

THESE

présentée à



par

Elena UTA

Pour l'obtention du grade de :

Docteur de l'Université de Metz

Spécialité : **Sciences des Matériaux**, Option : **Physique**

Etude des hétérogénéités de texture et de microstructure au sein de disques forgés en IMI834 Influence sur les propriétés en fatigue-dwell

Soutenue le 8 juillet 2009 à Metz, devant un jury composé de :

Mme Véronique DOQUET	<i>Directrice de Recherche CNRS, LMS, Ecole Polytechnique, Palaiseau, France</i>	Rapporteur
M. Frank MONTHEILLET	<i>Directeur de Recherche CNRS, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint- Etienne, France</i>	Rapporteur
M. Patrick VILLECHAISE	<i>Chargé de Recherche CNRS, LMPM/ ENSMA, Poitiers, France</i>	Examineur
M. Stefan ZAEFFERER	<i>Chercheur, Max Planck Institute for Iron Research, Düsseldorf, Allemagne</i>	Examineur
M. Yvon MILLET	<i>Directeur de recherche et développement, TIMET, Savoie, France</i>	Invité
M. Joseph GILGERT	<i>Maitre de conférences, ENIM, Metz, France</i>	Invité
M. Philippe BOCHER	<i>Professeur, Ecole de Technologie Supérieure, Montréal, Canada</i>	Invité
M. Michel HUMBERT	<i>Professeur, Université de Metz, France</i>	Directeur de thèse
Mme Nathalie GEY	<i>Chargée de Recherche CNRS, LETAM, Metz, France</i>	Co-encadrante scientifique

Remerciements

J'exprime ma profonde reconnaissance à Monsieur Michel Humbert et à Madame Nathalie Gey pour m'avoir accepté sous leur responsabilité, pour leur disponibilité et pour leur expérience. Je les remercie sincèrement.

Je tiens également à exprimer ma reconnaissance et à remercier pour leur aide, Messieurs Philippe Bocher, André Moreau, Joseph Gilgert et Lotfi Toubal, sans lesquels une bonne partie expérimentale ainsi que la compréhension de certains résultats n'auraient pas été possible.

Mes remerciements pour les moyens mis à ma disposition afin de mener à bien la multitude d'analyses nécessaires pour ce travail de thèse, vont naturellement aux directeurs du LETAM, Messieurs Francis Wagner et Alain Hazotte. Je remercie également le personnel technique du laboratoire pour leur disponibilité.

Je suis particulièrement reconnaissante à Madame Véronique Doquet et Monsieur Frank Montheillet pour l'honneur qu'ils m'ont fait d'accepter d'être rapporteurs de ce travail. Je remercie également Messieurs Patrick Villechaise et Stefan Zaefferer pour avoir participé à mon jury de thèse, en tant qu'examineurs.

Un grand merci à mes collègues: Daniel, Grzegorz, Juan, Bertrand, David, Suhash, Hejer, XianDong, Benoit, Guillaume, Pierre, Nicolas et Jing pour les éclats de rire dans les couloirs et la bonne ambiance générale. Finalement, je tiens à témoigner toute mon affection aux personnes qui ont été présentes de près ou de loin tout le long de la thèse : Ananthi et Yudong - merci pour les bons moments partagés ainsi que pour leur soutien; mes parents et mon frère de m'avoir encouragé et soutenu ; Kais – pour ses conseils; François - merci pour son amour, son énergie, sa patience et les critiques constructives ; Marie - merci pour les beaux moments passés ensemble.

Pour ceux qui n'ont pas trouvé leur nom sur cette longue liste et qui ont contribué ou soutenu ce travail de thèse, je les en remercie et je m'excuse de cet oubli.

Table des matières

Introduction.....1

Chapitre I Etude bibliographique

<u>I.1 Généralités sur les alliages de titane</u>	<u>4</u>
I.1.0 Introduction	4
I.1.1 Le titane pur.....	5
<i>Rappel de quelques aspects cristallographiques</i>	<i>5</i>
I.1.2 Les alliages de titane.....	7
I.1.3 Les microstructures caractéristiques.....	9
<i>Microstructure lamellaire héritée de la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$.....</i>	<i>9</i>
<i>Microstructure équiaxe</i>	<i>10</i>
<i>Microstructure bimodale (ou duplex)</i>	<i>11</i>
I.1.4 L'alliage IMI 834.....	12
<u>I.2 Sensibilité des alliages de titane aux sollicitations en fatigue-dwell.</u>	
<u>Influence de la microstructure et de la texture</u>	<u>15</u>
I.2.1 Historique.....	15
I.2.2 Propriétés des alliages de titane en fatigue-dwell - influence des conditions de sollicitation.....	16
<i>Analyse comparée du comportement en fatigue, en fluage et fatigue-dwell.....</i>	<i>17</i>
<i>Influence des conditions de sollicitation en fatigue-dwell.....</i>	<i>18</i>
I.2.3 Influence de la microstructure	19
<i>Microstructure lamellaire</i>	<i>19</i>
<i>Microstructure équiaxe</i>	<i>20</i>
<i>Microstructure bimodale</i>	<i>20</i>
<i>Effet de la proportion de grains α_P - rupture en service.....</i>	<i>22</i>
I.2.4 Synthèse des résultats : mécanismes de fissuration et influence de la texture.....	23
<u>I.3 Les hétérogénéités de texture et de microstructure dans les pièces en titane</u>	<u>26</u>
I.3.1 Types d'hétérogénéités présents dans les produits forgés en titane	26
I.3.2 Analyse des macrozones par techniques de caractérisation de la microstructure et texture	28
I.3.3 Analyse des macrozones par contrôle ultrasonore.....	28
<u>Références.....</u>	<u>32</u>

Chapitre II

Hétérogénéités de microstructure et de texture dans des disques en IMI 834

<u>Introduction</u>	37
<u>II.1 Présentation des disques forgés</u>	37
II.1.1 Disques forgés en IMI 834 – contexte industriel.....	37
II.1.2 Grande ligne des traitements thermomécaniques des disques	38
<i>Elaboration de la billette de microstructure bimodale</i>	38
<i>Procédé de forgeage</i>	39
II.1.3 Descriptif des différents prélèvements au sein des disques	40
<u>II.2 Techniques microscopiques et macroscopiques utilisées pour la caractérisation des hétérogénéités de microstructure et de texture</u>	42
II.2.1 Observation macrographique.....	42
II.2.2 Observations microstructurales et analyse quantitative	43
II.2.3 Caractérisation des textures locales par EBSD	43
<u>II.3 Résultats</u>	45
II.3.1 Etat microstructural d'une zone peu déformée du disque – zone morte	45
<i>Microstructure bimodale</i>	45
<i>Hétérogénéité de distribution et de morphologie des grains α_P</i>	46
<i>Présence de macrozones</i>	48
II.3.2 Hétérogénéités de microstructure dans une tranche (DA-DR) d'un disque forgé	50
<i>Macrographie</i>	50
<i>Evolution de la structure lamellaire α_S</i>	51
<i>Distribution et morphologies des grains α_P</i>	53
II.3.3 Hétérogénéités de texture dans une tranche (DA-DR) d'un disque forgé	54
<i>Texture dans une région de niveau de déformation intermédiaire susceptible d'initier des fissures en service</i>	54
<i>Texture dans une région fortement déformée</i>	59
<u>II.4 Discussions</u>	64
II.4.1 Hétérogénéités de texture et de microstructure α_P / α_S au sein d'un disque forgé	64
1) <i>Hétérogénéités de microstructure et de texture essentiellement liées aux nodules α_P</i> ... 64	
2) <i>Hétérogénéités dans la microstructure lamellaire α_S héritée de la transformation de la phase β</i>	65
II.4.2 Influence de ces hétérogénéités sur le comportement en service des disques	67
<u>Références</u>	70

Chapitre III. Perception des hétérogénéités de texture et de microstructure des pièces en IMI 834 par analyse ultrasonore

<u>III.1 Introduction</u>	73
<u>III.2 Techniques ultrasonores utilisées</u>	73
<u>III.3 Amplitudes RMS des signaux ultrasonores rétrodiffusés en volume et présence des hétérogénéités de microstructure et de texture</u>	75
III.3.1 Echantillons étudiés	75
III.3.2 Résultats de la campagne de mesures ultrasonores	76
III.3.3 Interprétation des résultats	77
<i>Approche qualitative</i>	79
<i>Approche quantitative</i>	80
<u>III.4 Relations entre macrozones et amplitudes RMS des signaux ultrasonores rétrodiffusés dans une tranche interne du matériau</u>	83
III.4.1 Echantillons étudiés	83
III.4.2 Résultats de la campagne de mesures ultrasonores	83
III.4.3 Analyse des textures et des microstructures	84
III.4.4 Comparaison des résultats	87
<u>III.5 Variations des vitesses de propagation des ondes ultrasonores longitudinales et hétérogénéités de microstructure et de texture (macrozones)</u>	87
III.5.1 Résultats de la campagne de mesures des temps de propagation	87
III.5.2 Interprétation des résultats	88
<u>III.6 Conclusions</u>	91
<u>Références</u>	92

Chapitre IV Influence des hétérogénéités de texture et de microstructure sur les propriétés en fatigue-dwell

<u>IV.1. Géométrie et caractéristiques microstructurales des éprouvettes</u>	94
IV.1.1. Géométrie des éprouvettes	94
IV.1.2. Schéma de prélèvement des éprouvettes de la série 1 dans la 'zone morte'	95
IV.1.3. Schéma de prélèvement des éprouvettes de la série 2 dans le 'cylindre central'	96
IV.1.4. Caractéristiques microstructurales des éprouvettes	100
<u>IV.2 Campagne d'essais de fatigue-dwell</u>	103
IV.2.1 Essais de fatigue-dwell	103
IV.2.2 Résultats des essais de fatigue-dwell	105
<u>IV.3 Technique d'analyse des faciès de rupture</u>	109
IV.3.1 Techniques fractographiques	109
<i>Microfractographie</i>	109
<i>Identification du site d'amorçage et du chemin de propagation de la fissure</i>	110
IV.3.2 Caractérisation cristallographique	111
<i>Détermination des orientations cristallographiques par EBSD</i>	111
<i>Evaluation du plan cristallographique des facettes de clivage et quasi-clivage</i>	113
<u>IV.4 Résultats des analyses des faciès de rupture et de leur environnement– influence de la texture locale</u>	114
IV.4. 1 Résultats des analyses de faciès de rupture	114
<i>Analyses micro et macro-fractographiques</i>	114
<i>Analyse cristallographique sur les faciès de rupture</i>	119
<i>Analyse du plan cristallographique des facettes – écart au plan basal</i>	122
IV.4.2 Résultats des analyses après polissage des faciès de rupture	123
<i>Microstructure et texture locale dans la zone de propagation par quasi-clivage</i>	123
<i>Microstructure et texture locale dans les zones à stries</i>	125
<i>Localisation de la zone de quasi-clivage par rapport aux macrozones</i>	128
<u>IV.5 Discussions</u>	134
IV.5.1 Synthèse des résultats	134
IV.5.2 Influence de l'orientation sur le mode de propagation ; relation avec le glissement plastique	135
<i>Caractéristique du site d'amorçage– influence des macrozones</i>	137
<i>Zone de propagation des fissures – influence des macrozones</i>	138
IV.5.3 Influence de la microtexture sur la durée de vie en fatigue dwell	138
<u>Références</u>	141

Chapitre V Conclusions et perspectives

<u>V.1 Conclusions</u>	142
<u>V.2 Perspectives</u>	144

Introduction

Les alliages de titane sont employés dans l'industrie aéronautique en raison de leur faible densité et leurs bonnes propriétés mécaniques pour des températures de fonctionnement allant jusqu'à 600°C. Cependant, même si ces alliages sont utilisés depuis plus de 50 ans, et que de nombreuses études ont été effectuées pour l'optimisation des microstructures, des traitements thermomécaniques et des techniques de mise en forme, certains aspects liés au comportement mécanique de ces alliages restent toujours mal compris. En particulier, la chute de durée de vie des pièces lors d'une sollicitation en fatigue-dwell par rapport à une sollicitation en fatigue classique n'est pas totalement élucidée. Cette diminution de durée de vie a été reliée, en partie, à la présence des hétérogénéités de microstructure et de texture présentes à l'intérieur des disques forgés en alliage de titane. En particulier, l'influence de la microtexture sur les mécanismes d'endommagement des pièces doit encore être approfondie.

Dans ce contexte, nous avons étudié en détail la microstructure et la texture au sein de disques forgés en alliage de titane IMI 834 quasi- α de structure bimodale α_p/α_s . Le type d'hétérogénéités auxquelles nous sommes intéressés porte le nom de « macrozone ». Il s'agit d'un volume de forme variable dans lequel les grains α_p présentent une composante de texture unique qui coïncide avec la composante de texture majoritaire des colonies α_s issues de la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$. Puis, nous avons analysé l'influence des macrozones sur l'amorçage et la propagation des fissures dans le cas d'une sollicitation en fatigue-dwell à température ambiante. Ce type de sollicitation approche en effet les conditions de sollicitation auxquelles sont soumises les pièces tournantes des moteurs lors de la phase de décollage des avions.

L'objectif de ce travail était double.

Il s'agissait tout d'abord de détecter et de caractériser la forme et les dimensions des macrozones et de déterminer leurs répartitions au sein des pièces forgées en relation avec les inhomogénéités de déformation que subit le matériau au cours de l'élaboration.

Ensuite il s'agissait de déduire d'essais en fatigue-dwell pratiqués sur des éprouvettes prélevés en différentes localisations des disques forgés, des relations entre les durées de vie et les caractéristiques microstructurales et de texture déterminées sur les surfaces de rupture.

Cette étude a été réalisée dans le cadre d'une collaboration entre le LETAM, l'École de Technologie Supérieure (ETS) de Montréal, Canada et l'Institut des Matériaux Industriels (IMI) de Montréal, Canada. Nos collaborateurs canadiens se sont attachés en partie à la réalisation des essais de fatigue-dwell et à la détection des macrozones par des techniques ultrasonores respectivement. Au LETAM, à travers ce travail, nous avons caractérisé les microstructures et textures présentes au sein des disques forgés. Cette étude examine tout d'abord les hétérogénéités présentes dans des régions différentes des disques en IMI 834, puis s'efforce de comprendre leur effet sur le comportement en fatigue-dwell.

Le manuscrit de thèse, hormis l'introduction et la conclusion, est découpé en quatre chapitres.

Le *chapitre I* consiste en une étude bibliographique limitée aux alliages de titane. On rappelle quelques aspects métallurgiques. On parcourt également les études publiées concernant les propriétés en fatigue-dwell en relation avec les textures et les microstructures. Enfin, on synthétise les travaux sur la présence de macrozones, leur origine, leur effet sur le comportement mécanique et les différentes techniques de détection.

Les hétérogénéités de texture et de microstructure dans différentes parties de disques forgés en IMI 834 sont analysées dans le *chapitre II*. Les techniques macroscopiques et microscopiques utilisées pour caractériser ces hétérogénéités sont décrites. Les caractéristiques et la répartition des macrozones au sein des pièces étudiées sont discutées en fonction des conditions locales de déformation subies par le matériau.

Un problème d'actualité est la détection et la localisation des macrozones dans les produits forgés de grandes dimensions. L'utilisation des ultrasons permet de reconnaître leur présence et dans certains cas d'obtenir des renseignements sur certaines de leurs caractéristiques. Dans ce cadre, le *chapitre III* examine la manière dont sont perçues les hétérogénéités de texture et microstructure des pièces en IMI 834 par l'utilisation de différentes caractéristiques de la propagation des ultrasons.

Le *chapitre IV* détaille les résultats de tests en fatigue-dwell menés jusqu'à rupture sur des éprouvettes prélevées en différentes localisations de disques forgés et dont les caractéristiques microstructurales et de texture diffèrent en raison des conditions de déformation locale rencontrées. Une étude fractographique de la surface de rupture de chaque éprouvette, suivie d'une étude cristallographique des zones d'amorçage et de propagation des fissures a permis d'analyser l'influence de la microtexture sur la tenue en fatigue-dwell.



Chapitre I Etude bibliographique



Chapitre I Etude bibliographique

<u>I.1 Généralités sur les alliages de titane</u>	4
I.1.0 Introduction	4
I.1.1 Le titane pur.....	5
<i>Rappel de quelques aspects cristallographiques</i>	5
I.1.2 Les alliages de titane.....	7
I.1.3 Les microstructures caractéristiques.....	9
<i>Microstructure lamellaire héritée de la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$</i>	9
<i>Microstructure équiaxe</i>	10
<i>Microstructure bimodale (ou duplex)</i>	11
I.1.4 L'alliage IMI 834.....	12
<u>I.2 Sensibilité des alliages de titane aux sollicitations en fatigue-dwell.</u>	
<u>Influence de la microstructure et de la texture</u>	15
I.2.1 Historique.....	15
I.2.2 Propriétés des alliages de titane en fatigue-dwell - influence des conditions de sollicitation.....	16
<i>Analyse comparée du comportement en fatigue, en fluage et fatigue-dwell</i>	17
<i>Influence des conditions de sollicitation en fatigue-dwell</i>	18
I.2.3 Influence de la microstructure	19
<i>Microstructure lamellaire</i>	19
<i>Microstructure équiaxe</i>	20
<i>Microstructure bimodale</i>	20
<i>Effet de la proportion de grains α_p - rupture en service</i>	22
I.2.4 Synthèse des résultats : mécanismes de fissuration et influence de la texture.....	23
<u>I.3 Les hétérogénéités de texture et de microstructure dans les pièces en titane</u>	
.....	26
I.3.1 Types d'hétérogénéités présents dans les produits forgés en titane	26
I.3.2 Analyse des macrozones par techniques de caractérisation de la microstructure et texture	28
I.3.3 Analyse des macrozones par contrôle ultrasonore.....	29
<u>Références</u>	32

I.1 Généralités sur les alliages de titane

I.1.0 Introduction

La découverte du titane a été faite par un minéralogiste amateur - William Gregor - à la fin du 18^{ème} siècle dans la paroisse de Menaccan en Cornwall (Angleterre). Ses résultats ont été publiés en 1791 [Neal 1988]. Il avait nommé l'oxyde trouvé dans les sables noirs, mecanite. A la même époque que Gregor, M.H. Klaproth - un chimiste allemand - découvre le même oxyde dans des roches et minéraux et il l'appelle Titanium, d'après les Titans de la mythologie.

Après sa découverte, plusieurs essais ont été faits pour l'extraction du titane à partir du minerai. De nos jours, les méthodes les plus utilisées sont celles de Hunter et de Kroll [Smith 1993, Donachie 1988]. La première étape est la production de l'éponge de titane qui implique la chloruration du minerai. L'éponge de titane est ensuite broyée en une poudre granuleuse, mélangée à des chutes et/ou à d'autres éléments (vanadium, aluminium,...), puis fondue dans un four de réduction d'arc à vide pour obtenir des lingots de titane. Ceux-ci sont forgés à chaud en produits tels que billettes, brames, barres et plaques.

Le titane et ses alliages présentent des propriétés mécaniques généralement supérieures à celles des autres métaux fréquemment utilisés en industrie.

Parmi les plus importantes propriétés du titane, on trouve [Combres 1999]:

- une faible densité (4,5 soit environ 60% de celle de l'acier),
- un module de Young d'environ 120 GPa, intermédiaire entre celui des alliages d'aluminium et des aciers,
- d'excellentes caractéristiques mécaniques, même à des températures extrêmes (dès le domaine cryogénique jusqu'à 600°C environ),
- un coefficient de dilatation légèrement inférieur à celui de l'acier et moitié moins que celui de l'aluminium,
- une excellente résistance à la corrosion dans des milieux agressifs comme le corps humain ou l'eau de mer,
- une faible conductivité thermique,

Le titane et ses alliages sont utilisés dans de nombreux domaines en raison de leurs très bonnes propriétés mécaniques associées à une masse volumique faible [Combres 1995]. Le titane et la plupart de ses alliages sont utilisés dans **l'aérospatiale commerciale et militaire**. Les deux utilisations utilisent plus de la moitié de la production mondiale des alliages de titane [Broede 2001]. Dans ces domaines, le titane constitue 20% à 30% de la masse des avions et est utilisé pour fabriquer les pièces des moteurs ainsi que pour certains éléments du train d'atterrissage [Titanium Industries 2008]. Les alliages de titane largement utilisés dans les moteurs des avions sont [Broede-2001] : Ti6-4, Ti 6246, Ti 6242 et IMI834.

I.1.1 Le titane pur

Les principales caractéristiques physiques du titane pur sont résumées dans le tableau I.1.

GRANDEUR	SYMBOLE	Valeur
Masse volumique	ρ (g.cm ⁻³)	4.507
Masse molaire	M (g/mol)	47.9
Numéro atomique	Z	22
Coefficient de Poisson	ν	0.33
Module d'élasticité	E (GPa)	110
Température d'ébullition	T _e (°C)	3535
Température de transformation	T _{β} (°C)	882
Température de fusion ($\pm 15^\circ\text{C}$)	T _f (°C)	1670
Conductivité thermique à 25°C	Σ_{th} (W m ⁻¹ .K ⁻¹)	21.9
Capacité thermique massique à 25°C	C _p (J kg ⁻¹ K ⁻¹)	522.5
Coefficient de dilatation linéaire à 25°C	A (K ⁻¹)	8.5 10 ⁻⁶

Tableau I.1 Caractéristiques physiques du titane pur [Combres 1999]

Rappel de quelques aspects cristallographiques

Du point de vue cristallographique, le titane pur peut se présenter sous deux structures différentes:

- la phase α stable à basse température (25°C), caractérisée par un réseau hexagonal compact de paramètres : $a=2.950 \text{ \AA}$, $c=4.68 \text{ \AA}$

Le rapport c/a de la phase α est égal à 1.587. Il est inférieur au rapport c/a théorique de compacité idéale du système hexagonal qui est de 1.633 ($\sqrt{8/3}$). Ainsi la densité des plans prismatiques de la structure hexagonale α est plus élevée que dans le cas théorique.

- la phase β , stable à $T > T_\beta$ ($T_\beta = 882^\circ\text{C}$), caractérisée par un réseau cubique centré de paramètre $a=3.32 \text{ \AA}$

La transformation $\beta \rightarrow \alpha$ du titane est souvent décrite par un mécanisme de cisaillement de la phase mère, sans diffusion d'atomes sur de longues distances (caractère d'une transformation martensitique). Les réseaux des deux phases vérifient les relations de Burgers (rel. I.1)[Bürgers 1934]. Ces relations font qu'un cristal β peut donner naissance à 12 variants α .

$$\begin{aligned} (110)_{CC} // (0001)_{HC} \\ [\bar{1}1\bar{1}]_{CC} // [2\bar{1}\bar{1}0]_{HC} \\ (\bar{1}12)_{CC} // (01\bar{1}0)_{HC} \end{aligned} \quad \text{rel I.1}$$

La phase α hcp se caractérise par une forte **anisotropie cristalline**, c'est-à-dire une forte dépendance des propriétés par rapport à la direction cristallographique (fig. I.1). A l'échelle du polycristal, l'anisotropie des propriétés dépend également de la statistique de distribution des orientations cristallines.

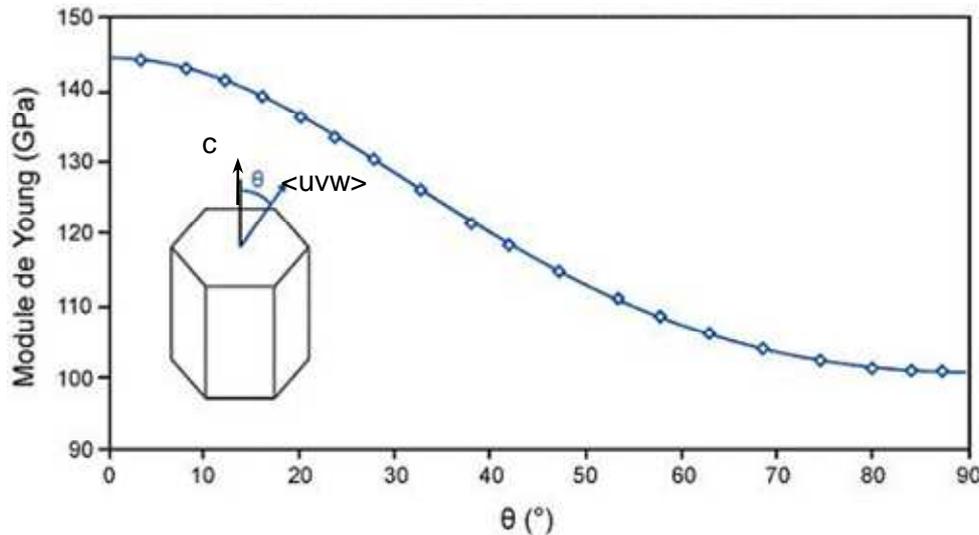


Figure I.1 Valeur du module de Young à température ambiante en fonction de l'orientation du réseau hexagonal vis-à-vis de la direction de sollicitation [Fisher 1964]

On observe en effet une variation importante du module élastique par rapport à l'angle entre la direction de sollicitation et l'axe c . ($E = 145$ GPa quand l'angle est zéro, l'effort est suivant l'axe c et $E = 100$ GPa quand l'angle est de 90° , l'effort est suivant une direction dans le plan basal). Les propriétés élastiques du titane pur peuvent également être décrites au moyen du tenseur d'élasticité ($C_{11}^\alpha = 1,624, C_{33}^\alpha = 1,807, C_{12}^\alpha = 0,920, C_{13}^\alpha = 0,690, C_{44}^\alpha = 0,467$; unité: 10^5 MPa) [Fisher 1964].

L'anisotropie des propriétés élastiques peut avoir une forte influence sur le comportement mécanique des alliages de titane. En effet, en présence d'une alternance de régions contenant des grains qui ont en majorité l'axe c dans une direction commune mais différente d'une région à une autre, les comportements élastiques locaux peuvent être très différents.

Les structures hexagonales compactes présentent des **mécanismes de déformation plastique particuliers**. Les mécanismes de glissement peuvent faire intervenir les plans prismatiques, le plan de base et les plans pyramidaux. On compte ainsi 36 systèmes de glissement au total (tableau I.2).

Si la direction a était la seule direction de glissement activable, la déformation selon l'axe c ne serait pas possible. Il existe donc une deuxième direction de glissement $\langle 1-2.3 \rangle$, que l'on note $\langle a+c \rangle$. Cette direction de glissement peut appartenir à deux plans de glissement différents : pyramidal de première espèce et pyramidal de deuxième espèce.

Chaque métal de structure hexagonale compacte présente un système de glissement principal et un ou deux systèmes secondaires. Dans le cas du titane, le plan de glissement principal est le plan prismatique. L'activation des systèmes de glissement secondaires dépend de paramètres tels que la teneur en interstitiels ou la température.

Type de glissement	Vecteur de Burgers	Plan de glissement	Direction de glissement	Nombre de systèmes
Basal	<a>	{00.1}	<11.0>	3
Prismatique	Prismatique I <a>	{10.0}	<11.0>	3
	Prismatique I <c>	{10.0}	<00.1>	3
	Prismatique II <c>	{11.0}	<00.1>	3
Pyramidal	Pyramidal Ière espèce <a>	{10.1}	<11.0>	6
	Pyramidal Ière espèce <c+a>	{10.1}	<2-1.-3>	12
	Pyramidal IIème espèce <c+a>	{1-2.2}	<1-2.3>	6

Tableau I.2 Systèmes de glissement de la structure hexagonale

I.1.2 Les alliages de titane

Pour des applications industrielles, le titane est essentiellement utilisé sous forme d'alliages. L'addition d'éléments d'alliage modifie l'équilibre thermodynamique des deux phases, notamment, les paramètres de mailles et les cinétiques de transformation $\beta \leftrightarrow \alpha$. Ces éléments peuvent se classer dans trois catégories: les éléments α -gènes, les éléments β -gènes et les éléments neutres.

Les éléments α -gènes se dissolvent préférentiellement dans la phase α en augmentant la température de transus T_β . Parmi ces éléments, on peut citer: l'aluminium, le zirconium, l'étain, l'oxygène, le carbone et l'azote

Les éléments β -gènes se dissolvent préférentiellement dans la phase β en abaissant la température de transus T_β . On distingue :

- les éléments β isomorphes, miscibles en toute proportion dans la phase β tels que le molybdène, le tantale, le vanadium et le niobium.
- les éléments β eutectoïdes, pouvant former des précipités, tels que le manganèse, le fer, le chrome, le silicium, le nickel et le cuivre.

Les éléments neutres durcissent la solution solide et se dissolvent préférentiellement dans la phase α sans élever la température de transus T_β

Les proportions des éléments α - et β -gènes dans un alliage de titane peuvent être estimées avec différentes formules.

La teneur en éléments α -gènes s'évalue selon la relation [Weiss 1999] :

$$[Al]_{eq} = [Al] + \frac{[Zr]}{6} + \frac{[Sn]}{3} + 10([O] + 2[N] + [C]) \quad \text{rel. I.2}$$

La teneur en éléments β -gènes s'évalue selon la relation [Weiss 1999] :

$$[Mo]_{eq} = [Mo] + 0,6[V] + 0,44[W] + 0,28[Nb] + 0,22[Ta] + 1,25[Cr] + 1,22[Ni] + 1,7[Co] + 2,5[Fe]$$

A partir de ces évaluations, le rapport $x = [Mo]_{eq} / [Al]_{eq}$ est calculé et ainsi, on peut distinguer 5 types d'alliages de titane.

Les alliages α ($[Al]_{eq} < 8$ et $[Mo]_{eq} < 1$ ou $x \approx 0$). Leur composition ne permet pas de retenir la phase β à température ambiante. Ils sont faiblement alliés, même en éléments α -gènes, pour éviter la précipitation de phases comme le Ti_3Al qui diminue la ductilité.

Les alliages quasi- α ($8 < [Al]_{eq} < 10$ et $[Mo]_{eq} < 2$). Aux éléments α -gènes s'ajoute une faible quantité d'éléments β -gènes. Le domaine α/β s'élargit et une faible fraction de phase β peut être retenue à l'ambiante. Ces alliages ont globalement les mêmes propriétés que les alliages α avec une ductilité légèrement améliorée.

Les alliages α/β ($5 < [Al]_{eq} < 10$ et $2 < [Mo]_{eq} < 8$). Les éléments α -gènes et β -gènes sont présents en quantité suffisante pour obtenir un large domaine α/β . Ils ont des caractéristiques mécaniques élevées et une assez bonne ductilité. Ils sont plus sensibles à l'oxydation que les alliages α . Leur soudabilité varie en fonction des éléments d'alliages.

Les alliages quasi- β ($[Al]_{eq} < 8$ et $10 < [Mo]_{eq} < 15$). La concentration en éléments β -gènes est suffisante pour déplacer les points Ms/Mf de transformation martensitique en dessous de l'ambiante. La cinétique de germination de la phase α est fortement ralentie si bien qu'il est possible de retenir la phase β à l'ambiante sous forme métastable. Des traitements de mise en solution conduisent à l'apparition de nouvelles phases comme la phase transitoire ω ou la martensite α'' de structure orthorhombique. Cette dernière apparaît également par transformation sous contraintes lors de la déformation à froid de la phase β .

Les alliages β ($[Al]_{eq} < 6$ et $15 < [Mo]_{eq}$). La concentration en éléments β -gènes est telle que la phase β est stable thermodynamiquement ou faiblement métastable à température ambiante. Des traitements ultérieurs n'entraînent plus sa décomposition. Les alliages β et quasi- β ont une excellente ductilité à température ambiante. Ils sont parfois soudables mais peu résistants à l'oxydation. Ils sont difficilement utilisables au-delà de 350°C du fait de leur mauvaise résistance au fluage.

Le tableau I.3 présente une synthèse des propriétés de ces alliages et des exemples pour chaque type d'alliage.

<p>←————— Eléments α-gènes</p> <p>Eléments β-gènes —————→</p> <p>←————— températures croissantes</p> <p>transus $\alpha+\beta \leftrightarrow \beta$ —————→</p> <p>densité —————→</p> <p>←————— module d'Young</p> <p>forgeabilité et déformabilité à froid —————→</p> <p>réponse aux traitements thermiques-trempabilité —————→</p> <p>résistance à la traction —————→</p> <p>sensibilité à la vitesse de déformation —————→</p> <p>←————— tenue au fluage</p> <p>facilité de la mise en œuvre —————→</p> <p>←————— facilité de soudage</p> <p>←————— résistance à l'oxydation à chaud</p> <p>←————— emplois cryogéniques</p>				
Alliages α	Alliages quasi- α	Alliages α/β	Alliages quasi- β	Alliages β
T40 (Ti 0.2Fe) TA5E(Ti5Al2.5Sn)	Ti 6242 TA8DV IMI685 IMI 834	TA6V(Ti6Al4V) Ti6246 Ti662	Ti17 β cez	betaIII Ti38644

Tableau I.3 Synthèse des alliages de titane [Tricot 1988]

I.1.3 Les microstructures caractéristiques

Microstructure lamellaire héritée de la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$

Une microstructure lamellaire est le résultat d'une mise en solution dans le domaine β monophasé, suivie d'un refroidissement à température ambiante, à vitesse de refroidissement modérée. Au-dessus du T_β , les grains β connaissent une croissance rapide. Lors du refroidissement, la phase α précipite préférentiellement aux joints de grains β (α_{GB}). A partir de cette précipitation α_{GB} , se développent des colonies de lamelles, notées α_{WGB} . Simultanément, la phase α se développe dans la matrice, formant des sous-colonies pour des vitesses de refroidissement rapides (α_{WI}) (fig. I.2). On parle d'une structure de type Widmanstätten. La différence entre les coefficients de diffusion des éléments α -gènes et β -gènes impose une croissance de la phase α sous forme lamellaire [Fujii 1988]. La phase β résiduelle se retrouve entre les lamelles. Les colonies de lamelles α sont en relation d'orientation de Burgers (rel. I.1) avec le grain β .

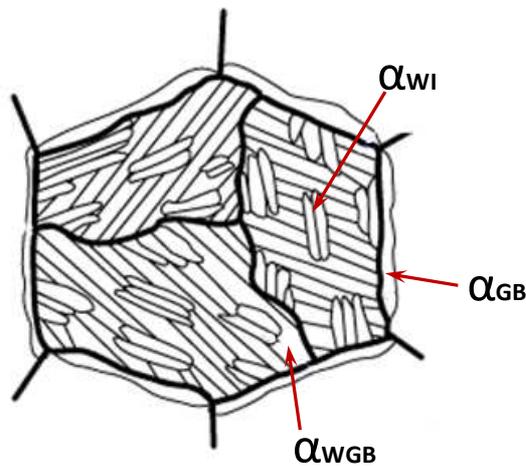


Figure I.2 Représentation schématique d'un ex-grain- β transformé [Kobayashi 1988]

Les conditions de mise en solution dans le domaine β (la température maximale, le temps de maintien à haute température) mais aussi la cinétique de transformation (la vitesse de refroidissement) vont influencer le type de microstructure obtenue. Ainsi la vitesse de refroidissement influence la taille de lamelles mais également la proportion de lamelles α_{GB} , α_{WGB} et α_{WI} ainsi que leur organisation en colonies ou en vanneries [Bein 1995, Angelier 1997, Sansoz 2003, Teixeira 2007]. Une vitesse de refroidissement de 3 à 0,04 °C/s (dans le cas du β -cez [Angelier 1997]) conduit à des lamelles enchevêtrées. On parle de microstructure en « panier tressé » ou en vannerie (ou basketweave en anglais), figure I.3a. Avec des vitesses de refroidissement plus lentes (0,003 °C/s pour le Ti6242 [Sansoz 2003]), on favorise progressivement :

- la formation de lamelles plus épaisses, organisées en colonies qui se développent majoritairement à partir des ex-joints de grains β (α_{WGB}) et,
- la formation d'un liseré α_{GB} qui décore les ex-joints de grains β (fig. I.3b).

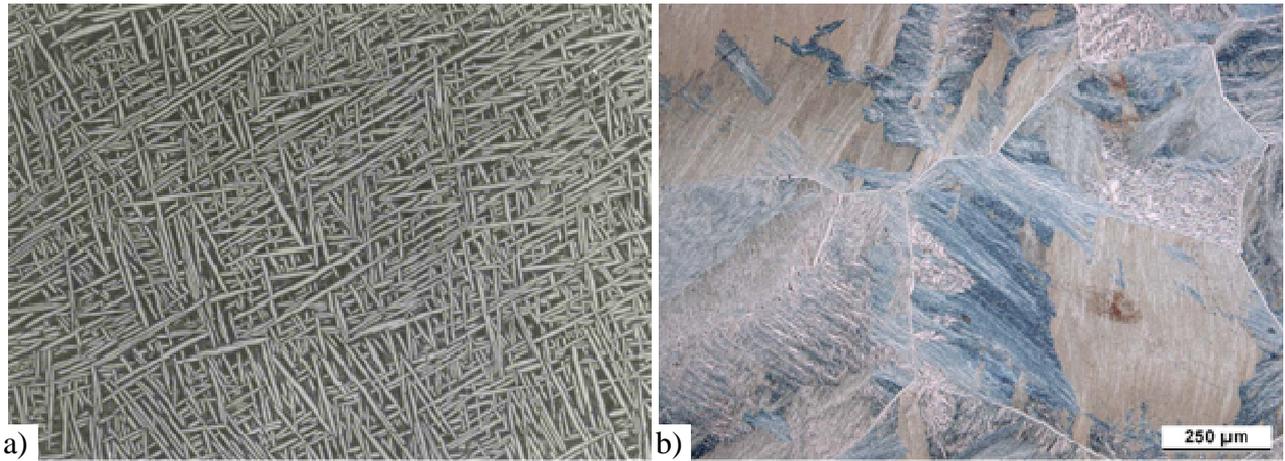


Figure. 1.3 a) Microstructure en vannerie (ou basketweave) ; b) Microstructure en colonies (document interne LETAM)

Microstructure équiaxe

Cette microstructure est majoritairement constituée de grains α équiaxes (fig. I.4a). Elle résulte d'une déformation de la structure β -transformée dans le domaine biphasé α/β (à une température proche du transus β) suivie d'un traitement de mise en solution dans ce même domaine de température. Les lamelles α déformées dans le domaine α/β se fractionnent. Deux mécanismes sont mis en évidence [Weiss 1986]:

- la formation de sous-joints à l'intérieur des lamelles, si la déformation est homogène,
- le cisaillement local des lamelles, si la déformation est hétérogène.

La désorientation entre les sous-grains ainsi formés est faible dans le premier cas et plus importante dans le second. La séparation de ces fragments passe par la pénétration de la phase β , le long des interfaces α/α jusqu'à obtention de l'équilibre des énergies interfaciales. Un revenu après déformation assure la formation de la structure équiaxe. La structure prend l'allure d'un état recristallisé, cependant la taille des grains n'excède pas la largeur des lamelles initiales. Un schéma de l'obtention d'une structure équiaxe est donné figure I.4b.

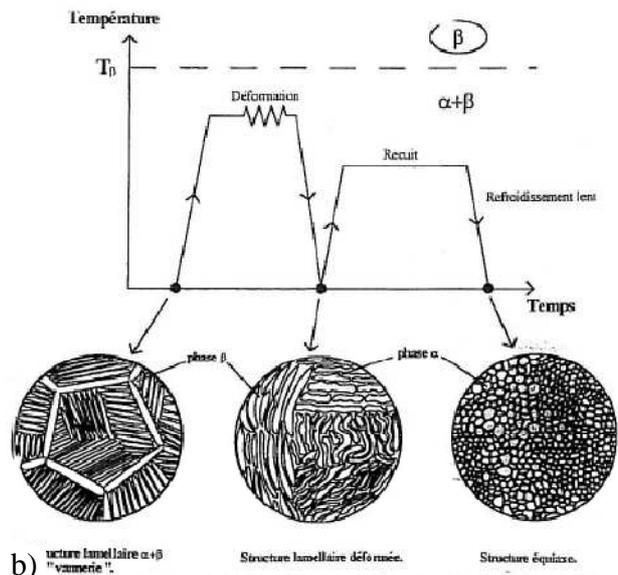
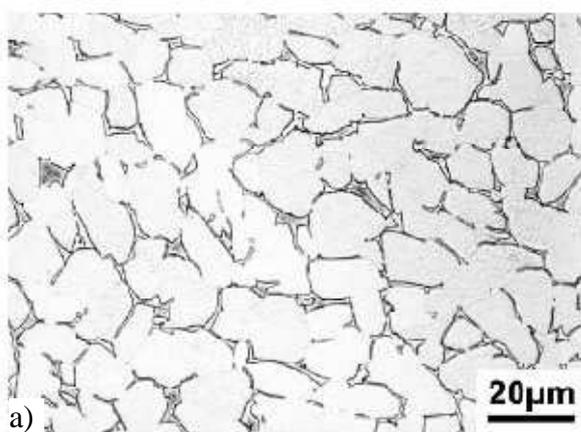


Figure I.4 a) Microstructure équiaxe, alliage Ti6242 [Lütjering 2007] ; b) Schéma d'obtention d'une microstructure équiaxe [Dumanovski 1997]

Microstructure bimodale (ou duplex)

Il s'agit d'une microstructure mixte constituée de grains α équiaxes dits « α primaires - α_p » isolés dans une matrice « β -transformée » constituée de lamelles α issues de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ dites « α -secondaire - α_s » (fig. I.5).

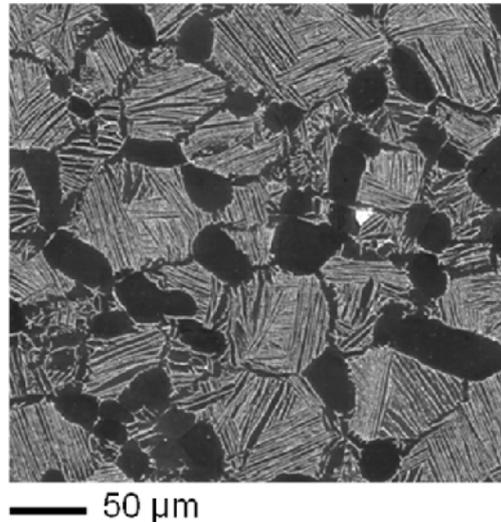


Figure I.5 Exemple de microstructure bimodale (les grains α_p correspondent aux grains sombres, plus ou moins équiaxes) (document interne LETAM)

Cette microstructure résulte d'une déformation de la structure ' β -transformée' dans le haut du domaine biphasé α/β suivie d'un traitement de mise en solution dans ce même domaine de température. Les lamelles α présentes lors de la déformation dans le domaine α/β , forment dans la microstructure finale des nodules α équiaxes aussi appelés α primaires. Les colonies, aussi appelées α secondaires, sont héritées de la transformation de la phase β lors du refroidissement. Les caractéristiques importantes d'une microstructure bimodale sont :

- la fraction de phase α_p ,
- la taille de grains α_p ,
- la taille des ex-grains β ,
- la taille des lamelles α_s .

Brun a étudié en détail les paramètres du procédé permettant de contrôler ces caractéristiques [Brun 1995, Brun 1998]. La taille des ex-grains β et la largeur des lamelles α de la structure initiale influencent la taille des futurs grains α_p et β . Le pourcentage de phase α présent lors de la déformation dans le domaine α/β permet de contrôler la fraction volumique de grains équiaxes (en général entre 10 et 30%). La vitesse de refroidissement depuis le domaine α/β permet de contrôler la taille de lamelles α_s dans la microstructure bimodale.

La présence de phase α avec des morphologies différentes (α_p/α_s) permet d'optimiser les propriétés mécaniques. Ainsi, la phase lamellaire entraîne une faible ductilité en traction (zone plastique réduite), une haute résistance au fluage, une haute ténacité (parcours de propagation de la fissure sinueux), une faible tenue en fatigue oligocyclique [Delfosse 2005]. La phase équiaxe offre une bonne ductilité en traction, une ténacité basse (parcours facile pour la propagation de la fissure) et bonne résistance en fatigue oligocyclique [Lütjering 2007]. Les microstructures bimodales offrent un bon compromis entre l'excellente résistance au fluage d'une microstructure 100% lamellaire et la bonne tenue en fatigue d'une microstructure équiaxe [Neal 1988]. Il

semble que les propriétés optimales soient obtenues lorsque la microstructure est constituée de 15% grains α_p distribués de manière homogène dans une matrice lamellaire [Neal 1985]. L'effet du type de microstructure (lamellaire en colonies ou en vanneries, équiaxe et bimodale) sur les propriétés mécaniques ainsi que les mécanismes de déformation rencontrés dans chacun des cas seront discutés au § I.2.3.

I.1.4 L'alliage IMI 834

L'IMI 834 (ou TIMETAL 834) est un alliage développé par la société TIMET. C'est un alliage quasi- α qui est utilisé pour la fabrication des roues à aubes de compresseurs à haute et basse pression des réacteurs d'avions (fig. I.6). Doté de bonnes propriétés en fluage et en fatigue à des températures relativement hautes, il a contribué à l'augmentation des températures de service des compresseurs à haute pression de 300°C à environ 600°C ces 30 dernières années. Il a progressivement remplacé les superalliages à base de nickel plus denses, afin d'augmenter la charge utile et de réduire la consommation de carburant.

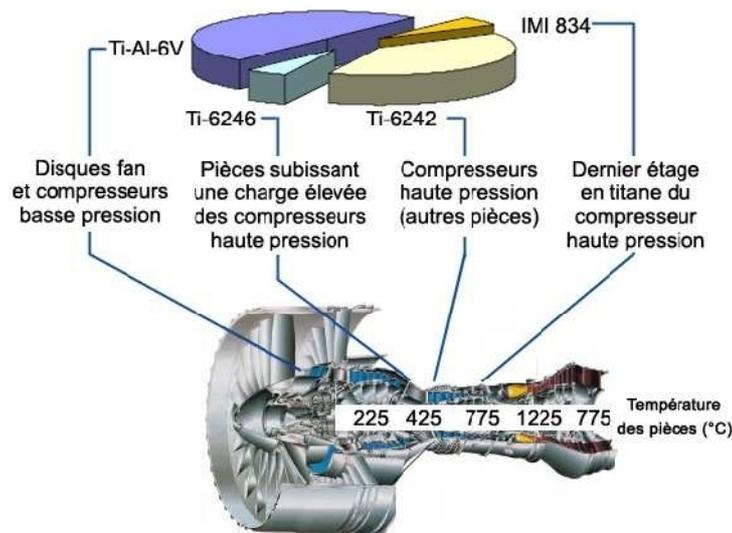


Figure I.6 Utilisation de l'IMI 834 dans les moteurs d'avion [Esslinger 2003]

La composition chimique de l'IMI 834 est présentée dans le tableau I.4, ainsi que la composition des alliages Ti 6242, TI 6246 et Ti 6-4.

L'IMI 834 possède un domaine de température biphasé α/β étendu [Neal 1988]. Ainsi, des opérations de forge en α/β sont envisageables à une échelle industrielle pour l'obtention d'une microstructure bimodale, composée de 20 à 30% de grains α_p et 3 à 5% de phase β présente à température ambiante.

Les principales propriétés mécaniques et physiques de plusieurs alliages de titane quasi- α et α/β sont résumées dans le tableau I.5.

Alliage Ti		Ti	Al	V	Sn	Zr	Nb	Mo	Si	C	Fe	O	N	H	Impuretés diverses
IMI 834	Min	bal.	5.5	-	3	3	0.5	0.25	0.2	0.04	-	0.075	-	-	-
	Max	bal.	6.1	-	5	5	1	0.75	0.6	0.08	0.05	0.15	0.03	0.006	0.2
Ti 6242	Min	bal.	5.5	-	1.8	3.6	-	1.8	0.06	-	-	-	-	0.01	-
	Max	bal.	6.5	-	2.2	4.4	-	2.2	0.13	0.08	0.25	0.15	0.05	0.0125	0.4
Ti 6246	Min	bal.	5.5	-	1.75	3.6	-	5.5	-	-	-	-	-	-	-
	Max	bal.	6.5	-	2.25	4.4	-	6.5	-	0.04	0.15	0.15	0.04	0.0125	0.4
Ti 6-4	Min	bal.	5.5	3.5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Max	bal.	6.75	4.5	-	-	-	-	-	0.08	0.4	0.2	0.05	0.015	0.4

Tableau I.4 Composition chimique des alliages quasi- α IMI 834, Ti 6242 et des alliages α/β ; Ti 6246 et Ti 64

GRANDEUR	SYMBOLE	VALEUR				UNITE
		IMI 834	Ti 6242	Ti 6246	Ti 6-4	
Masse volumique	ρ	4.55	4.54	4.64	4.42	g.cm ³
Résistance mécanique (20°C)	R _m	1030	1004	1103	895	MPa
Limite d'élasticité à ϵ 0.2 (20°C)	R _{p0.2}	910	895	1034	828	MPa
Striction	Z	15	42	25	25	%
Module d'élasticité	E	120	114	70-114	113.8	GPa
Coefficient de Poisson	ν	-	-	-	0.342	-
Température de transformation	T β	1045	995	935	980	°C
Température de fusion ($\pm 15^\circ\text{C}$)	T _f	-	1705	1595-1675	1650-1660 (± 14)	°C
Conductivité thermique à 25°C	σ_{th}	7.06	6.92	7.61	6.7	W.m ⁻¹ .K ⁻¹
Capacité thermique massique à 25°C	C _p		460	502	526.3	J.kg ⁻¹ .K ⁻¹
Coefficient de dilatation linéaire à 20°C	α	10.6	7.7	9	9	10 ⁻⁶ mm ⁻¹ .K ⁻¹

Tableau I.5 Propriétés mécaniques et physiques des alliages de titane quasi- α et α/β [TIM 2000]

D'après les données synthétisées dans ce tableau, on remarque clairement que l'alliage IMI 834 présente une limite d'élasticité et une limite de résistance à rupture supérieures à ceux des nombreux autres alliages de titane quasi- α .

En fonction du type de microstructure, cet alliage présente des propriétés mécaniques différentes. Le tableau I.6 présente les résultats de 6 essais de traction pour trois différentes microstructures: 1) lamellaire, 2) bimodale avec 20% grains α_p et 3) bimodale avec 30% grains α_p déterminées à température ambiante et 4) lamellaire, 5) bimodale avec 10% grains α_p et 6) bimodale avec 40% grains α_p évaluées à $T=600^\circ\text{C}$. Les résultats montrent de fortes différences aux niveaux des propriétés mécaniques. Ainsi, les propriétés mécaniques (limite d'élasticité, résistance mécanique...) présentent les valeurs les plus basses pour une microstructure de type lamellaire à température ambiante et à haute température. Par ailleurs, la fraction de phase α_p de la structure bimodale influence fortement les propriétés. On peut voir qu'il existe une diminution de la limite élastique avec l'augmentation de la phase α_p , plus importante à température ambiante qu'à 600°C .

Microstructure	Température	Limite d'élasticité $R_{p0.2}$ (MPa)	Résistance mécanique R_m (MPa)	Résistance maximale R_f (MPa)	Elongation (%)	Réduction aire (%)
Lamellaire	T_{amb}	925	1015	1145	5.2	12
Bimodale (20% α_p)	T_{amb}	995	1100	1350	12.9	20
Bimodale (30% α_p)	T_{amb}	955	1060	1365	12.6	26
Lamellaire	600°C	515	640	800	10.5	26
Bimodale (10% α_p)	600°C	570	695	885	9.9	30
Bimodale (40% α_p)	600°C	565	670	910	14.4	36

Tableau I.6 Propriétés en traction pour l'alliage IMI 834 à température ambiante (RT) et à 600°C [Lütjering 1998]

Comme beaucoup d'alliages de titane à température ambiante, l'IMI834 de microstructure bimodale peut donner lieu à une réduction importante de durée de vie lors d'essais de fatigue réalisés en maintenant la charge (essai de fatigue-dwell) par rapport à des essais « traditionnels » de fatigue. Cet aspect sera discuté en détail dans le paragraphe suivant.

I.2 Sensibilité des alliages de titane aux sollicitations en fatigue-dwell. Influence de la microstructure et de la texture

I.2.1 Historique

Les pièces forgées en alliage de titane sont conçues pour avoir une grande fiabilité dans des conditions de service sévères: travail à chaud en fatigue oligocyclique ou thermomécanique, sollicitations statiques exigeant une bonne ténacité. Leur utilisation en aéronautique est due aux caractéristiques du titane et de ses alliages : un bon rapport résistance mécanique/densité; une bonne résistance à l'oxydation et à la corrosion ; une bonne tenue en fatigue dans une large gamme de température.

Cependant, ces dernières décennies, différentes avaries « moteurs » ont été causées par des ruptures prématurées de disques en alliage de titane qui avaient pourtant répondu à tous les critères exigés. Ainsi, l'accident de l'avion Boeing 767 en septembre 1997 a été causé par une rupture aux niveaux des disques des étages de compression à haute pression, réalisés en alliage Ti 6242 [Rapport BST 1997]. En juin 2000, l'avion Boeing 767, équipé d'un moteur de la compagnie General Electric a également subi la rupture d'une pièce (en Ti 6242) d'un étage du compresseur [NTSB 2000].

Ces ruptures prématurées ont souvent été attribuées à la sensibilité des alliages de titane au «cold dwell effect». Ce terme caractérise la chute de durée de vie d'une pièce lors d'une sollicitation en fatigue-dwell¹ par rapport à une sollicitation en fatigue classique.

En fait, le dimensionnement des pièces tournantes de moteurs d'avions en alliage de titane a pendant longtemps été basé sur la durée de vie en fatigue cyclique classique. Cependant, les sollicitations cycliques subies par un disque en service correspondent davantage à des cycles de fatigue avec maintien de la charge. En effet, un vol peut être schématisé par une séquence de mise en charge lors du décollage, de maintien de la charge en régime de croisière puis d'annulation de la charge après atterrissage (fig. I.7). Ainsi pendant la phase de décollage, dans les premières secondes à régime maximum, lorsque le moteur est encore froid, il est soumis à une contrainte importante.

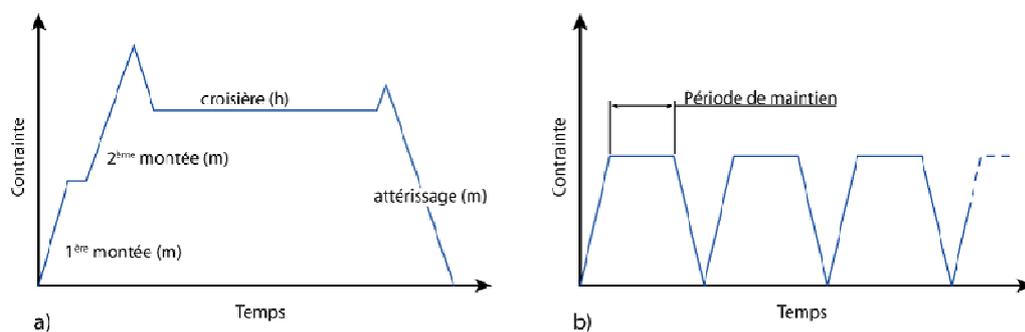


Figure I.7 a) Charge subie par un moteur d'avion au cours d'un vol
b) Test de fatigue-dwell [Bache 2003]

Hors, beaucoup d'alliages de titane présentent à température ambiante une réduction importante de durée de vie lors d'essais de fatigue réalisés en maintenant la charge (essai de fatigue-dwell)

¹ Un cycle de fatigue-dwell est caractérisé par une mise en charge, un temps de maintien de la charge à son niveau maximal et d'une décharge

par rapport à des essais de fatigue classique. Ce phénomène disparaît au-dessus de 150°C et est appelé « cold dwell effect ».

De nombreuses études ont été menées pour quantifier la chute de durée de vie en fonction des conditions de sollicitation de type « fatigue-dwell » et pour analyser l'influence de la microstructure et plus récemment de la texture.

I.2.2 Propriétés des alliages de titane en fatigue-dwell - influence des conditions de sollicitation

Plusieurs études ont été effectuées sur les propriétés en fatigue-dwell de différents alliages de titane [Stubbington 1978, Evans 1979, Hack 1982, Wojcik 1988, Song 1988, Evans 1994]. Le terme de « dwell fatigue debit » (facteur de chute de durée de vie) est couramment utilisé pour exprimer la sensibilité à l'effet 'dwell' [Lütjering 2007]. Ce facteur est défini comme le rapport entre la durée de vie en fatigue cyclique et la durée de vie en fatigue-dwell.

Le facteur de chute de durée de vie peut prendre des valeurs égales à 1, dans des conditions de sollicitation données, pour des alliages insensibles au phénomène dwell et des valeurs supérieures à 10 pour des alliages sensibles (fig. I.8). Ce facteur varie en fonction de l'alliage étudié, de sa microstructure et des conditions d'essai.

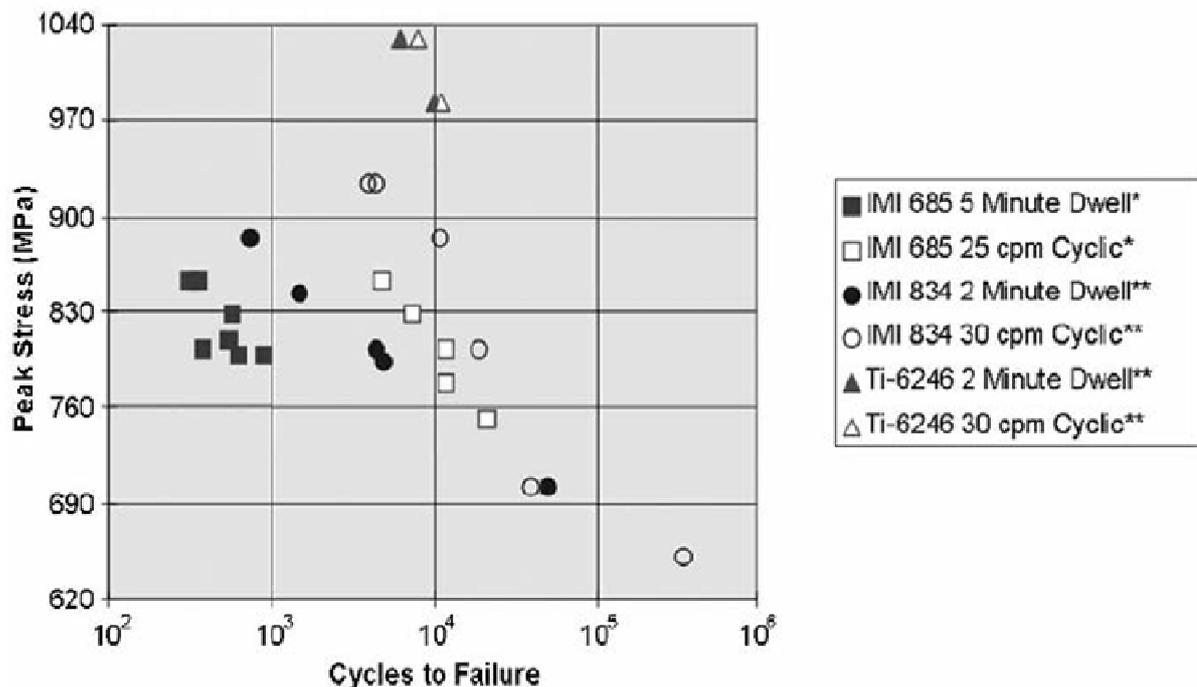


Figure I.8 Courbes S-N des essais de fatigue et fatigue-dwell pour trois alliages de titane : IMI 685, IMI 834, Ti 6246 [Evans 1979, Evans 1998]

On peut noter que l'alliage Ti-6246 semble insensible à l'effet 'dwell' [Spence 1997, Evans 1999]. Par contre, l'IMI 834 de microstructure bimodale présente un débit de vie de 10 pour une charge appliquée d'environ 900 MPa maintenue 2 minutes [Bache 1997, Evans 1999].

Analyse comparée du comportement en fatigue, en fluage et fatigue-dwell

Certaines études comparent les durées de vie à rupture et l'évolution de la déformation totale pour des sollicitations cycliques en fatigue classique, en fatigue-dwell et enfin de type statique (fluage), pour différents alliages et conditions d'essai [Song 1989, Kassner 1999, Bache 2003, Sinha 2004, Lefranc 2008]. Pour l'ensemble des travaux, l'accumulation de la déformation est toujours plus importante en fatigue-dwell qu'en fatigue cyclique (fig. I.9). Par conséquent la déformation totale en fatigue-dwell semble fortement influencée par la phase de maintien de la charge, donc par la sensibilité des alliages de titane au fluage.

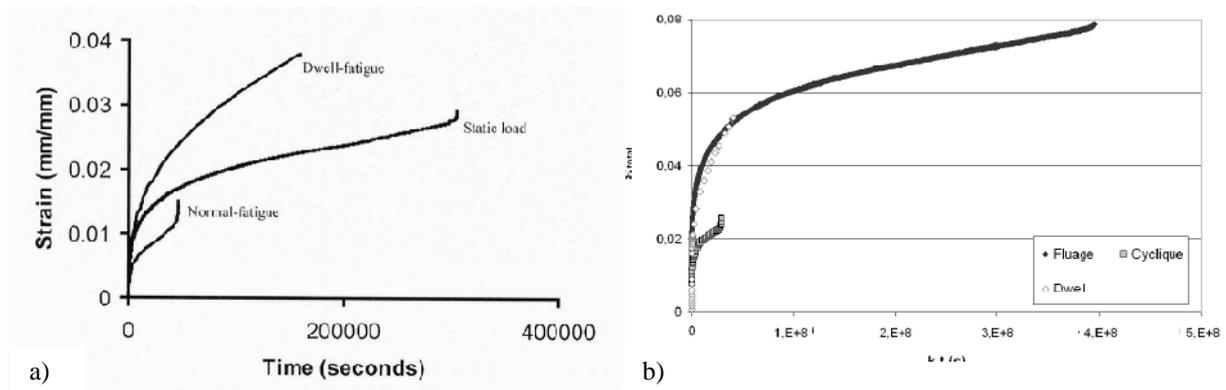


Figure I.9 Déformation accumulée pendant a) un essai de fatigue, 2 min fatigue-dwell et fluage à froid pour alliage Ti-6242 bimodal ($\sigma_{max} = \sim 0,95 \sigma_y$) [Sinha 2004] ; b) un essai de fatigue, 80s fatigue-dwell et fluage à froid pour alliage Ti-6242 lamellaire ($\sigma_{max} = 1,05 \sigma_y$) [Lefranc 2008]

On peut cependant mentionner que, généralement, le terme 'fluage' est utilisé pour qualifier le comportement d'un matériau à contrainte ou à déformation imposée à haute température (à des températures supérieures à 0.3-0.4 de la température de fusion T_f). Dans ce domaine, le fluage est un phénomène thermiquement activé, associé à des phénomènes de diffusion (diffusion des lacunes, montée des dislocations). Dans le contexte de notre étude, on s'intéresse au fluage à basse température lorsque la température est inférieure à 0.3 T_f . Dans ce domaine, les dislocations ne peuvent se mouvoir que dans les plans de glissement à condition que la contrainte locale soit suffisante.

Les essais de fluage à température ambiante menés sur les alliages de titane montrent que :

- l'accumulation de la déformation peut être plus importante [Lefranc 2008] ou moins importante [Sinha 2004] en fluage qu'en fatigue-dwell. Cependant, la déformation accumulée ne semble de toute façon pas contrôler la durée de vie en fatigue-dwell.
- Lefranc [Lefranc 2008] précise que les vitesses de déformation en fluage et en fatigue-dwell sont proches et supérieures à celles en fatigue classique.
- le temps jusqu'à rupture est beaucoup plus important en fluage qu'en fatigue-dwell.

L'ensemble de ces travaux montrent que le comportement (déformation accumulée et durée de vie) en fatigue-dwell résulte bien de mécanismes d'endommagement induit par le couplage fatigue-fluage à froid.

Influence des conditions de sollicitation en fatigue-dwell

Plusieurs paramètres de l'essai de fatigue-dwell peuvent influencer la durée de vie: la température [Evans 1979], la charge appliquée [Evans 1999], la taille et la géométrie des éprouvettes [Song 1989], la triaxialité de la contrainte [Evans 1994], l'environnement [Lefranc 2008]. On va détailler en particulier l'effet du niveau de contrainte, du temps de maintien de la charge et de la température.

Effet du niveau de la contrainte

Des études effectuées par Evans et al. [Evans 1979, Evans 1998] montrent qu'avec la diminution de la contrainte appliquée, l'effet dwell disparaît et les durées de vie en fatigue et fatigue-dwell se rapprochent (fig I.8). Ainsi, pour l'IMI 834, l'effet 'dwell' disparaît pour des contraintes inférieures à 700MPa. Par contre pour des contraintes proches de la limite élastique (condition de sollicitation en fatigue oligocyclique), la chute de durée de vie en fatigue-dwell devient très importante (un facteur 10 est couramment observé).

Sinha et al. [Sinha 2004] montrent pour l'alliage Ti 6242 de microstructure bimodale qu'avec une contrainte appliquée à 95% limite élastique, les durées de vie dans les conditions des tests en fatigue-dwell et fluage vont se rapprocher. Par conséquent, il conclut qu'à contrainte élevée, le processus d'endommagement est majoritairement dominé par les mécanismes de fluage. D'un autre côté, à contraintes inférieures (91% limite élastique), le nombre de cycles jusqu'à rupture dans les conditions des tests en fatigue-dwell et fatigue vont se rapprocher. Donc, la contribution de la fatigue au processus d'endommagement est plus importante.

Effet du temps de maintien de la charge

L'influence du temps de maintien sur la durée de vie a été étudiée pour la première fois par Bache et al. [Bache 1997] sur l'alliage IMI 834 texturé. Cette étude a révélé une diminution de la durée de vie en fatigue-dwell avec l'augmentation des durées de maintien de la charge (fig. I.10a). Une étude menée par Evans [Evans 2006] montre que le rapport de charge R a une influence sur la chute de la durée de vie également. L'effet du temps de maintien sur la durée de vie en fatigue-dwell est plus marqué pour des rapports de charge R élevés (fig. I.10 b).

