le T60. Le début de ce stade transitoire correspond à une augmentation brusque de la fraction des grains plastifiés contrairement à la traction en direction longitudinale où l’augmentation de la FGP est plus progressive. D’autre part, l’activation du système π_1<c+a> se produit au même niveau de déformation que le crochet et le début du plateau. Si le crochet est un « pic de multiplication », cette multiplication des dislocations mobiles serait donc due à l’activation du glissement pyramidal <c+a>. S’il est dû à un phénomène de vieillissement statique, son apparition en sens travers uniquement suggère une interaction plus forte entre les atomes interstitiels et les dislocations de type <c+a>.

Pendant le stade 2, le taux d'écrouissage commence à augmenter à nouveau après le plateau.

Au cours du troisième stade, le taux d’écrouissage chute rapidement vers $\varepsilon_p=3.10^{-2}$ et $\varepsilon_p=6.10^{-2}$ pour le T40 et le T60 respectivement ce qui correspond à l’activation du glissement aux joints.

IV.2.7. Microstructure après fluage

Selon Ankem *et al.* [71,156,157], le fluage à l'ambiante d'alliages α Ti-Mn ou Ti-V à gros grains et faible teneur en oxygène serait dû en grande partie à une croissance lente de macles de type {10-11} <10-12> contrôlée par la diffusion d'oxygène hors des zones maclées, le maclage supprimant des sites octaédriques où ces atomes résident. Ce mécanisme n'est guère probable dans les tôles de T40 et T60 à plus forte teneur en oxygène et grains relativement fins étudiés ici, qui maclent très peu en traction. Par contre, il ne peut être exclu pour la billette.

D'après Matsunaga *et al.* [158] qui s'appuient sur des mesures AFM des hauteurs de marches formées aux joints en surface et sur des mesures d'énergie d'activation, le fluage à l'ambiante des matériaux hexagonaux serait contrôlé par le glissement aux joints de grains. On a vu précédemment que ce mécanisme est effectivement présent en traction, mais seulement à partir de quelques pourcents de déformation. Il ne peut pas expliquer le fluage primaire à l'ambiante qui ne peut donc être contrôlé que par le glissement de dislocations.

Afin d'étudier les mécanismes de fluage à l'ambiante des trois matériaux, des lames minces ont été prélevées, perpendiculairement à l'axe de sollicitation, dans les parties utiles des éprouvettes déformées en fluage jusqu'à des niveaux de déformation plastique de 0,8 à 3,7 % pour des observations *post mortem* au microscope électronique à transmission.

IV.2.7.1. Aspect de la microstructure et nature des mécanismes activés

IV.2.7.1.1. T40 et T60 (≥ 0,51 % at $O_{éq}$)

Dans le T60, la distribution des dislocations est assez homogène à l'intérieur des grains (Figures 4.35 et 4.36). On n'observe ni sous-joints ni cellules. Dans le T40, on note la présence de sous-joints (Figure 4.37), mais ce type de structures, déjà présent dans le matériau vierge, comme on l'a montré au deuxième chapitre, n'est sans doute pas formé lors du fluage.
La majorité des dislocations se présente sous la forme de longs segments vis rectilignes glissant dans un plan prismatique (Figure 4.35). Le caractère vis est plus marqué dans la nuance à plus forte teneur en oxygène que dans le T40, où les dislocations coin ou mixte sont plus présentes. Ces observations traduisent la forte friction du réseau à laquelle sont soumises les dislocations vis [159]. L'alignement préférentiel de ces dislocations est une indication

directe que leur glissement est plus difficile que celui des coins. Le fluage est donc contrôlé par le glissement des dislocations vis, principalement de type <a>.

Les systèmes prismatiques et pyramidaux π_1<a> sont principalement activés. Deux systèmes π_1<a> sont souvent activés, comme le montre la Figure 4.36.

L'activation du système basal est peu fréquente, tout comme en traction. Les dislocations de type <c+a> sont très rares après fluage dans la direction longitudinale, mais plus fréquentes après fluage selon DT (Figures 4.38 et 4.39).

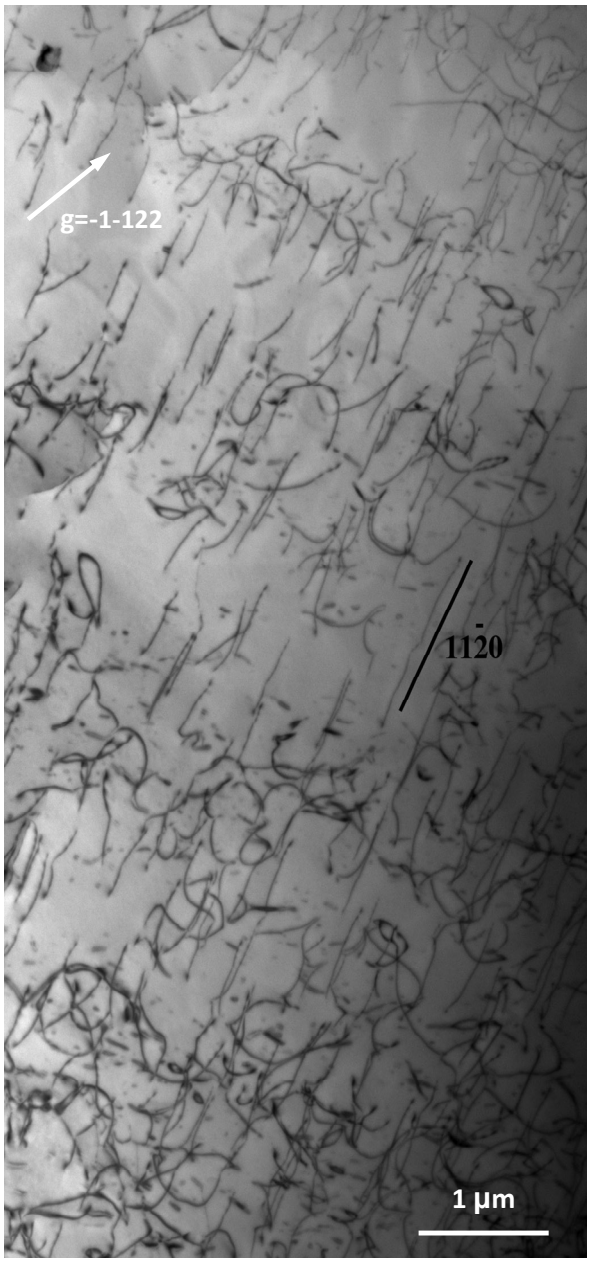


Figure 4.35 - Glissement prismatique des dislocations vis dans le T60 DL (σ_f=376 MPa ; ε_p=1,3 %).

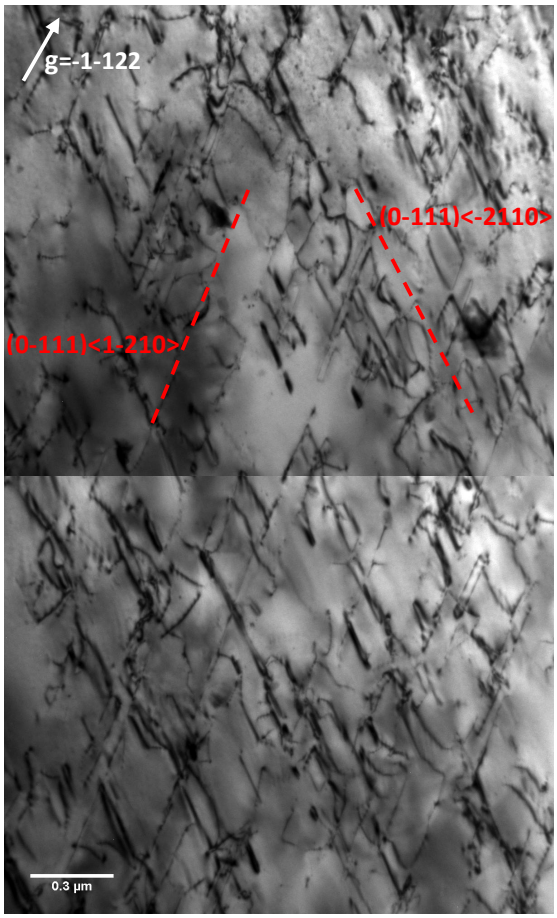


Figure 4.36 - Exemple d'activation de deux systèmes de glissement π_1 <a> *dans le T60 DT (σ_f=425 MPa ; ε_p=2,7 %).*

Figure 4.37 - Sous-joints dans le T40 DL (σ_f=300 MPa ; ε_p= 3,7 %).

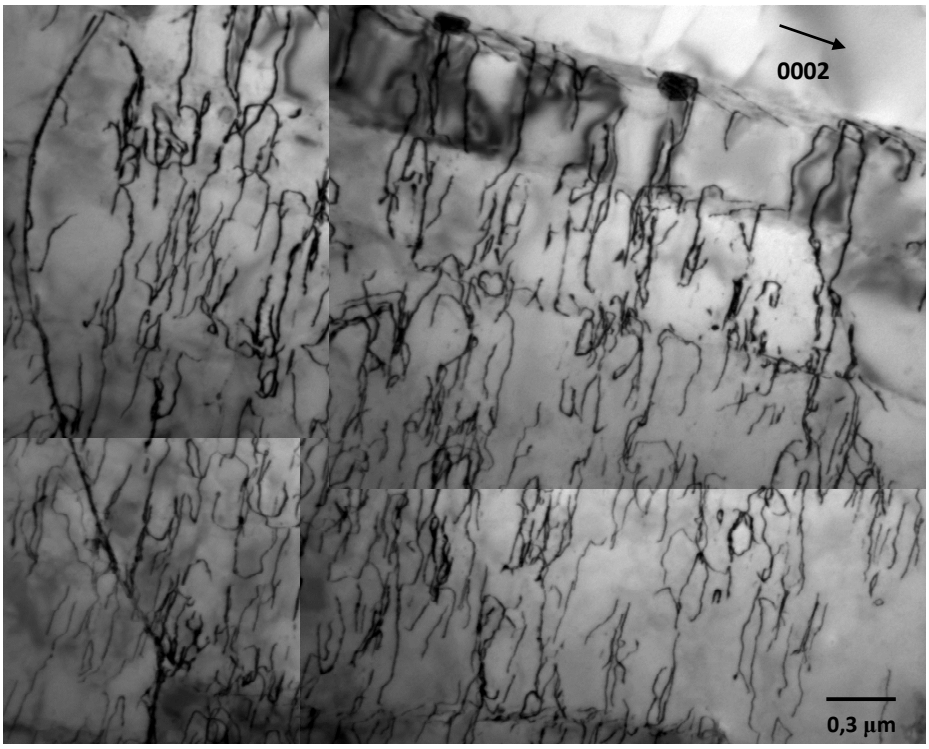


Figure 4.38 - Dislocations de type <c+a> dans T40 DL (σ_f=300 MPa ; ε_p=3,7 %).

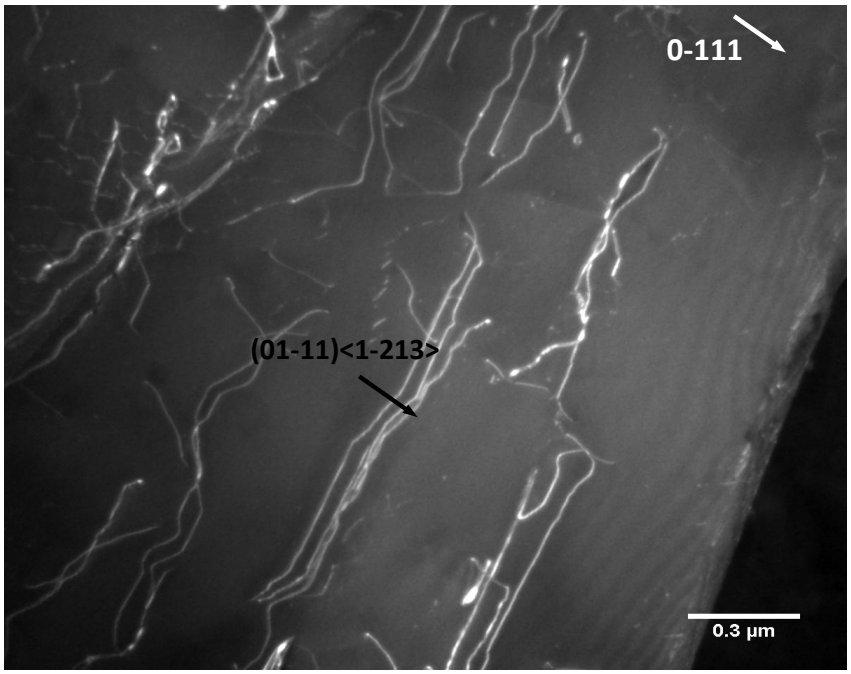


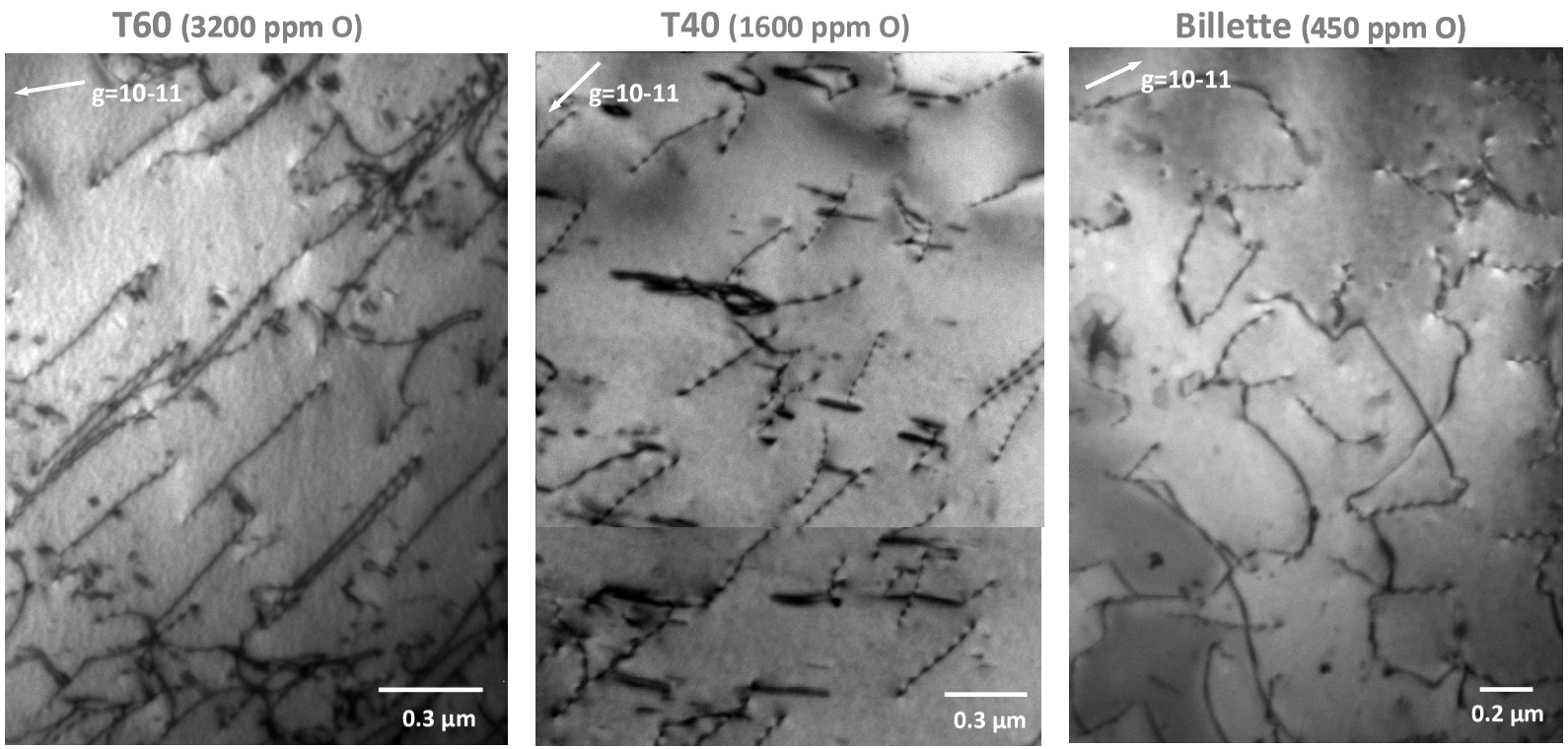
Figure 4.39 - Dislocations de type <c+a> dans T60 DT (σ_f=425 MPa ; ε_p=2,7 %).

IV.2.7.1.2. Billette (0,138 % at $O_{éq}$)

Les observations effectuées sur la billette déformée par fluage jusqu'à ε_p=0,8 % mettent en évidence :

- Une déformation homogène, avec un caractère vis moins marqué et des dislocations qui sont par ailleurs moins rectilignes que dans les deux tôles (Figure 4.40). Il a été suggéré que l'oxygène affecte l'arrangement des dislocations dans les alliages de titane : une augmentation de la teneur en oxygène rend les dislocations plus planaires et moins ondulées [160,161] et que les dislocations vis rectilignes dominent la microstructure des alliages de titane de faible pureté (>1000 ppm en poids O) [161] ce qui est bien observé ici.

- L'activation du maclage pour des faibles niveaux de déformation. La nature des macles a été identifiée à l'aide des cartographies d'orientations réalisées avec le microscope électronique à transmission. Les mesures indiquent une désorientation de 85° entre la matrice et les macles par rapport à l'axe <11-20> ce qui correspond à des macles de tension de type {10-12} <-1011> (Figure 4.41). Les macles observées sont lenticulaires et souvent parallèles les unes aux autres. Elles sont probablement plus fines qu'elles ne l'étaient sous contrainte. Ces observations, qui recoupent celles d'Ankem et Aiyangar [71,156], suggèrent que le maclage est un mécanisme important dans le fluage à l'ambiante du titane α pour les matériaux à gros grains et à faible teneur en interstitiels. Par ailleurs, on note la présence d'une forte densité de dislocations de type <c+a> à l'intérieur des macles (Figure 4.42).

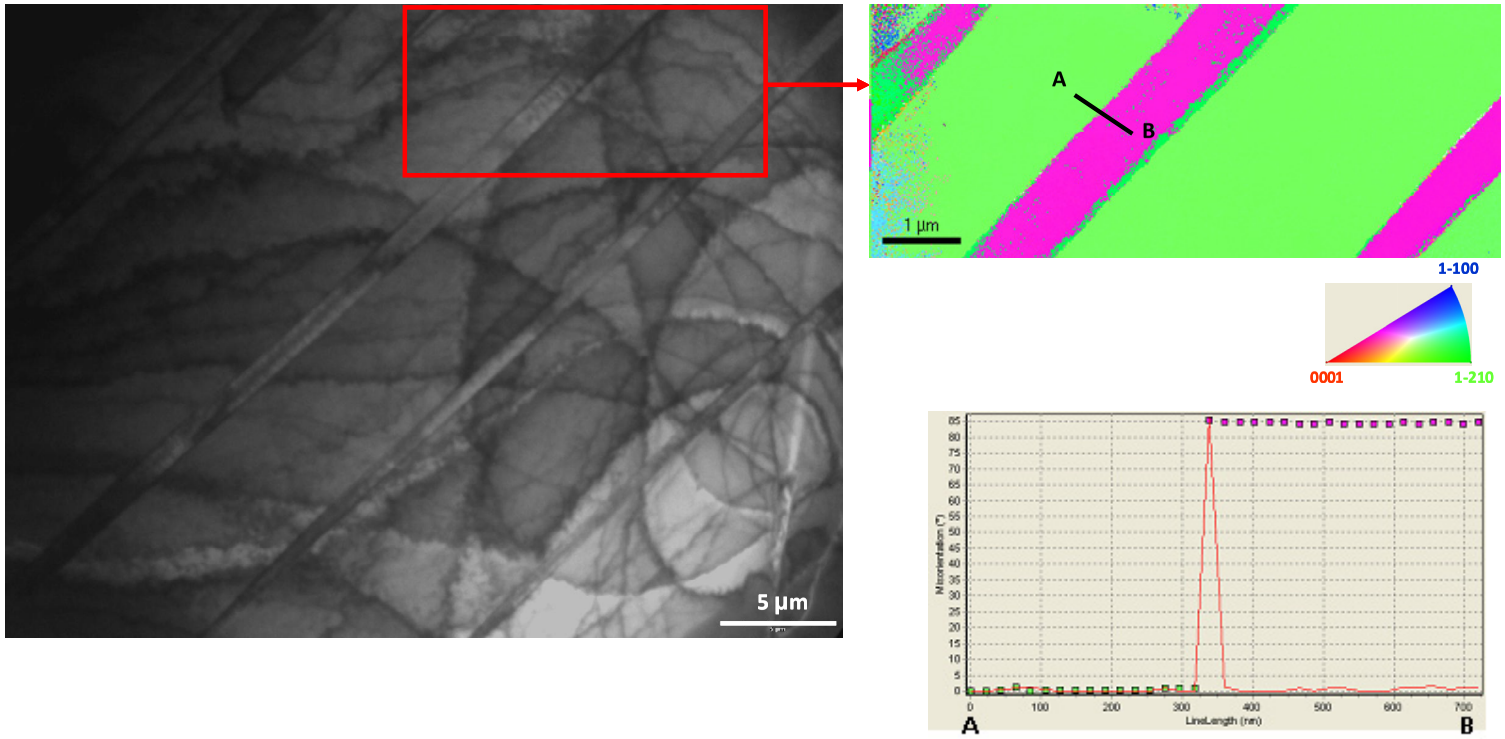


ε_p=1,3%

ε_p=1,5%

ε_p=0,8%

Figure 4.40 - Effet de l'oxygène sur l'arrangement des dislocations pour des faibles déformations de fluage.



Orientation de la zone analysée.

Macles de tension de type {10-12}. ← **Désorientation de 85° par rapport à <11-20>.**

Figure 4.41 - Activation des macles de tension {10-12} dans la billette (ε_p=0,8 %).

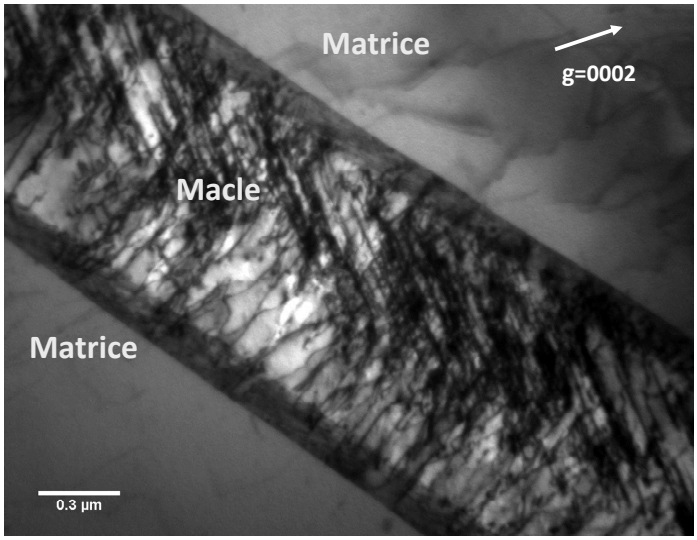


Figure 4.42 - Activation des dislocations de type <c+a> dans les macles {10-12} (σ_f=425 MPa ; ε_p=0,8 %).

IV.2.7.2. Mouvement et multiplication des dislocations

Les essais de traction sous MET constituent la technique la plus appropriée pour la caractérisation du mouvement des dislocations et la mise en évidence des mécanismes de déformation et de multiplication des dislocations. Toutefois, en se basant sur les observations *post-mortem*, quelques mécanismes peuvent être proposés.

Ancrage des dislocations vis

De nombreux crans sont observés sur les dislocations vis ainsi que des dipôles. La Figure 4.43 montre des macro-décrochements sur les dislocations, indiqués par des flèches et notés (a). Plusieurs phénomènes peuvent provoquer la formation de tels crans sur les dislocations vis

- Castagny [162] a observé que dans la phase α de l'alliage Ti-6Al-4V, le mouvement saccadé des dislocations vis est parfois effectué non pas par la totalité de la dislocation, mais seulement par une partie du segment vis. Ce phénomène provoque l'apparition des décrochements. Toutefois, selon Farenc [49,50] dans le titane non allié, les dislocations vis effectueraient ces sauts sur toute leur longueur.
- Une interaction répulsive avec d'autres dislocations. Cependant, dans le cas de la Figure 4.43, il ne semble y avoir qu'un système activé.
- L'ancrage des dislocations par des obstacles ponctuels (atomes de soluté).

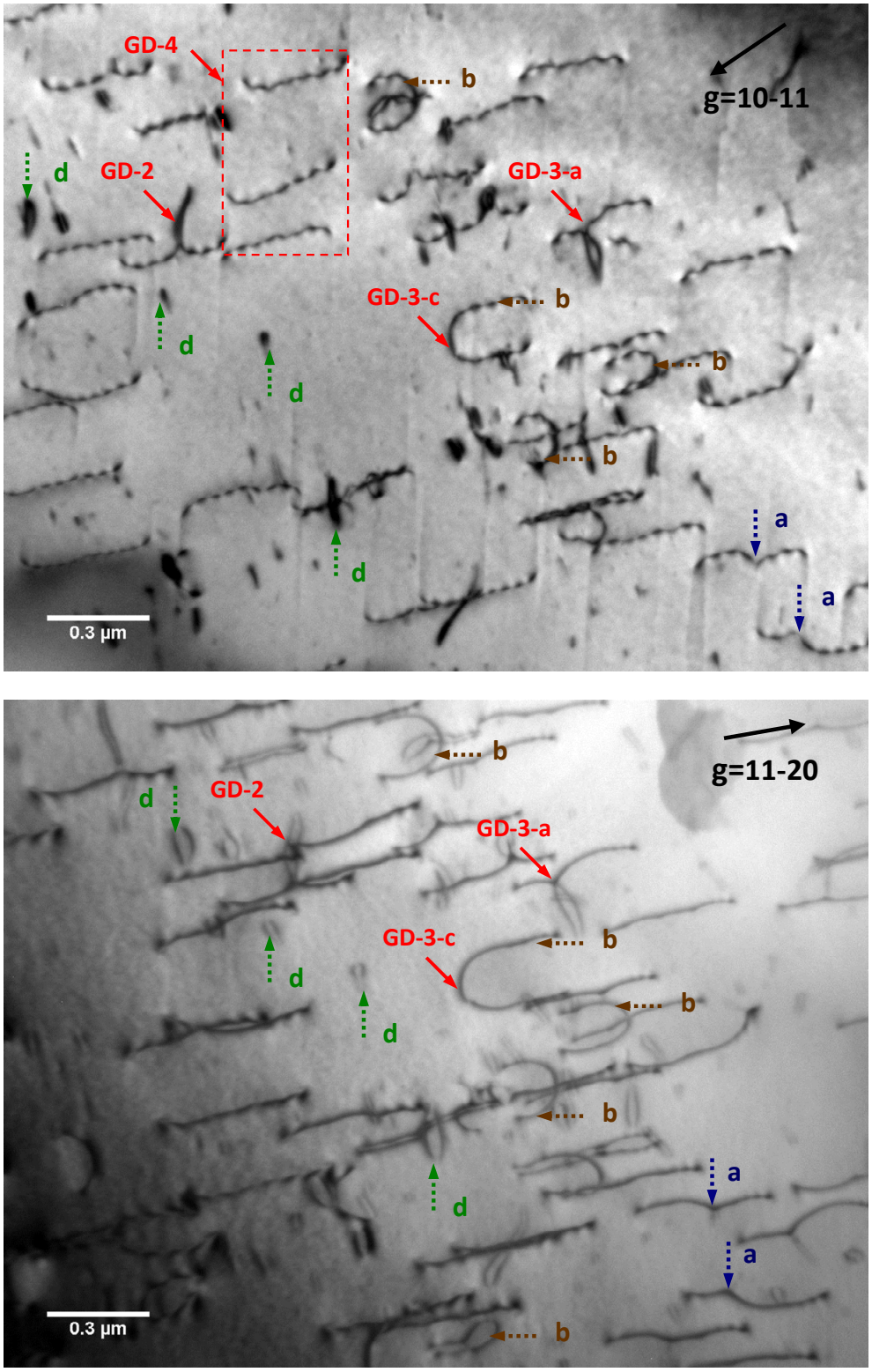


Figure 4.43 - Mise en évidence de l'ancrage des dislocations, des boucles de dislocations et du mécanisme de double glissement dévié dans le T60 DL (σ_f=376 MPa ; ε_p=1,3 %).

Multiplication des dislocations : double glissement dévié

Ce mécanisme est illustré par la Figure 4.44 (inspirée par Farenc [52] et reprise par Castagny [162]). La dislocation est d'abord épinglée et courbée (2). Ensuite, un des deux segments vis effectue un double glissement dévié (3-a). La boucle s'étend sous l'effet de la contrainte appliquée (3-b et 3-c). Finalement deux nouveaux segments vis rectilignes sont crées (4).

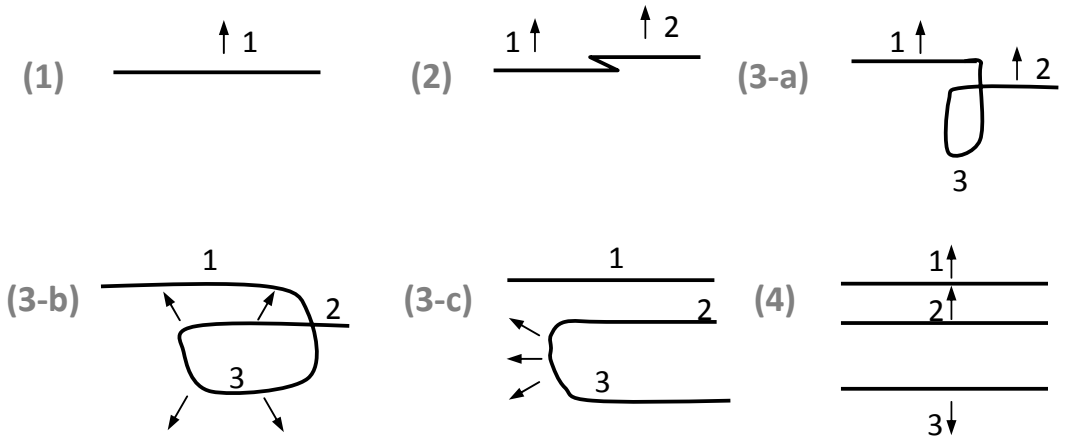


Figure 4.44 - Schéma de formation d'une boucle ouverte (d'après Castagny [162]).

Sur la Figure 4.43, on peut retrouver plusieurs configurations qui correspondent aux différentes étapes du mécanisme de boucle ouverte (configurations 2, 3-a, 3-c et 4).