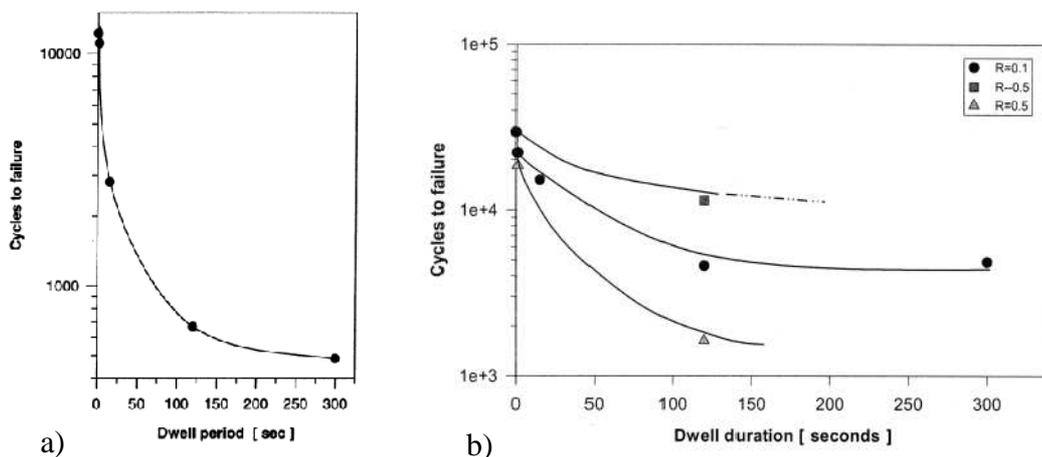


Figure I.10 Influence du temps de maintien de la charge lors d'un essai de fatigue-dwell;
 a) de 880 MPa sur l'alliage IMI 834 [Bache 1997]
 b) influence du rapport de charge R [Evans 2006]

Effet de la température

Les études publiées concernant l'influence de la température sur la sensibilité des alliages de titane à l'effet 'dwell' donnent des résultats assez contradictoires. Ainsi, Evans et Gostelow

[Evans 1979] ont mené des essais sur l'alliage IMI 685 et ont montré que la sensibilité à l'effet 'dwell' ne change pas entre la température ambiante et 152°C. Cependant, plusieurs études montrent qu'il y a une réduction du facteur de chute de durée de vie avec l'augmentation de la température. C'est la raison pour laquelle ce phénomène a été appelé « cold-dwell fatigue » (fatigue-dwell à froid). Pourtant, Hack et Leverant [Hack 1982] ont constaté pour plusieurs alliages de titane (IMI 685, IMI 829, Ti-5-2.5, Ti-6Al-4V, Ti 6242) que l'effet 'dwell' disparaît à -70°C et 200°C.

La température à laquelle cet effet est observé dépend de l'alliage étudié, de sa composition chimique, de sa microstructure et de sa teneur en hydrogène [Lefranc 2008]. Ainsi dans certains travaux, l'effet 'dwell' est imputé à un effet fragilisant des hydrures de titane qui se forment lorsque l'alliage est sollicité mécaniquement à température ambiante. A 200°C, ces hydrures deviennent instables thermodynamiquement. Stubington et Pearson [Stubington 1978] ont montré que la vitesse de fissuration sous un chargement de type fatigue-dwell est influencée par la température. Cependant, l'évolution de l'interaction entre la fatigue et le fluage avec l'augmentation de la température reste peu étudiée.

I.2.3 Influence de la microstructure

Différents travaux rapportent l'influence de la microstructure des alliages de titane sur les propriétés en fatigue et en fatigue-dwell [Song 1988, Woodfield 1995, Bache 2003, Shen 2004, Bantounas 2007]. Les auteurs distinguent souvent les 3 microstructures « types » des alliages de titane quasi- α et α/β (types lamellaire, équiaxe et bimodale). En effet, chaque type de microstructure présente des caractéristiques spécifiques qui influencent de façon prépondérante les propriétés en fatigue.

Microstructure lamellaire

L'organisation des lamelles (en colonies ou en vannerie) influence fortement les mécanismes d'amorçage et de propagation de la fissure lors de sollicitation en fatigue et en fatigue-dwell. Ainsi, plusieurs travaux rapportent qu'une microstructure en colonies α par rapport à une microstructure en vannerie offre de moins bonne tenue en fatigue olygocyclique [Eylon 1977, Bache 2003] et un effet dwell plus marqué [Song 1988].

Dans les deux cas d'organisation des lamelles (en colonies ou en vannerie), plusieurs études montrent que l'amorçage de la fissure est soit « subsurfacique », externe ou interne. Dans le cas des lamelles en colonies, la présence de facettes de quasi-clivage perpendiculaires à l'axe de sollicitation (pour $\sigma < \sigma_y$) ou des facettes à 45° lorsque le niveau de contrainte est supérieur à la limite d'élasticité a été remarquée [Lefranc 2008].

L'amorçage des fissures a lieu à l'intérieur des colonies dont les axes c sont proches de l'axe de sollicitation. Deux modèles ont été proposés : l'un dû à l'empilement des dislocations aux joints d'une colonie de lamelles [Evans 1998], et l'autre considérant l'amorçage sur des bandes de glissement dans les colonies de lamelles [Lütjering 2007]. Lefranc observe la formation de cavités aux interfaces α/β entre lamelles [Lefranc 2008]. La propagation de la fissure est de type transgranulaire.

Les lamelles organisées en vanneries inhibent la formation de bandes de glissement au sein du matériau et augmentent la résistance à la propagation de la fissure. L'amorçage a lieu souvent dans les lamelles les plus larges en raison de la formation des bandes de glissement préférentiellement à l'intérieur de ces lamelles [Ivasishin 2000]. Les fissures peuvent occasionnellement s'amorcer aux joints α/β [Lütjering 2007]. D'un autre côté, la propagation de la fissure a lieu de façon intergranulaire pour la plupart du temps.

Microstructure équiaxe

Dans une microstructure équiaxe, le paramètre important semble être la taille des grains α [Neal 1976, Stubbington 1978, Lütjering 2007]. La taille des grains α influence la durée de vie en fatigue, comme le montre la figure 1.11. Cette figure nous montre qu'une taille de grains α égale à $2\mu\text{m}$ offre une durée de vie plus longue que dans les cas où la taille des grains est plus grande. L'amorçage de la fissure a lieu à l'intérieur des grains α [Neal 1976]. L'amorçage se produit dans des grains sur des plans orientés à 14° par rapport au plan de base et pouvant être du type $\{10\text{-}17\}$. Les auteurs expliquent la formation d'empilements de dislocations aux joints de grains qui créent un champ de contrainte suffisant pour amorcer le clivage. Là aussi, la propagation de la fissure est transgranulaire, à travers les grains α interconnectés. Lütjering et al [Lütjering 2007] montrent sur l'alliage Ti-8.6Al que la vitesse de propagation de la fissure décroît avec la diminution de la taille des grains α .

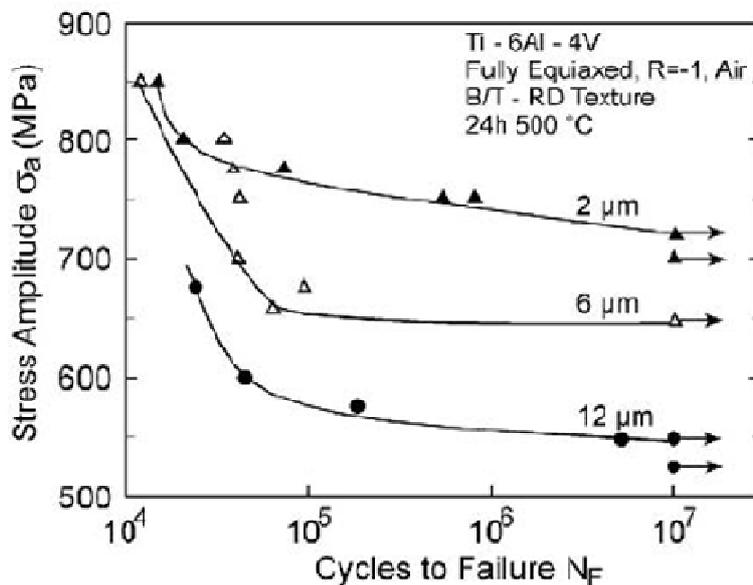


Figure 1.11 Effet de la taille des grains α sur la durée de vie en fatigue, alliage Ti-64 [Lütjering 2007]

Microstructure bimodale

Plusieurs travaux [Stubbington 1978, Song 1988, Kassner 1999, McBagonluri 2005, Lütjering 2007] suggèrent que pour une microstructure bimodale, les propriétés en fatigue et en fatigue-dwell sont fortement influencées par la fraction et la morphologie des grains α_p . Ainsi, il est suggéré que la résistance à la propagation de la fissure diminue avec l'augmentation de la fraction volumique en grains α_p dans l'alliage IMI 834 bimodal [Lütjering 2007]. Lors d'une sollicitation de type fatigue-dwell, la diminution de la durée de vie semble plus accentuée pour des fractions volumiques élevées [Kassner 1999]. Les auteurs expliquent cette sensibilité plus marquée par le mécanisme d'amorçage des fissures qui implique une association de fissures transgranulaires suite aux glissements à travers les grains α_p .

La figure I.12 donne les courbes de fatigue et de fatigue-dwell d'une part pour des barres et d'autre part pour des disques en IMI834 qui présentent localement des différences de morphologie et de fraction des grains α_p . La sensibilité à l'effet 'dwell' est significativement plus marquée pour les disques où les grains α_p sont plutôt allongés et localement agglomérés [Bache 1997].

L'analyse des faciès de rupture montre que la propagation de la fissure donne sur la surface de rupture des facettes de quasi-clivage dont la forme est semblable à la morphologie des grains α_P (fig. I.13). Dans les barres, les facettes de clivage sont de petites tailles, relativement équiaxes et assez dispersées sur tout le faciès de rupture (fig. I.13a), alors que pour les disques, elles sont de plus grandes tailles, allongées et plutôt agglomérées (fig. I.13b).

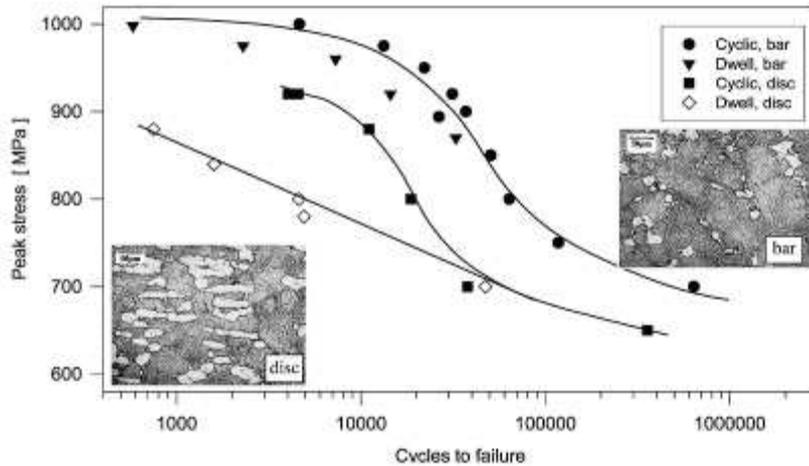


Figure I.12 Tests de fatigue d'un IMI 834 [Bache 1997]

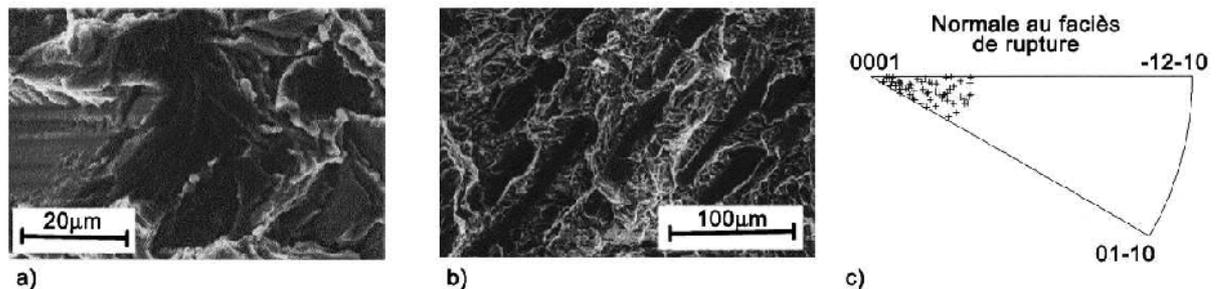


Figure I.13 Observation des faciès de rupture: a) dans la barre, b) dans le disque c) projection de l'orientation des grains clivés sous forme de figure de pôles inverse [Bache 1997]

L'amorçage de la fissure dans les microstructures bimodales pour une sollicitation de type fatigue ou fatigue-dwell a lieu à l'intérieur des grains α_P (fig. I.14). Dans le cas de l'alliage IMI 834, les études de Hardt et al. [Hardt 1999] et Biallas et al. [Biallas 2005] ont montré pour des essais de fatigue et de fatigue-dwell à des températures allant jusqu'à 600°C que l'amorçage a lieu dans les grains α_P suite à la formation des bandes de glissement dans ces grains. Les résultats obtenus par ces auteurs sont en accord avec ceux de Bridier et al. [Bridier 2006] qui montre que les fissures naissent sur des bandes de glissement basal ou prismatique à l'intérieur des grains α_P . Ces grains se trouvent dans un domaine d'orientation spécifique qui permet l'amorçage de la fissure soit sur un plan prismatique, soit sur un plan basal.

Par contre, d'autres études [Song 1988, Evans 1994, Bache 2003] suggèrent que l'amorçage de fissure a lieu dans les grains α_P mal orientés pour un glissement facile (basal ou prismatique).

Peu d'études se sont concentrées sur la détermination du plan cristallographique des facettes de quasi-clivage. Bache et al. [Bache 1997] affirme que les facettes se sont formées sur le plan de base ou sur un plan cristallographique proche du plan de base. Sinha et al. [Sinha 2006b] montre sur une étude effectuée sur l'alliage Ti-6242 bimodal que le plan cristallographique sur lequel les

facettes de quasi-clivage se forment lors d'un essai de fatigue-dwell s'écarte du plan basal d'un angle de 10 à 15°.

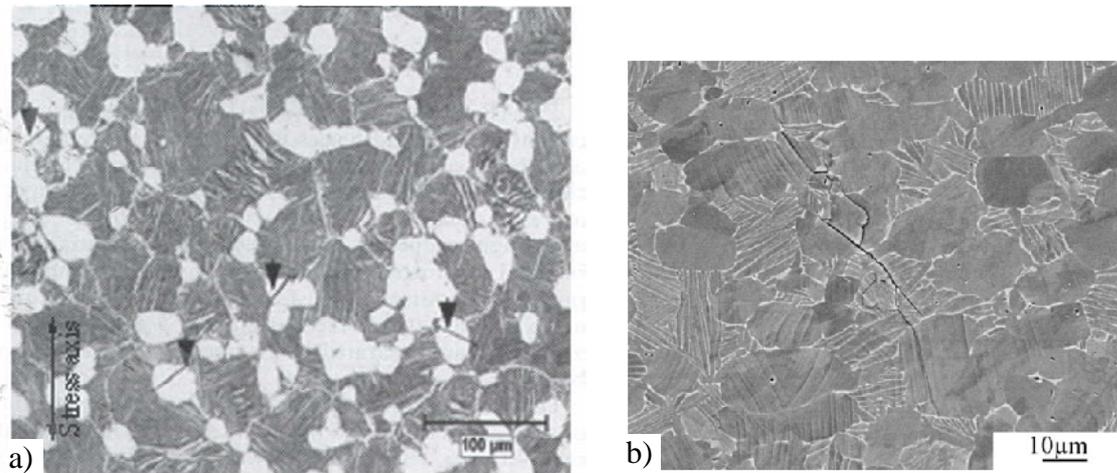


Figure I.14 Amorçage de fissure dans les alliages à microstructure bimodale : a) IMI 834 –essai fatigue-dwell [Wang 2007] ; b) Ti-64- essai fatigue cyclique [Le Biavant 2002]

Effet de la proportion de grains α_p - rupture en service

D'après toutes ces études, la sensibilité du matériau au « cold dwell » semble donc amplifiée par la présence locale de grains présentant une texture locale marquée et/ou des grains α_p plutôt allongés et localement agglomérés. Ces résultats décrits dans la littérature sont en accord avec les résultats des expertises suite aux avaries des moteurs confirmant que certains aspects microstructuraux et de texture ont été à l'origine des accidents. Ainsi, l'accident de l'avion Boeing 767 en septembre 1997 a eu comme origine la présence des régions avec une concentration plus importante de la phase alpha de l'alliage Ti 6242. En effet, la pièce qui a provoqué la défaillance présentait des bandes de concentration de phase alpha plus élevée (70% au lieu de 50%). De plus, ces zones avaient une texture cristallographique marquée, sans doute responsable de la réduction de la résistance aux contraintes [Rapport BST 1997]. En juin 2000, l'avion Boeing 767, équipé d'un moteur General Electric a subi une rupture d'une pièce (en Ti 6242) qui constituait un étage du compresseur. L'origine de cette rupture a été trouvée dans une région avec une forte concentration de grains α_p (75% grains α_p et 25% grains beta transformés au lieu de 50% grains α_p). L'analyse EBSD de la zone d'amorçage a révélé la présence de colonies de grains α_p avec majoritairement des axes c proches de l'axe de sollicitation de la pièce [NTSB 2000].

I.2.4 Synthèse des résultats : mécanismes de fissuration et influence de la texture

Cette synthèse bibliographique permet clairement de mettre en évidence que les alliages de titane sont sensibles à l'effet 'dwell' avec une diminution importante de durée de vie en fatigue-dwell par rapport à la fatigue classique. Par contre, les faciès de rupture en fatigue et en fatigue dwell présentent souvent des caractéristiques semblables [Song 1988, Bache 1997, Sinha 2006a, Lefranc 2008]:

- l'amorçage est souvent subsurfacique ou interne ;
- on note la présence de facettes de quasi-clivage soit aux niveaux des grains α_p ou des colonies de lamelles ;
- les grains α_p ou les colonies de lamelles facettées ont majoritairement leurs axes c proches de l'axe de sollicitation.

Le maintien de la charge au cours de l'essai a des répercussions à différents niveaux. La majorité des travaux mentionnent que la déformation accumulée est plus importante en fatigue-dwell qu'en fatigue 'classique'. Lefranc [Lefranc 2008] suit par émission acoustique les phases d'amorçage et de propagation des fissures en fatigue et fatigue-dwell. L'auteur montre que pour une sollicitation en fatigue-dwell, l'amorçage est plus précoce, l'endommagement (concentration de microfissures) plus important que dans l'essai de fatigue 'cyclique'.

Les mécanismes d'amorçage des fissures par quasi-clivage sont souvent discutés à partir du modèle de Stroh [Stroh 1957]. Ce modèle décrit un processus de redistribution de contraintes entre grains déformables et grains non déformables, afin d'expliquer l'amorçage de la fissure (fig. I.15). Le glissement dans les grains favorablement orientés par rapport à l'axe de sollicitation produit un empilement des dislocations aux joints de ces grains. Le résultat de ce processus est une nouvelle contrainte introduite dans le grain « dur » par cisaillement induit par l'empilement des dislocations. La bande de cisaillement (r) en combinaison avec l'effort cyclique appliqué (σ_1) et l'effort supplémentaire créé par l'empilement des dislocations (σ), forment l'amorce de la fissure.

Dans le cas des alliages de titane, l'anisotropie élastique du réseau hexagonal (voir §I.1.1) contribue à la redistribution des contraintes depuis des grains les plus 'mous' vers les grains les plus 'durs', comme illustré figure I.16 [Bache 2003].

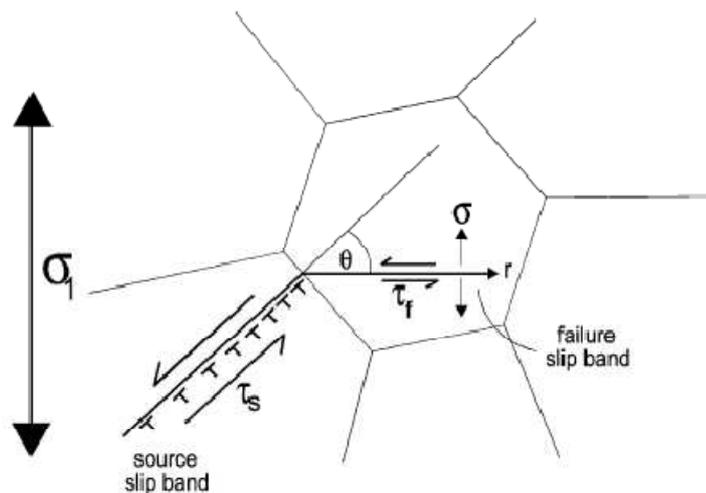


Figure I.15 Schéma de la théorie de Stroh [Stroh 1957]

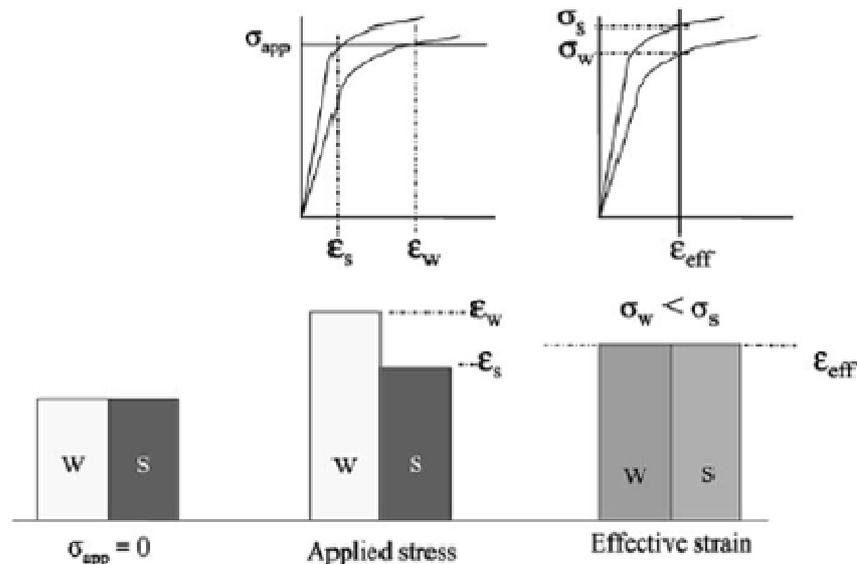


Figure 1.16 Schéma proposé par Bache [Bache 2003] pour décrire la redistribution des contraintes

Cependant dans la littérature, le rôle de la plasticité sur l'amorçage et la propagation des fissures soulève encore de nombreuses questions. Les mécanismes de formation d'une facette de quasi-clivage dans les alliages de titane sont décrits comme une séparation progressive des bandes de glissement sous l'action d'une contrainte normale au plan de glissement [Wojcik 1988, Bache 2003].

Cette synthèse bibliographique fait apparaître l'influence prononcée de la texture et plus précisément de la texture locale sur les propriétés en fatigue et en fatigue dwell. L'influence de la texture locale est d'autant plus importante dans le cas des pièces forgées en titane qui peuvent présenter des variations de textures locales très marquées. Plusieurs auteurs [Woodfield 1995, LeBiavant 2000, Bridier 2006, Sinha 2006b] rapportent que les pièces forgées en différents alliages de titane (Ti-6242 équiaxe, TA6V bimodal), présentent des régions de tailles millimétriques avec des microstructures et/ou des textures locales très différentes d'une région à une autre. Ces régions sont appelées 'macrozones' dans la suite du travail.

Les macrozones ont une influence sur les propriétés en fatigue oligocyclique et la sensibilité à l'effet 'dwell'. Ainsi, Woodfield et al. [Woodfield 1995] notent une influence marquée sur la tenue en fatigue-dwell des agglomérats de grains α_p avec des axes c dans une direction commune. Un débit de durée de vie égal à 20 pour une texture marquée a été trouvé alors que le débit est de 3 pour une texture isotrope. D'autres études montrent que lors de sollicitations en fatigue, certaines régions en fonction de leurs textures locales présentent des densités des fissures en fatigue plus élevées que d'autres [LeBiavant 2000, Bridier 2006]. Sinha et al. [Sinha 2006b] confirment que la zone d'amorçage et de propagation des fissures se situe au sein d'une macrozone et caractérisent l'environnement cristallographique de la zone d'amorçage.

Cependant, comment les caractéristiques spécifiques des macrozones (comme leur taille, leur texture et intensité de texture, tout comme leur distribution) vont-elles influencer les propriétés en fatigue, reste encore mal compris. Des travaux récents [Boutana 2008 a et b] montrent par exemple que les grains atteignent différents niveaux de déformation et de contraintes selon la nature de leur environnement et leurs orientations cristallographiques (module d'Young) au sein de la microstructure. Des phénomènes assez complexes de transfert de charge semblent être dus

à une interaction entre la partie fatigue (plasticité de chargement) et fluage (plasticité lors du maintien de la charge). Il est montré que les parties se déformant voient leur contrainte chuter au fur et à mesure que le nombre de cycle augmente ; à l'inverse, les orientations peu propices à la déformation voient leur contrainte de chargement augmenter. Pour les orientations intermédiaires, c'est-à-dire dont la plasticité est possible mais peu favorable, le modèle proposé montre qu'il faut « attendre » un certain nombre de cycles avant que la plasticité soit activée dans ces grains et cela pour des contraintes locales très élevées. Il est suggéré que dans des configurations favorables de l'environnement (voisinage où certains grains sont « durs » et d'autres déformables), un grain peut atteindre des contraintes très élevées et suffisamment de plasticité pour entraîner une rupture en clivage. Dunne et al. [Dunne 2007] ont récemment proposé un modèle de plasticité cristalline pour étudier la formation des facettes de quasi-clivage. Ils confirment par leur modèle l'importance de la distribution locale des orientations et de la phase de maintien de la charge à son niveau maximal pour l'amorçage d'une facette de quasi-clivage.

Face à l'influence des macrozones sur les propriétés en fatigue, nous avons consacré la dernière partie de cette étude bibliographique à recenser les travaux visant à caractériser ces dernières, à comprendre comment celles-ci se développent au cours du forgeage et à les détecter.

I.3 Les hétérogénéités de texture et de microstructure dans les pièces en titane

I.3.1 Types d'hétérogénéités présents dans les produits forgés en titane

Lors des opérations de fonderie ou de mise en forme des alliages de titane, différents types d'hétérogénéités peuvent apparaître. Ainsi, lors de la fonderie, les types de défauts les plus souvent rencontrés sont: les « hard alpha », des inclusions riches en tungstène (HDI), les « beta flecks », les porosités [Lütjering 2007].

Après forgeage et matriçage, les pièces en alliage de titane présentent également des hétérogénéités de microstructure et de texture. Dans cette synthèse bibliographique, on s'intéresse en particulier à la présence de macrozones définies comme étant des régions de taille millimétrique avec des orientations cristallographiques préférentielles très marquées. Un exemple d'échantillon présentant des macrozones dans une billette en IMI 834 est donné figure I.17. Par ailleurs, le tableau I.7 synthétise une partie des travaux qui ont contribué à mettre en évidence la présence de macrozones au sein des pièces en alliage de titane du fait de leur influence sur les propriétés en fatigue ou fatigue-dwell.

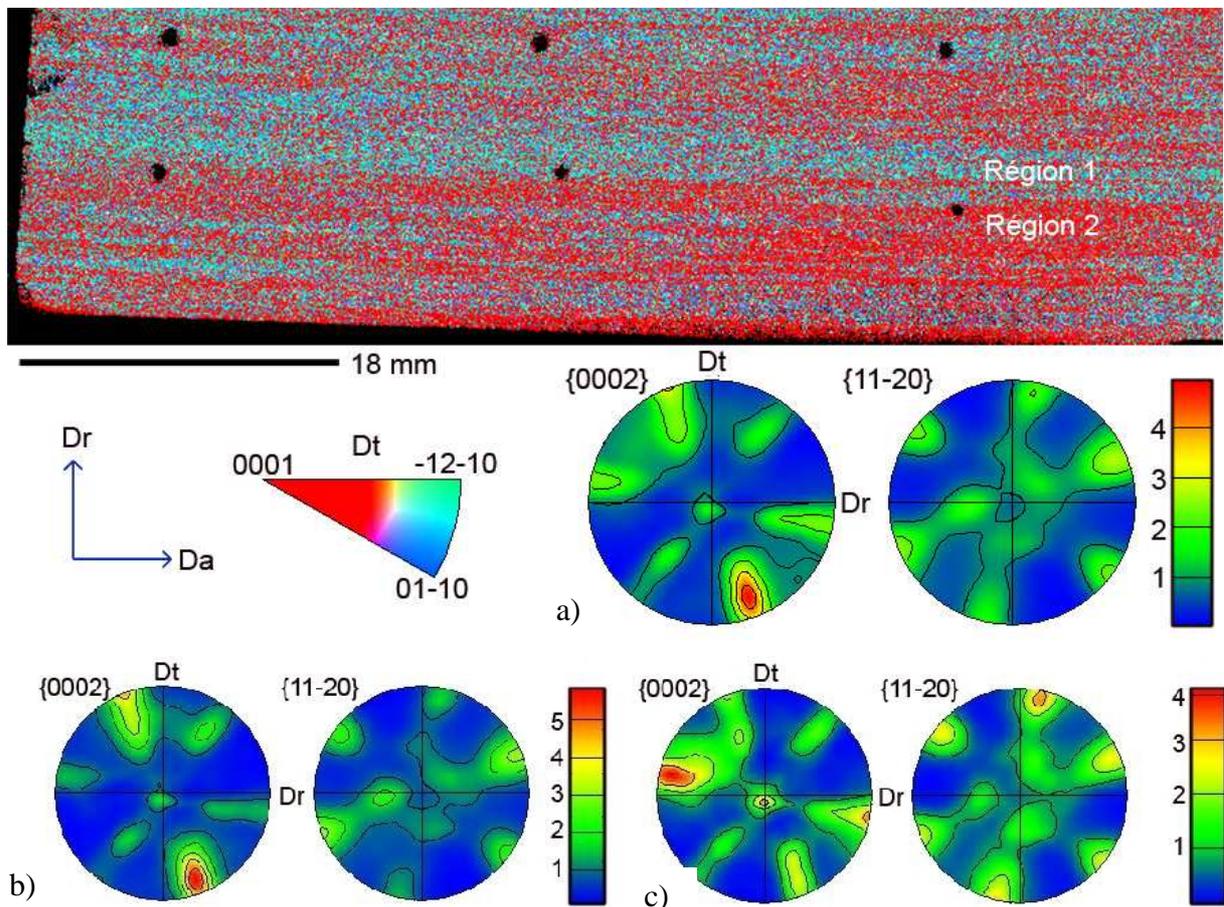


Fig. I.17 Cartographie EBSD montrant la présence de macrozones au sein d'une billette IMI 834 [Germain-2005b]

- a) figures de pôles (0002) et (11-20) de l'ensemble de la carte
- b) figures de pôles (0002) et (11-20) des bandes rouges (région 2)
- c) figures de pôles (0002) et (11-20) des bandes bleues-vertes (région 1)

Du fait de leurs tailles et de leurs formes très allongées (Fig. I.21), les macrozones rappellent morphologiquement les ex-grains β présents lors des étapes de forge et qui se sont fortement allongés lors de l'étirage du lingot [Delfosse 2003]. Germain et al. [Germain 2005a] montrent cependant que, dans une billette en IMI 834 de structure bimodale, une macrozone est une région dans laquelle les grains α_p présentent une composante de texture unique qui coïncide avec la composante de texture majoritaire des colonies α_s . Les auteurs montrent également que dans une macrozone, la texture de la phase β parente n'est pas trop marquée, même si localement certains grains β voisins peuvent avoir des orientations proches. Des essais de compression dans les domaines β et α/β ont permis d'approfondir les mécanismes de formation des macrozones [Germain 2005b].

Auteur	Alliage	But de l'étude
McDarmaid et al. [McDarmaid 1985].	Ti-6Al-4V fortement texturé	présence d'une alternance de bandes où les grains α_p peuvent être soit fortement allongés soit plutôt équiaxes. Il a été constaté une différence de comportement de chacune des bandes en déformation superplastique
Woodfield et al. [Woodfield 1995]	Ti-6242	effet des zones contenant des grains avec des orientations cristallographiques proches sur la résistance en fatigue et fatigue-dwell
Bache [Bache 1997]	IMI 834	influence des hétérogénéités de microstructure et de texture sur la durée de vie en fatigue-dwell
Ari-Gur et al. [Ari-Gur 1998].	Ti-6Al-4V	évolution des « macrotextures » au cours du laminage au chaud en utilisant la technique de l'EBS
Le Biavant [Le Biavant 2000]	Ti-6Al-4V	influence des macrozones sur la réponse mécanique locale du matériau, ainsi que sur les premiers stades de fissuration en fatigue
Germain et al. [Germain 2005a]	IMI 834	analyse des hétérogénéités de texture en relation avec la microstructure
Bridier et al. [Bridier 2006]	TA6V	effet endommageant des macrozones présentant des orientations telles que majoritairement les axes c sont proches de la direction de sollicitation
Sinha et al. [Sinha 2006]	Ti-6242	rôle de la taille des macrozones sur la fissuration (taille-fissure principale)

Tableau I.7 Etudes qui ont mis en évidence la présence des macrozones dans différents alliages de titane et leurs effets sur le comportement mécanique en fatigue et fatigue-dwell

En raison de leur effet sur la durée de vie des pièces forgées en alliage de titane, les hétérogénéités de texture et de microstructure doivent être évitées ou du moins, leur présence doit être détectée le plus précisément possible et leurs caractéristiques expertisées. Dans les travaux publiés, les techniques de caractérisation telles que les attaques macrographiques, l'EBS et la Diffraction de rayons X ont été utilisées pour analyser la présence de macrozones et déterminer leurs caractéristiques principales. Ces techniques ont cependant l'inconvénient d'être des méthodes destructives et très locales. De ce fait, un problème d'actualité est la détection et la localisation des macrozones dans les produits forgés de grandes dimensions à l'aide de techniques non destructives.

I.3.2 Analyse des macrozones par techniques de caractérisation de la microstructure et texture

Les *attaques macrographiques* sont typiquement utilisées pour la détection de la structure des grains, de la ségrégation des grains, des fissures ou des autres discontinuités qui sont ouvertes sur la surface ou connectées avec la surface d'une pièce inspectée.

Dans le contexte de notre étude, ce type d'attaque permet la mise en évidence, entre autres, du fibrage² macroscopique.

Les deux types d'attaque le plus couramment utilisés pour révéler la macrostructure sont le «blue etching» [Gondel 1996] et «l'attaque au réactif de Kroll».

Germain [Germain 2005b] montre que ce genre d'attaque met essentiellement en évidence des hétérogénéités de distribution des grains α_p , elles-mêmes associées à des hétérogénéités de texture. Bridier [Bridier 2006] a observé dans des pièces en Ti-6Al-4V un fibrage macroscopique relevé par une attaque chimique. L'auteur affirme que ce fibrage correspondait à la présence des zones texturées de taille millimétrique et de forme oblongue, révélées par analyse EBSD.

Cristallographie des macrozones (DRX, EBSD)

Différents auteurs [Le Biavant 2000, Germain 2005b, Bridier 2006, Sinha 2006b] ont utilisé des moyens comme la technique de l'EBSD ou bien la diffraction des rayons X pour caractériser les hétérogénéités de texture. Parfois, ces méthodes d'investigation ne sont pas très bien adaptées à une bonne observation des macrozones en raison de la grande taille et de la forme de celles-ci. De plus, les mesures par EBSD ou DRX nécessitent une découpe et une préparation des parties des pièces avant analyse et constituent des méthodes d'investigation « destructives ».

La texture cristallographique de la phase hexagonale des macrozones a été étudiée par Le Biavant [Le Biavant 2000] par la diffraction des rayons X. Ces mesures ont été menées de façon à ne faire diffracter qu'une seule macrozone en utilisant un faisceau incident le plus fin possible. Les textures mesurées sont très marquées à l'intérieur d'une macrozone.

De son côté, Bridier [Bridier 2006] obtient par DRX des mesures de texture très peu marquées et identiques d'une zone à l'autre. Au contraire, l'analyse de la texture par la technique EBSD (permettant une analyse à une échelle plus locale que la DRX) a montré la présence des macrozones. L'explication de ces 2 résultats contradictoires est liée à la taille des macrozones : pour des macrozones très fines, l'analyse par DRX ne peut pas révéler les orientations individuelles de celles-ci alors que pour des macrozones de dimensions plus importantes (0,5 mm à quelques millimètres), il est possible de mesurer leurs orientations individuelles sans ambiguïté.

Germain emploie la technique de l'EBSD pour caractériser les orientations cristallographiques des macrozones en relation avec la microstructure bimodale de l'alliage IMI 834. Il a montré qu'une macrozone est constituée (1) de grains α_p tels que leurs axes c partagent en moyenne la même direction macroscopique avec plus ou moins de dispersion et (2) de colonies α_s orientées suivant différentes composantes de texture mais avec la composante majoritaire se superposant à la composante unique des grains α_p [Germain 2005b]. Par ailleurs, des études complémentaires ont permis de comprendre la formation de ces macrozones, en particulier lors des étapes de compression/recuit dans le domaine α/β [Germain 2008].

² Le terme fibrage est utilisé par analogie avec des matériaux qui présentent réellement cette caractéristique tels que le bois ou encore certains composites. Dans le cas des métaux, il fait référence à l'orientation morphologique globale que prend la structure métallurgique en fonction du sens d'écoulement du matériau durant sa déformation.

I.3.3 Analyse des macrozones par contrôle ultrasonore

La détection des hétérogénéités localisées sur la surface de la pièce (rayures, criques...) se fait à l'aide des méthodes optiques, par ressuage ou par méthode électrique de type courants de Foucault. Les défauts internes (porosités, inclusions, hard-alfas) peuvent être détectés par radiographie ou par des ultrasons [Chatellier 2006, Han 1995].

Les principes fondamentaux du contrôle par ultrasons reposent sur les caractéristiques de la propagation d'ondes élastiques dans le matériau telles que la réflexion, la réfraction et la diffraction sur les interfaces, l'atténuation dans la matrice liée aux phénomènes d'absorption et de diffusion, et les vitesses de propagation variables selon les directions.

Ces dernières années, des techniques d'inspection ultrasonores ont été développées pour la détection et la caractérisation des hétérogénéités de microstructure et de texture dans des produits semi-finis ou finis en titane [Thompson 1998, Bescond 2004, Howard 1996]. Ces techniques s'appuient sur l'analyse du signal ultrasonore rétrodiffusé par le matériau. En effet, un matériau soumis à un faisceau d'ultrasons produit un écho, lié aux multiples réflexions qui se produisent aux frontières de zones présentant une discontinuité de comportement élastique. En fait, le coefficient de réflexion dépend de la différence entre les impédances acoustiques des milieux, exprimées à l'aide des modules d'Young dans la direction de propagation des ultrasons ou, encore à l'aide des constantes élastiques C_{ij} .

Dans le cas des alliages de titane, la variation du comportement élastique en fonction de l'orientation cristalline est très marquée. Par exemple, le module d'Young d'un monocristal hexagonal, varie en fonction de l'angle θ entre l'axe c et la direction cristallographique considérée, comme schématisé sur la figure I.1.

Dans ce sens, des techniques spécifiques ont été développées telles que la technique SAFT (Synthetic Aperture Focusing Technique) dans laquelle la largeur du faisceau acoustique est contrôlée numériquement [Bescond 2004]. Le faisceau d'ondes ultrasonores peut être ainsi focalisé à différentes profondeurs à l'intérieur de la pièce à analyser avec une largeur qui peut varier. Avec cette technique reposant sur l'analyse du signal rétrodiffusé en différentes localisations de l'échantillon, les auteurs montrent par exemple qu'il existe une forte anisotropie du signal rétrodiffusé suivant la direction radiale d'un cylindre en alliage de titane (fig. I.18). Une étude plus approfondie leur permet de mettre en évidence des corrélations entre des zones présentant un signal rétrodiffusé fort et les lignes d'écoulement de la matière (fig. I.19) dans le processus thermomécanique.

Différents modèles ont été proposés dans la littérature pour décrire les différences entre les amplitudes du signal rétrodiffusé en fonction de caractéristiques microstructurales [Rose 1992, Han 1995]. Ces modèles intègrent les phénomènes de variation de la vitesse des ondes ultrasonores, de l'atténuation et de l'amplitude du signal rétrodiffusé liées aux variations locales du comportement élastique dues à la microstructure [Thompson 1998, Rose 1992].

Par conséquent, l'analyse du signal rétrodiffusé peut s'avérer particulièrement efficace pour localiser la présence de macrozones. Pour une longueur d'onde de l'ordre de la taille de la macrozone, celle-ci se comporte comme un milieu élastique moyen. Son comportement est différent de celui des macrozones voisines. Le nombre de ces discontinuités élastiques et leur répartition sur le trajet de propagation conditionne l'intensité du signal rétrodiffusé.

Les résultats obtenus par les différents types de caractérisations (attaque chimique, analyse du signal ultrasonore rétrodiffusé, analyse cristallographique par EBSD et DRX) ont été confrontés

notamment par Bridier [Bridier 2006]. Celui-ci observe que le niveau de bruit de fond ultrasonore est lié à l'inclinaison du fibrage macroscopique par rapport au faisceau ultrasonore incident. Le bruit de fond est maximal lorsque le fibrage est perpendiculaire au faisceau ultrasonore incident. Cependant il a été noté que les macrozones révélées au sein des zones plus bruitées au contrôle US sont légèrement plus texturées et plus allongées que celles révélées au sein de zones moins bruitées. Concernant les relations entre le niveau des signaux rétrodiffusés et le fibrage ou la présence de macrozones, des résultats avec les mêmes tendances que celles présentées par Bridier sont présents dans plusieurs études [Thompson 1998, Linxiao Yu 2002].

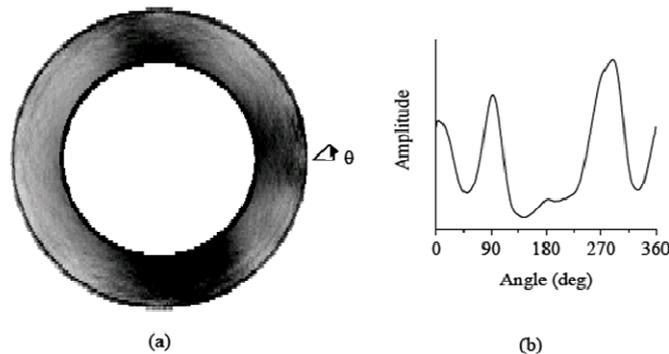


Figure I.18 a) Localisation des variations des valeurs RMS du signal rétrodiffusé obtenues par la méthode SAFT dans un cylindre; b) variation de l'amplitude RMS en fonction de l'angle θ [Bescond 2004]

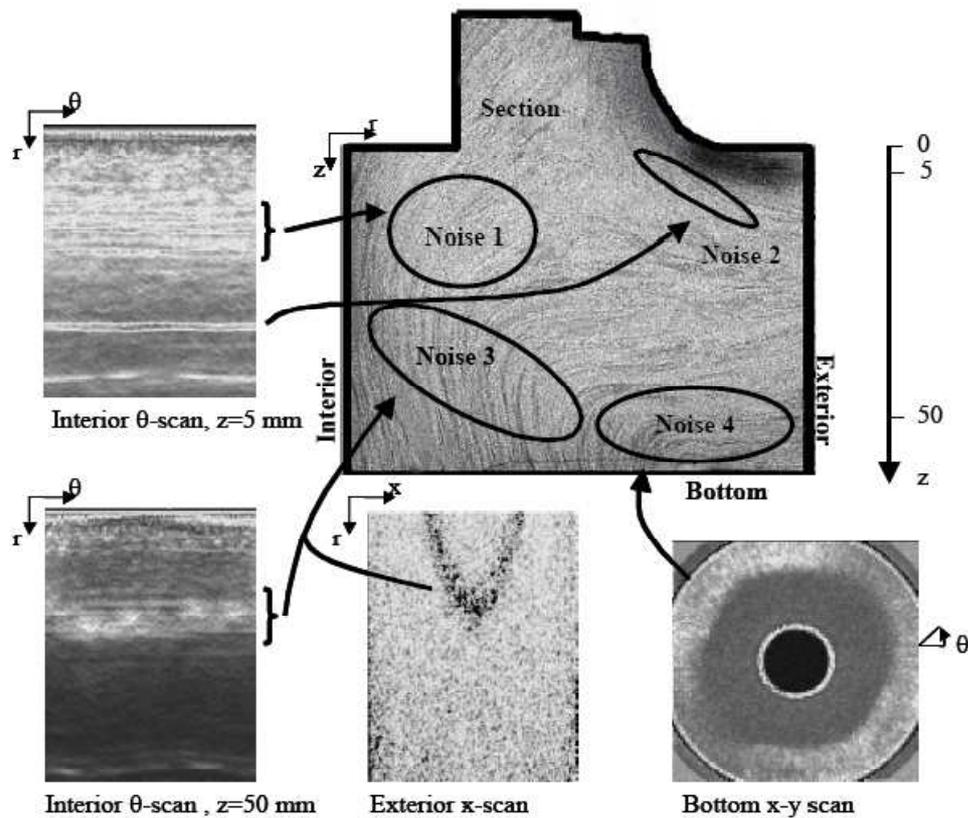


Figure I.19 Localisation des sources du signal rétrodiffusé [Bescond 2004]

RMS (Root Mean Square) est une grandeur retenue pour chiffrer le rôle de la microstructure sur la propagation ultrasonore ; elle est égale à :

$$\frac{1}{(n-1)} \sqrt{\sum_{i=0}^n (v(i) - \bar{v})^2}$$

où n est le nombre de points de mesures dans l'intervalle de temps, $v(i)$ - la tension relevée à l'instant t_i et \bar{v}

- la tension moyenne dans l'intervalle de temps.

Plus récemment, une technique appelée SRAS (Spatially Resolved Acoustic Spectroscopy) a été utilisée pour imager la microstructure de métaux en surface tels que les alliages de titane [Sharples 2007]. Cette technique non-destructive sans contact consiste en un balayage de la surface à analyser avec un faisceau laser d'une fréquence fixée suivant une grille prédéfinie avec un pas de déplacement de $250\mu\text{m}$. Les ondes de surface dues aux impulsions laser se propagent dans l'échantillon. Leurs vitesses sont mesurées suivant les directions x et y par interférométrie. Cette détermination est appliquée en chaque point de la grille. On peut donc dresser une carte où la couleur de chaque pixel code à la fois la vitesse selon x et selon y. Le rectangle supérieur droit de la figure I.20a indique le code utilisé. Une surface d'une seule couleur correspond alors à une surface où la vitesse de propagation en x (respectivement en y) est constante. Cette technique a été utilisée sur des échantillons de petite taille ($3 \times 5 \text{ cm}^2$) en alliage Ti-6246 équiaxe et Ti 685 de microstructure lamellaire en colonies. Les résultats de ces mesures ont été comparés aux cartographies EBSD. La figure I.20a montre la cartographie de la vitesse avec le code de couleur indiqué. La comparaison de la cartographie des vitesses avec la cartographie d'orientation obtenue par EBSD (fig. I.20b), indique une assez bonne correspondance entre les domaines cristallins perçus par les deux techniques. Le lien entre la carte des vitesses et la carte des orientations est en développement.

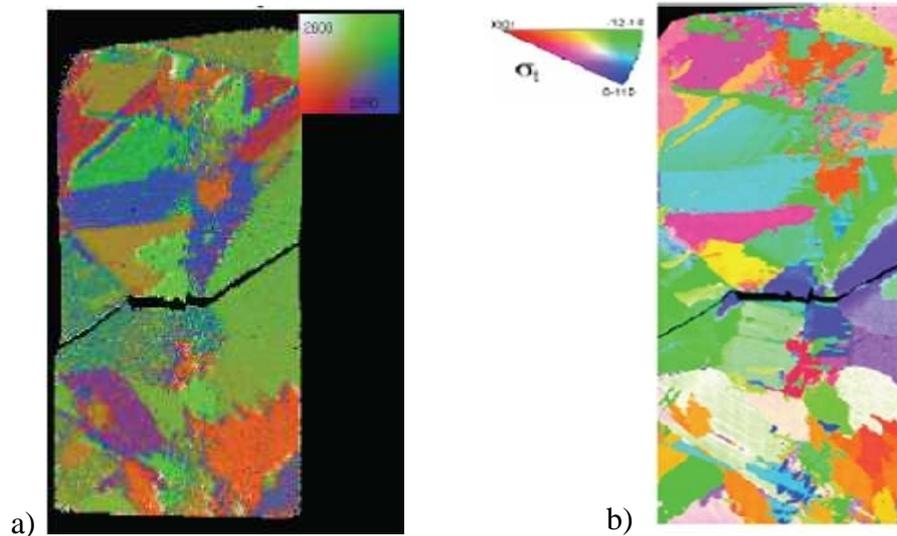


Figure I.20 a) Image obtenue par la technique SRAS pour la variation de la vitesse ; b) cartographie d'orientations, alliage Ti 685 [Sharples 2007]

Cette technique de surface peut être utilisée efficacement (temps de mesure réduit) sur des alliages avec une taille des grains supérieure à $250\mu\text{m}$ ou avec des grains présentant des orientations cristallographiques proches tels que les colonies de lamelles ou les macrozones. Pour des géométries plus compliquées ou présentant une rugosité importante, il est possible que la technique ne donne pas des résultats fiables.

Références

- [Angelier 1997] C. Angelier, S. Bein, J. Béchet, Metallurgical and Materials Transactions, 28A, pp. 2467, 1997
- [Ari-Gur 1998] P. Ari-Gur et S. L. Semiatin, Materials Science and Engineering, 257, 1998, p. 118
- [Bache 1997] M. R. Bache, M. Cope, H. M. Davies, W. J. Evans, G. Harrison, International Journal of Fatigue, 19, 1997, p. 83
- [Bache 2003] M. R. Bache, International Journal of Fatigue, 25, 2003, p. 1079
- [Bantounas 2007] I. Bantounas, T.C.Lindley, D. Rugg, D. Dye, Acta Materialia, 55, 2007, p.1
- [Bein 1995] S. Bein, J. Bechet, Proceedings of the Eighth World Conference on Titanium, Birmingham,UK, The Institute of Materials, 1996, p. 2353
- [Bescond 2004] C. Bescond, D. Lévesque, J.B. Guénette, J.P. Monchalain, 16th WCNDT 2004 - World Conference on NDT, Aug 30 - Sep 3, Montréal, Canada, 2004
- [Biallas 2005] G. Biallas, M. Essert, H. J. Maier, International Journal of Fatigue, 27, 2005, p. 1485
- [Boutana 2008a] N. Boutana, P. Bocher, M. Jahazi, D. Piot, F Montheillet, Transaction of the CSME, Vol 32, N°2, 2008, p.195.
- [Boutana 2008b] N. Boutana, P. Bocher, M. Jahazi, D. Piot, F Montheillet, International Journal of Microstructure and Materials Properties, vol. 3, No.4/5, 2008, p. 642
- [Bridier 2006] F. Bridier, Thèse de doctorat, Université de Poitiers, 2006
- [Broede 2001] Jürgen Broede, Titanium Rotors in Military Aero Engines - Designed to Weight and Life, AVT Specialist's Meeting "Cost Effective Application of Titanium Alloys in Military Platforms", 7 - 11 May 2001, Loen, Norway
- [Brun 1995] M. Brun, G. Shachanova, 8th World Conference on Titanium, 1995, p. 2421
- [Brun 1998] M. Brun, N. Anoshkin, G. Shachanova, Materials Science and Engineering A, 243, 1998, p. 77
- [Bürgers 1934] W. G. Burgers, Physica 1, 1934, p. 561
- [Chatellier 2006] J-Y Chatellier, R.M. Coulette, Procédé de contrôle par ultrasons d'une zone d'ombre d'une pièce en immersion, Brevet européen EP1691193 A1, SNECMA, 2006
- [Combres 1995] Y. Combres, B. Champin, Techniques de l'Ingénieur. Avril 1995, M 1335
- [Combres 1999] Y. Combres, Techniques de l'Ingénieur.Mars 1999, M 557-2.

- [Delfosse 2003] J. Delfosse, C. Rey, N. Späth, 10th World Conference on Titanium, 2003 p. 1315
- [Delfosse 2005] J. Delfosse, Thèse de doctorat, Ecole centrale Paris, 2005
- [Donachie 1988] M. J. Donachie Jr, Titanium: A technical guide, ASM International, Metals Park, 1988, p. 1
- [Dunne 2007] F.P.E Dunne, D. Rugg, A. Walker, International Journal of Plasticity, 23, 2007, p. 1061
- [Dumanovski 1997] B. Dumanovski, Thèse de doctorat, ENS des Mines de Saint Etienne, 1997
- [Esslinger 2003] J. Esslinger, Titanium in Aero Engines, MTU Aero Engines, 2003
- [Evans 1979] W. J. Evans, C. R. Gostelow, Metallurgical Transactions A, 1979, vol 10A, p. 1837
- [Evans 1994] W. J. Evans, M. R. Bache, International Journal of Fatigue, 16, 1994, p. 443
- [Evans 1998] W. J. Evans, Materials Science Engineering, A 243, 1998, p.89
- [Evans 1999] W. J. Evans, M. R. Bache, The Minerals, Metals & Materials Society, 1999, p. 99
- [Evans 2006] W. J. Evans, Fatigue Fract Engng Struct, 27, 2006, p. 543
- [Eylon 1977] D. Eylon, J.A. Hall, Metallurgical TransactionsA, 8A, 1977, p. 981
- [Fisher 1964] E. S. Fisher, C. J. Renken, Physical Review, 135, 1964, p. 482
- [Fujii 1988] H. Fujii, H.G. Suzuki, 6th World Conference on Titanium, 1988, p. 1489,
- [Germain 2005a] L. Germain, N. Gey, M. Humbert, P. Bocher, M. Jahazi, Acta Materialia 53, 2005, p. 3535
- [Germain 2005b] L. Germain, Thèse de doctorat, Université de Metz, 2005
- [Germain 2008] L. Germain, N. Gey, M. Humbert, P. Vo, M. Jahazi, P. Bocher, Acta Materialia 56, pp. 4298, 2008
- [Gondel 1996] C. Gondel, C. Hennebelle, Brevet EP0518766, SNECMA, 1996
- [Hack 1982] J. E. Hack, G. R. Leverant, Metallurgical Transactions A, 1982, vol 13A, p. 1729
- [Han 1995] Y.K. Han and R.B. Thompson : Review of Progress in Quantitative NonDestructive Evaluation, Plenum Press, New York, NY, Vol. 14, 1995, p. 67
- [Hardt 1999] S. Hardt, H.J. Maier, H.-J. Christ, International Journal of fatigue, 21, 1999, p. 779
- [Howard 1996] P. J. Howard, D. C. Copley, J. D. Young, E. J. Nieters, R. S. Gilmore, IEEE Ultrasonics Symposium, vol. 2, 1996, p. 727

- [Ivasishin 2000] O. M. Ivasishin, H. M. Flower, G. Lütjering, Titanium '99, Science and Technology, CRISM "Prometey", St. Petersburg, Russia, 2000, p. 77
- [Kassner 1999] M. E. Kassner, Y. Kosaka, J. A. Hall, Metallurgical and Materials Transactions, vol. 30A, 1999 p. 2383
- [Kobayashi 1988] T. Kobayashi, M. Niinomi, I. Inagaki, Sixth World Conference on Titanium, 1988, p. 1595
- [Le Biavant 2000] K. Le Biavant Guerrier, Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Paris, 2000
- [LeBiavant 2002] K. Le Biavant, S. Pommier, C. Prioul, Fatigue Fracture Engng Mater Struct, 25, 2002, p. 527
- [Lefranc 2008] P. Lefranc, Thèse de doctorat, Université de Poitiers, 2008
- [Linxiao Yu 2002] Linxiao Yu, F.J. Margetan, R.B. Thompson, Review of QNDE, vol. 21, 2002, p. 1510
- [Lütjering 1998] G. Lütjering, Materials Science and Engineering, 1998, p. 32
- [Lütjering 2007] G. Lütjering, J.C. Williams, Titanium, 2nd edition, ed. Springer, 2007
- [McBagonluri 2005] F. McBagonluri, E. Akpan, C. Mercer, W. Shen, W.O. Soboyejo, Materials Science and Engineering, A 405, 2005, p. 111
- [McDarmaid 1985] D. S. McDarmaid, A. W. Bowen, P. G. Partridge, Journal of Materials Science, 20, 1985, p. 1976
- [Neal 1976] D. F. Neal, P.A. Blenkinshop, Internal fatigue origins in α - β titanium alloys, Acta Metallurgica, 24, 1976, p. 59
- [Neal 1985] D. F. Neal, Titanium 1984, Science and Technology, Deutsche Gesellschaft für Metallkunde, 1985, p. 2419
- [Neal 1988] D.F. Neal, Sixth World Conference on Titanium, France, 1988, p. 235
- [NTSB 2000] National Transportation Safety Board, Safety Recommendation A-00-104, Washington, 2000
- [Rapport BST 1997] Rapport du Bureau de la sécurité des transports du Canada, Aviation 1997, A97F0059
- [Rose 1992] J. H. Rose, « Ultrasonic backscatter from microstructure », Review of Quantitative Nondestructive Evaluation, vol. 11, 1992, p. 1677
- [Sansoz 2003] F. Sansoz, H. Ghonem, Materials Science and Engineering A, 356, 2003, p. 81
- [Sharples 2007] S.D. Sharples, M. Clark, M.G. Somekh, E.E. Sackett, L. Germain, M.A. Bache, International Congress on Ultrasonics, 1620, Vienna, avril 2007

- [Shen 2004] W. Shen, W.O. Soboyejo, A.B.O. Soboyejo, *Mechanics of Materials*, 36:11, 2004, p. 140
- [Sinha 2004] V. Sinha, M. J. Mills, J. C. Williams, *Metallurgical and Materials Transactions*, 35A, 10, 2004, p. 3141
- [Sinha 2006a] V. Sinha, J. E. Spowart, M.J. Mills, J. C. Williams, *Metallurgical and Materials Transactions*, 37A, 5, may 2006, p. 1507
- [Sinha 2006b] V. Sinha, M.J. Mills, J. C. Williams, *Metallurgical and Materials Transactions*, 37A, 6, june 2006, p. 2015
- [Smith 1993] W.F. Smith, "Titanium and its alloys", *Structures and properties of engineering alloys*, Second edition, McGraw-Hil, 1993, p. 433
- [Song 1988] Z. Song, D. W. Hoepfner, *International Journal of Fatigue*, 10, 1988, p. 211
- [Song 1989] Z. Song, D. W. Hoepfner, *International Journal of Fatigue*, 11, 1989, p. 85
- [Stroh 1957] A.N. Stroh, *Adv. Phys.*, 6, 1957, p. 418
- [Spence 1997] S.H. Spence, W.G. Evans, M.Cope, *Proceedings of the 9th International Conference on Fracture*, Australia, 1997, p. 1571
- [Stubbington 1978] C. A. Stubbington, S. Paarson, *Engineering Fracture Mechanics*, 10, 1978, p. 723
- [Teixeira 2007] J. Da Costa Teixeira, B. Appolaire, E. Gautier, S. Denis, G. Cailletaud, N. Späth, *Materials Science and Engineering A*, 448, 2007, p. 135
- [Thompson 1998] R.B. Thompson, P. Panetta, F. J. Margetan, 43rd International SAMPE Symposium proceedings, 1998, p. 1448
- [TIM 2000] Timet Datasheets, www.timet.com, 2000
- [Titanium Industries, Inc 2008] Titanium Industries, Inc., <http://www.titanium.com>, 2008
- [Tricot 1988] R. Tricot, *Traitements thermomécaniques des alliages de titane pour l'aéronautique*, *Matériaux et Techniques*, 76 (1-2), 1988, p. 47
- [Wang 2007] X. Wang, P.Vo, M. Jahazi, S. Yue, *Metallurgical and Materials Transactions*, 38A, 4, 2007, p. 831
- [Weiss 1986] I. Weiss, F. H. Froes, D. Eylon, G. E. Welsch, *Metallurgical Transaction A*, 17A, 1986, p. 1935
- [Weiss 1999] I. Weiss, S. L. Semiatin, *Materials Science and Engineering A*, 263, 1999, p. 243
- [Wojcik 1988] C.C. Wojcik, K.S. Chan, D. A. Koss, *Acta Metallurgica*, 36, 1988, p. 1261
- [Woodfield 1995] A.P. Woodfield, M.D. Gorman, R.R. Cordeman, J.A. Sutliff, B. Yamrom, *Titanium '95: science and technology*, *Proceedings of the 8th World Conference*, Birmingham, 1995, p. 1116



Chapitre II

Hétérogénéités de microstructure et de texture dans des disques en IMI 834



Chapitre II

Hétérogénéités de microstructure et de texture dans des disques en IMI 834

<u>Introduction</u>	37
<u>II.1 Présentation des disques forgés</u>	37
II.1.1 Disques forgés en IMI 834 – contexte industriel.....	37
II.1.2 Grande ligne des traitements thermomécaniques des disques	38
Elaboration de la billette de microstructure bimodale	38
Procédé de forgeage.....	39
II.1.3 Descriptif des différents prélèvements au sein des disques	40
<u>II.2 Techniques microscopiques et macroscopiques utilisées pour la caractérisation des hétérogénéités de microstructure et de texture</u>	42
II.2.1 Observation macrographique.....	42
II.2.2 Observations microstructurales et analyse quantitative.....	43
II.2.3 Caractérisation des textures locales par EBSD	43
<u>II.3 Résultats</u>	45
II.3.1 Etat microstructural d'une zone peu déformée du disque – zone morte	45
Microstructure bimodale.....	45
Hétérogénéité de distribution et de morphologie des grains α_P	46
Présence de macrozones	48
II.3.2 Hétérogénéités de microstructure dans une tranche (DA-DR) d'un disque forgé	50
Macrographie.....	50
Evolution de la structure lamellaire α_S	51
Distribution et morphologies des grains α_P	53
II.3.3 Hétérogénéités de texture dans une tranche (DA-DR) d'un disque forgé.....	54
Texture dans une région de niveau de déformation intermédiaire susceptible d'amorcer des fissures en service	54
Texture dans une région fortement déformée.....	59
<u>II.4 Discussions</u>	64
II.4.1 Hétérogénéités de texture et de microstructure α_P / α_S au sein d'un disque forgé64	
1) Hétérogénéités de microstructure et de texture essentiellement liées aux nodules α_P ...	64
2) Hétérogénéités dans la microstructure lamellaire α_S héritée de la transformation de la phase β	65
II.4.2 Influence de ces hétérogénéités sur le comportement en service des disques ..	67
<u>Références</u>	70

Introduction

Ce chapitre est consacré à l'étude détaillée des hétérogénéités de microstructure et de texture au sein des disques forgés en alliage de titane IMI 834. Ces hétérogénéités ont été caractérisées par la technique de l'EBSD. La première partie de ce chapitre présente les disques forgés étudiés dans ce travail. Ensuite, les techniques de caractérisation macroscopiques et microscopiques utilisées dans cette étude sont présentées. L'analyse des résultats de caractérisation des microstructures et des textures montre qu'au sein d'un disque forgé on peut distinguer deux types d'hétérogénéités :

- (1) des hétérogénéités de microstructure et de texture essentiellement liées aux nodules α_p et qui peuvent être renforcées par les lamelles α_s organisées en colonies,
- (2) des hétérogénéités dans la microstructure lamellaire α_s héritée de la transformation de la phase β lors du dernier traitement thermique dans le domaine α/β du disque forgé.

Par ailleurs, pour étudier l'évolution des hétérogénéités de texture au cours du procédé de forgeage en α/β , la connaissance de la texture mesurée par EBSD à température ambiante n'est pas suffisante. Il faut aussi connaître les microtextures qui se développent au sein du disque, lors de la déformation à chaud dans le domaine α/β . Pour obtenir ces informations, une méthode développée antérieurement au LETAM a été utilisée pour restituer la texture de la phase β haute température [Germain 2005b]. Cette technique a également été utilisée pour évaluer les orientations des grains α_p et des colonies α_s sur les cartes EBSD. Les résultats obtenus permettent d'étudier la contribution de chaque population de grains, à la formation des hétérogénéités de texture au sein du disque.

II.1 Présentation des disques forgés

II.1.1 Disques forgés en IMI 834 – contexte industriel

Différentes parties de disques forgés en alliage de titane IMI 834 de microstructure bimodale, utilisés pour la fabrication de roues à aubes (fig. II.1), ont été mises à disposition par un motoriste de l'industrie aéronautique.

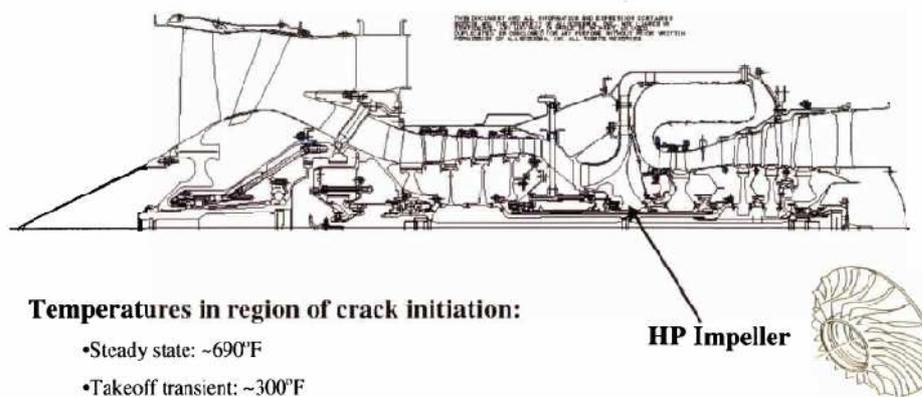


Figure II.1 Pièces critiques fabriquées en alliage de titane (« impeller »)

Une vue schématique de ces disques est proposée figure II.2. Le diamètre extérieur des disques est d'environ 440 mm. Cette figure précise également le repère macroscopique, lié à la pièce et qui sera utilisé dans la suite du travail. Ce repère est construit sur les directions principales du procédé d'élaboration. Ainsi DA correspond à la direction axiale de la pièce forgée (également l'axe de la billette de départ), DR- une direction radiale de la pièce et DT- une direction tangentielle, perpendiculaire à DR.

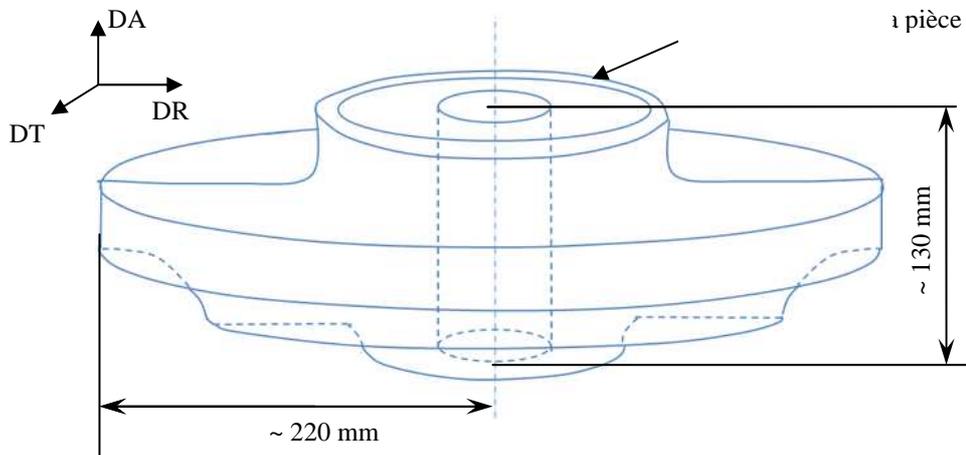


Figure II.2 Schéma général des disques

Les sollicitations mécaniques de ces disques en service sont relativement complexes. En effet, en raison de leur géométrie et des gradients thermiques présents dans la pièce au cours du vol, la zone centrale de la pièce peut être soumise à des contraintes tangentielles élevées [Harrison 1996]. Des tests réalisés sur bancs d'essais montrent que certaines zones des disques présentent des risques de rupture pendant le fonctionnement. Ces zones sont souvent localisées au cœur du disque mais ne sont pas forcément les plus sollicitées en service.

II.1.2 Grande ligne des traitements thermomécaniques des disques

Les disques utilisés pour cette étude ont été obtenus par forgeage d'une billette de diamètre 250mm de microstructure bimodale. Une billette similaire en IMI 834 de microstructure bimodale a fait l'objet d'une étude antérieure [Germain 2005b]. Les procédés de fabrication des billettes et des pièces forgées de la présente étude sont couverts par le secret industriel. Il est toutefois possible d'en décrire les grandes étapes à partir d'une étude bibliographique.

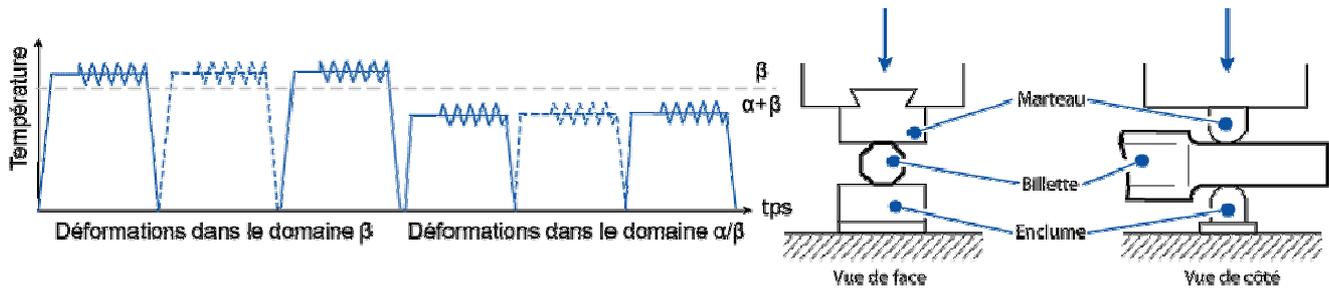
Schéma d'obtention d'une microstructure bimodale

Une microstructure bimodale résulte d'une succession de déformations et de traitements de mise en solution dans le haut du domaine biphasé α/β , d'une structure initialement lamellaire très grossière. La température de déformation et de revenu dans le domaine biphasé définit la proportion de grains α_p dans la microstructure bimodale (voir § I.1.3). L'IMI834 quasi- α est particulièrement adapté pour l'obtention de ce type de microstructure car il possède un domaine de température biphasé α/β étendu [Neal 1988]. Ainsi, des opérations de forge dans le domaine α/β sont envisageables à une échelle industrielle.

Elaboration de la billette de microstructure bimodale

Le procédé de fabrication des billettes correspond à une suite de chauffes et de déformations/ recuits dans le domaine β puis dans le domaine α/β . Au cours de ces étapes, le

lingot est progressivement étiré par une succession de compression suivie de rotation du lingot de 1/4 de tour (fig. II.3).



Dégrossissage (transus +100 à 200°C)

Finition (transus -50 à 100°C)

Figure II.3 Représentation schématique du procédé de fabrication d'une billette

Après les étapes de déformation dans le domaine β , la microstructure est formée de gros ex-grains β , transformés en colonies très étendues de lamelles α_S . Seule une faible fraction de la phase β est retenue à température ambiante. La billette est ensuite réchauffée dans le domaine α/β , pour les étapes de forge ultérieures. Avant déformation, la microstructure est formée de lamelles dites « α_P », insérées dans la matrice β , et dont la fraction volumique dépend de la température. La présence de cette phase α_P permet de limiter la croissance des grains β . Par ailleurs, sous l'effet de la déformation, la phase α_P initialement lamellaire et en relation de Burgers avec la phase β environnante, devient globulaire et forme les grains α_P équiaxes. Lors du refroidissement, les grains β se transforment à nouveau en colonies α_S et donnent ainsi, avec les grains α_P , la microstructure bimodale. Un traitement thermique additionnel est parfois requis pour ajuster la fraction volumique de phase α_P .

Procédé de forgeage du disque

Les billettes de 250 mm de diamètre sont découpées en lopins correspondant à la quantité de métal nécessaire à la fabrication du disque. Ces lopins sont ensuite forgés à une température correspondant à la partie haute du domaine α/β , en utilisant différentes matrices fermées. L'axe de forge est alors parallèle à la direction axiale de la billette initiale. Plusieurs passes de forge (« chaudes ») dans le domaine α/β sont nécessaires pour obtenir la géométrie finale. La pièce est ensuite usinée. Un traitement thermique final en α/β suivi d'une trempe conduit à la microstructure finale de la pièce.

Du fait des dimensions du disque et de la nature des traitements thermomécaniques, on assiste à de fortes hétérogénéités de déformation au sein du disque. Bieler et al. [Bieler 2005] proposent une simulation par éléments finis de la distribution des déformations suite à une étape de forge d'un alliage de titane à 815°C. Il apparaît clairement que le cœur du disque cylindrique correspond à la zone la plus déformée (fig. II.4).

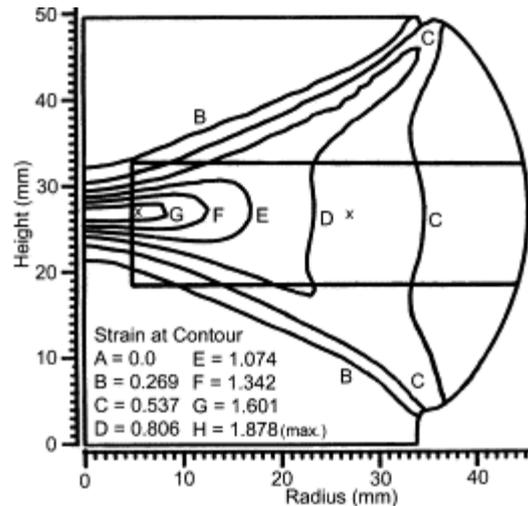


Figure II.4 La variation de la déformation lors du forgeage obtenue par simulation (35% réduction, $T = 815^{\circ}\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 0.1 \text{ s}^{-1}$) [Bieler 2005]

Une simulation du procédé de forge réalisée par le motoriste qui nous a fourni les échantillons donne des résultats similaires. En raison de la confidentialité des résultats de cette simulation, nous ne présentons pas cette estimation de la déformation dans différentes zones du disque. Les résultats de cette simulation seront cependant utiles pour la compréhension et l'interprétation des hétérogénéités de microstructure et de texture observées dans le disque.

II.1.3 Descriptif des différents prélèvements au sein des disques

Trois parties en provenance de différents disques forgés ont été mises à disposition:

- un prélèvement au sein d'une zone peu déformée, appelée '**zone morte**' (fig. II.5)
- une **tranche** contenant le plan DA-DR (fig. II.6)
- le **cylindre central** du disque (fig. II.7)

Il est important de noter que ces parties ont été découpées sur différents disques prélevés au hasard dans la production. Par conséquent, les hétérogénéités de microstructure et de texture locales qui seront analysées dans la suite du travail, sont caractéristiques de celles que l'on trouve aléatoirement dans ce type de produit.

La **zone morte** a été prélevée dans une zone du disque qui a subi peu de déformation au cours du traitement thermomécanique de forge dans le domaine α/β . Par conséquent, son état microstructurale est probablement très proche de celui de la billette d'origine.

Huit échantillons parallélépipédiques ($L \times h \times l = 90 \text{ mm} \times 30 \text{ mm} \times 20 \text{ mm}$) ont été prélevés au sein de cette partie. Le schéma de prélèvement est indiqué sur la figure II.5. On redonne sur cette figure, le repère macroscopique lié au disque. Ainsi DA correspond à la direction axiale du disque (également l'axe de la billette d'origine). On peut noter que le sens long des échantillons est choisi parallèle à une direction tangentielle du disque. Deux échantillons UA et UB (§ II.3.1) ont été analysés par ultrasons pour étudier l'influence des hétérogénéités de texture et microstructure sur les propriétés physiques (voir Chapitre III). Ces deux échantillons ont ensuite été découpés pour caractériser la microstructure et la texture d'une zone peu déformée du disque (état microstructural proche de celui de la billette). Les six autres blocs ont été usinés pour la réalisation d'éprouvettes de fatigue. Elles ont été utilisées pour étudier l'influence des hétérogénéités de texture et microstructure sur les propriétés en fatigue-dwell (voir Chapitre IV).

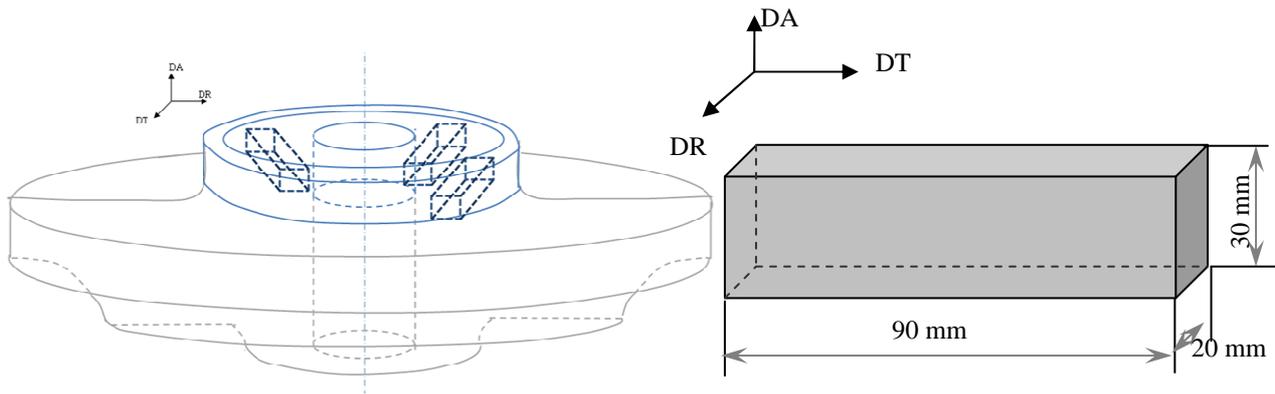


Figure II.5 Prélèvement des échantillons parallélépipédiques à l'intérieur de la 'zone morte'

La **tranche** a été prélevée dans une direction radiale de la pièce, plan DA - DR (fig. II.6). Différentes zones notées 1 à 10 ont été relevées sur cette tranche. Elles correspondent à des zones ayant à la fois subi des déformations très différentes lors du procédé de forgeage et qui subissent en service des contraintes tangentielles d'intensités différentes. Ainsi la zone 3 est la plus déformée lors de la mise en forme de la pièce et, en même temps, la plus sollicitée en service. Les zones 1, 5, 6 et 9 ont subi une déformation intermédiaire lors de la mise en forme mais voient en service des niveaux de contraintes qui restent élevés. Les microstructures et texture locales de cette tranche ont été caractérisées en détail, en particulier dans les zones 3 et 9 (voir § II.3.2).

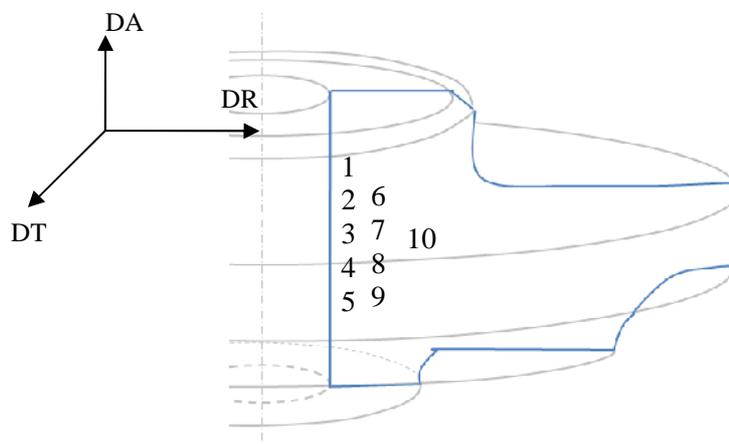


Figure II.6 Prélèvement de la tranche

Le **cylindre central** (fig. II.7) correspond à la partie centrale du disque. On peut rappeler que c'est dans cette partie du disque qu'on identifie les zones à risque élevé de rupture en service. Cette portion du disque est étudiée en détail dans le chapitre 4. Différentes éprouvettes de fatigue ont été prélevées pour caractériser la dispersion des propriétés en fatigue-dwell de la zone centrale du disque (voir Chapitre IV).

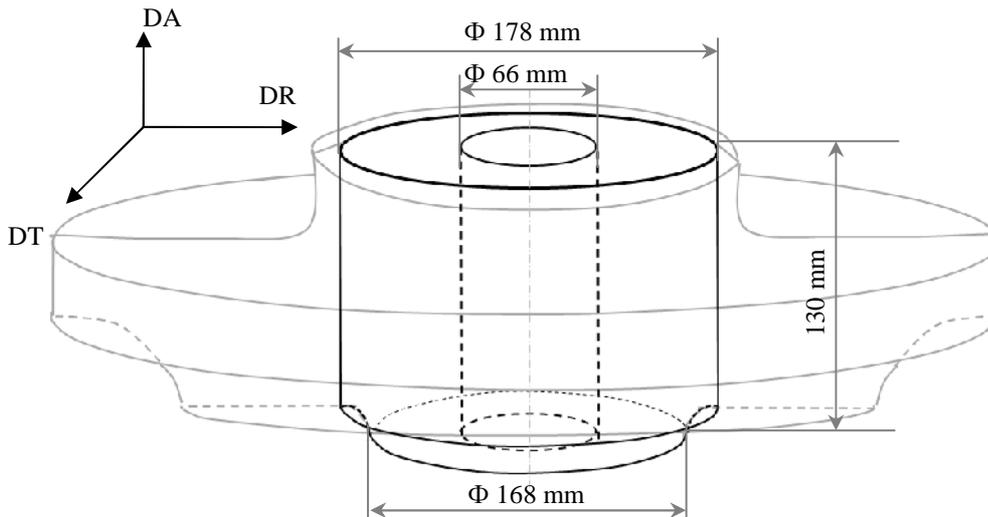


Figure II.7 Prélèvement du cylindre central

II.2 Techniques microscopiques et macroscopiques utilisées pour la caractérisation des hétérogénéités de microstructure et de texture

II.2.1 Observation macrographique

La macrographie est une technique utilisée dans l'industrie pour vérifier la qualité des pièces et en particulier l'absence de défauts macroscopiques comme les ségrégations ou les hétérogénéités locales de composition chimique. L'analyse des pièces est réalisée à l'œil nu, après une attaque chimique prolongée dans une solution très concentrée d'acides. Pour les pièces à vocation aérospatiale, le terme « etching » est couramment utilisé pour désigner ce genre d'attaque.

Dans ce travail, l'attaque macrographique a été mise en œuvre pour révéler le fibrage (ou « flow lines ») dû au forgeage des pièces. Deux types d'attaque ont été employés :

- le « blue etching »¹ - appliqué aux pièces de grande taille comme la tranche du disque ;
- l'attaque à base de réactif de Kroll² - appliquée aux échantillons de plus petite taille prélevés à l'intérieur de la zone morte et de la tranche du disque.

Les deux techniques sont complémentaires. Le « blue etching » révèle les macrostructures présentes au sein des pièces ; l'attaque au réactif de Kroll permet de reconnaître la microstructure notamment la distribution et la morphologie des grains α_P et des lamelles α_S et en plus de confirmer la présence de ces macrostructures.

¹ « Blue etching » : attaque avec une solution aqueuse de 97-127 gr/l Na_3PO_4 , pH 8.5

² Réactif de Kroll²: 2% HF, 3% HNO_3 , 20% H_2O_2 , 75% H_2O

II.2.2 Observations microstructurales et analyse quantitative

La microstructure des grains α_P et des lamelles α_S dans les disques a été caractérisée par :

- microscopie optique (Microscope Olympus BX61 à platine motorisée)
- microscopie électronique à balayage (JEOL JSM-6500F et JEOL JSM-6490W).

La préparation de surface consiste en une suite de polissages mécaniques sur papiers abrasifs en utilisant des granulométries décroissantes jusqu'à 4000, suivie d'un polissage « attaque » avec une solution de silice colloïdale (OP-S) et de peroxyde d'hydrogène (70% OP-S - 30% H_2O_2). Ensuite, les échantillons sont attaqués chimiquement au réactif de Kroll pendant 2 à 10s pour visualiser les grains α_P et les lamelles α_S .

Des grandes surfaces de la zone morte et de la tranche, précédemment attaquées pour une observation macrographique, ont été de nouveau préparées pour une étude microstructurale. Cette manière de faire a permis de mettre en évidence le lien entre le fibrage macroscopique des pièces et la présence d'hétérogénéités de microstructure.

Par ailleurs, la fraction de grains α_P dans les différentes parties du disque a été quantifiée par analyse d'image en utilisant le logiciel Aphélon. Des zones relativement larges (plusieurs mm^2) sur les échantillons ont été cartographiées en microscopie optique, à des grossissements de 50X ou 10X. La fraction surfacique de grains α_P a été déduite selon la procédure suivante :

- les images en niveaux de gris sont « seuillées » pour obtenir une image binaire distinguant les grains α_P (blanc) et les régions lamellaires constituées des phases α_S et β résiduelle (noir) ;
- un traitement additionnel d'érosions et dilatations dans le but de supprimer des groupes de pixels trop petits correspondant à du bruit est ensuite effectué ;
- on vérifie la qualité de l'analyse par superposition du squelette de l'image binaire finale et de l'image initiale (superposition des joints des grains) ;
- la fraction surfacique de grains α_P est déduite par simple comptage des pixels blancs (α_P) et noirs (α_S/β).

Chaque quantification est déduite d'une analyse d'environ 20 images pour le même grossissement des objectifs. Pour les grossissements utilisés, chacune de ces images contient un nombre suffisant de grains pour une quantification représentative. La précision de la mesure a été estimée entre 2 et 3%.

II.2.3 Caractérisation des textures locales par EBSD

Pour caractériser les textures locales dans différentes parties du disque, des cartographies d'orientations ont été acquises à l'aide de la technique EBSD ('Electron BackScattered Diffraction'). Un complément sur les notions d'orientation cristallographique, le principe de la technique EBSD et sur le post traitement des données EBSD sont présentés dans la partie « Annexes méthodologie » (M1 et M2). Dans cette partie, nous ne détaillons que les aspects spécifiques de la mise en œuvre de la technique EBSD, utilisés pour réaliser cette étude.

Deux microscopes électroniques à balayage équipés d'un système EBSD ont été utilisés:

- le microscope JEOL JSM-6500F équipé d'un système standard EBSD (Caméra Nordlys S couplée au logiciel Channel 5 - HKL technology) qui permet l'acquisition des cartographies avec une résolution spatiale élevée (jusqu'à quelques dizaines de nm).
- le microscope JEOL JSM-6490 équipé d'un système EBSD de dernière génération (caméra Nordlys Fast couplée au logiciel Zenith - HKL technology) qui permet

l'acquisition ultra-rapide des données (environ 400 données/ seconde comparées à 50 données /seconde avec une camera EBSD normale).

Préparation des échantillons

Pour obtenir un diagramme de diffraction de qualité, la surface analysée doit idéalement être parfaitement plane, polie « miroir », sans écrouissage de surface. Cet état de surface peut s'obtenir soit par un polissage électrolytique soit un polissage mécanique suivi d'un polissage attaque pour limiter l'écrouissage de surface.

Dans cette étude, notre objectif était de caractériser les variations de la texture locale sur des zones de plusieurs centimètres. Notre dispositif de polissage électrolytique ne permet pas d'avoir un polissage uniforme sur d'aussi grande surface. Par conséquent nous avons opté pour un polissage mécanique. Ainsi la préparation commence par un polissage mécanique jusqu'à un papier de granulométrie 4000 suivi d'un polissage par attaque avec une solution de silice colloïdale (OP-S) contenant 30% de peroxyde d'hydrogène pendant plusieurs dizaines de minutes. Enfin, une légère attaque chimique (deux secondes) au réactif de Kroll permet de diminuer l'écrouissage de surface dû au polissage mécanique.

Par ailleurs, pour avoir un faisceau d'électrons incidents parfaitement focalisé sur l'ensemble de la zone à analyser, il est important que la surface analysée de l'échantillon soit strictement parallèle à la surface de la platine. Ainsi une attention particulière a été portée à l'obtention d'échantillons à deux faces planes et parallèles.

Stratégie d'acquisition des données

Deux stratégies d'acquisition des données EBSD ont été mises en œuvre :

- (1) d'une part, pour caractériser la texture locale de grandes zones,
- (2) d'autre part, pour analyser les microtextures α_P et α_S de régions de taille limitée.

(1) L'acquisition de cartographies d'orientations sur de grandes surfaces doit nous permettre de visualiser des variations de la texture sur des zones de tailles millimétriques. Dans la pratique, pour couvrir en EBSD des surfaces supérieures à 1mm^2 , on combine les deux modes d'acquisition : « déplacement du faisceau d'électrons » et « déplacement de la platine ». Un ensemble de cartes EBSD est acquis en mode « déplacement du faisceau », chaque carte étant séparée par un déplacement automatisée de la platine. Par ailleurs, le pas de déplacement du faisceau est optimisé en tenant compte du temps de mesure et de la taille du fichier résultant. En effet, l'acquisition des cartes EBSD d'une grande résolution sur des zones très larges présente les inconvénients suivants :

- un temps de mesure élevé,
- le jeu de données EBSD est très grand et très difficile de traiter par la suite.

Les différents tests réalisés montrent qu'un pas de déplacement du faisceau compris entre 5 et 15 μm est suffisant pour mettre en évidence des variations de la texture locale (ce pas de mesure est inférieur à la taille des grains α_P). De plus, l'utilisation d'un système d'acquisition de « dernière génération » est particulièrement adaptée pour ce type d'application en permettant l'acquisition d'un nombre important de cartographies EBSD dans un intervalle de temps acceptable.

(2) Pour acquérir des cartes EBSD révélant la microstructure, le pas de déplacement du faisceau d'électrons doit être inférieur à la plus petite taille de grains caractéristique de la microstructure. Pour l'alliage étudié, la microstructure est constituée des grains plutôt équiaxes α_P de diamètre d'environ 25 μm et des lamelles α_S d'une épaisseur d'environ 1 μm . Ainsi, le choix d'un pas de déplacement du faisceau inférieur à l'épaisseur des lamelles ($<1\mu\text{m}$) permet de distinguer sur la cartographie EBSD, les orientations des grains α_P et des lamelles α_S .

La texture des colonies α_S est directement liée à la texture de la phase parente β . Pour déterminer la texture de la phase β à haute température, nous nous sommes servis des orientations de la phase α_S héritée à température ambiante (pour plus de détails, voir « Annexe M3- Méthodologie de restitution de la texture de la phase β »). A partir de ce calcul, il a été ensuite possible de séparer approximativement les orientations des populations de grains α_P et de lamelles α_S . En

effet, la texture de la phase β à haute température est déterminée à partir de l'ensemble des variantes α_S issues du même grain β . D'un autre côté, il est très peu probable que les grains α_P aient des orientations en relation de Burgers avec les grains β à haute température. Donc, par simple « différence » entre la totalité des orientations de la cartographie EBSD et celles utilisées pour le calcul de la texture de la phase β , on peut évaluer les orientations des grains α_P .

Représentation des données

Dans la suite du travail, les données EBSD sont représentées sous forme des cartographies d'orientations. Dans ces cartes, le plus souvent, la couleur de chaque pixel indique la direction macroscopique DT dans le repère du cristal (voir code des couleurs dans le triangle standard).

Les textures cristallographiques correspondantes sont représentées à l'aide de figures de pôles ($\{00.2\}$ et $\{11.0\}$ pour la phase hexagonale α et $\{100\}$, $\{110\}$ et $\{111\}$ pour la phase cubique β). Le plus souvent, le plan de la projection stéréographique est choisi perpendiculaire à DA (l'axe de forge ou l'ancienne direction axiale de la billette). Ainsi DA est au centre des figures de pôles.

II.3 Résultats

II.3.1 Etat microstructural d'une zone peu déformée du disque – zone morte

La microstructure et la texture de la zone morte ont été analysées à partir de deux échantillons prélevés à des profondeurs différentes par rapport à la surface du disque en contact avec la matrice (fig. II.5). Différents échantillons ont été découpés au sein de chaque échantillon parallélépipédique (UA, UB) et seront appelés par la suite :

Echantillons A : issu de l'échantillon prélevé près de la surface en contact avec la matrice (UA). Ainsi cet échantillon a subi peu de déformation lors du forgeage du disque. Par rapport à la billette de départ, on peut considérer que cet échantillon a essentiellement subi un traitement thermique dans le domaine α/β lors des opérations de forge. Par conséquent, sa microstructure et sa texture doivent être proches de celles de la billette initiale (déjà de microstructure bimodale).

Echantillons B : issu de l'échantillon prélevé plus en profondeur du disque (UB, la distance exacte de prélèvement par rapport à la surface de contact ne nous a pas été communiquée). La microstructure et la texture dans cette zone du disque devraient commencer à être affectées par la déformation du disque.

Microstructure bimodale

Comme attendu, suite au procédé de forge dans le domaine α/β , la microstructure est bimodale (fig. II.8) pour les deux échantillons. Elle contient des grains α_P plus ou moins équiaxes d'environ 25 μm de diamètre (en blanc sur la figure) répartis dans une matrice α_S lamellaire. La fraction surfacique de grains α_P pour les deux échantillons est la même: environ 30%. Parmi les lamelles α_S héritées de la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha$, on distingue la précipitation α_{GB} aux joints des ex-grains β , des colonies de lamelles α_{WGB} et des sous-colonies ou lamelles enchevêtrées intragranulaires (α_{WI}) (voir Chapitre I). Grâce à la précipitation α_{GB} , nous reconnaissons les traces des ex-grains β . Leur morphologie est équiaxe et leur taille varie de 50 à 100 μm .

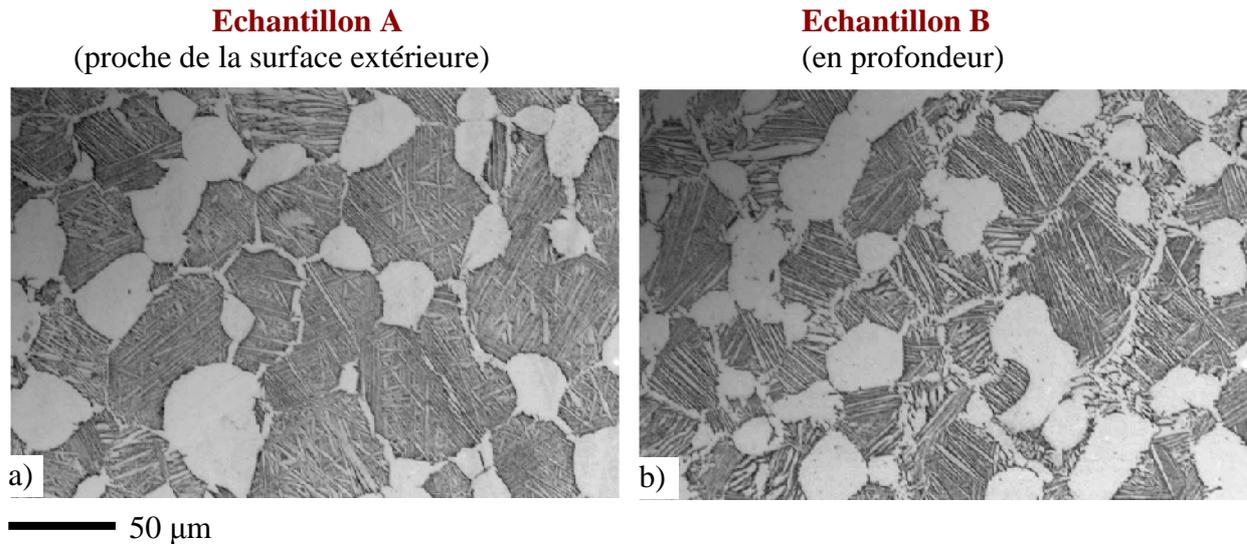


Figure II.8 Microstructure bimodale des deux échantillons A (a) et B (b) ('zone morte', microscopie optique)

A l'échelle de quelques grains α_P , la morphologie et la taille des grains α_P diffèrent peu d'un échantillon à l'autre. En revanche, entre les deux échantillons, nous remarquons une différence dans la taille et l'organisation des lamelles α_S . Pour l'échantillon A, les lamelles α_S sont fines (moins d'un μm en épaisseur) et majoritairement enchevêtrées, alors que pour l'échantillon B, les lamelles sont majoritairement organisées en colonies et semblent être légèrement plus épaisses (fig. II.8b).

Hétérogénéité de distribution et de morphologie des grains α_P

En analysant la microstructure sur des régions plus étendues (plusieurs mm^2), on remarque une différence dans la distribution des grains α_P .

En effet, l'échantillon A présente une succession de régions allongées parallèlement à DA contenant majoritairement des grains α_P équiaxes ou α_P allongés. La largeur de ces régions est approximativement de 0,5 mm (fig. II.9a). Leur longueur semble dépasser celle de l'échantillon. Certaines de ces régions sont délimitées par des pointillées dans la figure II.9a.

Pour l'échantillon B, cette hétérogénéité de distribution des grains α_P est moins visible (fig. II.9b). On note cependant des domaines contenant majoritairement des grains α_P allongés ou grains α_P équiaxes. Par contre ces domaines ne sont pas allongés suivant DA mais ont des formes plutôt polygonales. Certains de ces domaines sont également délimités par des pointillées dans la figure II.9b. La largeur moyenne de ces domaines pour l'échantillon B est d'environ 1 mm. Leur longueur ne dépasse pas celle de l'échantillon (fig. II.9b).

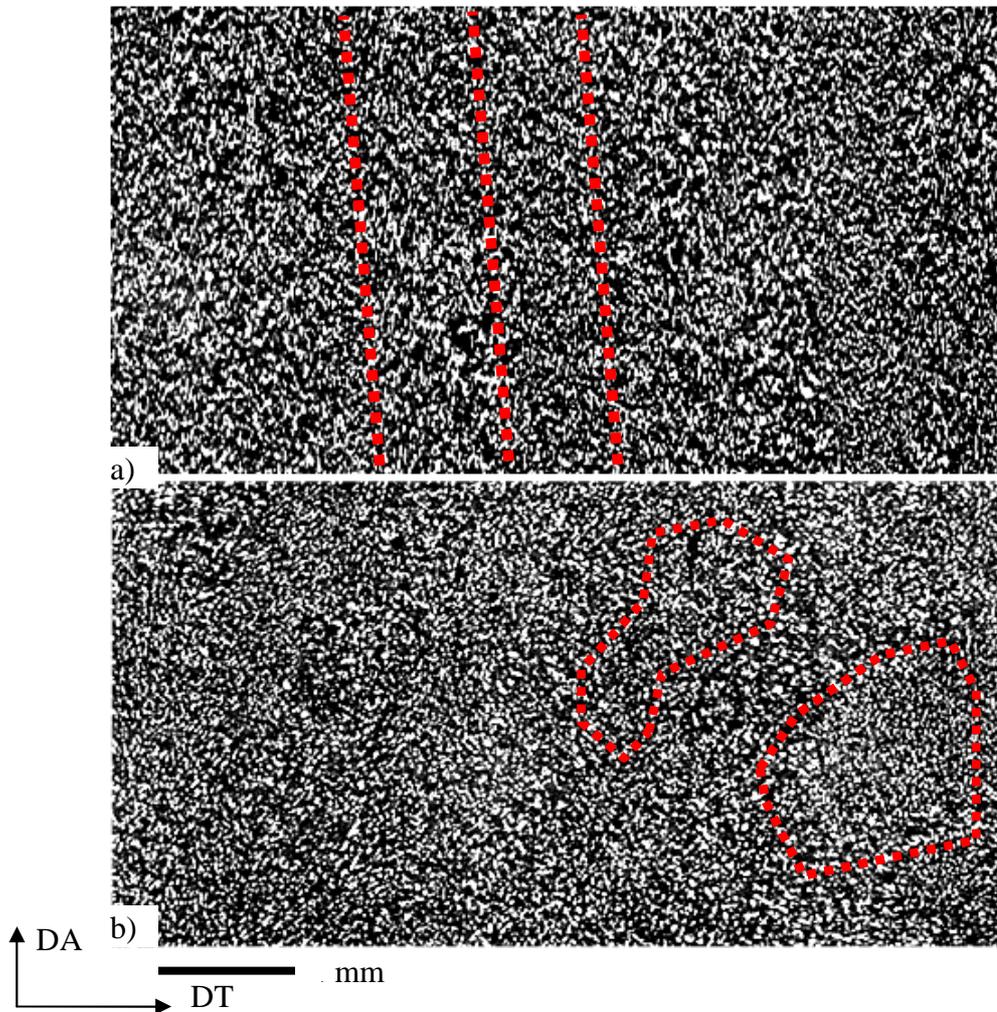


Figure II.9 Microstructure des deux échantillons A (a) et B (b), microscopie optique, après une attaque au réactif de Kroll et post traitement des images

Présence de macrozones

A ces hétérogénéités microstructurales, se superposent des hétérogénéités de distribution des orientations cristallographiques. Ces hétérogénéités de texture locale ont été mises en évidence dans les échantillons A et B, par l'acquisition de cartographies EBSD sur de grandes surfaces, dans deux plans perpendiculaires (DA-DR) et (DA-DT).

Le résultat de ces analyses EBSD est donné figures II.10 et II.11 pour l'échantillon A et B respectivement. La couleur de chaque pixel de la cartographie d'orientations représente l'orientation de la direction macroscopique DT dans le repère du cristal. Le code de couleur est donné par le triangle standard. Sur chaque carte, deux zones fortement texturées ont été sélectionnées. Les figures de pôles {00.2} et {11.0} sont aussi présentées. L'axe de forge DA (correspondant à la direction axiale de la billette de départ) est au centre des figures de pôles.

Pour l'échantillon A, la cartographie d'orientations dans le plan (DA-DT) révèle la présence de macrozones allongées suivant DA, c'est-à-dire des zones de textures locales très prononcées et différentes d'une zone à l'autre. En effet, on observe une alternance de bandes de couleurs différentes parallèles à DA (fig. II.10a). Chaque bande est caractérisée par une forte texture locale, très différente de celle de la bande voisine. Ainsi, la bande « verte » est telle que majoritairement les axes c sont plutôt perpendiculaires à DT (fig. II.10c) tandis que dans la bande « rouge » les axes c sont plutôt parallèles à DT (fig. II.10d). La largeur de ces macrozones dans le plan (DA-DT) correspond, en moyenne, à la largeur des régions présentant des hétérogénéités de distribution des grains α_P (voir fig. II.9a et II.10a).

L'analyse des cartographies d'orientations dans les deux plans (DA-DT) et (DA-DR) a permis l'évaluation de la géométrie en volume de ces macrozones. Pour cet échantillon, les macrozones ont une forme cylindrique, de diamètre variant entre 0,2 et 0,8 mm et sont inclinées d'environ 10° par rapport à DA.

On confirme ainsi la présence de macrozones allongées dans le sens de DA au sein d'une zone peu déformée du disque. La taille, la forme de ces macrozones tout comme leurs intensités de texture locale sont similaires à celles observées dans une billette en IMI 834 [Germain 2005 b]. On peut donc considérer que les macrozones présentes dans les zones peu déformées du disque étaient déjà présentes dans la billette initiale.

Cette idée est encore renforcée par l'analyse de la texture globale de l'échantillon A (fig. II.10b) obtenue à partir de l'ensemble des mesures d'orientations réalisées sur cet échantillon. En effet cette texture présente toutes les caractéristiques de la texture de la billette (mise en évidence par Germain [Germain 2005 b]). On reconnaît quatre pôles {00.2} majoritaires qui correspondent à des grains ayant leur axe c soit :

- parallèle à la direction axiale (DA)
- dans 3 directions radiales particulières avec une forte dispersion vers DA.

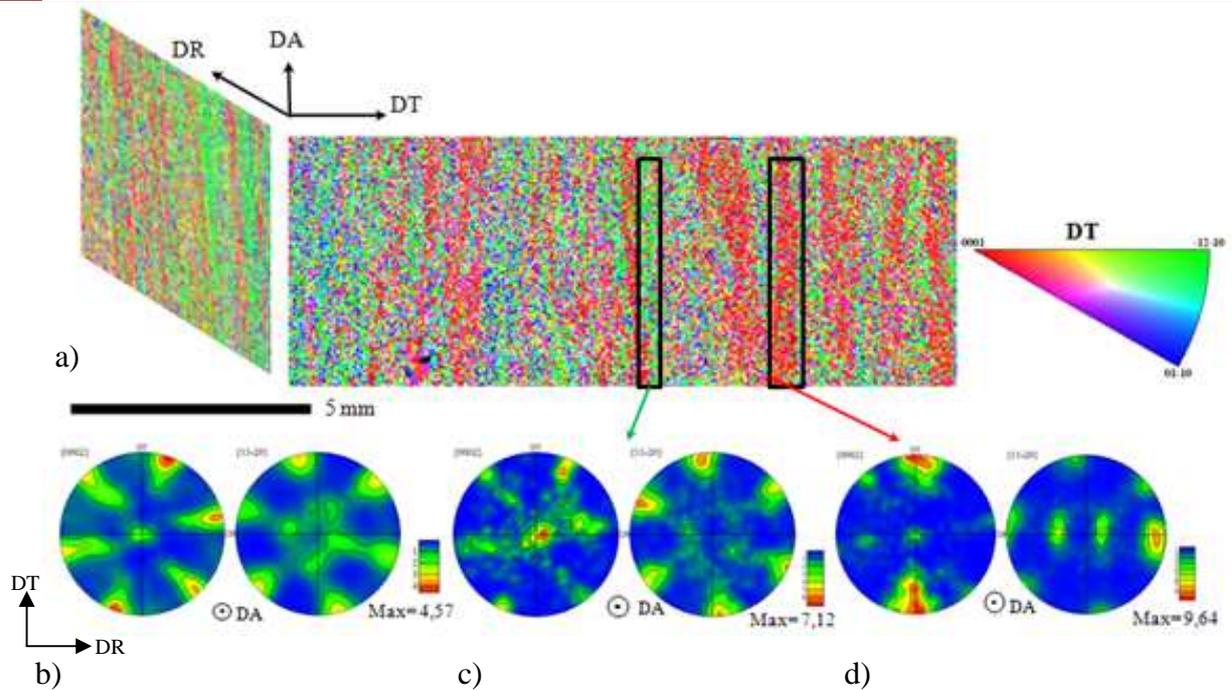


Figure II.10 Mise en évidence des hétérogénéités de texture de l'échantillon A à une échelle mésoscopique (environ 14 mm x 5mm dans le plan (DA-DT) et 8 mm x 5mm dans le plan (DA-DR)) :

- a) les cartographies d'orientations dans les plans (DA-DR) et (DA-DT),
- b) figure de pôles {00.2} et {11.0} pour l'ensemble de données,
- c) figures de pôles {00.2} et {11.0} pour la macrozone verte,
- d) figures de pôles {00.2} et {11.0} pour la macrozone rouge.

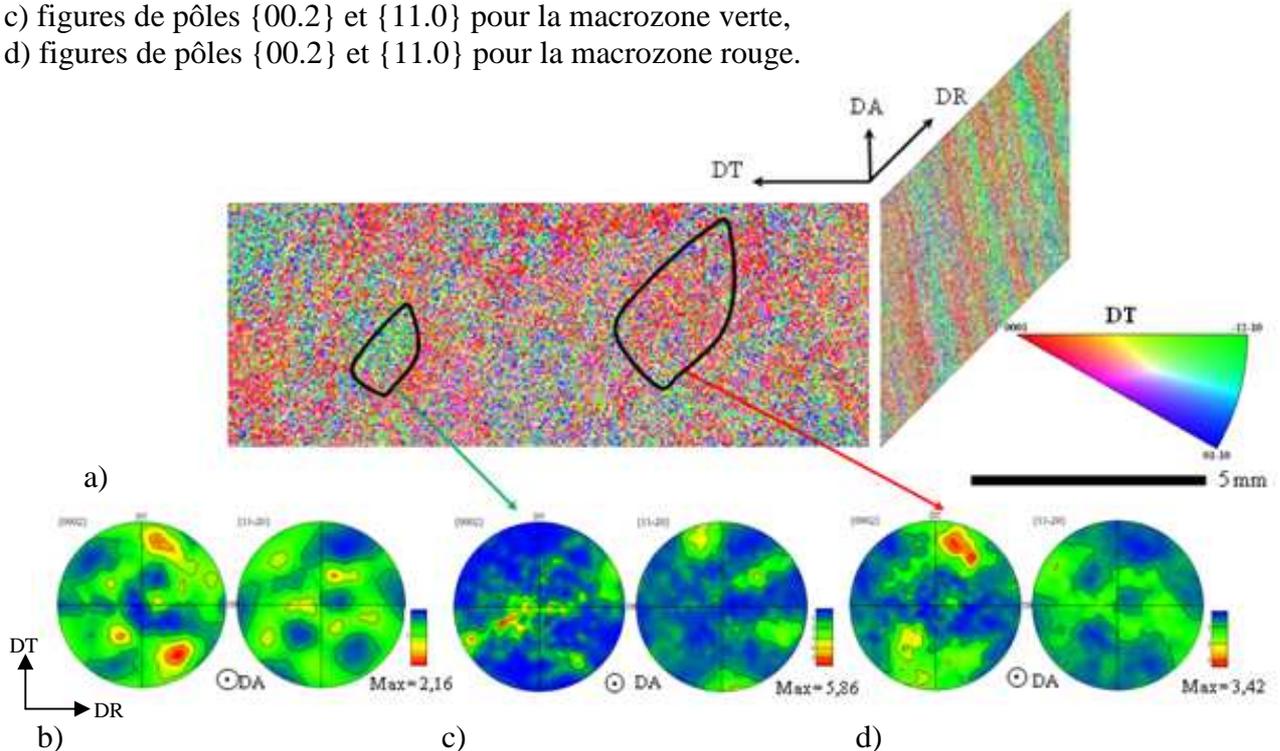


Figure II.11 Mise en évidence des hétérogénéités de texture de l'échantillon B à une échelle mésoscopique (environ 14 mm x 5mm dans le plan (DA-DT) et 8 mm x 5mm dans le plan (DA-DR)) :

- a) les cartographies d'orientations dans les plans (DA-DR) et (DA-DT),
- b) figures de pôles {00.2} et {11.0} pour l'ensemble de données,
- c) figures de pôles {00.2} et {11.0} pour la macrozone verte,
- d) figures de pôles {00.2} et {11.0} pour la macrozone rouge.

Pour l'échantillon B, la cartographie d'orientations dans le plan (DA-DT) ne révèle pas une structure en bandes, comme pour l'échantillon A. Les zones entourées sur la cartographie dans le plan (DA-DT) (fig. II.11a) présentent cependant les caractéristiques de macrozones, avec une intensité de texture locale moins élevée que dans le cas de l'échantillon A et une géométrie plutôt polygonale. Leur largeur moyenne est comprise entre 1 et 2 mm.

Par contre, dans le plan (DA-DR), ces macrozones correspondent à nouveau à des régions allongées, mais inclinées de 30° par rapport à DA. Par conséquent, le plan (DA-DT) ne correspond plus à un plan de coupe parallèle à l'axe principal d'allongement des macrozones et, donc l'alternance de bandes n'est pas observée dans ce plan.

Pour l'échantillon B, la géométrie en volume des macrozones correspond donc toujours à des domaines de géométrie quasiment cylindrique, de diamètre variant entre 1 et 2 mm et inclinées de 30° par rapport à DA.

On se souvient que l'échantillon B a été prélevé plus en profondeur dans le disque que l'échantillon A. La différence de géométrie et d'arrangement des macrozones dans les deux échantillons est la marque d'une déformation par forgeage plus importante pour l'échantillon B que pour l'échantillon A.

L'effet d'une déformation plus importante se manifeste aussi dans la texture globale (fig. II.11b). En effet, la texture globale de l'échantillon B est moins marquée que celle de l'échantillon A et ne présente plus les caractéristiques de la texture globale de la billette (encore observées pour l'échantillon A).

Ces premiers résultats montrent l'influence du forgeage des disques dans le domaine α/β , sur l'évolution des zones fortement texturées, initialement présentes dans la billette. Le forgeage suivant la direction axiale de la billette tend progressivement à incliner les macrozones par rapport à DA et à réduire leurs intensités de texture. On peut supposer que, suite aux étapes de forge dans le domaine α/β , les hétérogénéités de texture et de microstructure devraient être de moins en moins marquées lorsque l'on progresse vers le cœur des pièces forgées (c'est-à-dire, vers les zones fortement déformées). Pour vérifier cette hypothèse, une tranche d'un disque forgé (plan DA-DR) a été étudiée.

II.3.2 Hétérogénéités de microstructure dans une tranche (DA-DR) d'un disque forgé

Macrographie

La figure II.12 présente la macrographie de la tranche du disque (fig. II.6) après une attaque de type «blue etching». Cette macrographie met clairement en évidence le fibrage de la pièce dû au forgeage. Une analyse en microscopie optique montre que ce fibrage observé est en fait révélé par les hétérogénéités morphologiques des grains α_P (que nous précisons dans la suite).

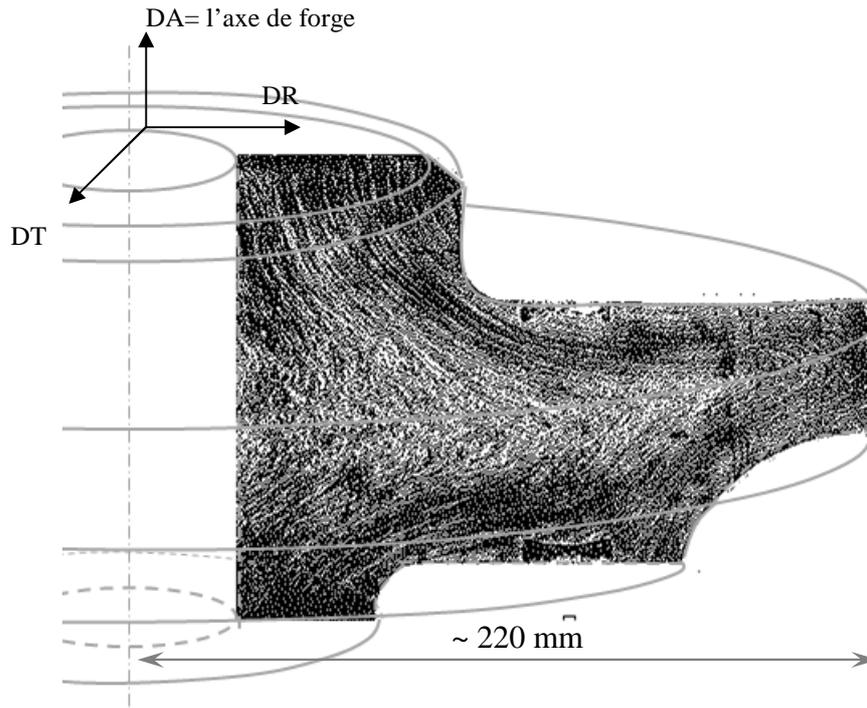


Figure II.12 La macrographie de la tranche après «blue etching» (post-traitement de l'image)

Pour une étude plus détaillée de la microstructure, des micrographies à plus fort grossissement ont été acquises à différents endroits de la partie gauche de cette section du disque (c'est-à-dire la partie centrale du disque). Par contre, l'attaque chimique par «blue etching» ne permet pas l'observation de la microstructure par microscopie optique ou électronique. Par conséquent, une nouvelle préparation de la surface de la pièce a été nécessaire.

Cette étude microstructurale a clairement mis en évidence :

- une évolution de la structure lamellaire α_S en allant de la surface du disque vers l'intérieur,
- des différences de morphologie des grains α_P entre le cœur du disque et les zones présentant un fibrage marqué (fig. II.12).

Evolution de la structure lamellaire α_S

On distingue 3 zones dans la région centrale du disque qui contiennent chacune une structure lamellaire caractéristique (fig. II.13):

- Dans la **zone A**, les lamelles α_S héritées de la transformation de phase sont très enchevêtrées (structure dite «en vannerie») ou parfois regroupées en sous-colonies formées par quelques lamelles parallèles. Les ex-grains β sont plutôt équiaxes, d'environ 50 à 100 μm de diamètre. L'épaisseur moyenne de ces lamelles α_S est au maximum de 1 μm (fig. II.13a). On note également l'absence de précipitations α_{GB} aux ex-joints de grains β . Cette zone s'étend de l'extrême surface du disque jusqu'à une profondeur de 10 mm (zone encadrée en rouge sur la fig. II.13). La partie inférieure du disque sur la figure II.13 fait cependant exception et présente en surface une structure lamellaire différente.

- Dans la **zone B**, les lamelles α_S sont organisées en vannerie et en colonies qui se développent à partir des joints de grains β/β (α_{WGB}) sur une largeur d'environ 50 μm . La taille des ex-grains β est toujours comprise entre 50 et 100 μm . On remarque la présence de liserés de phase α (α_{GB}) qui se sont formés aux joints des ex-grains β (fig. II.13 b). L'épaisseur moyenne

des lamelles α_S est au maximum de $1\mu\text{m}$. Cette zone s'étend sur environ 10 mm et représente une zone de transition de la microstructure entre la **zone A** et la **zone C**.

- Dans la **zone C**, les lamelles α_S sont majoritairement organisées en colonies (fig. II.13 c). L'épaisseur des lamelles dans cette zone est d'environ $1,5\mu\text{m}$, légèrement plus importante que dans les zones A et B. On remarque également une excroissance de quelques liserés α_{GB} .

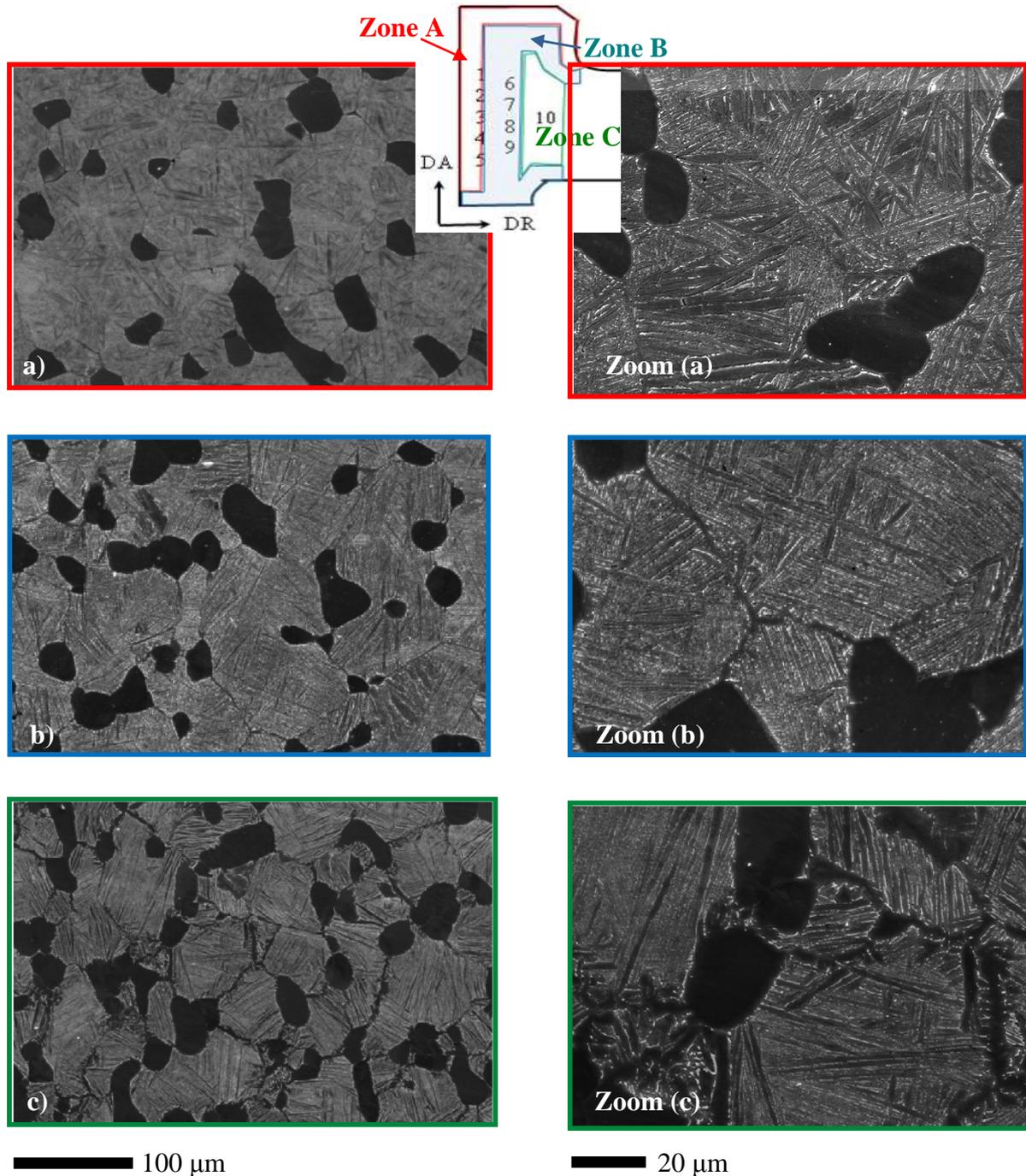


Figure II.13 Microstructures présentes au sein de la tranche

Distribution et morphologies des grains α_P

La fraction surfacique moyenne des grains α_P a été mesurée dans différentes localisations de la tranche. Cette valeur est égale à environ 20% pour chacune des zones A, B, C. On remarque une différence entre la fraction des grains α_P de la tranche par rapport à la fraction trouvée pour la zone morte analysée au § II.3.1 (30%). En rappelant que la 'tranche' et la 'zone morte' ont été prélevées dans des disques forgés différents, on peut supposer que le disque où la zone morte a été prélevée a été soumis à une température de forgeage légèrement inférieure à la température de forge de la tranche. Néanmoins, la fraction de grains α_P trouvée dans les deux cas se trouve dans les limites qui assurent un comportement mécanique optimal en service. La taille moyenne de ces grains α_P est d'environ 20 μm . Cependant leur morphologie et leur distribution varient en fonction de la région du disque considérée.

- Dans la région fortement déformée du disque (la région centrale contenant les zones 2, 3, 4, 7 et 8, voir fig. II.6), les grains α_P sont plutôt équiaxes, d'environ 20 μm et distribués de manière homogène dans la matrice lamellaire (voir fig. II.14a) ;
- Dans la région qui a subi une déformation intermédiaire (le reste de la région centrale, zones 1, 6, 10, 5 et 9), on trouve une alternance de bandes avec des grains α_P majoritairement allongés (environ 20 μm) ou équiaxes (environ 18 μm). Ces bandes suivent le fibrage révélé par l'attaque macrographique (fig. II.14b et II.6).

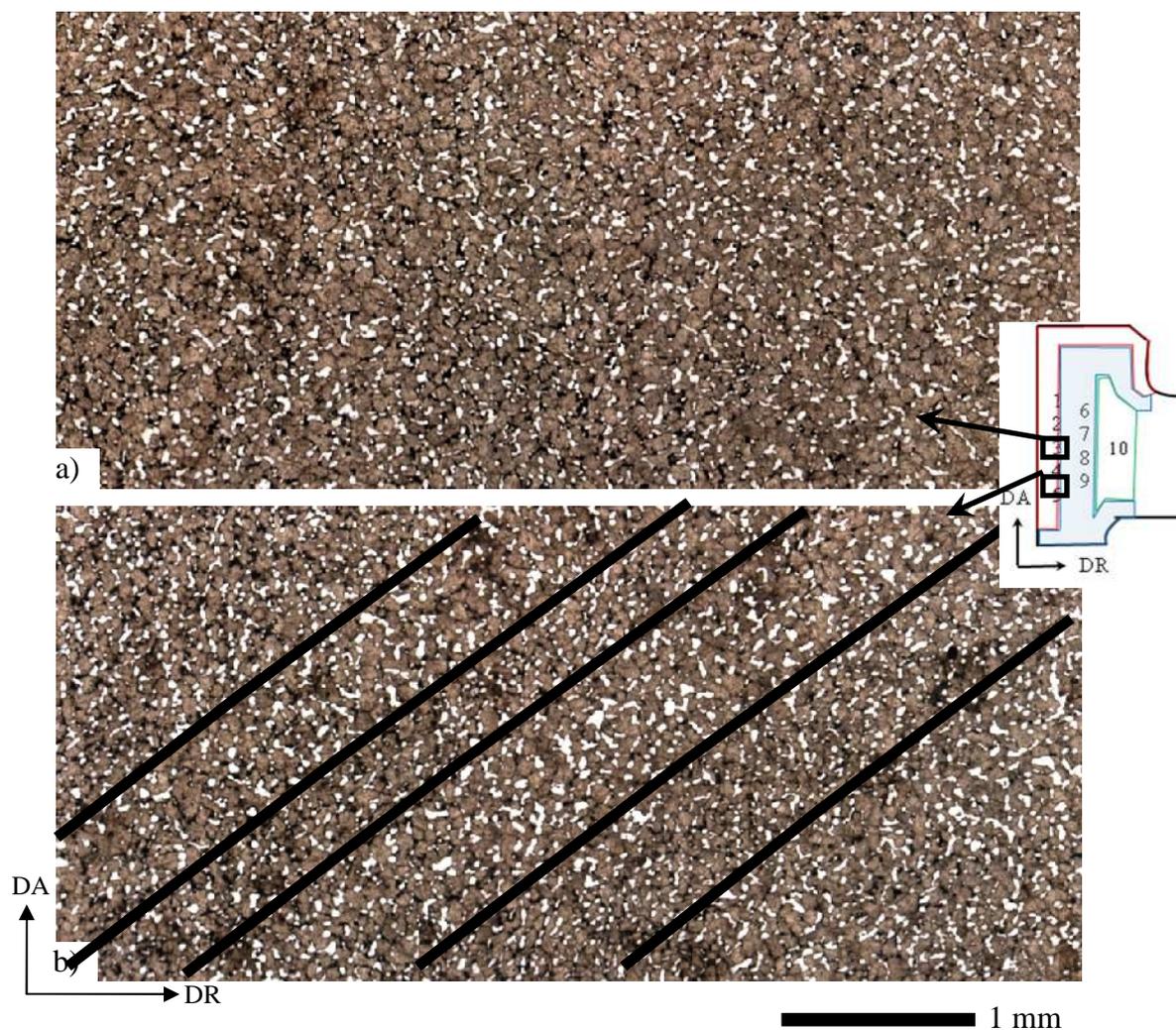


Figure II.14 Distribution et morphologie des grains α_P dans la tranche : a) zone de forte déformation, b) zone de déformation intermédiaire

Ainsi le fibrage observé par l'attaque macrographique reflète essentiellement la disposition des hétérogénéités de morphologie et de distribution des grains α_P .

II.3.3 Hétérogénéités de texture dans une tranche (DA-DR) d'un disque forgé

La texture locale de certaines régions a été caractérisée par EBSD, en distinguant lorsque c'est possible, la contribution des orientations des grains α_P et des lamelles α_S . Il s'agit en particulier, d'analyser la texture locale en relation avec la microstructure α_P/α_S d'une région fortement déformée par la forge (cas de la zone 3) et d'une région d'un niveau de déformation intermédiaire mais susceptible d'amorcer des fissures en service (cas de la zone 9, fig. II.6).

Notre objectif au travers de cette analyse de texture est double:

- (1) évaluer les hétérogénéités de texture en relation avec les hétérogénéités de microstructure dans de la pièce forgée
- (2) suivre l'évolution des macrozones initialement présentes dans la billette en vue de déduire l'efficacité du procédé de forge sur leur disparition progressive.

Deux types d'analyses EBSD ont été effectuées. Tout d'abord, nous avons réalisé des cartographies d'orientations sur des zones étendues avec un pas de déplacement moyen (15 μ m) afin de repérer les macrozones. Ensuite, ces données ont été complétées par des cartes EBSD localisées avec une résolution spatiale plus faible (1 μ m). Ces cartographies permettent de distinguer la contribution des grains α_P et des lamelles α_S dans les macrozones. Il est par ailleurs possible de calculer la texture β à haute température à partir de la phase α_S .

Texture dans une région de niveau de déformation intermédiaire susceptible d'amorcer des fissures en service

La figure II.15 présente le résultat de l'analyse EBSD réalisée sur une région de 29x7mm² incluant la zone 9 (région encadrée en noir fig. II. 15c). Nous avons utilisé la représentation standard détaillée au §II.3 pour visualiser les données d'orientations.

Le code de couleur de la cartographie d'orientations permet de mettre en évidence une hétérogénéité de distribution spatiale des orientations. En effet, on observe une alternance de bandes de couleurs différentes, inclinées d'un certain angle par rapport à DA. Chaque bande présente une texture locale marquée, très différente de celles des bandes voisines. Les bandes «rouges» présentent une forte concentration d'axes c dans la direction tangentielle DT. Des bandes avec des textures locales semblables étaient déjà présentes dans la billette (voir fig. II.10). La figure II.15d isole les pixels dont l'axe c est à moins de 30° de DT. On note ainsi que l'alignement de ces bandes 'rouges' suit le fibrage révélé par la macrostructure (voir fig. c et d).

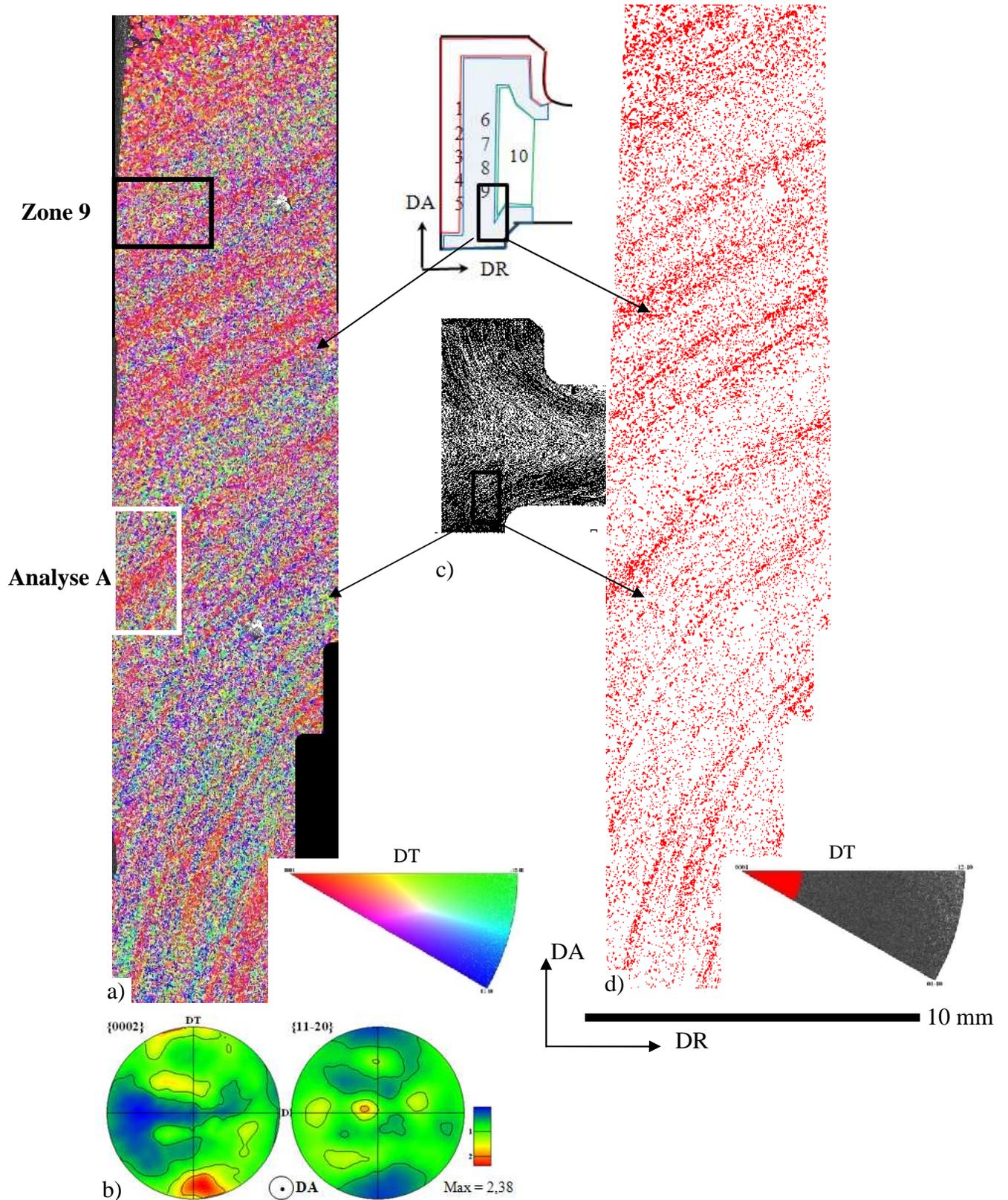


Figure II.15 Mise en évidence des hétérogénéités de texture dans la zone 9 à échelle mésoscopique :

- a) la cartographie d'orientations,
- b) figures de pôles $\{00.2\}$ et $\{11.0\}$ pour l'ensemble des orientations,
- c) l'emplacement de la mesure EBSD,
- d) visualisation des pixels dont les axes c se trouvent à moins de 30° par rapport à DT

Pour l'ensemble de la région analysée, la texture globale présente une composante de texture majoritaire telle que le pôle $\{00.2\}$ est proche de DT et qu'un pôle $\{11.0\}$ est proche de DA. Par rapport à la texture de l'échantillon A (proche de la texture de la billette de départ), on note une modification importante de texture (comparer fig. II.10b et fig. II.15b). En effet, la distribution des pôles $\{00.2\}$ et $\{11.0\}$ a changé. Par ailleurs, l'intensité de la texture est moins marquée comme le montre la dispersion plus importante des axes c autour des directions majoritaires. Néanmoins, la composante majoritaire avec des axes c dans DT est conservée. Nous verrons dans le chapitre IV que les grains présentant ces orientations particulières peuvent amorcer des fissures lors d'une sollicitation de type fatigue-dwell.

L'ensemble de ces observations suggèrent que les hétérogénéités de texture présentes avant forgeage persistent dans les régions subissant un niveau de déformation intermédiaire mais avec une intensité de texture réduite.

Pour analyser les hétérogénéités de texture présentes dans cette région en relation avec la microstructure bimodale, deux analyses EBSD complémentaires ont été réalisées avec une meilleure résolution spatiale (pas de déplacement du faisceau d'électrons: $1\ \mu\text{m}$). Les deux zones analysées sont représentées sur la figure II.15a. La zone encadrée en noir contient la zone 9 qui correspond à un site potentiel d'amorçage d'une fissure en service. La deuxième zone encadrée en blanc a été sélectionnée et analysée car elle contient deux régions avec des textures locales différentes et plus marquées que dans la zone 9. L'exploitation des deux analyses a conduit aux mêmes conclusions. Par conséquent, dans ce chapitre nous présentons uniquement les résultats des mesures EBSD dans la zone 9 (fig. II.16 et II.17). Les résultats obtenus pour la zone A sont présentés dans l'Annexe R1.