On observe sur cette image au moins 6 boucles au cours d'expansion, repérées par la lettre b, ainsi que la présence de débris de dislocation épars notés d, ainsi que des boucles fermées résultant de glissements déviés. Ce mécanisme pourrait constituer la source principale de multiplication des dislocations. Notons que le mécanisme de double glissement dévié peut également affecter la mobilité des dislocations, en contribuant à augmenter l'ancrage des lignes par les crans et les débris qu'elles laissent derrière elles.

IV.3 Conclusions

Des essais de traction en sens long ou travers sous microscope optique ou MEB, précédés de mesures des orientations cristallines par EBSD et complétés par des observations MET ont permis d'identifier les mécanismes de déformation, de suivre leur activité en temps réel et d'estimer les cissions critiques des différents systèmes de glissement.

* Le glissement prismatique ayant la cission critique la plus faible (120 ±60 MPa dans le T40 et 192 ±70 MPa dans le T60) est le système de glissement principal.
* Le second système de glissement en termes de fréquence d'activation et de cission critique (24 % et 18 % plus élevée que le prismatique dans T40 et T60) est le π_1<a>.
* Bien que le troisième système en termes de cission critique (52 % et 48 % plus élevée que le prismatique dans T40 et T60) soit le basal, celui-reste peu actif.
* Le π_1<c+a> dont la cission critique vaut respectivement 2 fois et 1.8 fois celle du prismatique dans T40 et T60 est observé uniquement après sollicitation selon DT.
* Aucune évidence de glissement dans le plan pyramidal de 2ème espèce n'a été observée.

Le deuxième mode de déformation est le maclage de type {10-12} (macles « de tension »). Ce mécanisme est plus actif à faible teneur en oxygène et dans le cas d'une traction selon DT, mais il contribue peu à l'accommodation de la déformation plastique, du moins pour ε_p<8 %.

Le troisième mode de déformation, souvent négligé dans la littérature, est le glissement aux joints, qui s'active dès 3 % de déformation dans le T40 et 6 à 7 % dans le T60 où il est peut-être retardé par la présence des îlots de la phase β près des joints des grains.

La compréhension de la chronologie d'activation des différents modes de glissement a permis de proposer une corrélation entre les mécanismes activés et l'évolution de l'écrouissage et d'avancer des hypothèses sur l'origine du pic et du plateau en traction selon DT.

Les champs de déformation obtenus par CIN mettent en évidence, dès les premiers stades de l'écoulement plastique, une hétérogénéité de la déformation, organisée en bandes de localisation et zones moins déformées. Une augmentation de la teneur en oxygène rend la déformation plus homogène, ce qui est cohérent avec l'accroissement de sensibilité à la vitesse qui l'accompagne. Ces champs ont en outre permis le calcul des coefficients de Lankford qui évoluent au cours de la déformation.

Pour le T40 et le T60, la déformation plastique en fluage à l'ambiante est accommodée par le glissement de dislocations vis de type <a> traînant des crans principalement dans les plans

prismatique et pyramidal de 1re espèce et beaucoup moins dans le plan de base. On note également la présence des dislocations de type <c+a> particulièrement dans les éprouvettes sollicitées dans la direction transverse.

Pour la billette, la déformation est accommodée non seulement par le glissement des dislocations de type <a> mais aussi par le maclage. Les macles sont de type {10-12} et favorisent, dans les zones réorientées, l'activation de glissement <c+a>.

Plus la teneur en oxygène est forte, plus le caractère vis et rectiligne des dislocations est marqué. L'oxygène semble donc réduire le rapport des mobilités vis/coin.

Chapitre V

Modèle de viscoplasticité cristalline

Introduction

Pour modéliser le comportement viscoplastique d'un polycristal, deux approches sont possibles. La première, l'approche en "champ complet" nécessite une description détaillée de la microstructure (arrangement, morphologies de grains…) et est généralement fondée sur des calculs par éléments finis [163] ou plus récemment des calculs de transformées de Fourrier (FFT) [164]. Elle permet d'analyser les phénomènes de localisation de la déformation et une comparaison directe avec les champs de déformation mesurés sur une microstructure réelle [165], mais demande un effort important de génération des maillages et reste coûteuse en termes de temps de calcul. La seconde approche dite en 'champ moyen', plus simple, ne nécessite qu'une connaissance partielle de la microstructure, en l'occurrence la texture cristallographique. Contrairement à la méthode en "champ complet" qui vise à déterminer les champs en tout point du matériau, l'objectif de cette seconde approche est d'évaluer des valeurs statistiquement représentatives des champs pour une orientation de grain donnée (caractérisée par trois angles d'Euler) et d'établir un lien entre le comportement moyen, la texture et les mécanismes de déformation activés. Ainsi, le traitement numérique est allégé, ce qui est avantageux pour une identification des paramètres de la loi de comportement sur une base expérimentale. Cette seconde approche est souvent utilisée comme première étape, avant la mise en œuvre d'une approche "en champ complet".

La méthode adoptée pour la modélisation du comportement viscoplastique du T40 et du T60 est l'approche en "champ moyen". Le modèle doit permettre de simuler la réponse mécanique anisotrope en traction, relaxation ou fluage, d'évaluer la contribution des différents modes de déformation à l'écoulement plastique et de déterminer la contrainte seuil de fluage ou encore examiner l'effet de la vitesse de sollicitation sur les mécanismes activés.

V.1. Principe et hypothèses du modèle

V.1.1. Description des textures

À partir des cartographies EBSD effectuées sur de larges zones qui ont été présentées au chapitre II, la fonction de distribution des orientations (ODF) a été calculée par la méthode des harmoniques sphériques [166,167] en utilisant la technique de développement en série (jusqu'à l'ordre 22) dans le logiciel "Channel-5". En tenant compte des symétries de la maille hexagonale, on peut restreindre les plages de variation des angles d'Euler (ϕ_1, ϕ, ϕ_2) dans la convention de Bunge [166] à : $\phi_1 \in [0,90]$; $\phi \in [0,90]$; $\phi_2 \in [0,60]$. Avec une discrétisation angulaire de l'espace d'Euler de 5,6° x 5,6° x 5°, on obtient donc 16x16x13 = 3328

orientations. La fonction de distribution des orientations *f(g)* calculée (où *g* représente une orientation, c'est-à-dire un triplet ϕ_1, ϕ, ϕ_2) est une mesure relative de l'intensité de la texture par rapport à un polycristal parfaitement isotrope (Figure 5.1). Elle doit être convertie en une fraction volumique [39]:

$$\frac{dV}{V} = f(g)dg \tag{5.1}$$

où l'élément de volume *dg* dans l'espace d'Euler est défini par [166] :

$$dg = \frac{1}{8\pi^2}.\sin\phi \mathrm{d}\phi.\mathrm{d}\phi_1.\mathrm{d}\phi_2 \tag{5.2}$$

$\sin\phi$ est un terme qui corrige la distorsion de l'espace et $1/8\pi^2$ est un facteur de normalisation. Ainsi, l'élément de volume *dV* s'écrit :

$$\mathrm{d}V = \frac{1}{8\pi^2}\iiint f(g)\sin\phi \mathrm{d}\phi.\mathrm{d}\phi_1.\mathrm{d}\phi_2 \tag{5.3}$$

Soit,
$$\mathrm{d}V = \frac{1}{8\pi^2}\sum_g f(g).\Delta\phi_1.\Delta\phi_2\left(\cos\left(\phi - \frac{\Delta\phi}{2}\right) - \cos\left(\phi + \frac{\Delta\phi}{2}\right)\right) \tag{5.4}$$

Les Figures 5.2-a et 5.2-b comparent les distributions des fractions volumiques dans le T40 et le T60, selon le nombre d'orientations prises en compte. On constate que pour le T40, les orientations préférentielles ne représentent que 0,23 % du volume et que les 420 orientations les plus fréquentes ne représentent au total qu'environ 50 % du volume.

Afin de trouver le meilleur compromis entre précision et temps de calcul, des simulations de la réponse mécanique en traction du T60 selon la direction de laminage ont été effectuées avec un nombre plus ou moins réduit d'orientations représentant 60, 75 ou 90 % du volume total (Figure 5.3). Une réduction à 60 % du volume, soit 766 orientations, diminue sensiblement le temps de calcul (Figure 5.3-a) en ne modifiant pas la courbe de traction simulée (Figure 5.3-b) et assez peu l'évolution du coefficient de Lankford (Figure 5.3-c). Cette fraction volumique a été donc choisie pour la simulation numérique.

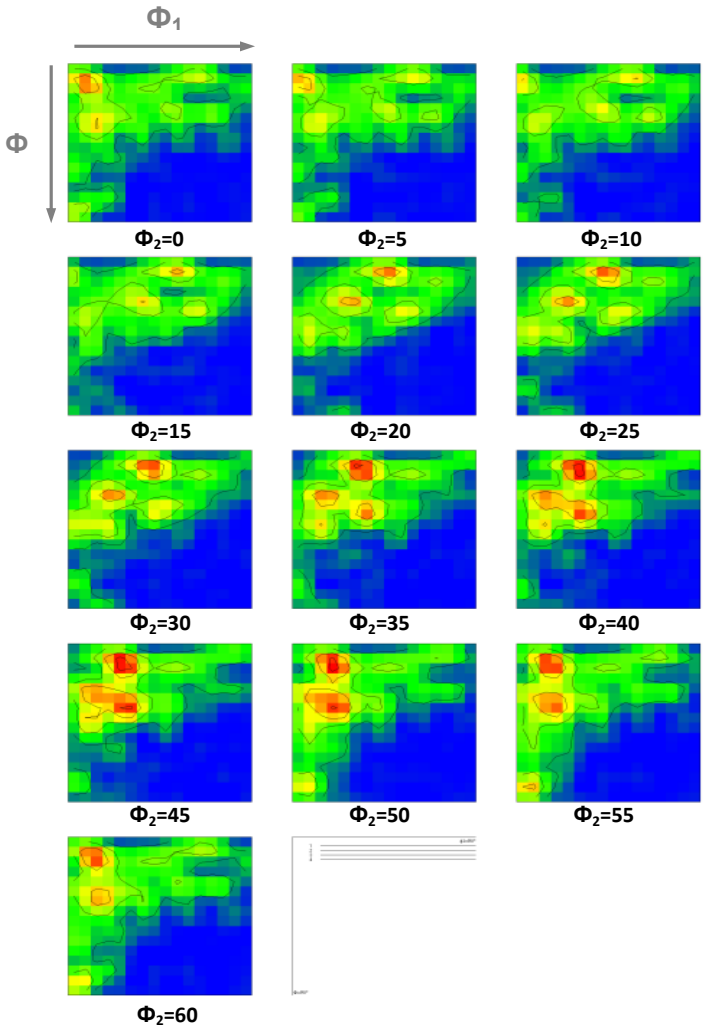


Figure 5.1 - ODF du T60.

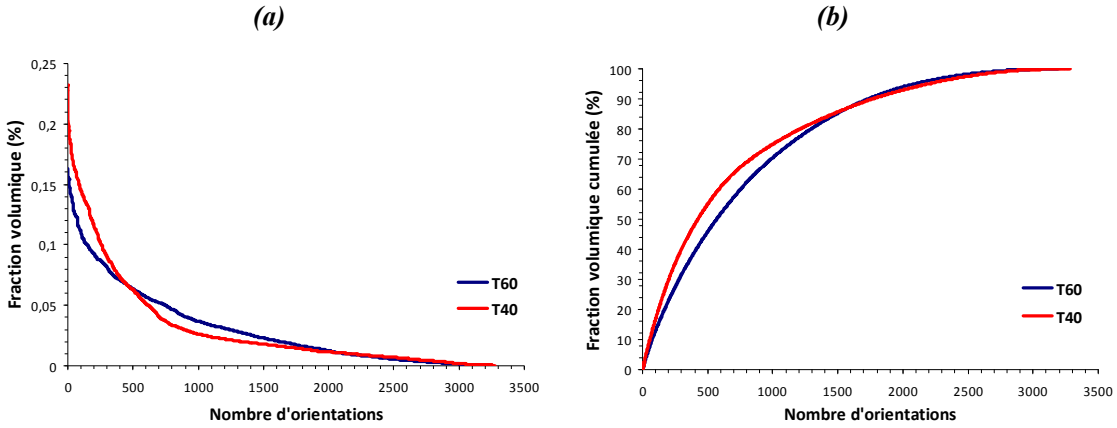


Figure 5.2 - (a) Distributions des fractions volumiques dans le T40 et le T60 ; (b) Fraction volumique cumulée en fonction du nombre d'orientations prises en compte.

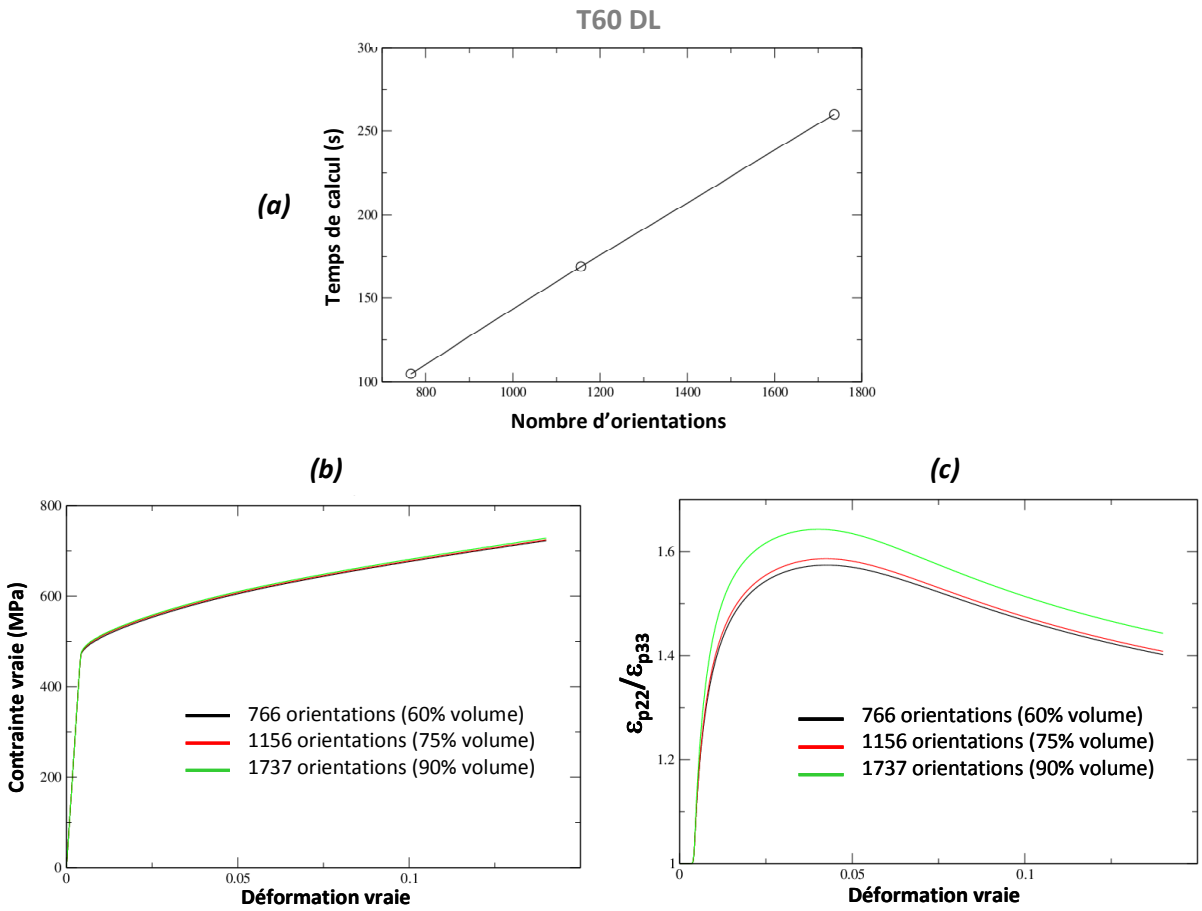


Figure 5.3 - Effet du nombre d'orientations prises en compte sur : (a) le temps de calcul ; (b) la réponse en traction du T60 DL ; (c) l'évolution du coefficient de Lankford.

Les 766 et 491 orientations retenues pour le T60 et le T40 respectivement ont ensuite été complétées par symétrie, de façon à couvrir les quatre quadrants d'une figure de pôles et non un seul. Ainsi, les calculs sont réalisés sur 3064 et 1964 orientations pour le T60 et le T40 respectivement. Dans le fichier donnant la fraction volumique f d'une orientation, on a donc remplacé ϕ_1, ϕ, ϕ_2, f par :

$$\phi_1, \phi, \phi_2, \frac{f}{4}$$
$$-\phi_1, \phi, \phi_2, \frac{f}{4}$$
$$\phi_1, -\phi, \phi_2, \frac{f}{4}$$
$$-\phi_1, -\phi, \phi_2, \frac{f}{4}$$

V.1.2. Loi de comportement

V.1.2.1. Monocristal

Hypothèses

1- On se situe dans le cadre des petites déformations dans lequel les rotations du réseau peuvent être négligées. Ainsi :

$$\underset{\sim}{\varepsilon} = \underset{\sim}{\varepsilon}^e + \underset{\sim}{\varepsilon}^p \tag{5.5}$$

2- D'après les résultats expérimentaux du troisième chapitre, on a pu constater la faible contribution du maclage à l'accommodation de la déformation plastique du T40 et du T60. Le maclage est donc négligé. Le tenseur des vitesses de déformation plastique $\dot{\varepsilon}^p$ est la somme pondérée des vitesses de glissement sur chacun des systèmes de glissement :

$$\dot{\underset{\sim}{\varepsilon}}^p = \sum_s \dot{\gamma}^s \underset{\sim}{m}^s \tag{5.6}$$

Avec $\underset{\sim}{m}^s$ le tenseur d'orientation du système de glissement *s* :

$$\underset{\sim}{m}^s = \frac{1}{2}\left(\underline{m}^s \otimes \underline{n}^s + \underline{n}^s \otimes \underline{m}^s\right) \tag{5.7}$$

où $\underline{n}^s$ et $\underline{m}^s$ sont la normale unitaire au plan de glissement et la direction unitaire de glissement respectivement.

3- À ce stade, l'élasticité est considérée comme isotrope. Une modélisation ultérieure "en champ complet" permettrait de prendre en compte l'anisotropie élastique significative des grains.

Approche employée

Un modèle phénoménologique avec une loi d'écoulement viscoplastique à seuil sur chaque système de glissement, proposé par Cailletaud et Méric [168,169], a été utilisé en cherchant à réduire autant que possible la complexité du modèle et le nombre de paramètres à identifier :

$$\dot{\gamma}^s = \dot{\varepsilon}_0 \sinh\left\langle \frac{f^s}{\sigma_0} \right\rangle signe(\tau^s - x^s) \tag{5.8}$$

avec $$\langle x \rangle = Max(x, 0) \tag{5.9}$$

où $$\tau^s = n^s \sigma^g \tag{5.10}$$

et $$f^s = \left|\tau^s - x^s\right| - r^s \tag{5.11}$$

τ^s désigne la cission résolue sur le plan de glissement, n^s la direction de glissement et σ^g le tenseur des contraintes dans le grain.

$\dot{\varepsilon}_0$ et σ_0 caractérisent la viscosité, x^s et r^s représentent les écrouissages cinématique et isotrope et f^s la fonction d'écoulement sur le système de glissement considéré.

On a montré au chapitre III la prépondérance de la composante cinématique de l'écrouissage dans le T40 comme dans le T60. L'écrouissage isotrope a donc été négligé, c'est-à-dire que pour chaque type de système de glissement, r^s reste égal à la cission critique d'activation correspondante. Ce choix ne permet pas de rendre compte d'éventuels effets d'écrouissage latent, qui semblent de toute façon assez faibles dans le titane. Pour traduire ces effets, il faudrait introduire une "matrice d'interaction" de grande dimension, dont les coefficients sont mal connus, même si Feaugas [170] a cherché à les préciser en analysant les réactions entre dislocations des différents systèmes.

Par ailleurs, toujours dans un souci de réduction du nombre de paramètres à identifier, un simple écrouissage cinématique linéaire a été choisi :

$$\dot{x}^s = C^s \dot{\gamma}^s \tag{5.12}$$

C^s étant une constante représentant l'importance de l'écrouissage sur le système de glissement considéré.

V.1.2.2. Lois de transition d'échelle

La vitesse de déformation plastique macroscopique $\dot{\underset{\sim}{\varepsilon}}^p$ est la moyenne pondérée des vitesses de déformations plastiques $\dot{\underset{\sim}{\varepsilon}}^{pg}$ dans chaque "grain" g c'est-à-dire pour chaque orientation :

$$\dot{\underset{\sim}{\varepsilon}}^p = \sum_g f_g \dot{\underset{\sim}{\varepsilon}}^{pg} \tag{5.13}$$

et où f_g désigne la fraction volumique de l'orientation du grain g.

Pour les contraintes, la "règle en bêta", proposée par Cailletaud [168] et Pilvin [171], a été adoptée. Le tenseur de contrainte pour le grain g noté $\underset{\sim}{\sigma}^g$ s'écrit :

$$\underset{\sim}{\sigma}^g = \underset{\sim}{\sigma} + C(\underset{\sim}{B} - \underset{\sim}{\beta}^g) \tag{5.14}$$

avec

$$\underset{\sim}{B} = \sum_g f_g \underset{\sim}{\beta}^g \tag{5.15}$$

et

$$\dot{\underset{\sim}{\beta}}^g = \dot{\varepsilon}^{pg} - D\dot{\varepsilon}^{pg}_{éq} \underset{\sim}{\beta}^g \tag{5.16}$$

$\underset{\sim}{\beta}^g$ permet de rendre compte de l'accommodation plastique intergranulaire avec une loi d'évolution non linéaire et la différence $(\underset{\sim}{B} - \underset{\sim}{\beta}^g)$ se sature lorsque la déformation plastique augmente.

V.2. Identification du modèle

Démarche

- Les quatre modes de glissement observés : basal, prismatique, π_1 <a> et π_1<c+a> sont pris en compte dans le modèle.

- Les valeurs des cissions critiques mesurées n'ont pas été fixées, mais les rapports mesurés entre ces cissions critiques et la cission critique du glissement prismatique sont imposés. Il ne reste donc à identifier que cette dernière.

On a vu au chapitre III que la sensibilité à la vitesse est 25 à 30 % plus grande en sens travers qu'en sens long, pour le T40 comme le T60. Des simulations préalables ont montré qu'on ne peut rendre compte de cette anisotropie qu'en utilisant des paramètres de viscosité différents sur les divers systèmes de glissement. Rappelons que Levine [122] a mesuré sur des monocristaux un volume d'activation de 425 b^3 pour le glissement prismatique et 50 b^3 pour le glissement basal, cohérents avec une sensibilité à la vitesse plus forte en sens travers. Par ailleurs, Roth [17] observe qu'une augmentation de la vitesse de sollicitation favorise l'activation du glissement prismatique au détriment du glissement pyramidal (Figure 5.4). Ceci suggère donc une moindre sensibilité à la vitesse pour le glissement prismatique. Pour en rendre compte, on a imposé que la contrainte σ_0 qui, selon l'équation (5.8), détermine la viscosité des systèmes basal , π_1<a> et π_1<c+a> soit 2 fois plus grande que celle du glissement prismatique pour le T40 et 2,2 fois plus grande pour le T60. En revanche, le paramètre $\dot{\varepsilon}_0$ (équation 5.8) est considéré identique pour tous les systèmes de glissement. Ainsi, on réduit de 8 à 2 le nombre des paramètres de la viscosité.

- Le paramètre de transition d'échelle *C* a été fixé à la valeur du module de cisaillement :

$$C = \mu = 45 \ GPa$$

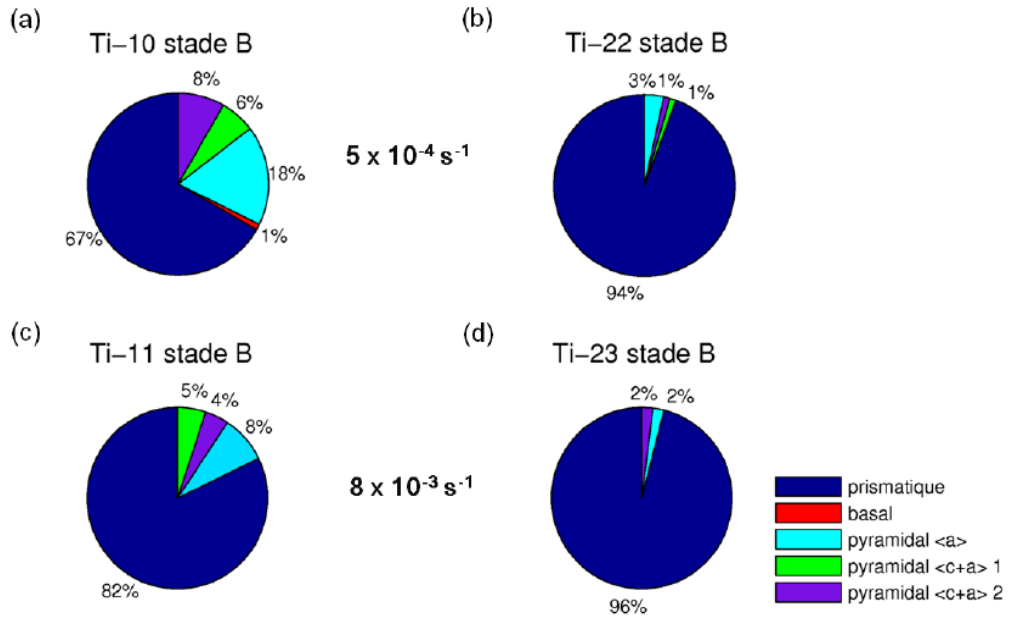


Figure 5.4 - Influence de la vitesse de déformation sur la nature des mécanismes de glissement dans le T40, d'après Roth [17].

Outils numériques

L'ensemble des calculs présentés a été réalisé en utilisant le code *"Zset"* développé au Centre des Matériaux de l'École des Mines de Paris [172]. Les valeurs des huit paramètres libres ont été identifiées par la méthode d'optimisation de Levenberg-Marquardt, de façon à minimiser l'écart quadratique entre les courbes expérimentales de traction, relaxation, sauts de vitesse et fluage à différents niveaux de contrainte, en sens long ou travers et les courbes simulées.

Résultats

Les paramètres identifiés pour chacun des matériaux sont présentés dans les tableaux 5.1 et 5.2. La cission critique du glissement prismatique pour le T40 est deux fois plus faible que pour le T60, en accord raisonnable avec le ratio déterminé expérimentalement $\tau_{pris}^{T60} / \tau_{pris}^{T40} \approx 1,6$.

La valeur asymptotique de l'écrouissage intergranulaire *C/D* est 2,5 fois plus élevée dans le T40 que dans le T60, ce qui est cohérent avec la plus forte hétérogénéité de sa déformation (Figure 4.34) et sa propension plus grande au glissement aux joints, qui pourrait être déclenché plus tôt que dans le T60 par de plus fortes contraintes de compatibilité.

			Prismatique	π_1 <a>	Basal	π_1 <c+a>
T40	**Cission critique**	τ^c (MPa)	50.4	62.5	76.6	101.3
	Écrouissage cinématique	C^s (MPa)	20360	3944	4562	480.4
	Viscosité	$\dot{\varepsilon}_0$ (s^{-1})	5.10^{-10}	5.10^{-10}	5.10^{-10}	5.10^{-10}
		σ_0 (MPa)	3	6	6	6
	Transition d'échelle	D (MPa)	65,5			

Tableau 5.1 - Paramètres identifiés pour le T40.

			Prismatique	π_1 <a>	Basal	π_1 <c+a>
T60	**Cission critique**	τ^c (MPa)	103.8	122.5	154.6	223
	Écrouissage cinématique	C^s (MPa)	1436	966	1059	2274
	Viscosité	$\dot{\varepsilon}_0$ (s^{-1})	$4.97.10^{-9}$	$4.97.10^{-9}$	$4.97.10^{-9}$	$4.97.10^{-9}$
		σ_0 (MPa)	4,7	10,3	10,3	10,3
	Transition d'échelle	D (MPa)	166,3			

Tableau 5.2 - Paramètres identifiés pour le T60.

La comparaison entre les courbes expérimentales et celles simulées avec ces paramètres est présentée sur les Figures 5.5 et 5.6. Malgré les nombreuses simplifications adoptées, on constate que le modèle permet de rendre compte de façon assez satisfaisante du comportement observé, notamment en fluage, où les courbes simulées reproduisent l'allure des courbes expérimentales pour toute la gamme de contrainte appliquée, y compris le fluage tertiaire.

En revanche, le vieillissement statique et dynamique n'ayant pas été pris en compte dans la modélisation, l'accord est moins bon en ce qui concerne l'entrée en plasticité lors des essais de traction dans la direction transverse et le fluage à basse contrainte, dans le T60.

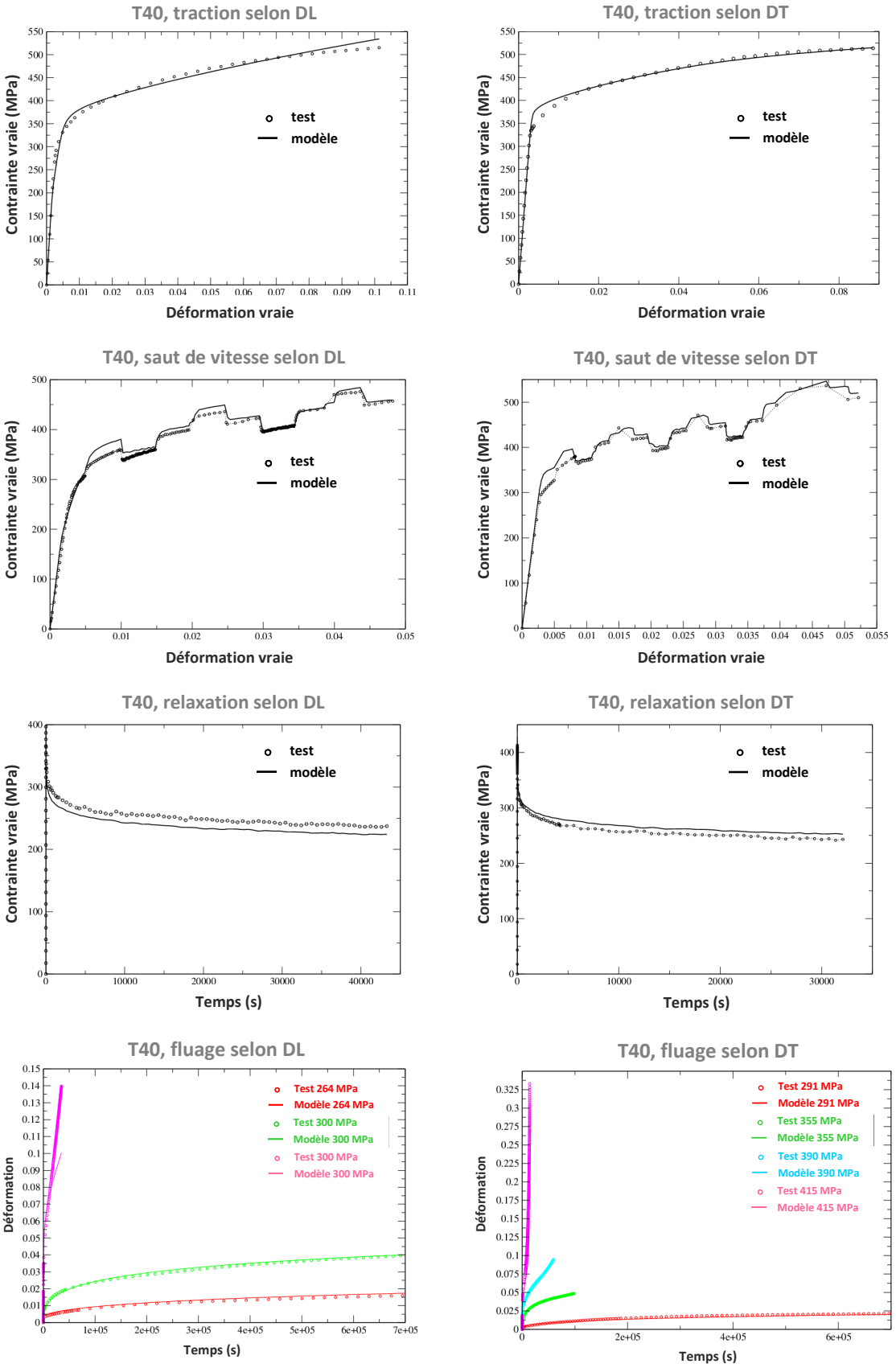


Figure 5.5 - Comparaison des courbes expérimentales et simulées du T40.