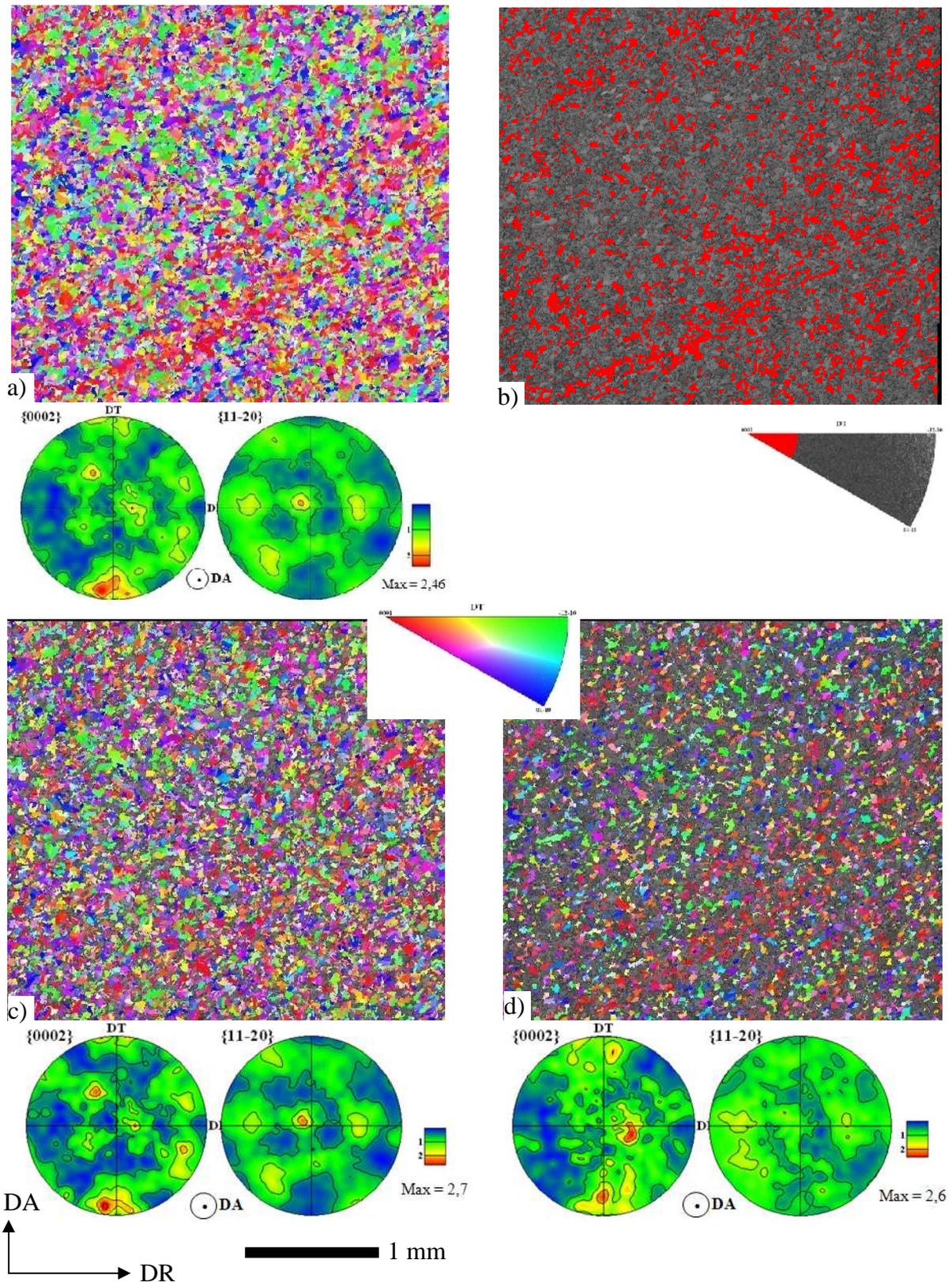


Figure II.16 Représentation de la texture dans la zone 9:

- a) cartographie d'orientations et figures de pôles de l'ensemble des données,
- b) visualisation des pixels dont les axes c se trouvent à moins de 30° par rapport à DT,
- c) microtexture et texture locale des grains α_s ,
- d) microtexture et texture locale des grains α_p .

En distinguant sur la cartographie d'orientations, les lamelles α_S (fig. II.16c) et les grains α_P (fig. II.16d), il apparaît clairement que les agglomérats ayant les axes c à moins de 30° de DT (formant les bandes rouges) correspondent majoritairement à des grains α_P . Certaines lamelles α_S ont également leur axes c à moins de 30° de DT mais elles se répartissent de façon homogène sur l'ensemble de la surface analysée. On peut d'ailleurs préciser que dans un environnement proche, les lamelles enchevêtrées ou regroupées en sous-colonies de quelques lamelles parallèles correspondent souvent à des variantes cristallographiques différentes et donc contribuent localement à réduire la texture locale. Au contraire les lamelles regroupées en colonies correspondent toutes à une même variante cristallographique et peuvent localement renforcer la texture locale (en particulier au sein des bandes «rouges»).

Les orientations α_S ont ensuite été exploitées pour évaluer la microtexture de la phase β haute température (suivant la méthodologie décrite dans Annexe M3). La figure II.17 présente la cartographie d'orientations de la phase β

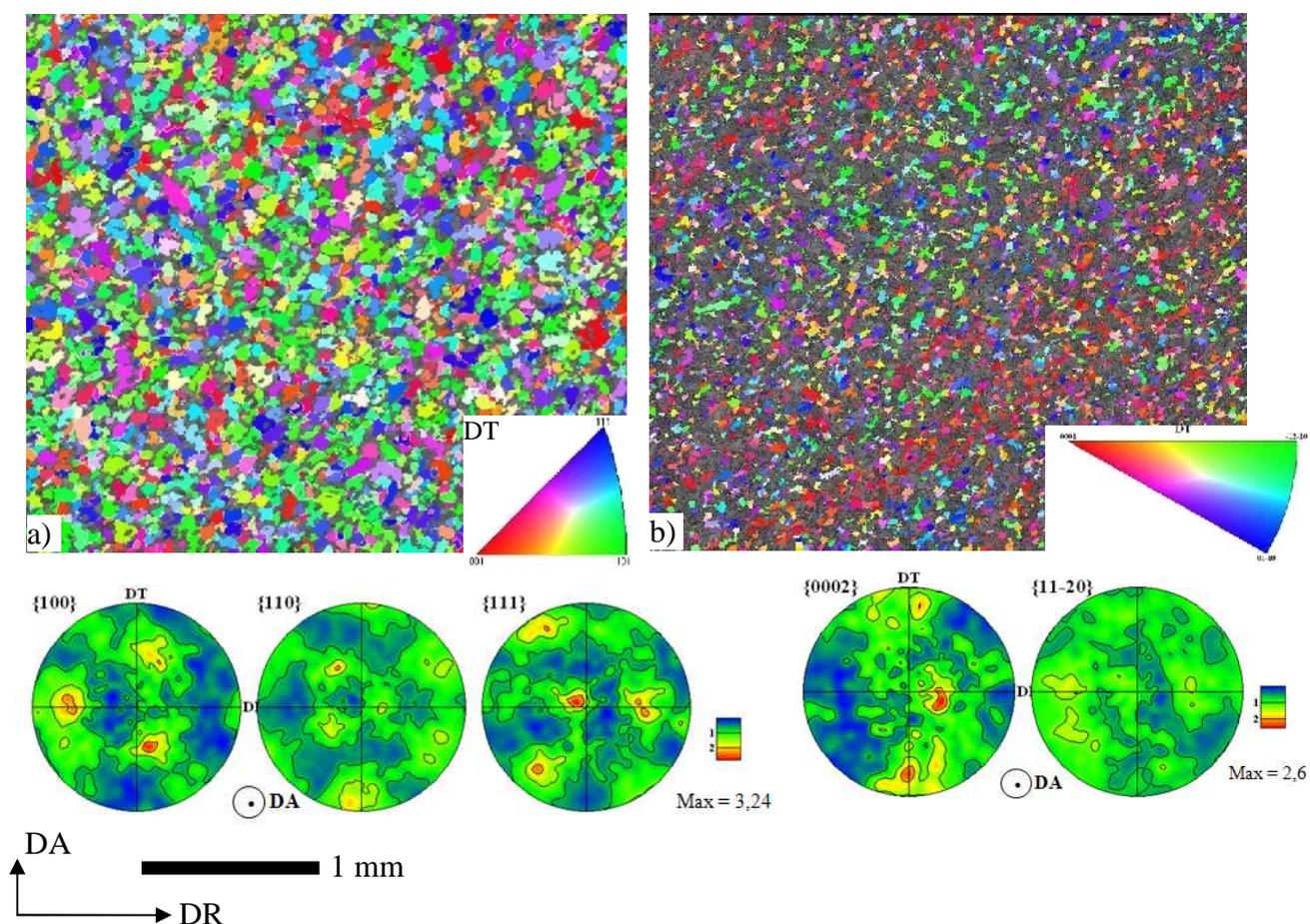


Figure II.17 Microtexture de la phase β recalculee à partir de la microtexture α_S

- a) microtexture β recalculee et texture globale
b) microtexture et texture locale des grains α_P

La couleur de chaque pixel de la carte représente l'orientation de la direction macroscopique DT dans le repere du cristal, suivant le code de couleur du triangle standard. Les joints des grains faiblement désorientés ($< 15^\circ$) sont représentés en noir et ceux fortement désorientés ($> 15^\circ$) en blanc. Les textures β correspondantes sont représentées par les figures de poles $\{100\}$, $\{110\}$ et $\{111\}$ dans le plan (DT-DR) (DA au centre des figures de poles).

L'analyse de la phase β parente dans les deux zones (zone 9 - fig.II.17 et Analyse A-annexe R1) montre que dans une bande texturée, les grains β sont plus ou moins équiaxes avec une taille entre 50 à 100 μm (ce qui est cohérent avec la taille des ex-grains β révélés par le liséré α_{GB} sur les micrographies optiques). Même si on remarque une grande dispersion d'orientations des grains β , on retrouve souvent une orientation β majoritaire au sein des bandes fortement texturées (voir aussi Annexe R1). Par ailleurs, au sein de ces bandes, le pôle $\{00.2\}_{\alpha\text{p}}$ de plus forte intensité pointe toujours dans la même direction macroscopique qu'un des pôles $\{110\}_{\beta}$ de plus forte intensité. Ceci signifie qu'il existe toujours un couplage entre les orientations des grains α_{p} et les grains β . En fait, au début du procédé de forge de la billette, la phase α_{p} (alors de morphologie lamellaire très grossière) est en relation d'orientation avec la matrice β environnante. Les différentes étapes de déformation dans le domaine α/β de la billette puis du disque, devraient progressivement faire disparaître cette relation d'orientation. Cependant dans certaines zones, le parallélisme entre les plans denses est conservé en moyenne [Germain 2005a]. Cela a des conséquences sur la microtexture $\alpha_{\text{p}}/\alpha_{\text{s}}$ à température ambiante. En effet, du fait de la relation de Burgers lors de la transformation $\beta \rightarrow \alpha_{\text{s}}$, les lamelles α_{s} pourront potentiellement avoir l'axe c dans la même direction macroscopique que les grains α_{p} . Si de plus, les conditions de transformation sont propices pour une organisation en colonies des lamelles, cela pourrait favoriser la formation d'agglomérats des grains α_{p} et de lamelles α_{s} ayant des axes c faiblement désorientés [Humbert 2006].

Texture dans une région fortement déformée

Une analyse EBSD similaire à celle effectuée au voisinage de la zone 9 a été effectuée au voisinage de la zone 3. On rappelle que cette zone a été repérée sur la tranche car elle correspond à la zone la plus fortement sollicitée en service.

La figure II.18 présente le résultat de l'analyse EBSD réalisée sur une région de $18 \times 13 \text{mm}^2$ incluant la zone 3 (rectangle blanc). Nous avons utilisé la représentation standard détaillée au §II.3 pour visualiser les données d'orientations. Le code de couleur de la cartographie d'orientations met en évidence une distribution aléatoire des orientations. La figure II.18c isole les orientations dont l'axe c est à moins de 30° de DT. La distribution de ces orientations est plus homogène que dans la région de déformation intermédiaire (voir fig. 15d et fig. 18c).

La texture globale est moins marquée que dans le cas de la zone 9 (fig.II.15b). Elle est proche d'une texture isotrope avec des densités d'orientations maximales pour les deux figures de pôles de 1,6. Ainsi dans cette région, les textures globale et locale ont été fortement modifiées par les étapes de forge dans le domaine α/β . En particulier, le procédé de forge a permis de détruire les macrozones.

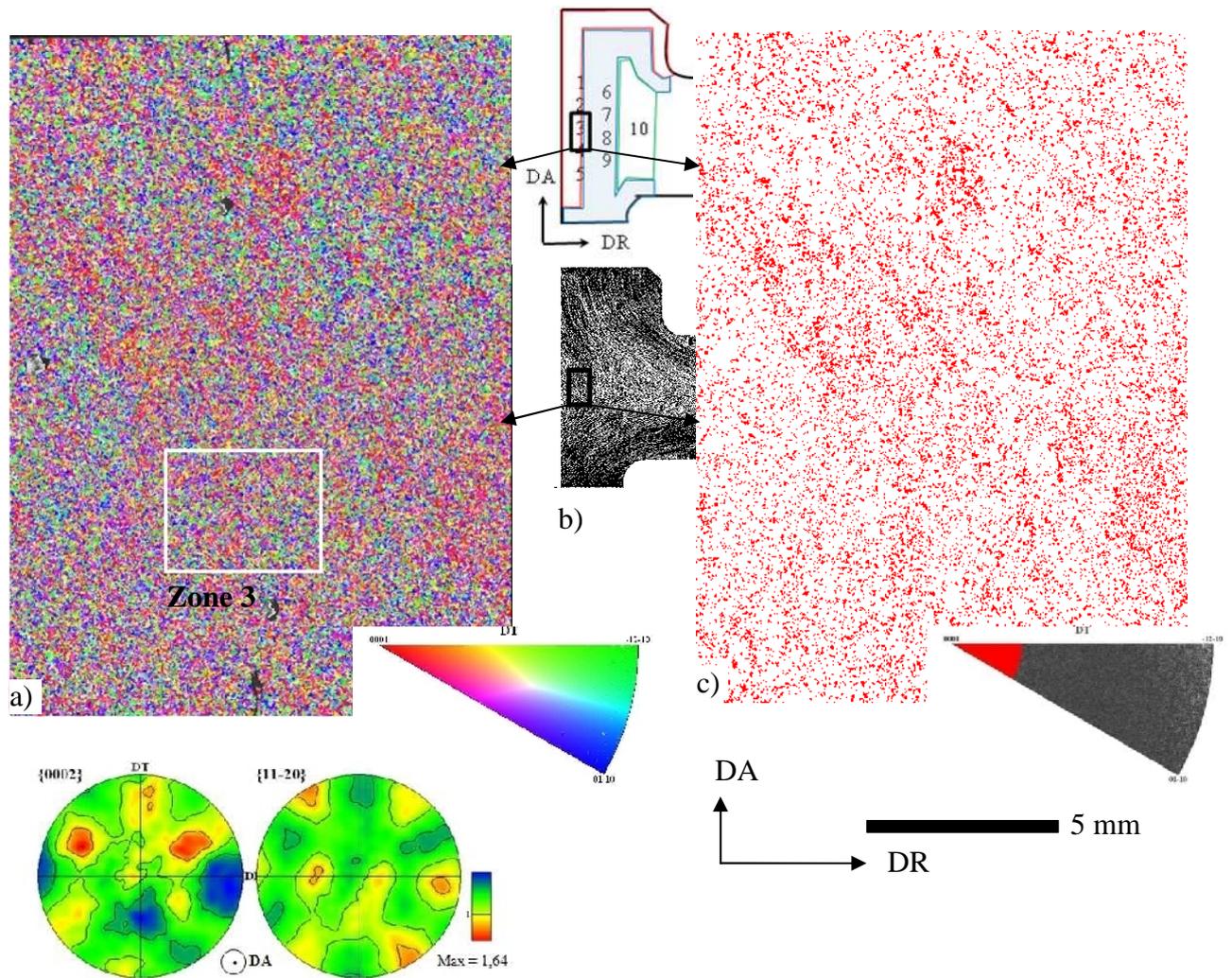


Figure II.18 Mise en évidence des hétérogénéités de texture dans la zone 3 à une échelle mésoscopique :

- a) la cartographie d'orientations et figures de pôles {00.2} et {11.0} de l'ensemble des données,
- b) l'emplacement de la mesure EBSD,
- c) visualisation des pixels dont les axes c se trouvent à moins de 30° par rapport à DT.

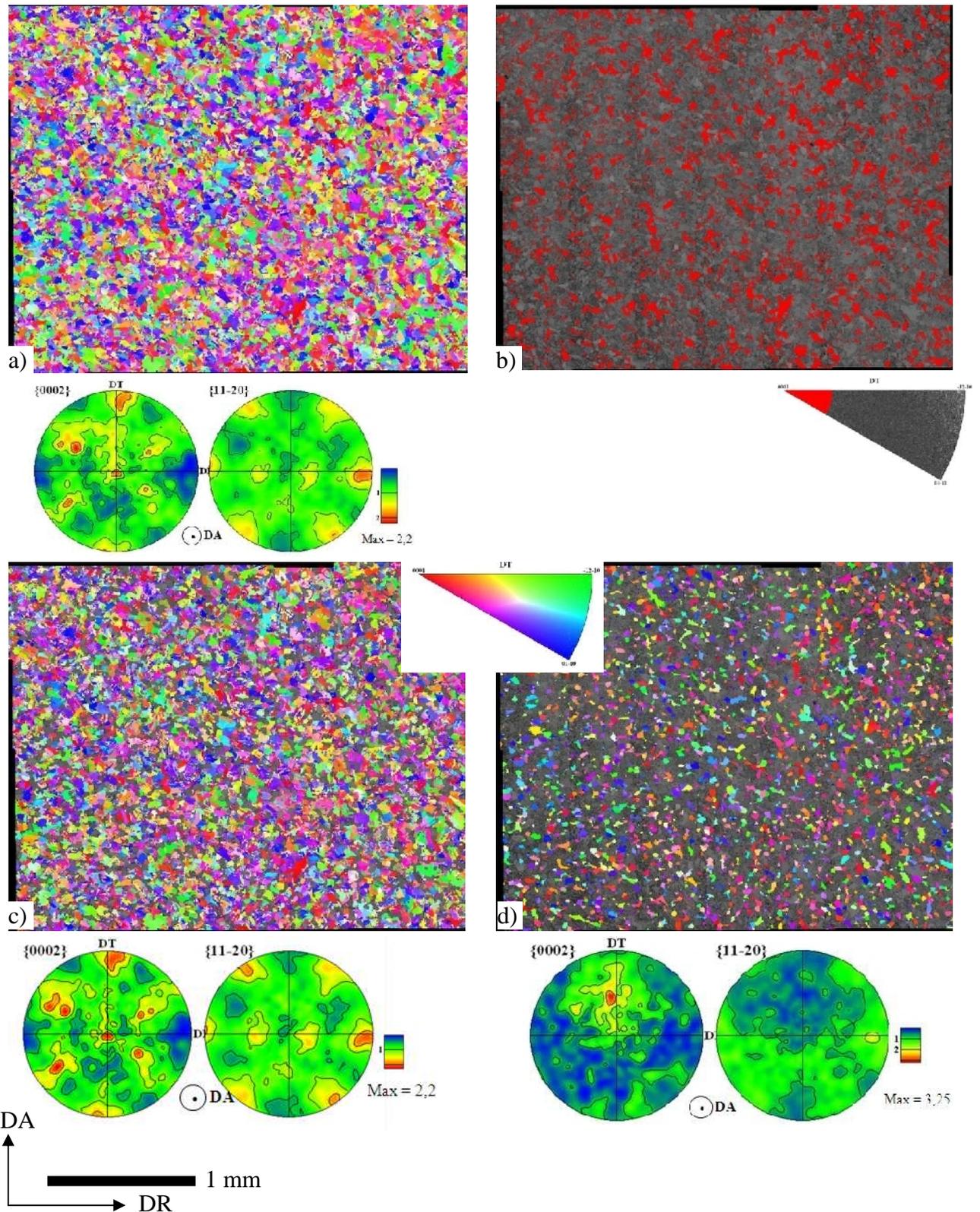


Figure II.19 Analyse de la texture dans la zone 3 :

- a) cartographie d'orientations et figures de pôles $\{00.2\}$ et $\{11.0\}$ de l'ensemble des données,
- b) visualisation des pixels dont les axes c se trouvent à moins de 30° par rapport à DT,
- c) microtexture et texture locale des lamelles α_S ,
- d) microtexture et texture locale des grains α_P .

Une analyse EBSD avec une résolution spatiale plus élevée (pas de déplacement du faisceau d'électrons : 1 μm) a été réalisée sur une zone de taille réduite, représentée par le cadre en blanc sur la figure II.18a. Cette analyse doit permettre de mieux comprendre la formation de cette texture peu marquée en relation avec la microstructure α_p/α_s (fig. II.19).

La texture fig. II.19a est légèrement plus marquée que celle fig. II.18a. On distingue clairement six pôles $\{00.2\}$ dont un proche de DT. Les grains dont l'axe c est à moins de 30° de DT sont représentés en rouge sur la figure II.19.b. La contribution des grains α_p et des lamelles α_s à la formation de la texture locale peut être déduite des cartographies d'orientations α_p/α_s (fig. II.19c et d). Il est intéressant de noter que les six pôles $\{00.2\}$ de la texture globale (fig. II.19a) sont dus aux lamelles α_s et non aux grains α_p (fig. II.19c et d). En effet, les grains α_p présentent un pôle $\{00.2\}$ majoritaire à 45° de DA dans le plan DT-DA. Le code de couleur de la carte des orientations α_p n'est pas approprié dans ce cas pour révéler cette composante majoritaire. Dans cette zone, on ne remarque pas de forte concentration de grains α_p ayant l'axe c proche de DT. Par ailleurs, les différentes orientations des lamelles α_s sont spatialement distribuées de façon homogène. On constate que les lamelles voisines correspondent à des variants cristallographiques différents (fig. II.19c), comme souvent observé dans le cas d'une microstructure en vannerie (observée dans cette zone – fig. II.13).

Il y a donc, deux éléments qui conduisent à la formation d'une texture moins marquée dans la zone la plus déformée du disque :

- les grains α_p et les lamelles α_s ont des composantes de texture majoritaires différentes
- les lamelles α_s voisines organisées en vannerie présentent des orientations cristallographiques différentes, correspondant à différents variants cristallographiques.

A nouveau la microtexture de la phase β a été déduite à partir des orientations des lamelles α_s héritées (figure II.20). On retrouve les mêmes tendances que celles observées pour la zone 9. Ainsi, les grains β sont plus ou moins équiaxes avec une taille entre 50 à 100 μm et présentent des orientations dispersées autour d'une orientation majoritaire (fig. II.20a). On note une rotation d'environ 30° autour de DT entre l'orientation majoritaire observée dans la zone 9 et zone 3 (voir fig. II.17a et 20a). Cependant, nous n'observons plus de couplage entre les figures de pôles $\{110\}_\beta$ et $\{00.2\}_{\alpha_p}$. La forte déformation par forgeage a effacé le couplage d'orientation entre les grains α_p et β . En outre, lors du refroidissement, la phase β se transforme en lamelles α_s avec respect des relations de Burgers (on peut comparer la figure de pôles $\{110\}_\beta$ – fig. II.20a – et la figure de pôles $\{00.2\}_{\alpha_s}$ – fig. 19c). Par conséquent la phase α_s ne présente plus d'orientations proches des orientations de la phase α_p . Puisque dans cette région, les lamelles sont enchevêtrées, on obtient des variantes cristallographiques différentes. Donc, les hétérogénéités de texture sont fortement réduites voire supprimées.

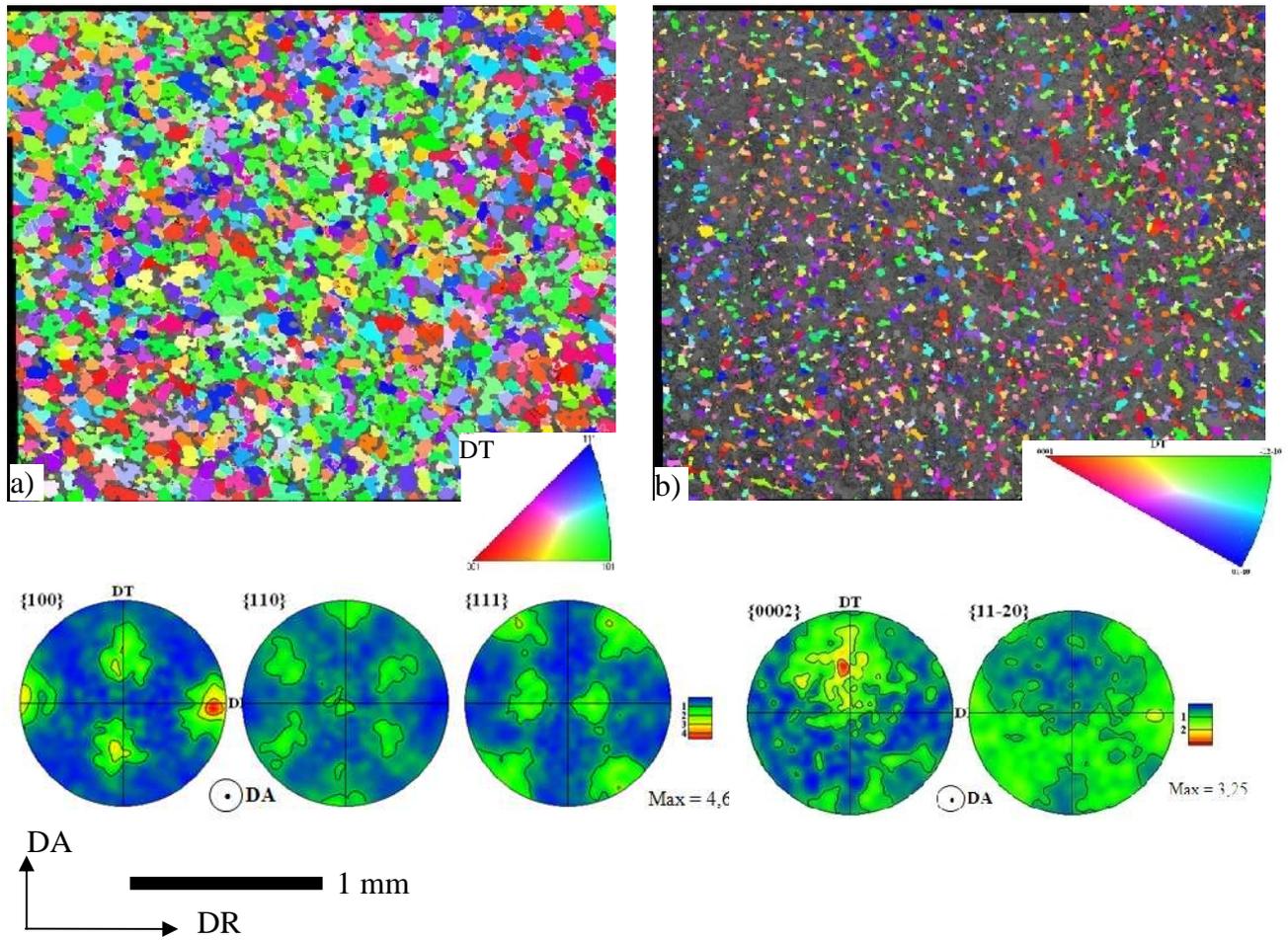


Figure II.20 La microtexture de la phase β recalculée à partir de la microtexture α_s
 a) microtexture β recalculée et texture globale,
 b) microtexture et texture locale des grains α_p .

II.4 Discussions

II.4.1 Hétérogénéités de texture et de microstructure α_P/α_S au sein d'un disque forgé

Les analyses microstructurales effectuées au sein de disques forgés montrent qu'on peut distinguer deux types d'hétérogénéités :

- 1) des hétérogénéités de microstructure et de texture, essentiellement liées aux nodules α_P et qui peuvent être renforcées ou atténuées par les lamelles α_S suivant leur organisation en colonies ou en vannerie.
- 2) des hétérogénéités dans la microstructure lamellaire α_S héritée de la transformation de la phase β lors du dernier traitement thermique dans le domaine α/β du disque forgé et usiné.

1) Hétérogénéités de microstructure et de texture essentiellement liées aux nodules α_P

Notre étude a montré que la microstructure et la texture locale des grains α_P (représentant environ 20% à 30% de la microstructure bimodale) varient de façon significative au sein d'un disque forgé. Dans les zones les moins déformées du disque (zone morte), on identifie une alternance de macrozones allongées suivant DA contenant majoritairement soit des grains α_P allongés soit équiaxes (fig. II.9a). Dans ces régions, les grains α_P (et souvent les lamelles α_S) présentent une texture marquée, différentes d'une région à une autre (fig. II.10). Ces régions sont de forme cylindrique, de diamètre variant entre 0,2 et 0,8 mm et légèrement inclinées par rapport à DA. Ces hétérogénéités sont typiques de celles présentes dans une billette.

La géométrie et l'arrangement de ces macrozones, ainsi que les intensités de texture évoluent en fonction du taux de déformation locale subi par les différentes régions du disque. En effet, le matriçage suivant la direction axiale de la billette tend à incliner ces zones et en une moindre mesure à réduire les intensités de texture (fig. II.11 et fig. II.15). Par contre, au cœur du disque, au sein des régions les plus déformées, cette structure en bandes a été détruite. Les grains α_P sont majoritairement équiaxes avec une distribution homogène des orientations et des textures locales peu marquées (fig. II.18).

Pour analyser ces résultats, il est intéressant de rappeler certains résultats de la littérature. En effet, des travaux antérieurs [Germain 2005b, Germain 2008] ont permis de caractériser en détail les hétérogénéités de microstructure et de texture présentes dans une billette en IMI 834. Il a été montré qu'une macrozone est constituée

- (i) de grains α_P tels que leurs axes c partagent en moyenne la même direction macroscopique avec plus ou moins de dispersion et
- (ii) des colonies α_S orientées suivant différentes composantes de texture mais avec la composante majoritaire se superposant à la composante unique des grains α_P [Germain 2005b].

Des études complémentaires ont permis de comprendre la formation de ces macrozones, en particulier lors des étapes de compression/recuit dans le domaine α/β . Ces étapes ont pour but de former une microstructure bimodale à partir d'une structure initiale lamellaire grossière [Germain 2008].

Ainsi, le fait que les grains α_P présentent une composante de texture unique à l'intérieur d'une macrozone est expliqué par trois phénomènes : (a) les lamelles d'une même colonie vont se déformer de la même façon ; (b) la déformation de la structure hexagonale mène à un nombre limité de composantes de texture ; (c) la globularisation de la phase α_P produit très peu d'orientations nouvelles mais disperse les orientations autour de la composante majoritaire.

La texture marquée des colonies α_S (renforçant la texture globale) est liée à deux phénomènes. (a) Initialement, les lamelles grossières α_P voisines sont en relation de Burgers avec la matrice β environnante. Malgré la déformation dans le domaine α/β , ces relations d'orientation peuvent être conservées (avec cependant une dispersion importante) ou le parallélisme entre plans denses $\{00.2\}_{\alpha_P}/\{110\}_{\beta}$ peut être maintenu. (b) En fonction des conditions de transformation, les colonies α_S dont les axes c sont proches de ceux des grains α_P voisins vont se développer préférentiellement par un mécanisme de sélection de variantes [Humbert 2006].

Dans la présente étude, nous avons montré que dans les zones peu déformées des disques forgés, les macrozones persistent. Leurs caractéristiques sont tout à fait semblables à celles mises en évidence dans une billette par Germain [Germain 2005b]. Par contre dans les zones les plus déformées, au cœur du disque, il a été trouvé qu'un forgeage additionnel dans le domaine α/β mais à 90° de l'axe de forge des billettes (contre -forge) mène à la disparition des macrozones. Deux causes sont à l'origine de ce résultat :

- (i) Lors de la contre-forge dans le domaine α/β , les grains α_P allongés se déforment et poursuivent leur processus de globularisation pour former des grains équiaxes. Le parallélisme entre plans denses $\{00.2\}_{\alpha_P}/\{110\}_{\beta}$ est progressivement altéré (fig. II.20). Cela entraîne certainement la dispersion des orientations des grains α_P autour de leur composante de texture unique (et donc à réduire leur intensité de texture locale).
- (ii) Par conséquent, lors du refroidissement, les lamelles α_S héritées de la transformation de phase $\beta \rightarrow \alpha_S$ génèrent des orientations différentes de celles des grains α_P . De plus, comme nous le détaillons dans le paragraphe suivant, dans certaines régions du disque, les lamelles voisines sont majoritairement enchevêtrées et correspondent souvent à des variantes cristallographiques différentes (fig. II.19c). Cette organisation des lamelles α_S contribue ainsi à une distribution plus homogène des orientations de la phase α .

2) Hétérogénéités dans la microstructure lamellaire α_S héritée de la transformation de la phase β

Notre étude a également montré que la microstructure lamellaire α_S présente entre la surface et le cœur du disque, une évolution dans l'organisation et l'épaisseur des lamelles. Près de la surface en contact avec le liquide de trempe, les lamelles sont plus fines ($1 \mu\text{m}$ d'épaisseur au maximum) et enchevêtrées (fig. II.13a). Par contre, plus en profondeur, les lamelles sont plus grossières et organisées en colonies avec progressivement la présence de précipitation α_{GB} aux ex-joints de grains β (Fig. II.13b,c).

La texture locale des lamelles α_S , dans une zone de déformation intermédiaire et dans une zone fortement déformée, est peu marquée (voir fig. II.16c et II.19c). Elle présente les mêmes composantes de texture dans les deux cas, avec une rotation de 30° autour de DT. Dans le cas des lamelles organisées plutôt en colonies (zone 9), la texture des lamelles α_S contribue à un renforcement de la texture locale par une superposition avec les composants majoritaires des grains α_P . Dans le cas de la microstructure organisée en vannerie (zone 3- fortement déformée), les pôles majoritaires de la texture globale (visibles sur les figures de pôles fig. II.19a) sont dus aux lamelles α_S . De plus, la texture des grains α_P présente une composante de texture différente des composantes majoritaires des lamelles α_S .

Ces lamelles α_S sont issues de la transformation de la phase β suite au dernier traitement thermique dans le domaine α/β du disque forgé et usiné. Ces hétérogénéités microstructurales α_S

peuvent donc majoritairement être attribuées à des différences de vitesse de refroidissement locale entre le cœur et la surface du disque.

L'influence de la vitesse de refroidissement sur la microstructure héritée de la transformation $\beta \rightarrow \alpha_S$ a fait l'objet de plusieurs études [Angelier 1997, Teixeira 2007, Bein 1995, Sansoz 2003]. Ces études montrent qu'une vitesse de refroidissement de 3 à 0,04 °C/s (dans le cas du β -cez [Angelier 1997]) conduit à des lamelles enchevêtrées. Avec des vitesses de refroidissement plus lentes (0,003 °C/s pour le Ti6242 [Sansoz 2003]), on favorise progressivement :

- la formation de lamelles plus épaisses, organisées en colonies qui se développent majoritairement à partir des ex-joints de grains β (α_{wGB}) et,
- la formation d'un liseré α_{GB} qui décore les ex-joints de grains β .

Dans la littérature, on décrit souvent la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ du titane par un mécanisme de germination correspondant à un cisaillement de la phase mère, sans diffusion d'atomes sur de longues distances (caractère d'une transformation martensitique). Pourtant, en fonction de la composition de l'alliage et de la vitesse de refroidissement, la croissance peut être thermiquement activée et contrôlée par la diffusion des éléments d'addition. En fait, la vitesse de refroidissement va influencer la phase de germination et de croissance.

Avec une vitesse de refroidissement lente, la température de début de transformation est plus élevée et par conséquent la force motrice de transformation est faible. On favorise alors un processus de germination hétérogène aux joints de grains β/β . Par ailleurs, la diffusion des éléments d'addition favorise la croissance des lamelles.

Inversement, avec une vitesse de refroidissement plus rapide, la température de début de transformation est abaissée. La force motrice de transformation augmente et la taille critique d'un germe stable diminue. Par conséquent, la germination intragranulaire de lamelles est favorisée, conduisant à la formation de lamelles enchevêtrées. L'épaisseur des lamelles est fine du fait de la vitesse de refroidissement qui limite leur croissance.

Cependant, la vitesse de refroidissement n'est pas le seul paramètre du traitement thermique (ou thermomécanique) qui influence la microstructure de transformation. En effet, l'état métallurgique des phases en présence va également influencer les conditions de germination et de croissance : en particulier, la taille et la morphologie des grains β , la nature des joints de grains β/β et α_P/β et bien sur, la présence de défauts [Champin 1982, Gey 1996, Lütjering 1998]. Par exemple, Germain et al [Germain 2008] a montré qu'au sein des macrozones, les grains α_P et β dont les plans denses sont parallèles, favorisent au refroidissement la formation de colonies α_{wGB} avec de faibles désorientations avec le grain α_P .

L'évolution de la microstructure lamellaire α_S observée au sein des disques forgés est en accord avec les résultats de la littérature. Ainsi, plus près de la surface extérieure de la pièce, la microstructure α_S est fine et enchevêtrée en raison de la vitesse de refroidissement rapide. Plus on se situe à l'intérieur de la pièce, plus la vitesse de refroidissement est lente et donc, les lamelles sont plus épaisses et organisées en colonies. Par ailleurs, les colonies α_{wGB} présentent souvent de faibles désorientations avec les grains α_P et peuvent ainsi contribuer à renforcer la texture locale.

II.4.2 Influence de ces hétérogénéités sur le comportement en service des disques

L'analyse du disque forgé a mis en évidence une forte hétérogénéité de microstructure et de texture de la structure bimodale α_p/α_s entre différentes régions du disque, en fonction du taux de déformation et de la vitesse de refroidissement locale.

Idéalement, au sein d'un disque forgé en alliage de titane à vocation aéronautique on cherche à obtenir une microstructure bimodale constituée de grains α_p équiaxes et de lamelles α_s organisées plutôt en vannerie. De nombreux travaux rapportent que cette microstructure combine les avantages [Neal 1988, Lütjering 1999] :

- d'une microstructure 100% lamellaire (excellente résistance au fluage, ténacité importante, résistance à la propagation des fissures [Evans 1977, Lee 2004])
- d'une microstructure équiaxe (bonne tenue en fatigue, bonne limite d'élasticité)

Il semble que les propriétés optimales soient obtenues lorsque la microstructure est constituée de 15% grains α_p distribués de manière homogène dans une matrice lamellaire enchevêtrée [Neal 1985, Gorman 2001] (fig. II.21).

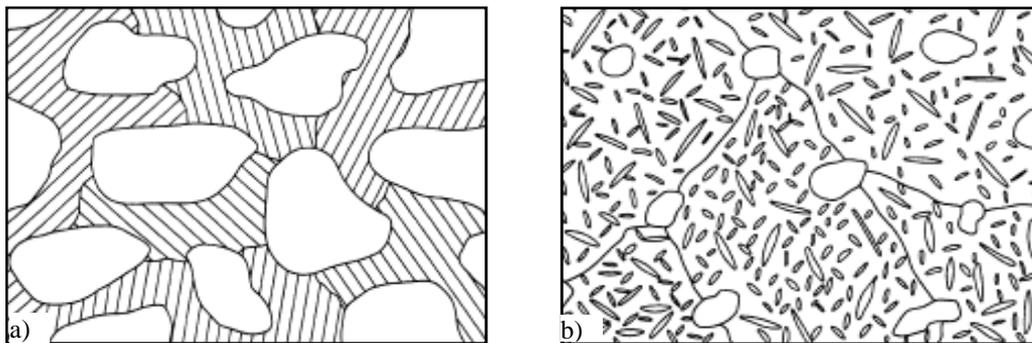


Figure II.21 Représentation schématique d'une microstructure qui est susceptible d'être sensible au fatigue-dwell (a) et d'une microstructure moins sensible au phénomène fatigue-dwell (b) [Gorman 2001]

Cependant, ces résultats sont souvent obtenus à partir d'échantillons de laboratoire et ne prennent pas en compte les effets de variation de la texture locale et de la microstructure bimodale comme il peut en exister dans un disque forgé. Ces hétérogénéités de texture et de microstructure peuvent modifier les propriétés mécaniques d'une région à une autre du disque. En particulier elles peuvent avoir une influence importante sur les mécanismes d'endommagement en fatigue-dwell à chaud et surtout à froid en accentuant la sensibilité des alliages à l'effet dwell (voir § I.2). L'expérience acquise sur les disques en service (essentiellement à partir de tests réalisés sur bancs d'essais) montre qu'effectivement certaines zones des disques présentent des risques de rupture. Ces zones sont souvent localisées au cœur du disque mais ne correspondent pas forcément aux zones les plus sollicitées en service. Inversement, les zones plus sollicitées en service ne présentent pas de fissures. L'analyse microstructurale que nous avons réalisée sur un disque montre clairement des différences de microstructure et de texture entre ces deux zones.

Les zones à fort risque de rupture correspondent à des zones ayant subi un niveau de déformation lors de la mise en forme qualifié d'« intermédiaire » dans ce travail (voir zone 9, fig.

II.6). Dans ces zones, on observe la présence d'hétérogénéités de texture (fig. II.15, II.16 et II.17). L'analyse de la texture dans cette zone a permis de montrer que les agglomérats de grains ayant les axes c à moins de 30° de DT correspondent majoritairement à des grains α_P ³. Certaines lamelles α_S ont également cette caractéristique mais elles ont une répartition plus homogène (fig. II.16c). Les lamelles α_S sont organisées en vannerie et en colonies qui se développent à partir des joints des ex-grains β/β (α_{WGB}). La présence de lisérés de la phase α (α_{GB}) qui se sont formés aux joints des ex-grains β est remarquée (fig. II.13b).

Les zones les plus fortement sollicitées en service (zone 3, fig. II.6) ne présentent pourtant pas de fissures (si le procédé de forge a été optimisé). Ces zones correspondent aux zones les plus déformées lors du forgeage. Dans ces zones, la distribution des orientations α_P/α_S est homogène (fig. II.18). La texture des grains α_P est souvent peu marquée en raison de la forte dispersion autour d'un pôle majoritaire (fig. II.19d). Par ailleurs, les lamelles α_S sont enchevêtrées et correspondent souvent à des variantes cristallographiques différentes ce qui conduit à des textures locales peu marquées. Les grains ayant leur axe c à moins de 30° de DT sont principalement des lamelles distribuées de manière homogène (fig. II.19b).

Ainsi, nous pouvons conclure que deux caractéristiques microstructurales semblent conduire à une faible tenue en service de certaines régions:

- la présence d'hétérogénéités de texture (macrozone) souvent couplées à la présence d'agglomérats de grains α_P allongés
- la présence de lamelles α_S plus épaisses et organisées en colonies.

Différents travaux de la littérature rapportent l'influence de la microstructure lamellaire sur les propriétés en fatigue-dwell. Ainsi, une microstructure en colonies α subit un effet « dwell » prononcé alors qu'une microstructure de type enchevêtré ne montre pas un taux de croissance de la fissure important en fatigue pour une sollicitation de type fatigue-dwell [Song 1988].

Concernant l'influence de la texture, Bache [Bache 2003] a montré que lors des cycles de fatigue et de fatigue-dwell à froid d'alliages de titane de microstructure bimodale, l'amorçage de la fissure a lieu dans les grains α_P ayant l'axe c proche de la direction de sollicitation. Cette orientation particulière est propice à l'amorçage de fissure par quasi-clivage [Bache 2003, Bridier 2006, Sinha 2007, Dunne 2008]. Le dernier chapitre de cette thèse est d'ailleurs consacré à une étude détaillée de l'influence de la texture locale sur les propriétés en fatigue-dwell de l'alliage étudié. Les résultats de cette étude confirment que les grains α_P avec les axes c proches de la direction de sollicitation sont à l'origine de l'amorçage de la fissure. Si en plus le site d'amorçage se situe dans une macrozone constituée des agglomérats de grains α_P et des lamelles α_S en colonies, la propagation de la fissure est favorisée (voir chapitre IV, [Uta 2009]).

Ainsi, le risque élevé de rupture dans certaines régions du disque (qui ne correspondent pourtant pas aux régions les plus sollicitées en service) peut principalement être attribué à la présence de cette texture particulière de la phase α_P (agglomérat de grains ayant des axes c à moins de 30° de DT). Le risque de rupture est accentué par la présence des colonies de lamelles α_S qui présentent la même composante de texture majoritaire que la texture α_P .

Différents brevets [Gorman 2001] ont d'ailleurs déjà été déposés dans l'objectif de décrire les microstructures idéales pour avoir des propriétés en fatigue-dwell améliorées. Une

³ On rappelle que les sollicitations des disques en service sont complexes. Dans notre étude, nous nous sommes en particulier focalisés sur l'influence de la contrainte tangentielle. C'est pourquoi, on s'intéresse en particulier à la distribution des orientations de la phase α autour de cette direction (DT) du disque.

microstructure qui assurerait un comportement mécanique optimal en fatigue-dwell doit contenir des grains α_P équiaxes distribués de manière homogène dans une matrice de lamelles très fines (voir fig. II.21). La fraction volumique α_P doit être comprise entre 10 et 30%. Cependant on peut regretter que dans ces travaux, la texture locale n'est pas abordée alors qu'elle influence fortement le comportement en fatigue-dwell.

Références

- [Angelier 1997] C. Angelier, S. Bein, J. Béchet, Metallurgical and Materials Transactions, 28A, 1997, p. 2467
- [Bache 2003] M. R. Bache, International Journal of Fatigue, 25, 2003, p 1079
- [Bein 1995] S. Bein, J. Bechet, Proceedings of the Eighth World Conference on Titanium, Birmingham, UK, The Institute of Materials, 1996, p. 2353.
- [Bieler 2005] T. Bieler, R. L. Goetz, S. L. Semiatin, Materials Science and Engineering A, 405, 2005, p. 201
- [Bridier 2006] F. Bridier, Thèse de doctorat, Université de Poitiers, 2006
- [Champin 1982] B. Champin, Traitement Thermique, 163, 1982, p. 19
- [Delfosse 2005] J. Delfosse, Thèse de doctorat, Ecole Centrale Paris, 2005
- [Dunne 2008] F.P.E. Dune, D. Rugg, Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, 31, 2008, p. 949
- [Evans 1977] D. Eylon, J. A. Hall, Metallurgical Transaction, 8A, 1977, p. 981
- [Germain 2005a] L. Germain, N. Gey, M. Humbert, P. Bocher, M. Jahazi, Acta Materialia 53, 2005, p. 3535
- [Germain 2005b] L. Germain, Thèse de doctorat, Université de Metz, 2005
- [Germain 2008] L. Germain, N. Gey, M. Humbert, P. Vo, M. Jahazi, P. Bocher, Acta Materialia 56, 2008, p. 4298
- [Gey 1996] N. Gey, Thèse de doctorat, Université de Metz, 1996
- [Gorman 2001] M.D. Gorman, A.P. Woodfield, B.A. Link, Heat treatment for improved properties of alpha-beta titanium- base alloys, European patent application, EP 1078997 A1, General electric Company, 2001
- [Harrison 1996] G. F Harrison, P. H. Tranter, Mechanical Behavior of Materials at High Temperature, 1996, p. 327
- [Humbert 2006] M. Humbert, L. Germain, N. Gey, P. Bocher, M. Jahazi, Materials Science and Engineering A 430, 2006, p. 157
- [Lee 2004] E. Lee, PhD Ohio State University, 2004
- [Lütjering 1998] G. Lütjering, Materials Science and Engineering A, 243, 1998, p. 32
- [Lütjering 1999] G. Lütjering, Materials Science and Engineering A, 263(2), 1999, p.117

[Neal 1985] D. F. Neal, Titanium 1984, Science and Technology, Deutsche Gesellschaft für Metallkunde, 1985, p. 2419

[Neal 1988] D. F. Neal, Sixth world conference on Titanium, France, 1988, p. 253

[Sansoz 2003] F. Sansoz, H. Ghonem, Materials Science and Engineering A, 356, 2003, p. 81

[Sinha 2007] V. Sinha, M. J. Mills, J. C. Williams, Journal of Materials Science, 42, 2007, p. 8334

[Song 1988] Z. Song, D. W. Hoepfner, International Journal of Fatigue, 10 (4), 1988, p. 211

[Teixeira 2007] J. Da Costa Teixeira, B. Appolaire, E. Gautier, S. Denis, G. Cailletaud, N. Späth, Materials Science and Engineering A, 448, 2007, p. 135

[Uta 2009] E. Uta, N. Gey, P. Bocher, M. Humbert, J. Gilgert, Journal of Microscopy, 233, 2009, p.451



Chapitre III

*Perception des hétérogénéités de texture et
de microstructure des pièces en IMI 834 par
analyse ultrasonore*



Chapitre III. Perception des hétérogénéités de texture et de microstructure des pièces en IMI 834 par analyse ultrasonore

<u>III.1 Introduction</u>	73
<u>III.2 Techniques ultrasonores utilisées</u>	73
<u>III.3 Amplitudes RMS des signaux ultrasonores rétrodiffusés en volume et présence des hétérogénéités de microstructure et de texture</u>	75
III.3.1 Echantillons étudiés.....	75
III.3.2 Résultats de la campagne de mesures ultrasonores	76
III.3.3 Interprétation des résultats	77
<i>Approche qualitative</i>	79
<i>Approche quantitative</i>	80
<u>III.4 Relations entre macrozones et amplitudes RMS des signaux ultrasonores rétrodiffusés dans une tranche interne du matériau</u>	83
III.4.1 Echantillons étudiés.....	83
III.4.2 Résultats de la campagne de mesures ultrasonores	83
III.4.3 Analyse des textures et des microstructures	84
III.4.4 Comparaison des résultats.....	87
<u>III.5 Variations des vitesses de propagation des ondes ultrasonores longitudinales et hétérogénéités de microstructure et de texture (macrozones)</u>	87
III.5.1 Résultats de la campagne de mesures des temps de propagation.....	87
III.5.2 Interprétation des résultats	88
<u>III.6 Conclusions</u>	91
<u>Références</u>	92

III.1 Introduction

Pour étudier l'incidence des hétérogénéités de texture et de microstructure et notamment des macrozones sur le comportement de l'IMI 834 en fatigue-dwell, il est nécessaire de caractériser celles-ci finement par EBSD. Il faut dans un premier temps détecter leur présence et les localiser au sein des pièces et obtenir si possible un maximum de renseignements à leur sujet. A cette fin, il nous a semblé judicieux d'utiliser la propagation des ultrasons dont les caractéristiques (vitesse, atténuation, rétrodiffusion) sont très sensibles aux variations locales des constantes élastiques dues à la microstructure et à la texture. En retour, les valeurs des caractéristiques de propagation des ultrasons contiennent des indications directes ou indirectes sur les microstructures et microtextures, sur les hétérogénéités et notamment sur les macrozones.

Dans ce chapitre, nous présentons les résultats des corrélations que nous avons pu faire entre les caractéristiques microstructurales, particulièrement celles des macrozones que nous avons déterminées par EBSD et certaines caractéristiques de propagation ultrasonores relevées sur les mêmes échantillons par les chercheurs de l'équipe d'André Moreau de l'Institut des Matériaux Industriels (IMI Boucherville Québec). Nous nous sommes plus particulièrement intéressés aux relations entre hétérogénéités de microstructure et de texture :

- et amplitude des signaux rétrodiffusés de faisceaux ultrasonores larges couvrant le volume de l'échantillon.
- et amplitude des signaux ultrasonores rétrodiffusés par les petits volumes de matériau contenus dans une strate interne de l'échantillon.
- et temps de parcours d'un faisceau ultrasonore fin dans l'épaisseur de l'échantillon.

L'analyse de ces résultats obtenus dans le cadre de cette étude montre que, dans certains cas, les données ultrasonores reflètent de manière satisfaisante les caractéristiques des macrozones obtenues par EBSD dont le pouvoir séparateur est beaucoup plus grand que celui de l'analyse ultrasonore.

III.2 Techniques ultrasonores utilisées

Pour chacune des approches citées en introduction, trois types de caractéristiques de propagation ultrasonore ont été mesurés par nos collègues canadiens.

Tout d'abord le signal rétrodiffusé a été mesuré par un faisceau ultrasonore large (mesure de type A-scan). Celui-ci est composé des multiples réflexions du faisceau incident aux frontières de zones présentant une discontinuité de comportement élastique (grains différemment orientés, macrozones) dans le matériau. L'amplitude d'une réflexion est fonction du coefficient de réflexion qui est lié lui-même à la différence d'impédances acoustiques entre deux milieux voisins. Ce coefficient de réflexion dans la direction de propagation des ultrasons, s'exprime à l'aide des constantes élastiques C_{ij} locales des deux milieux. De ce fait, le signal rétrodiffusé résulte des caractéristiques microtexturales locales. Inversement, l'analyse de ce signal doit permettre d'obtenir indirectement des renseignements sur la microtexture.

Pour la seconde approche, des mesures de type C-scan ont été réalisées par la même équipe. Des faisceaux ultrasonores plus fins ou focalisés sont émis dans l'épaisseur de l'échantillon. Le point d'émission balaye la surface de l'échantillon suivant une grille prédéfinie de mesures. On peut ainsi analyser le signal rétrodiffusé dans un intervalle de temps déterminé et pour un point donné de la grille. On sélectionne ainsi le signal rétrodiffusé par un volume de dimensions choisies et parfaitement localisé dans l'échantillon. Les caractéristiques du signal rétrodiffusé par ce volume sont fonction de la texture locale et de ses hétérogénéités.

Enfin, le temps que met l'onde ultrasonore pour se propager d'un point à un autre de l'échantillon a été mesuré notamment dans l'épaisseur des échantillons. L'inverse du temps de

parcours est proportionnel à la vitesse de propagation de l'onde ultrasonore. Cette vitesse dans le cas des ondes longitudinales employées ici est proportionnelle à $\sqrt{\frac{C_{II}}{\rho}}$ où C_{II} est la constante élastique moyenne dans la direction de propagation et ρ est la masse volumique du matériau. Le temps de propagation (respectivement la vitesse) est de ce fait déterminé par la microstructure et la texture. L'analyse des variations du temps de propagation d'un point à l'autre de la grille de mesures (respectivement de la vitesse) donne des indications sur les variations locales de la texture.

Le dispositif de mesures utilisé à l'IMI est présenté dans la figure III.1. Le transducteur et le plateau sur lequel est placé l'échantillon à analyser sont immergés dans l'eau. Ce plateau a la possibilité de tourner autour de l'axe z lors de l'analyse des pièces cylindriques. Le transducteur est placé à une certaine distance de l'échantillon à analyser et a la possibilité d'effectuer des translations sur les trois axes du repère ainsi que des rotations autour des axes z et y. Des transducteurs à immersion de 10 MHz de 19 mm de diamètre et 25,4 mm de longueur focale (distance entre l'échantillon et le transducteur) ont été utilisés.

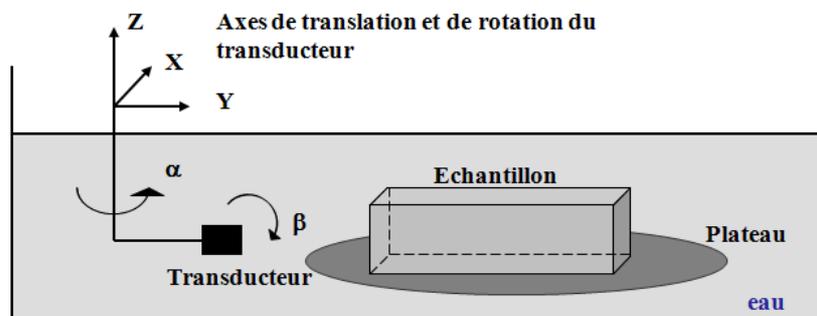


Figure III.1 Dispositif de mesure ultrasonore

Avant de débiter les mesures, le transducteur est aligné perpendiculairement à la surface de l'échantillon et le faisceau est focalisé sur celle-ci (fig. III.2). Pour optimiser cet alignement, le transducteur a été ajusté jusqu'à l'obtention d'une amplitude maximale sur l'écho de surface. La surface de l'échantillon est alors balayée (scannée) en deux dimensions pour obtenir une image de l'amplitude du signal rétrodiffusé en fonction de la position sur cette face.

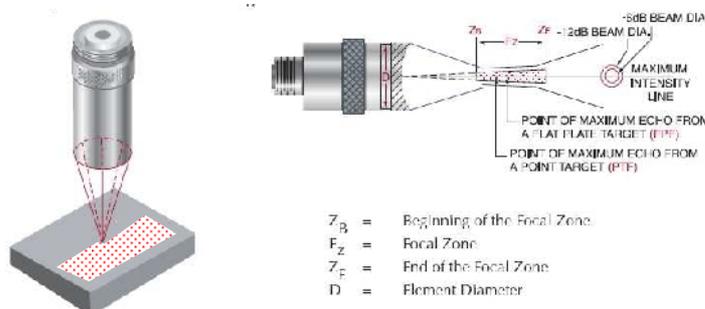


Figure III.2 Alignement du transducteur

Les données ultrasonores brutes ont requis différents traitements numériques réalisés à l'aide des logiciels internes développés à l'IMI.

III.3 Amplitudes RMS des signaux ultrasonores rétrodiffusés en volume et présence des hétérogénéités de microstructure et de texture

L'expérience a montré que les amplitudes des signaux ultrasonores rétrodiffusés, à conditions expérimentales identiques, dans des échantillons d'IMI 834 varient en fonction des échantillons et de la direction de propagation des ultrasons. Ces variations semblent liées à la microtexture et à ses hétérogénéités et notamment à ses macrozones. Nous nous sommes donc fixés d'étudier plus précisément les liens entre variations de microtexture et de propagation ultrasonore en soumettant des échantillons à une analyse ultrasonore et en parallèle à une analyse précise des textures locales par EBSD.

III.3.1 Echantillons étudiés

Deux échantillons parallélépipédiques ($L \times h \times l = 90 \text{ mm} \times 30 \text{ mm} \times 20 \text{ mm}$) nommés UA et UB ont été prélevés au sein de la 'zone morte' d'un disque en vue des analyses ultrasonores. On rappelle que la 'zone morte' subit peu de déformations lors du forgeage. Dans une telle zone, les hétérogénéités de texture résultant des traitements thermo-mécaniques antérieurs sont conservées. Le schéma de prélèvement est indiqué sur la figure II.5 (Chapitre II). Cette figure précise également le repère macroscopique, lié à la pièce, utilisé dans ce travail. On rappelle que ce repère correspond aux directions principales du procédé d'élaboration. Ainsi DA correspond à la direction axiale de la pièce (l'ancien axe de forge), DR- une direction radiale de la pièce et DT- une direction tangentielle. Le sens long des échantillons est choisi parallèle à une direction tangentielle. Dans ces deux échantillons, deux échantillons plus petits (A et B) ont été prélevés et utilisés également pour caractériser l'état de la microstructure et de la texture dans la zone morte du disque forgé (voir § II.3). Pour exprimer la correspondance avec les échantillons analysés aux chapitres II.3.1 et III, la figure III.0 présente un schéma de prélèvement des différents échantillons analysés dans ces chapitres, leur appellation et les analyses effectuées.

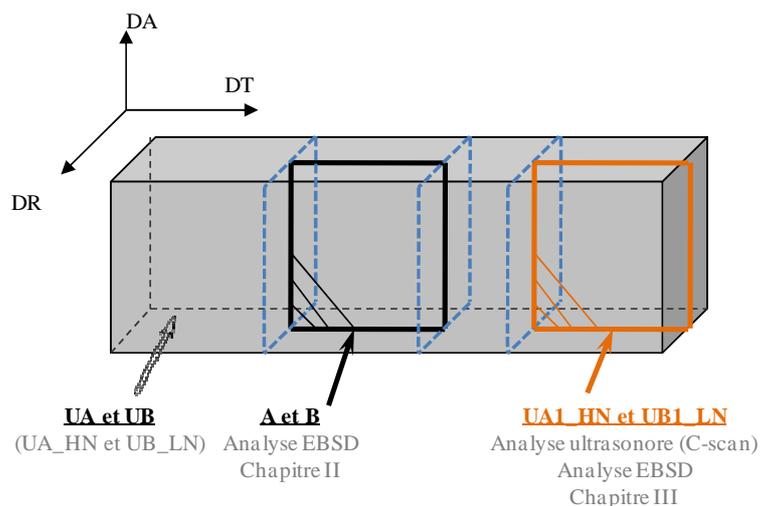


Figure III.0 Schéma de prélèvement des échantillons utilisés dans le § II.3.1 et le chapitre III

III.3.2 Résultats de la campagne de mesures ultrasonores

Les deux échantillons UA et UB ont été soumis à un contrôle de type 'A-scan' [Bescond 2004] avec des ondes ultrasonores longitudinales de fréquence de 10 MHz. La longueur d'onde longitudinale dans le matériau est de l'ordre de 0,6 mm. La direction de la mesure ultrasonore est choisie parallèle à DT.

Le premier échantillon présente un signal rétrodiffusé important le classant suivant la dénomination employée à l'IMI dans la catégorie des échantillons « High Noise » (fig. III.3a). Par la suite cet échantillon est nommé **UA_HN**. A l'opposé, le signal rétrodiffusé par le second échantillon est beaucoup plus faible, comme on peut le voir sur la figure III.3b. Dans ce cas, l'échantillon appartenant à la catégorie des échantillons « Low Noise » est nommé **UB_LN**.

Il faut préciser que des analyses ultrasonores ont été effectuées dans les plans DA-DR, dans les deux les deux sens +DT/-DT. Les deux analyses, pour chaque échantillon, ont eu des résultats similaires. C'est la raison pour laquelle on ne présente qu'une des deux analyses effectuées pour chaque échantillon.

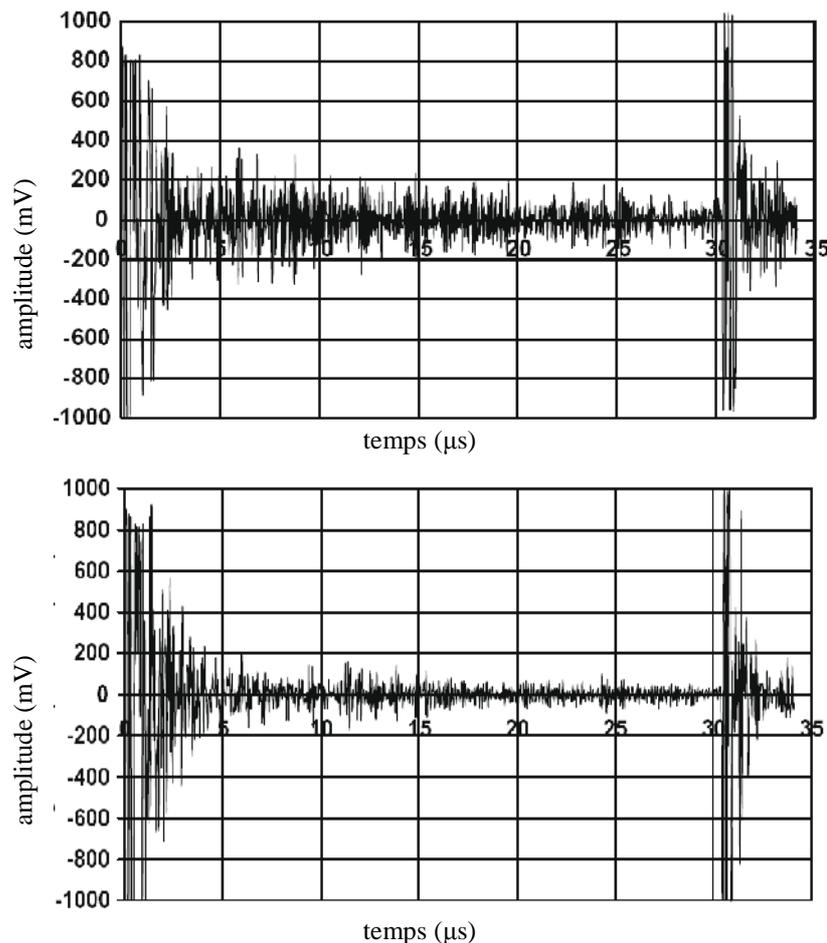


Figure III.3 L'amplitude du signal rétrodiffusé, mesuré à une fréquence de 10 MHz dans l'échantillon UA_HN (a) et UB_LN (b) [Bescond 2005]

Sur chaque tracé, on remarque les deux amplitudes du signal en début et à la fin des figures (à 0 et à 30 μ s respectivement) qui dépassent l'échelle adoptée sur le diagramme. Elles correspondent à la réflexion de l'onde aux interfaces eau-échantillon, situées à 90 mm l'une de l'autre. La partie du signal rétrodiffusé par la microstructure utilisée dans cette étude est située entre ces deux réflexions principales. La partie du signal exploité est comprise entre 5 et 25 μ s. Visuellement, on observe des différences d'amplitude exprimées en mV, entre les deux mesures. Le réglage de l'électronique de mesure est optimisé et conservé pour toutes les mesures. Les valeurs ne sont pas réparties de manière homogène dans l'intervalle de temps considéré, indiquant des variations d'homogénéités sur le parcours des ultrasons. Cet aspect n'a pas été exploité dans cette partie. La grandeur retenue pour chiffrer le rôle de la microstructure sur la propagation est la racine du carré de l'écart à la moyenne encore appelée valeur **RMS** (Root Mean Square) qui est égale à:

$$\frac{1}{(n-1)} \sqrt{\sum_{i=0}^n (v(i) - \bar{v})^2}$$

où n est le nombre de points de mesures dans l'intervalle de temps,

$v(i)$ - la tension relevée à l'instant t_i ,

\bar{v} - la tension moyenne dans l'intervalle de temps.

L'échelle de l'amplitude (en mV sur la fig. III.3) dépend des gains d'amplification utilisés et aussi des caractéristiques électriques des transducteurs. La valeur RMS dans l'intervalle (5 - 25 μ s) est de 47,5 mV pour l'échantillon UA_HN et 22,5 mV pour l'échantillon UB_LN. Ainsi, l'amplitude RMS pour l'échantillon UA_HN est environ deux fois plus grande que l'amplitude du RMS pour l'échantillon UB_LN.