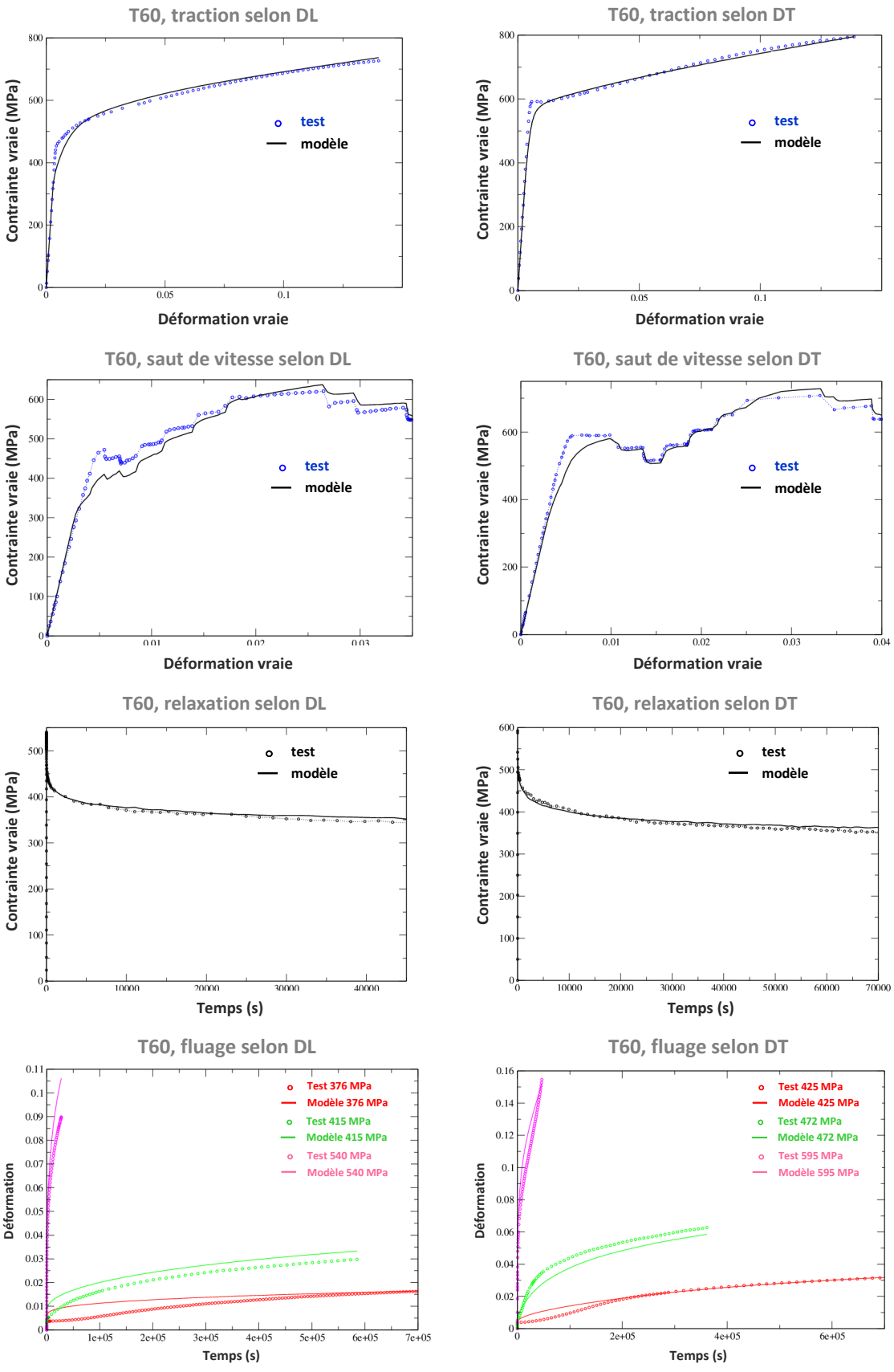


Figure 5.6 - Comparaison des courbes expérimentales et simulées du T60.

D'autre part, le modèle ne rend pas bien compte des évolutions des coefficients de Lankford, qu'il n'a pas été possible d'imposer lors de l'identification (Figure 5.7). L'anisotropie de la réponse mécanique provient d'une différence entre les directions DL et DT en termes de systèmes de glissement activés. La Figure 5.8 représente, pour le T40, la contribution de chaque système de glissement à l'accommodation de la déformation totale en traction à 2.10^{-4} s^{-1}. Même si seulement 17 grains ont été choisis de façon aléatoire parmi 1964 on note (Figure 5.8) qu'une sollicitation dans la direction de laminage favorise le glissement prismatique au détriment du glissement basal. La tendance est moins évidente pour les glissements π_1<a> et π_1<c+a>. Les différences des cissions critiques et de l'écrouissage cinématique entre les divers systèmes de glissement se traduit par un changement des systèmes activés et de leurs contributions à la déformation plastique qui explique l'évolution du coefficient de Lankford au cours de l'essai de traction.

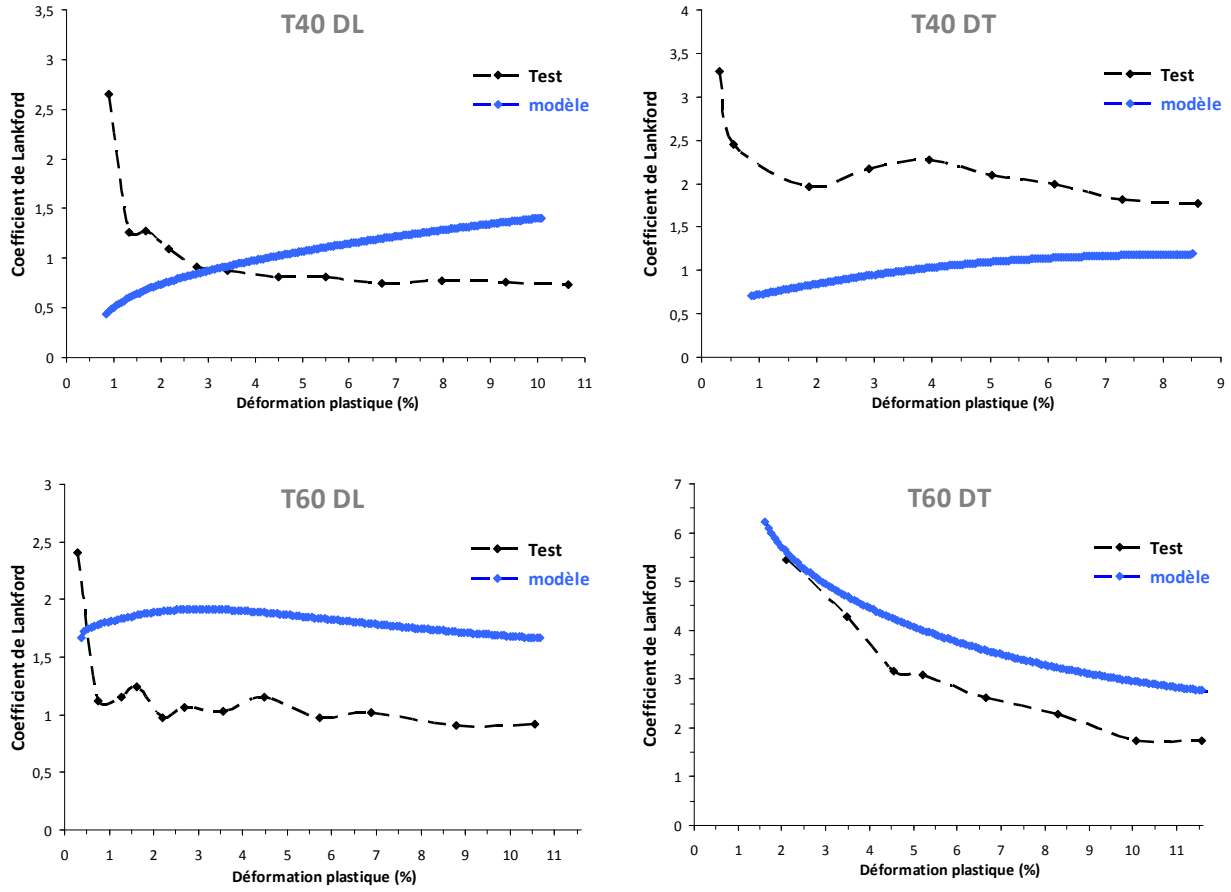


Figure 5.7 - Évolution des coefficients de Lankford.

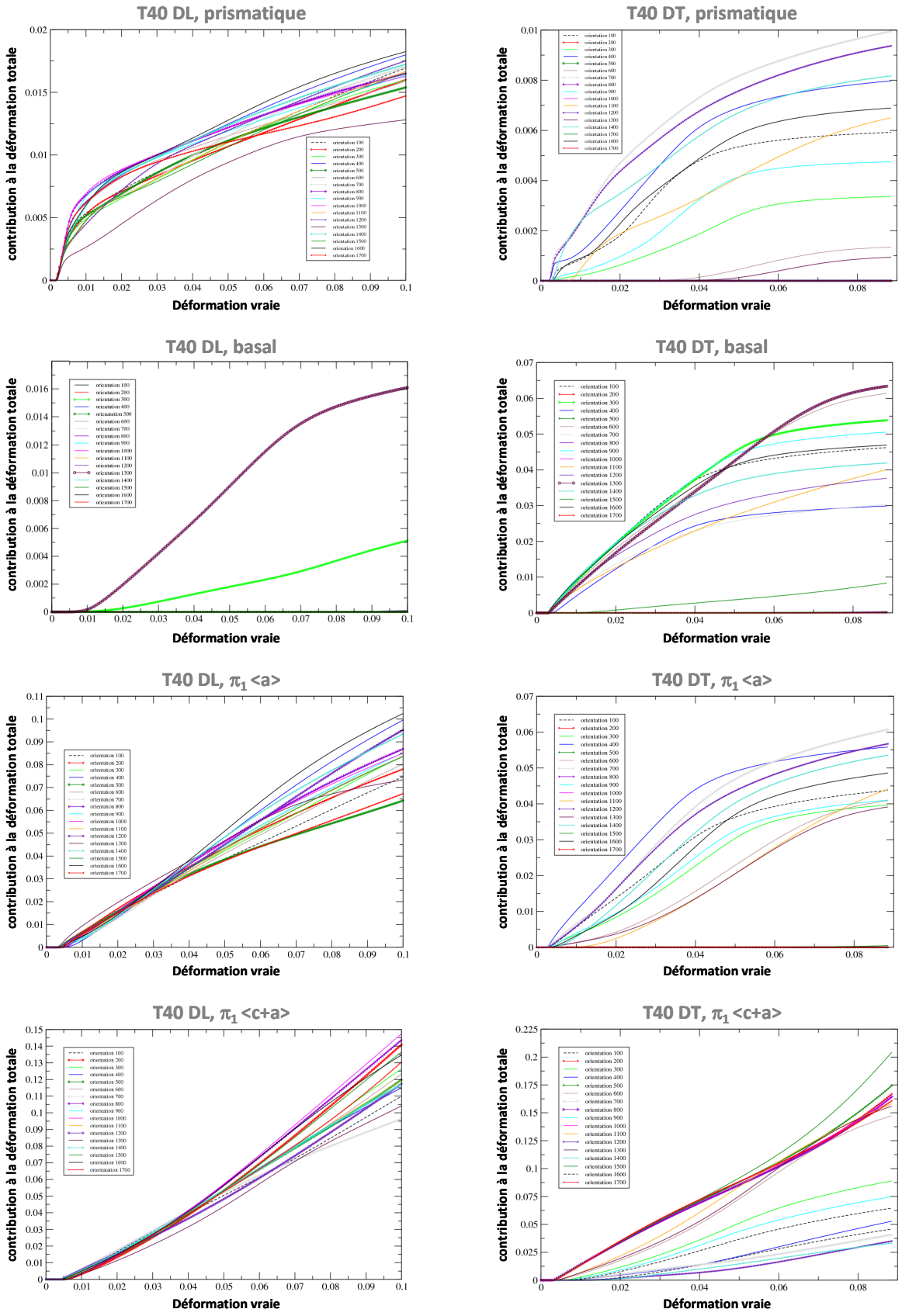


Figure 5.8 - Contribution des systèmes de glissement à la déformation totale en traction : T40.

V.3. Applications

V.3.1. Effet de la vitesse de déformation sur les mécanismes de déformation et sur la sensibilité à la vitesse

Des essais de traction sur le T60 ont été simulés selon DL et DT à trois vitesses de déformation 2.10^{-6}, 2.10^{-4} et 2.10^{-2} s^{-1}, afin d'explorer les conséquences des différences de viscosité imposées entre les systèmes de glissement sur les mécanismes de déformation activés. Comme on peut le voir sur la Figure 5.9-a, un accroissement de la vitesse de déformation augmente la contrainte d'écoulement. Le coefficient de Lankford est aussi légèrement modifié (Figure 5.9-b) ce qui est la conséquence d'un changement des mécanismes de déformation. En effet, la contribution du glissement prismatique à la déformation équivalente totale à ε_p=3% augmente avec la vitesse de déformation (Figure 5.10). Ces résultats sont en accord avec les observations de Roth [17] qui note une augmentation de la fréquence d'activation du glissement prismatique au détriment des autres systèmes lorsque la vitesse de sollicitation augmente (Figure 5.4).

Des essais de traction effectués sur le T60 selon les directions DL et DT avec un saut de vitesse d'un facteur 10 vers le haut à 1.8 % de déformation ont été simulés à quatre vitesses initiales de déformation 3.10^{-7}, 3.10^{-5}, 3.10^{-3}, et 3.10^{-1} s^{-1} (Figure 5.11-a). On observe que la contribution de plus en plus faible du glissement prismatique à la déformation globale conduit à un léger accroissement de la sensibilité à la vitesse lorsque $\dot{\varepsilon}$ diminue (Figure 5.11-b), comme on a pu l'observer expérimentalement. De plus le modèle rend compte de l'anisotropie de la sensibilité à la vitesse, puisqu'il prévoit, comme le montre la Figure 5 .10 une moindre contribution du glissement prismatique selon DT.

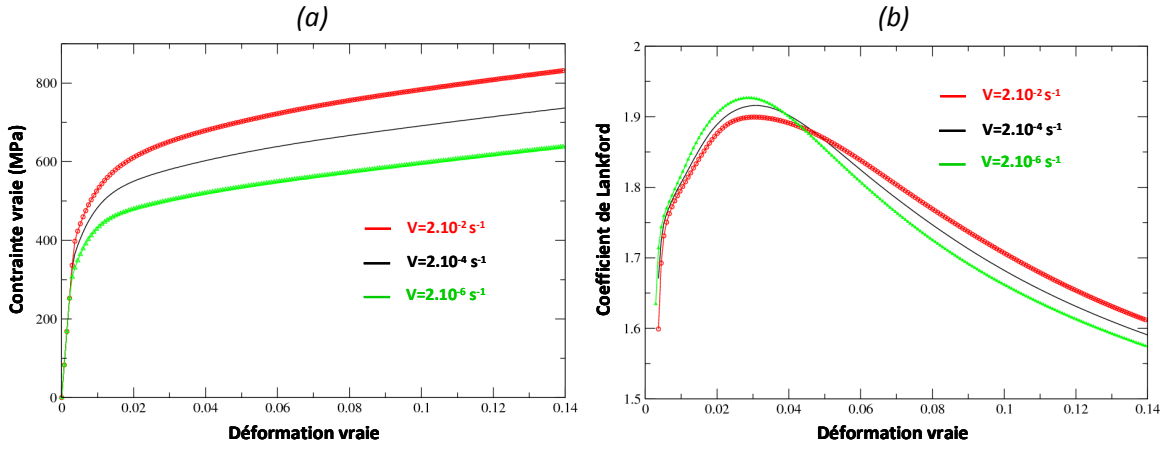


Figure 5.9 - Effet de la vitesse de déformation : (a) sur la réponse en traction du T60 selon DL ; (b) sur le coefficient de Lankford.

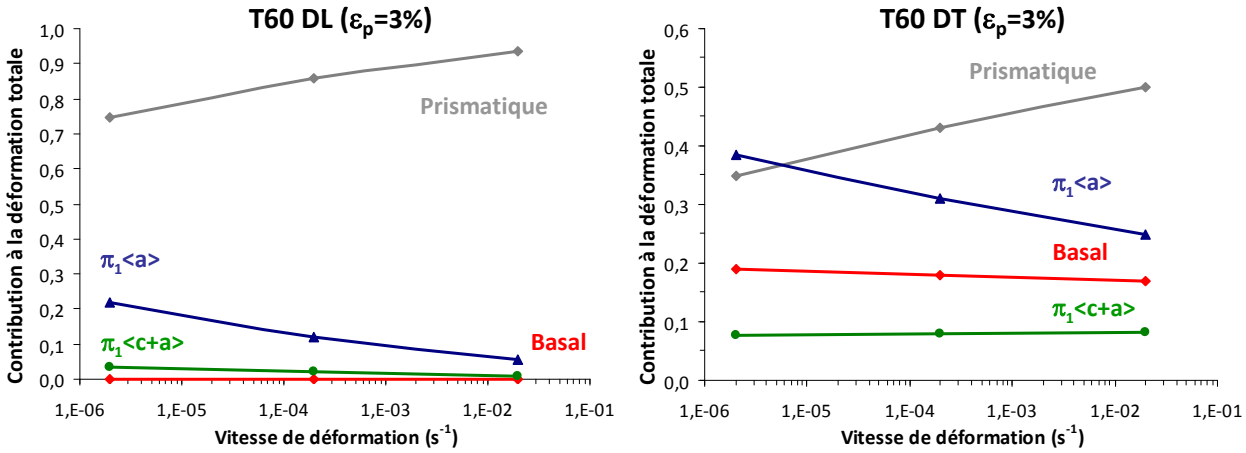
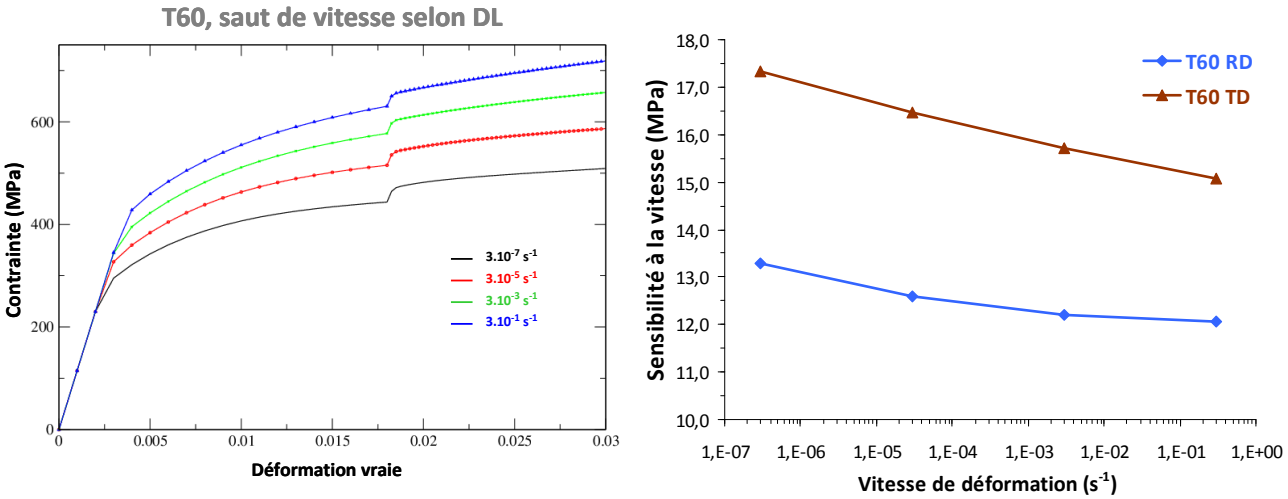


Figure 5.10 - Effet de la vitesse de déformation sur la contribution des différents systèmes à la déformation globale à ε_p =3% : (a) T60 DL ; (b) T60 DT.

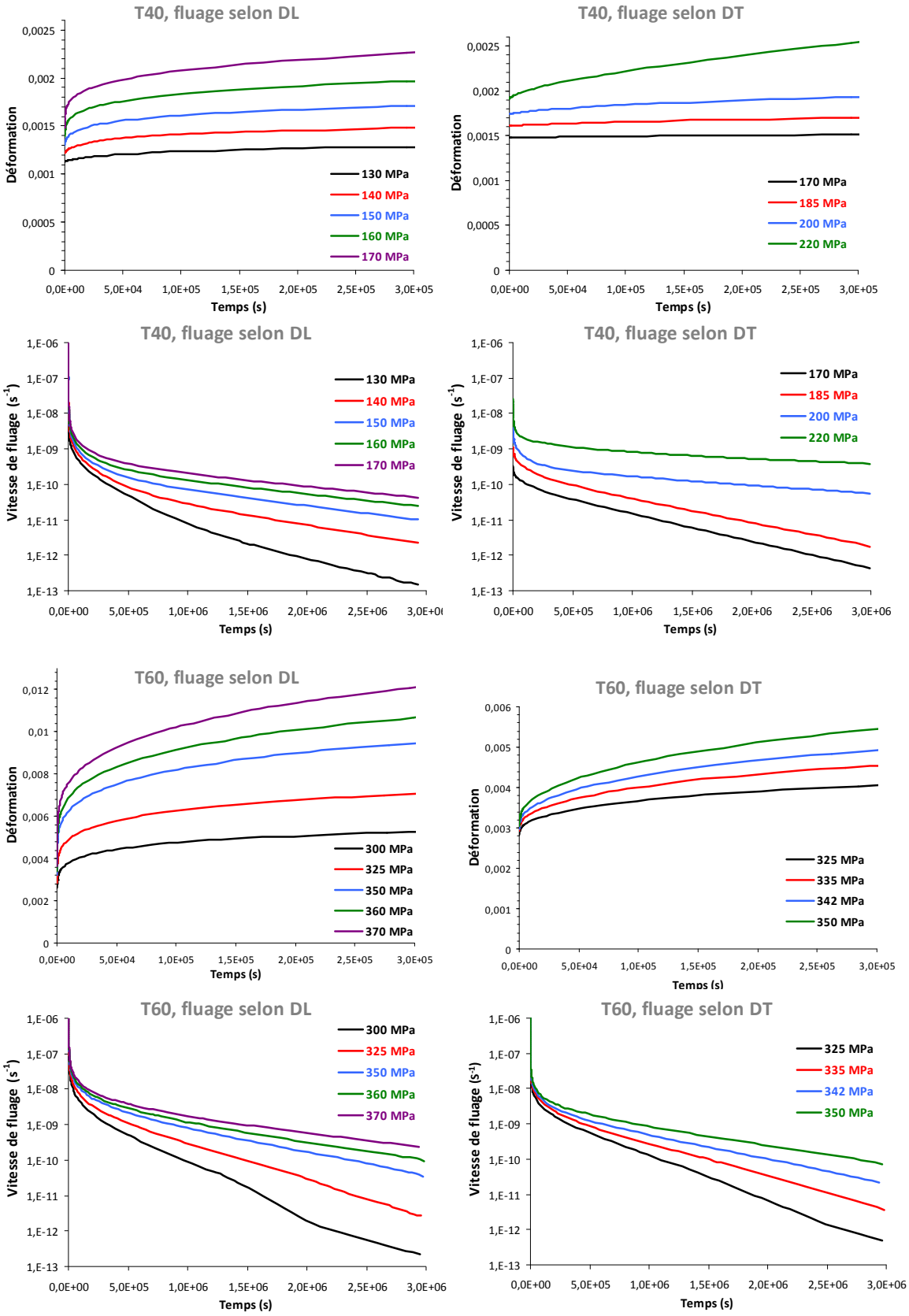


(a) *(b)*

Figure 5.11 - Effet de la vitesse de déformation sur la sensibilité à la vitesse.

V.3.2. Contrainte seuil de fluage

Des essais de fluage à différents niveaux de contrainte ont été simulés sur une longue durée (3.10^6 s, soit 34 jours et 17 h) pour le T40 et le T60, en sens long et travers, afin d'estimer la contrainte en dessous de laquelle le fluage à l'ambiante se saturerait, en l'absence de vieillissement dynamique (Figure 5.12-a).


T40, fluage selon DL
Déformation
Temps (s)
130 MPa
140 MPa
150 MPa
160 MPa
170 MPa
T40, fluage selon DT
Déformation
Temps (s)
170 MPa
185 MPa
200 MPa
220 MPa
T40, fluage selon DL
Vitesse de fluage (s-1)
Temps (s)
130 MPa
140 MPa
150 MPa
160 MPa
170 MPa
T40, fluage selon DT
Vitesse de fluage (s-1)
Temps (s)
170 MPa
185 MPa
200 MPa
220 MPa
T60, fluage selon DL
Déformation
Temps (s)
300 MPa
325 MPa
350 MPa
360 MPa
370 MPa
T60, fluage selon DT
Déformation
Temps (s)
325 MPa
335 MPa
342 MPa
350 MPa
T60, fluage selon DL
Vitesse de fluage (s-1)
Temps (s)
300 MPa
325 MPa
350 MPa
360 MPa
370 MPa
T60, fluage selon DT
Vitesse de fluage (s-1)
Temps (s)
325 MPa
335 MPa
342 MPa
350 MPa

(a)

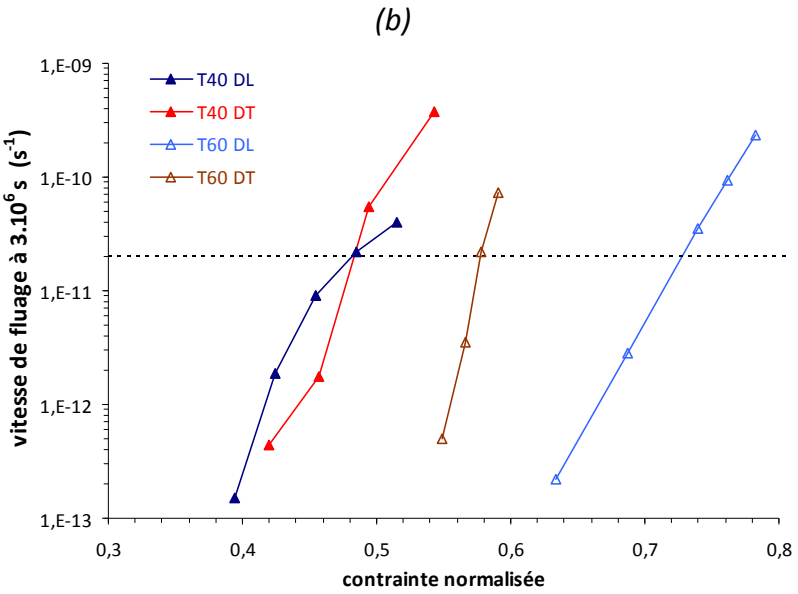


Figure 5.12 - Détermination des contraintes seuil de fluage en l'absence de vieillissement dynamique dans le T40 et le T60 : (a) $\varepsilon = f(t)$ *et* $\dot{\varepsilon} = f(t)$ *; (b) Contraintes seuils.*

Si l'on se fixe un seuil arbitraire de vitesse de fluage de 2.10^{-11} s^{-1} au bout de 3.10^6 s, les contraintes seuils trouvées, normalisées par rapport à la limite d'élasticité $\sigma_{0,2}$ dans la direction correspondante sont respectivement de 0,48 selon les sens DL et DT pour le T40 et de 0,73 selon DL et 0,58 selon DT, pour le T60 (Figure 5.12-b). Pour une faible teneur en hydrogène, le fluage en sens travers du T60 à $\sigma = 0{,}72\sigma_{0,2}$ = 425 MPa se sature expérimentalement dès 2.10^4 s, alors que ce niveau de contrainte est bien au dessus du seuil de saturation obtenu par simulation, en l'absence de vieillissement dynamique. Ceci conforte l'hypothèse que c'est ce phénomène qui contrôle le seuil réel de fluage, pour le T60.

Afin de comprendre l'origine physique de la transition très soudaine (en une dizaine de MPa) entre saturation et poursuite du fluage, l'activité des systèmes de glissement dans le T60 selon DL a été comparée pour trois niveaux de contrainte, inférieure ou supérieure au seuil de fluage, la distribution s'appuyant sur 19 grains choisis d'une façon aléatoire. La Figure 5.13 représente les contributions du glissement prismatique et π_1<a> à la déformation totale au cours d'un essai de fluage à 300, 350 et 370 MPa. On constate que le glissement prismatique se sature dans 37, 21 et 5 % des grains et le glissement π_1<a> dans 47, 10,5 et 0 % des grains, pour ces trois niveaux de contraintes, respectivement. Quant aux systèmes de glissement π_1<c+a> et basal, ils ne sont pas activés pour 300 et 350 MPa et n'apparaissent que dans un grain sur dix neuf (soit 5 % des grains) à 360 et 370 MPa.

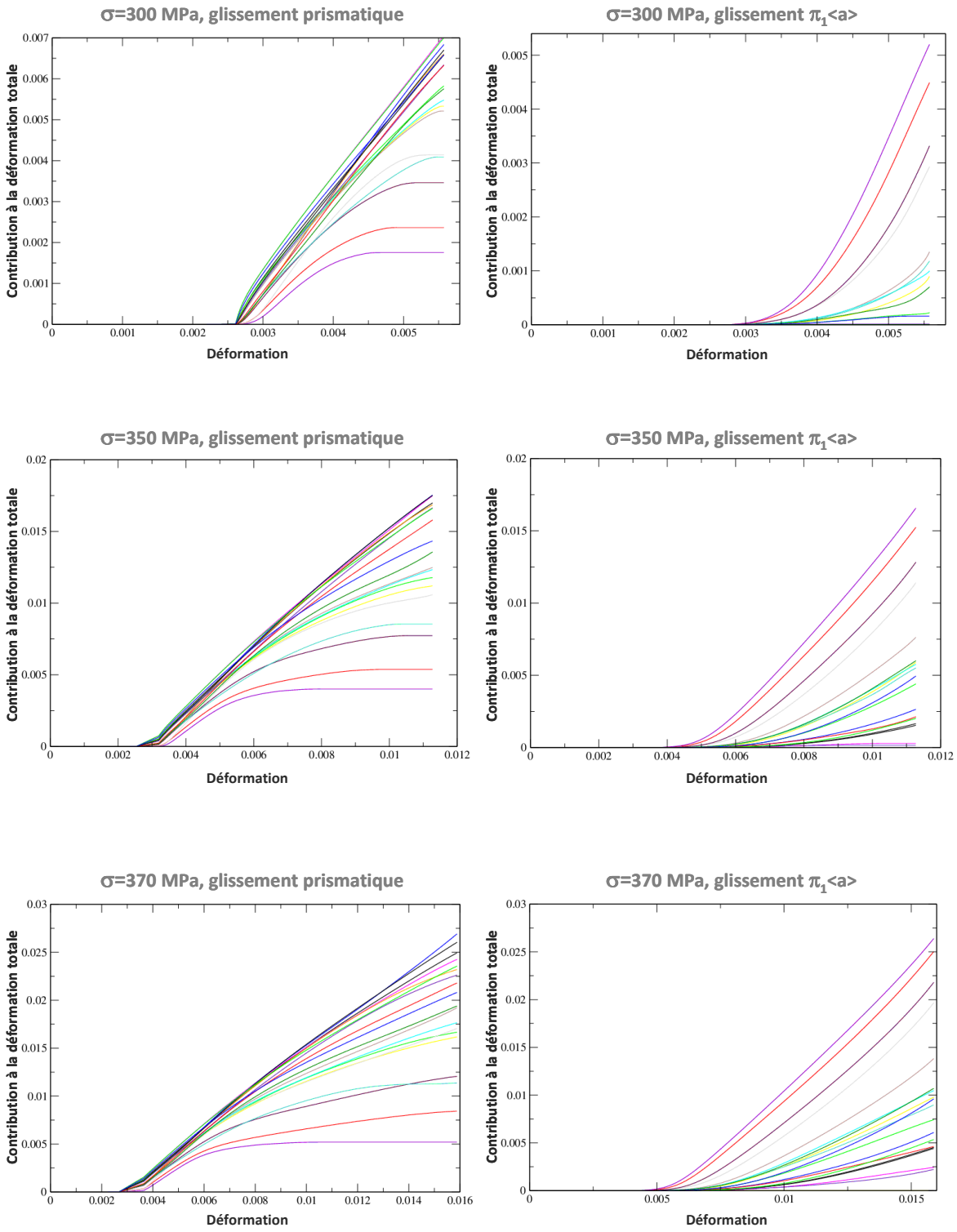


Figure 5.13 - Rapport entre la contribution des glissements prismatique et π_1<a> à la déformation et la contrainte seuil de fluage (T60 DL).

V.4. Conclusions

Les données expérimentales issues des analyses EBSD (ODF), des essais macroscopiques (traction, saut de vitesse, relaxation et fluage) ainsi que des essais *in situ* (rapport entre cissions critiques des divers systèmes) ont été utilisées pour identifier un modèle de plasticité cristalline en "champ moyen" pour le T40 et le T60 en utilisant le code *"Zset"*. L'accord entre les courbes expérimentales et les simulations numériques est assez bon, bien que le modèle ne reproduise pas l'évolution des coefficients de Lankford.

L'anisotropie de la sensibilité à la vitesse s'explique par une viscosité plus faible du glissement prismatique comparé aux autres systèmes de glissement. La contribution des divers systèmes de glissement à la déformation dépend donc de la vitesse de déformation : plus celle-ci augmente, plus le glissement prismatique est prépondérant et plus la sensibilité à la vitesse diminue.

En l'absence de vieillissement dynamique par l'oxygène, la contrainte au-delà de laquelle le fluage à l'ambiante ne se sature pas serait de 50 % de la limite d'élasticité selon DL et 49 % selon DT pour le T40, alors qu'elle serait de 77 % selon DL et 59 % selon DT pour le T60. Le fait qu'à faible teneur en hydrogène, le fluage en sens travers du T60 à 72 % de sa limite d'élasticité se sature, conforte l'hypothèse que c'est le phénomène de vieillissement dynamique qui contrôle le seuil réel de fluage.

La valeur asymptotique de l'écrouissage intergranulaire C/D est 2,5 fois plus élevée dans le T40 que dans le T60, ce qui est cohérent avec la plus forte hétérogénéité de sa déformation (Figure 4.34-chapitre IV) et sa propension plus grande au glissement aux joints qui pourrait, par ailleurs, être déclenché plus tôt que dans le T60 à cause de plus fortes contraintes de compatibilité.

Conclusions générales et perspectives de l'étude

L'approche expérimentale et numérique multi-échelles adoptée a permis une meilleure compréhension du comportement viscoplastique anisotrope du titane et de l'effet des teneurs en oxygène et hydrogène.

Anisotropie du comportement

Les textures des tôles de T40 et T60 laminées entraînent une anisotropie marquée du comportement en traction, due aux différences de contributions des divers modes de déformation en sens long et travers. Dans le cas d'une sollicitation selon la direction traverse, le glissement pyramidal de 1re espèce, notamment de type <*c*+*a*> ainsi que le maclage mécanique sont plus actifs que selon DL, au détriment du glissement prismatique. La contrainte d'écoulement est plus élevée, l'écrouissage différent et il existe un crochet suivi d'un plateau à l'entrée en plasticité, absents dans le sens DL. La sensibilité à la vitesse est également de 25 à 30 % plus élevée en sens travers, ce qui suggère une moindre viscosité du glissement prismatique que celle des autres systèmes. Des simulations numériques en plasticité cristalline effectuées sous cette hypothèse prévoient, conformément à certaines observations de la littérature, une contribution croissante du glissement prismatique à la déformation lorsque la vitesse augmente. Ceci pourrait contribuer à expliquer pourquoi la sensibilité à la vitesse diminue lorsque $\dot{\varepsilon}$ augmente dans la gamme 10^{-7} à 10^{-4} s^{-1}. Le comportement en fluage primaire, contrôlé par le glissement des dislocations (et un peu de maclage dans la nuance la plus pure) est également anisotrope, mais il suffit, pour en rendre compte de normaliser la contrainte appliquée par la limite d'élasticité dans la même direction. Une même loi de la forme $\dot{\varepsilon} = C\left(\frac{\sigma}{\sigma_{0.2}}\right)^n t^m$ permet alors de décrire le fluage primaire selon DL et DT. Quant au fluage secondaire, sa vitesse varie exponentiellement avec la contrainte appliquée de façon indifférenciée selon la direction de sollicitation. De même, les cinétiques logarithmiques de relaxation de contrainte sont quasiment identiques selon DL et DT et 33 à 40 % de la contrainte d'écoulement est relaxée en environ 16 heures. Un modèle simple de viscoplasticité cristalline en champ moyen permet de rendre compte de façon assez satisfaisante du comportement viscoplastique macroscopique anisotrope du T40 et du T60 et notamment de l'anisotropie de leur sensibilité à la vitesse, ce que ne permettrait pas un modèle phénoménologique. En revanche, le modèle ne reproduit pas bien l'évolution des coefficients de Lankford, très sensibles aux lois d'écrouissage adoptées à l'échelle des systèmes de glissement.

Effets de l'oxygène

On observe un effet durcissant de l'oxygène porté essentiellement par la contrainte interne qui représente 62 à 69 % de la contrainte d'écoulement. Le passage de 1600 à 3200 ppm d'oxygène fait varier la cission critique des systèmes prismatiques de 120 ± 60 à 192 ± 70 MPa mais ne change pas les rapports entre les cissions critiques des différents systèmes de glissement. Un accroissement de teneur en oxygène réduit en outre le rapport des mobilités entre dislocations vis et coins et la contribution du maclage mécanique, déjà assez faible dans le T40 et négligeable dans le T60 dans la gamme de déformation étudiée (ε_p < 8 %). Une augmentation de la teneur en oxygène accroît la sensibilité à la vitesse et rend la déformation plus homogène. En revanche, il n'est pas certain que l'on puisse attribuer à la différence de teneur en oxygène le fait que le glissement aux joints (qui s'accompagne d'une chute de l'écrouissage), s'active plus tôt (dès 3 % de déformation) dans le T40 que dans le T60 (6 à 7 %) où il pourrait être retardé par la présence d'îlots de phase β au voisinage des joints. En revanche, l'oxygène pourrait être responsable, à cause d'un phénomène de vieillissement statique plus prononcé pour les dislocations <c+a> dont le début d'activité est concomitant, du crochet et du plateau observés peu après l'entrée en plasticité dans le sens DT, bien que l'on ne puisse exclure qu'il s'agisse d'un pic de multiplication des dislocations vis, plus prononcé selon DT, en raison d'une plus forte sensibilité à la vitesse. S'il était également responsable de la réapparition d'un crochet de traction après seulement six minutes de vieillissement à l'ambiante dans le T60, cela indiquerait une capacité de diffusion bien plus rapide que la diffusion en volume. L'oxygène en solution semble en outre être à l'origine du vieillissement dynamique qui se manifeste par des serrations sur les courbes de traction dont l'amplitude augmente lorsque la vitesse de déformation diminue et du phénomène d'incubation avant fluage, provoqué par la force de traînage qu'il exerce sur les dislocations mobiles à basse contrainte et faible vitesse de déformation ($\dot{\varepsilon} < 10^{-7} s^{-1}$). C'est ce phénomène qui contrôle la contrainte seuil de fluage à l'ambiante dans le T60. En dehors de ce régime de fluage-incubation, un accroissement de teneur en oxygène ralentit le fluage sous une contrainte donnée, sans modifier la compétition entre écrouissage et restauration qui contrôle la décroissance de la vitesse de fluage primaire. Pour ce stade de fluage, l'effet de l'oxygène peut être pris en compte en normalisant la contrainte appliquée par la limite d'élasticité correspondant à sa teneur. Un accroissement de teneur en oxygène augmente la sensibilité à la contrainte de la vitesse de fluage secondaire. En revanche, la teneur en oxygène affecte peu la

relaxation de contrainte qui, en la normalisant par la contrainte initiale, suit la même évolution logarithmique en fonction du temps dans le T40 et le T60.

Effets de l'hydrogène

L'hydrogène en solution n'affecte pas de façon mesurable l'entrée en plasticité et l'écrouissage en traction, mais déclenche un vieillissement dynamique qui se manifeste, dans le T40 comme dans la billette de bonne pureté, à partir de 5 % de déformation, par des serrations sur les courbes de traction à 2.10^{-4} s^{-1}, dont l'amplitude peut atteindre 14 MPa pour la nuance à plus faible teneur en oxygène. Il semble toutefois augmenter légèrement la sensibilité à la vitesse. Dans les conditions favorables au vieillissement dynamique par l'oxygène ($\dot{\varepsilon} < 10^{-7} s^{-1}$), l'hydrogène accélère le fluage en réduisant la force de traînage provoquée par les atomes d'oxygène. La contrainte seuil de fluage à la température ambiante du titane est probablement contrôlée par le rapport O/H. L'hydrogène est responsable d'une spectaculaire recrudescence du fluage après vieillissement à contrainte nulle, pour des faibles rapports O/H. Ce phénomène est attribué à un accroissement de la mobilité des dislocations qui permet une restauration pendant le vieillissement, sous l'effet de la contrainte interne.

Les perspectives qui se dégagent de ces travaux sont nombreuses.

Tout d'abord, afin de compléter l'étude des effets de l'oxygène et aborder ceux de l'hydrogène sur les mécanismes de déformation et leur ordre d'activation, mais aussi sur l'hétérogénéité intra et intergranulaire de la déformation, des essais de traction sous microscope optique et MEB sur la billette et les tôles de T40 et T60 chargées ou appauvries en hydrogène sont à prévoir.

Les effets éventuellement observés sur les cissions critiques pourront être pris en compte dans le modèle de plasticité cristalline qu'il conviendrait toutefois de compléter par l'introduction du maclage mécanique. En outre, le passage à un modèle « en champ complet », s'appuyant sur les microstructures étudiées lors d'essais *in situ* permettrait une validation à échelle locale, par confrontation des champs de déformation calculés à ceux mesurés par corrélation d'images. La prise en compte de l'anisotropie élastique des grains, négligée dans le modèle simple identifié, mais qui joue certainement un rôle important dans le fluage à basse contrainte est également souhaitable.

D'autre part, il serait intéressant d'étudier l'influence de la taille des grains sur le fluage à la température ambiante sur une très large gamme, allant des grains ultrafins (100 à 500nm) produits par déformation plastique sévère pour les applications biomédicales jusqu'à des grains millimétriques. Il est en effet possible, d'après la littérature et nos observations, que la résistance au fluage évolue de façon non monotone avec la taille des grains, en raison d'une forte contribution du glissement aux joints pour les grains fins et du maclage pour les gros grains.

Pour quantifier la contribution du glissement aux joints, deux approches complémentaires sont envisageables : mesurer la composante hors plan du glissement intergranulaire par microscopie à force atomique [173,174] ou les composantes dans le plan, par corrélation d'images, en utilisant les techniques spécifiques de marquage de surface par micro-lithographie au voisinage des joints développées à cet effet au LMS [175,176].

La prise en compte du glissement aux joints dans un modèle de plasticité cristalline en champ complet pourrait être envisagée, à l'aide de l'introduction d'éléments cohésifs aux joints.

Il serait utile d'approfondir les phénomènes de vieillissement dynamique par l'hydrogène en explorant le comportement à des vitesses plus élevées ($> 10^{-2}\ s^{-1}$).

Les phénomènes à l'origine de l'accélération du fluage en fin d'incubation dans le T60 restent assez mystérieux, même si des hypothèses ont été émises pour l'interpréter. Des essais de fluage sous MEB (comme en ont récemment menés Li *et al.* [177]) accompagnés de mesures des champs locaux de déformation seraient utiles.

Puisque les effets de l'oxygène et de l'hydrogène sur la viscoplasticité du titane résultent, en grande partie, d'interactions dynamiques avec les dislocations, il est particulièrement souhaitable de réaliser des essais de traction sous MET, pour observer en temps réel leur glissement et analyser l'effet de ces éléments interstitiels sur les longueurs de sauts, temps d'attente, mobilité des segments vis et coin… S'il était possible de mesurer la distribution de l'oxygène à une échelle fine, cela permettrait de voir si son transport par les dislocations glissant à très basse vitesse entraîne une hétérogénéité dans sa répartition.
Enfin, cette étude s'est concentrée sur la viscoplasticité du titane à la température ambiante, mais il serait intéressant d'analyser l'influence de l'hydrogène et de l'oxygène sur le comportement à plus haute température.

Références

[1] Finlay WL, Snyder JA. Effects of 3 interstitial solutes (Nitrogen, oxygen and carbon) on the mechanical properties of high-purity alpha titanium. *Trans. AIME,* 188, (1950), 277-286.
[2] Conrad H. The rate controlling mechanism during yielding and flow of α-titanium at temperatures below 0.4 T_M. *Acta Metall.,* 14, (1966), 1631-1633.
[3] Fisher ES, Renken CJ. Single crystal elastic moduli and the HCP → BCC transformation in Ti, Zr and Hf. *Phys. Rev.,* 135, (1964), A482-A494.
[4] Flowers JW, Obrien KC, McEleney PC. Elastic constants of alpha titanium single crystals at 25°C. *J. Less-Common MET.,* 7, (1964), 393-395.
[5] Legrand B. Relation between the electronic-structure and ease of gliding in hexagonal close packed metals. *Philos. Mag. B,* 49, (1984), 171-184.
[6] Conrad H. Effect of interstitial solutes on the strength and ductility of titanium. *Prog. Mater Sci.,* 26, (1981), 123-403.
[7] Rosi FD, Dube CA, Alexander BH. Mechanism of plastic flow in titanium-Determination of slip and twinning elements.*Trans. AIME,* (1953), 197-257.
[8] Churchman AT. The slip modes of titanium and the effect of purity on their occurrence during tensile deformation of single crystals. *Proc. R. Soc. London, Ser. A,* 226, (1954), 216-226.
[9] Cass TR. Slip modes and dislocation substructures in titanium and titanium-aluminium single crystals. *In Jaffee, R. & Promisel, N. (Eds.), The Science, Technology and Application of Titanium*, (1968), 459–477, Pergamon Press.
[10] Williams JC, Blackburn MJ. The identification of a non-basal slip vector in titanium and titanium-aluminium alloys. *Phys. Status Solidi B,* 25, (1968), K1-K3.
[11] Paton NE, Backofen WA. Plastic deformation of titanium at elevated temperatures *Metall. Trans.,* 1, (1970), 2839-2847.
[12] Xiaoli T, Haicheng G, Shufen Z, Laird C. Loading mode dependence of deformation microstructure in a high-purity titanium single crystal oriented for difficult glide. *Mater.Sci. Eng. A,* 189, (1994), 77-84.
[13] Chichili DR, Ramesh KT, Hemker KJ. The high-strain-rate response of alpha-titanium: experiments, deformation mechanisms and modeling. *Acta. Mater.,* 46, (1998), 1025-1043.
[14] Pochettino AA. Gannio N, Vial Edwards C, Penelle R. Texture and pyramidal slip in Ti, Zr and their alloys. *Scripta Mater.,* 27, (1992), 1859-1863.
[15] Shechtman D, Brandon DG. Orientation dependent slip in polycrystalline titanium. *J. Mater. Sci.,* 8, (1973), 1233-1237.

[16] Zaefferer S. A study of active deformation systems in titanium alloys: dependence on alloy composition and correlation with deformation texture. *Mater. Sci. Eng A,* 344, (2003), 20-30.
[17] Roth A. *Étude multi-échelles de l'hétérogénéité et de l'anisotropie de la déformation plastique : cas des aciers TWIP et du Ti-α.* Thèse de doctorat, Université de Lorraine, (2014).
[18] Numakura H, Minonishi Y, Koiwa M. <-1-123>{10-11} slip in titanium polycrystals at room temperature. *Scripta Mater.,* 20, (1986), 1581-1586.
[19] Benmhenni N, Bouvier S,Brenner R, Chauveau T, Bacroix B. Micromechanical modelling of monotonic loading of CP α Ti: correlation between macroscopic and microscopic behaviour. *Mater. Sci. Eng. A.,* 573, (2013) 222-233.
[20] Bozzolo N, Dewobroto D, Wenk HR, Wagner F. Microstructure evolution and microtexture of highly cold rolled commercially pure titanium. *J. Mater. Sci.,* 42, (2007), 2405-2416.
[21] Salem AA, Kalidindi SR, Semiatin SL. Strain hardening due to deformation twinning in a titanium: constitutive relations and crystal plasticity modelling. *Acta Mater.,* 53, (2005) 3495-3502.
[22] Wu X, Kalidindi SR, Necker C, Salem AA. Prediction of crystallographic texture evolution and anisotropic stress-strain curves during large plastic strains in high purity α-titanium using a Taylor-type crystal plasticity model. *Acta Mater.,* 55, (2007), 423-432.
[23] Wang L, Barabash RI, Yang Y, Bieler TR, Crimp MA, Eisenlohr P, Liu W, Ice GE. Experimental characterization and crystal plasticity modelling of heterogeneous deformation in polycrystalline α-Ti. *Metall. Trans A.,* 42, (2011), 626-635.
[24] Philippe MJ, Serghat M, Van Houtte P, Esling C. Modelling of texture evolution for materials of hexagonal symmetry – II Application to zirconium and titanium or near alloys. *Acta Metall.,* 43, (1995), 1619-1630.
[25] Fundenberger JJ, Philippe MJ, Wagner F, Esling C. Modelling and prediction of mechanical properties for materials with hexagonal symmetry (zinc, titanium and zirconium alloys). *Acta Mater.,* 45, (1997), 4041-4055.
[26] Gong J, Wilkinson AJ. Anisotropy in the plastic flow properties of single-crystal α titanium determined from micro-cantilever beams. *Acta Mater.,* 57, (2009), 5693-5705.
[27] Gong J, Wilkinson AJ. A microcantilever investigation of size effect, solid solution strengthening and second phase strengthening for <a> prism slip in alpha Ti, *Acta Mater.,* 59, (2011), 5970-5981.

[28] Zambaldi C, Yang Y, Bieler TR, Raabe D. Orientation informed nanoindentation of α-titanium: Indentation pileup in hexagonal metals deforming by prismatic slip. *J. Mater. Res.,* 27, (2012), 356-367.
[29] Schmid E, Boas V. Plasticity of crystals, Hughes and company, London, 96 (1950).
[30] Paton NE, Ph.D. Thesis, M.I.T, Cambridge, Massachusetts (1969).
[31] Ghaderi A, Barnett MR. Sensitivity of deformation twinning to grain size in titanium and magnesium. *Acta Mater.,* 59, (2011), 7824-7839.
[32] Salem, AA., Kalidindi SR, Doherty RD. Strain hardening of titanium: role of deformation twinning. *Acta Mater.,* 51, (2003), 4225-4237.
[33] Nemat-Nasser S, Guo WG, Cheng JY. Mechanical properties and deformation mechanisms of a commercially pure titanium. *Acta Mater.,* 47, (1999), 3705-3720.
[34] Cheng J, Nemat-Nasser S. A model for experimentally-observed high-strain rate dynamic strain aging in titanium. *Acta Mater.,* 48, (2000), 3131-3144.
[35] Gray III GT. Influence of Strain Rate and Temperature on the Structure. Property behavior of high purity titanium. *Journal de Physique IV,* (1997), 423-428.
[36] Jieping Z, Haicheng G, Huijin Z, Shufen Z, Laird C. Tensile Deformation and Fracture in High Purity Titanium : In Situ Observation by Scanning Electron Microscopy. *Mater. Sci. Eng. A,* 114, (1989), 89-96.
[37] Fujishiro S, Edington JW. Mechanical Twinning of Titanium Single Crystals. Tech. Rept. AFML-TR-70-176 (1970).
[38] Akhtar A. Basal slip and twinning in alpha –titanium single-crystals. *Metall. Trans,* 6A, (1975), 1105-1113.
[39] Battaini M. *Deformation Behaviour and Twinning Mechanisms of Commercially Pure Titanium Alloys.* In Department of Materials Engineering. 2008, Monash University. p.275.
[40] Altshuler TL, Christian JW. Low temperature twinning in pure iron. *Acta Metall.,* 1966, 14, 903-908.
[41] Hull D. In deformation twinning. (ed. R.E. Reed Hill *et al.*), 121-155, (1963), New-York.
[42] Christian JW, Mahajan S. Deformation Twinning. *Prog. Mater. Sci.,* 39, (1995), 1-157.s
[43] Rosi FD. Mechanism of plastic flow in titanium-Manifestations and dynamics of glide. *Trans. AIME,* 200, (1954), 58-69.
[44] Churchman AT. The yield phenomena, kink bands and geometric softening in titanium crystals. *Acta Metall.,* 3, (1955), 22-29.

[45] Charrier J. *Contribution à l'étude des mécanismes de déformation plastique du titane alpha écroui par traction entre -140 et 400 °C.* Thèse de doctorat, Université de Poitiers, UER-ENSMA, (1978).

[46] Sob M, Kratochvil J, Kroupa F. Theory of strengthening of alpha titanium by interstitial solutes. *Czechoslovak Journal of Physics,* 25B, (1975), 872-890.

[47] Naka S, Lasalmonie A. Cross slip on the 1st order pyramidal plane (10-11) of a-type dislocations [1-210] in the plastic deformation of alpha titanium single crystals. *J. Mater. Sci.,* 18, (1983), 2613-2617.

[48] Naka S, Lasalmonie A., Costa P, Kubin LP. The low temperature of alpha-titanium and the core structure of a-type screw dislocations. *Philos. Mag. A,* 57, (1988), 717-740.

[49] Farenc S, Caillard D. Couret A, An in situ study of prismatic glide in α titanium at low temperatures, Acta Met., 41, 1993, 2701-2709.

[50] Farenc S, Caillard D. Couret A, A new model for the peak of the activation area of α titanium. *Acta Metall.,* 43, (1995), 3669-3678.

[51] Couret, Caillard D. Dissociations and friction forces in metals and alloys, *Journal De Physique II*, 1, (1991), 885.

[52] Farenc S. *Étude des mécanismes de déformation du titane et de l'alliage TiAl.* Thèse de doctorat, CEMES, Toulouse, (1992).

[53] Sato E, Yamada T, Tanaka H, Jimbo I. Categorization of Ambient-Temperature Creep Behavior of Metals and Alloys on Their Crystallographic Structures. *Mater. Trans.,* 47, (2006), 1121-1126.

[54] Adenstedt HK. Creep of titanium at room temperature, *Met. Prog.,* 65, (1949), 658-660.

[55] Kiessel WR, Sinnott MJ. Creep properties of commercially pure titanium, *Trans. AIME,* (1953), 331-338.

[56] Sévérac C, Deslandes B, Reyes A, Quesne C, Lacombe P. Étude du comportement au fluage du titane de pureté commerciale entre 25°C et 400°C. Rôle des impuretés et/ou des éléments d'alliage, *J. Less-Common MET.,* 69, (1980), 237-250.

[57] Li Z, Hong X, Qiulin M, Zhiwen W. Low-temperature creep behavior of commercially pure Titanium TA2, *Rare Metal Mat.Eng.,* 37, (2008), 2114-2117.

[58] Matsunaga T, Kameyama T, Takahashi K, Sato E. Constitutive relation for ambient-temperature creep in hexagonal close-packed metals, *Mater. Trans.,* 50, (2009), 2858-2864.

[59] Yamada T, Tanaka H, Sato E, Jimbo I, Dislocation structure for ambient temperature creep in titanium metal, *Materials Science forum*, 475-479, (2005) 577-580.

[60] Luster DR, Wentz WW, Kaufman W. Creep properties of titanium, *Mater. Methods,* 37, (1953), 100-103.
[61] Zeyfang R, Martin R, Conrad H. Low temperature creep of titanium, *Mater. Sci. Eng.,* 8, (1971), 134-140.
[62] Stetina K. Creep of titanium between 30°C and 300°C, proc. Int. Conf. Engineering aspects of creep. Mech. Eng. Publications, 1, (1980), 19-24.
[63] Millot T. Creep and creep cracking of a heat exchanger component of submarine made of ASTM pure titanium grade 4 and grade 2, proc. RINA Int. Conf. Advanced Marine Materials, Technologies & Applications, London 9-10 Oct. 2003, Royal Institution of Naval Architects, (2003), 51-55.
[64] Thompson AW, Odegard BC. The influence of microstructure on low temperature creep of Ti-5Al-2,5Sn. *Metall. Trans.,* 4, (1973), 899-908.
[65] Evans WJ, Gostelow CR. The effect of hold time on the fatigue properties of a β-processed titanium alloy. *Metall. Trans. A*, 10, (1979), 1837-1846.
[66] Miller WH, Chen RT, Starke EA. Microstructure, creep, and tensile deformation in Ti-6Al-2Nb-1Ta-0,8Mo. *Metall. Trans. A*, 18, (1987), 1451-1467.
[67] Neeraj T, Hou DH., Daehn GS, Mills M.J. Phenomenological and microstructural analysis of room temperature creep in titanium alloys. *Acta Mater.,* 48, (2000), 1225-1238.
[68] Gerland M, Lefranc P, Doquet V, Sarrazin-Baudoux C. Deformation and damage mechanisms in a α/β 6242 Ti alloy in fatigue, dwell-fatigue and creep at room temperature. Influence of internal hydrogen. *Mater. Sci. Eng. A,* 507, (2009), 132-143.
[69] Drefahl K, Winciercz P, Zwicker U, Delarbre P. 230 000h creep properties of titanium produced from electrolytic and sponge material and TiAl6V4 alloy at 20°C. Proc. 5th Int. Conf. on Titanium, Munich, 10-14 Sept. 1984, Vol. 4, 2387-2394, G. Lutjering, U. Zwicker, W. Bunk eds. Deutsche Gesellshaft fur Metallkunde (1984).
[70] Paties H. *Étude expérimentale du comportement en fluage et CSC d'un titane non allié de grade 4. Application à un cas d'endommagement en service.* Thèse de doctorat, École nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne, (2002).
[71] Aiyangar AK, Neuberger BW, Oberson PG, Ankem S. The Effect of Stress Level and Grain Size on the Ambient Temperature Creep Deformation Behavior of an Alpha Ti-1.6 Wt Pct V Alloy. *Metall. Mater. Trans A.,* 36, (2005), 637-644.
[72] Oberson PG, Ankem S., The effect of time-dependent twinning on low temperature (<0.25Tm) creep of an alpha-titanium alloy, *Int. J. Plast.,* 25, (2009), 881-900.