III.3.3 Interprétation des résultats

Une première remarque s'impose. L'atténuation des ondes ultrasonores et l'amplitude du signal rétrodiffusé dans les matériaux polycristallins sont fonctions des propriétés élastiques des grains, de leur orientation cristallographique, de leur taille (D) et de la longueur d'onde λ . Pour une longueur d'onde d'environ 0,6 mm pour le titane à une fréquence de 10 MHz et une taille moyenne des grains α_p d'environ 25 μ m pour les deux échantillons, la différence en amplitude des signaux rétrodiffusés ne peut pas être simplement expliquée par la diffusion relative aux grains individuels. En effet, la taille des grains α_p ne permet pas d'avoir un signal rétrodiffusé important. De plus, la taille des grains α_p et la fraction volumique sont identiques pour les deux échantillons UA_HN et UB_LN (la détermination a été faite sur les échantillons A et B, § II.3).

Un autre point important mérite d'être signalé. Si on calcule la vitesse de propagation moyenne

des ondes longitudinales $\sqrt{\frac{C_{dd}}{\rho}}$ (C_{dd} représente la constante élastique moyenne dans la direction

de propagation, ρ représente la masse volumique du titane) à partir des textures déterminées à l'aide des cartographies d'orientations et des constantes élastiques du monocristal de Ti, exprimés dans le repère cristallin

($C_{11}^\alpha = 1,624, C_{33}^\alpha = 1,807, C_{12}^\alpha = 0,920, C_{13}^\alpha = 0,690, C_{44}^\alpha = 0,467$, unité: 10^5 MPa [Fisher 1964]), on obtient respectivement les valeurs de 6083 et 6093 m/s pour les échantillons UA_HN et UB_LN,. Donc, du point de vue de la vitesse moyenne, les deux échantillons paraissent comparables. Néanmoins, même si la différence entre les vitesses moyennes est petite (10 m/s), la variation de la vitesse des ondes à l'intérieur de l'échantillon peut atteindre 329 m/s en fonction des orientations. Ceci suggère que la différence entre l'amplitude des signaux rétrodiffusés peut être liée aux variations locales des vitesses de propagation longitudinale, mais n'est pas directement reliée aux vitesses moyennes de propagation.

Ainsi, l'explication de la différence des valeurs RMS des signaux rétrodiffusés obtenues sur les échantillons UA_HN et UB_LN est sans doute à rechercher dans les différences de microtexture et de répartition des hétérogénéités. Les microtextures des échantillons déterminent le comportement élastique local des échantillons. Les cartographies d'orientation effectuées sur les échantillons A et B de taille plus réduite (décrites au Chapitre II, voir fig. II.10 et II.11) prélevés dans les échantillons de grande taille UA_HN et UB_LN ont permis de calculer le comportement élastique en chaque point mesuré. Par la suite les échantillons A et B sont notés respectivement A_HN et B_LN pour rappeler qu'ils ont été prélevés dans UA_HN et UB_LN. A titre d'exemple, les figures III.4a et III.4b présentent les valeurs du module d'Young calculées dans la direction de propagation des ultrasons à partir des cartographies d'orientations de A_HN et B_LN. Ces valeurs ont été calculées connaissant l'orientation et les constantes élastiques du monocristal de titane exprimés dans le repère cristallin.

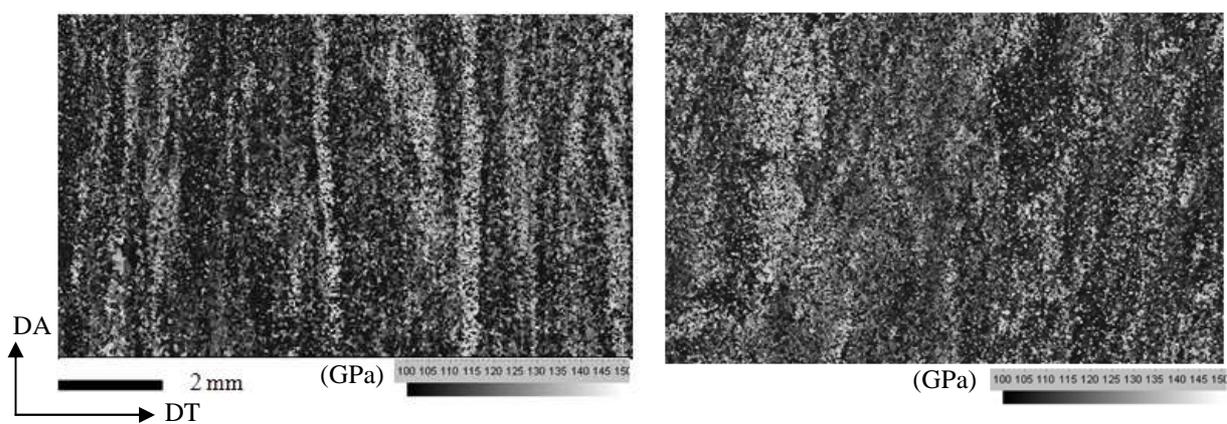


Figure III.4 Cartographie en module d'Young E (GPa) pour l'échantillon A_HN (a) et B_LN (b)

Compte tenu de l'anisotropie du module d'Young dans le cristal de Ti (145 GPa dans une direction parallèle à l'axe c et 104 GPa dans le plan basal), les cartographies du module d'Young révèlent la même structure en bandes que celle observée sur la cartographie d'orientations pour les deux échantillons A_HN et B_LN. Pour l'échantillon A_HN, une alternance de bandes claires et sombres (fig. III.4a) est remarquée. Les fines bandes « rouges » (voir fig. II.10), formées de volumes cristallins dont les axes c sont parallèles à la direction DT de propagation des ultrasons correspondent à des bandes caractérisées par un fort module d'Young en gris clair sur la figure III.4a (voir aussi fig. I.1). Les bandes « vertes » qui sont telles que l'axe c est plutôt perpendiculaire à la direction DT ont le module d'Young correspondant faible dans la direction DT et correspondent donc aux gris intenses de la figure III.4a.

La cartographie du module d'Young révèle pour l'échantillon B_LN des bandes moins prononcées que pour l'échantillon A_HN mais plus larges, plutôt dispersées et inclinées par rapport à la direction axiale de la pièce. Les variations des niveaux de gris décrivant les valeurs locales du module Young (fig. III.4b) illustrent aussi ce fait. Ainsi, les bandes « rouges » (fig. II.11) correspondent à des bandes avec un fort module d'Young en gris clair sur la figure III.4b mais plus homogènes que les bandes similaires de l'échantillon A_HN. Les bandes en bleu-vert correspondent au gris foncé sur la figure III.4b.

La principale différence entre les deux échantillons A_HN et B_LN est leur microtexture respective (la taille des grains α_p étant identique dans les deux échantillons, ainsi que leur proportion). Pour l'échantillon A_HN on remarque la présence des bandes parallèles à DA et distribuées de façon périodique, avec une grande densité de grains α_p et de lamelles α_s avec axes

c parallèles à DA pour certaines macrozones ou perpendiculaires à DA pour les autres. Ces structures alternées peuvent contribuer à la rétrodiffusion du signal en raison de leur largeur supérieure à celle des grains α_P et des dimensions comparables à la longueur d'onde λ . Ces bandes sont moins prononcées pour l'échantillon B_LN. On rappelle que ces bandes correspondent à des textures différentes et donc, à des différences dans le comportement élastique local.

Pour expliquer la différence des valeurs RMS des signaux rétrodiffusés par les échantillons HN et LN, nous présentons deux modèles. Le premier modèle présente une approche qualitative simple qui permet une compréhension qualitative des mécanismes responsables de la différence entre les amplitudes des signaux rétrodiffusés par les deux échantillons. Le deuxième modèle proposé est basé sur des modèles publiés ces dernières années et fournit des prédictions quantitatives.

Approche qualitative

A la limite entre deux milieux (1 et 2) avec des impédances acoustiques différentes, une partie de l'onde incidente est réfléchiée. Le coefficient de réflexion r est lié aux impédances acoustiques Z des deux milieux par la relation :

$$r = \left(\frac{Z_2 - Z_1}{Z_2 + Z_1} \right)^2 = \left(\frac{\sqrt{\rho V_{L2}} - \sqrt{\rho V_{L1}}}{\sqrt{\rho V_{L2}} + \sqrt{\rho V_{L1}}} \right)^2 \quad \text{rel. III.1}$$

où ρ est la densité du milieu et V_L la vitesse locale des ondes longitudinales.

En conséquence, l'amplitude du signal rétrodiffusé devrait être plus importante dans des matériaux contenant des variations importantes d'impédance acoustique et donc de la vitesse. De plus, pour des matériaux contenant des microtextures hétérogènes comme l'alliage IMI834, l'intensité du signal rétrodiffusé devrait être plus importante dans des directions qui présentent des variations prononcées de l'impédance acoustique et de la vitesse. Plus précisément, plus importantes sont ces variations, plus importante sera la diffusion des ondes ultrasonores.

Bien entendu l'échelle à laquelle se produisent ces variations est aussi importante. Si ces variations élastiques se produisent sur une distance inférieure à la longueur d'onde, le matériau est acoustiquement homogène et la rétrodiffusion est faible. En revanche, si ces variations sont du même ordre de grandeur ou plus grandes que la longueur d'onde, l'intensité rétrodiffusée sera plus grande.

L'intensité du signal rétrodiffusé a été mesurée pour une propagation suivant DT. En conséquence, les variations des vitesses dans la direction DT pour les deux échantillons A_HN et B_LN ont été étudiées.

La vitesse longitudinale $V_L(x, y) = \sqrt{\frac{C_{11}}{\rho}}$ a été calculée à partir de l'orientation cristallographique de chaque pixel de la cartographie EBSD. La vitesse de propagation dans la direction DT, calculée à l'abscisse x est en fait la moyenne des vitesses calculées perpendiculairement. Son expression est la suivante :

$$\overline{V_L(x)} = \frac{1}{y_{Max}} \int_0^{y_{Max}} V_L(x, y) dy \quad \text{rel. III.2}$$

La figure III.5 montre le résultat de ce calcul pour les échantillons A_HN et B_LN.

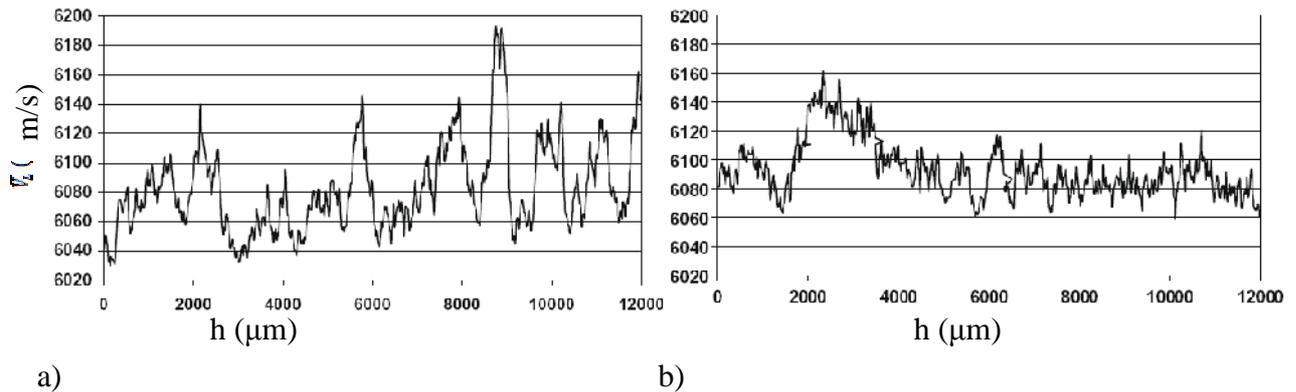


Figure III.5 La variation de la vitesse moyenne pour les ondes longitudinales calculées à partir des orientations pour les échantillons A_HN (a) et B_LN (b) [Humbert 2009]

Pour l'échantillon A_HN, la vitesse calculée présente des variations importantes (de l'ordre de 100 m/s) sur des distances de l'ordre de 100 µm (fig. III.5a). Ces variations brusques sont séparées par des distances d'environ 0,5 à plusieurs millimètres, en concordance avec les bandes perpendiculaires à DT dans la figure II.10. Les valeurs les plus grandes de la vitesse correspondent aux bandes formées des grains ayant les axes c parallèles à DT (en rouge sur la fig. II.10). Pour l'échantillon B_LN, la vitesse présente des variations réduites, de moins de 50 m/s, sur de faibles distances, avec une seule structure visible d'environ 2mm (fig. III.5b).

Cette observation suggère que le signal rétrodiffusé plus important dans l'échantillon UA_HN est dû à la présence des bandes parallèles à DA aux impédances acoustiques contrastées.

Approche quantitative

Nous avons essayé d'approfondir ce phénomène en nous appuyant sur plusieurs travaux proposés dans la littérature sur la diffusion des ondes ultrasonores et sur les hétérogénéités élastiques [Stanke 1984, Goebbels 1980]. Parmi ces travaux, le modèle proposé par Rose [Rose 1992] a été utilisé pour donner une interprétation quantitative à la différence des amplitudes RMS obtenues avec les deux échantillons UA_HN et UB_LN. Dans la notation de Han et Thompson [Han 1995] le modèle prévoit que la puissance rétrodiffusée est proportionnelle à :

$$\chi^2(2k) = \int \langle \delta C(r) \delta C_{11}(r') \rangle \exp(2ik(r - r')) d^3(r - r') \quad \text{rel. III.3}$$

où δC représente la différence entre une constante élastique C_{ij} et sa valeur moyenne. La quantité $\langle \delta C_{11}(r) \delta C_{11}(r') \rangle$ qui représente une moyenne d'ensemble est une autocorrélation spatiale des variations des constantes élastiques. Cette fonction d'autocorrélation est représentée sur la figure III.6 fonction de la différence $r - r' = h$ dans la direction DT, pour les deux échantillons. Dans cette expression k est égal à $2\pi/\lambda$ où λ est la longueur d'onde. La valeur RMS de l'amplitude élevée au carré V_{RMS}^2 est proportionnelle à l'intégrale sur k du module de la puissance rétrodiffusée $\chi^2(2k)$.

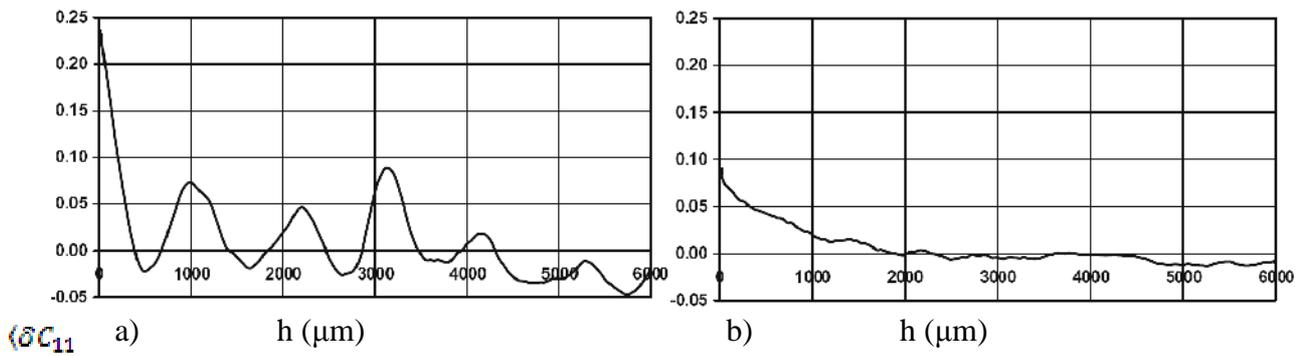


Figure III.6 La fonction d'autocorrélation spatiale en fonction de la distance h entre deux points suivant la direction de la propagation des ondes pour l'échantillon (a) A_HN et (b) B_LN [Humbert 2009]

Les deux fonctions d'autocorrélation présentent chacune un pic proche de l'abscisse zéro. Un tel pic montre que, plus la distance entre deux points augmente, moins il est probable que les constantes élastiques soient les mêmes. Pour l'échantillon A_HN, la fonction d'autocorrélation est périodique, avec une période d'environ 1 mm. Pour l'échantillon B_LN, au delà de 2 mm, la probabilité pour que deux points aient les mêmes constantes élastiques est proche de zéro. Ceci reflète l'espacement entre les bandes décrites antérieurement. Il est important de noter qu'un tel comportement quasi-périodique ne semble pas avoir été remarqué ou modélisé par les auteurs intéressés par les mesures ultrasonores.

La puissance rétrodiffusée $\chi^2(2k)$ représente en réalité la transformée de Fourier de la quantité $\langle \delta C_{11}(r) \delta C_{11}(r') \rangle$. La figure III.7 montre la variation de la puissance rétrodiffusée $\chi^2(2k)$ en fonction de $2k$ pour les deux échantillons respectivement. Ces résultats de calcul montrent que la puissance rétrodiffusée doit varier fortement en fonction de la fréquence pour l'échantillon A_HN et sa moyenne doit être plus importante que pour l'échantillon B_LN. Dans le domaine de fréquences 5-15 MHz ($2k=11$ à 31 mm^{-1}) correspondant à la bande passante des transducteurs on trouve à partir de ces calculs que le rapport théorique des valeurs $\chi^2(2k)$ intégrées de 11 à 31 mm^{-1} des signaux rétrodiffusés pour les échantillons A_HN et B_LN est de 2,6. De ce fait, le rapport théorique des valeurs RMS des signaux rétrodiffusés par les échantillons A_HN et B_LN est égal à 1,6. Il est de 2,1 expérimentalement pour les échantillons UA_HN et UB_LN. La différence de 25% entre ces deux valeurs n'est pas négligeable, mais demeure limitée si l'on considère les erreurs expérimentales et notamment la surface réduite analysée par EBSD qui n'est peut-être pas suffisamment représentative du volume exploré par ultrasons.

Tous ces calculs et observations suggèrent que la différence entre les valeurs RMS de l'amplitude des signaux rétrodiffusés mesurées pour les échantillons UA_HN et UB_LN est liée à la différence de variations locales des constantes élastiques dans la direction DT. En effet, pour l'échantillon A_HN, ces variations sont plus nombreuses, de plus grande amplitude et ont lieu sur des distances qui sont proches de la celle de la longueur d'onde. En conséquent, l'amplitude ultrasonore rétrodiffusée observée pour l'échantillon UA_HN est deux fois plus grande que celle de l'échantillon UB_LN. De plus, l'échantillon A_HN semble présenter des structures périodiques qui renforcent la rétrodiffusion.

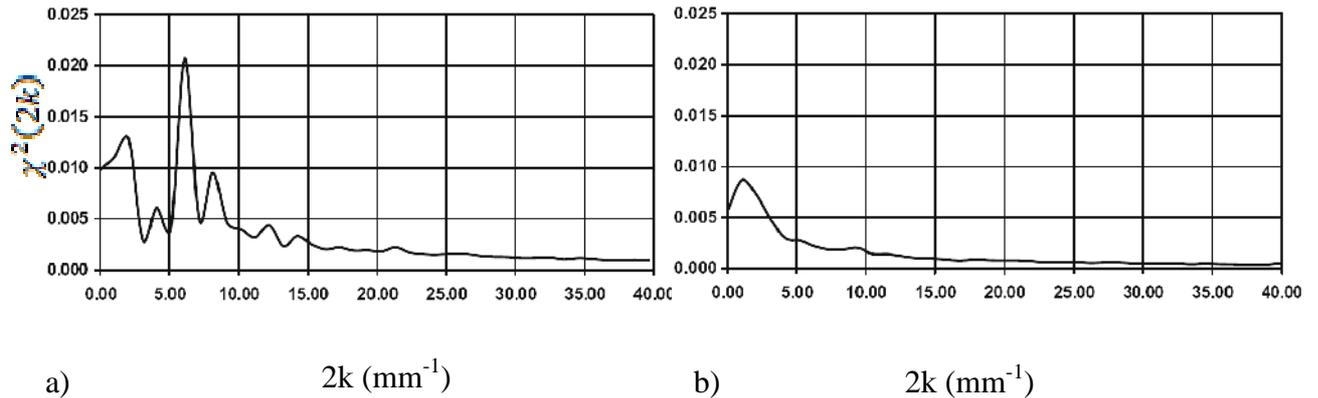


Figure III.7 La variation de la puissance rétrodiffusée $\chi^2(2k)$ en fonction de $2k$ pour les échantillons A_HN (a) et B_LN (b) [Humbert 2009]

De cette étude, il ressort que la valeur RMS du signal rétrodiffusé est un indicateur des variations locales de la microtexture et de ses hétérogénéités. Plus précisément, lorsque la valeur RMS est faible, les coupes des macrozones dans les plans contenant la direction de propagation ne sont pas aussi clairement détectables et délimitables par EBSD (cas de l'échantillon LN). Les valeurs RMS fortes résultent de la propagation des ultrasons au travers de nombreuses macrozones successives avec des caractéristiques élastiques très différentes. Il faut cependant que l'échelle spatiale des variations élastiques soit du même ordre de grandeur ou supérieure à la longueur d'onde longitudinale des ultrasons. L'analyse EBSD montre alors que les macrozones sont clairement observables dans le plan de propagation.

III.4 Relations entre macrozones et amplitudes RMS des signaux ultrasonores rétrodiffusés dans une tranche interne du matériau

Les mesures de type A-scan utilisés dans le paragraphe précédent ont été réalisées avec des faisceaux ultrasonores larges parcourant un volume important de l'échantillon. On obtient ainsi des données intégrées sur la section du faisceau qui ne permettent que des analyses globales. On peut utiliser pour des études plus locales des transducteurs produisant des faisceaux très fins et positionner les faisceaux en des points précis d'une grille de mesure à la surface de l'échantillon. En sélectionnant une partie du signal rétrodiffusé par une fenêtre temporelle adaptée, on peut déterminer la partie du signal rétrodiffusé par un volume spécifique et limité à l'intérieur de l'échantillon. La mesure automatisée correspondante est dénommée C-scan.

Dans le cas de l'analyse d'un disque forgé entier, on se rend compte que les hétérogénéités de texture et de microstructure s'organisent de manière complexe (voir fig. II.12). Une analyse des signaux provenant de volumes bien délimités au sein de la matière (analyse de type C-scan) est indispensable pour une meilleure détection et localisation des macrozones. On doit pouvoir ainsi déduire des caractéristiques des macrozones comme leur largeur moyenne, leur longueur et leur inclinaison.

Pour vérifier les possibilités de détection des macrozones par cette méthode ultrasonore, nous avons comparé les signaux ultrasonores rétrodiffusés par des volumes élémentaires situés dans une tranche interne et parallèle à la surface des échantillons avec les informations sur la microtexture obtenues directement par EBSD dans ces tranches après découpe.

III.4.1 Echantillons étudiés

Les analyses ultrasonores de type C-scan ont été effectuées sur deux échantillons nommés UA1_HN et UB1_LN provenant des deux échantillons UA_HN et UB_LN ('zone morte') analysés antérieurement par A-scan et - partiellement - par EBSD (voir § II.3.1). De ce fait, la microstructure et la texture des deux éprouvettes sont similaires aux échantillons étudiés précédemment. La géométrie de ces deux éprouvettes est simple pour faciliter l'interprétation des résultats ultrasonores en corrélation avec la présence des hétérogénéités de microstructure et de texture. Il s'agit d'une géométrie parallélépipédique ($L \times l \times H = 30 \times 20 \times 9$ mm environ).

III.4.2 Résultats de la campagne de mesures ultrasonores

L'analyse ultrasonore a été effectuée suivant le protocole expérimental présenté au § III.2. Les mesures ont été effectuées sur toute la surface des échantillons dans le plan DA-DT (direction DR), avec un pas de mesure de 0,125 mm. L'aire analysée pour chaque échantillon est égale à 20 x 30 mm pour l'échantillon UA1_HN et 15 x 20 mm pour l'échantillon UB1_LN. Les résultats des mesures sont présentés sous forme d'images avec un code de couleurs associé qui passe du rouge pour les valeurs les plus élevées au bleu, pour les valeurs les plus basses.

Les mesures que nous ont communiquées nos partenaires canadiens correspondent aux amplitudes moyennes du signal rétrodiffusé d'une tranche de matériau parallèle au plan DA-DT et située à 5mm de la surface pour l'échantillon UA1_HN et à 6mm pour l'échantillon UB1_LN [Toubal 2006, Toubal 2007].

Les résultats présentés dans la figure III.8 sont les écarts à l'amplitude moyenne du signal rétrodiffusé correspondant à la tranche de matière étudiée. En raison de la confidentialité de ces analyses, les valeurs représentées sur le code de couleurs sont des valeurs affectées d'un coefficient multiplicatif.

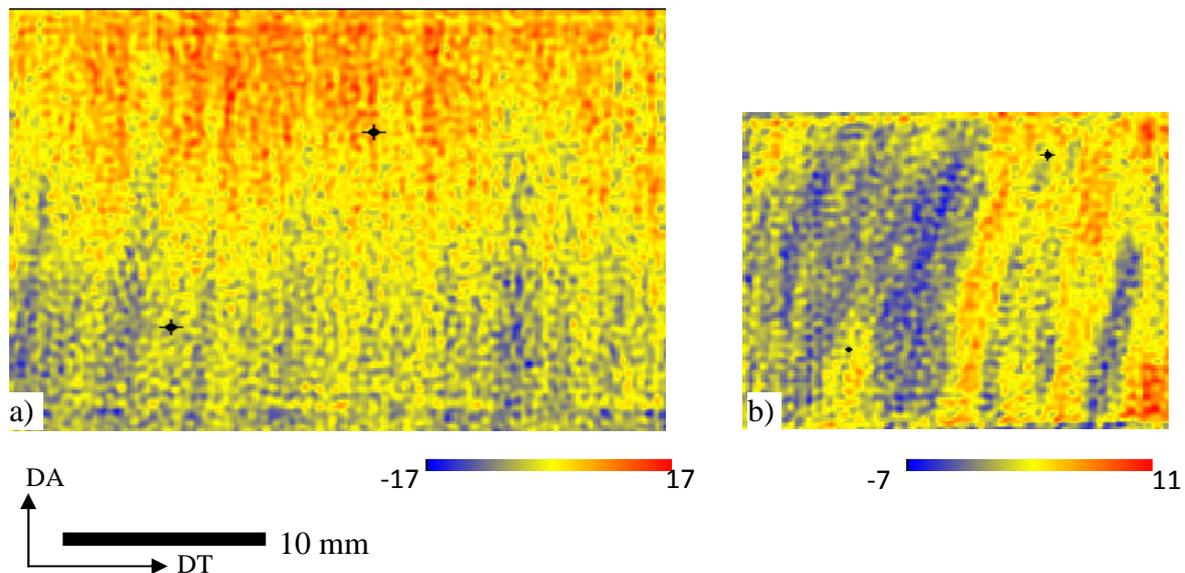


Figure III.8 La variation du signal rétrodiffusé autour de la valeur moyenne pour (a) l'échantillon UA1_HN à 5mm sous la surface d'analyse et (b) UB1_LN à 6 mm sous la surface d'analyse [Toubal 2006, Toubal 2007]

La figure III.8a nous montre pour l'échantillon UA1_HN une alternance de bandes assez fines (alternance de bandes rouges et jaunes), alignées parallèlement à DA. Entre le haut et le bas de l'image, on remarque que l'écart à la valeur moyenne du signal rétrodiffusé varie de manière importante (du rouge au bleu avec le code de couleurs utilisé). Pour l'échantillon UB1_LN (fig. III.8b) on observe cette fois-ci une alternance de bandes bleues et rouges, plus larges et inclinées d'environ 30° par rapport à DA. Les mesures d'amplitudes relatives aux deux échantillons doivent de ce fait correspondre à des variations spatiales de microstructures et textures différentes.

III.4.3 Analyse des textures et des microstructures

Pour chaque échantillon, nous avons mesuré des cartographies d'orientations suivant la procédure expérimentale décrite au § II.2.3. La surface mesurée est parallèle au plan DA-DT et contenue dans la tranche de matière analysée par ultrasons. Les surfaces explorées par EBSD sont du même ordre de grandeur que celles étudiées par ultrasons.

Les cartographies d'orientations sont présentées dans les figures III.9 et III.10. La couleur de chaque pixel de la carte représente la direction cristallographique parallèle à la direction macroscopique DR, c'est-à-dire, la direction de propagation des ultrasons. Les figures de pôles déterminées à partir des orientations mesurées permettent de visualiser la concentration des pôles, notamment la concentration des axes c . Par convention, la direction DR a été mise au centre des figures de pôles pour permettre de visualiser l'inclinaison des axes c par rapport à la direction de propagation des ondes ultrasonores.

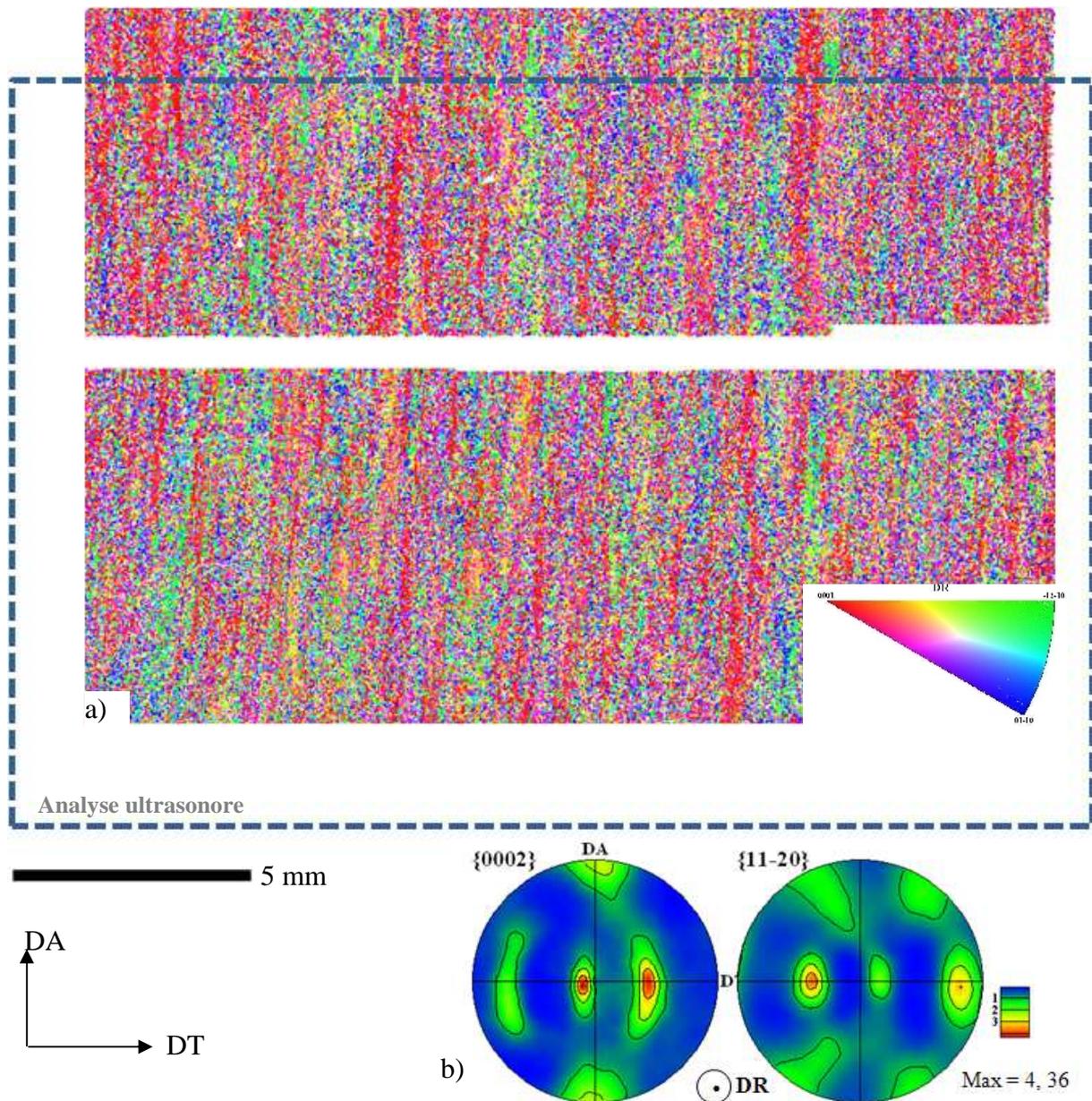


Figure III.9 (a) La cartographie d'orientations et (b) les figures de pôles associées pour l'échantillon UA1_HN

Sur les cartographies d'orientations des échantillons UA1_HN et UB1_LN on observe la présence de macrozones organisées de la même façon et ayant une taille équivalente aux macrozones décrites dans le chapitre II (fig. II.10 et II.11). Ainsi, pour l'échantillon UA1_HN on remarque la présence des bandes fines, parallèles à DA ; pour l'échantillon UB1_LN, les bandes sont plus larges et inclinées d'environ 30° par rapport à DA. Les intensités respectives de la texture de chaque échantillon sont pratiquement les mêmes que celles présentées dans le chapitre II. La texture reste plus marquée pour l'échantillon UA1_HN que pour l'échantillon UB1_LN.

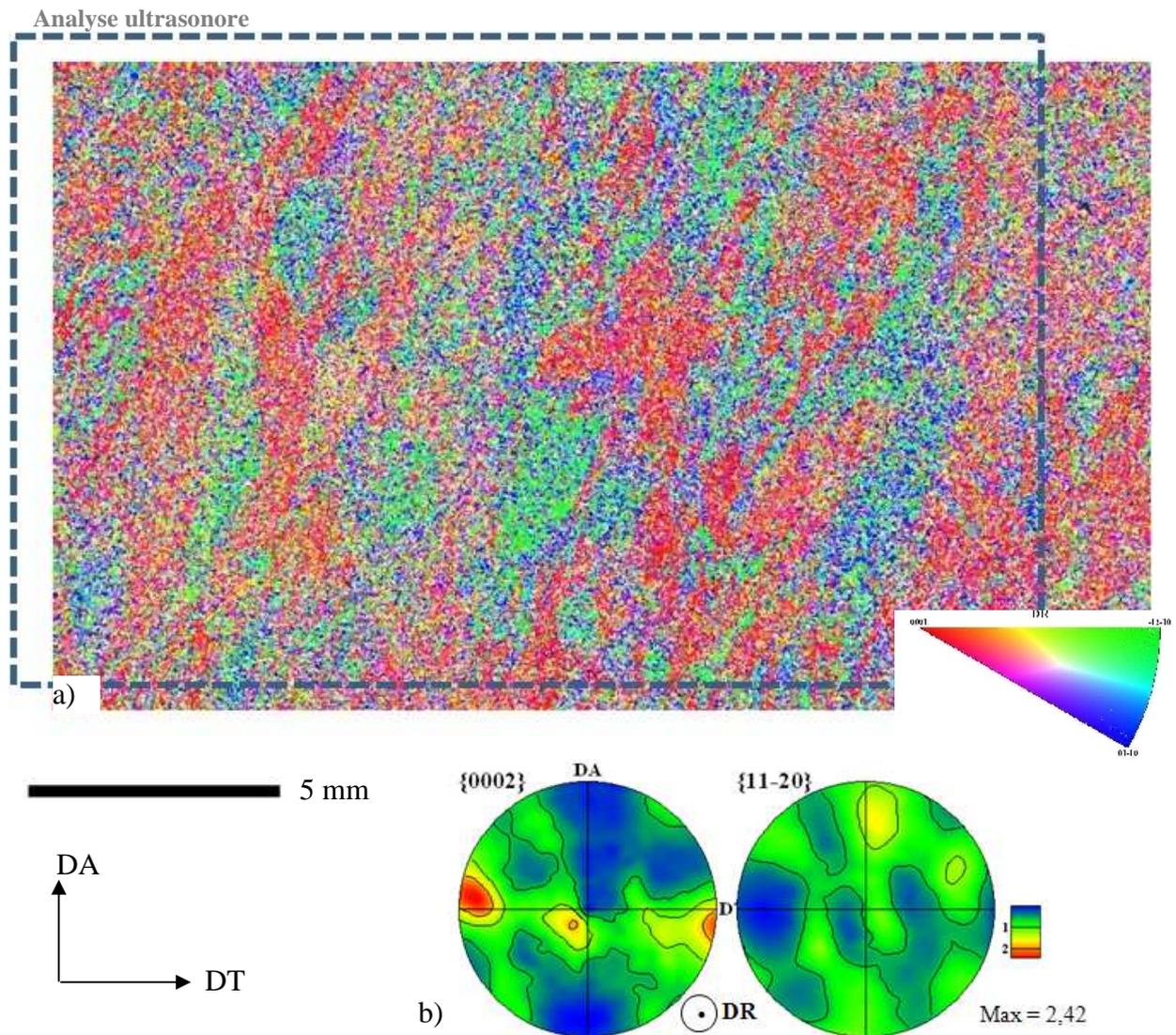


Figure III.10 (a) La cartographie d'orientations et (b) les figures de pôles associées pour l'échantillon UB1_LN

Par ailleurs, des analyses de la microstructure des deux échantillons ont été effectuées. Les résultats sont similaires aux résultats présentés dans le § II.3.1 (fig. II.9) On rappelle qu'on a remarqué une différence dans la distribution des grains α_p . En effet, l'échantillon UA1_HN présente une succession de régions allongées parallèlement à DA, contenant majoritairement des grains α_p équiaxes et respectivement des grains α_p allongés. Pour l'échantillon UB1_LN, cette hétérogénéité de distribution des grains α_p est moins visible mais on remarque néanmoins des domaines contenant majoritairement des grains α_p allongés ou grains α_p équiaxes. Par contre, ces domaines ne sont pas allongés suivant DA mais ont des formes plutôt polygonales. De plus, les lamelles α_s ne sont pas organisées de la même façon. Pour l'échantillon UA1_HN on trouve des lamelles fines organisées en vannerie, alors que pour l'échantillon UB1_LN, les lamelles sont plus épaisses et organisées en colonies.

III.4.4 Comparaison des résultats

En raison de la différence entre les deux techniques utilisées (ultrasons et EBSD), il a été difficile d'analyser exactement les mêmes surfaces. Néanmoins, les surfaces analysées par les deux techniques se recouvrent (voir les représentations schématiques en bleu et noir sur les fig. III.9 - 11). Il est de ce fait possible de recouper les résultats de caractérisation de la microstructure par EBSD et les mesures de l'amplitude du signal ultrasonore rétrodiffusé.

Les cartes d'orientations obtenues par EBSD et des cartes de variation de l'amplitude du signal rétrodiffusé font apparaître une structure en bandes parallèles à DA assez similaire pour l'échantillon UA1_HN. Cette correspondance est un peu moins visible pour l'échantillon UB1_LN. Cependant, la carte des variations d'amplitude du signal rétrodiffusé témoigne bien de l'inclinaison des macrozones observées sur la carte d'orientations. Globalement, les cartes de variation de l'amplitude du signal rétrodiffusé indiquent les grandes tendances de l'organisation des macrozones (forme, taille, inclinaison, répartition). Mais leur pouvoir séparateur est beaucoup plus faible (en raison de la longueur d'onde utilisée (0,6 mm), de la grille des mesures au pas de 0,125 mm et de l'épaisseur de la tranche analysée) que celui de l'analyse EBSD (grille au pas de mesure de 15 μm en surface).

III.5 Variations des vitesses de propagation des ondes ultrasonores longitudinales et hétérogénéités de microstructure et de texture (macrozones)

Dans le cas où les hétérogénéités de microstructure et de texture (les macrozones) ont des caractéristiques élastiques constantes dans une direction donnée, il s'en suit que la vitesse de propagation des ultrasons dans cette direction est constante et peut être prévue à partir de l'orientation cristallographique et des constantes élastiques intrinsèques du monocristal. En déplaçant le faisceau ultrasonore, la variation de la vitesse de propagation traduit la variation des caractéristiques élastiques du milieu traversé. En retour les cartes des vitesses de propagation des ultrasons transcrivent les variations élastiques du milieu traversé et nous donnent des informations sur la microstructure et la texture du milieu traversé par l'onde ultrasonore.

Cette approche a été développée par notre partenaire canadien de l'Institut des Matériaux Industriels, CNRC, Montréal [Moreau 2008]. Elle a fait l'objet d'un brevet. On mesure le temps pour que l'onde ultrasonore se propage à travers l'épaisseur de l'échantillon (suivant DR dans ce cas), en chaque point d'une grille de mesures appliquée sur une surface perpendiculaire à la direction de propagation des ultrasons. Les résultats correspondants sont présentés sous forme de cartes de temps de propagation ou de cartes de vitesses de propagation.

III.5.1 Résultats de la campagne de mesures des temps de propagation

Les résultats des mesures des temps de propagation qui ont été effectuées sur les échantillons UA1_HN et UB1_LN sont présentés dans la figure III.11. La carte des temps de propagation pour l'échantillon UA1_HN (fig. III.11a) nous montre une alternance en bandes fines, parallèles à DA dans la partie haute et légèrement inclinées par rapport à DA dans la partie basse de l'échantillon. De nouveau, on retrouve une variation du temps de propagation entre la partie haute et la partie basse, comme le montre la variation de couleur (le code de couleurs utilisé passe du maximum (rouge) au minimum (bleu)). Pour l'échantillon UB1_LN (fig. III.11 b), on remarque une alternance de bandes rouges et bleues, plus larges que celles remarquées pour l'échantillon UA1_HN et inclinées par rapport à DA.

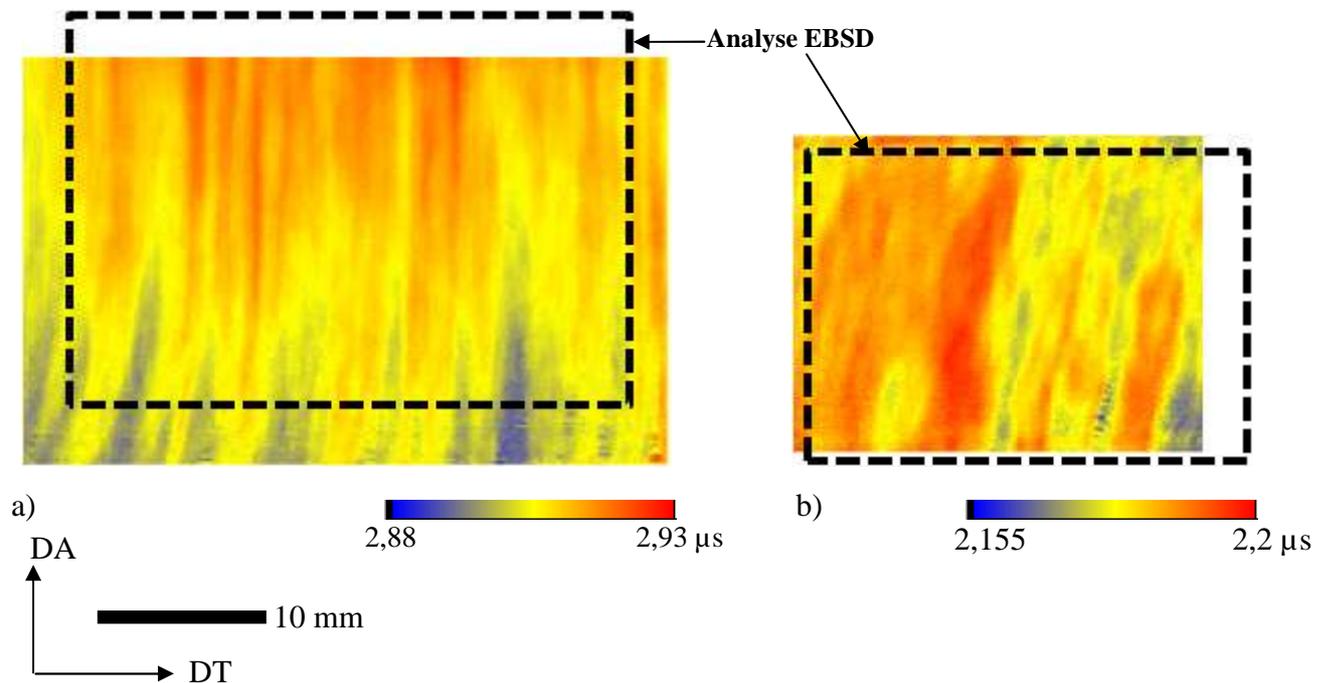


Figure III.11 Le délai ultrasonore pour l'échantillon (a) UA1_HN et (b) UB1_LN [Toubal 2009]

Les cartes des temps de propagation des ondes ultrasonores permettent la visualisation d'une structure en bandes pour les deux échantillons, similaire à la structure observée sur les cartes d'amplitude du signal ultrasonore rétrodiffusé à une certaine profondeur. Toutefois, les structures semblent plus nettes sur les cartes des temps de propagation. Ces résultats suggèrent que les macrozones ont des caractéristiques assez constantes dans l'épaisseur de l'échantillon, mais ces constantes ont des valeurs différentes en fonction de la localisation

III.5.2 Interprétation des résultats

Pour interpréter les résultats de la campagne de mesures ultrasonores, nous avons tout d'abord traduit les cartes expérimentales de temps de propagation en cartes de vitesses de propagation, en tenant compte de l'épaisseur des échantillons. Nous avons ensuite calculé les vitesses théoriques de propagation des ondes ultrasonores longitudinales dans l'épaisseur de l'échantillon à partir des cartographies d'orientations (celles présentés dans § III.4.3) et des constantes élastiques du monocristal de titane. Nous avons supposé (c'est une hypothèse forte) que la microtexture présente en surface était représentative de celle dans l'épaisseur. Les cartes expérimentales des vitesses ont pratiquement les mêmes dimensions mais les pas des grilles de mesures sont différents ($15\mu\text{m}$ pour l'EBSO et $0,125\text{mm}$ pour les ultrasons) ainsi que les pouvoirs séparateurs ($15\mu\text{m}$ pour l'EBSO et $\lambda/2=0,3\text{ mm}$ pour les ultrasons, voir § III.4.4).

Les figures III.12 et III.13 présentent les valeurs des vitesses expérimentales de propagation ultrasonore (a) et calculées à partir de la cartographie d'orientations (b) pour l'échantillon UA1_HN et pour l'échantillon UB1_LN, respectivement. Le code de couleurs utilisé varie du noir (vitesse minimale) au blanc (vitesse maximale).

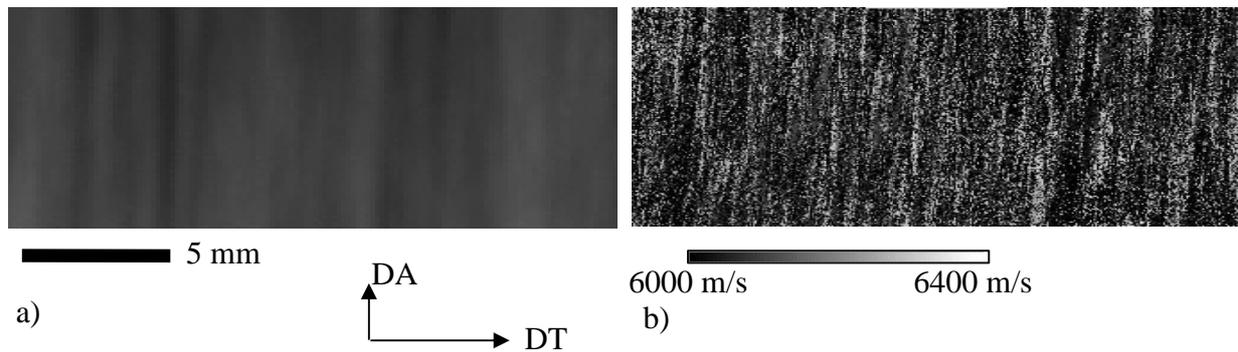


Figure III.12 Cartes de vitesses de propagation pour l'échantillon UA1_HN

- a) Carte des vitesses de propagation expérimentales (20,5mm x 7,5mm, pas=0,125mm)
- b) Carte des vitesses de propagation calculées à partir des données EBSD (20,4mm x 7,47mm, pas=15 μ m)

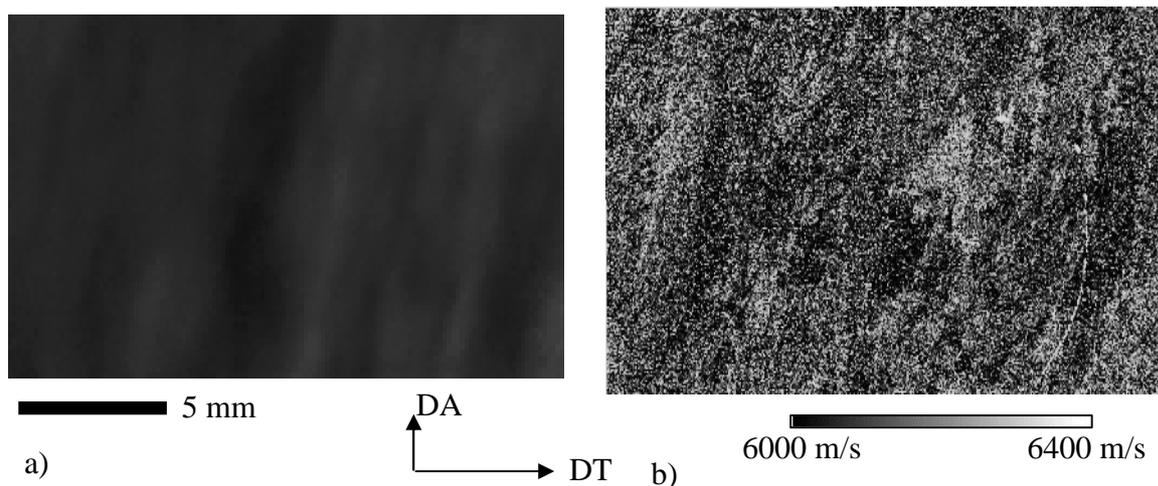


Figure III.13 Cartes de vitesses de propagation pour l'échantillon UB1_LN

- a) Carte des vitesses de propagation expérimentales (18,625mm x 12,375mm, pas=0,125mm)
- b) Carte des vitesses de propagation calculées à partir des données EBSD (18,8mm x 13,125mm, pas=15 μ m)

Les vitesses de propagation mesurées sont comprises entre 6165 m/s et 6211 m/s pour l'échantillon UA1_HN et entre 6046 m/s et 6112 m/s pour l'échantillon UB1_LN (fig. III.12a et III.13a). La vitesse moyenne de propagation pour l'échantillon UA1_HN est supérieure de 110m/s à la vitesse de propagation moyenne déterminée pour l'échantillon UB1_LN. Cette différence peut être expliquée par la différence de texture globale si l'on considère que les textures déterminées dans le plan sont représentatives des textures volumiques. En effet, la carte d'orientations relative à l'échantillon UA1_HN montre que les grains ayant leur axes c dans la direction de propagation des ultrasons (DR) sont plus nombreux que pour l'échantillon UB1_LN, ce qui conduit à des vitesses de propagation plus grandes. Pour ce qui concerne l'échantillon

UB1_LN, plus de grains ayant leurs axes c perpendiculaires à DR sont présents dans la carte d'orientations correspondante.

Cette impression visuelle est confirmée par les valeurs numériques des figures de pôles et les directions des pôles {0002} (voir fig. III.9b et III.10b). En effet, la figure de pôles {0002} de l'échantillon UA1_HN présente une forte densité dans une direction proche de DR et une autre à 30° de DR tandis que la figure de pôles de {0002} relatif à l'échantillon UB1_LN présente un seul pôle dans une direction proche de DR mais de très faible intensité.

Par ailleurs les cartes de vitesses expérimentales de propagation montrent, comme il fallait s'y attendre, des structures similaires à celles des cartes de temps de propagation.

Nous avons confronté ces résultats aux cartes de vitesses calculées à l'aide des cartographies d'orientations. Pour l'échantillon UA1_HN les vitesses de propagation prévues varient de 6000 m/s à 6341 m/s et de 6007 à 6336 m/s pour l'échantillon UB1_LN. L'étendue des valeurs calculées est plus grande que dans l'expérience.

Les cartes de vitesses de propagation calculées sont beaucoup plus détaillées que les cartes des vitesses expérimentales (voir fig. III.12b et III.13b). Cela tient au fait que les pouvoirs séparateurs et les pas d'échantillonnage des deux types de cartes ne sont pas les mêmes (pas de $125\ \mu\text{m}$ pour la vitesse expérimentale contre $15\ \mu\text{m}$ pour la cartographie d'orientations) et que les vitesses expérimentales de propagation sont naturellement moyennées par la véritable microtexture dans l'épaisseur de l'échantillon. On rappelle que les vitesses calculées sont déduites de la microtexture de surface. Pour l'échantillon UA1_HN, les cartes de vitesses de propagation expérimentales et calculées montrent, là encore, la même tendance avec une structure en bandes certes beaucoup plus visible, plus fine et plus marquée sur la carte calculée (fig. 12b). Cette similarité est moins nette pour le second échantillon, en raison de la microtexture plus complexe et peut-être de l'hétérogénéité de celle-ci dans l'épaisseur de l'échantillon.

L'évaluation statistique approfondie des caractéristiques géométriques moyennes des macrozones par analyse précise des fonctions d'auto-corrélation spatiale des cartes de vitesses de propagation respectivement mesurées et calculées reste à faire. Néanmoins, une approche qualitative montre que les largeurs des macrozones déduites de la microstructure et de l'analyse du signal ultrasonore correspondent quand la taille des macrozones est très supérieure au pas d'échantillonnage le plus grand, celui de la mesure ultrasonore ($0,125\text{mm}$). C'est le cas pour l'échantillon UB1_LN où la largeur estimée par les deux approches est de $1,5\text{mm}$. Pour ce qui concerne l'échantillon UA1_HN aux macrozones plus fines selon l'examen de la microstructure, l'analyse ultrasonore qui a été menée au Canada permet seulement de détecter la présence de ces macrozones et donner seulement un ordre de grandeur de leur largeur ($0,6\text{mm}$ sur la cartographie calculée des vitesses et $1,3\text{mm}$ sur la cartographie des vitesses mesurées au pas de $0,125\text{mm}$).

III.6 Conclusions

De l'étude que nous avons menée, il ressort que la propagation des ultrasons dans un milieu polycristallin est fortement influencée par les microstructures locales (macrozones) et les textures des échantillons d'IMI834 étudiés. A la fin de cette étude, nous pouvons souligner les points importants qui suivent.

Les mesures de type A-scan utilisant des faisceaux ultrasonores larges ont permis de distinguer, pour une direction de propagation donnée, des microstructures produisant un signal rétrodiffusé important (échantillon HN) ou plus faible (échantillon LN). Nous avons montré, en analysant les cartographies d'orientations déterminées par EBSD, que les fortes valeurs RMS des amplitudes des signaux ultrasonores rétrodiffusés correspondent à des ondes ultrasonores incidentes qui traversent des milieux dont les caractéristiques élastiques varient fortement sur le parcours. Mais il faut que la longueur moyenne des variations spatiales des constantes élastiques soit de l'ordre de grandeur de la longueur d'onde longitudinale. A l'opposé, le même type d'observations conduit à relier les faibles valeurs RMS des amplitudes rétrodiffusées à une propagation dans un milieu où la longueur de variation spatiale des constantes élastiques, liée à la microstructure, est soit beaucoup plus faible que la longueur d'onde ou beaucoup plus grande engendrant ainsi sur le trajet peu de modification d'impédance acoustique.

L'adaptation d'un modèle a permis de quantifier le lien entre les valeurs RMS du signal rétrodiffusé global et les microstructures et les textures locales. D'un point de vue plus pratique, le niveau de la valeur RMS indique le degré de perturbation de la microstructure et de la texture dans la direction de propagation. Il faut donc prendre la valeur RMS de l'amplitude du signal rétrodiffusé comme révélateur d'hétérogénéités sur le trajet de propagation.

Les mesures de type C-scan permettent de faire correspondre des valeurs d'amplitude RMS des signaux rétrodiffusés à des volumes de matières limités et bien localisés dans les échantillons. On dispose ainsi d'une information 3D plus riche. La valeur RMS en chaque point du tableau 3D constitué correspond à une microstructure et à une texture localisée. Ce type d'approche doit, de ce fait, permettre une détection des macrozones et leur caractérisation en termes de largeur, longueur et inclinaison. Dans l'étude limitée que nous avons conduite, nous avons en effet pu montrer la grande similarité entre les cartes des valeurs RMS des signaux rétrodiffusés provenant d'une tranche interne de l'échantillon et l'aspect des textures déterminées par EBSD sur la surface de la tranche interne analysée après découpe.

Les cartes de temps de propagation, respectivement de vitesses de propagation, contiennent des informations 2D. De notre point de vue, ces cartes ne peuvent donner que des informations réduites sur les macrozones que dans des configurations particulières, notamment si les macrozones sont identiques à elles-mêmes dans la direction de propagation des ultrasons. Ces conditions étaient quasiment remplies pour l'analyse de l'échantillon UA1_HN. Dans ce cas, cette technique permet de détecter la présence de macrozones de dimensions telles qu'elles sont réputées être néfastes à la durée de vie en fatigue-dwell.

Références

- [Bescond 2004] C. Bescond, D. Lévesque, J.B. Guénette, J.P. Monchalin, 16th WCNDT, Aug 30 - Sep 3, Montréal, Canada, 2004
- [Bescond 2005] C. Bescond, P. Bocher, Communication privée, 2005
- [Fisher 1964] E.S. Fisher, C. J. Renken, Physical Review, 135, 1964, p. 482
- [Goebbels 1980] K. Goebbels, Sharpe RS, editor. Research in NDT IV. London, Academic Press, 1980, p. 87
- [Han 1995] Y.K. Han, R.B. Thompson, Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation, vol.14, 1995, p. 67
- [Humbert 2009] M. Humbert, A. Moreau, E. Uta, N. Gey, P. Bocher, C. Bescond, Acta Materialia 57, 2009, p. 708
- [Moreau 2008] A. Moreau, L. Toubal. "Method and apparatus for ultrasonic characterization of scale dependent bulk material heterogeneities". U.S. Provisional patent application # 61/193,117, 2008
- [Rose 1992] James H. Rose, « Ultrasonic backscatter from microstructure », Review of Quantitative Nondestructive Evaluation, vol. 11B, 1992, p. 1677
- [Stanke 1984] F.E. Stanke, G.S. Kino, Journal of Acoustical Society of America, 75, 1984, p. 681
- [Toubal 2006] L. Toubal, André Moreau, Philippe Bocher, Industrial Materials Institute, #IMI 2007-116857-G, CNRC 49654, 2006
- [Toubal 2007] L. Toubal, A. Moreau, P. Bocher, Communication privée, 2007
- [Toubal 2009] L. Toubal, A. Moreau, P. Bocher, Communication privée, janvier 2009



Chapitre IV

Influence des hétérogénéités de texture et de microstructure sur les propriétés en fatigue-dwell



Chapitre IV Influence des hétérogénéités de texture et de microstructure sur les propriétés en fatigue-dwell

<u>IV.1. Géométrie et caractéristiques microstructurales des éprouvettes</u>	94
IV.1.1. Géométrie des éprouvettes	94
IV.1.2. Schéma de prélèvement des éprouvettes de la série 1 dans la 'zone morte'	95
IV.1.3. Schéma de prélèvement des éprouvettes de la série 2 dans le 'cylindre central'	96
IV.1.4. Caractéristiques microstructurales des éprouvettes	100
<u>IV.2 Campagne d'essais de fatigue-dwell</u>	103
IV.2.1 Essais de fatigue-dwell	103
IV.2.2 Résultats des essais de fatigue-dwell	105
<u>IV.3 Technique d'analyse des faciès de rupture</u>	109
IV.3.1 Techniques fractographiques.....	109
<i>Microfractographie</i>	<i>109</i>
Identification du site d'amorçage et du chemin de propagation de la fissure	110
IV.3.2 Caractérisation cristallographique	111
<i>Détermination des orientations cristallographiques par EBSD</i>	<i>111</i>
<i>Evaluation du plan cristallographique des facettes de clivage et quasi-clivage</i>	<i>113</i>
<u>IV.4 Résultats des analyses des faciès de rupture et de leur environnement– influence de la texture locale.....</u>	114
IV.4. 1 Résultats des analyses de faciès de rupture	114
<i>Analyses micro et macro-fractographiques</i>	<i>114</i>
<i>Analyse cristallographique sur les faciès de rupture.....</i>	<i>119</i>
<i>Analyse du plan cristallographique des facettes – écart au plan basal.....</i>	<i>122</i>
IV.4.2 Résultats des analyses après polissage des faciès de rupture.....	123
<i>Microstructure et texture locale dans la zone de propagation par quasi-clivage</i>	<i>123</i>
<i>Microstructure et texture locale dans les zones à stries</i>	<i>125</i>
<i>Localisation de la zone de quasi-clivage par rapport aux macrozones.....</i>	<i>128</i>
<u>IV.5 Discussions.....</u>	134
IV.5.1 Synthèse des résultats	134
IV.5.2 Influence de l'orientation sur le mode de propagation ; relation avec le glissement plastique.....	135
<i>Caractéristique du site d'amorçage– influence des macrozones.....</i>	<i>137</i>
<i>Zone de propagation des fissures – influence des macrozones.....</i>	<i>138</i>
IV.5.3 Influence de la microtexture sur la durée de vie en fatigue dwell.....	138
<u>Références</u>	141

Des essais de fatigue-dwell ont été menés à température ambiante jusqu'à rupture sur 12 éprouvettes, prélevées en différentes localisations de disques forgés. Les 12 essais ont été réalisés dans les mêmes conditions afin d'analyser la dispersion de durée de vie en relation avec les variations de microstructures et de textures locales des éprouvettes observées sur les surfaces de rupture.

Avant de présenter les résultats du comportement en fatigue et l'influence des variations de microstructure sur la durée de vie, nous décrivons la procédure expérimentale. Ainsi, nous indiquons le schéma de prélèvement des éprouvettes dans les disques forgés, puis nous précisons les conditions de sollicitation et enfin nous détaillons la démarche adoptée pour l'analyse des faciès de rupture.

IV.1. Géométrie et caractéristiques microstructurales des éprouvettes

IV.1.1. Géométrie des éprouvettes

La géométrie des éprouvettes est donnée fig. IV.1. Ces éprouvettes ont été usinées selon la norme d'usinage E 606-04 ASTM dans des blocs parallélépipédiques de dimensions (90x30x20mm) prélevés dans les différentes zones de disques forgés [E 606 2004].

Tous les blocs ont été prélevés en gardant l'axe long parallèle à une direction tangentielle du disque. Ainsi l'axe de sollicitation en contrainte des éprouvettes (l'axe long) est parallèle à une direction tangentielle. Par ailleurs, la direction axiale du disque correspond à un rayon spécifique des éprouvettes. Cependant, lors de l'usinage des éprouvettes, la direction axiale du disque n'a pas été repérée sur les éprouvettes. De ce fait, il est malheureusement impossible d'identifier la direction radiale particulière de l'éprouvette correspondant à l'axe du disque.

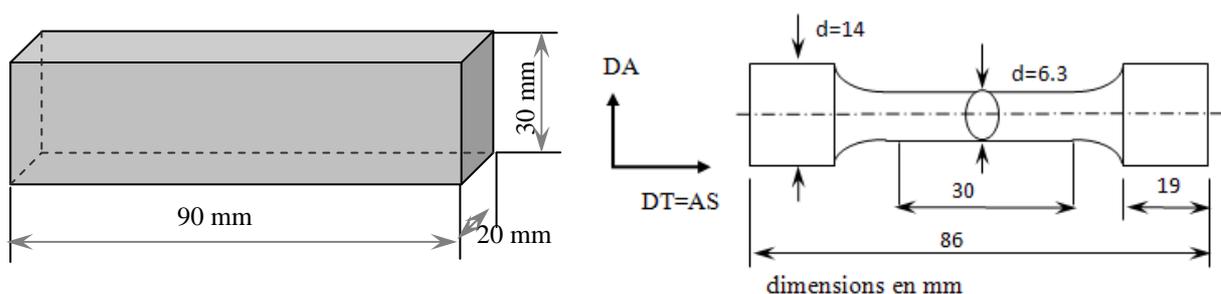


Figure IV.1 Géométrie des éprouvettes de fatigue en IMI 834

Les blocs ont été prélevés dans différentes zones des disques présentant des différences de caractéristiques microstructurales. Ainsi une première série de 6 éprouvettes a été prélevée dans la zone morte du disque, réputée avoir subi une très faible déformation pendant la forge. Une deuxième série de 6 éprouvettes a été prélevée dans un cylindre central du disque forgé.

IV.1.2. Schéma de prélèvement des éprouvettes de la série 1 dans la 'zone morte'

8 blocs parallélépipédiques ont été prélevés dans la « zone morte » d'un disque. Leur schéma de prélèvement approximatif a déjà été donné au § II.1.3 et est rappelé fig. IV.2. Cependant, on ne dispose pas d'une localisation précise de ces blocs notamment selon DA

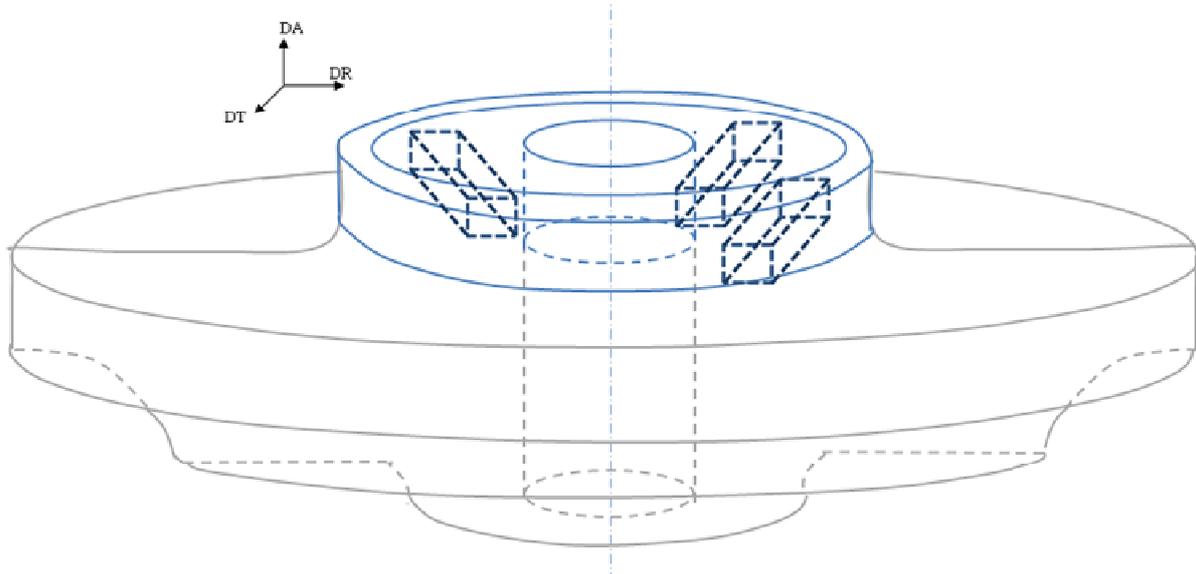


Figure IV.2 Schéma de prélèvement des éprouvettes dans la « zone morte » d'un disque

On rappelle que 2 des 8 blocs de cette zone morte ont été soumis à une analyse ultrasonore et ont ensuite été découpés afin de caractériser les variations de leurs microstructure et de texture par EBSD (voir § II.3.1 et chapitre III). On se souvient que la microstructure est constituée d'environ 30% de grains α_p (allongées ou équiaxes) dans une matrice de lamelles α_s organisées en colonies ou enchevêtrées (fig. II.8 et II.9). Des macrozones avec une texture locale très marquée ont été observées dans ces échantillons (fig. II.10). Elles ont des formes allongées parallèlement à l'axe du disque ou inclinées par rapport à celui-ci pour des prélèvements plus en profondeur dans le disque (fig. II.11).

Par conséquent, les autres 6 blocs restants (usinés pour la réalisation d'éprouvettes de fatigue-dwell) contiennent certainement des macrozones bien marquées cristallographiquement et principalement allongées dans une direction radiale des éprouvettes usinées.

IV.1.3. Schéma de prélèvement des éprouvettes de la série 2 dans le 'cylindre central'

Six autres blocs ont été prélevés dans le « cylindre central » d'un disque, déjà décrit dans le chapitre II (§II.3.1, fig. II.7) et schématisé fig. IV.3.

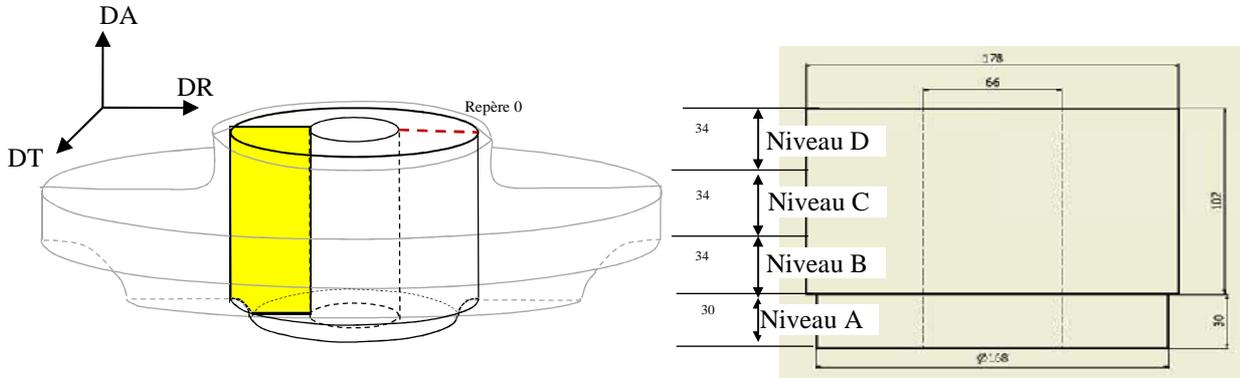


Figure IV.3 Schéma du cylindre central d'un disque.

Pour localiser les zones de prélèvement des blocs parallélépipédiques, un repérage angulaire a été tracé sur la section du disque (référence 0° , fig. IV.3) et 4 niveaux (A, B, C et D) ont été distingués sur la hauteur du disque. Nous avons prélevé 6 blocs parallélépipédiques par niveau B, C et D (soient 18 blocs dont 6 seront utilisés dans le cadre de cette étude).

Avant de découper les blocs, nous avons tenté d'évaluer la présence, l'allure et la répartition des macrozones au sein du cylindre central. Pour révéler ces caractéristiques, une tranche du disque a été découpée et a subi une attaque macrographique (fig. IV.4). D'autre part le cylindre central a été étudié par ultrasons (fig. IV.5) selon les directions radiales.

La tranche d'épaisseur de 12 mm a été prélevée à 190° par rapport à la référence 0° sur la hauteur du cylindre central (repérée en jaune fig. IV.3). L'attaque chimique de la surface permet de visualiser le fibrage du au forgeage de la pièce (fig. IV.4).

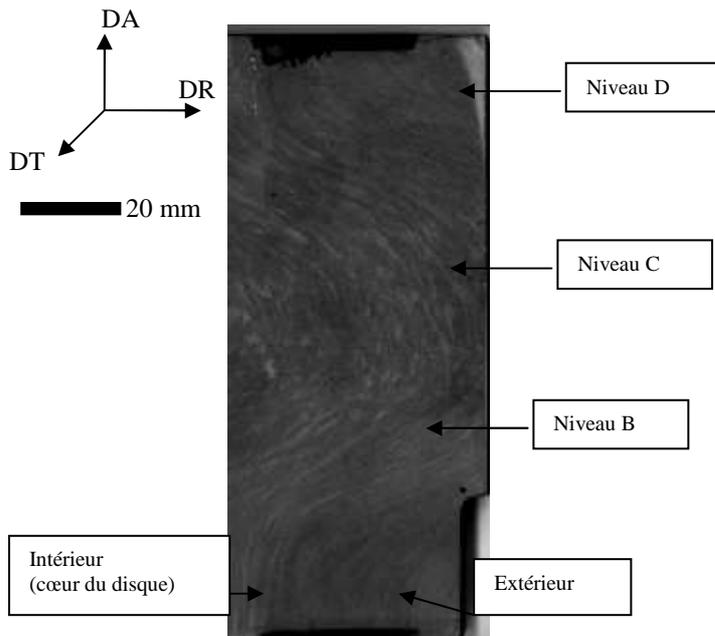


Figure IV.4 Visualisation du fibrage sur une tranche prélevée dans le cylindre central

On rappelle que sur la tranche analysée au § II.3.2, la microstructure était constituée d'environ 20% de grains α_P allongés ou équiaxes dans une matrice lamellaire α_S . L'épaisseur et l'organisation des lamelles varient de la surface externe du cylindre vers le cœur du disque. Les hétérogénéités de texture (§ II.3.3) sont moins marquées que dans la « zone morte ». Leur géométrie et leur arrangement ainsi que leur intensité de texture changent en fonction du taux de déformation local subi par les différentes régions du disque. Ainsi, le procédé de forgeage dans le domaine α/β mène à la disparition des macrozones dans les zones les plus déformées du disque. Dans les régions les moins déformées, les macrozones sont fines et parallèles entre elles (fig. II.15).

Ainsi, dans le cas présent, selon la localisation des éprouvettes de fatigue-dwell dans la hauteur du cylindre central (fig. IV.3), les macrozones devraient principalement être allongées dans une direction radiale des éprouvettes ou absentes (pour des éprouvettes prélevées dans la zone la plus déformée).

Enfin, une cartographie de l'amplitude RMS du signal rétrodiffusé dans la direction radiale a été réalisée. Cette cartographie permet de détecter la présence de macrozones dans la direction de propagation des ultrasons. On rappelle que l'amplitude RMS du signal rétrodiffusé dépend de la fréquence des macrozones rencontrées, de leurs orientations et de leurs distributions dans la direction de propagation pour une longueur d'onde donnée. Les résultats des analyses ultrasonores effectuées dans la partie intérieure et extérieure du cylindre central sont présentés figure IV.5.

Sur ces cartographies, les zones rouges identifient les directions radiales donnant des valeurs RMS fortes, indiquant que le faisceau ultrasonore a traversé fréquemment des régions de comportements élastiques différents (par exemple une succession alternée de macrozones de caractéristiques élastiques variant dans la direction de propagation). Les zones en bleu montrent des directions radiales où l'amplitude RMS du signal rétrodiffusé est faible et indiquent que le faisceau ultrasonore a traversé des régions de faible contraste élastique (succession de macrozones désorientées de telle sorte que la variation de la vitesse de propagation dans la direction considérée est faible ou absence de macrozone).

Ces cartes rendent donc compte indirectement des hétérogénéités de texture et de microstructure dans le matériau vues dans les directions radiales et qui sont liées aux déformations nécessaires pour former la billette initiale et aux déformations additionnelles pour obtenir le disque à partir d'un lopin de billette. Les déformations appliquées pour obtenir la billette déterminent dans un premier temps la densification et la forme des macrozones localisées dans certains secteurs de la billette. L'aplatissement du lopin de billette le long de son axe pour obtenir le disque radialement élargi conduit à des déformations donnant le fibrage de la figure IV.4 et modifie la morphologie des macrozones, leurs textures locales et intensités de texture.

Partant de ce raisonnement, nous nous sommes servis des cartographies de l'amplitude RMS du signal rétrodiffusé pour prélever des échantillons présentant potentiellement des microstructures différentes vues dans la direction radiale et donc susceptibles de présenter aussi des différences microstructurales dans la direction tangentielle.

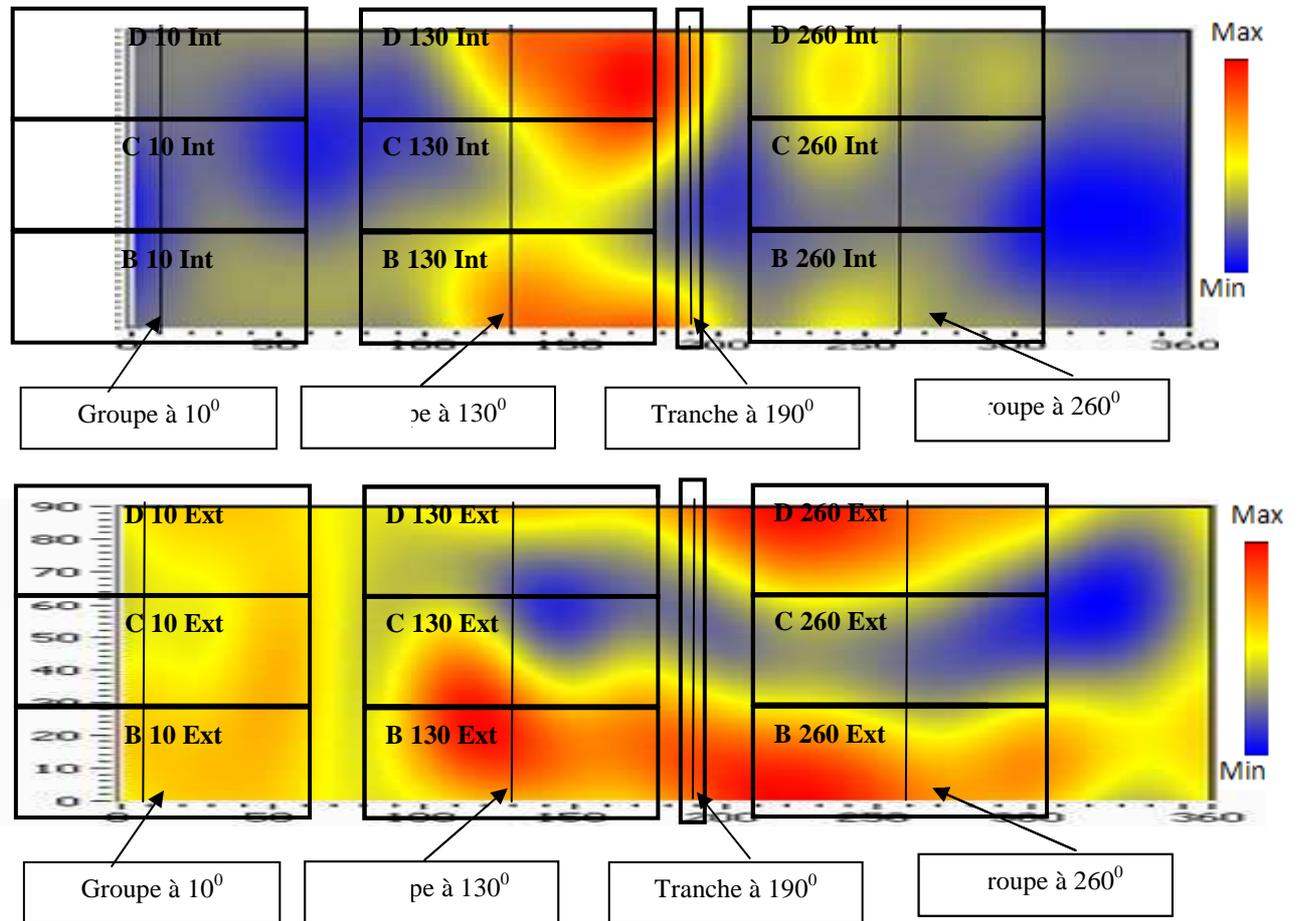


Figure IV.5 Amplitudes RMS du signal rétrodiffusé le long des rayons du cylindre (partie interne et externe) et le schéma de prélèvement des parallélépipèdes au sein du cylindre central [Toubal 2008]

Le prélèvement utilise un repérage angulaire en trois secteurs. Ainsi, les angles 10° , 130° et 260° par rapport à la référence 0° (fig. IV.6) ont été choisis. Chaque niveau B, C, D a donné six éprouvettes. Ces éprouvettes sont référencées selon la zone de prélèvement - suivant l'angle, la hauteur et leurs positions à l'intérieur (proche de la partie centrale du cylindre) ou à l'extérieur (proche du diamètre extérieur du cylindre). Nous disposons pour notre étude de 2 éprouvettes (prélevées en zone intérieure et extérieure) par niveau B, C et D. On peut noter que les rayons du disque sont perpendiculaires aux sens longs des éprouvettes en leur milieu et seulement là.

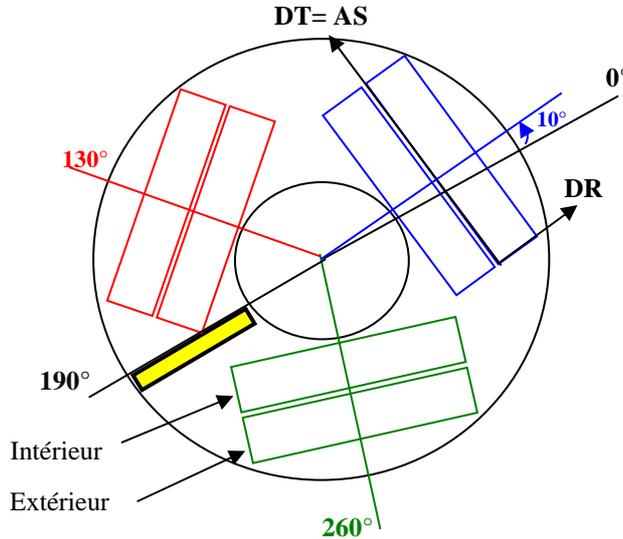


Figure IV.6 Schéma de prélèvement des éprouvettes au sein du disque

Le tableau IV.1 récapitule les 12 éprouvettes de fatigue-dwell utilisées dans le cadre de ce chapitre avec leurs références.

« Zone morte »	Cylindre central
Epr 1 (EPBWM 2 C/B)	B Int 260
Epr 2 (EPBWN 9 C/B)	C Int 10
Epr 3 (EPBWM 26 C/B)	D Int 130
Epr 4 (EPBWM 12 B 2)	B Ext 10
Epr 5 (EPAUP 23 B 2)	C Ext 130
Epr 6 (EPBWM 12 D 2)	D Ext 260

Tableau IV.1 Récapitulatif des 12 éprouvettes

IV.1.4. Caractéristiques microstructurales des éprouvettes

La microstructure et la texture locale des éprouvettes ont été caractérisées après rupture suite aux sollicitations en fatigue-dwell. Cette analyse a été réalisée sur une section de l'éprouvette le plus près possible du faciès de rupture. Il faut noter que l'analyse EBSD a été réalisée avec un pas de déplacement de 15 μ m. Dans ces conditions, le taux d'indexation sera meilleur pour les grains les plus gros (ou les colonies les plus étendues) que pour les grains ou colonies de taille réduite. Ces cartes sous-estiment donc probablement la contribution des orientations de petites colonies et de lamelles enchevêtrées à la texture locale. La figure IV.7 présente une synthèse des microstructures et des textures observées pour les 6 éprouvettes de la 'zone morte' (fig. IV.7 a) et les 6 éprouvettes du cylindre central (fig. IV.7 b). Comme attendu, la microstructure et surtout la texture varient significativement d'une éprouvette à une autre.

La microstructure α_P / α_S

Il semble que la taille des grains α_P soit légèrement plus importante dans les éprouvettes de la 'zone morte'. Par ailleurs, la fraction surfacique occupée par les grains α_P est d'environ 30% pour les éprouvettes de la 'zone morte' et de 20% pour les éprouvettes du cylindre central (on rappelle que les deux pièces 'zone morte' et 'cylindre central' sont issues de disques différents). Parmi les éprouvettes de la 'zone morte', les éprouvettes (Epr 3 et 1) présentent des lamelles α_S très fines (< 1 μ m) et regroupées en colonies ou sous-colonies peu étendues et parfois enchevêtrées. L'éprouvette Epr 6 présente de larges colonies de lamelles épaisses (~ 1 μ m) et un liseré très épais de phase α_{GB} souvent néfaste aux propriétés en fatigue.

Les éprouvettes en provenance du cylindre central présentent également des hétérogénéités d'organisation et de morphologie des lamelles α_S en fonction de l'endroit de prélèvement. Ainsi, pour les éprouvettes prélevées au cœur du cylindre (B Int 260, C Int 10, D Int 130), les lamelles α_S ont une épaisseur d'environ 1 μ m et organisées en colonies ou sous-colonies peu étendues et parfois enchevêtrées. On remarque la présence de lisérés de la phase α (α_{GB}) formés aux joints des ex-grains β . Les éprouvettes prélevées dans la partie extérieure du cylindre central (B Ext 10, C Ext 130, D Ext 260) présentent des lamelles plus épaisses α_S (1 à 1,5 μ m) organisées majoritairement en colonies très étendues.

La texture locale et distribution spatiale des orientations

On remarque que la statistique de distribution des orientations des six éprouvettes de la 'zone morte' présente des similarités. Le code de couleurs du triangle standard permet de distinguer une alternance de bandes rouges et bleu/vertes bien définies et assez fines pour toutes les éprouvettes. D'une éprouvette à l'autre, la largeur et l'intensité de texture des bandes varient légèrement.

Par contre, les six éprouvettes du cylindre central présentent de fortes différences (Fig. IV.7b):

- de texture (on peut comparer l'éprouvette C Int 10 et D ext 260) et,
- de répartition spatiale des orientations avec des alternances de bandes texturées plus ou moins marquées (D Int 130, B Ext 10, C Ext 130) voire pour certains cas leur disparition (C Int 10) .

Comparées aux éprouvettes de la zone morte, ces éprouvettes présentent des bandes (macrozones) moins bien définies et souvent plus larges et d'intensité de texture réduite (D Ext 260, C Int 10).

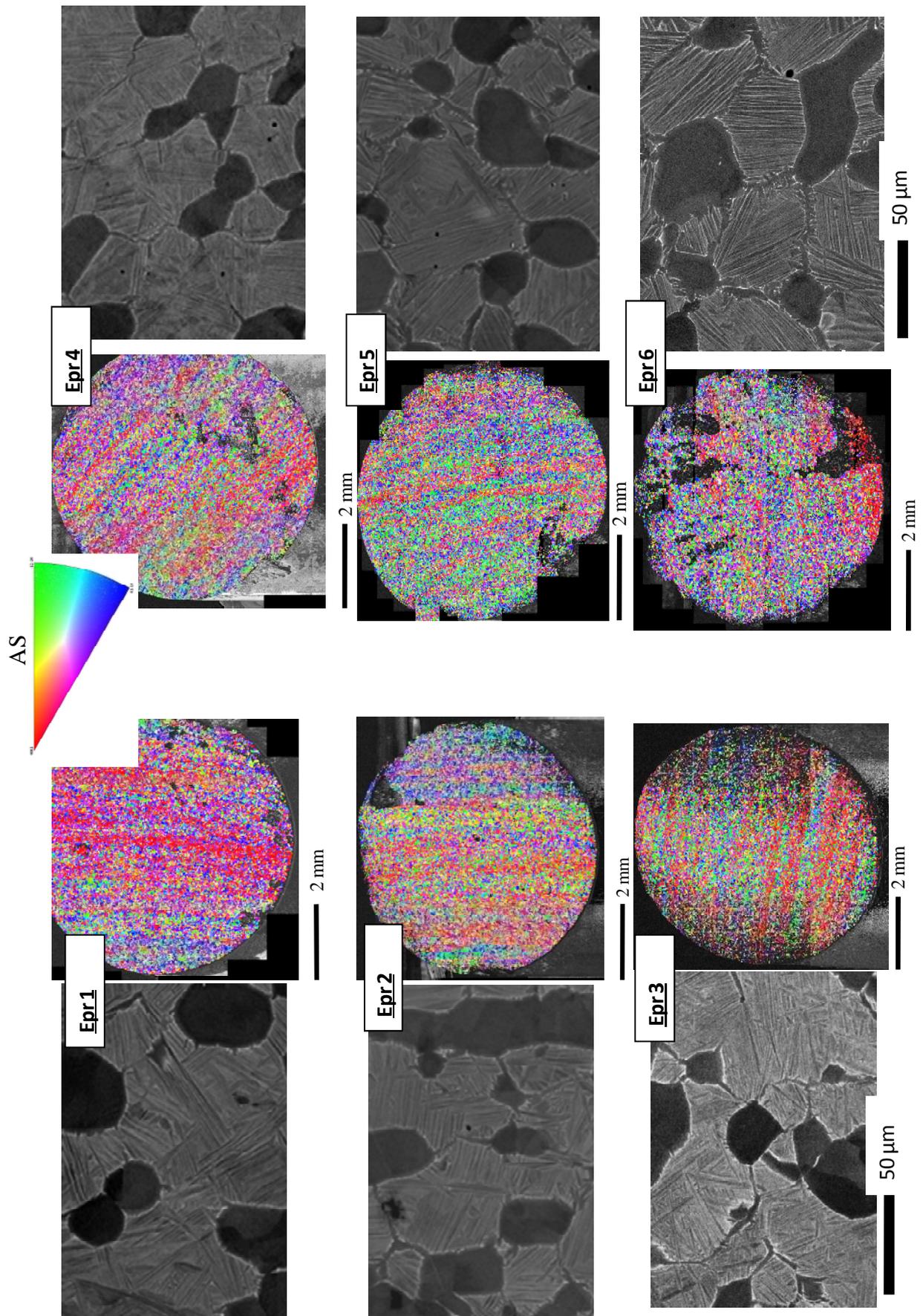


Figure IV.7 a) Microstructures et textures des surfaces de rupture des éprouvettes dans la 'zone morte' (AS : Axe de sollicitation)

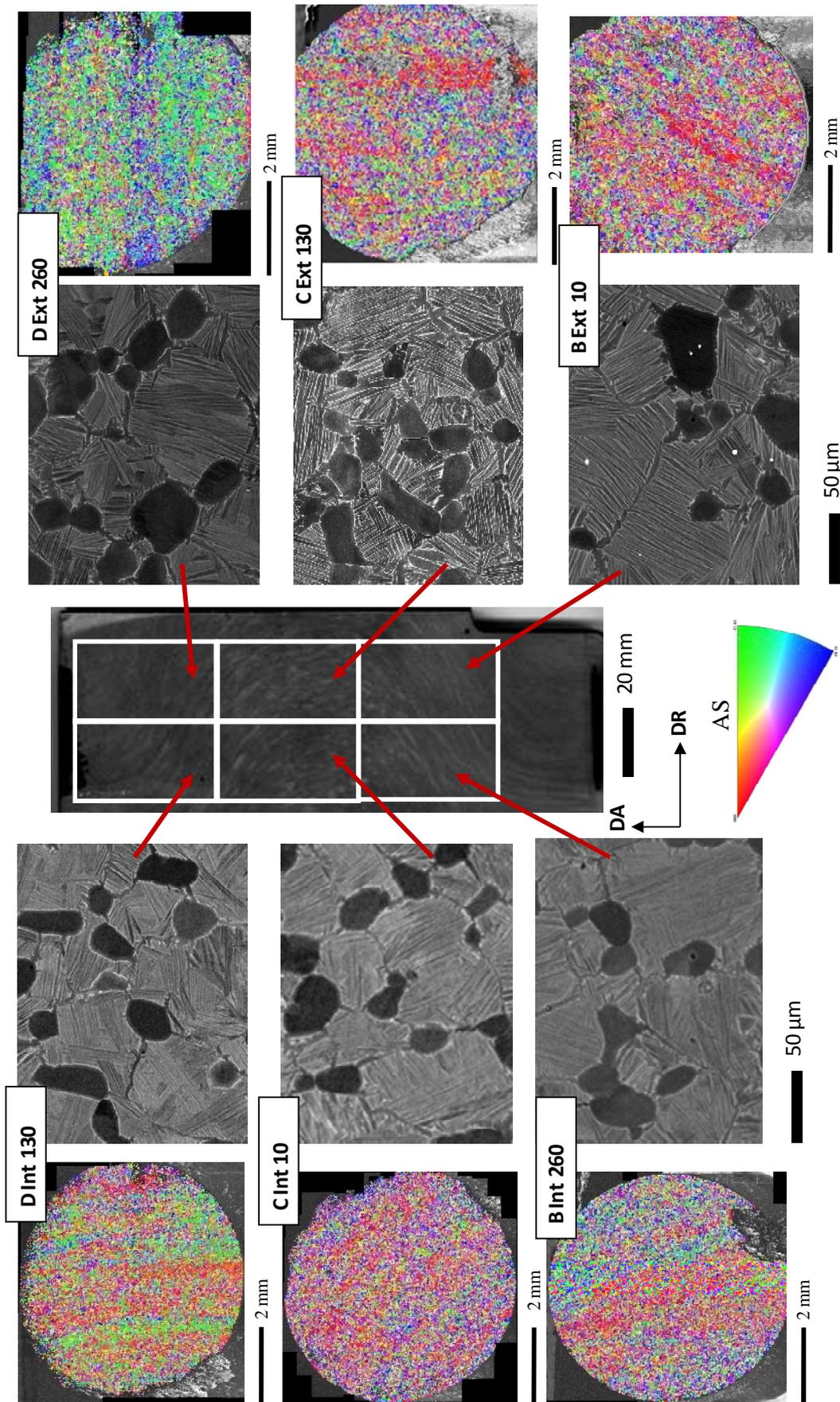


Figure IV.7 b) Microstructures et textures des surfaces de rupture des éprouvettes dans le cylindre central (AS : Axe de sollicitation)

IV.2 Campagne d'essais de fatigue-dwell

IV.2.1 Essais de fatigue-dwell

Dispositif expérimental

Les 12 essais fatigue-dwell ont été réalisés sur deux machines mais dans des conditions d'essai proches

Les éprouvettes prélevées dans la « zone morte » ont été sollicitées à l'Ecole Technologique Supérieure (ETS) de Montréal, Canada. Les essais ont été réalisés sur une machine hydraulique MTS (fig. IV.8a), équipée d'un capteur de force de 40 KN. Les déformations sont suivies au moyen d'un extensomètre de longueur utile $l_0 = 25$ mm. Une centrale de mesure assure le pilotage de l'essai, l'acquisition et le traitement des données (capteur de force, extensomètre et capteur de déplacement). L'acquisition et l'exploitation des données ont été effectuées par Lotfi Toubal, ETS, Montréal.

Les essais de fatigue-dwell sur les éprouvettes prélevées dans le cylindre central ont été réalisés au Laboratoire de mécanique Biomécanique Polymère Structures (LABPS) – ENIM Metz, France. La machine utilisée, SCHENCK Hidroplus PSB (fig. IV.8b), est une machine servohydraulique permettant une force de charge maximale de 100KN. L'obtention du cycle de chargement se fait par pilotage informatique. Durant l'essai, la force, la déformation de l'éprouvette et le déplacement du vérin sont enregistrés par ordinateur en fonction du nombre de cycles. Un extensomètre, à pont de jauges d'une étendue de 5%, permet de mesurer la déformation de l'éprouvette dans la zone utile.

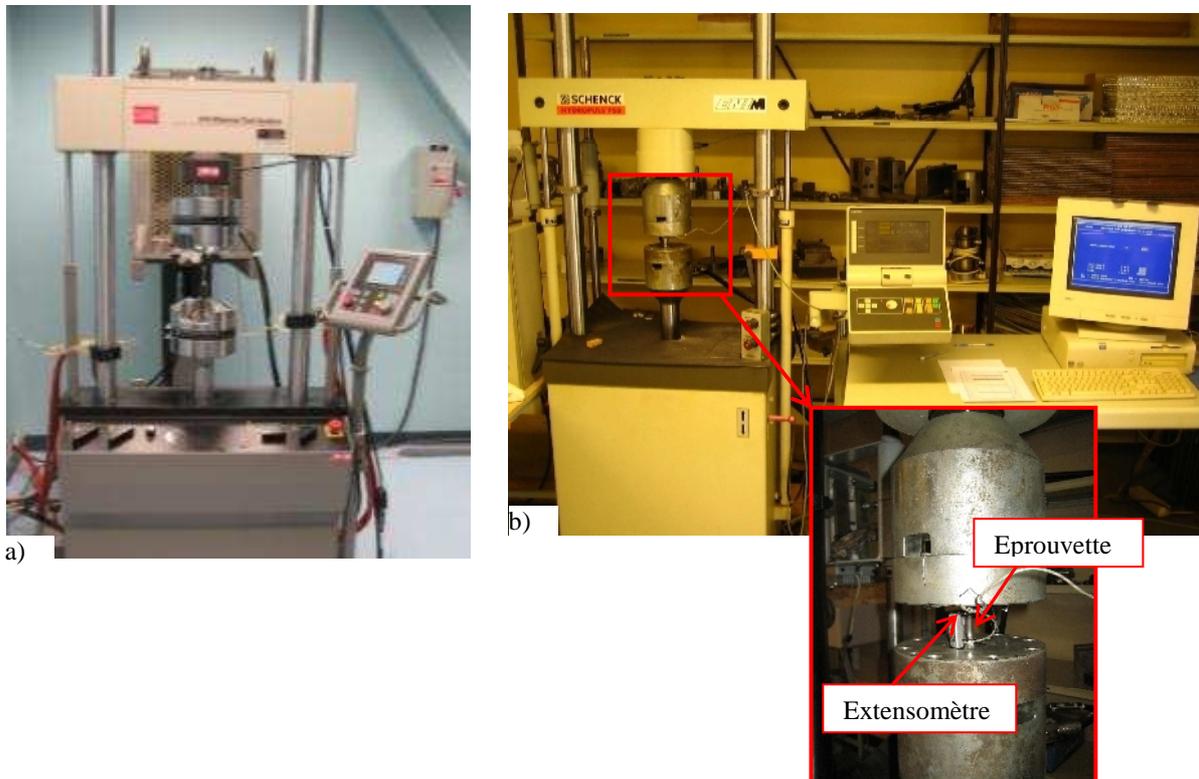


Figure IV.8 Machines de fatigue a) ETS–Montréal, Canada, b) LABPS–ENIM, Metz

Conditions de sollicitation en fatigue-dwell

Un cycle de fatigue-dwell est caractérisé par une mise en charge, un temps de maintien de la charge à son niveau maximal et d'une décharge. Parmi les paramètres qui ont une influence importante sur la durée de vie, on compte le temps de maintien et le niveau de charge appliquée. Ainsi, une étude effectuée sur l'alliage IMI 834 [Bache 1997] montre que la durée de vie diminue avec l'augmentation des durées de maintien de la charge (fig. I.9a). De même, plus le niveau de la charge maximale appliquée est élevé, plus la durée de vie est réduite pour un type de sollicitation de fatigue-dwell ou fatigue cyclique.

Nos essais de fatigue-dwell ont été réalisés à température ambiante avec la contrainte maximale de 827MPa maintenue pendant 30 s à charge maximale. Le rapport de charge R est égal à 0. Les temps de chargement et de déchargement utilisés pour les éprouvettes de la « zone morte » ont été de 0,5 s et pour les éprouvettes en provenance du cylindre central de 1,5 s (fig. IV.9). Ce temps a été ajusté en fonction de chaque machine de fatigue afin d'éviter un dépassement de la charge maximale appliquée lors du maintien de la charge. Tous les essais ont été effectués jusqu'à la rupture finale des éprouvettes. Dans les deux cas, les essais sont pilotés en contrainte et en condition de fatigue oligocyclique (rupture après un nombre de cycles inférieur à 10^{3-4} cycles). Toutes les éprouvettes ont été sollicitées suivant les mêmes conditions afin de pouvoir caractériser la dispersion de leur durée de vie et d'étudier cette dispersion en fonction de la microstructure et/ou de la texture de chaque éprouvette.

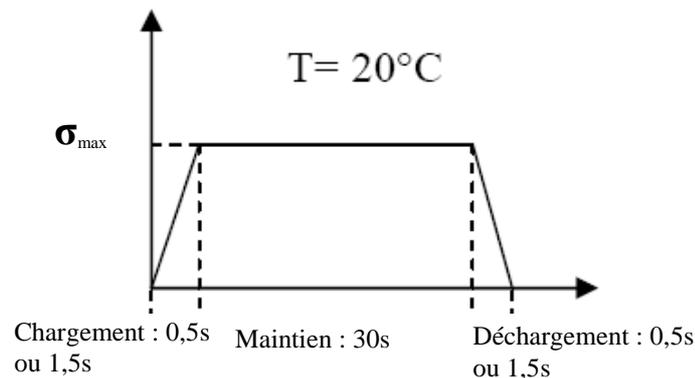


Figure IV.9 Conditions de sollicitation en fatigue-dwell

Différents essais mécaniques ont été réalisés à ETS, Montréal pour évaluer les propriétés mécaniques du matériau analysé. Ainsi des essais ont permis d'évaluer le facteur d'intensité de contrainte critique $K_{IC} = 35 \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$. Par ailleurs, des essais de traction ont été réalisés sur des éprouvettes plates pour déduire des paramètres comme la limite d'élasticité et la limite de rupture de notre matériau. Ces essais ont été réalisés en imposant le déplacement avec une vitesse 1mm/min. Les résultats obtenus suite à deux essais de traction sont présentés sous la forme d'un graphe contrainte-déplacement machine figure IV.10.

On remarque qu'il y a une dispersion de la limite d'élasticité entre les deux éprouvettes sollicitées en traction. Pour les mêmes conditions d'essai et la même géométrie d'éprouvettes, on constate une variation de 21 MPa. Cette variation peut avoir différentes origines parmi lesquelles on peut compter la variation de texture. Dans la suite de l'étude seule la contrainte appliquée (827 MPa) sera considérée et non le pourcentage de celle-ci par rapport à la limite d'élasticité conventionnelle.

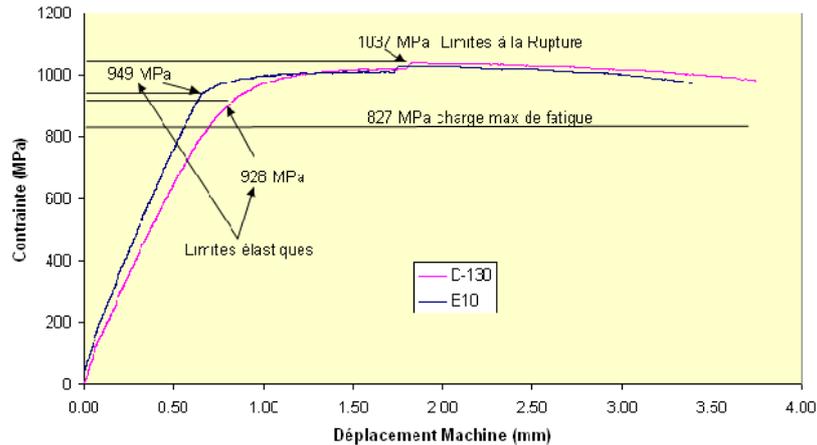


Figure IV.10 Courbes de traction sur deux éprouvettes prélevées dans le cylindre central (l'axe de sollicitation est parallèle à la direction tangentielle du disque)

IV.2.2 Résultats des essais de fatigue-dwell

Les résultats mécaniques des essais de fatigue-dwell montrent que pour des conditions d'essai proches, il y a une forte dispersion dans la durée de vie. Le tableau IV.2 et la figure IV.11 récapitulent le nombre de cycles jusqu'à rupture pour l'ensemble des éprouvettes.

Provenance des éprouvettes	Eprouvette	Durée de vie (cycles)
'Zone morte'	Epr 1	5082
	Epr 2	4449
	Epr 3	7367
	Epr 4	3169
	Epr 5	5592
	Epr 6	3285
'Cylindre central'	B Int 260	12369
	C Int 10	7840
	D Int 130	5073
	B Ext 10	5671
	C Ext 130	3407
	D Ext 260	9074

Tableau IV.2 Durée de vie des 12 éprouvettes sollicitées en fatigue-dwell

Les durées de vie varient d'un minimum de **3169 cycles** pour l'éprouvette 4 ('zone morte') à un maximum de **12369 cycles** pour l'éprouvette B Int 260 ('cylindre central'). Ainsi, un facteur 4 est trouvé entre la valeur minimale et la valeur maximale.

Pour les éprouvettes en provenance de la 'zone morte', la durée de vie moyenne est de **4824 cycles** avec un écart type de l'ordre de **1572**. Pour les éprouvettes en provenance du 'cylindre central', la durée de vie moyenne est de **8750 cycles** et l'écart type est de **3221**. On note donc une durée de vie moyenne de la partie cylindrique plus élevée que dans la zone morte mais avec une dispersion plus importante.

Plus généralement, les durées de vie sont du même ordre de grandeur que celles observées par Bache sur des disques en IMI834 de microstructure bimodale et pour des conditions de sollicitations proches (charge maximale : ~800 MPa, 2 min dwell) [Bache 1997]. Ainsi l'auteur obtient une durée de vie en fatigue-dwell d'environ 4000 cycles. On peut préciser que sans maintien de la charge, ses travaux montrent que le nombre de cycles à rupture augmente à environ 20000 cycles. Ce qui donne un ordre de grandeur de l'effet 'dwell' pour cet alliage (facteur de chute de durée de vie égal à 5).

Cependant peu de travaux de la littérature évaluent la dispersion en durée de vie pour une condition de sollicitation donnée en fatigue-dwell. Notre étude montre que des variations d'un facteur 4 de la durée de vie peuvent être observées en fonction du lieu de prélèvement des éprouvettes dans le disque (fig. IV.11).

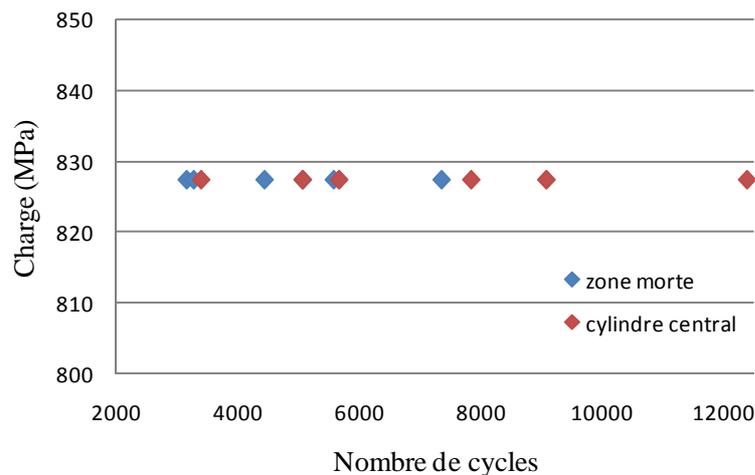


Figure IV.11 Dispersion de la durée de vie des 12 éprouvettes

La figure IV.12 montre l'évolution de la déformation sous charge maximale en fonction du nombre de cycles à rupture. Pour les éprouvettes Epr 3 (7367 cycles), B Int 260(12369 cycles), C Ext 130 (3407 cycles), seulement l'enregistrement du nombre de cycles a été possible (la déformation n'a pas été enregistrée et n'est pas relevée fig. IV.12).

Pour les mêmes conditions d'essai, la déformation jusqu'à rupture varie d'une éprouvette à l'autre. L'éprouvette 6 ('zone morte', 3285 cycles) et l'éprouvette C Int 10 ('cylindre central', 7840 cycles) présentent respectivement les valeurs de déformation les plus élevées et les plus basses. Cependant, en accord avec la littérature, la déformation accumulée n'est pas un facteur contrôlant la durée de vie. Par exemple, les éprouvettes 4 et 6 présentent les plus faibles durées de vie mais des déformations accumulées très différentes. Egalement, les éprouvettes à longue durée de vie (C Int 10 et D Ext 260) présentent des niveaux de déformation différents.

Les variations de déformation cumulées sont probablement liées aux variations de microstructures et de textures globales. Ainsi les orientations (du moins celles observées à proximité du faciès de rupture) de l'éprouvette D Ext 260 sont favorables à la déformation plastique. De même l'éprouvette 6, présentant une microstructure constituée de larges colonies est plus encline à plastifier que les éprouvettes dont la taille de colonies est plus limitée (Epr. 3 par exemple).

Par contre, même si de façon générale, la déformation ne détermine pas la durée de vie, on peut supposer que dans un matériau contenant des macrozones – c'est-à-dire une alternance de zones élastiquement 'dures' et 'molles' (avec un module d'Young maximal et respectivement minimal ; voir variation du module d'Young – chapitre III), une forte déformation plastique des zones 'molles' dès les premiers cycles devraient favoriser le transfert de charge vers les zones les

plus dures. Par conséquent, le processus d'endommagement et d'amorçage des fissures pourrait être accéléré en raison d'une plasticité importante et de la présence de macrozones, réduisant ainsi la durée de vie.

Ainsi, les deux échantillons présentant des déformations élevées (D Ext 260 et Epr 6) mais des durées de vie différentes, correspondent typiquement à des échantillons avec :

- des microstructures différentes : de larges colonies de lamelles α_S épaisses et 30% grains α_P pour Epr 6 contre des lamelles α_S assez fines organisées en colonies de taille plus réduite et de 20% de grains α_P pour D Ext 260.
- des microtextures significativement différentes: alternance de bandes bleu-vertes et rouges avec une forte concentration d'axes c parallèles à l'axe de sollicitation pour Epr 6, contre une majorité de grains ayant une orientation favorable pour la déformation plastique avec des axes c à 90° de l'axe de sollicitation pour D Ext 260. Ainsi, du fait des hétérogénéités de texture, le transfert de charge au niveau macroscopique devrait être plus important dans le cas de l'éprouvette Epr 6.

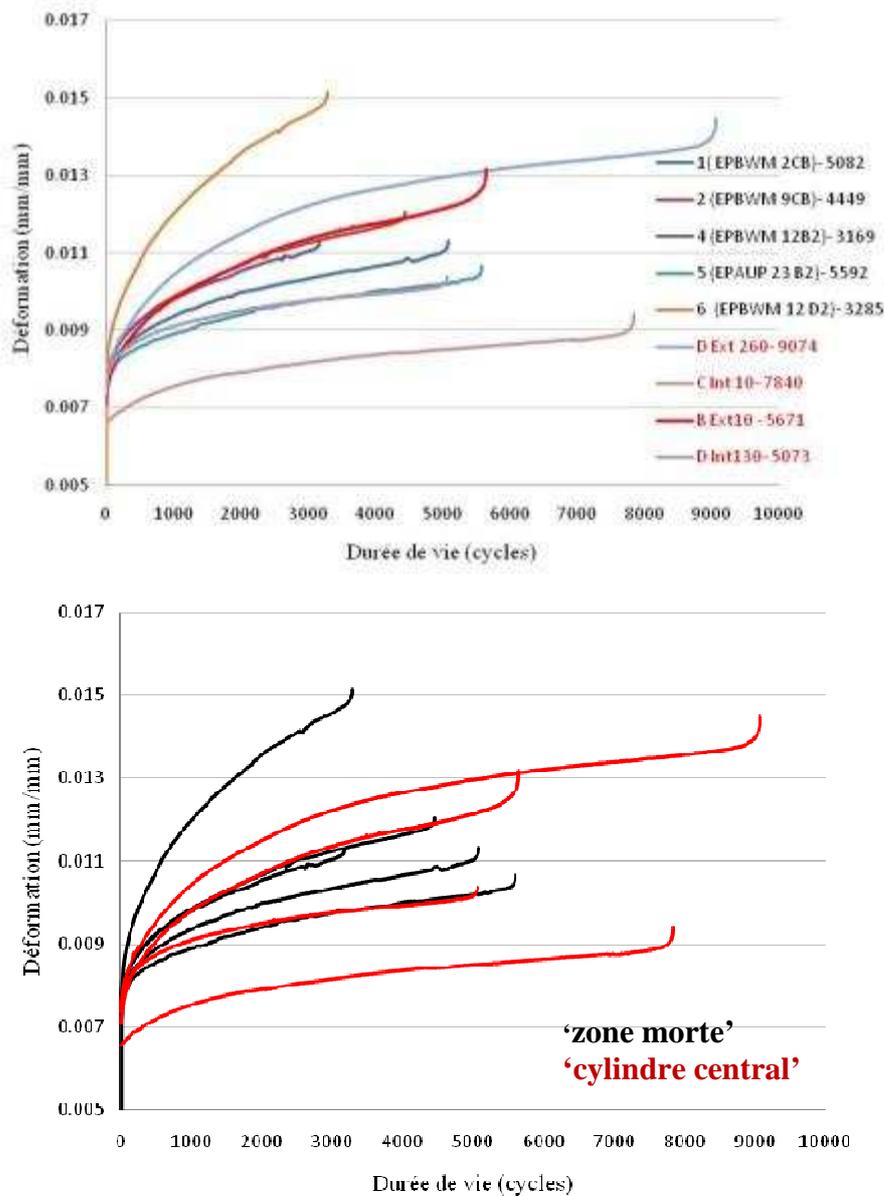


Figure IV.12 Evolution de la déformation en fonction du nombre de cycles en fatigue-fluage ; a) représentation pour chaque échantillon, b) représentation en fonction de la zone de prélèvement des éprouvettes

L'évolution du module d'Young longitudinal au cours des cycles de fatigue a été calculée en utilisant la formule :

$$E = \frac{\sigma_{\max} - \sigma_{\min}}{\varepsilon_{\max} - \varepsilon_{\min}}, \text{ où } \sigma_{\min} = 0.$$

Le résultat de ce calcul est présenté dans la figure IV.13.

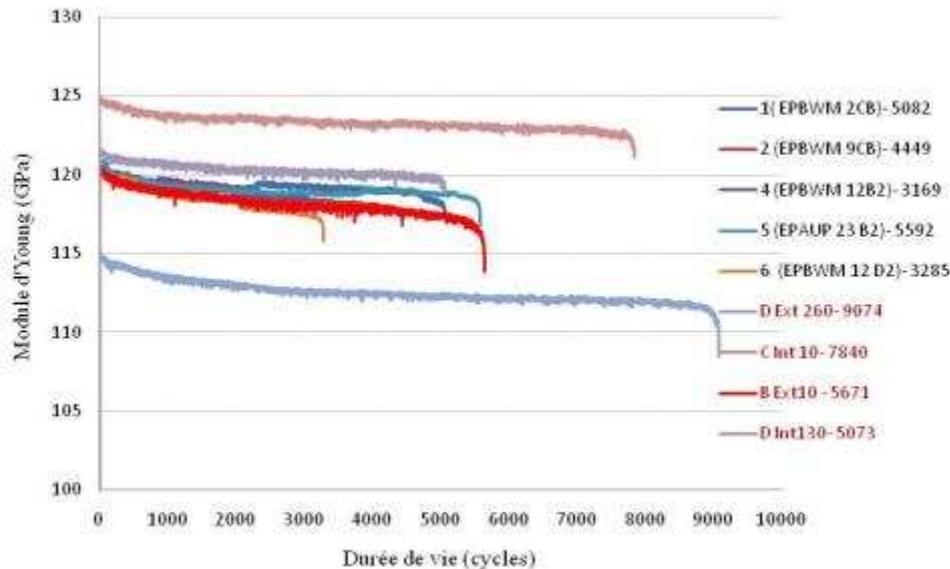


Figure IV.13 Evolution du module d'Young en fonction du nombre de cycles

On constate qu'il y a une chute de la rigidité pour toutes les éprouvettes. Les éprouvettes D Ext 260 (9074 cycles) et C Int 10 (7840 cycles) présentent les valeurs de module d'Young respectivement la plus faible et la plus forte (114 GPa et 125 GPa). Ces deux éprouvettes ont pourtant des durées de vie les plus longues. Par ailleurs, le reste des éprouvettes ont des modules d'Young moyens en début d'essais d'environ 120 GPa et présentent de fortes variations de durée de vie. Ainsi, les variations de module d'Young moyen initial d'une éprouvette à une autre ne donnent pas d'indication sur la durée de vie en fatigue dwell.

On peut également à cette étape commenter les variations de durée de vie en fonction des variations de microstructures et de textures près du faciès de rupture (fig. IV 7a et b).

Les éprouvettes avec les durées de vie les plus importantes (B Int 260, D Ext 260, C Int 10) présentent l'alternance de bandes rouges et bleu-verts la moins marquée, ce qui correspond soit à une distribution spatiale plus homogène des grains avec des axes c proches de l'axe de sollicitation (en rouge sur la figure IV.7a), soit à l'absence de cette composante de texture.

De plus, ces éprouvettes présentent une microstructure composée de 20% de grains α_p dans une matrice lamellaire α_s fine et enchevêtrée qui, comme on l'a vu dans le chapitre I, devrait ralentir la propagation de la fissure.

A l'opposé, les éprouvettes avec les durées de vie les plus faibles (Epr 4, Epr 6, C ext 130), présentent une alternance de bandes marquées avec des macrozones de largeurs variables et qui ont une forte concentration d'axes c proches de l'axe de sollicitation. Pour ces éprouvettes, la microstructure est constituée de grains α_p (30% pour la 'zone morte') dans une matrice lamellaire α_s épaisse organisée plutôt en colonies et connues pour favoriser la propagation des fissures.

Cela met en évidence la forte influence de la texture et de la microtexture sur la durée de vie. Cependant pour préciser cette influence, il est nécessaire de caractériser en détail les modes d'amorçage et de propagation des fissures en relation avec les orientations locales et leur distribution spatiale.

IV.3 Technique d'analyse des faciès de rupture

Après l'essai mécanique, chaque faciès de rupture a été analysé par des méthodes micro- et macro-fractographiques. L'objectif est d'identifier les caractéristiques principales des faciès de rupture: les sites d'amorçage et les chemins de propagation des fissures. Nous nous sommes intéressés en particulier aux zones de rupture présentant des facettes de clivage, à la présence de stries de fatigue et enfin à la présence de cupules.

Par ailleurs, l'analyse micro-fractographique au MEB a été jumelée à une analyse cristallographique par la technique EBSD. L'objectif était de déterminer les orientations cristallographiques des zones d'amorçage et de propagation de la fissure et lorsque c'était possible d'identifier le plan cristallographique moyen des facettes.

Les analyses EBSD ont essentiellement été effectuées sur les sections des éprouvettes, proches du faciès de rupture (entre 50 et 200 μm). Cependant quelques analyses dans le sens longitudinal des éprouvettes ont été effectuées pour visualiser la distribution des macrozones et localiser d'éventuelles microfissures. L'éprouvette est coupée suivant une section transversale afin d'obtenir un échantillon de hauteur réduite et adaptée à l'analyse fractographique et cristallographique aux microscopes. Ensuite, on la fixe sur un porte-échantillon pour imposer un repère fixe à l'ensemble des analyses. L'échantillon et le porte-échantillon sont nettoyés avec une solution chimique appropriée aux faciès de rupture des alliages de titane, qui n'attaque pas les surfaces (mélange d'eau distillée contenant 3% de Decon Neutracon), dans un bac à ultra-son pendant 15 minutes.

IV.3.1 Techniques fractographiques

En premier lieu, les échantillons sont observés à l'œil nu, puis avec une loupe binoculaire équipée d'une caméra numérique afin d'identifier rapidement les caractéristiques principales des faciès de rupture (relief, aspect brillant). Cette étape permet de localiser les zones brillantes à la surface de l'échantillon. Chaque zone brillante correspond à une ou plusieurs zones d'amorçage et de propagation de fissure (identifiées ultérieurement en microscopie électronique à balayage). Par ailleurs, il est possible d'observer le relief des faciès de rupture et en particulier les différences de hauteur entre les plans de propagation des fissures. Au sein de la zone brillante, on identifie en microscopie optique des facettes (qui donnent cet aspect brillant à la zone). Par ailleurs, le réglage de la distance de focalisation entre deux zones permet d'évaluer les différences de hauteurs entre deux points sur le faciès.

Microfractographie

Enfin, les échantillons sont observés par microscopie électronique à balayage. Dans le cadre de cette étude, nous avons utilisé les mêmes microscopes électroniques que pour l'étude présentée au chapitre II : MEB JEOL JSM-6490W et le MEB FEG JEOL JSM-6500F. Pour l'observation des faciès de rupture, il est préférable de travailler à des distances relativement élevées (20-25mm) pour avoir une grande profondeur de champ. Par ailleurs, des tensions d'accélération

faibles (5kV) sont souvent privilégiées afin de visualiser les détails au niveau de la surface (ex : les stries de fatigue). Pour l'observation de la surface de rupture, on utilise essentiellement le détecteur d'électrons secondaires pour révéler des détails topographiques du faciès.

Les observations au MEB permettent de délimiter précisément les zones contenant des facettes, les zones présentant des stries de fatigue et la zone de rupture instable (rupture finale).

On peut rappeler que les stries sont caractéristiques de la rupture en fatigue. Elles sont parallèles entre elles et perpendiculaires à la direction de propagation. Elles sont la trace de la propagation de la fissure à chaque cycle de sollicitation. L'espacement entre stries correspond dans le domaine de la loi de Paris, à la vitesse de propagation microscopique. On constate l'augmentation de l'amplitude des stries avec l'avancement de la fissure, signe d'une augmentation de la vitesse d'avancement de la fissure avec la longueur de fissure.

La zone de rupture instable correspond à la rupture finale. Elle commence après la zone de propagation de la fissure en fatigue et se propage sur tout le reste de l'échantillon. Cette zone se caractérise par la présence de cupules et de zones de surcharge montrant de l'arrachement de matière. Cette zone n'a pas fait l'objet d'une analyse détaillée lors de cette étude.

Identification du site d'amorçage et du chemin de propagation de la fissure

La figure IV.14 montre l'aspect caractéristique des faciès de rupture avec la présence d'une zone contenant de nombreuses facettes de quasi-clivage (encadrées en rouge). Sur les facettes de quasi-clivage, on reconnaît la présence de rivières de fatigue (fig. IV.14). Les marches (flèche bleue) sont provoquées par le raccordement du chemin suivi par la fissure se propageant sur des plans cristallographiques situés à des niveaux différents. L'analyse de ces rivières permet d'identifier le sens de propagation de la fissure. Les flèches bleues convergent vers une même ligne centrale qui traverse toute la facette (flèche jaune) et qui indique le sens de propagation de la fissure dans le grain. En reproduisant ce type d'analyse à l'ensemble des facettes d'une même zone, on peut reconstituer le chemin de propagation de la fissure. En remontant l'ensemble des rivières de fatigue, on converge vers le site d'amorçage de la fissure (fig. IV.15).

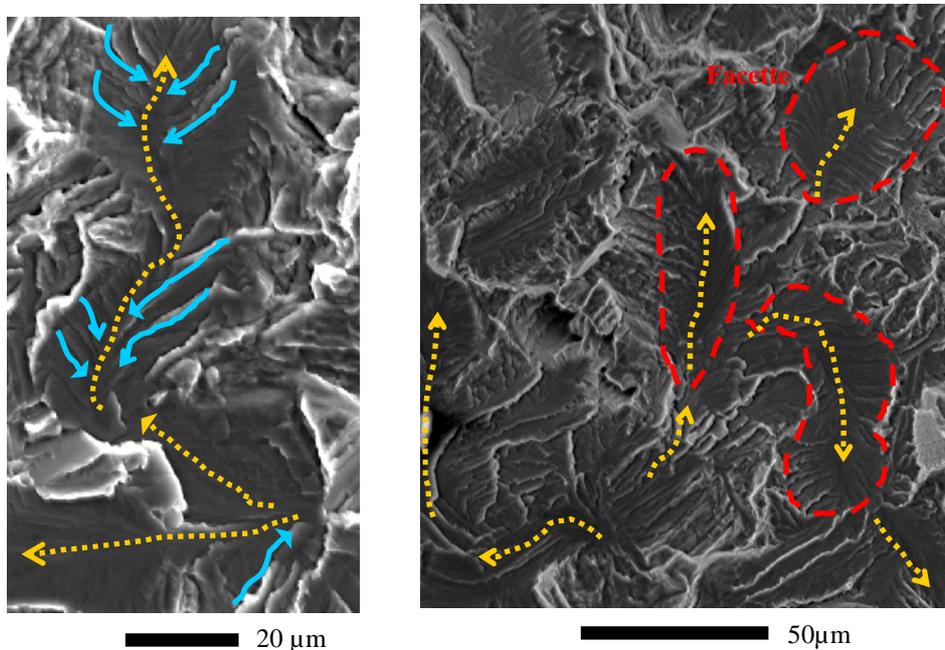


Figure IV.14 Analyse des facettes de quasi-clivage pour identifier le sens de propagation de la fissure

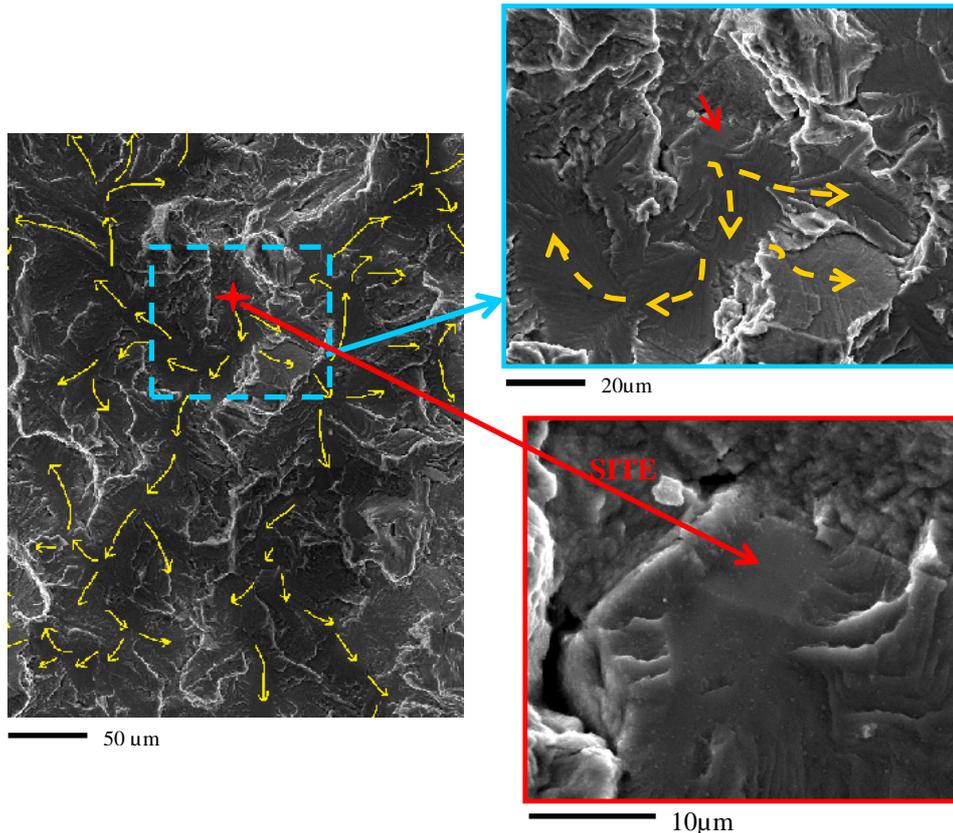


Figure IV.15 Identification du site d'amorçage de la fissure

A l'aide de logiciels d'analyses d'image (GIMP 2.6 et Analysis), la fraction surfacique des zones présentant des facettes et celles présentant des stries de fatigue a été quantifiée pour chaque éprouvette.

IV.3.2 Caractérisation cristallographique

Détermination des orientations cristallographiques par EBSD

Pour déterminer l'orientation cristallographique des détails fractographiques visibles sur la surface de fracture (site d'amorçage, facettes, stries), nous avons utilisé la technique EBSD dans un microscope électronique à balayage (système EBSD commercialisé par la société HKL ; la technique est détaillée au Chapitre II et en Annexe M2). L'ensemble des données EBSD nous permet d'étudier l'incidence des orientations cristallographiques (et la présence de macrozones) sur les mécanismes de rupture des éprouvettes et sur leur durée de vie en fatigue-dwell.

Initialement, le faciès de rupture est toujours observé au MEB à plat, afin d'identifier la zone d'intérêt (sites d'amorçage par exemple). Ensuite, on incline progressivement l'échantillon en examinant cette zone jusqu'à une inclinaison de 70° (voir fig. IV.16).

Nous avons réalisé deux types d'analyse EBSD sur les éprouvettes de fatigue.

(1) Directement sur la surface de rupture

Dans ce cas, les diagrammes de Kikuchi sont souvent de mauvaise qualité pour les raisons suivantes :

- la surface de rupture présente souvent un relief très accidenté ; avec une inclinaison de 70° , ce relief peut masquer une partie des rayons diffractés limitant ainsi les zones exploitables du diagramme de Kikuchi.

- l'inclinaison entre la surface d'analyse et le faisceau d'électrons n'est plus de 20° (90° - 70°) ; par conséquent, les conditions géométriques pour obtenir un cliché de bonne qualité ne sont plus satisfaites.
- enfin, il est préférable de faire l'analyse EBSD directement après rupture de l'éprouvette pour éviter l'oxydation de la surface (qui dégrade également la qualité du diagramme de Kikuchi).

Par conséquent, les zones qui peuvent être indexées directement sur le faciès de rupture sont limitées. On travaille souvent en mode manuel. On positionne le faisceau d'électrons sur une zone particulière (facette de clivage, zone de stries de fatigue...) et on en déduit l'orientation cristallographique de chaque point.

Chaque orientation cristallographique est donnée dans le repère lié à l'éprouvette (incliné de 70° par rapport au repère du microscope). L'inclinaison additionnelle de la facette par rapport à l'angle de tilt de 70° n'influence pas significativement l'orientation obtenue (elle peut modifier légèrement les paramètres de calibration – position du point source et distance à la caméra – paramètres qui peuvent être réajustés).

(2) Après des polissages successifs pour aplanir progressivement la surface «accidentée» et visualiser la microstructure. La surface est d'abord polie avec un papier de carbure de silicium (granulométrie 4000) et ensuite dans l'étape finale, avec une solution de silice colloïdale et de peroxyde d'hydrogène. L'épaisseur enlevée par polissage par rapport au site d'amorçage est mesurée avec précision à l'aide de la microscopie optique en utilisant le réglage de la distance de focalisation.

La microstructure de la zone polie peut alors être étudiée avec le détecteur d'électrons rétrodiffusés (révélant le contraste chimique). Sur ces zones polies, nous avons fait l'acquisition des cartographies d'orientations afin de déterminer l'orientation des grains dans lesquels se propage la fissure.

Pour l'ensemble des cartes présentées, la couleur de chaque pixel révèle la direction de l'axe de sollicitation (AS) dans le repère du cristal (suivant le code de couleur du triangle standard). Par ailleurs, le plan de projection stéréographique des orientations est choisi perpendiculaire à l'axe de sollicitation. Ainsi, AS est au centre des figures de pôles $\{00.2\}$.

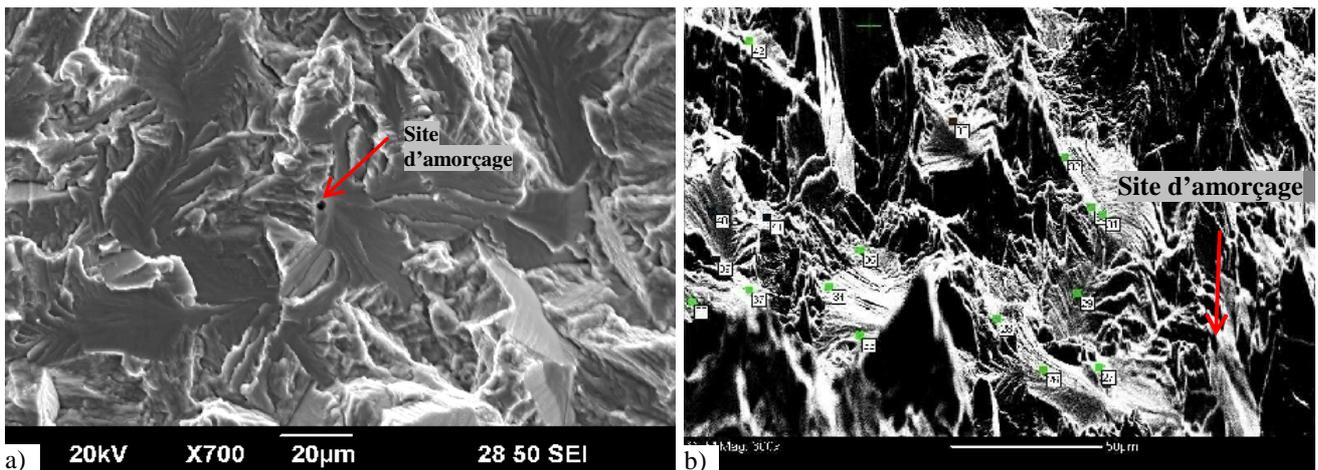


Figure IV.16 Image électronique de la surface (a) avant et (b) après inclinaison de 70°

Evaluation du plan cristallographique des facettes de clivage et quasi-clivage

Dans le cadre de cette étude, la technique nommée « **quantitative tilt fractography** » a été utilisée pour déterminer l'inclinaison des facettes. Cette technique a été introduite par Themelis dans le cadre d'une étude des facettes correspondant aux joints des grains de Cu-Bi [Themelis 90]. Les détails de cette technique sont donnés dans l'Annexe M4. Il s'agit de calculer l'inclinaison d'une surface plane de la facette à partir de différentes projections orthogonales d'au moins trois points de la surface de l'échantillon (chaque projection orthogonale est obtenue pour différents angles d'inclinaison de l'échantillon).

En utilisant ces données et l'orientation cristallographique (obtenues par analyse EBSD) du grain présentant cette facette, on déduit le plan cristallographique moyen de la facette. Dans notre cas, il s'agit en particulier de caractériser l'écart du plan moyen au plan basal (plan théorique de clivage de la structure hcp). On caractérise donc essentiellement l'écart angulaire entre l'axe c du du grain présentant cette facette et la normale n à cette dernière.

Les mesures d'orientations cristallographiques et d'inclinaison ont été effectuées lors d'une même séance de travail au MEB, sans repositionnement de l'échantillon au MEB. Il faut cependant travailler à des grossissements supérieurs à x500 pour limiter les déformations d'image. Par ailleurs, il faut vérifier que la platine tourne strictement autour de l'un des axes (X ou Y) de déplacement ; la projection des points sur l'axe de rotation doit rester invariante lors de la rotation de la platine.

IV.4 Résultats des analyses des faciès de rupture et de leur environnement– influence de la texture locale

IV.4. 1 Résultats des analyses de faciès de rupture

Analyses micro et macro-fractographiques

Les vues d'ensemble des 12 faciès de rupture, obtenues par microscopie optique sont présentées dans la figure IV.17. Par ailleurs, pour chaque éprouvette, les principaux résultats des analyses fractographiques sont synthétisés à l'aide d'un croquis détaillant les caractéristiques micro- et macro-fractographiques du faciès de rupture (fig. IV.18).