[73] Pujol C. *Étude des mécanismes de déformation en traction et fluage du Zr a entre 20 et 300°C,* Thèse de doctorat*,* École des Mines de Paris, (1994).
[74] Hasija V, Gosh S, Mills MJ, Joseph DS. Modelling deformation and creep in Ti-6Al alloys with experimental validation. *Acta Mater.,* 51, (2003), 4533-4549.
[75] Deka D, Jospeh DS, Gosh S. Crystal plasticity modelling of deformation and creep in polycrystalline Ti-6242. *Met. Trans A,* 37A, (2005), 1371-1388.
[76] Dunne FPE, Rugg D, Walker A. Lengthscale-dependent, elastically anisotropic, physically-based hcp crystal plasticity: Application to cold-dwell fatigue in Ti alloys *Int. J. Plast.,* 23, (2007), 1061-1083.
[77] Boutana N, Bocher P, Jahazi M. Discrepancy between fatigue and dwell-fatigue behaviour of near-alpha titanium alloys simulated by cellular automata. *Int. J. Fatigue,* 51, (2013), 49-56.
[78] ASM Committee on Titanium and Titanium alloys: in 'Metals Handbook', 9th edn, Vol 3, (1980), 372-380. Metals Park, OH, ASM.
[79] Conrad H. Thermally activated deformation of alpha titanium below 0,4 T_M. *Canadian J. Phys.,* 45, (1967), 581.
[80] Tyson WR, Physics of Solid Solution Strengthening, ASM, Cleveland (1975), p.47.
[81] Naka S. *Étude des mécanismes de déformation plastique à basse température de monocristaux de phase α.* Thèse de doctorat, Université de Paris Sud (Orsay).1983.
[82] Williams JC , Sommer AW, Tung PP. The influence of oxygen concentration on the internal stress and dislocation arrangements in α titanium, *Metall. Trans.,* 3, (1972), 2979-2984.
[83] Strudel JL. Interactions des dislocations avec des impuretés. YMCA, École d'été d'Yravals, p.199, 1979.
[84] Jousset H. *Viscoplasticité et microstructures d'un alliage de titane : Effets de la température et de la vitesse de sollicitation*. Thèse de doctorat, École des Mines de Paris, (2008).
[85] Prasad K, Varma VK. Serrated flow behavior in near-alpha titanium alloy IMI 834, *Mat. Sci. Eng. A,* 486, (2008), 156-168.
[86] Senkov ON, Jonas.1996. Dynamic strain aging and hydrogen-induced softening in alpha titanium. *Metall. Mater. Trans. A,* 27, (1996), 1877-1887.
[87] Garde AM, Santhanam AT, Reed-Hill RE. The significance of dynamic strain aging in titanium. *Acta Metall.,* 20, (1972), 215-220.

[88] Beck FH. *Effect of hydrogen on the mechanical properties of titanium and its alloys*. Lewis Research Center (NASA), 1975, final report.
[89] Lenning GA. M.S. Thesis, The Ohio State University, (1956).
[90] Wan XJ, Gao GY. The Effect of Hydrogen on the Properties of Ti-6AI-4V Alloy. Proceedings of the 5th National Congress on Titanium Alloys, China, (1984).
[91] Shih DS, Robertson IM., Birnbaum HK, Hydrogen embrittlement of alpha-titanium -In-situ TEM Studies. *Acta Metall.,* 36, (1988), 111-124.
[92] Robertson IM. The effect of hydrogen on dislocation dynamics. *Eng. Fract. Mech.,* 64, (1999), 649-673.
[93] Birnbaum HK, Robertson IM , Sofronis P, Teter D. Mechanisms of Hydrogen related Fracture : a review. Corrosion Deformation Interaction CDI'96, The Institute of Materials, Londres, (1997) p 172.
[94] Gao GY, Dexter SC. Effect of hydrogen on creep behaviour of Ti-6Al-4V alloy at room temperature. *Metall. Trans. A,* 18, (1987), 1125-1130.
[95] Mignot F. *Contributions de l'hydrogène interne et du fluage à froid à l'anomalie de fissuration sous chargement cyclique du Ti 6246 à fort* K_{max}. Thèse de doctorat, École Polytechnique, (2003).
[96] Rupa N. *Effet de l'hydrogène et des hydrures sur le comportement viscoplastique du Zircaloy 4 recristallisé.* Thèse de doctorat, Université de Technologie de Compiègne, (2000).
[97] Wasilewski RJ, Kehl GL. Diffusion of nitrogen and oxygen in titanium. *Journal of the institute of metals,* 83, (1954), 94-104.
[98] Papazoglou TP, Hepworth MT. Diffusion of hydrogen in titanium. *Trans. AIME,* 242, (1968), 682.
[99] Phillips II, Poole P, Shreir LL. Hydrogen formation during cathodic polarization of Ti.2. Effect of temperature and pH of solution on hydride growth. *Corros. Sci.,* 14, (1974) 533-542.
[100] Brauer E, Doerr R, Gruner R, Rauch F. A nuclear-physics method for the determination of hydrogen diffusion-coefficients. *Corros. Sci.,* 21 (1981), 449-457.
[101] Gao W, Li W, Zhou J, Hodgson P. Thermodynamics approach to the hydrogen diffusion and phase transformation in titanium particles. *J. Alloys Compd.,* 509, (2011), 2523-2529.
[102] Demarez AL, Hock AG, Meunier FA. Diffusion of hydrogen in mild steel. *Acta metall.,* 2, (1954), 214-223.
[103] Albrecht WM, Mallet MW. Hydrogen solubility and removal for titanium and titanium alloys. *Trans. AIME,* 212, (1958), 204-210.

[104] Paton NE, Hickman BS, Leslie D. Behavior of hydrogen in alpha-phase Ti-Al Alloys. *Metall. Trans.,* 2, (1971), 2791-2796.
[105] Vitt R, Ono K. Hydrogen solubility in alpha titanium. *Metall. Trans.,* 2, (1971) 608.
[106] Köster L, Bangert L, Evers M. Uber das dampfungsverhalten von wasserstoffbeladenem titan. *Z Mettalk,* 47, (1956), 564-570.
[107] Lenning GA, Craighead CM, Jaffee RI. Constitution and mechanical properties of titanium-hydrogen alloys. *Trans. AIME,* 200, 1954, 367-376.
[108] McQuillan AD. Department of Physical Metallurgy and Science of Materials, University of Birmingham, Birmingham, England, unpublished research, (1956).
[109] Paton NE, Williams JC. Effect of Hydrogen on titanium and its alloys, In Metals Parks, Ohio 44073, J.M.T Danachie Eds., American Society for Metals, (1974) 180-202.
[110] Tiner NA, Mackay TL, Asunmaa SK, Ingersoll RG. Use of electron micro-autoradiography for evaluating micro-segregation of hydrogen in titanium alloys. *Trans. ASM,* 61, (1968), 195-202.
[111] Murray JL. Phase diagram of binary alloys. ASM international Editions, (1987), 123-135.
[112] Lenning GA, Spretnak JW, Jaffee RI. Effect of hydrogen on alpha titanium alloys. *Trans. AIME,* 18, (1956), 1235-1240.
[113] Miyake M, Uno M, Yamanaka S. On the zirconium-oxygen-hydrogen ternary system *J. Nucl. Mater.,* 270, (1999), 233-241.
[114] Yamanaka S, Tanaka T, Mikaye M. Effect of oxygen on hydrogen solubility in zirconium. *J. Nucl. Mater.,* 167, (1989), 231-237.
[115] Keeler JH, Geisler AH. Preferred Orientations in Rolled and Annealed Titanium. *J. Metals,* 206, (1957), 80-90.
[116] McHargue CJ, Holland JR, Hammond JP. Hot-Rolled Textures of Titanium Alloys. *J. Metals,* 197, (1953), 57-58.
[117] McGeary RK, Lustman B. Preferred Orientation in Zirconium. *J Metals,* 191, (1951), 994-1002.
[118] Crussard G, Jaoul B. Rev. Met, 4, (1950), 589-600.
[119] Considère A. *Mémoire sur l'emploi de fer et de l'acier dans les constructions', Annales des Ponts et Chaussées.* 9 (1885), 574-775.
[120] Béchade JL, Bacroix B, Francillette H, Pelé J, C. Pujol. Textures et microstructures de tôles en Zr 702 après différents traitement thermiques et mécaniques, simulations de textures de traction. In P. Lemoine G. Cailletaud, editor, Le zirconium : journées d'étude

propriétés - microstructures, pages 47-56. Les Editions de Physique, 1996.
[121] Francillette H, Bacroix B, Gaspérini M, Lebensohn RA. Caratérisation des mécanismes de déformation actifs dans les alliages de Zr et utilisation de modèles de passage micro-macro. In P. Lemoine G. Cailletaud, editor, Le zirconium : journées d'étude propriétés - microstructures, pages 57-66. Les Editions de Physique, 1996.
[122] Levine E. Deformation mechanisms in titanium at low temperatures. *Trans. AIME,* 236, (1966), 1558.
[123] Moskalenko VA, Puptsova VN. Thermoactivational parameters of plastic deformation of alpha titanium single crystals. *Fizika Metallov I Metallovedenie,* 34, (1972), 1264-1269.
[124] Garde AM. *An analysis of the stress-strain behavior of several grades of polycrystalline titanium and zirconium with reference to dynamic strain aging and deformation twinning between 77 and 1000 K.* PhD Thesis, University of Florida, (1973).
[125] Ramachandran V. PhD Dissertation, University of Florida, 1970.
[126] Okazaki K, Conrad H. Effects of interstitial content and grain size on the strength of titanium at low temperatures. *Acta Metall.,* 21, (1973), 1117-1129.
[127] Agrawal S, Sargent G, Conrad H. Deformation kinetics of α-titanium at low temperatures using stress relaxation. *Met. Trans.,* 4, (1973), 2613-2620.
[128] Agrawal S, Sargent G, Conrad H. On the evaluation of the deformation kinetics in titanium using stress relaxation. *J. Less-Common MET.,* 34, (1974), 201-207.
[129] Cottrell A. Dislocations and plastic flow in crystals. London Oxford University Press (1953).
[130] Kuhlmann-Wilsdorf D, Laird C. Dislocation behaviour in fatigue. *Mater. Sci. Eng.,* part II et IV, 37 et 39, (1953), 111 -120 et 231-241.
[131] Dickson I, Boutin J, Handfield L. A comparison of two simple methods for measuring cyclic internal and effective stresses. *Mater. Sci. Eng.,* 64, (1984), 7-11.
[132] Feaugas X. *Contribution à la compréhension des mécanismes de déformation plastique et d'endommagement des matériaux : un point de vue expérimental.* Mémoire d'habilitation à diriger des recherches, (1999).
[133] Brandes MC, Mills MJ. Recovery of strain hardening at low temperature in alpha Ti-6Al and Ti-6242. Titanium-world conference, 3, (2003), 2011-2018.
[134] Cottrel AH. Interactions of dislocations and solute atoms, Relations of properties to microstructure. A seminar held during the 35th National Metal Congress & Exposition Cleveland Oct. 17-23 1953. Seminar Coordinator Turnbull, David. American Society of Metals, (1954).

[135] Arsenault RJ, Weertman J. Incubation creep in alpha iron. *Acta Metall.,* 11, (1963), 1119-1128.

[136] Warda RD, Fidelris V, Tseghtsoonian E. Dynamic strain aging during creep of α Zr. *Metall. Trans.,* 4, (1973), 1201-1206.

[137] Scholl H, Knorr W. Zum Kriechverhalten des Titans. *Acta Metall.,* 9, (1961), 61-63.

[138] Gollapudi S. Creep Mechanisms in Titanium Alloy Tubing. PhD thesis, 2007, Raleigh, North Carolina.

[139] Ferrer F. *Étude des mécanismes de déformation du zirconium entre 25 et 400 °C-Influence d'une faible teneur en soufre*. Thèse de doctorat, École Polytechnique, (2000).

[140] Donoso JR, Reed-Hill RE. Static strain-aging in commercial purity alpha titanium. *Metall. Trans.,* 8A, (1977), 945-948.

[141] Cottrell AH, Bilby RA. Dislocation theory of yielding and strain ageing of iron. *Proc. R. Soc. London, Ser. A,* 62, (1949), 49-62.

[142] Harper S. Precipitation of Carbon and Nitrogen in Cold-Worked Alpha-Iron. *Phys. Rev.,* 83, (1951), 709-712.

[143] Roth A, Lebyodkin MA, Lebedkina TA, Lecomte J-S, Richeton T. Amouzou K.E.K. Mechanisms of anisotropy of mechanical properties of α-titanium in tension conditions. *Mater. Sci. Eng. A,* 596, (2014), 236-243.

[144] Malik LM, Dickson JI. Yield Point Effects in α-Titanium During Interrupted Tensile Tests at 300-496 K. *Mater. Sci. Eng.,* 17, (1975), 67-75.

[145] Estrin Y, Kubin L. Local strain hardening and nonuniformity of plastic deformation. *Acta metall.,* 34, (1986), 2455-2464.

[146] Estrin Y, Kubin L. Spatial Coupling and Propagative Plastic Instabilities. In Continuum Models for Materials with Microstructure, Ed. H.-B. Mühlhaus, Wiley, New York, (1995), 395-450.

[147] Kubin L, Estrin Y. Dynamic strain ageing and the mechanical response of alloys. *J. Phys., III,* 1, (1991), 929-943.

[148] Couzinié J.P, Barkia B, Doquet V, Guillot I. Influence of hydrogen and oxygen content on the mechanical behavior of Zr at 300 °C and Ti at 20° C. Hydrogen-materials interactions, proceedings of the 2012 International hydrogen conference, 9-11 sept. 2012, Jackson Lake, United States, B.P. Somerday, P. Sofronis eds, pp 411-419, ASME Press.

[149] Guillot I. *Étude du couplage oxygène-hydrogène sur le comportement visco-plastique du zirconium-a : Influence du sens de sollicitation et de la température*. Université de Technologie de Compiègne-EDF, Rapport final, (2000).

[150] Birnbaum HK, Robertson IM, Sofronis P. Hydrogen effects in plasticity. In Multiscale phenomena in plasticity, J. Lepinoux *et al.* eds, Kluwer academic publishers, (2000), p 367-381.
[151] Brandes M, Mills MJ. Static recovery in titanium alloys at lower temperatures. *Mater. Sci. Eng. A,* 387-389 (2004) 570-575.
[152] Naka S, Lasalmonie A. Prismatic slip in the plastic deformation of α-Ti single crystals below 700 K. *Mater. Sci. Eng.,* 56, (1982), 19-24.
[153] Matsunaga T, Takahashi K, Kameyama T, Sato E. Relaxation mechanisms at grain boundaries for ambient temperature creep of H.C. P. Metals. *Mater. Sci. Eng. A,* 510-511, (2009), 356-358.
[154] BenMhenni N, Bouvier S, Brenner R, Haddadi H, Bacroix B. Caractérisation et modélisation du comportement mécanique d'alliages de titane polycristallin. Revue de projet.
[155] Revil-Baudard B. Simulation du comportement mécanique des alliages de titane pour les procédés de mise en forme à froid. Thèse de doctorat, Centre de Mise en Forme des Matériaux, MINES ParisTech, (2010).
[156] Ankem S, Greene C.A, Singh S. Time dependant twinning during ambient temperature creep of α Ti-Mn alloy. *Scripta Mater.,* 30, (1994), 803-808.
[157] Oberson PG, Wyatt ZW, Ankem S. Modelling interstitial diffusion controlled twinning in alpha titanium during low-temperature creep. *Scripta Mater.,* 65, (2011), 638-641.
[158] Matsunaga T, Kameyama T, Ueda S, Sato E. Grain boundary sliding during ambient-temperature creep in hexagonal close-packed metals. *Philos. Mag. A*, 90, (2010), 4041-4054.
[159] Naka S, Kubin LP, Perrier C. The plasticity of Titanium at low and medium Temperatures. *Philos. Mag. A*, 63, (1991), 1035-1043.
[160] Jones RL, Conrad H. Effect of grain size on strength of alpha-titanium at room temperature. *Trans. AIME,* 245, (1969), 779.
[161] Williams JC, Tung PP, Sommer AW. Influence of internal stress and dislocation arrangements in alpha titanium. *Metall. Trans. A,* 3, (1972), 2979-2984.
[162] Castagny P. *Étude des micromécanismes de déformation d'un alliage Ti-6Al-4V par déformation MET in situ-Influence d'un traitement de surface.* Thèse de doctorat, Université de Toulouse, (2007).
[163] Musienko A, Tatschl A, Schmidegg K *et al.* Three-dimensional finite element simulation of a polycrystalline copper specimen. *Acta Mater.,* 55, (2007), 4121-4136.

[164] Moulinec H, Suquet P. A numerical method for computing the overall response of nonlinear composites with complex microstructure. *Comput. Methods Appl. Mech. Eng.,* 157, (1998), 69-94.
[165] Héripré E, Dexet M, Crépin J *et al.* Coupling between experimental measurements and polycrystal finite element calculations for micromechanical study of metallic materials. Int. J. Plast., 23, (2007), 1512-1539.
[166] Bunge HJ. Texture Analysis in Materials Science: Mathematical Methods (1st ed.), Akademie-Verlag. (1982).
[167] Kocks UF, Tomé CN, Wenk HR. Texture and Anisotropy: Preferred Orientations in Polycrystals and their Effect on Materials Properties. Cambridge: Cambridge University Press, (1998).
[168] Cailletaud G. *Une approche micromécanique phénoménologique du comportement inélastique des métaux*. Thèse de doctorat d'État, Université Pierre et Marie Curie, Paris 6, (1987).
[169] Méric L, Poubanne P, Cailletaud G. Single-crystal modeling for structural calculations: part I model presentation. *J. Eng. Mater. Technol.*, 113, (1991), 162-170.
[170] Feaugas X. *Microstructure et modélisation du comportement en fatigue uniaxiale et multiaxiale d'un alliage de titane biphasé*. Thèse de doctorat, Université de Technologie de Compiègne, (1994).
[171] Pilvin P. *Approches multi-échelles pour la prévision du comportement anélastique des métaux*. Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie, Paris 6, (1990).
[172] Z-set official website, 2013. URL: http://zset-software.com.
[173] Bell RL, Langdon TG. An investigation of grain boundary sliding during creep. *J. Mater. Sci.,* 2 (1967), 313-323.
[174] Han JH, Mohammed FA. Quantitative measurements of grain boundary sliding in a ultrafine-grained Al alloy by atomic force microscopy. *Metall. Mater. Trans. A,* 42, (2011), 3969-3978.
[175] Bourcier M. *Étude multi-échelle des mécanismes de déformation ductile de polycristaux synthétiques de chlorure de sodium*. Thèse de doctorat, École Polytechnique, (2012).
[176] Gaye A, Bourcier M, Héripré E, Bornert M, Dimanov A, Raphanel J, Sab K. Quantitative investigation of grain boundary sliding in halite rock by SEM in situ testing and full field measurements. proc. Photomechanics, (2013).

[177] Li H, Mason DE, Yang Y, Bieler TR, Crimp MA, Boehlert CJ. Comparison of the deformation behaviour of commercially pure titanium and Ti-5Al-2.5Sn (wt %) at 296 and 728K. *Philos. Mag.,* 93, (2013), 2875-2895.

Annexes

Annexe A

Techniques expérimentales

A.1. Préparation des échantillons

A.1.1. Microscopie optique et électronique à balayage

Tous les échantillons observés sont d'abord polis mécaniquement à l'aide d'un papier abrasif, jusqu'à grade 4000. Les échantillons destinés aux observations de microstructure et/ou cartographies EBSD, ainsi que les éprouvettes de traction *in-situ* subissent par la suite un polissage électrochimique (Figure A.1) à l'aide d'une solution d'acide perchlorique à 20 % dans le méthanol. Une tension de 17 V est appliquée pendant 15 secondes à une température de 5 °C. Cette technique présente l'avantage d'être reproductible et de supprimer la couche écrouie par le polissage mécanique.

Figure A.1 - Polisseuse électrochimique.

Les échantillons chargés en hydrogène et destinés à l'observation d'éventuels hydrures au MEB subissent une attaque chimique au réactif de Rémington modifié (2 vol. de HNO_3, 2 vol. de glycérine et 1 vol d'HF) pendant 10 secondes à 5 °C.

A.1.2. Microscopie électronique à transmission

La première étape consiste à préparer un échantillon circulaire de 3 mm de diamètre et de 100 µm d'épaisseur par polissage mécanique. Les échantillons sont ensuite polis par voie électrolytique dans un bain contenant 600 ml de méthanol, 250 ml de butanol et 60 ml d'acide perchlorique à l'aide d'un amincisseur de type Tenupol. L'amincissement est réalisée sous une tension de 15 V et à une température de l'ordre de -40° C afin d'éviter la formation

d'hydrures. L'application d'une différence de potentiel entre l'anode (échantillon) et la cathode (plaques porte buse du Tenupol) permet un polissage des deux côtés simultanément par un double jet. Lorsque un trou apparaît, le polissage peut être interrompu automatiquement par le système de détection infrarouge et l'échantillon est alors prêt pour l'examen MET.

A.2. Mesure des champs de déformation par corrélation d'images numériques (CIN)

A.2.1. Dépôt des grilles par micro-lithographie en vue de la CIN

A.2.1.1. Principe de la technique

La micro-lithographie électronique [A1-A3] permet le dépôt des micro-grilles, en vue de mesurer les déformations locales. La première étape consiste à déposer une couche de résine liquide sur le matériau, plus précisément une solution de PMMA (polyméthylméthacrylate) concentrée à 5 %. L'échantillon est ensuite mis en rotation pendant 1 min 30 afin d'étaler la résine, avant de faire polymériser celle ci à 140 °C pendant 30 minutes. Le PMMA est une résine électro-sensible c'est-à-dire que la masse molaire des chaines dont elle constituée diminue localement lors du passage d'un faisceau d'électrons. On irradie donc la résine dans le MEB en pîlotant le faisceau de telle sorte à dessiner une grille. Cette opération est suivie d'une dissolution sélective des chaines polymériques ayant la plus faible masse molaire en utilisant un révélateur. On recouvre ensuite la surface de l'échantillon d'une couche homogène de métal avant de dissoudre la résine restante par une solution d'acétate d'éthyle placé dans un bain à ultrasons, ainsi il ne reste plus que le motif désiré. Le dépôt de la couche métallique se fait par pulvérisation cathodique (dépôt cinétique par bombardement ionique) suivi par une évaporation thermique sous vide (dépôt par condensation). Le principe de dépôt des grilles est schématisé sur la Figure A.2.

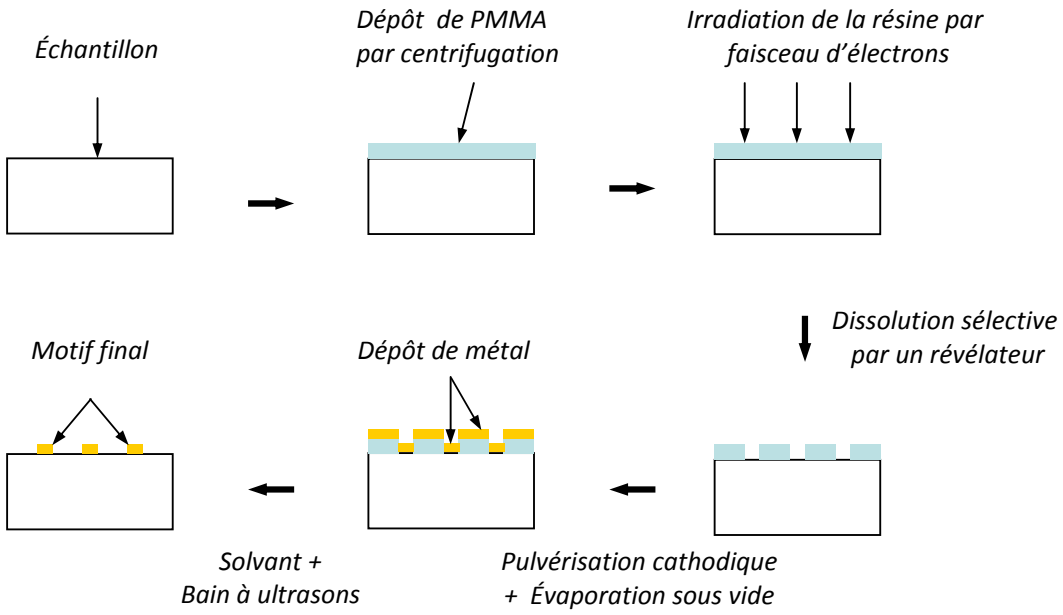


Figure A.2 - Principe de la micro-lithographie.

A.2.1.2. Paramètres de micro-lithographie

- Largeur des barreaux de la grille

Il est directement lié à la dose d'irradiation correspondant au courant émis par le faisceau d'électrons multiplié par le pas de temps (durée de l'irradiation). Pour les éprouvettes de titane, afin d'obtenir une largeur de barreaux de 0,2 µm, la taille du faisceau MEB a été ajustée de telle sorte que le courant émis soit de l'ordre de 0,9 nA, pour une durée d'irradiation de 480 ms/mm.

- Pas de la grille

En tenant compte de la taille des grains du T40 et du T60, à savoir 40 et 45 µm respectivement, un pas de 4 µm été choisi, soit en moyenne environ 100 (10x10) points de mesure par grain. Cette valeur a été jugée suffisante pour la mesure de la déformation intra-granulaire.

- Matériau constitutif de la grille

L'or a été choisi pour l'élaboration des grilles car d'une part, il possède un numéro atomique très différent de celui du titane et permet donc d'avoir un bon contraste au MEB entre la grille et le substrat et d'autre part, il est ductile et accommode sans rupture la déformation du substrat sur lequel il est déposé. Une image MEB des micro-grilles est montrée sur la Figure A.3.

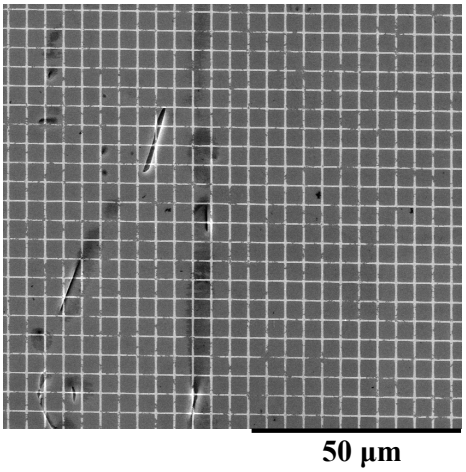


Figure A.3 - Micro-grilles d'or sur la surface de T60.

A.2.2. Mesure des champs de déformation par CIN

Cette technique peut être décrite en deux étapes :

- L'acquisition d'images de haute résolution (4000x4000 pixels) avec le microscope électronique à balayage lors des essais de traction interrompus. Ainsi, une bibliothèque d'images qui retrace l'histoire de la déformation du matériau de l'état initial non déformé à l'état final est enregistrée.

- La seconde étape consiste à déterminer les composantes planes des déplacements correspondant à chaque arrêt par corrélation des images numériques, c'est-à-dire, mise en correspondance de deux images numériques d'une même zone (une image de ''référence'' et une image ''déformée''). Les images sont discrétisées en sous-domaines appelés ''domaines de corrélation'', caractérisés par le niveau de gris de leurs pixels constitutifs. Le principe est de rechercher la zone homologue, dans la configuration déformée, du sous domaine d'intérêt de la configuration initiale. Un « coefficient de corrélation » est calculé pour caractériser le niveau de ressemblance entre les deux configurations. Sa minimisation permet de mesurer le déplacement au pixel près. À partir des champs de déplacement mesurés, les champs de déformation locale sont déduits. Notons que l'utilisation de la CIN nécessite des images avec un contraste suffisant pour permettre l'identification correcte des pixels homologues, raison pour laquelle, nous avons déposé des micro-grilles à la surface des échantillons. À noter que le déplacement est mesuré en des points discrets qui définissent des contours de différents types (Figure A.4). Le schéma d'intégration 2 est choisi pour cette étude. Les résultats présentés sont obtenus par le logiciel CMV développé par Michel Bornert au LMS. Pour plus

de détails sur les techniques de corrélation d'images, le lecteur pourra se référer à Allais [A1], Doumalin [A3], Hild [A4], Sutton [A5] et Pan [A6].

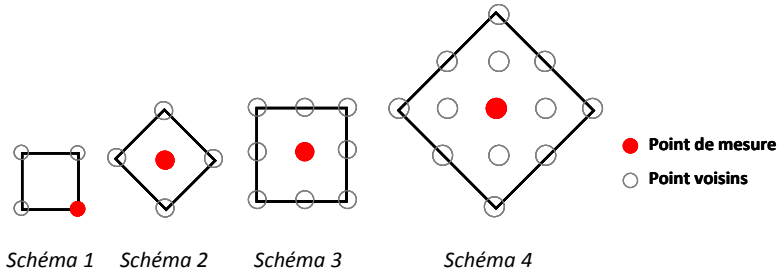


Figure A.4 - Schémas d'intégration possibles.

A.3. Équipements et machines

A.3.1. Presse hydraulique

Il s'agit d'une presse hydraulique MTS de capacité 100 kN en traction compression avec une course de vérin de 100 mm et une rigidité de $2{,}6.10^5$ N/mm. Cette machine permet un pilotage numérique en déformation, en déplacement ou encore en force. Elle permet donc de réaliser différents types d'essais mécaniques : traction à vitesse de déformation contrôlée, sauts de vitesse, relaxation de contrainte ou fluage (Figure A.5-a). Les éprouvettes ont été équipées d'un extensomètre de 10 mm de base de mesure et de 15 ou 40 % de pleine échelle selon la déformation finale visée.

A.3.2. Mini presse

Cette presse a été mise au point au LMS, sa capacité peut varier de 10 N à 5000 N selon la cellule de force utilisée. Le pîlotage en déplacement est contrôlé par un capteur axial LVDT avec une précision de l'ordre du micron. Le déplacement maximal est de 10 mm avec une gamme de vitesse qui peut varier entre 1 et 100 $\mu m.s^{-1}$.

Cette machine peut être introduite dans un microscope électronique à balayage ou posée sur la platine d'un microscope optique et permet de réaliser des observations à échelle fine au cours des essais mécaniques (Figure A.5-b).

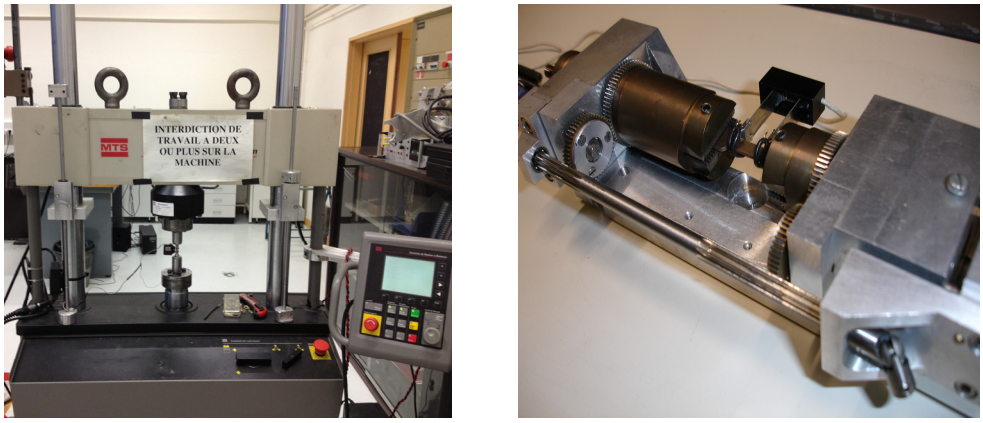


Figure A.5 - (a) Presse hydraulique ; (b) Mini-Presse.