On a pu identifier les différentes caractéristiques communes aux 12 faciès de rupture:

- (1) Toutes les éprouvettes présentent une ou deux **régions brillantes de forme elliptique**, entourées par un trait blanc pointillé (figure IV.17). La taille de ces régions varie d'un échantillon à un autre. Pour la plupart des éprouvettes, ces régions sont **subsurfiques** à l'exception des éprouvettes 1 et C Ext 130 pour lesquelles on remarque la présence d'une région brillante **plus centrale**.
- (2) Ces régions brillantes contiennent de **nombreuses facettes de quasi-clivage** (qui donnent cet aspect brillant à la surface). L'observation au microscope optique et électronique à balayage montre que les facettes sont souvent **inclinées par rapport à l'axe de sollicitation**. Par ailleurs, les facettes voisines ont des inclinaisons différentes, de part et d'autre de l'axe de sollicitation.
- (3) Ces régions brillantes **contiennent un ou plusieurs sites d'amorçage et de propagation des fissures**. Sur certaines éprouvettes, les zones d'amorçage et de propagation des fissures sont situées sur des niveaux différents ce qui conduit à des décrochements sur les faciès (voir Epr 6, B Int 260 et C Ext 130).
- (4) Des stries de fatigue ont été identifiées à la fin de chaque zone brillante (zone de quasi-clivage) pour toutes les éprouvettes à l'exception de l'éprouvette 3 (fig. IV.18). Elles se développent majoritairement parallèlement à l'axe long de la zone brillante de forme elliptique. L'étendue de ces régions présentant des stries est variable d'une éprouvette à une autre.

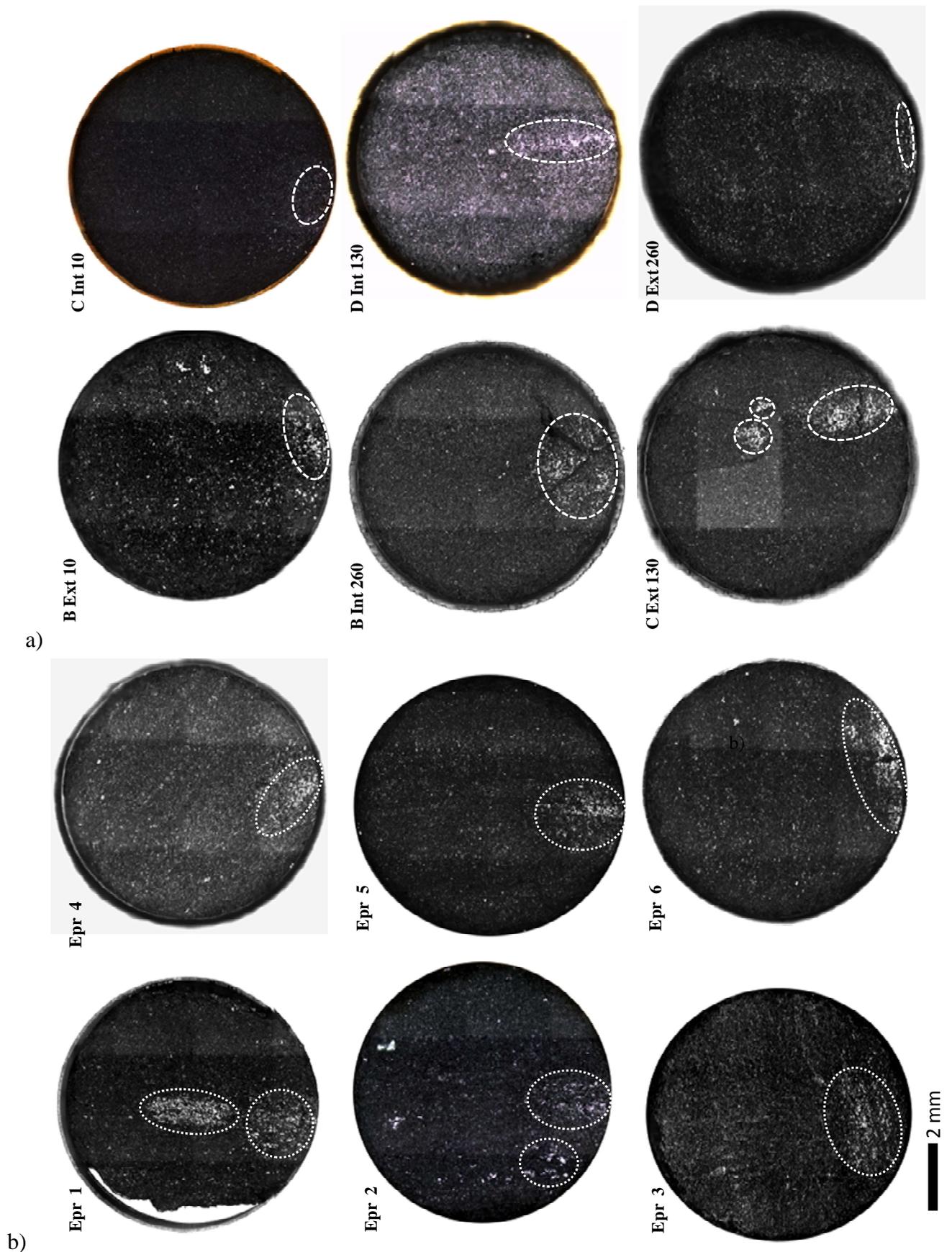


Figure IV.17 Macrographie optique (a) des six éprouvettes en provenance du cylindre central; (b) des six éprouvettes en provenance de la zone morte

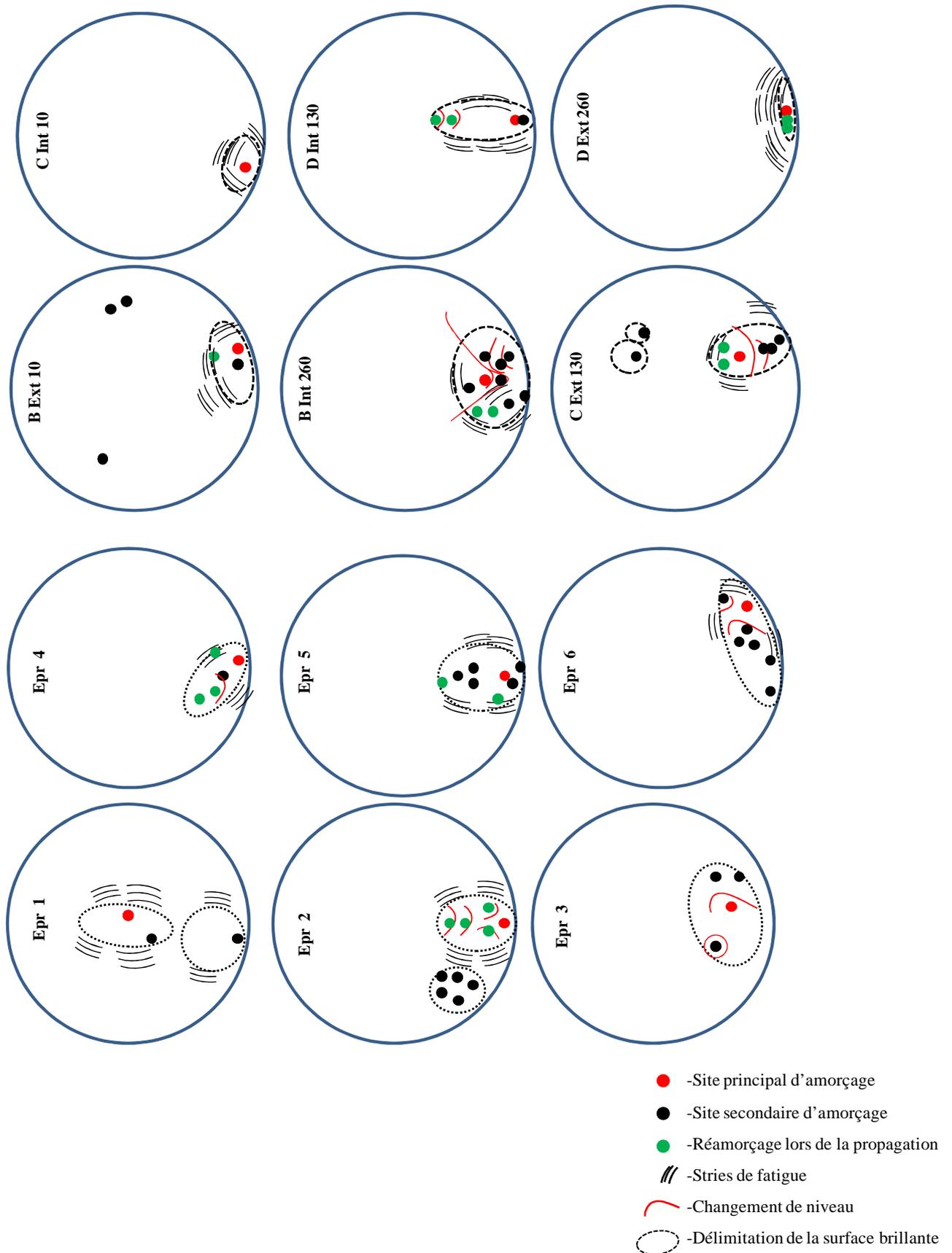


Figure IV.18 Représentation schématique des caractéristiques micro- et macro-fractographiques des 12 faciès de rupture

Pour chaque éprouvette, le site d'amorçage et le chemin de propagation de la fissure par quasi-clivage ont été identifiés selon la méthode décrite au §IV.3.1. Un exemple de chemin de propagation reconstruit ainsi qu'un gros plan sur l'environnement d'un site d'amorçage sont proposés figure IV.19.

Pour les 12 éprouvettes sollicitées en fatigue-dwell, le site d'amorçage est toujours subsurfacique et correspond toujours à une facette de petite taille (5 à 10 μ m) et parfaitement plane. La distance entre le site d'amorçage de la fissure et le bord de l'échantillon peut varier entre 0,08 mm et 2mm. Certaines éprouvettes présentent plusieurs sites d'amorçage. Une distinction a été faite entre **site principal** et **site secondaire** en tenant compte de la surface sur laquelle la fissure s'est propagée par quasi-clivage à partir de chaque site. Ainsi, on appelle **site principal**, le site d'amorçage à partir duquel la surface occupée par le chemin de propagation par quasi-clivage est la plus importante.

A l'issue de cette analyse, la fraction surfacique des zones présentant majoritairement des facettes ou des stries a été évaluée. Les résultats sont donnés dans le tableau IV.3 qui rappelle également la durée de vie des éprouvettes.

L'étendue des zones de propagation des fissures par quasi-clivage est variable selon l'éprouvette. Il en est de même pour la surface occupée par les zones à stries. Cependant, comme on le voit dans le tableau, l'étendue de ces zones de propagation des fissures n'est pas directement liée à la durée de vie des éprouvettes.

On note tout de même qu'une zone de quasi clivage peu étendue (DExt 260 et C Int 10) correspond à des durées de vie plus longues. Mais pour des éprouvettes présentant des surfaces de quasi-clivage plus étendues, différents paramètres (la localisation de la zone de quasi-clivage, son orientation morphologique, son contenu – présence de multi-sites, décrochements, concentration en facettes...) peuvent conditionner la durée de vie.

Eprouvette	Durée de vie	Fraction surfacique occupée par (%)			
		les facettes de quasi-clivage *	les stries de fatigue	la propagation par clivage due au site principal	le quasi-clivage et par les stries
Epr 01	5082	6.11	0.47	3.57	6.58
Epr 02	4449	4.06	0.40	1.03	4.46
Epr 03	7367	10.15	0	5.27	10.15
Epr 04	3169	3.04	0.49	0.94	3.54
Epr 05	5592	4.02	2.85	0.60	6.88
Epr 06	3285	4.97	0.45	1.90	5.41
B Int 260	12369	3.47	0.62	0.27	4.09
C INT 10	7840	0.67	0.76	0.67	1.43
B EXT 10	5671	1.55	1.98	0.56	3.52
C EXT 130	3407	3.37	0.26	1.45	3.63
D EXT 260	9074	0.58	2.40	0.19	2.99
D Int 130	5073	2.54	2.49	2.54	5.03

Tableau IV.3 Estimation de la fraction surfacique occupée par les zones

- majoritairement à facettes de quasi-clivage ou,
- majoritairement à stries.

*la valeur indiquée est la somme des surfaces de propagation associées à chaque site d'amorçage

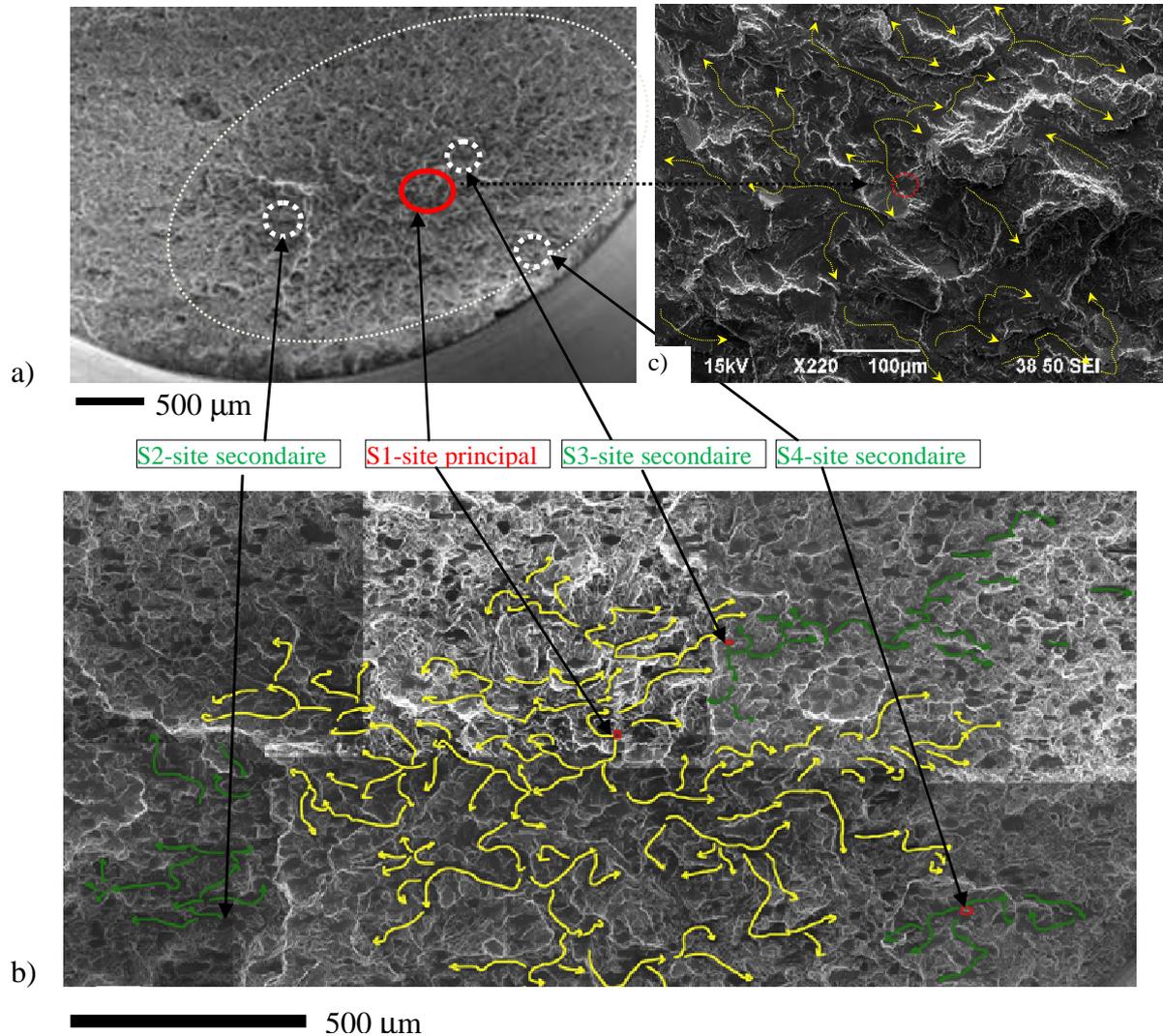


Figure IV.19 Fractographie au MEB de l'Epr 3

a) localisation du site d'amorçage principal dans une zone brillante et des sites secondaires sur une image à faible grossissement,

b) identification du chemin de propagation de la fissure et localisation des sites d'amorçage sur une image à plus fort grossissement.

c) identification du site d'amorçage S1 (cercle rouge) et de son environnement

Commentaire de la figure

Quatre sites d'amorçage ont été identifiés pour cette éprouvette (Epr 3). Le site principal d'amorçage dans ce cas est le site S1. La surface sur laquelle la fissure s'est propagée par quasi-clivage à partir de ce site est égale à $1,6 \text{ mm}^2$ ce qui représente $5,27\%$ du faciès de rupture. La surface de propagation par quasi-clivage est égale à environ $0,3 \text{ mm}^2$ pour S2 et S3 et à $0,09 \text{ mm}^2$ pour S4.

Analyse cristallographique sur les faciès de rupture

Des **orientations individuelles** ont été mesurées sur le **site d'amorçage** et sur les **facettes de quasi-clivage** dans l'environnement du site de plusieurs éprouvettes : Epr 3 (fig. IV.20), Epr1, Epr 6, C Int 10, B Ext 10 (fig. IV.21), B Int 260 (au total : 10 sites d'amorçage et environ 100 facettes de quasi-clivage).

Les résultats de ces mesures montrent que :

- L'orientation du site d'amorçage est telle que l'axe c est incliné de 20° à 30° de la direction de sollicitation (AS),
- Les grains présentant des facettes de quasi-clivage dans la région de propagation ont l'axe c faisant un angle de 5° à 30° par rapport à la direction de sollicitation. Ces grains ont souvent des orientations différentes de celle du site d'amorçage. Par ailleurs, le long du chemin de propagation de la fissure, ces grains peuvent être fortement désorientés les uns par rapport aux autres.

La figure IV.20 localise les points de mesures d'orientations individuelles sur la surface de rupture de l'éprouvette 3 (fig. IV.20a) et indique les directions des axes c correspondants à l'aide de la figure de pôles $\{00.2\}$ (fig. IV.20b) où le plan (X-Y) correspond au plan de la surface de fracture.

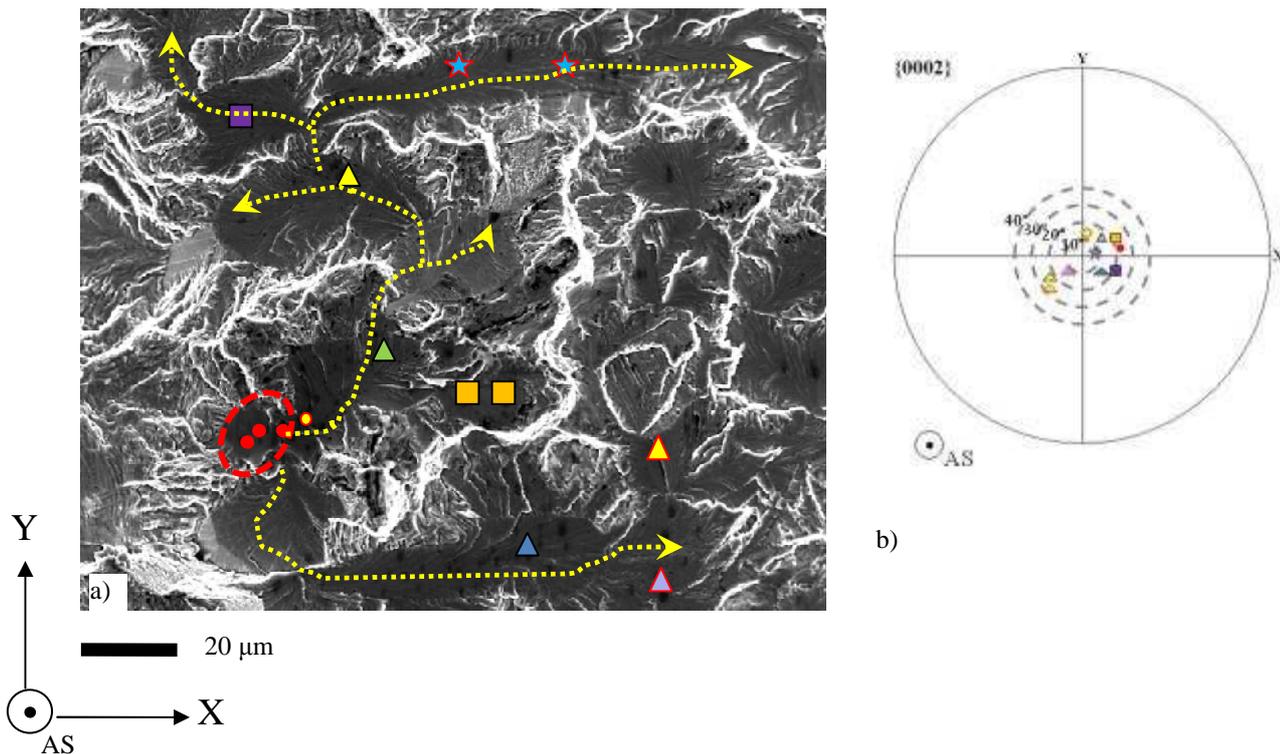


Figure IV.20 Indexation en mode manuel du site principal d'amorçage et des grains permettant la propagation par quasi-clivage : a) localisation des mesures EBSD, b) figure de pôles $\{00.2\}$

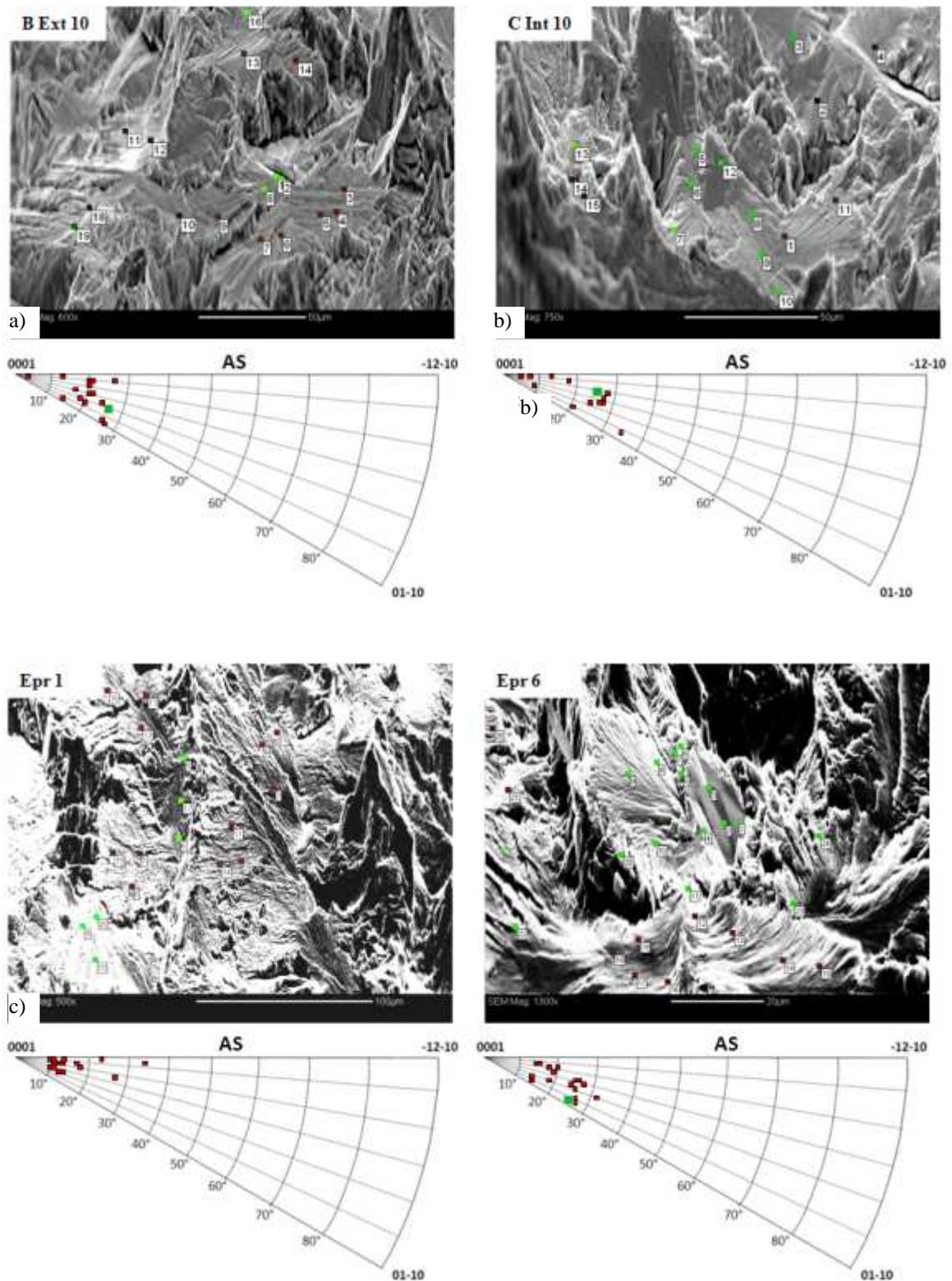


Figure IV.21 Orientations autour des sites d'amorçage (en vert sur les figures de pôles inverses) et sur les facettes de quasi-clivage pour les éprouvettes : a) B Ext 10, b) C Int 10, c) Epr 1, d) Epr 6

Les mesures d'orientations individuelles effectuées sur les éprouvettes C Int 10, B Ext 10, Epr 1, Epr 6 (fig. IV.21) montrent les mêmes tendances que dans le cas de l'éprouvette 3. Dans ce cas, la figure de pôle inverse (FPI) indique les directions de l'axe de sollicitation dans le repère cristallin des grains. Les points verts notamment donnent l'orientation de la direction de sollicitation dans le repère cristallin du site d'amorçage. On peut noter que certaines facettes de quasi-clivage ont les axes c très proches de l'axe de sollicitation.

Des zones présentant des stries de fatigue sur des larges surfaces ont été identifiées sur les éprouvettes D Ext 260, C Int 10, B Ext 10 (voir Annexes). Les orientations individuelles dans des **zones à stries** ont été mesurées sur plusieurs éprouvettes (fig. IV.22). Ces zones présentent souvent un diagramme de Kikuchi de mauvaise qualité liées sans doute à une forte activité plastique. Pour toutes les orientations qui ont pu être mesurées, l'axe c se trouve entre 60° et 90° de l'axe de sollicitation.

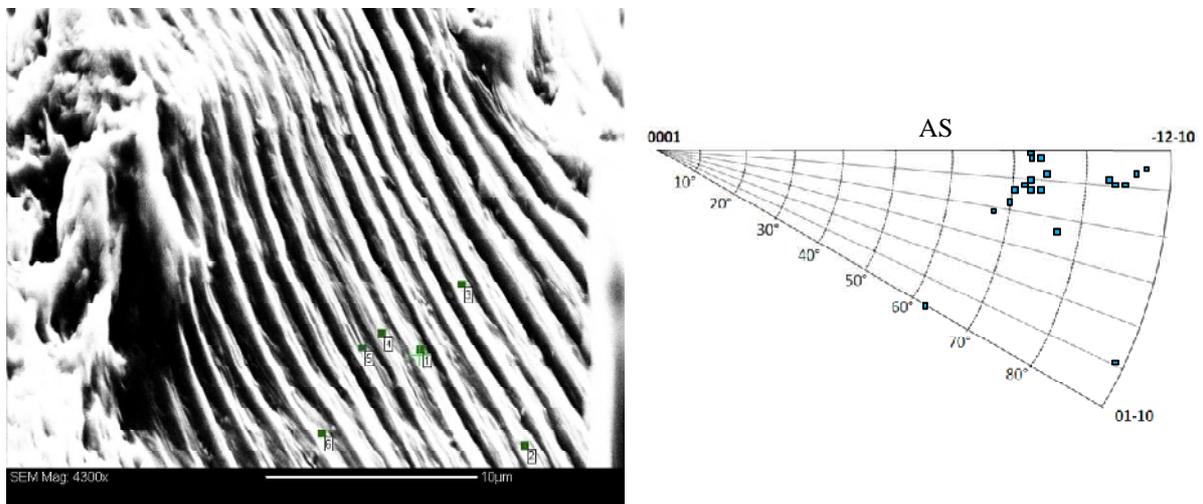


Figure IV.22 Orientations cristallographiques sur les stries de fatigue

- Localisation des mesures
- FPI relative à la direction de sollicitation

Analyse du plan cristallographique des facettes – écart au plan basal

Les facettes présentes sur les faciès de rupture par fatigue des alliages de titane sont souvent qualifiées de facettes de ‘quasi-clivage’. Ce terme est employé pour désigner un mode de rupture proche du clivage mais qui ne respecte pas strictement toutes les caractéristiques de celui-ci. Ainsi dans le cas des alliages de titane, les mécanismes de formation d’une facette de quasi-clivage est décrit comme une séparation progressive des bandes de glissement sous l’action d’une contrainte normale au plan de glissement [Wojcik 1988, Bache 2003]. D’autres travaux insistent sur l’écart entre le plan cristallographique de la facette et le plan basal (correspondant au plan de clivage des structures hcp) [Sinha 2006b]. Nous avons cherché à caractériser cet écart pour les échantillons de cette étude.

Pour certaines éprouvettes, il a été possible de coupler les résultats des analyses cristallographiques effectués sur la surface brute avec les résultats obtenus suite à l’étude de fractographie quantitative (méthode décrite au §IV.2.1). Les mesures d’orientations cristallographiques et d’orientations spatiales ont été effectuées lors d’une même séance de travail au MEB FEG, sans repositionnement de l’échantillon au MEB. On s’intéresse en particulier à l’écart entre la direction de la normale n au plan de chaque facette (plan de clivage) et la direction de l’axe c correspondant, pour déterminer si le plan de clivage est proche du plan basal. Une partie des résultats obtenus est présentée dans le tableau IV.4.

Eprouvette	Site d’amorçage/ facette quasi-clivage	$(c, n)^\circ$	$(c, AS)^\circ$
Epr 1	Site (S2)	6,3	28
	Facette 1	3,25	11
	Facette 2	20,65	15
	Facette 3	33,4	16
	Facette 4	2,4	15
B Ext 10	Site	3,7	19
	Facette 5	28,7	18
	Facette 6	10,5	24
	Facette 7	39	26
	Facette 8	34,3	19

Tableau IV.4 Ecart au plan basal des facettes présentes aux niveaux des sites d’amorçage et de propagation par quasi-clivage.

La précision de la méthode mise en œuvre pour déterminer l’inclinaison d’une surface a été estimée à $\pm 3^\circ$ à partir d’une surface étalon parfaitement plane (voir Annexe M4). Cependant certaines facettes de quasi-clivage ne sont pas parfaitement planes et présentent des marches (des rivières) très marquées. Cela réduit encore la précision de la mesure d’inclinaison. Ainsi en présence de marches, on détermine l’inclinaison du plan moyen de la facette. Les désorientations cristallographiques mesurées en différents points de chaque facette restent faibles ($< 3^\circ$) mais introduisent encore des incertitudes supplémentaires dans l’évaluation du plan cristallographique. Dans tous les cas, la précision sera moins bonne sur les facettes de quasi-clivage que sur les facettes des sites d’amorçage (qui sont parfaitement planes).

Les résultats (tableau IV.4) montrent que le plan de clivage des sites d'amorçage semble être proche du plan basal (sites Epr 1 et B Ext 10) – dans la limite de la précision de la technique. Ce résultat est en accord avec les travaux de Bridier et al. [Bridier 2008] concernant l'alliage TA6V. Dans ces travaux, les auteurs observent directement l'inclinaison de la facette après découpe de l'échantillon à travers une section longitudinale au niveau du site d'amorçage. En utilisant les mesures d'orientation, il confirme que le plan de la facette du site d'amorçage correspond à un plan basal.

Concernant les facettes de quasi-clivage, le plan déterminé peut être différent du plan basal (voir facettes 2, 3, 5, 7 et 8). L'écart entre le plan basal et le plan de la facette de quasi-clivage varie entre 10° et 30° . Sinha et al [Sinha 2006b] effectuent une étude similaire sur des facettes de l'alliage 6242 bimodal soumis à différentes sollicitations – fatigue/fatigue-dwell/fluage. Les auteurs observent un écart θ de plus en plus important entre le plan cristallographique des facettes et le plan basal lorsqu'on considère un essai de fatigue (écart $<5^\circ$), un essai de fatigue-dwell (écart de 10° - 12°) et un essai de fluage (écart de 25°). Ces variations de θ traduisent sans doute la contribution croissante du glissement plastique aux mécanismes de formation des facettes. Cependant les auteurs ne discutent pas cet aspect.

IV.4.2 Résultats des analyses après polissage des faciès de rupture

Microstructure et texture locale dans la zone de propagation par quasi-clivage

Les surfaces de rupture des échantillons ont d'abord été polies *très légèrement* afin de pouvoir analyser par EBSD les sites d'amorçage et leur environnement. Ce type de cartographies EBSD confirme les mesures d'orientations faites en mode manuel directement sur les faciès de rupture. Elles donnent également une information plus complète sur l'orientation du site et de son environnement proche. Par ailleurs, la microstructure des zones polies peut être révélée grâce au détecteur d'électrons rétrodiffusés. Ainsi, il est possible d'analyser la distribution des orientations des grains de la microstructure bimodale α_P/α_S .

Différentes étapes de polissage successifs ont ensuite permis d'aplanir les surfaces de rupture sur une zone plus étendue autour du site d'amorçage et d'acquérir des cartographies EBSD avec un taux d'indexation élevé dans l'environnement proche du site d'amorçage.

La figure IV.23 donne un exemple des résultats obtenus pour l'éprouvette 3 après un premier polissage léger (des résultats similaires ont été obtenus pour les éprouvettes 1, 6, et C Int 10, voir Annexes). Cette figure présente l'image prise avant polissage du site d'amorçage principal (a), la cartographie d'orientations de la surface légèrement polie et la microstructure correspondante (b,c) et les directions des axes c du site principal et des facettes de propagation de la fissure à l'aide de figures de pôles {00.2} (d,e) dans le repère de l'échantillon.

La surface de l'éprouvette 3 a ensuite été polie jusqu'à $10\mu\text{m}$ sous le site d'amorçage. La carte EBDS correspondante est donnée figure IV.24 (b) en complément de la carte obtenue après un polissage plus léger (Fig. IV.24 (a)). Les deux cartes permettent de préciser l'environnement cristalllographique du site d'amorçage (Fig. IV. 24 c,d).

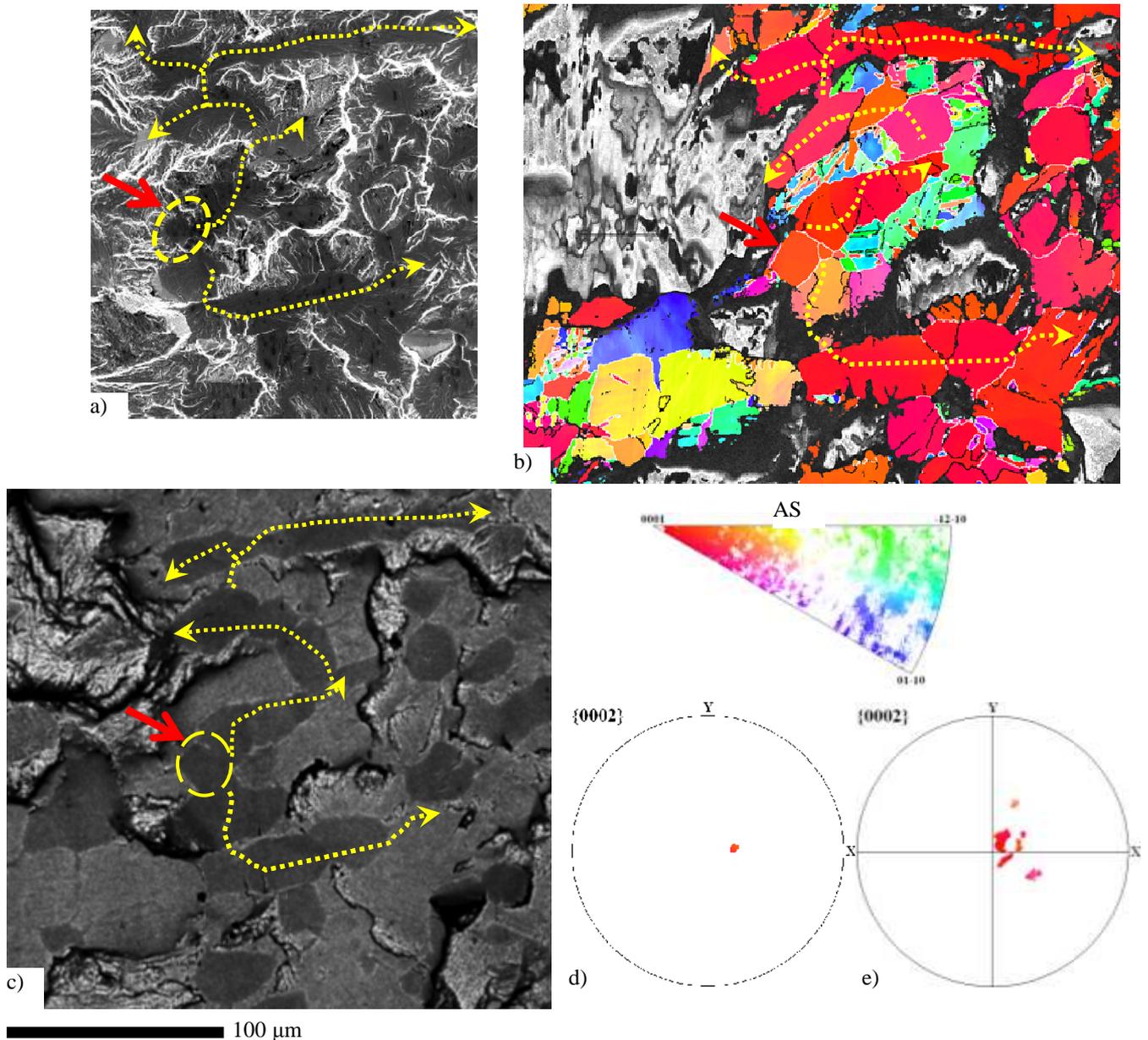


Figure IV.23 a) Identification du site principal sur le faciès de rupture de l'éprouvette 3; b) Cartographie d'orientations de la surface légèrement polie et le code de couleurs associé; c) microstructure de la surface analysée; d) figure de pôles $\{00.2\}$ du site principal ; e) figure de pôles $\{00.2\}$ des grains sur lesquels la fissure s'est propagée

Pour l'ensemble des éprouvettes analysées, le site d'amorçage correspond toujours à un grain α_P . La fissure s'amorce et se propage de manière transgranulaire essentiellement dans des grains α_P (allongés ou équiaxes, fig. IV.23c, fig. IV.24c - grains 1 et 3) avec les axes c à moins de 30° de l'axe de sollicitation (fig. IV.23d, e).

Par contre, il faut noter que la propagation de la fissure a lieu majoritairement soit:

- sur des grains α_P faiblement désorientés les uns par rapport aux autres (joints des grains en noir pour une désorientation $< 15^\circ$ sur la fig IV.23b)
- sur des grains α_P fortement désorientés (joints de grains en blanc pour une désorientation $> 15^\circ$ sur la fig. IV.23b).

Parfois la propagation a lieu le long de colonies de lamelles α_S ayant leurs axes c à moins de 30° de la direction de sollicitation, c'est-à-dire une direction de l'axe c comparable à celle des grains α_P , même s'il peut y avoir une désorientation de plus de 15° entre les colonies α_S et les grains α_P proches voisins (fig. IV.24 a, b, c; voir également Annexe Epr 1, fig. 1.9, flèche jaune pointillée, Annexe C Ext 130)

Pour l'ensemble des cas que nous avons étudiés, la propagation de la fissure par quasi-clivage n'a pas lieu sur :

- les lamelles α_S en vannerie (fig. IV.24d – point 2),
- les lamelles α_S en colonies qui présentent une orientation cristallographique défavorable au clivage (fig. IV.24d – point 6)
- les grains α_P avec les axes c à plus de 40° de l'axe de sollicitation (fig. IV.24 d – point 5).

Par ailleurs, les grains α_P participant à la propagation par quasi-clivage ne présentent pas de désorientations intragranulaires significativement plus importantes que dans le matériau à l'état initial.

Microstructure et texture locale dans les zones à stries

Les orientations individuelles dans des **zones à stries** ont également été mesurées après un léger polissage (fig. IV.25). Comme déjà vu lors de l'analyse cristallographique effectuée directement sur la surface de rupture, les diagrammes de Kikuchi sont de mauvaise qualité dans les régions à stries, même sur des surfaces parfaitement polies (voir la cartographie en contraste des bandes sur la fig. IV.25a). On pense donc que ceci n'est pas dû à la rugosité de la surface, mais est lié à la forte activité plastique dans ces zones.

Par conséquent, il a été difficile d'avoir des informations sur l'orientation cristallographique sur des larges surfaces couvertes par les stries. Mais on peut confirmer cependant que les stries peuvent se former à la fois sur les lamelles α_S et sur les grains α_P qui ont leur axe c à plus de 50° de l'axe de sollicitation.

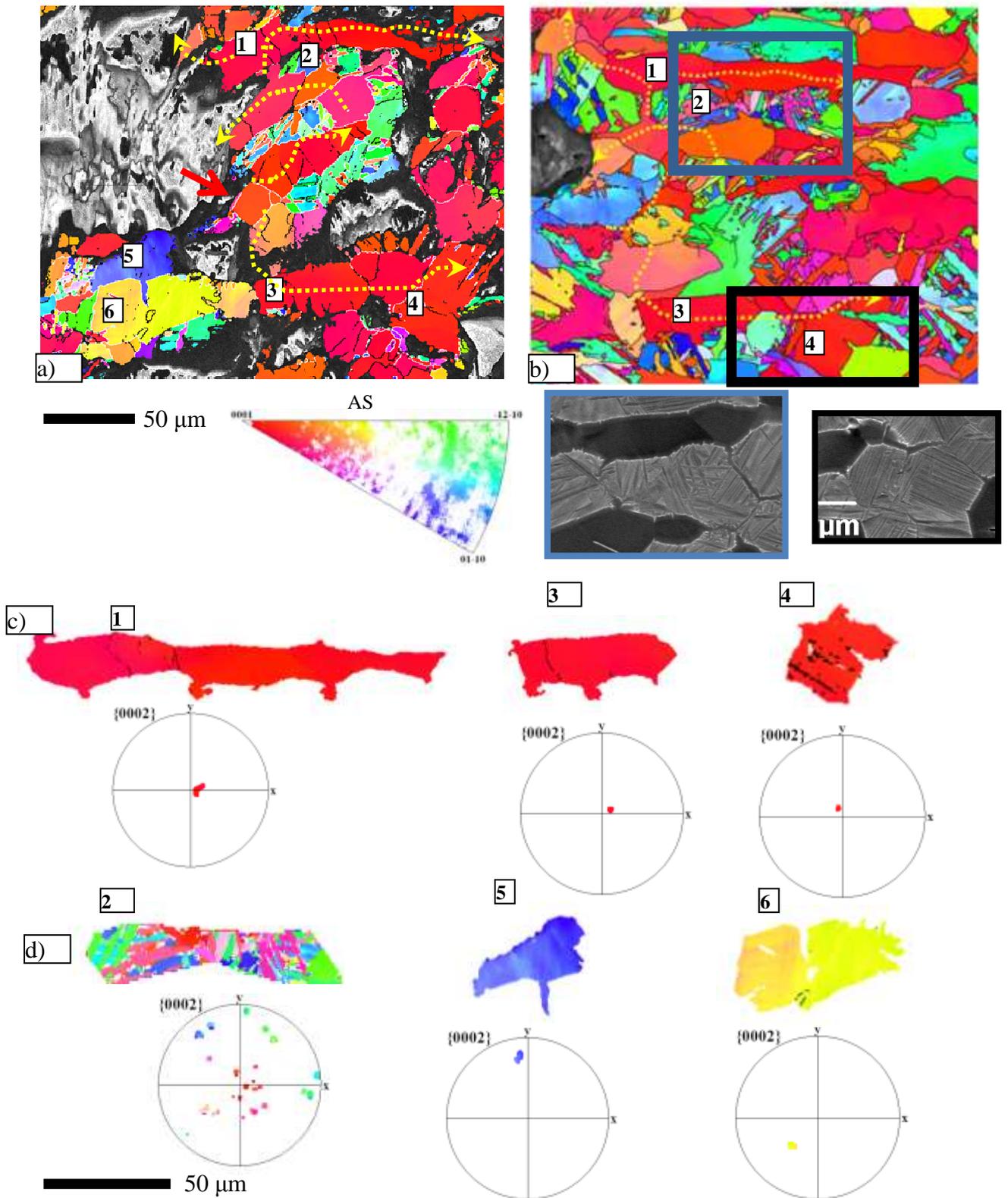


Figure IV.24 Cartographies d'orientations (a) sur site principal d'amorçage et (b) à 10 μm en dessous du site ;

c) orientations de l'axe c des facettes de quasi-clivage

d) orientations cristallographiques des grains qui ne propagent pas la fissure

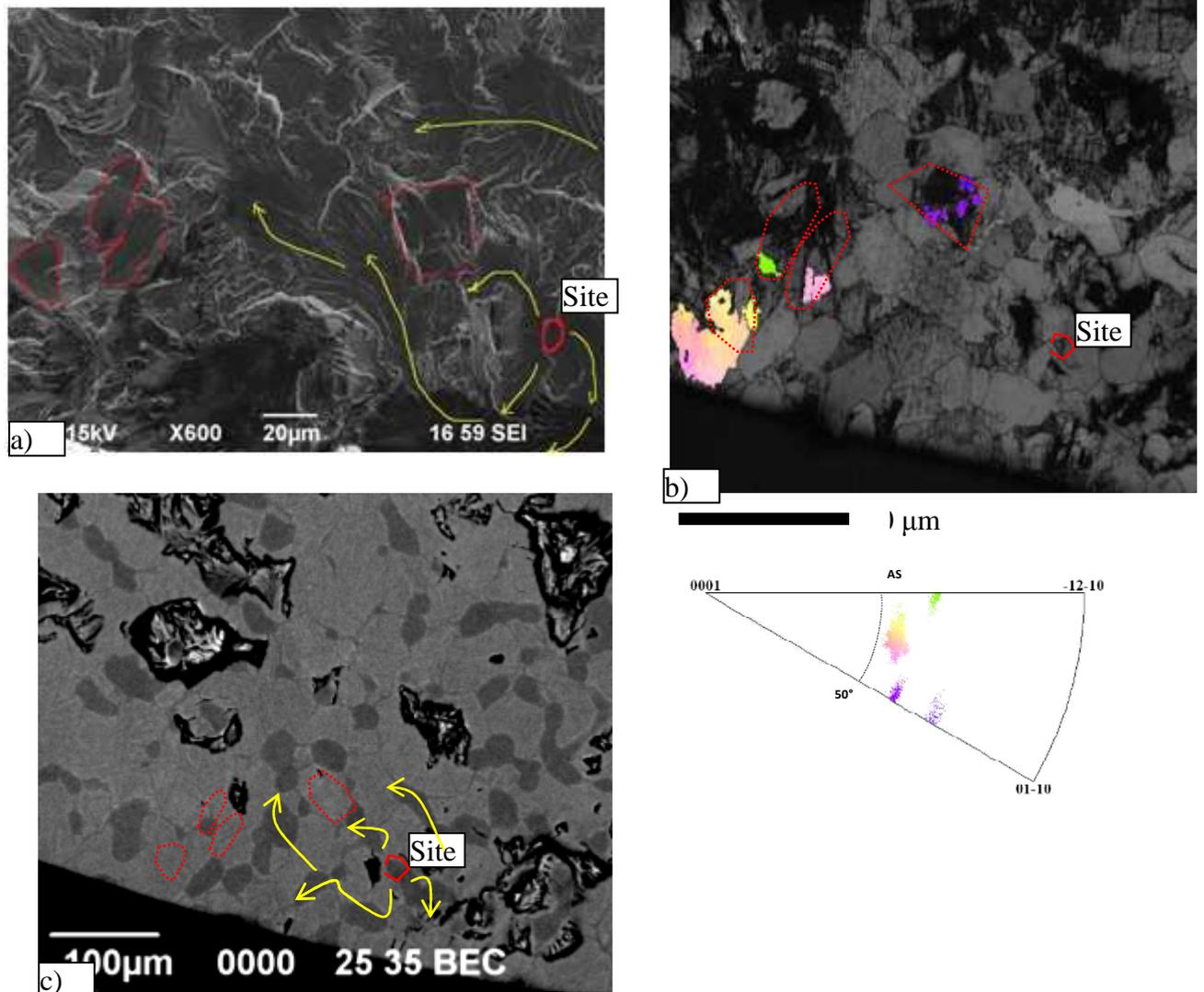


Figure IV.25 a) Image de la surface de rupture et identification des zones à stries par des contours en pointillés rouges ; b) Orientations cristallographiques des zones à stries ; c) Microstructure dans les zones à stries (éprouvette C Int 10) ; d) FPI de la direction de sollicitation

Localisation de la zone de quasi-clivage par rapport aux macrozones

Une nouvelle série de cartographies EBSD a été faite sur les échantillons après une étape de polissage supplémentaire permettant d'aplanir la plus grande partie de la section de l'échantillon. Le plan de l'analyse EBSD se trouve à une distance comprise entre 50 et 200 μm en dessous du site principal d'amorçage. C'est à cette étape de polissage que nous avons réalisé l'analyse de la microstructure et de la texture de chaque éprouvette, détaillée en début de ce chapitre (§ IV.1.4). Les cartographies EBSD de toutes les éprouvettes sont redonnées dans le tableau IV.6 avec des informations complémentaires, dans l'ordre croissant des durées de vies des 12 éprouvettes. Les zones brillantes de propagation par quasi-clivage sont entourées par une ligne blanche. On précise la texture de l'ensemble de la surface et celle au sein de la zone brillante.

Il apparaît clairement que la zone brillante est toujours localisée au sein d'une macrozone 'rouge' c'est-à-dire, dans une macrozone qui présente une forte concentration de grains α_P (et parfois de lamelles α_S) avec les axes c à moins de 30° de l'axe de sollicitation. Par ailleurs, l'axe long de cette zone elliptique brillante correspond toujours à la direction longue des macrozones, comme on peut le voir sur les cartes EBSD (tableau IV.6).

Dans la zone brillante, la texture locale est toujours plus marquée que sur l'ensemble de l'éprouvette. Cependant au sein de la zone brillante, la concentration d'axes c à moins de 30° de SA varie d'une éprouvette à une autre. Le tableau IV.5 indique la fraction d'axes c à moins de 30° qui se trouvent sur toute la section de l'éprouvette et dans la zone brillante. Par exemple pour la zone brillante de l'éprouvette Epr 3, environ 26 % des mesures d'orientations ont les axes c à moins de 30° de la direction de sollicitation. On rappelle que la fraction volumique de grains α_P a été évaluée à 30% pour les éprouvettes en provenance de la « zone morte » (Epr 1 à Epr 6). On peut donc penser que, pour l'éprouvette 3, dans la zone brillante, la grande majorité des grains α_P ont leur axes c à moins de 30° de l'axe de sollicitation. Par ailleurs, le pourcentage d'axes c se trouvant à 30° de l'axe de sollicitation sur toute la surface de la cartographie EBSD a été évalué à 14% pour cette éprouvette, donc, la moitié de la valeur trouvée dans la zone brillante.

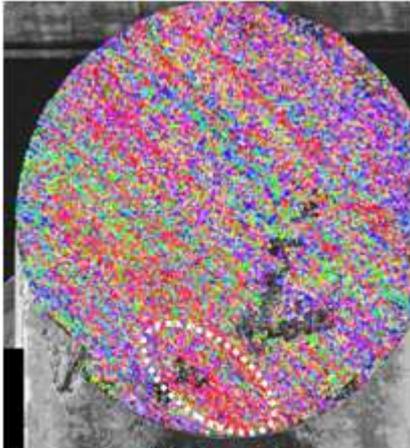
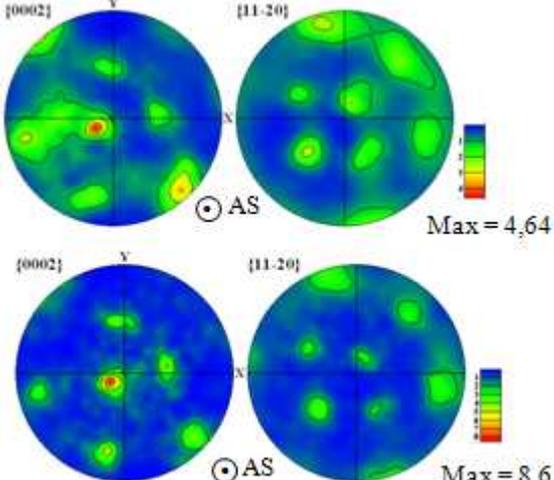
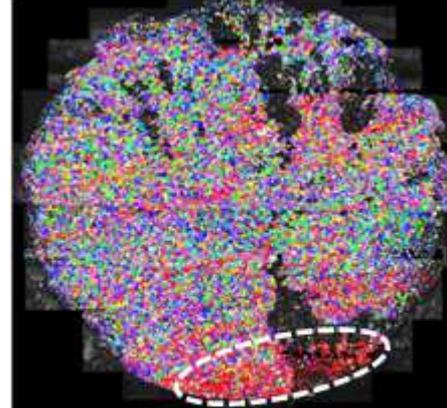
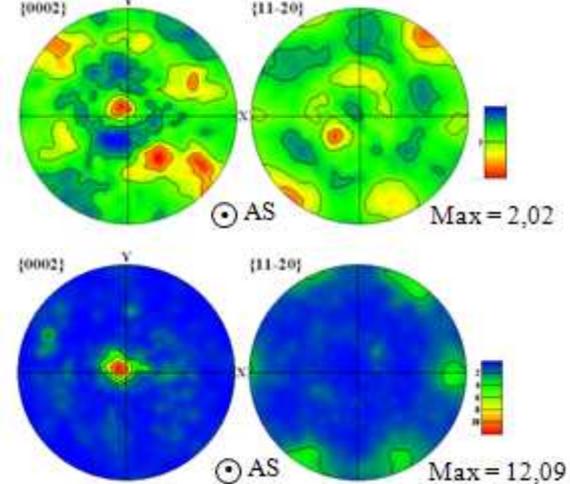
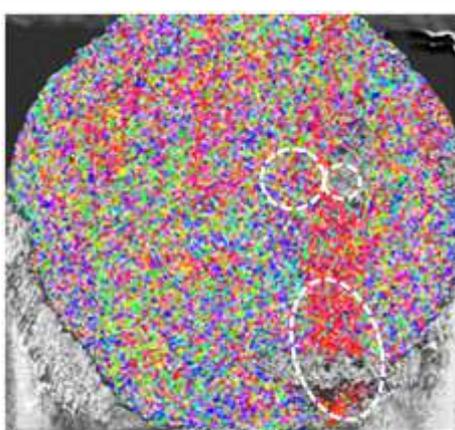
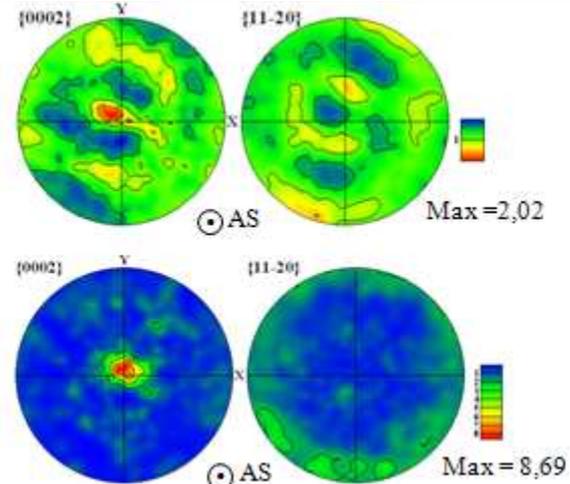
Eprouvette	Durée de vie (cycles)	Axes c à moins de 30° -totalité éprouvette (%)	Axes c à moins de 30° -zone brillante (%)
ech 06	3285	11,82	17,72
ech 05	5592	11,8	12,85
ech 03	7367	13,96	26,13
ech 04	3169	15,11	9,8
ech 02	4449	12,22	14,28
ech1	5082	21,33	20
B Int 260	12369	14,7	9,9
C INT 10	7840	16,48	1,92
B EXT 10	5671	17,11	3,42
C EXT 130	3407	14,82	12,72
D EXT 260	9074	7,01	4,16
D Int 130	5073	19,49	11,2

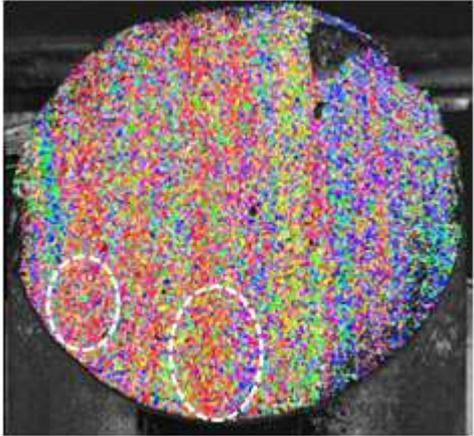
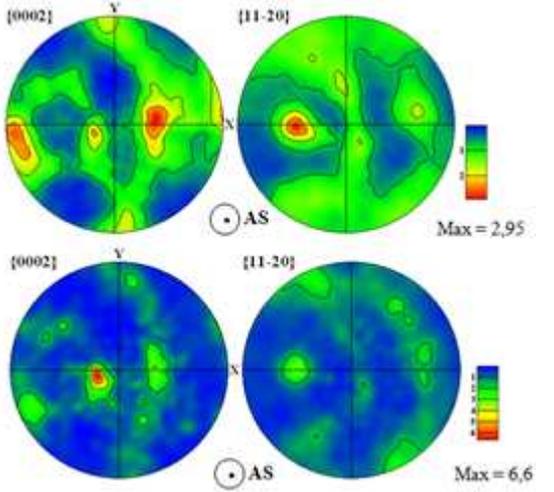
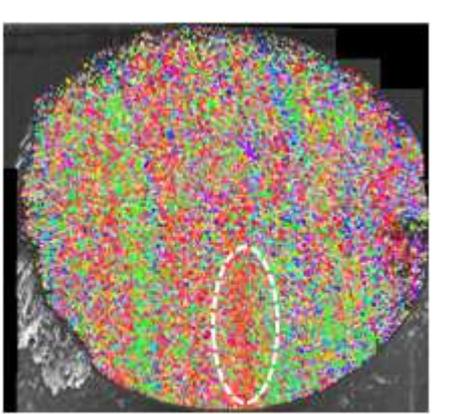
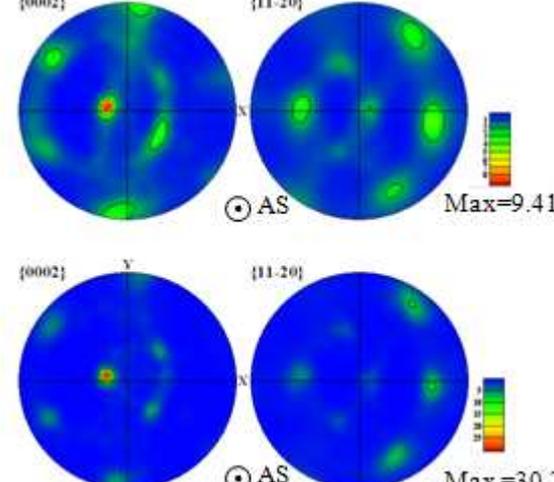
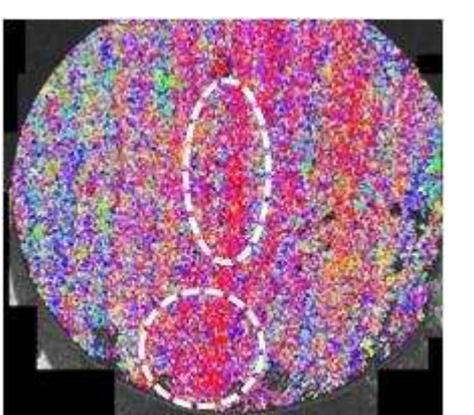
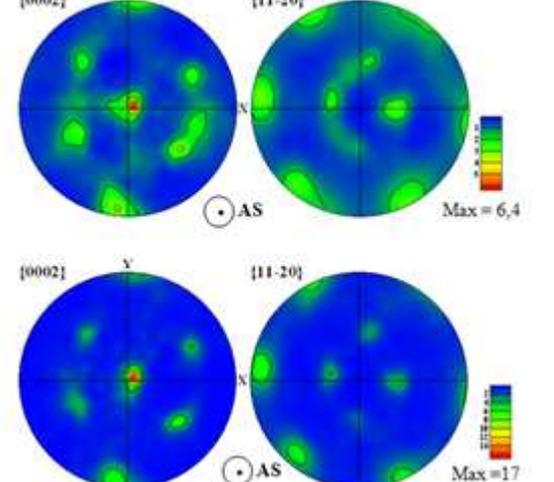
Tableau IV. 5 Fraction d'axes c à moins de 30° de l'axe de sollicitation sur la surface de rupture et dans la zone brillante

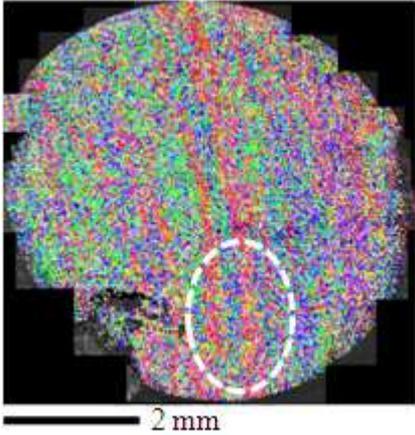
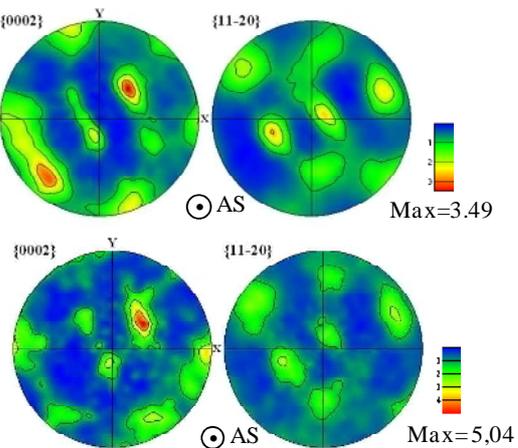
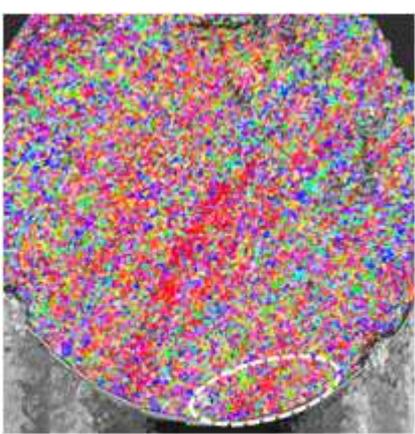
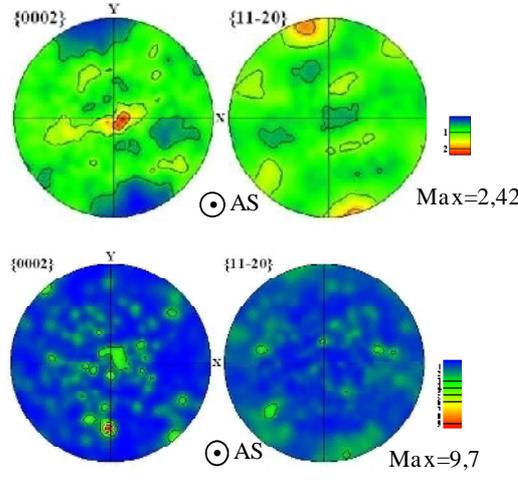
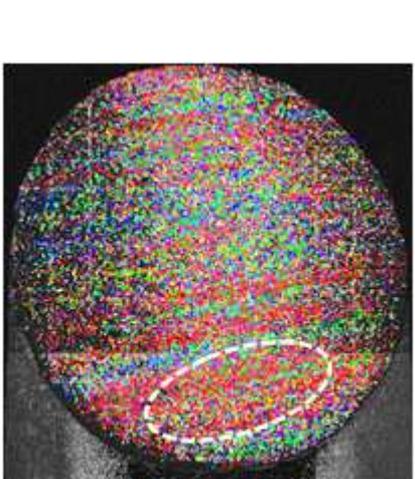
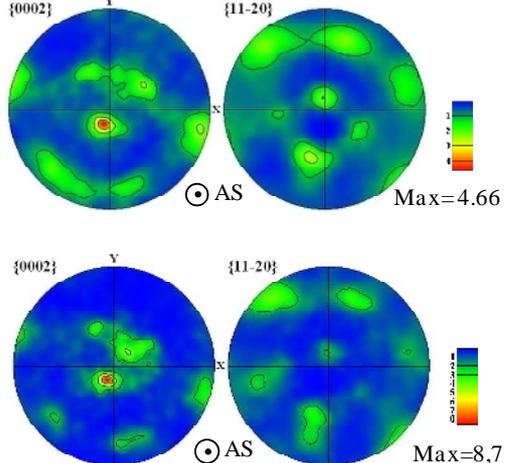
On peut également noter qu'au sein des zones brillantes, il peut y avoir plusieurs directions marquées de concentrations des axes c d'intensité variable et s'écartant plus ou moins de la direction de sollicitation. Pour l'éprouvette Epr 3, on observe ainsi deux directions principales avec des grains ayant les axes c à 10° et 30° de la direction de sollicitation (voir tableau IV.6). Cela confirme les observations déjà réalisées après un polissage léger (fig. IV.23) : la fissure se propage le long de joints de fortes désorientations dans des zones n'ayant pas forcément des axes c dans une même direction macroscopique mais toujours à moins de 30° de la direction de sollicitation.

Ce résultat montre que, ce qui est favorable à la propagation des fissures n'est pas l'existence d'un pôle majoritaire unique proche de la direction de sollicitation mais plutôt la concentration d'axes c à moins de 30° de la direction de sollicitation. Ce critère permet donc de préciser les caractéristiques de zones fortement texturée nuisibles en fatigue-dwell (et probablement en fatigue).