A.3.3. Microscope Optique

Certains essais de traction ont été réalisés sous un microscope optique numérique Série VHX-1000 développé par KEYENCE en utilisant un objectif zoom (100-1000X) en éclairage coaxial (Figure A.6-a). Ce microscope autorise une très bonne profondeur de champ et a permis d'observer avec précision, les traces de glissement des systèmes activés dans chaque grain pour des zones da taille importante (600x600 μm^2) (même quand le matériau présente un relief important).

A.3.4. Microscope Électronique à Balayage

Les observations de la microstructure, les tests EBSD ainsi que certains essais *in-situ* MEB ont été effectués dans un microscope électronique à balayage Quanta 600 environnemental FEG (canon à émission par effet de champ) développé par FEI (Figure A.6-c). Ces observations ont été réalisées en électrons secondaires à 20 kV, sous vide secondaire.

A.3.5. Microscope Électronique à Transmission

Les observations MET ont été faites sur un microscope électronique à transmission modèle JEOL 2000 avec une tension d'accélération de 200 kV, ce microscope est équipé d'une platine goniométrique permettant un tilt de ± 60° (Figure A.6-b).

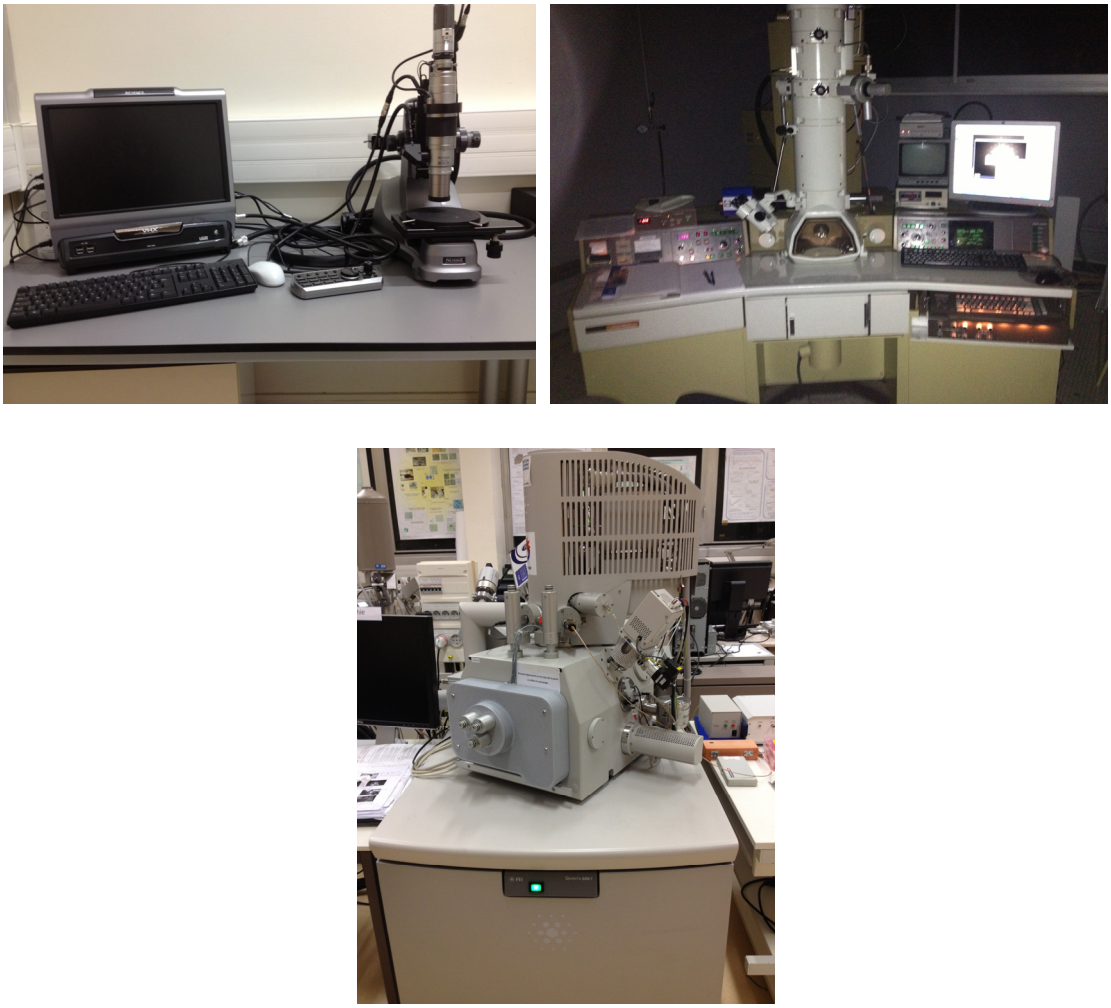


Figure A.6 - (a) Microscope optique VHX-1000 (KEYENCE) ;
(b) MET JEOL 2000 ; (c) MEB Quanta 600 FEG (FEI).

A.4. Technique EBSD

Le microscope électronique à balayage utilisé est un Quanta 600 environnemental FEG développé par FEI. Il est équipé d'un détecteur EBSD comportant un écran phosphorescent, un objectif compact et une caméra CCD. Le logiciel HKL CHANNEL 5 a été utilisé pour les mesures et analyses EBSD.

L'échantillon est placé dans la chambre du MEB et tilté de 70° par rapport à l'horizontale afin d'augmenter le contraste du cliché d'électrons rétrodiffusés. L'écran phosphorent est situé à l'intérieur de la chambre du MEB à un angle d'environ 90° de l'axe du faisceau et est couplé à un objectif compact qui focalise l'image produite sur l'écran phosphorescent vers la caméra CCD. Dans cette configuration, certains des électrons qui atteignent l'échantillon rétrodiffusent et peuvent s'échapper. Lorsque ces électrons quittent l'échantillon, ils peuvent le

faire si la condition de Bragg liée à l'espacement des plans périodiques du réseau atomique de la structure cristalline est satisfaite. Les électrons diffractés peuvent s'échapper du matériau et certains d'entre eux percuteront et exciteront l'écran, provoquant sa fluorescence (Figure A.7). Un diagramme de diffraction se forme lorsque plusieurs plans diffractent les électrons pour former des lignes de Kikuchi (Figure A.8). Il devient donc possible de relier les bandes présentes à la phase et à l'orientation cristalline du matériau situé dans le volume d'interaction électronique.

Les paramètres utilisés pour l'acquisition des cartes EBSD sont les suivants :

- Une tension d'accélération de 20 kV.
- Une distance de travail de 20 mm.
- Une taille de spot 4 et une ouverture de diagramme 3 (5 en imagerie classique) afin d'augmenter la quantité d'électrons incidents et avoir un signal plus intense.

Les cartographies EBSD permettent la caractérisation de la microstructure (tailles, distributions et orientations cristallines des grains), la texture cristallographique (figures de pôles) ainsi que les cartes des facteurs de Schmid maximales par systèmes de glissement.

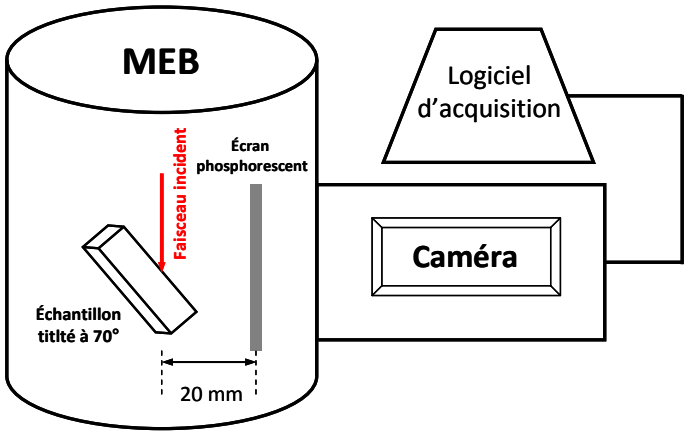


Figure A.7 - Diagramme schématique du système EBSD.

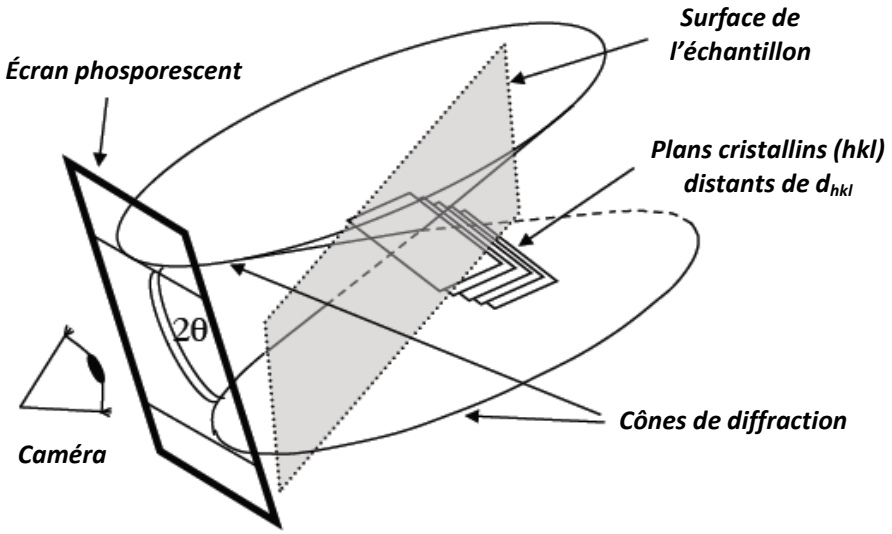


Figure A.8 - Formation des lignes de Kikuchi.

A.5. Géométrie des éprouvettes

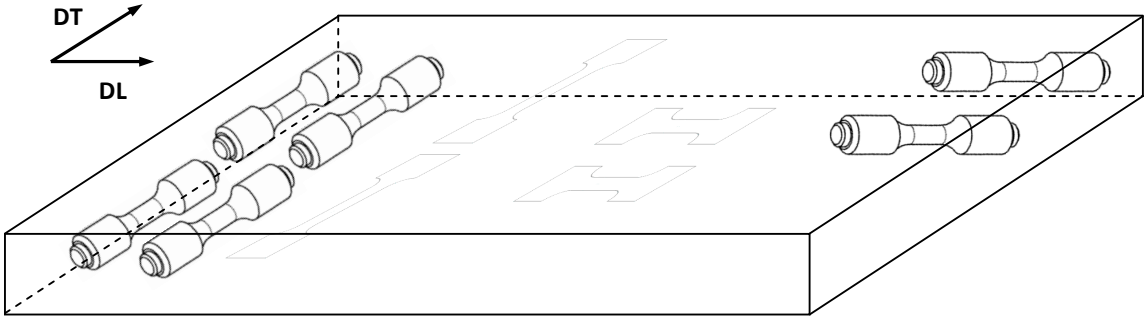


Figure A.9 - Schéma de prélèvement des éprouvettes.

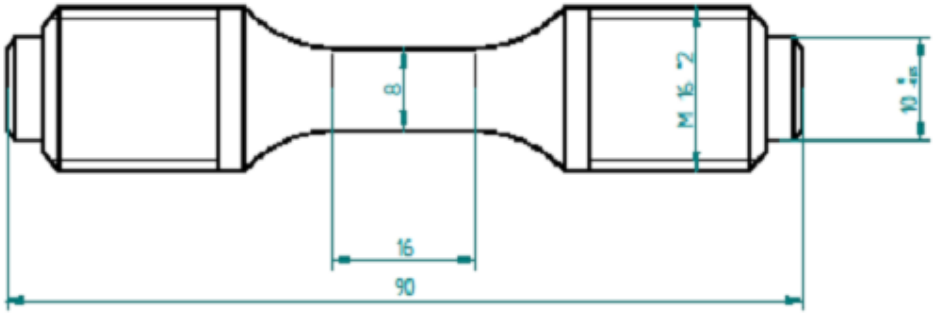


Figure A.10 - Éprouvettes cylindriques.

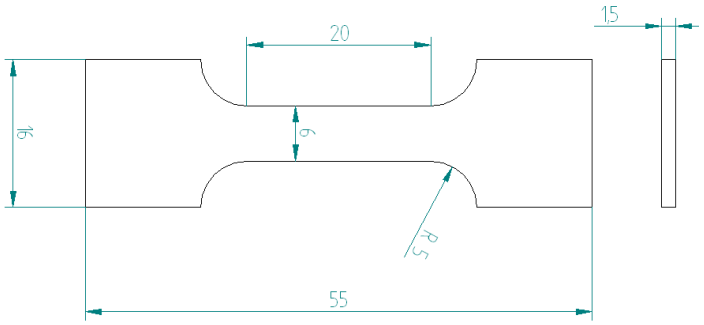


Figure A.11 - Éprouvettes Plates.

Bibliographie

[A1] Allais L, Bornert M, Bretheau T. Caldemaison D. Experimental characterization of the local strain field in a heterogeneous elastoplastic material. *Acta metall.,* 42, (1994), 3865-3880.

[A2] Carbonneau X, Thollet G, Olagnon C. Developpement of high temperature extensometric microgrids. *J. Mater. Sci. Lett.,* 16, (1997), 1101-1103.

[A3] Doumalin P. *Micro-extensométrie locale par corrélations d'images. Application aux études de micromécaniques par MEB.* Thèse de doctorat, École Polytechnique, (2000).

[A4] Hild F. *Mesure de champs de déplacement par corrélation d'images et applications en mécanique des solides.* Note de cours IPSI, chapitres 9 et 10, septembre 2003, pp 1-82.

[A5] Sutton MA., Yan JH., Avril S, Pierron F. Identification of heterogeneous constitutive parameters in a welded specimen: uniform stress and virtual fields method for material property estimation. *Experimental mechanics,* 48, (2008), 451-464.

[A6] Pan B, Qian K, Xie H, Asundi A. Two-dimensional digital image correlation for in plane displacement and strain measurement: a review. *Measurement science and technology,* 20, (2009), 1-15.

Annexe B

Trajets de chargement des essais mécaniques

B.1. Trajet de chargement des essais de saut de vitesse

Saut de vitesse	*Déformation (%)*	*Vitesse de déformation (s^{-1})*
	0 ---> 0,5	2.10^{-5}
1	0,5 ---> 1	2.10^{-4}
2	1 ---> 1,5	2.10^{-5}
3	1,5 ---> 2	2.10^{-4}
4	2 ---> 2,5	2.10^{-3}
5	2,5 ---> 3	2.10^{-4}
6	3 ---> 3,5	2.10^{-5}
7	3,5 ---> 4	2.10^{-4}
8	4 ---> 4,5	2.10^{-3}
9	4,5 ---> 5	2.10^{-4}
10	5 ---> 5,5	2.10^{-5}
11	5,5 --- > 6	2.10^{-4}
12	6 --- > 6,5	2.10^{-3}
13	6,5 ---> 7,5	2.10^{-2}
14	7,5 ---> 8	2.10^{-3}
15	8 --- > 9	2.10^{-2}
16	9 --- > 9,5	2.10^{-3}
17	9,5 ---> 10	2.10^{-4}

Tableau B.1 - Essai de saut de vitesse T40 DL- gamme [2.10^{-2}-2.10^{-5} s^{-1}] (Trajet de chargement).

Saut de vitesse	*Déformation (%)*	*Vitesse de déformation (s^{-1})*
	0 ---> 0,5	**2.10^{-5}**
1	**0,5 ---> 0,8**	**2.10^{-4}**
2	**0,8 ---> 1,1**	**2.10^{-5}**
3	**1,1 ---> 1,4**	**2.10^{-4}**
4	**1,4 ---> 1,7**	**2.10^{-3}**
5	**1,7 ---> 2**	**2.10^{-4}**
6	**2 ---> 2,3**	**2.10^{-5}**
7	**2,3 ---> 2,6**	**2.10^{-4}**
8	**2,6 ---> 2,9**	**2.10^{-3}**
9	**2,9 ---> 3,2**	**2.10^{-4}**
10	**3,2 ---> 3,5**	**2.10^{-5}**
11	**3 ,5 ---> 3,8**	**2.10^{-4}**
12	**3,8 ---> 4,1**	**2.10^{-3}**
13	**4,1 --- > 5,1**	**2.10^{-2}**
14	**5,1 ---> 5,4**	**2.10^{-3}**
15	**5,4 ---> 6,4**	**2.10^{-2}**
16	**6,4 --- > 6,7**	**2.10^{-3}**
17	**6,7 --- > 7**	**2.10^{-4}**

Tableau B.2 - Essai de saut de vitesse T40 DT- gamme [2.10^{-2}-2.10^{-5} s^{-1}] (Trajet de chargement).

Saut de vitesse	*Déformation (%)*	*Vitesse de déformation (s^{-1})*
	0 ---> 2	**2.10^{-3}**
1	**2 ---> 2,5**	**2.10^{-4}**
2	**2,5 ---> 3**	**2.10^{-5}**
3	**3 ---> 3,2**	**2.10^{-6}**
4	**3,2 ---> 3,4**	**2.10^{-7}**
5	**3,4 ---> 3,6**	**2.10^{-6}**
6	**3,6 ---> 3,9**	**2.10^{-5}**
7	**3,9 ---> 4,9**	**2.10^{-4}**
8	**4,9 ---> 5,2**	**2.10^{-5}**
9	**5,2 ---> 5,4**	**2.10^{-6}**
10	**5,4 --- > 5,6**	**2.10^{-7}**
11	**5,6 --- > 5,8**	**2.10^{-6}**
12	**5,8 ---> 6,1**	**2.10^{-5}**
13	**6,1 ---> 6,4**	**2.10^{-4}**

Tableau B.3 - Essai de saut de vitesse T40 DL- gamme [2.10^{-3}-2.10^{-7} s^{-1}] (Trajet de chargement).

Saut de vitesse	*Déformation (%)*	*Vitesse de déformation (s^{-1})*
	0 ---> 2	**2.10^{-3}**
1	**2 ---> 2,5**	**2.10^{-4}**
2	**2,5 ---> 3**	**2.10^{-5}**
3	**3 ---> 3,3**	**2.10^{-6}**
4	**3,3 ---> 3,5**	**2.10^{-7}**
5	**3,5 ---> 3,7**	**2.10^{-6}**
6	**3,7 ---> 4**	**2.10^{-5}**
7	**4 ---> 5**	**2.10^{-4}**
8	**5 ---> 5,5**	**2.10^{-5}**
9	**5,5 ---> 5,7**	**2.10^{-6}**
10	**5,7 --- > 5,9**	**2.10^{-7}**
11	**5,9 --- > 6,1**	**2.10^{-6}**
12	**6,1 ---> 6,3**	**2.10^{-5}**
13	**6,3 ---> 6,5**	**2.10^{-4}**

Tableau B.4 - Essai de saut de vitesse T40 DT- gamme [2.10^{-3}-2.10^{-7} s^{-1}] (Trajet de chargement).

Saut de vitesse	*Déformation (%)*	*Vitesse de déformation (s^{-1})*
	0 ---> 0,41	2.10^{-5}
1	0,41 ---> 0,55	2.10^{-4}
2	0,55 ---> 0,7	2.10^{-5}
3	0,7 ---> 0,85	2.10^{-6}
4	0,85 ---> 1,1	2.10^{-5}
5	1,1 ---> 1,4	2.10^{-4}
6	1,4 ---> 1,7	2.10^{-3}
7	1,7 ---> 2,7	2.10^{-2}
8	2,7 ---> 3	2.10^{-3}
9	3 ---> 3,5	2.10^{-4}
10	3,5 ---> 4	2.10^{-5}
11	4 ---> 4,2	2.10^{-6}
12	4,2 ---> 4,5	2.10^{-5}
13	4,5 --- > 5	2.10^{-4}
14	5 ---> 6	2.10^{-3}
15	6 ---> 6,5	2.10^{-2}
16	6,5 --- > 7	2.10^{-3}
17	7 --- > 7,5	2.10^{-4}
18	3,2 ---> 8	2.10^{-5}
19	8 ---> 8,2	2.10^{-6}
20	8,2 ---> 8,5	2.10^{-5}
21	8,5 --- > 9	2.10^{-4}
22	9 ---> 9,5	2.10^{-3}
23	9,5 ---> 10,5	2.10^{-2}
24	10,5 --- > 11	2.10^{-3}
25	11 --- > 13	2.10^{-4}

Tableau B.5 - Essai de saut de vitesse T60 DL (Trajet de chargement).

Saut de vitesse	*Déformation (%)*	*Vitesse de déformation (s^{-1})*
	0 ---> 0,5	2.10^{-5}
1	0,5 ---> 1,1	2.10^{-4}
2	1,1 ---> 1,4	2.10^{-5}
3	1,4 ---> 1,6	2.10^{-6}
4	1,6 ---> 1,9	2.10^{-5}
5	1,9 ---> 2,2	2.10^{-4}
6	2,2 ---> 2,5	2.10^{-3}
7	2,5 ---> 3,5	2.10^{-2}
8	3,5 ---> 4	2.10^{-3}
9	4 ---> 4,5	2.10^{-4}
10	4,5 ---> 5	2.10^{-5}
11	5 ---> 5,2	2.10^{-6}
12	5,2 ---> 5,5	$2.10^{\wedge-5}$
13	5,5 --- > 6	2.10^{-4}
14	6 ---> 6,5	2.10^{-3}
15	6,5 ---> 7,5	2.10^{-2}
16	7,5 --- > 7,8	2.10^{-3}
17	7,8 ---> 8,5	2.10^{-4}
18	8,5 ---> 9	2.10^{-5}
19	9 ---> 9,2	2.10^{-6}
20	9,2 --- > 9,5	2.10^{-5}
21	9,5 ---> 10	2.10^{-4}
22	10 ---> 10,5	2.10^{-3}
23	10,5 --- > 11,5	2.10^{-2}
24	11,5 --- > 12	2.10^{-3}
25	12 --- > 13	2.10^{-4}

Tableau B.6 - Essai de saut de vitesse T60 DT (Trajet de chargement).

Saut de vitesse	*Déformation (%)*	*Vitesse de déformation (s^{-1})*
	0 ---> 0,5	2.10^{-5}
1	0,5 ---> 1,1	2.10^{-4}
2	1,1 ---> 1,4	2.10^{-5}
3	1,4 ---> 1,6	2.10^{-6}
4	1,6 ---> 1,9	2.10^{-5}
5	1,9 ---> 2,2	2.10^{-4}
6	2,2 ---> 2,5	2.10^{-3}
7	2,5 ---> 3,5	2.10^{-2}
8	3,5 ---> 4	2.10^{-3}
9	4 ---> 4,5	2.10^{-4}
10	4,5 ---> 5	2.10^{-5}
11	5 ---> 5,2	2.10^{-6}
12	5,2 ---> 5,5	2.10^{-5}
13	5,5 --- > 6	2.10^{-4}
14	6 ---> 6,5	2.10^{-3}
15	6,5 ---> 7,5	2.10^{-2}
16	7,5 --- > 7,8	2.10^{-3}
17	7,8 ---> 8,5	2.10^{-4}
18	8,5 ---> 9	2.10^{-5}
19	9 ---> 9,2	2.10^{-6}
20	9,2 --- > 9,5	2.10^{-5}
21	9,5 ---> 10	2.10^{-4}
22	10 ---> 10,5	2.10^{-3}
23	10,5 --- > 11,5	2.10^{-2}
24	11,5 --- > 12	2.10^{-3}
25	12 --- > 13	2.10^{-4}

Tableau B.7 - Essai de saut de vitesse Billette (Trajet de chargement).

B.2. Trajet de chargement des essais de relaxation

		Temps	*Déformation (%)*	*Vitesse de déformation (s-1)*	*Force (KN)*
1	Charge		0 ---> 0,8	2.10^{-3}	
2	Relaxation	20 heures	0,8		
3	Décharge	20 s	0,8		$F_{\text{Fin relax}}$ --> 1 kN
4	Vieillissement	4h	0,8		1 kN
5	Charge		0,8 ---> 1,5	2.10^{-4}	
6	Relaxation	20 heures	1,5		
7	Décharge	20 s	1,5		$F_{\text{Fin relax}}$ --> 1 kN
8	Vieillissement	4h	1,5		1 kN
9	Charge		1,5 ---> 3	2.10^{-4}	
10	Relaxation	20 heures	3		
11	Décharge	20 s	3		$F_{\text{Fin relax}}$ --> 1 kN
12	Vieillissement	4h	3		1 kN
13	Charge		3 ---> 5	2.10^{-4}	
14	Relaxation	20 heures	5		
15	Décharge	20 s	5		$F_{\text{Fin relax}}$ --> 1 kN
16	Vieillissement	4h	5		1 kN
17	Charge		5 ---> 6	2.10^{-4}	
18	décharge	20 s			$F_{\text{Fin charge}}$ --> 0 kN

Tableau B.8 - Essai de Relaxation T40 DL et DT (Trajet de chargement).

		Temps	*Déformation (%)*	*Vitesse de déformation (s-1)*	*Force (KN)*
1	**Charge**		**0 ---> 1,25**	**2.10^{-3}**	
2	**Relaxation**	**20 heures**	**1,25**		
3	**Décharge**	**20 s**	**1,25**		**$F_{Fin\ relax}$ --> -26 kN**
5	**Charge**		**1,25 ---> 2**	**2.10^{-4}**	
6	**Relaxation**	**20 heures**	**2**		
7	**Décharge**	**20 s**	**2**		**$F_{Fin\ relax}$ --> -26 kN**
9	**Charge**		**2 ---> 4**	**2.10^{-5}**	
10	**Relaxation**	**20 heures**	**4**		
11	**Décharge**	**20 s**	**4**		**$F_{Fin\ relax}$ --> -26 kN**
13	**Charge**		**4 ---> 6**	**2.10^{-6}**	
14	**Relaxation**	**20 heures**	**6**		
15	**Décharge**	**20 s**	**6**		**$F_{Fin\ relax}$ --> -26 kN**
16	**Charge**		**6 ---> 8**	**2.10^{-3}**	
17	**Relaxation**	**20 heures**	**8**		
18	**décharge**	**20 s**	**8**		**$F_{Fin\ relax}$ --> 0 kN**

Tableau B.9 - Essai de Relaxation T60 DL (Trajet de chargement).

		Temps	*Déformation (%)*	*Vitesse de déformation (s-1)*	*Force (KN)*
1	**Charge**		**0 ---> 1,25**	**2.10^{-3}**	
2	**Relaxation**	**20 heures**	**1,25**		
3	**Décharge**	**20 s**	**1,25**		**$F_{Fin\ relax}$ --> -25 kN**
5	**Charge**		**1,25 ---> 2**	**2.10^{-4}**	
6	**Relaxation**	**20 heures**	**2**		
7	**Décharge**	**20 s**	**2**		**$F_{Fin\ relax}$ --> -25 kN**
9	**Charge**		**2 ---> 4**	**2.10^{-4}**	
10	**Relaxation**	**20 heures**	**4**		
11	**Décharge**	**20 s**	**4**		**$F_{Fin\ relax}$ --> -25 kN**
13	**Charge**		**4 ---> 6**	**2.10^{-4}**	
14	**Relaxation**	**20 heures**	**6**		
15	**Décharge**	**20 s**	**6**		**$F_{Fin\ relax}$ --> -25 kN**
16	**Charge**		**6 ---> 8**	**2.10^{-4}**	
17	**Relaxation**	**20 heures**	**8**		
18	**décharge**	**20 s**	**8**		**$F_{Fin\ relax}$ --> 0 kN**

Tableau B.10 - Essai de Relaxation T60 DT (Trajet de chargement).

B.3. Trajet de chargement des essais de charge-décharge-recharge

Décharge	*Déformation (%)*
1	**0,0055 ---> -0,006**
	-0,006 ---> 0,006
2	**0,006 ---> -0,007**
	-0,007 ---> 0,007
3	**0,007 ---> -0,008**
	-0,008 ---> 0,0125
4	**0,0125 ---> -0,006**
	-0,006 ---> 0,025
5	**0,025 ---> -0,005**
	-0,005 ---> 0,03
6	**0,03 ---> -0,005**
	-0,005 ---> 0,04
7	**0,04 ---> -0,005**
	-0,005 ---> 0,05
8	**0,05 ---> -0,005**
	Décharge à force nulle en 10 s

Tableau B.11 - Essai de charge-décharge-recharge à $2.10^{-5}s^{-1}$ T40 DL, T40 DT et T60 DL (Trajet de chargement).

B.4. Trajet de chargement des essais de charge-décharge-vieillissement-recharge sur T60 DL.

		Temps	*Déformation (%)*	*Force*
1	**Charge**		**0 ---> 2,5**	
3	**Décharge**			**$F_{Décharge}$ --> 0 kN**
4	**Vieillissement**	**10 h**		**0 kN**
5	**Charge**		**2,5 ---> 4**	
7	**Décharge**			**$F_{Décharge}$ --> 0 kN**
8	**Vieillissement**	**104 h**		**0 kN**
9	**Charge**		**4 ---> 5**	
11	**Décharge**			**$F_{Décharge}$ --> 0 kN**
12	**Vieillissement**	**1 h**		**0 kN**
13	**Charge**		**5 ---> 6,5**	
15	**Décharge**			**$F_{Décharge}$ --> 0 kN**
16	**Vieillissement**	**30 h**		**0 kN**
17	**Charge**		**6,5 ---> 8**	
18	**Décharge**			**$F_{Décharge}$ --> 0 kN**
19	**Vieillissement**	**6 min**		**0 kN**
20	**Charge**		**8 ---> 9,5**	
21	**Décharge**			**$F_{Décharge}$ --> 0 kN**
22	**Vieillissement**	**10 h**		**0 kN**
23	**Charge**		**9,5 ---> 11**	
24	**Décharge**			**$F_{Décharge}$ --> 0 kN**

Tableau B.12 - Essais de charge-décharge-vieillissement-recharge sur T60 DL.

(Trajet de chargement).

Annexe C

Caractéristiques des différents stades de fluage

		Fluage primaire				Fluage secondaire			
Contrainte (MPa)	$\sigma/\sigma_{0,2}$	$\varepsilon_{début}$	ε_{fin}	**Durée (s)**	**Loi d'évolution de $\varepsilon_{primaire}$**	**Temps fin (s)**	ε_{fin}	**Vitesse (s^{-1})**	**Durée (s)**
400	1,21	0,021	0,065	7500	$\varepsilon=0{,}0017.t^{0,36}$	20500	0,099	$2{,}56.10^{-6}$	13000
300	0,91	0,004	0,037	560000	$\varepsilon=0{,}0004.t^{0,32}$	720000 (fin essai)	0,04	$1{,}53.10^{-8}$	160000 (fin essai)
264	0,8	0,00265	0 ,009	260000	$\varepsilon=2.10^{-5}.t^{0,51}$	720000 (fin essai)	0,016	$9{,}17.10^{-9}$	360000 (fin essai)
231	0,7	0,0023	0,0058	720000	$\varepsilon=5.10^{-7}.t^{0,66}$	*	*	*	*
214	0,65	0,0021	0,0032	320000	$\varepsilon=6.10^{-6}.t^{0,52}$	*	*	*	*

Tableau C.1 - T40 DL.

		Fluage primaire				Fluage secondaire			
Contrainte (MPa)	**$\sigma/\sigma_{0,2}$**	**$\varepsilon_{début}$**	**ε_{fin}**	**Durée (s)**	**Loi d'évolution de $\varepsilon_{primaire}$**	**Temps fin (s)**	**ε_{fin}**	**Vitesse (s^{-1})**	**Durée (s)**
415	1,03	0,0186	0,0582	2600	$\varepsilon=0{,}0017.t^{0,4}$	5000	0,0734	$6{,}22.10^{-6}$	13000
390	0,96	0,0045	0,0596	23000	$\varepsilon=0{,}0026.t^{0,30}$	40000	0,0744	$8{,}63.10^{-7}$	160000 (fin essai)
355	0,88	0,00358	0 ,0425	61000	$\varepsilon=3.10^{-4}.t^{0,47}$	99324 (fin essai)	0,0486	$1{,}61.10^{-7}$	360000 (fin essai)
291	0,72	0,00319	0,016	460000	$\varepsilon=4.10^{-6}.t^{0,64}$	720000 (fin essai)	0,01842 (fin essai)	$8{,}9.10^{-9}$	260000 (fin essai)
263	0,65	0,00285	0,009	720000	$\varepsilon=5.10^{-8}.t^{0,88}$	*	*	*	*

Tableau C.2 - T40 DT.

		Fluage primaire				Fluage secondaire			
Contrainte (MPa)	**$\sigma/\sigma_{0,2}$**	**$\varepsilon_{début}$**	**ε_{fin}**	**Durée (s)**	**Loi d'évolution de $\varepsilon_{primaire}$**	**Temps fin (s)**	**ε_{fin}**	**Vitesse (s^{-1})**	**Durée (s)**
540	1,15	0,0206	0,0952	34000	$\varepsilon=0{,}0018.t^{0,36}$	74000	0,122	$6{,}45.10^{-7}$	40000
415	0,87	0,0041	0,0249	330000	$\varepsilon=5.10^{-5}.t^{0,48}$	720000 (fin essai)	0,03 (fin essai)	$1{,}86.10^{-8}$	270000 (fin essai)
376	0,8	0,0036	0 ,0161	680000	Incubation	720000 (fin essai)	0,0164 (fin essai)	8.10^{-9}	40000 (fin essai)
305	0,645	0,0031	**Fluage épuisement**						

Tableau C.3 - T60 DL.

		Fluage primaire				Fluage secondaire			
Contrainte (MPa)	**$\sigma/\sigma_{0,2}$**	**$\varepsilon_{début}$**	**ε_{fin}**	**Durée (s)**	**Loi d'évolution de $\varepsilon_{primaire}$**	**Temps fin (s)**	**ε_{fin}**	**Vitesse (s^{-1})**	**Durée (s)**
595	1,26	0,0052	0,0102	18000	$\varepsilon=6{,}6.10^{-3}.t^{0,27}$	34000	0,132	$1{,}68.10^{-6}$	16000
472	1	0,0043	0,058	250000	$\varepsilon=8.10^{-4}.t^{0,33}$	367000 (fin essai)	0,065 (fin essai)	$4{,}72.10^{-8}$	117000 (fin essai)
425	0,72	0,0036	0 ,0318	680000	Incubation	720000 (fin essai)	0,0323 (fin essai)	$1{,}26.10^{-8}$	40000 (fin essai)

Tableau C.4 - T60 DT.

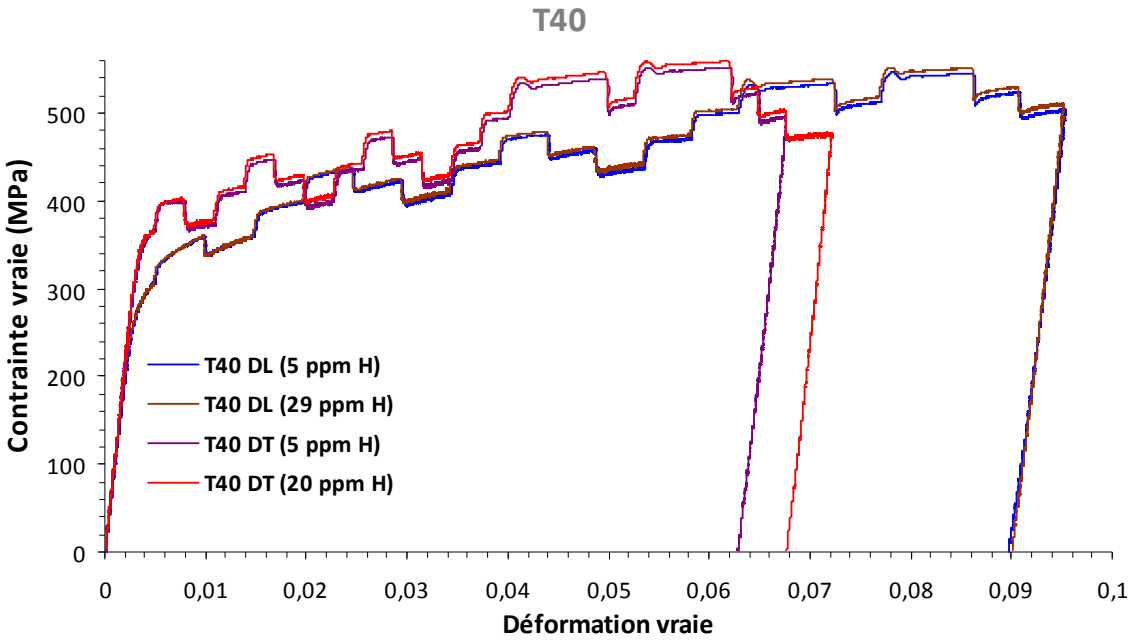
		Fluage primaire				Fluage secondaire			
Contrainte (MPa)	**$\sigma/\sigma_{0,2}$**	**$\varepsilon_{début}$**	**ε_{fin}**	**Durée (s)**	**Loi d'évolution de $\varepsilon_{primaire}$**	**Temps fin (s)**	**ε_{fin}**	**Vitesse (s^{-1})**	**Durée (s)**
194	1,02	0,0045	0,058	56000	$\varepsilon=4.10^{-4}.t^{0,43}$	64000	0,061	$3,7.10^{-7}$	8000
138	0,72	0,0022	0,0097	490000	$\varepsilon=7.10^{-5}.t^{0,36}$	595000 (fin essai)	0,0087 (fin essai)	$4,7.10^{-9}$	105000 (fin essai)

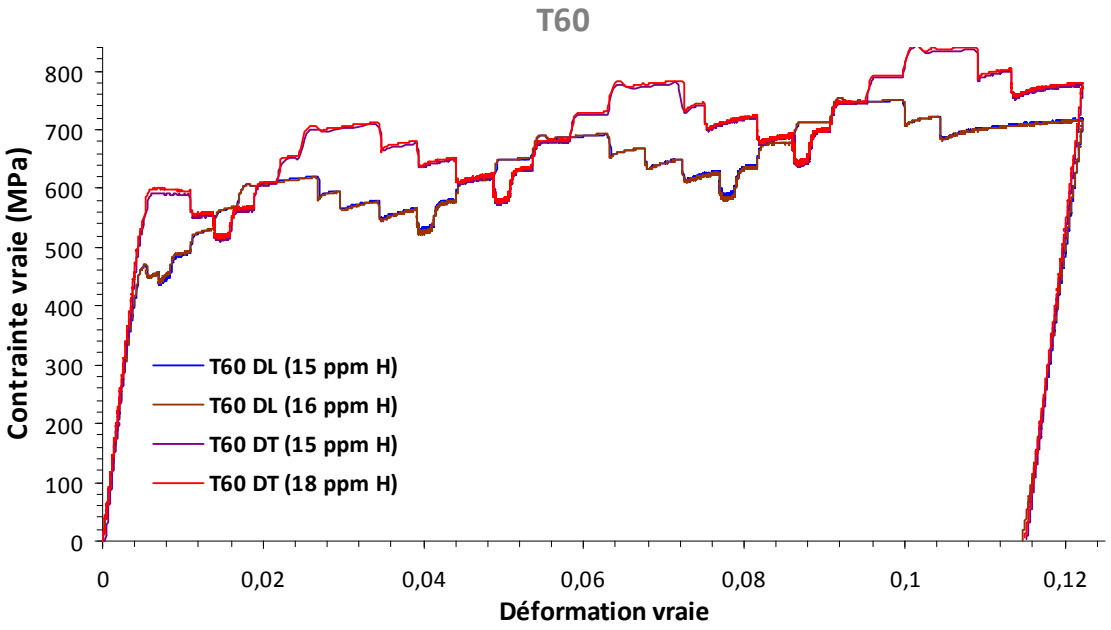
Tableau C.5 - Billette.

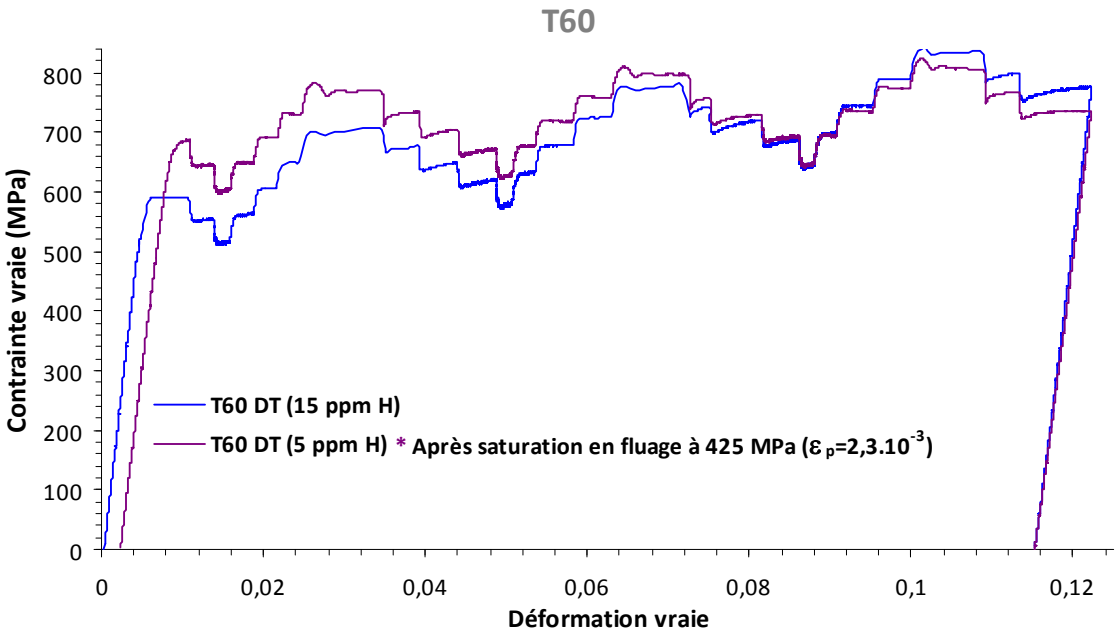
Annexe D

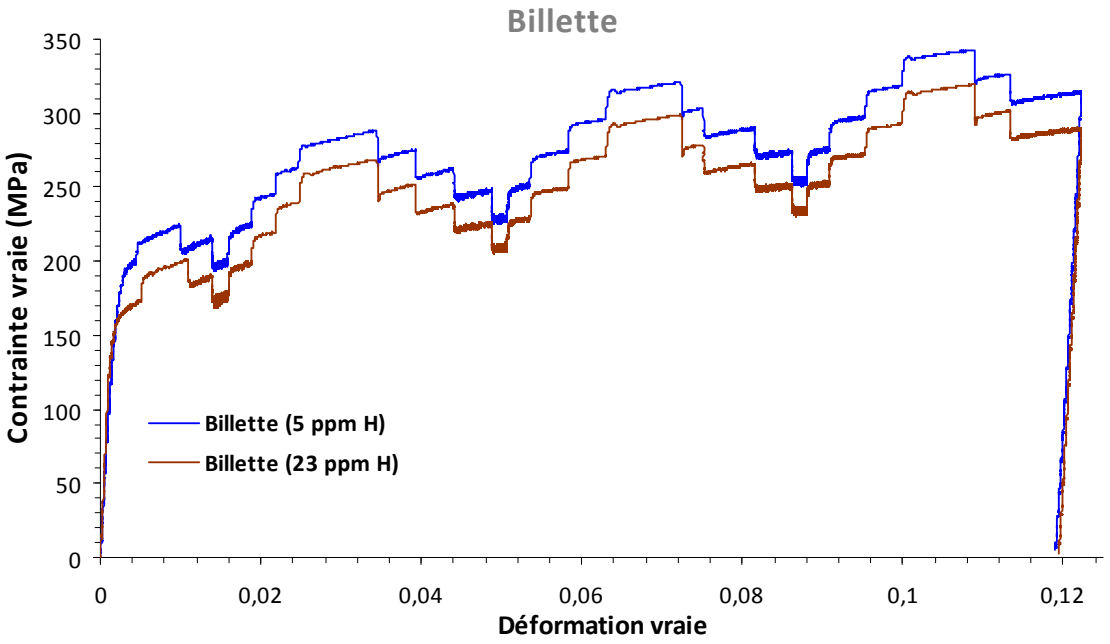
Essais mécaniques sur matériaux bruts, chargés ou dégazés

D.1. Courbes des essais de saut de vitesse des matériaux bruts, chargés ou dégazés



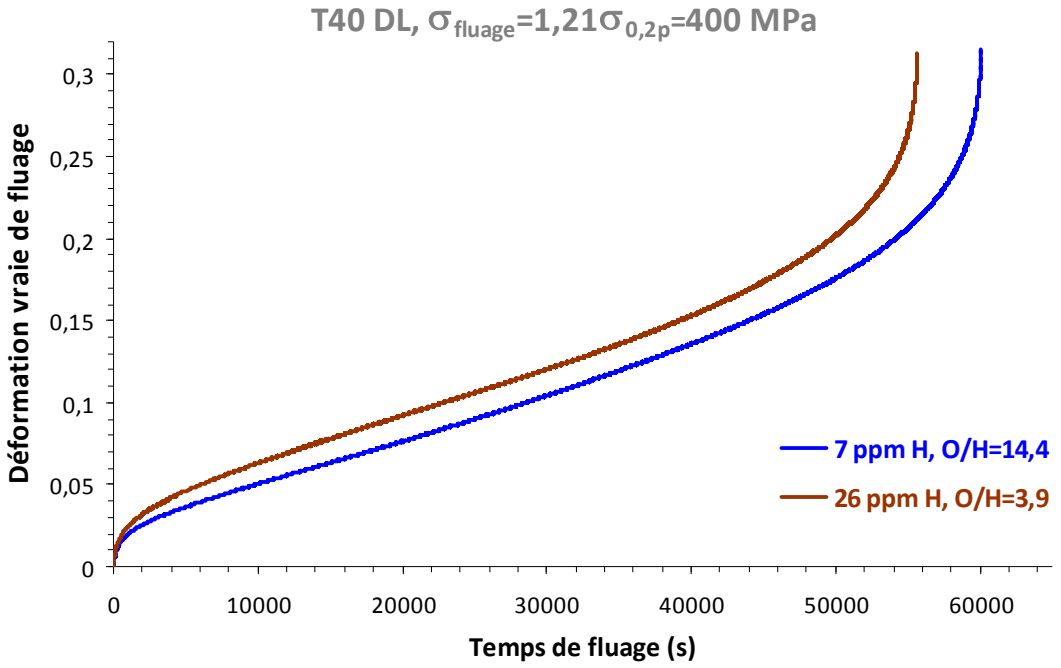


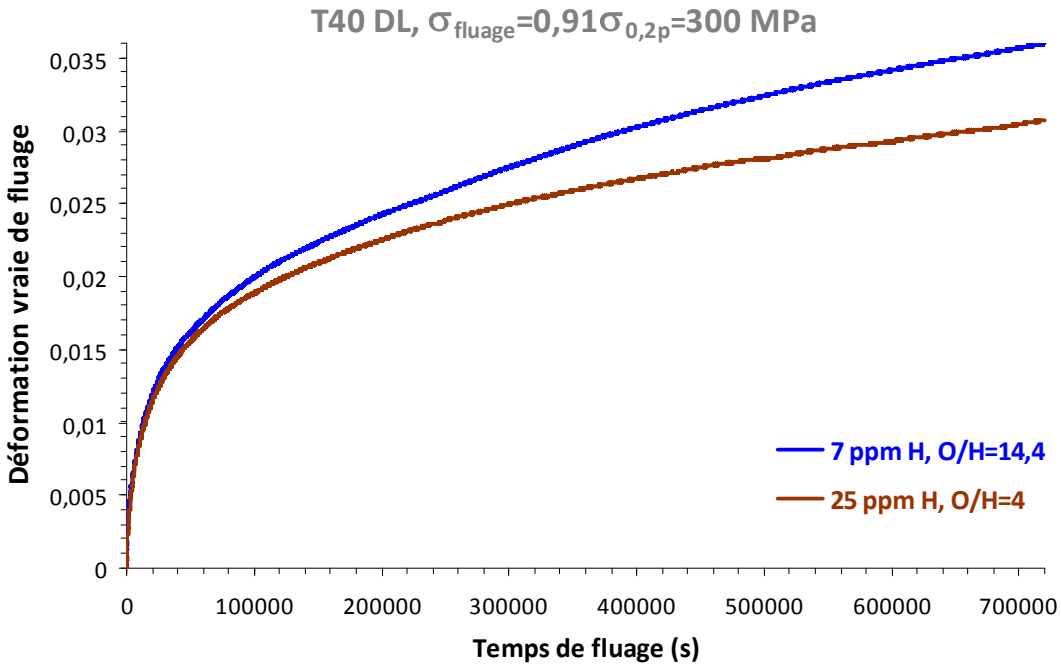

T60
Contrainte vraie (MPa)
Déformation vraie
T60 DT (15 ppm H)
T60 DT (5 ppm H) * Après saturation en fluage à 425 MPa (ε p=2,3.10-3)

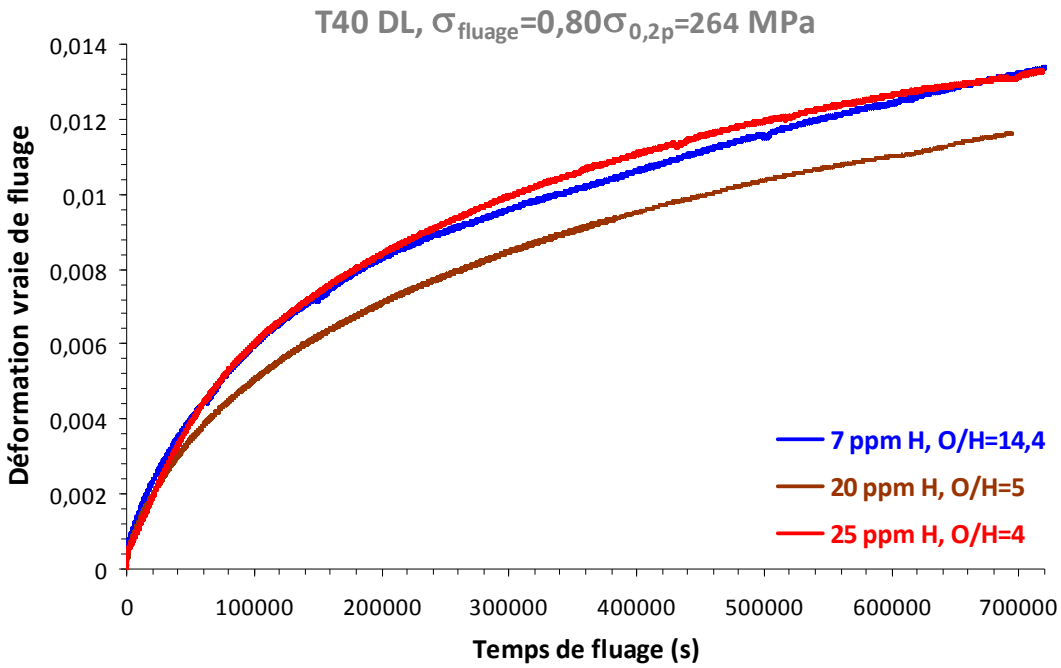

Billette
Contrainte vraie (MPa)
Déformation vraie
Billette (5 ppm H)
Billette (23 ppm H)

D.2. Courbes de fluage des matériaux bruts et chargés/dégazés

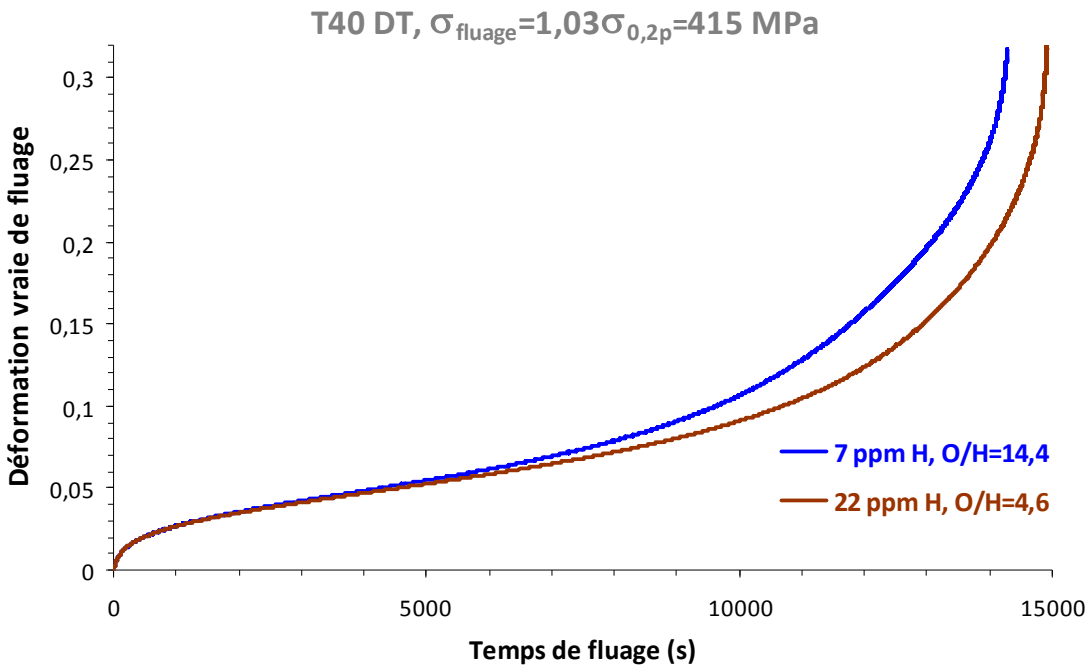
D.2.1 T40 DL

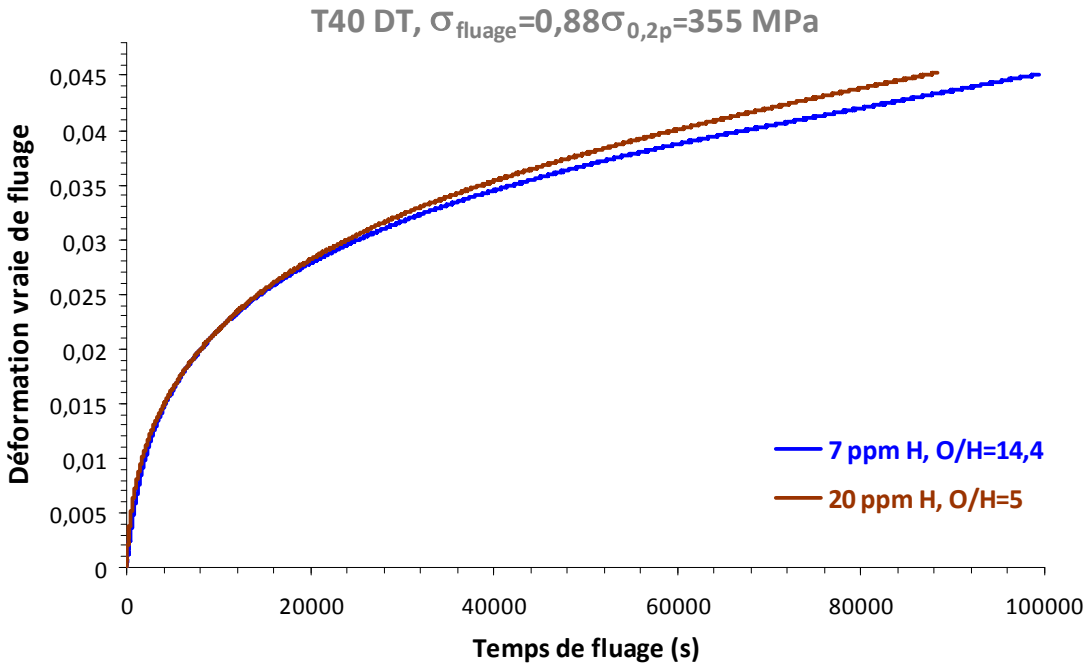


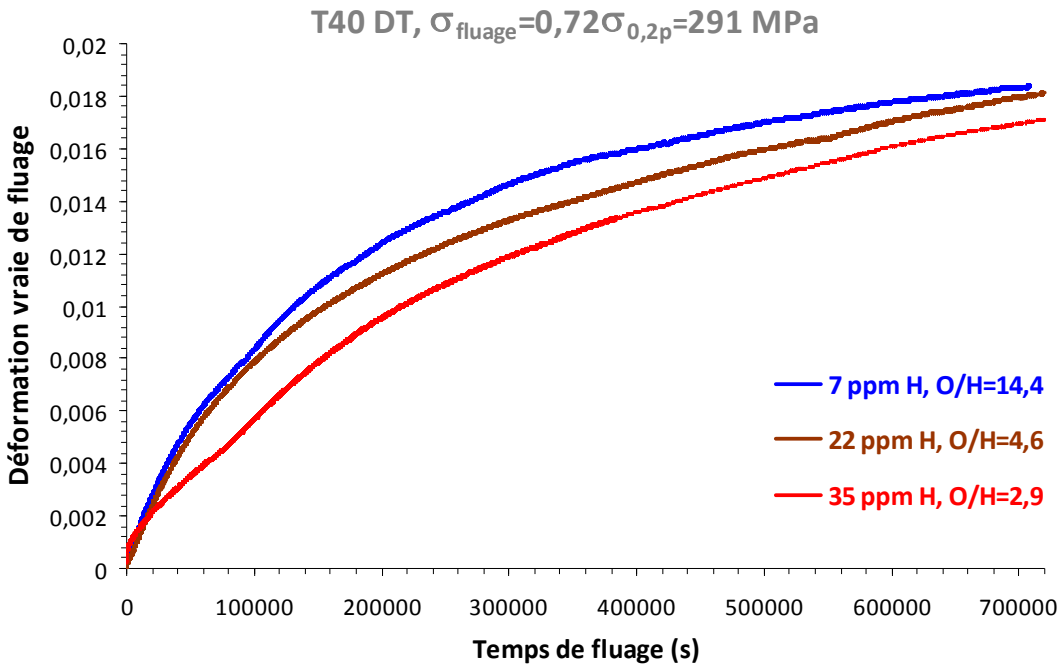



T40 DL, σfluage=0,80σ0,2p=264 MPa
Déformation vraie de fluage
0,014
0,012
0,01
0,008
0,006
0,004
0,002
0
0
100000
200000
300000
400000
500000
600000
700000
Temps de fluage (s)
7 ppm H, O/H=14,4
20 ppm H, O/H=5
25 ppm H, O/H=4

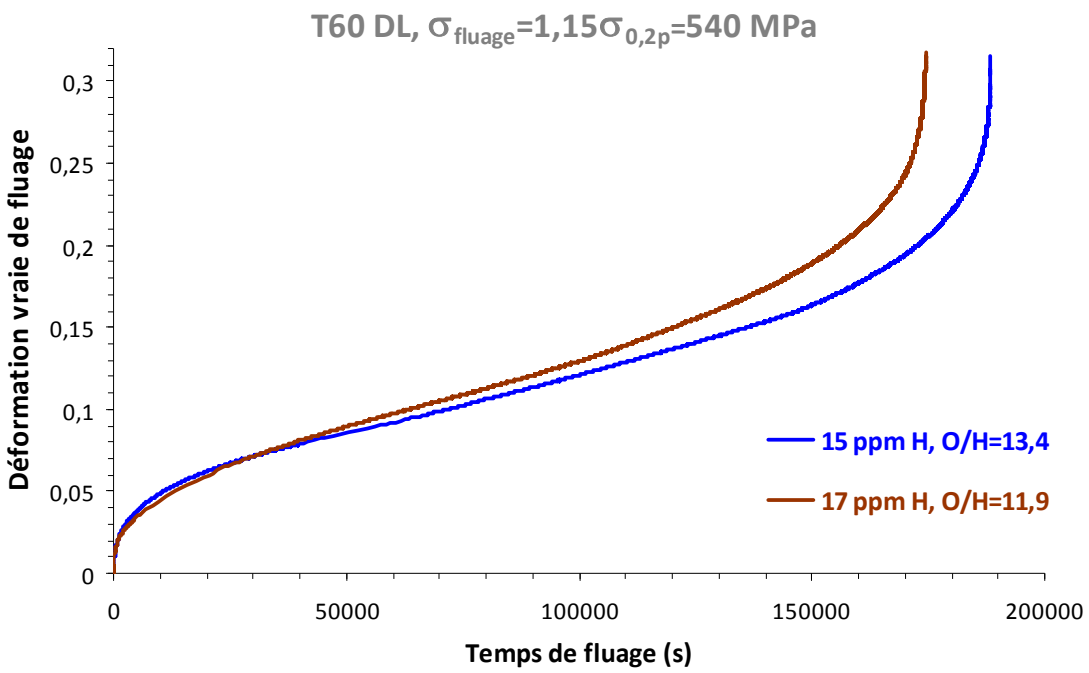
D.2.2 T40 DT

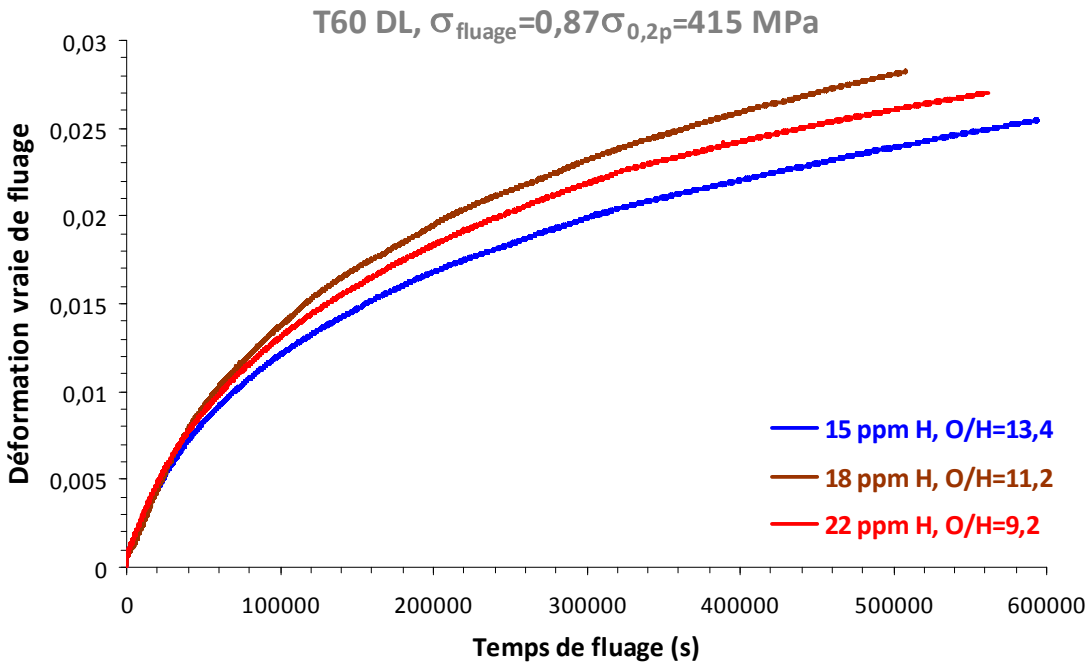

T40 DT, σfluage=1,03σ0,2p=415 MPa
Déformation vraie de fluage
0,3
0,25
0,2
0,15
0,1
0,05
0
0
5000
10000
15000
Temps de fluage (s)
7 ppm H, O/H=14,4
22 ppm H, O/H=4,6

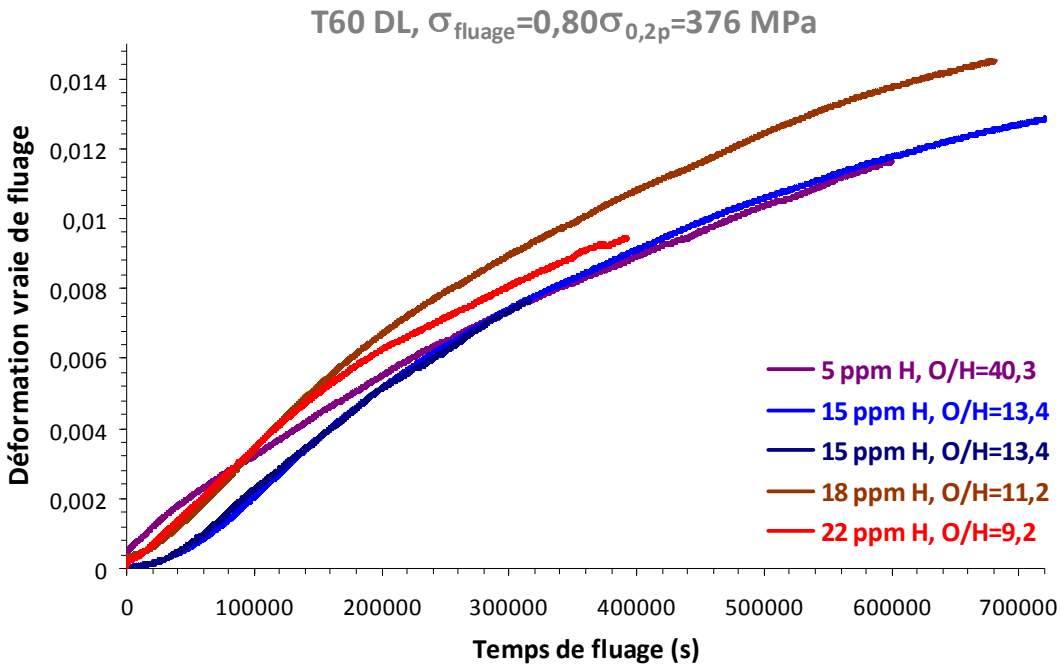

T40 DT, σfluage=0,88σ0,2p=355 MPa
Déformation vraie de fluage
0,045
0,04
0,035
0,03
0,025
0,02
0,015
0,01
0,005
0
0
20000
40000
60000
80000
100000
Temps de fluage (s)
7 ppm H, O/H=14,4
20 ppm H, O/H=5


T40 DT, σfluage=0,72σ0,2p=291 MPa
Déformation vraie de fluage
0,02
0,018
0,016
0,014
0,012
0,01
0,008
0,006
0,004
0,002
0
0
100000
200000
300000
400000
500000
600000
700000
Temps de fluage (s)
7 ppm H, O/H=14,4
22 ppm H, O/H=4,6
35 ppm H, O/H=2,9

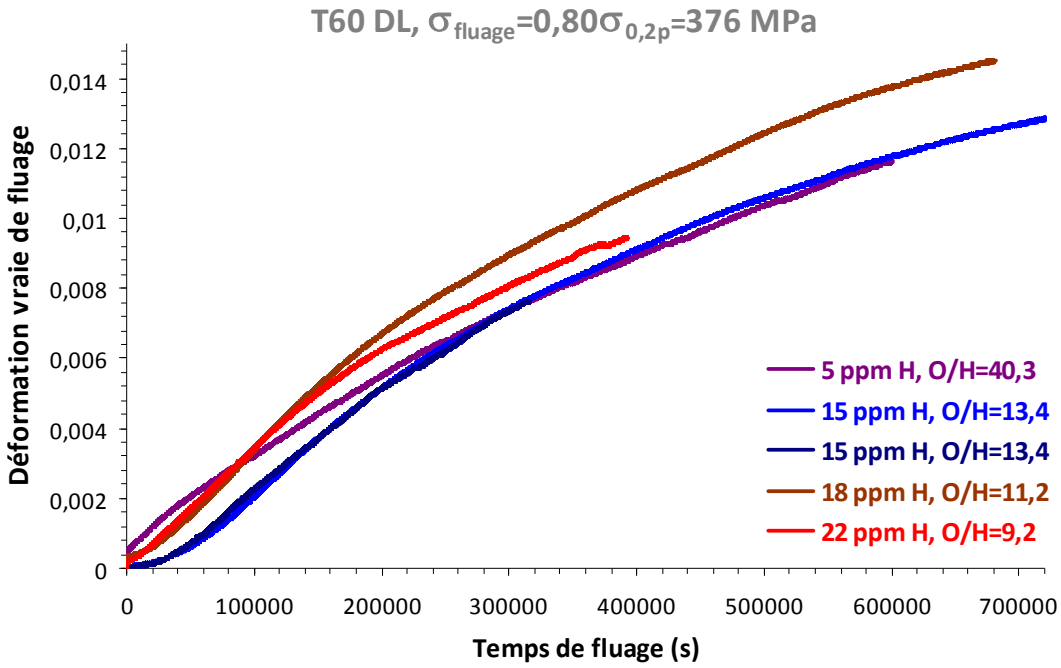
D.2.3 T60 DL

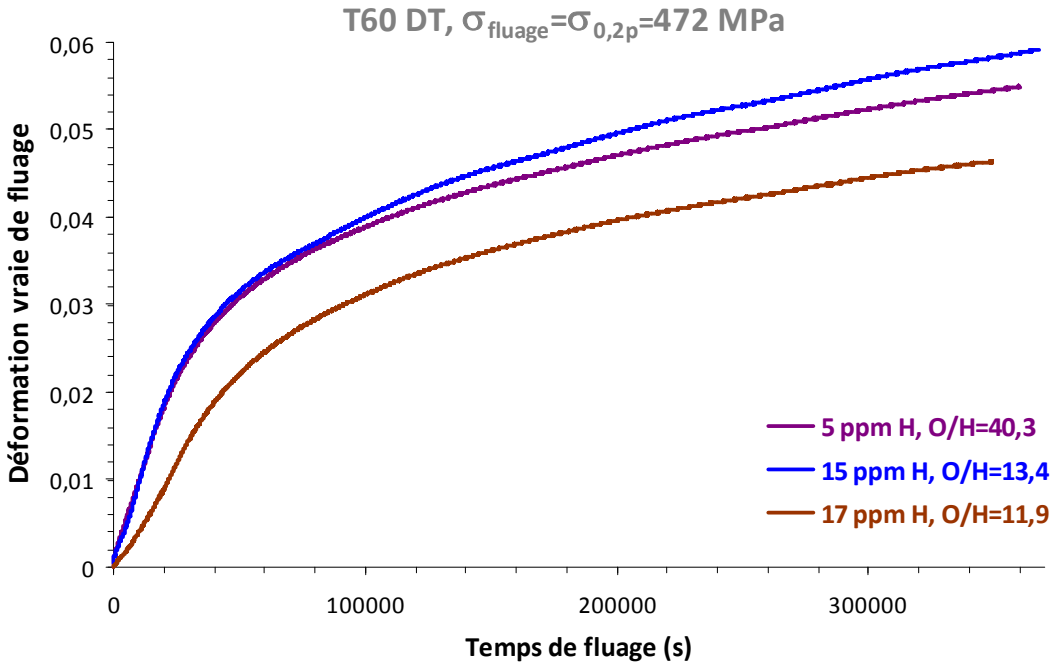

T60 DL, σfluage=1,15σ0,2p=540 MPa
Déformation vraie de fluage
0
0,05
0,1
0,15
0,2
0,25
0,3
0
50000
100000
150000
200000
Temps de fluage (s)
15 ppm H, O/H=13,4
17 ppm H, O/H=11,9

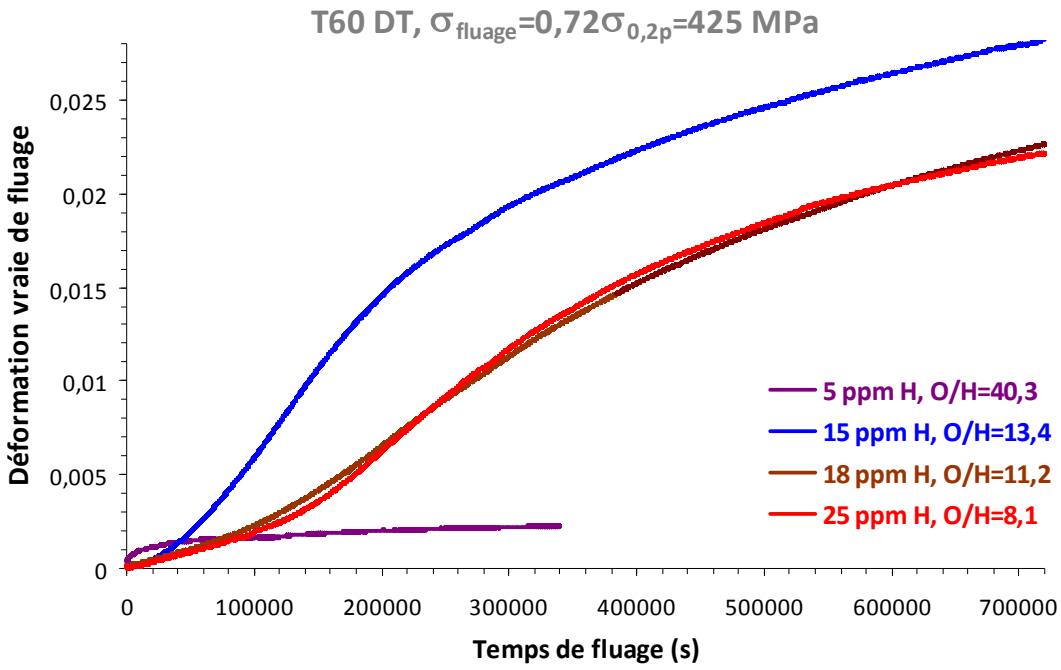

T60 DL, σfluage=0,87σ0,2p=415 MPa
Déformation vraie de fluage
0
0,005
0,01
0,015
0,02
0,025
0,03
0
100000
200000
300000
400000
500000
600000
Temps de fluage (s)
15 ppm H, O/H=13,4
18 ppm H, O/H=11,2
22 ppm H, O/H=9,2


T60 DL, σfluage=0,80σ0,2p=376 MPa
Déformation vraie de fluage
0,014
0,012
0,01
0,008
0,006
0,004
0,002
0
0
100000
200000
300000
400000
500000
600000
700000
Temps de fluage (s)
5 ppm H, O/H=40,3
15 ppm H, O/H=13,4
15 ppm H, O/H=13,4
18 ppm H, O/H=11,2
22 ppm H, O/H=9,2

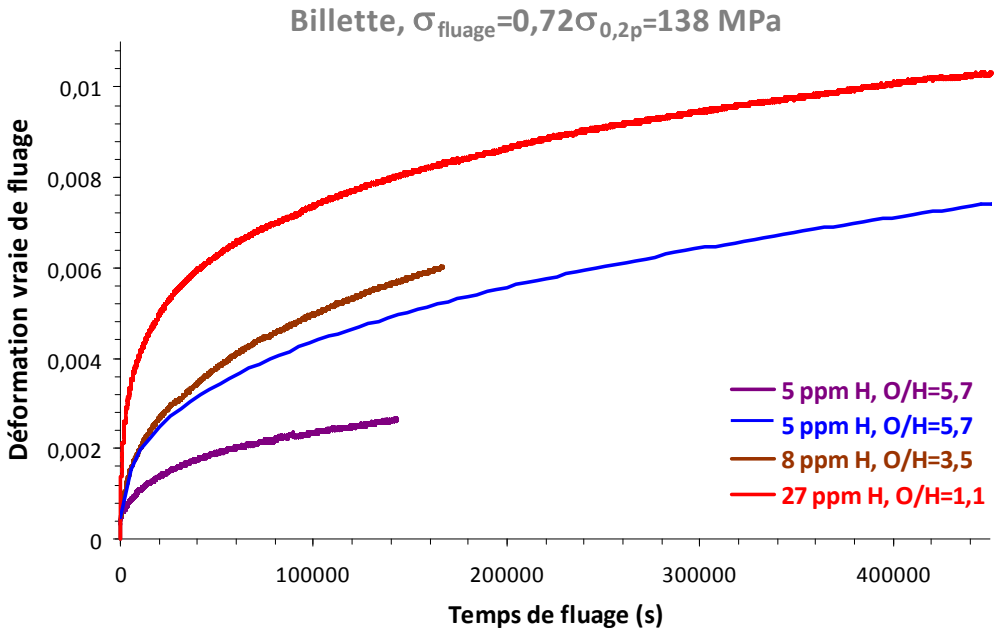
2.4 T60 DT

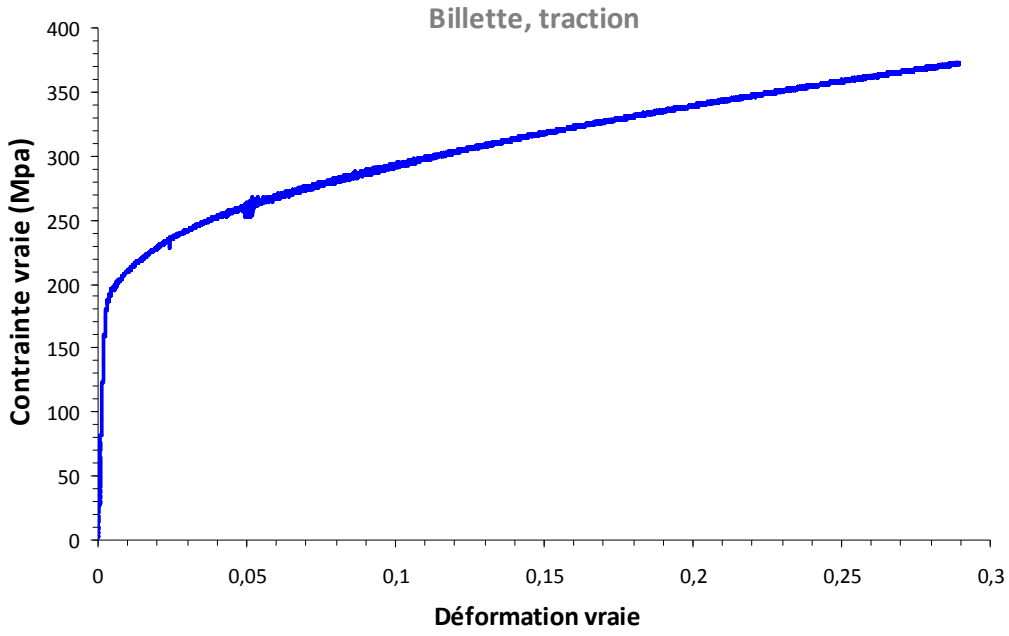

T60 DL, σfluage=0,80σ0,2p=376 MPa
Déformation vraie de fluage
0,014
0,012
0,01
0,008
0,006
0,004
0,002
0
0
100000
200000
300000
400000
500000
600000
700000
Temps de fluage (s)
5 ppm H, O/H=40,3
15 ppm H, O/H=13,4
15 ppm H, O/H=13,4
18 ppm H, O/H=11,2
22 ppm H, O/H=9,2


T60 DT, σfluage=σ0,2p=472 MPa
Déformation vraie de fluage
0,06
0,05
0,04
0,03
0,02
0,01
0
0
100000
200000
300000
Temps de fluage (s)
5 ppm H, O/H=40,3
15 ppm H, O/H=13,4
17 ppm H, O/H=11,9


T60 DT, σfluage=0,72σ0,2p=425 MPa
Déformation vraie de fluage
0,025
0,02
0,015
0,01
0,005
0
0
100000
200000
300000
400000
500000
600000
700000
Temps de fluage (s)
5 ppm H, O/H=40,3
15 ppm H, O/H=13,4
18 ppm H, O/H=11,2
25 ppm H, O/H=8,1

2.5 Billette





Module d'Young	Micro-limite d'élasticité (ε_p=2.10^{-5})	Limite d'élasticité $\sigma_{0,2p}$	Déformation répartie	Déformation à rupture
85±2 GPa	104 MPa	192 MPa	0,29 %	0,76 %

Caractéristiques mécanique en traction de la billette.

Annexe E

Méthode de détermination des plans de glissement

E.1. Repères de coordonnées et angles d'Euler

Les angles d'Euler calculés à partir des analyses EBSD permettent le passage du repère macroscopique lié à l'échantillon au repère cristallographique. Les angles d'Euler donnés par le système HLK correspondent à la convention de Bunge.

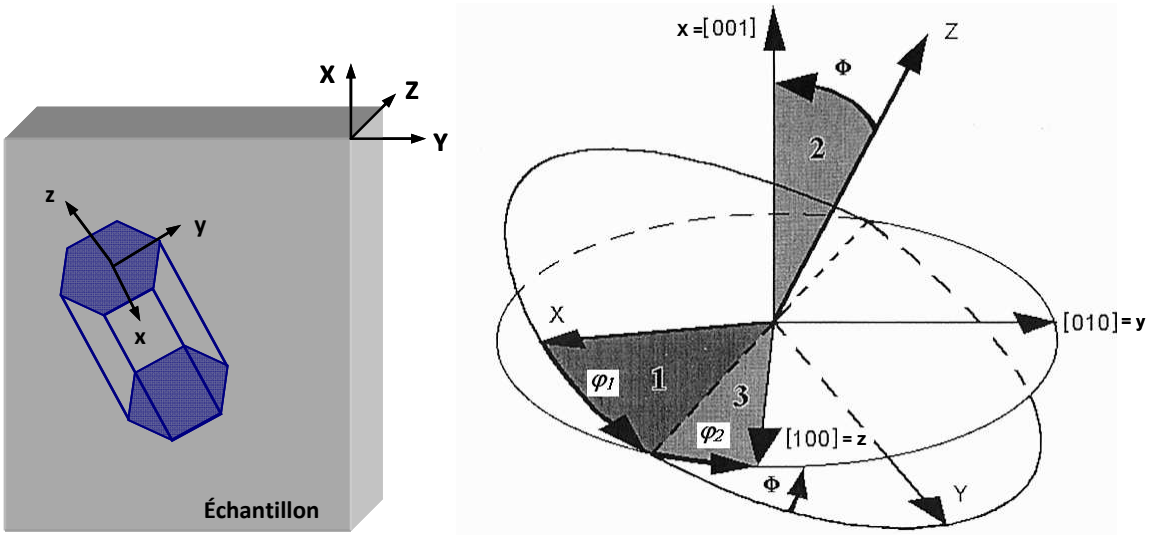
Si on désigne par $\vec{X}$ l'axe de sollicitation, le passage du repère macroscopique $\left(\vec{X},\vec{Y},\vec{Z}\right)$ au repère cristallographique $\left(\vec{x},\vec{y},\vec{z}\right)$ se fait par les trois rotations qui suivent :

1. ϕ_1 autour de $\vec{Z}$ qui transforme le repère macroscopique $\left(\vec{X},\vec{Y},\vec{Z}\right)$ en $\left(\vec{X}',\vec{Y}',\vec{Z}'=\vec{Z}\right)$.

2. ϕ autour de $\vec{X}'$ qui transforme le repère $\left(\vec{X}',\vec{Y}',\vec{Z}'\right)$ en $\left(\vec{X}''=\vec{X}',\vec{Y}'',\vec{Z}''\right)$.

3. ϕ_2 autour de $\vec{Z}''$ qui permet le passage du repère $\left(\vec{X}'',\vec{Y}'',\vec{Z}''\right)$ au repère cristallographique $\left(\vec{x},\vec{y},\vec{z}=\vec{Z}''\right)$.

Où ϕ_1, ϕ et ϕ_2 sont les angles d'Euler dans la convention de Bunge. Les repères macroscopique et cristallographique ainsi que l'ensemble des rotations sont représentés sur la Figure E.1.



(a) (b)

Figure E.1 - (a) Repères macroscopique et cristallographique ; (b) Illustration des angles d'Euler.

Les expressions analytiques des matrices de rotation relatives à chaque angle d'Euler désignés par $g_{\varphi 1}$, g_{φ} et $g_{\varphi 2}$ sont exprimés par :

$$g_{\varphi 1}=\begin{pmatrix} \cos\phi_1 & \sin\phi_1 & 0 \\ -\sin\phi_1 & \cos\phi_1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}_{(\vec{X},\vec{Y},\vec{Z})}$$

$$g_{\varphi}=\begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos\phi & \sin\phi \\ 0 & -\sin\phi & \cos\phi \end{pmatrix}_{(\vec{X}',\vec{Y}',\vec{Z}')}$$

$$g_{\varphi 2}=\begin{pmatrix} \cos\phi_2 & \sin\phi_2 & 0 \\ -\sin\phi_2 & \cos\phi_2 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}_{(\vec{X}'',\vec{Y}'',\vec{Z}'')}$$

La matrice de passage du repère macroscopique au repère macroscopique est le produit des trois matrices de rotations correspondantes à chaque angle d'Euler, soit :

$$g=g_{\varphi 2}.g_{\varphi}.g_{\varphi 1} \qquad \text{(E.1)}$$

Le passage du repère cristallographique au repère macroscopique est alors définie par :s

$$g^{-1}=g_{\varphi 1}^{-1}.g_{\varphi}^{-1}.g_{\varphi 2}^{-1} \qquad \text{(E.2)}$$

où $g_{\varphi 1}^{-1}$, g_{φ}^{-1} et $g_{\varphi 2}^{-1}$ sont les matrices inverses de $g_{\varphi 1}$, g_{φ} et $g_{\varphi 2}$ définies par :

$$g_{\varphi 1}^{-1}=\begin{pmatrix} \cos\phi_1 & -\sin\phi_1 & 0 \\ \sin\phi_1 & \cos\phi_1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}_{(\vec{X},\vec{Y},\vec{Z})}$$

$$g^{-1}{}_{\varphi}=\begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos\phi & -\sin\phi \\ 0 & \sin\phi & \cos\phi \end{pmatrix}_{(\vec{X}',\vec{Y}',\vec{Z}')}$$

$$g^{-1}{}_{\varphi 2}=\begin{pmatrix} \cos\phi_2 & -\sin\phi_2 & 0 \\ \sin\phi_2 & \cos\phi_2 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}_{(\vec{X}'',\vec{Y}'',\vec{Z}'')}$$

Les éléments de la matrice g^{-1} sont données par :

$$g_{11}^{-1} = \cos\varphi_1.\cos\varphi_2 - \sin\varphi_1.\sin\varphi_2.\cos\varphi$$

$$g_{12}^{-1} = -\cos\varphi_1.\sin\varphi_2 - \sin\varphi_1\cos\varphi_2.\cos\varphi$$

$$g_{13}^{-1} = \sin\varphi_1.\sin\varphi$$

$$g_{21}^{-1} = \sin\varphi_1.\cos\varphi_2 + \cos\varphi_1.\sin\varphi_2.\cos\varphi$$

$$g_{22}^{-1} = -\sin\varphi_1.\sin\varphi_2 + \cos\varphi_1\cos\varphi_2.\cos\varphi$$

$$g_{23}^{-1} = -\cos\varphi_1.\sin\varphi$$

$$g_{31}^{-1} = \sin\varphi_2.\sin\varphi$$

$$g_{32}^{-1} = \cos\varphi_2.\sin\varphi$$

$$g_{33}^{-1} = \cos\varphi$$

Ainsi, si on note par (u_x,u_y,u_z) les coordonnées d'un vecteur $\vec{u}$ exprimé dans la base orthonormée $(\vec{x},\vec{y},\vec{z})$ et par (u_X,u_Y,u_Z) les coordonnées du même vecteur dans la base orthonormée $(\vec{X},\vec{Y},\vec{Z})$, on peut écrire la relation suivante :

$$\begin{pmatrix} u_X \\ u_Y \\ u_Z \end{pmatrix}_{(\vec{X},\vec{Y},\vec{Z})} = g^{-1} \begin{pmatrix} u_x \\ u_y \\ u_z \end{pmatrix}_{(\vec{x},\vec{y},\vec{z})} \qquad \text{(E.3)}$$

Afin de déterminer la trace des différents plans de glissement dans le plan de l'éprouvette $(\vec{X},\vec{Y})$, on définit d'abord les coordonnées du vecteur normal à chaque plan de glissement dans le repère $(\vec{x},\vec{y},\vec{z})$ puis on calcule les coordonnées de chacun de ces vecteurs dans la base $(\vec{X},\vec{Y},\vec{Z})$ en utilisant la relation (E.3).

E.2. Plan de glissement dans le repère cristallographique

En tenant compte des symétries de la maille hexagonale, il existe seize vecteurs normaux de plans de glissement différents notés $\vec{n}_i$ et définis dans le Tableau E.1.

Plan de glissement	Vecteur $\vec{n}_i$	Coordonnées dans le repère $(\vec{x},\vec{y},\vec{z})$
Basal	$\vec{n}_{basal}$	$(0,0,1)$
Prismatique	$\vec{n}_{pris1}$ $\vec{n}_{pris2}$ $\vec{n}_{pris3}$	$(\sin(\pi/6),\cos(\pi/6),0)$ $(0,1,0)$ $(\sin(\pi/6),-\cos(\pi/6),0)$
Pyramidal de 1^{ere} espèce	$\vec{n}_{pyr1\text{-}1}$ $\vec{n}_{pyr1\text{-}2}$ $\vec{n}_{pyr1\text{-}3}$ $\vec{n}_{pyr1\text{-}4}$ $\vec{n}_{pyr1\text{-}5}$ $\vec{n}_{pyr1\text{-}6}$	$(c/a,0,\cos(\pi/6))$ $(c/a.\sin(\pi/6), -c/a.\cos(\pi/6),\cos(\pi/6))$ $(c/a.\sin(\pi/6), -c/a.\cos(\pi/6),\cos(\pi/6))$ $(-c/a,0,\cos(\pi/6))$ $(-c/a.\sin(\pi/6), -c/a.\cos(\pi/6),\cos(\pi/6))$ $(-c/a.\sin(\pi/6), c/a.\cos(\pi/6),\cos(\pi/6))$
Pyramidal de 2nde espèce	$\vec{n}_{pyr2\text{-}1}$ $\vec{n}_{pyr2\text{-}2}$ $\vec{n}_{pyr2\text{-}3}$ $\vec{n}_{pyr2\text{-}4}$ $\vec{n}_{pyr2\text{-}5}$ $\vec{n}_{pyr2\text{-}6}$	$(c/a.\cos(\pi/6), c/a.\sin(\pi/6),1)$ $(0, c/a,1)$ $(c/a.\cos(\pi/6), -c/a.\sin(\pi/6),1)$ $(-c/a.\cos(\pi/6), -c/a.\sin(\pi/6),1)$ $(0, -c/a,1)$ $(-c/a.\cos(\pi/6), c/a.\sin(\pi/6),1)$

Tableau E.1 - Définitions des traces de glissement dans le repère cristallographique $(\vec{x},\vec{y},\vec{z})$.

E.3. Plan de glissement dans le repère macroscopique et identification des systèmes activés

Connaissant les expressions des vecteurs $\vec{n}_i$ dans le repère cristallographique et en utilisant l'équation (1), ces vecteurs peuvent être exprimés dans la base $(\vec{X},\vec{Y},\vec{Z})$ et seront notés par $\vec{N}_i$. À titre d'exemple, l'expression du vecteur normale au plan de base $\vec{N}_b$ dans le repère de l'échantillon $(\vec{X},\vec{Y},\vec{Z})$ est la suivante :

$$\vec{N}_b = \begin{pmatrix} \sin\phi_1.\sin\phi \\ -\cos\phi_1.\sin\phi \\ \cos\phi \end{pmatrix}$$

Le produit scalaire du vecteur $\vec{N}_i$ par le vecteur de coordonnées $(1,1,0)_{(\vec{X},\vec{Y},\vec{Z})}$ permet de déduire la projection du vecteur $\vec{N}_i$ dans le plan $(\vec{X},\vec{Y})$, vecteur de coordonnées $(N_X, N_Y, 0)$

Dans la base $\left(\vec{X},\vec{Y},\vec{Z}\right)$. Si on désigne par $\vec{K}$ le vecteur directeur de la trace du plan de glissement, il à la fois normal à la direction $\vec{Z}$ et au vecteur $\vec{N}_i$. $\vec{K}$ est donc obtenu par produit vectoriel des vecteurs de coordonnées $\left(N_X, N_Y, 0\right)$ et $\left(0,0,1\right)$, soit $\vec{K}$=$(N_Y, -N_X, 0)$.

Ainsi l'angle α entre l'axe de sollicitation, parallèle à $\vec{X}$, et le vecteur $\vec{K}$ est donné par la relation $\alpha = \arctan(-N_X / N_Y)$.Par exemple, pour le glissement basal, l'angle α_b entre l'axe de sollicitation et la trace du plan de base est : $\alpha_b = \arctan\left(\sin\varphi_1 / \cos\varphi_1\right)$.

Afin de déterminer la nature du système activé, il suffit de déterminer, pour chaque grain,

Les seize angles α entre l'axe de sollicitation et les traces de glissement des systèmes potentielles et comparer les seize valeurs de α à l'angle mesurée expérimentalement entre l'axe de traction et la trace du plan de glissement du système activé.