En règle générale, la largeur de la zone brillante est la même que la largeur de la macrozone rouge. Dans le cas de l'éprouvette 3 par exemple, la propagation de la fissure a pu avoir lieu sur toute la largeur d'une macrozone 'rouge' jusqu'à l'obtention d'une taille critique de la fissure au sein de la même macrozone. Quand les macrozones 'rouges' sont très fines (cas de l'éprouvette Epr 5 voir également l'Annexe Epr 5), la zone brillante recouvre plusieurs macrozones rouges. Dans ce cas, la fissure principale se propage par quasi-clivage au sein de l'une des macrozones et de multiples sites d'amorçage sont observés dans les macrozones voisines. Si le voisinage ou l'arrangement des macrozones ne permet pas l'amorçage et la propagation par quasi-clivage (cas des éprouvettes D Ext 260, C Int 10 et voir figure IV.18), la fissure va se propager en créant des stries de fatigue sur la surface jusqu'à l'obtention de la taille critique de la fissure.

Durée de vie	Cartographie d'orientations	Texture locale : pour l'ensemble de données et pour la zone brillante
<p>Epr 4 3169 cycles</p>	 <p>2 mm</p>	 <p>Max = 4,64</p> <p>Max = 8,6</p>
<p>Epr 6 3285 cycles</p>	 <p>2 mm</p>	 <p>Max = 2,02</p> <p>Max = 12,09</p>
<p>C 130 Ext 3407 cycles</p>	 <p>2 mm</p>	 <p>Max = 2,02</p> <p>Max = 8,69</p>

Durée de vie	Cartographie d'orientations	Texture locale : pour l'ensemble de données et pour la zone brillante
<p>Epr 2 4449 cycles</p>	 <p>2 mm</p>	 <p>Max = 2,95</p> <p>Max = 6,6</p>
<p>D Int 130 5073 cycles</p>	 <p>2 mm</p>	 <p>Max = 9,41</p> <p>Max = 30,7</p>
<p>Epr 1 5082 cycles</p>	 <p>2 mm</p>	 <p>Max = 6,4</p> <p>Max = 17</p>

Durée de vie	Cartographie d'orientations	Texture locale : pour l'ensemble de données et pour la zone brillante
<p>Epr 5 5592 cycles</p>		
<p>B Ext 10 5671 cycles</p>		
<p>Epr 3 7367 cycles</p>		

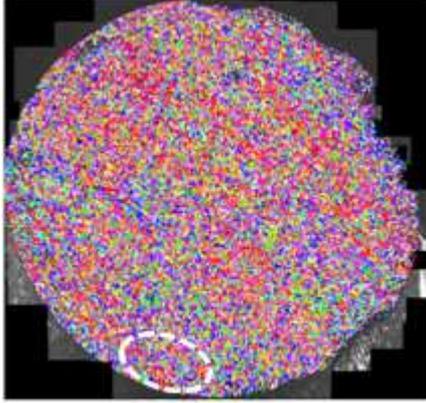
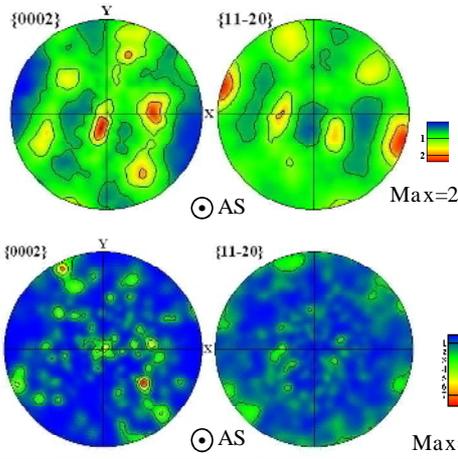
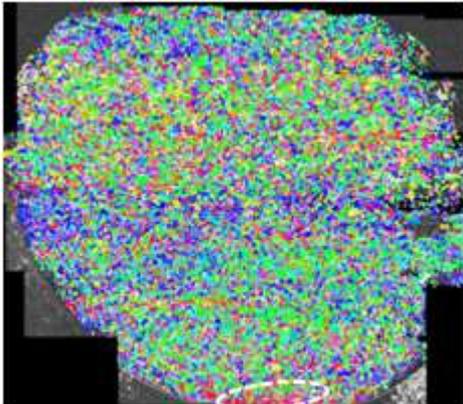
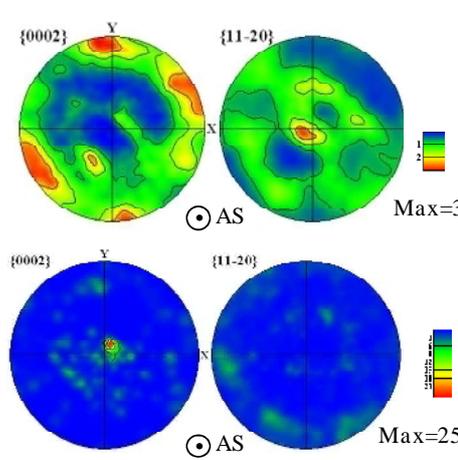
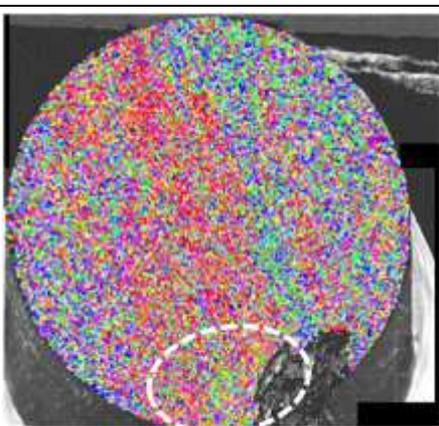
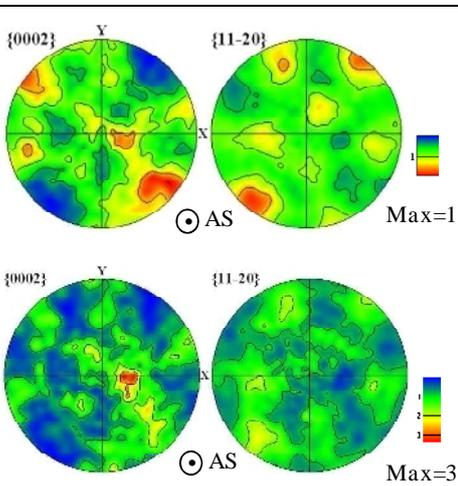
Durée de vie	Cartographie d'orientations	Texture locale : pour l'ensemble de données et pour la zone brillante
<p>C Int 10 <i>7840 cycles</i></p>	 <p>2 mm</p>	<p>Texture locale : pour l'ensemble de données et pour la zone brillante</p> <p>  Max=2,39 Max=8,3 </p>
<p>D Ext 260 <i>9074cycles</i></p>	 <p>2 mm</p>	<p>Texture locale : pour l'ensemble de données et pour la zone brillante</p> <p>  Max=3,06 Max=25,12 </p>
<p>B Int 260 <i>12369 cycles</i></p>	 <p>2 mm</p>	<p>Texture locale : pour l'ensemble de données et pour la zone brillante</p> <p>  Max=1,87 Max=3,36 </p>

Tableau IV.6 Synthèse d'analyses EBSD réalisées sous les surfaces de rupture et des textures locales pour l'ensemble des données EBSD et de la zone brillante

IV.5 Discussions

IV.5.1 Synthèse des résultats

L'analyse micro-fractographique et cristallographique des faciès de rupture permet de dégager des caractéristiques communes aux 12 éprouvettes, synthétisées ci-dessous :

- La zone brillante de forme elliptique observée sur tous les faciès correspond à la zone d'amorçage et de propagation de la fissure à courte distance, qui contient de nombreuses facettes dites de 'quasi-clivage'. Cette zone est contenue dans une macrozone avec une forte concentration d'axes c à moins de 30° de la direction de sollicitation (macrozone 'rouge'). La largeur et l'allongement de l'ellipse sont déterminés respectivement par la largeur et la direction d'allongement de cette macrozone.
- Les sites d'amorçage sont localisés au sein de cette zone brillante et peuvent être multiples. Cependant chaque site d'amorçage correspond à un grain α_P de petite taille. Ce grain présente une facette très plane, parallèle au plan basal. Son orientation est telle que l'axe c se trouve de 20° à 30° de la direction de sollicitation. Cette orientation ne correspond pas souvent à la composante principale de la macrozone 'rouge'. Au sein des sites d'amorçage on trouve peu de dispersion d'orientations.
- La fissure se propage ensuite suivant le sens long des grains α_P (succession de réamorçage aux joints de grains) et parfois sur des lamelles α_S en colonies avec les axes c à moins de 30° de l'axe de sollicitation. Certains de ces grains peuvent également avoir leur axe c très proche de l'axe de sollicitation. Les grains α_P (ou plus rarement, les colonies α_S) présentent des facettes avec de nombreuses rivières de fatigue révélant le sens de propagation de la fissure. Le plan moyen des facettes s'écarte du plan de basal de 10° à 30° (dans la limite de précision de la technique mise en œuvre). Dans les grains de quasi-clivage on trouve peu de dispersion d'orientations.
- En dehors de la zone brillante, on trouve des stries de fatigue majoritairement parallèles à la direction longue des macrozones qui ont une vitesse de propagation dix fois inférieure à la vitesse de propagation par quasi-clivage, [Ward-Close 1980]. Les diagrammes de Kikuchi sont de très mauvaise qualité dans ces régions, ce qui est signe d'un fort écrouissage. Les grains qui montrent des stries de fatigue lors de la propagation ont leur axes c à plus de 50° de l'axe de sollicitation.
- La propagation de la fissure s'effectue jusqu'à l'obtention d'un domaine de taille critique conduisant à une rupture instable. Cette taille critique est variable en fonction de la localisation, de la morphologie de ce domaine, conformément à la mécanique de la rupture.

IV.5.2 Influence de l'orientation sur le mode de propagation ; relation avec le glissement plastique

Le résultat de ce travail fait donc apparaître une forte influence de l'orientation sur le mode de propagation de la fissure. Le triangle standard de la figure IV.26 indique les directions de sollicitation favorables à l'amorçage et à la propagation des fissures par clivage ou quasi-clivage (moins de 30° de $[0001]$) et les directions de propagation par stries de fatigue (plus de 50° de $[0001]$). Ces domaines correspondant à ces directions spécifiques sont conformes à ceux définis dans la littérature [Ward-Close 1980].

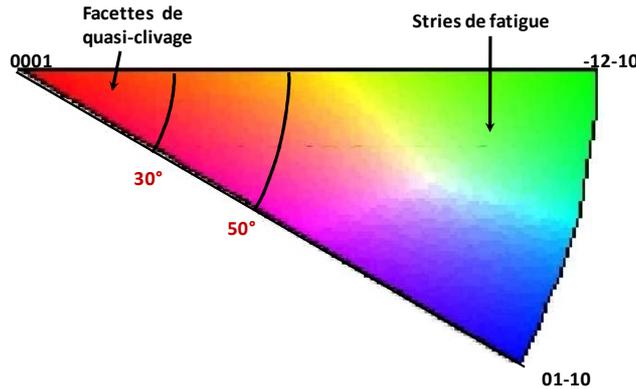


Figure IV.26 Triangle standard montrant les domaines dans lesquels la direction de sollicitation favorise le quasi-clivage et les stries de fatigue

Dans les alliages de titane, il est courant de considérer qu'une fissure s'amorce au sein des bandes de glissement du fait de la déformation plastique. En effet, plusieurs études ont montré que les fissures s'amorcent dans les alliages en titane de microstructure bimodale, le long des bandes de glissement au sein des grains α_P [Chan 1981, Eylon 1977, Bridier 2006]. Les plans de glissement les plus actifs dans les alliages de titane sont les plans prismatiques et basaux. Des glissements sur des plans pyramidaux de première espèce ont été observés mais la fissure n'a pas amorcé sur ces plans [Bridier 2006].

Le facteur de Schmid est un facteur d'orientation qui permet de déterminer la possibilité d'activer un système de glissement donné en fonction de la direction de sollicitation et de l'orientation du cristal. Les différentes cissions critiques des systèmes de glissement ne sont pas considérées ici. Les domaines d'orientations favorables à chaque système de glissement (sur la base d'un critère de Schmid) peuvent aisément être visualisés à l'aide du triangle standard repérant la position de l'axe de sollicitation dans le repère cristallin. La figure IV.27 présente les lignes d'iso-densités du facteur de Schmid pour le glissement basal, prismatique et pyramidal I $\langle a \rangle$. On y a également rajouté le code de couleur utilisé dans ce travail pour représenter la direction de l'axe de sollicitation dans le repère cristallin.

Ce type de représentation fait apparaître pour chaque type de système de glissement des domaines d'orientation présentant des valeurs faibles ou élevées pour le facteur de Schmid. Pour le système de glissement basal, le facteur de Schmid est maximal ($= 0,5$) pour une direction de sollicitation située à 45° du pôle $[0001]$ qui est le plan de glissement basal et du pôle $[-12-10]$ qui est la direction de glissement basal. De même, le système prismatique présente un facteur de Schmid maximal pour une direction de sollicitation située à 15° du pôle $[-12-10]$ et $[01-10]$.

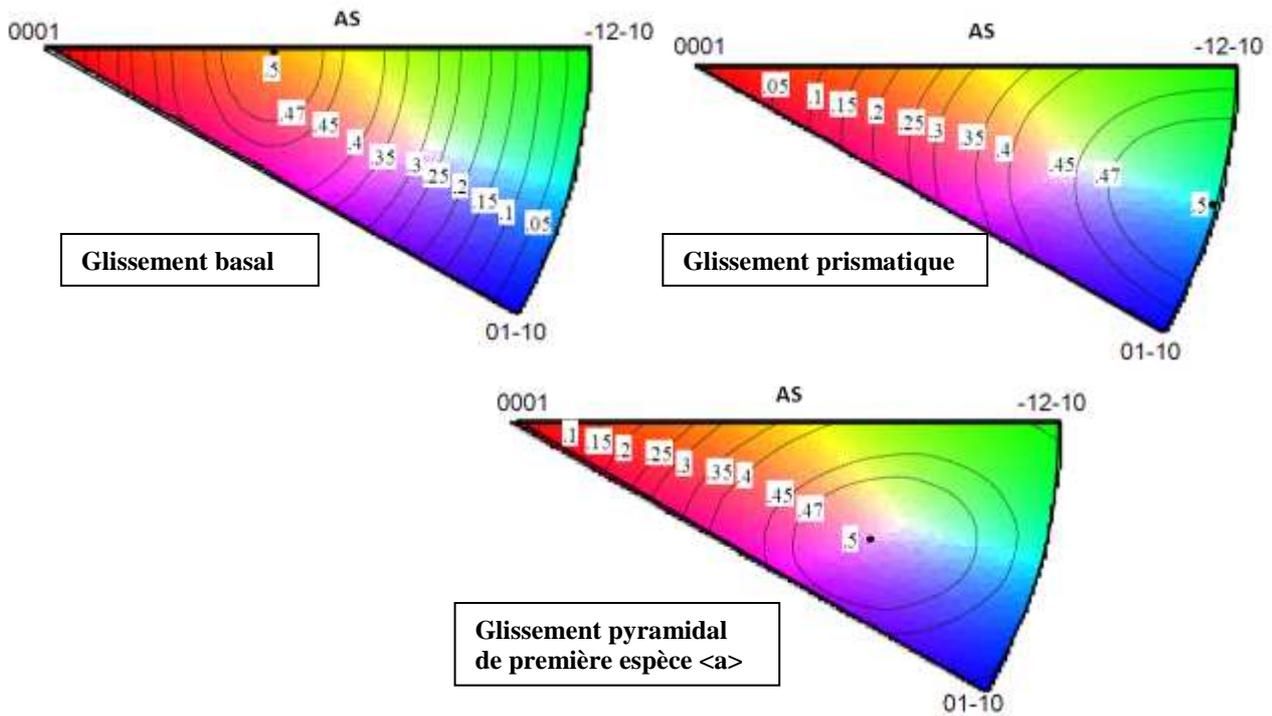


Figure IV.27 Figures de pôles inverses des direction de sollicitations et iso-lignes de facteur de Schmid pour les systèmes de glissement basal, prismatique et pyramidal I <a>

Cette analyse montre que les grains α_P avec les axes c entre 10 à 30° de la direction de sollicitation peuvent être le siège de glissement basal avant qu’une fissure ne s’amorce par clivage (fig. IV.20, IV.21 et IV.23 –les grains en rouge). Le plan de base reste peu incliné (axe c à moins de 30°) par rapport à l’axe de sollicitation ce qui conduit à l’obtention d’une forte contrainte de traction perpendiculaire au plan basal. Ce domaine d’orientations correspond également à un domaine de fort module d’Young (fig.IV.28) favorisant la genèse de contraintes locales élevées pour atteindre la contrainte de clivage.

Les grains qui propagent les fissures par stries, ont des orientations où le glissement prismatique est possible (fig. IV.22 et IV.25).

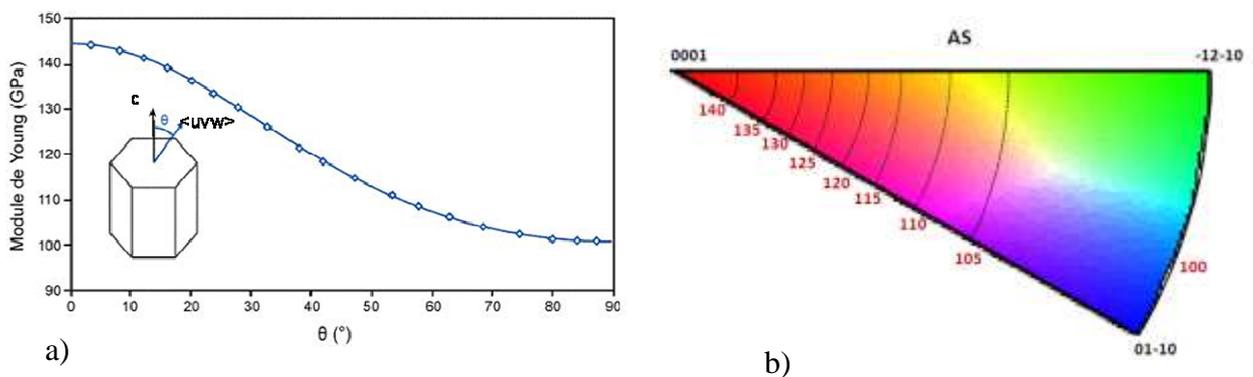


Figure IV.28 a) Evolution du module d’Young de la phase α en fonction de l’angle entre l’axe c et l’axe de sollicitation [Fisher 1964] ; b) triangle standard cartographié en iso-courbes du module d’Young [GPa]

Ces résultats obtenus directement sur les faciès de rupture et donc obtenus à partir de l'analyse des fissures conduisant à la rupture sont en accord avec les précédents travaux caractérisant l'endommagement interne. Ainsi Bridier [Bridier 2006] remarque pour l'alliage TA6V une plus grande facilité de glissement sur le système prismatique comparé au glissement sur les plans de base et pyramidaux de première espèce $\langle a \rangle$. Les fissures s'amorcent ensuite au travers des grains α_P au sein de bandes de glissement prismatique ou basal. Il semble que le glissement basal serait le plus endommageant en raison de l'amorçage de fissures principalement dans ces plans et de la propagation plus étendue des fissures basales par rapport aux fissures prismatiques.

Caractéristique du site d'amorçage– influence des macrozones

L'amorçage des fissures est souvent multiple au sein des éprouvettes mais on identifie toujours un site principal,. Pour toutes les éprouvettes étudiées, les fissures s'amorcent dans un grain α_P de petite taille (5 à 10 μm en diamètre) par rapport aux autres grains α_P (20-30 μm). Ce grain α_P présente alors une facette très lisse qui fait penser à une rupture fragile.

Le domaine d'orientations cristallographiques des sites d'amorçages est tel que les axes c sont entre 20° et 30° de la direction de sollicitation (fig. IV.20 et IV.21). Il s'agit donc de grains avec un module d'Young élevé (125 à 135 GPa) et un facteur de Schmid moyen (0,3 et 0,4) pour du glissement basal. Il peut donc y avoir une faible activité plastique avant amorçage de la fissure. Dans l'environnement proche du site d'amorçage (fig. IV.23, IV.24), on note la présence de colonies α_S avec des orientations très favorables aux glissements prismatiques. Ces sites d'amorçage sont toujours localisés au sein d'une macrozone 'rouge'. Cependant l'orientation du site d'amorçage ne correspond pas (ou rarement) à la composante majoritaire de la macrozone. Ce type de macrozones présente à nouveau un module d'Young élevé. Cette caractéristique semble favoriser l'amorçage. En effet, des grains α_P avec des caractéristiques semblables à ceux des sites d'amorçage (en terme d'orientations et d'environnement à l'échelle de quelques grains) se retrouvent aussi dans les macrozones bleues-vertes mais ne constituent pas des sites d'amorçage de fissures. On peut également noter que les sites d'amorçage ne sont jamais à la frontière entre deux macrozones. L'ensemble de ces résultats est en accord avec ceux de Bridier et al [Bridier 2006] qui étudient les caractéristiques de l'amorçage de fissures secondaires. Le Biavant et al. [Le Biavant 2002] observent également sur l'alliage TA6V bimodal une localisation et une concentration de micro-fissures dans certaines macrozones alors que dans les macrozones voisines les micro-fissures sont beaucoup moins nombreuses.

Il est maintenant admis qu'une distribution d'orientations élastiquement dures et molles vis-à-vis de la direction de sollicitation provoque une inhomogénéité importante des contraintes. Un exemple est donné par Dunne et al. [Dunne 2008] pour une configuration d'orientations semblable à celles observées dans ce travail au niveau des sites d'amorçage (fig. IV.29). On observe bien une augmentation de contraintes du domaine mou vers le domaine dur. L'auteur montre que cette combinaison d'orientations permet d'atteindre une contrainte d'environ 1200MPa (contrainte critique de clivage) dans le grain 'dur' avec un amorçage au niveau de l'interface entre les deux grains.

Les caractéristiques des sites d'amorçage observés dans ce travail laissent donc supposer que la redistribution des contraintes joue un rôle important sur l'amorçage. Il semble y avoir une double échelle favorisant le transfert de charge de zones élastiquement molles vers des zones élastiquement dures :

- au premier ordre la présence de macrozones offrant une alternance de zones élastiquement dures et molles (et donc une contrainte de traction moyenne élevée dans les zones ‘dures’),
- et probablement l’organisation à courte distance autour du site d’amorçage (en termes de distribution des orientations et de morphologie de la microstructure).

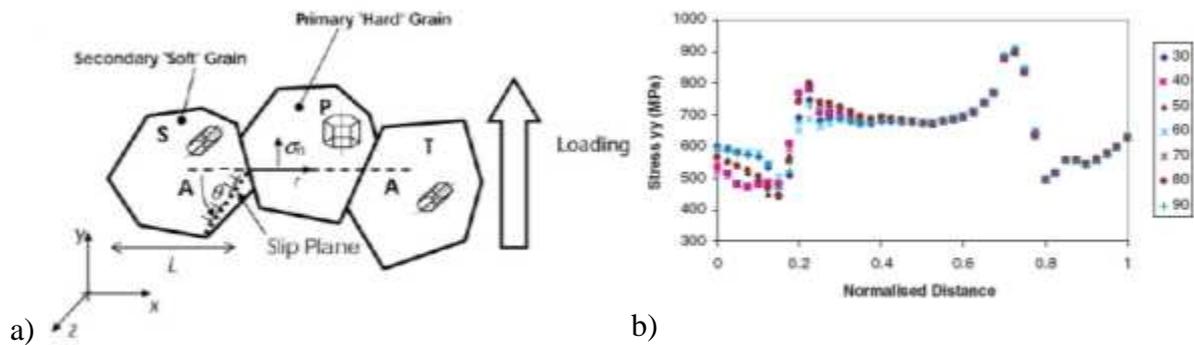


Figure IV.29 a) Représentation de l’orientation cristallographique de trois grains voisins et b) la variation de la contrainte le long de la ligne AA [Dunne 2008]

Zone de propagation des fissures – influence des macrozones

Nos résultats montrent que la zone de propagation des fissures par quasi-clivage à partir du site d’amorçage est généralement limitée à la taille des macrozones qui sont siège de l’amorçage. Les facettes de quasi-clivage se sont formées sur des grains α_p de grande taille et très allongés, parfois sur des lamelles α_s organisées en colonies avec les axes c à moins de 30° de l’axe de sollicitation. Pour ces orientations on peut considérer qu’il y a eu de la déformation plastique avant la propagation de la fissure.

Ainsi, la présence de macrozones, en plus d’influencer l’amorçage, favorise la propagation de la fissure par quasi-clivage. Plus la macrozone est large et avec une intensité de texture importante, plus la surface de propagation par quasi-clivage est étendue. Ces résultats sont compatibles avec les travaux de Sinha et al. [Sinha 2006a] qui montrent sur l’alliage TI-6242 bimodal que, l’amorçage et la propagation de la fissure ont lieu dans une macrozone ayant la majorité d’axes c à 30° de l’axe de sollicitation. L’auteur admet la possibilité d’avoir de multiples amorçages au sein d’une éprouvette mais montre que la fissure fatale se propage sur une surface très étendue, correspondant à la taille des macrozones les plus larges (axe c à moins de 30° de AS).

IV.5.3 Influence de la microtexture sur la durée de vie en fatigue dwell

On rappelle qu’une variation d’un facteur 4 a été observée dans les durées de vie des 12 éprouvettes testées dans des conditions très proches (tableau IV.2 et figure IV.11). Les durées de vie varient d’un minimum de 3169 cycles pour l’éprouvette 4 (‘zone morte’) à un maximum de 12369 cycles pour l’éprouvette B Int 260 (‘cylindre central’). Par ailleurs, la durée de vie moyenne des éprouvettes prélevées dans la partie cylindrique (8750 cycles) est plus élevée que celle de la zone morte (4824 cycles) mais avec une dispersion beaucoup plus importante.

Une première discussion concernant l'influence des microstructures sur les durées de vie a été initiée au paragraphe § IV.2.2 (fig. IV.7a et b). Cette discussion peut maintenant être étoffée. La combinaison des résultats des analyses micro-fractographique et cristallographique doit permettre de mieux relier les variations de microstructure et de texture locale à l'amorçage et à la propagation des fissures et donc aux durées de vie. On rappelle que les cartographies EBSD des 12 éprouvettes sont synthétisées dans le tableau IV.6 par ordre croissant des durées de vie. Les zones brillantes de propagation par quasi-clivage sont entourées par un pointillé blanc. On indique aussi la texture de l'ensemble de la surface et celle uniquement de la zone brillante principale. Les caractéristiques principales des faciès bruts ont été détaillées figures IV.17 et IV.18.

L'établissement du lien entre les caractéristiques microstructurales et la durée de vie est cependant difficile. En effet chaque éprouvette présente des hétérogénéités de microstructure et de texture particulières et la chute de durée de vie semble dépendre de plusieurs facteurs. Pour illustration, on peut rappeler que des multi-sites d'amorçage et de propagation sont soit situés dans le même plan (Epr 1, Epr 3, B Ext 10) soit dans des plans différents (Epr 6, B Int 260). Par ailleurs, la localisation du site principal d'amorçage est subsurfacique (C Ext 130) ou beaucoup plus interne (Epr 1). Nous avons cependant tenté de dégager des tendances de comportements en considérant et en analysant les microstructures et les microtextures des faciès de rupture des éprouvettes présentant les plus longues et les plus courtes durées de vie.

Les éprouvettes aux **durées de vie les plus longues** (**B Int 260, D Ext 260, C Int 10, 7800 à 12000 cycles**) proviennent de la partie cylindrique centrale du disque. Leur faciès de rupture est caractérisé par :

- une microstructure composée de 20% de grains α_p dans une matrice de lamelles α_s assez fines et organisées pour la plupart en colonies de petite taille et enchevêtrées qui, comme on l'a vu dans le chapitre I, devrait ralentir la propagation de la fissure.
- une texture globale peu marquée et présentant différentes composantes de texture d'intensités souvent proches. La composante de texture permettant le quasi-clivage (axes c à moins de 30° de AS) est largement minoritaire pour l'éprouvette D Ext 260, ou d'intensité équivalente à d'autres composantes favorisant elles, la propagation par stries de fatigue pour l'éprouvette C Int 10 et B Int 260.
- une distribution spatiale des orientations plutôt homogène, ce qui limite la présence de macrozones avec des textures locales très marquées. Ainsi les grains dont les orientations favorisent le clivage sont répartis sur l'ensemble de la section et ne sont pas localisés pour former des zones avec des textures locales très marquées. Pour l'échantillon B Int 260, on reconnaît tout de même des macrozones 'rouges' mais elles sont très larges et d'intensité de texture très faible. Pour l'éprouvette D Ext 260, la macrozone rouge de forte intensité de texture est de très petite taille.

Il ressort que la distribution plus homogène des orientations :

- (1) réduit le nombre de sites d'amorçage,
- (2) limite la propagation de la fissure par quasi-clivage

Le type de microtexture observée pour ces éprouvettes aux durées de vie les plus longues est très semblable à la microtexture observée sur la 'tranche' (au cœur du disque, zone 3, chapitre II, fig. II.18). Bien que ces zones du disque soient soumises à des contraintes tangentielles parmi les plus élevées lorsque le disque est en service, l'expérience montre que ces zones offrent cependant une grande résistance à l'amorçage et à la propagation des fissures. Nos résultats de

tests en fatigue-dwell confirment ce comportement et ont permis d'approfondir les mécanismes en jeu.

Les éprouvettes avec **les durées de vie les plus faibles (Epr 4, Epr 6, C ext 130)** proviennent de la 'zone morte du disque' ou des zones du disque moins déformées par compression.

Du point de vue de la microstructure, on retrouve dans cette série d'éprouvettes, les éprouvettes Epr 4, Epr 6 présentant des lamelles α_s épaisses et organisées en larges colonies (fig. IV.7a). Cette microstructure est connue pour permettre la propagation des fissures.

Par ailleurs on observe que la texture globale mesurée sur les faciès de rupture de ces éprouvettes est marquée avec un pôle {00.2} souvent majoritaire proche de AS. Toutes ces éprouvettes présentent une alternance de macrozones de largeurs variables et qui ont une forte concentration d'axes c proches de l'axe de sollicitation. Nous avons vu que ces macrozones 'rouges' sont des sites préférentiels pour l'amorçage des fissures. Pour toutes ces 3 éprouvettes, on remarque que l'amorçage s'effectue à de multiples endroits et à différents niveaux (fig. IV.18). Les sites d'amorçage sont toujours localisés dans la macrozone 'rouge' qui est la plus large, avec une forte densité d'axes c très proches de AS (tableau IV.6). Ces circonstances permettent la propagation rapide des fissures par quasi-clivage.

Le type de microtexture observée pour ces éprouvettes à durée de vie plus courte est très proche de la microtexture observée sur la 'tranche', dans les zones de niveaux de déformation intermédiaire (zone 9, chapitre II, fig. II.15). Ces zones du disque sont soumises à des contraintes tangentielles qui restent importante lorsque le disque est en service. L'expérience montre que ces zones n'offrent pas une résistance suffisante à l'amorçage et la propagation des fissures. Cela est confirmé par les résultats de notre campagne expérimentale, en particulier du fait de la présence de macrozones.

Il est intéressant de noter que la dispersion des durées de vie est plus importante pour les éprouvettes du cylindre central. Cela est sans doute lié aux larges variations de microtextures rencontrées au sein de la partie centrale des disques. On retrouve :

- des zones qui conservent après déformation des macrozones très marquées (avec des caractéristiques proches de celles des macrozones de la zone morte dont la présence semble être corrélée aux durées de vie courtes en fatigue-dwell)
- des zones pour lesquelles le matricage a contribué à disperser des axes c autour de la direction tangentielle du disque donnant ainsi une texture globale moins marquée avec une distribution plus homogène des orientations.

Références

- [Bache 1997] M. R. Bache, M. Cope, H. M. Davies, W. J. Evans, G. Harrison, *International Journal of Fatigue*, 19, 1997, p. 83
- [Bache 2003] M. R. Bache, *International Journal of Fatigue*, 25, 2003, p 1079
- [Bridier 2006] F. Bridier, Thèse de doctorat, Université de Poitiers, 2006
- [Bridier 2008] F. Bridier, P. Villechaise, J. Mendez, *Acta Materialia*, 56, Issue 15, 2008, p. 3951
- [Chan 1981] K.S. Chan, C.C. Wojcik, D.A. Koss, *Metallurgical Transactions A*, 12A, 1981, pp. 1899
- [Dunne 2008] F.P.E Dunne, D. Rugg, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 31, 2008, p. 949
- [Eylon 1977] D. Eylon, J.A. Hall, *Metallurgical Transactions A*, 8A, 1977, pp. 981
- [E 606 2004] E 606-04 Standard practice for strain –controlled fatigue testing, ASTM, American Society for Testing and Materials, pp. 1-15, 2004
- [Fisher 1964] E. S. Fisher, C. J. Renken, *Physical Review*, 135, 1964, p. 482
- [Le Biavant 2002] K. Le Biavant, S. Pommier, C. Prioul, *Fatigue Fracture Engng Mater Struct*, 25, 2002, p. 527
- [Sinha 2006a] V. Sinha, J. E. Spowart, M.J. Mills, J. C. Williams, *Metallurgical and Materials Transactions*, 37A, iss 5, may 2006, p. 1507
- [Sinha 2006b] V. Sinha, M.J. Mills, J. C. Williams, *Metallurgical and Materials Transactions*,; 37A, 6, june 2006, p. 2015
- [Themelis 1990] G. Themelis, S. Chikwembani, J. Weertman, *J. Mater. Charact.* 24, 1990, p. 27
- [Toubal 2008] L. Toubal, A. Moreau, P. Bocher, *Communication privée*, 2008
- [Ward-Close 1980] C.M. Ward-Close, C.J. Beevers, *Metallurgical Transactions A*, vol. 11A, 1980, p. 1007
- [Wojcik 1988] C. C. Wojcik, K. S. Chan and D. A. Koss, *Acta Metallurgica*, Volume 36, Issue 5, May 1988, p. 1261



Chapitre V
Conclusions et Perspectives



Chapitre V Conclusions et perspectives

V.1 Conclusions

Lors de cette étude nous nous sommes focalisés d'une part sur la détection et l'analyse des hétérogénéités de texture et de microstructure présentes dans les disques forgés en IMI 834 de microstructure bimodale. D'autre part, nous nous sommes concentrés sur le rôle de ces hétérogénéités dans la diminution de la durée de vie des pièces lors d'une sollicitation de type fatigue-dwell.

Dans un premier temps, les textures locales dans des zones ayant subi des taux de déformations différents lors de la mise en forme du disque ont été caractérisées à l'aide des cartographies EBSD. Nous avons étudié une zone peu déformée du disque ('zone morte'), puis une zone de déformation intermédiaire et enfin une zone de la partie la plus déformée d'un disque forgé. L'expérience industrielle a montré que les zones les plus déformées présentent en service les contraintes locales les plus élevées et pourtant, les fissures ne s'amorcent pas dans ces régions. L'amorçage se produit dans les zones ayant subi une déformation intermédiaire et qui en service sont soumises à des contraintes qui restent élevées. Dans le but de comprendre les caractéristiques des hétérogénéités qui conduisent à ces différents comportements mécaniques dans les disques, nous avons procédé à des analyses détaillées de microstructure et de texture.

Nous avons ainsi pu montrer qu'au sein des disques, on peut distinguer deux types d'hétérogénéités :

- 1) des hétérogénéités de microstructure et de texture, essentiellement liées aux nodules α_P

En effet, la microstructure et la texture locale des grains α_P varient de façon significative au sein d'un disque forgé. Dans les zones les moins déformées du disque ('zones mortes'), on identifie une alternance de macrozones allongées suivant DA, contenant majoritairement soit des grains α_P allongés soit équiaxes, avec une composante de texture unique mais dispersée. Ces macrozones sont initialement présentes dans la billette. Au sein du disque, leur géométrie et leur arrangement, ainsi que leurs intensités de texture varient en fonction du taux de déformation locale subi. Ainsi, le matriçage suivant la direction axiale de la billette tend à incliner ces zones et à réduire les intensités de texture. Au cœur du disque, au sein des régions les plus déformées, il a été trouvé qu'un forgeage additionnel dans le domaine α/β mais à 90° de l'axe de forge des billettes (contre-forge) mène à la disparition des macrozones.

- 2) des hétérogénéités dans la microstructure lamellaire α_S héritée de la transformation de la phase β lors du dernier traitement thermique dans le domaine α/β du disque forgé et usiné.

En effet, la microstructure lamellaire α_S présente entre la surface et le cœur du disque, une évolution dans l'organisation et l'épaisseur des lamelles. Près de la surface en contact avec le liquide de trempe, les lamelles sont plus fines et enchevêtrées en raison de la vitesse de refroidissement élevée. Par contre, plus en profondeur, les lamelles sont plus grossières et organisées en colonies en raison de la vitesse de refroidissement qui est faible. La microtexture des lamelles α_S organisées en colonies contribue à un renforcement de la texture locale. En effet parmi les différentes composantes de texture α_S , une composante est souvent majoritaire et elle est proche de la composante unique des grains α_P . Dans le cas de la microstructure organisée en vannerie, les intensités de texture des différentes composantes α_S sont plus équilibrées. Par

ailleurs, dans les zones fortement déformées par contre-forge, les composantes de texture des lamelles α_s et la composante unique des grains α_p sont distinctes. Cela contribue à réduire la texture locale et la présence de macrozones.

Dans un deuxième temps, on s'est intéressé au rôle des macrozones sur la durée de vie en fatigue-dwell et plus précisément, au rôle de celles-ci sur l'amorçage et sur la propagation des fissures. Dans ce but, nous avons effectué des essais de fatigue-dwell à température ambiante sur des éprouvettes prélevées dans la 'zone morte', dans la zone de déformation intermédiaire et dans la zone fortement déformée du disque.

Les analyses fractographiques et par EBSD ont montré que les zones d'amorçage et de propagation par quasi-clivage se localisent dans des zones de forte concentration des axes c à moins de 30° de l'axe de sollicitation (macrozones 'rouges'). Ce domaine d'orientations favorise l'amorçage et la propagation des fissures par quasi-clivage : (i) le facteur de Schmid reste suffisamment élevé pour activer du glissement basal avant amorçage de la fissure, (ii) mais l'inclinaison de la normale au plan de base par rapport à l'axe de sollicitation reste suffisamment faible pour avoir une forte contrainte de traction perpendiculaire au plan basal, (iii) enfin le module Young est élevé ce qui doit permettre localement d'atteindre la contrainte critique de clivage.

La présence de macrozones 'rouges' contribue à la réduction de la durée de vie en fatigue-dwell.

- (i) Elles constituent un site privilégié pour l'amorçage (souvent multiple) de fissures par quasi-clivage. On peut supposer que l'alternance de macrozones (souvent fines) avec des propriétés élastiques très différentes induit une distribution très inhomogène des contraintes et permet d'atteindre au sein des macrozones 'rouges' la contrainte critique de clivage. De plus, les sites d'amorçage multiples sont préférentiellement localisées dans des macrozones les plus larges mais ne présentant pas forcément les textures locales les plus intenses. L'organisation à courte distance autour du site d'amorçage (en termes de distribution des orientations et de morphologie de la microstructure) semble également influencer les conditions très locales d'amorçage.
- (ii) Elles favorisent également la propagation de la fissure. Plus la macrozone 'rouge' est large et avec une grande proportion de grains favorablement orientés pour le quasi-clivage, plus la surface de propagation par quasi-clivage est étendue et la durée de vie diminue.

Par conséquent, les paramètres importants des macrozones qui semblent influencer la durée de vie en fatigue-dwell sont : la **taille et la morphologie de la macrozone 'rouge'**, sa localisation au sein de l'éprouvette, et l'intensité **des pôles majoritaires $\{00.2\}$ à moins de 30°** de l'axe de sollicitation par rapport aux autres composantes de texture.

De l'étude ultrasonore que nous avons menée, il ressort que la propagation des ultrasons dans un milieu polycristallin est fortement influencée par les microstructures locales (macrozones) et les textures des échantillons d'IMI834 étudiés. Ainsi, nous avons montré que :

- le niveau de la valeur RMS donne des indications sur le degré de perturbation de la microstructure et de la texture dans la direction de propagation. Il faut donc prendre la valeur RMS de l'amplitude du signal rétrodiffusé comme révélateur d'hétérogénéités sur le trajet de propagation.

- les mesures de valeurs RMS de type C-scan doivent permettre une détection des macrozones et leur caractérisation en termes de largeur, longueur et inclinaison.
- les cartes de temps de propagation, respectivement de vitesses de propagation ne peuvent donner que des informations sur la taille des macrozones qui se trouvent dans des configurations particulières, par rapport à la direction de propagation.

V.2 Perspectives

Les travaux que nous avons menés ont permis d’approfondir le rôle des macrozones dans un matériau de microstructure bimodale α_p/α_s sur la diminution de la durée de vie en fatigue-dwell. Un certain nombre d’hypothèses concernant les caractéristiques des macrozones dommageables sur la durée de vie ont été proposés.

Cependant, l’établissement du lien entre les caractéristiques de la microstructure/texture et la durée de vie est difficile à partir du matériau de cette étude. En effet chaque éprouvette présente des hétérogénéités de texture particulières auxquelles se superposent des hétérogénéités de microstructure et finalement, la chute de durée de vie dépend forcément de plusieurs facteurs. Par conséquent, à partir de nos travaux, il est difficile de dégager strictement la contribution des macrozones à la chute de durée de vie en fatigue-dwell par rapport à d’autres facteurs et de confirmer les caractéristiques qui sont particulièrement nuisibles.

Des études expérimentales avec des échantillons modèles (avec des configurations de macrozones déterminées et en limitant les hétérogénéités de microstructures) seraient nécessaires mais certainement difficile à obtenir. Par conséquent le recours à la modélisation 3D permettant de calculer les champs de contrainte locaux devrait permettre d’approfondir certains aspects. Ainsi nous avons supposé que l’alternance de macrozones (souvent fines) avec des propriétés élastiques très différentes doit induire une distribution très inhomogène des contraintes créant localement des domaines où la contrainte critique de clivage peut être atteinte. L’influence de la morphologie, la taille et l’intensité de texture des macrozones et de leur répartition spatiale sur cette redistribution doit être encore précisé.

Par ailleurs, il serait intéressant d’aller plus loin dans la détection ultrasonore des macrozones, vers une détection plus précise de leur taille et orientation spatiale et également une information plus précise sur leur orientation cristallographique.



Annexes

Méthodologies et Techniques expérimentales



Sommaire

Annexe M1 - Notion d'orientation cristallographique.....M1-1

Annexe M2 - Acquisition et traitement des données EBSDM2-1

Principe de la technique EBSD.....M2-1

Acquisition des données EBSD.....M2-2

Exploitation des données EBSD.....M2-2

Annexe M3 Restitution de la texture et microstructure de la phase β haute température.....M3-1

Groupement des colonies α_s héritées d'un même grain βM3-1

- *Critère d'identification*

- *Mise en œuvre*

Calcul de l'orientation βM3-3

- *Cas d'une relation de Burgers stricte*

- *Procédure de recherche de l'orientation β et construction de la carte β*

Annexe M4 Fractographie quantitative.....M4-1

Annexe M1 - Notion d'orientation cristallographique

Un matériau polycristallin est formé d'un agrégat de grains d'orientations différentes. A l'échelle macroscopique, la statistique de distribution de ces orientations, désignée par texture cristallographique, a un effet important sur le comportement anisotrope d'un polycristal. Pour définir l'orientation d'un grain dans le matériau, il est nécessaire de considérer deux repères (fig. M1.1) :

- le repère K_A , lié à l'échantillon, appelé repère macroscopique, dont les axes sont souvent choisis en fonction de la symétrie du procédé d'élaboration.
- le repère K_B , lié au grain, appelé repère cristallin, dont les axes sont choisis en fonction de la symétrie de réseau du cristal considéré.

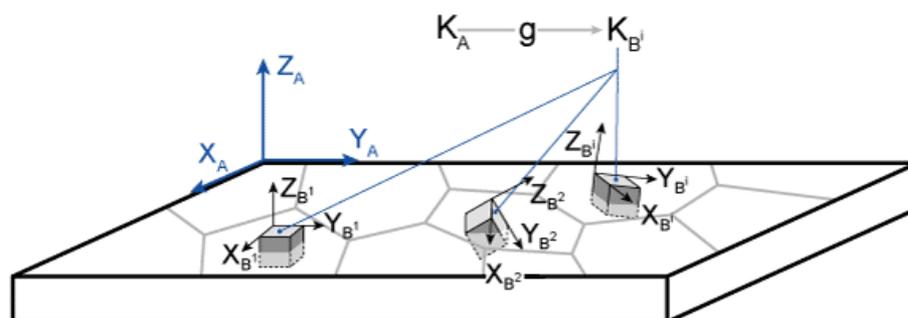


Figure M1.1 Correspondance entre le repère de l'échantillon K_A et les repères cristallins K_B^i

Dans un cristal de symétrie cubique, les axes du repère K_B coïncident avec les directions cristallographiques $\langle 100 \rangle$, $\langle 010 \rangle$, $\langle 001 \rangle$. Il existe alors 24 repères cristallins équivalents par symétrie, qui se déduisent les uns des autres par les 24 éléments de symétrie rotationnelle du groupe de symétrie du réseau cubique [Humbert 1995].

Dans le réseau hexagonal, les axes du repère K_B sont parallèles aux directions cristallographiques $\langle 10\bar{1}0 \rangle$, $\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$, $\langle 0001 \rangle$. Il existe alors 12 repères cristallins équivalents par symétrie [Humbert 1995].

L'orientation d'un cristal est définie par la rotation g qui permet d'amener le repère macroscopique K_A en coïncidence avec le repère K_B , abstraction faite de toute translation. On peut noter qu'il existe un ensemble de rotations équivalentes caractérisant la même orientation :

$$\{S_i \cdot g\} \quad (\text{rel. M1.1})$$

avec $\{S_i\}$ correspondant aux éléments de symétrie rotationnelle du groupe de symétrie du cristal considéré.

Ces rotations peuvent être décrites de différentes manières.

- Représentation angulaire : Toute rotation g peut se décomposer en une suite de 3 rotations élémentaires :

$R(\varphi_1, Oz)$: Une rotation d'angle φ_1 autour de l'axe Oz du repère K_A , qui mène le repère K_A en K' (Ox' , Oy' , Oz).

$R(\phi, Ox')$: Une rotation d'angle ϕ autour de l'axe Ox' du repère K' , qui mène le repère K' en K'' (Ox' , Oy'' , Oz'')

$R(\varphi_2, Oz'')$: Une rotation d'angle φ_2 autour de l'axe Oz'' du repère K'' , qui mène le repère K'' en K_B .

Les angles $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ forment le triplet d'angles d'Euler caractérisant la rotation g (fig. M1.2).

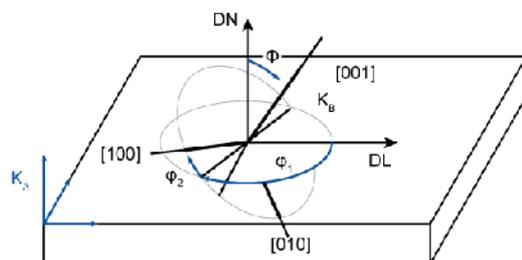


Figure M1.2 Définitions des angles d'Euler

- Représentation matricielle : La rotation g peut également être définie par une matrice de changement de base $M(g)$ qui permet le calcul des composantes d'un vecteur, défini dans le repère K_B , dans le repère K_A :

$$\begin{aligned} K_A &\rightarrow K_B \\ V_{K_A} &= M(g) \cdot V_{K_B} \end{aligned} \quad (\text{rel. M1.2})$$

En décomposant la rotation selon les 3 rotations citées ci-dessus, on aboutit à :

$$M(g) = \begin{pmatrix} c_1 c_2 - s_1 s_2 c & -c_1 s_2 - s_1 c_2 c & s_1 s \\ s_1 c_2 + c_1 s_2 c & -s_1 s_2 + c_1 c_2 c & -c_1 s \\ s_2 s & c_2 s & c \end{pmatrix} \quad (\text{rel. M1.3})$$

avec :

$$\begin{aligned} c &= \cos \phi & s &= \sin \phi \\ c_1 &= \cos \varphi_1 & s_1 &= \sin \varphi_1 \\ c_2 &= \cos \varphi_2 & s_2 &= \sin \varphi_2 \end{aligned}$$

- Représentation axe - angle : On peut décrire la rotation g comme une rotation d'un angle ω autour d'un axe unitaire \vec{d} :

$$\omega = \min(\omega_i) = \min \left(\arccos \left(\frac{\text{Trace}(M(g) \cdot S_i) - 1}{2} \right) \right) \quad (\text{rel. M1.4})$$

S_i : les éléments de symétrie rotationnelle du groupe de symétrie du cristal considéré.

$$\vec{d} = \begin{pmatrix} d_1/N \\ d_2/N \\ d_3/N \end{pmatrix}, \text{ avec : } \begin{aligned} d_1 &= M(2,3) - M(3,2) \\ d_2 &= M(3,1) - M(1,3) \\ d_3 &= M(1,2) - M(2,1) \end{aligned} \quad \text{et } N = \sqrt{d_1^2 + d_2^2 + d_3^2}$$

Références

[Humbert 1995] M. Humbert, F. Wagner, H. Moustahfid, C. Esling, Journal of Applied Crystallography, 28, 1995, p.571

Annexe M2 - Acquisition et traitement des données EBSD

Principe de la technique EBSD

La technique EBSD (Electron Back Scattering Diffraction) permet de déterminer l'orientation des grains dans un échantillon par indexation des diagrammes de Kikuchi. Le principe de la mesure consiste à focaliser un faisceau d'électrons sur le grain dont on souhaite connaître l'orientation. Les électrons rétrodiffusés, en incidence de Bragg avec les plans réflecteurs environnants vont diffracter selon deux cônes de diffraction, pour chaque plan réflecteur. L'intersection de ces cônes avec un écran de détection, forme des hyperboles assimilables à des droites. L'ensemble constitue le diagramme de Kikuchi. Une indexation rationnelle des différentes droites permet de déterminer l'orientation cristallographique du grain connaissant sa structure cristalline (fig. M2.1).

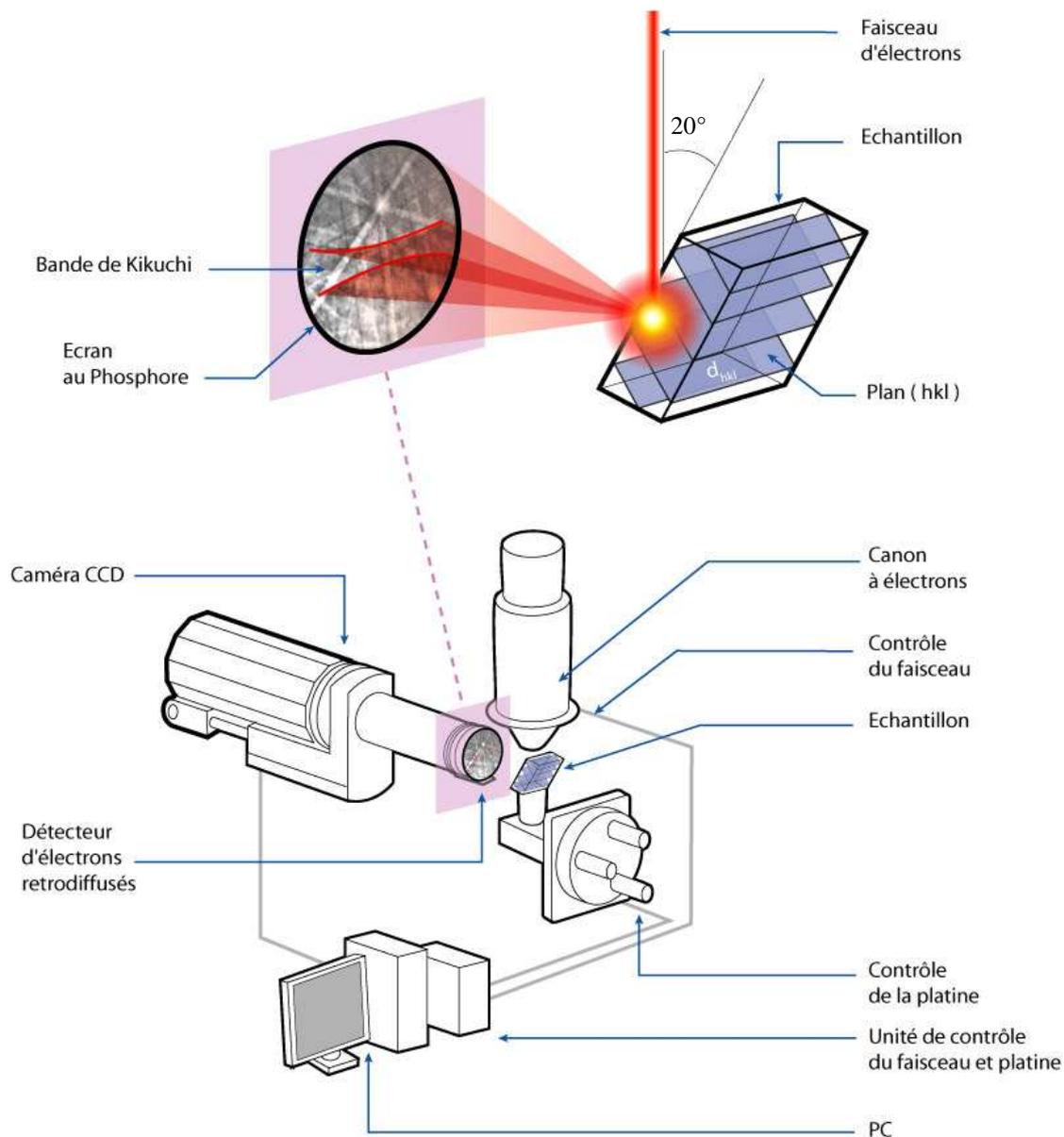


Figure M2.1 Principe de l'EBSD

Acquisition des données EBSD

Dans la pratique, l'échantillon parfaitement poli, est placé dans un microscope électronique à balayage. Il est incliné de sorte que la normale à sa surface et le faisceau d'électrons forment un angle de 70° . Cette géométrie permet d'obtenir une efficacité maximale. Le dispositif est constitué d'un écran fluorescent sur lequel les électrons rétrodiffusés forment le diagramme et d'une caméra qui prend en temps réel l'image des diagrammes. Ces données sont ensuite exploitées par un logiciel d'indexation automatique qui calcule l'orientation cristallographique correspondante.

Pour caractériser la distribution spatiale des orientations de l'échantillon en corrélation avec la microstructure, le système EBSD est utilisé en mode 'cartographie' avec le faisceau d'électrons se déplaçant suivant une grille prédéfinie, sur la surface à analyser. Le pas de déplacement du faisceau, détermine la résolution de la carte EBSD.

En chaque point de la grille, le système procède à l'acquisition et à l'indexation du diagramme de Kikuchi. Le fichier de données contient pour chaque point analysé :

- les coordonnées du point
- la nature de la phase détectée
- l'orientation correspondante
- l'indice de qualité (IQ) du diagramme de Kikuchi.

L'ensemble de ces données est ensuite exploité par un module d'analyse qui génère diverses représentations graphiques et en particulier les cartographies d'orientations.

Exploitation des données EBSD

Lors d'une acquisition en mode automatique, plusieurs diagrammes de Kikuchi théoriques peuvent correspondre à un même jeu de bandes identifiées sur le diagramme expérimental. Dans ce cas, l'orientation déterminée n'est pas fiable. Pour limiter ces erreurs d'indexation, il est possible d'augmenter les nombres de bandes utilisées pour la recherche de la solution. Par contre, lorsque ce nombre est trop important, le nombre de points non-indexés augmente. Il faut donc trouver un compromis entre tous les paramètres d'acquisition (qualité du diagramme, précision dans la détection des bandes, nombre de bandes ...) pour obtenir le plus grand nombre de données fiables.

De ce fait, les données brutes d'acquisition doivent être corrigées. Différentes méthodes de filtrage permettent d'identifier et de supprimer les erreurs d'indexation. Par ailleurs, il est courant d'associer aux points non indexés, les orientations majoritaires de leurs voisinages immédiats. La qualité finale de la cartographie obtenue est donc directement liée aux conditions d'acquisition des données et à leur post-traitement.

Il existe de nombreuses représentations des données EBSD. Nous ne décrivons ici que les représentations les plus courantes, qui seront utilisées dans la suite du travail.

Les cartographies d'orientations et de désorientations sont générées en affectant à chaque pixel et à la frontière entre pixels, une couleur liée à son orientation ou à la désorientation entre pixels. Ces cartographies permettent d'étudier la distribution spatiale des orientations en relation avec d'autres paramètres de la microstructure. Il est fréquent d'associer à ces cartographies, les *figures de pôles* des principaux plans réflecteurs de la structure cristalline ou les *figures de pôles inverses* repérant les directions macroscopiques de l'échantillon par rapport aux directions principales de la structure cristalline. Enfin, il est possible d'obtenir des données statistiques sur la distribution de la taille et de la morphologie des grains. L'ensemble des pixels appartenant à un même grain s'obtient en regroupant les pixels voisins dont la désorientation angulaire n'excède pas un certain seuil.

Annexe M3 Restitution de la texture et microstructure de la phase β haute température

Cette méthodologie de recalcul de la texture de la phase β haute température a été introduite lors de l'étude effectuée par Lionel Germain [Germain 2005] à LETAM. Nous décrivons ici les grandes lignes de cette méthodologie qui a été utilisée pour des calculs présentés au Chapitre II (fig. II.17 et II.20).

Groupement des colonies α_s héritées d'un même grain β

- Critère d'identification

Sur une microstructure en colonies, il est souvent possible d'identifier les anciens joints de grains β par la précipitation de platelets ' α_{GB} '. Cela devient plus difficile sur une cartographie α_s . Dans ce cas, les colonies appartenant à un même grain β peuvent être identifiées à partir d'un critère de désorientation. En effet, leurs orientations respectives sont théoriquement toutes en relation de Burgers avec l'orientation β initiale.

$$\begin{aligned} (110)_{BCC} // (0001)_{HCP} \\ [\bar{1}1\bar{1}]_{BCC} // [2\bar{1}\bar{1}0]_{HCP} \end{aligned} \quad (\text{rel. M3.1})$$

Cette relation d'orientation peut également s'exprimer sous la forme d'une rotation Δg . L'orientation d'une variante caractérisée par la rotation g_α^i , héritée d'un grain β d'orientation caractérisée par la rotation g_β s'écrit :

$$g_\alpha^i = \Delta g \cdot C_i \cdot g_\beta \quad (\text{rel. M3.2})$$

avec C_i correspondant à une des 24 rotations du groupe de symétrie de la phase cubique. L'ensemble des rotations équivalentes s'écrit :

$$\{g_\alpha^i\} = \{H_j \cdot \Delta g \cdot C_i \cdot g_\beta\}_{j=1,12} \quad (\text{rel. M3.3})$$

avec H_j (j variant de 1 à 12) correspondant aux 12 rotations du groupe de symétrie de la phase hexagonale [Humbert 1995]. En pratique, le nombre de variantes héritées se limite à 12 car Δg , C_i et H_j sont liées par une relation de commutation. Par conséquent, C_i et C_{i+12} donnent le même résultat [Humbert 1992].

A partir de (16), on peut calculer l'ensemble des rotations théoriques, représentatives des désorientations Δ^{th} entre les variantes i et j :

$$\Delta_{(mnp)}^{\text{th}} = \left\{ g_\alpha^i \cdot g_\alpha^{j^{-1}} \right\} = H_m \cdot \Delta g \cdot C_i \cdot C_j^{-1} \cdot \Delta g^{-1} \cdot H_n = H_m \cdot \Delta g \cdot C_p \cdot \Delta g^{-1} \cdot H_n \quad (\text{rel. M3.4})$$

Chacune de ces rotations peut s'exprimer par une rotation d'angle ω autour d'un axe \vec{n} . Chaque désorientation peut être caractérisée par 12*12 rotations équivalentes que l'on exprimera par la rotation d'angle ω le plus petit. L'analyse de l'ensemble des rotations montre qu'il n'existe que 5 types de désorientations possibles entre les variantes α_s héritées d'un même grain β , donnés dans le tableau M3.1.

ω	\vec{n}
10°529	$\vec{c} = [00.1]$
60°	$\vec{a}_2 = [-12.0]$
60°832	\vec{d}_1 à 80°97 de \vec{c} dans le plan (\vec{d}_3, \vec{c})
63°262	\vec{d}_2 à 72°73 de \vec{c} dans le plan (\vec{a}_2, \vec{c})
90°	\vec{d}_3 à 5°26 de \vec{a}_2 dans le plan basal

Tableau M3.1 Notation sous forme d'angle et d'axe des désorientations Δ^{th}

Ainsi lorsque deux colonies voisines ont une désorientation expérimentale Δ^{exp} qui correspond à l'une des désorientations théoriques, elles ont une forte probabilité d'être héritées du même grain β . Si leur désorientation est différente de l'ensemble de ces désorientations théoriques, elles sont issues de deux grains β différents et leur frontière correspond à un ancien joint de grains β .

$$\Delta^{exp} = g_{\alpha}^{-1} \cdot (g_{\alpha}^2)^{-1} \quad (\text{rel.5})$$

Théoriquement, la composition des désorientations doit donner la matrice identité I lorsque les deux désorientations sont égales.

$$\Delta^{exp} \cdot (\Delta^{th})^{-1} \approx I \quad (\text{rel.6})$$

En pratique, il faut donc tenir compte de la précision des mesures d'orientations et d'un écart à la relation stricte de Burgers. Cela revient à accepter un certain écart à la matrice identité I . Cet écart se mesure par la trace t de la matrice produit (19) : t doit être proche de 3 avec une tolérance exprimée par θ de sorte que :

$$2 \cdot \cos(\theta) + 1 \leq t \leq 3 \quad (\text{rel.7})$$

Avec ce critère de désorientation, il est possible de dire si potentiellement deux colonies sont héritées ou non, d'un même grain β . Il s'agit maintenant d'appliquer ce critère de façon systématique aux orientations α_s de la cartographie avec pour objectif de regrouper les colonies appartenant à un même grain parent.

- Mise en œuvre

Les pixels α_s de la carte EBSD, appartenant à un même grain β parent, sont soit faiblement désorientés (auquel cas ils appartiennent à une même colonie) soit désorientés suivant une des désorientations décrites dans le tableau 1 (auquel cas, ils peuvent appartenir à des colonies différentes, issues du même parent).

Il est possible de regrouper ces pixels en adaptant l'algorithme utilisé de façon standard en EBSD pour identifier les grains. Cet algorithme reconstruit un grain en partant d'un pixel de référence puis regroupe les pixels voisins de proche en proche selon un critère de désorientation angulaire. Deux types de désorientations peuvent être considérées [Humphreys 2001]:

- les désorientations entre le pixel de la carte et le pixel de référence. On parle de "référence absolue",
- les désorientations entre pixels voisins partant du pixel de référence. Cette approche est appelée par opposition "référence relative".

Pour adapter cet algorithme au traitement de nos données, il ne faut plus seulement considérer les faibles désorientations angulaires mais également les désorientations proches des désorientations théoriques définies dans le tableau 1. La méthode retenue consiste à regrouper les pixels remplissant la double condition : respecter des désorientations théoriques avec ses proches voisins et avec le pixel de référence. Pour chacun grain β en cours de construction, le pixel de référence est défini par le centre de gravité de la colonie de plus grande taille encore non affectée à un grain β . Cela évite de choisir un pixel de référence correspondant à une erreur d'indexation. L'ensemble de la procédure limite significativement les erreurs d'affectation de colonies par grain parent.

Calcul de l'orientation β

- Cas d'une relation de Burgers stricte

L'orientation β peut être calculée à partir de l'ensemble des orientations α_s héritées dans le grain parent. En fait, la connaissance d'une variante α_s permet de calculer 6 orientations possibles du parent β caractérisées par les rotations g_β^i :

$$\{g_\beta^i\} = \{C_j \cdot \Delta g^{-1} \cdot H_i \cdot g_\alpha\}_{j=1,12} \quad (\text{rel. M3.8})$$

En considérant l'ensemble des variantes α_s issues d'un même grain, il est alors possible de déterminer l'orientation de celui-ci. Il s'agit de l'unique élément commun aux différents sous-ensembles d'orientations parentes β potentielles (fig. M3.1).

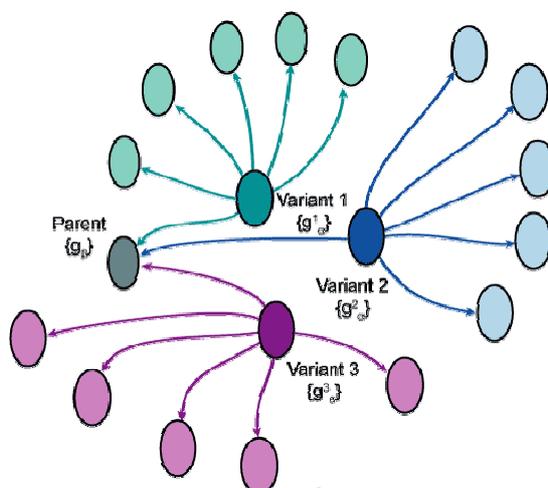


Figure M3.1 Principe de détermination du parent β à partir de l'orientation des variantes α

Dans la pratique, du fait de l'écart à la relation de Burgers et de la précision des mesures d'orientations, on observe rarement une orientation β strictement commune aux différents sous-ensembles de 6 orientations potentielles mais un ensemble d'orientations recalculées proches les unes des autres. Il est alors possible d'estimer l'orientation du grain parent en moyennant les orientations β proches (c'est à dire présentant une désorientation inférieure à une certaine tolérance ϵ) comme illustré sur la figure M3.2 [Humbert 1996].

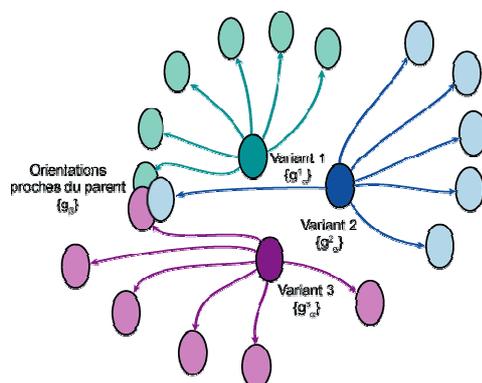


Figure M3.2 Calcul de l'orientation β lorsque les variantes α ne sont pas strictement en relation de Burgers

- **Procédure de recherche de l'orientation β et construction de la carte β**

La recherche de l'orientation β consiste à trouver l'unique orientation en relation d'orientation de Burgers avec les variantes regroupées par grain parent. Cette recherche doit tenir compte du fait que le jeu d'orientations α_s peut contenir des erreurs d'indexation et qu'un nombre limité de colonies a été affecté au mauvais grain β .

Pour limiter l'impact des erreurs d'indexation, la recherche de l'orientation β prend en compte le poids relatif des colonies. Pour chaque colonie de poids P_i , l'orientation des 6 parents β de poids P_i est calculée. Une solution β est trouvée, si dans l'espace des orientations potentielles de la phase β , un ensemble d'orientations proches (définie avec une tolérance ϵ) correspond à un maximum unique de densité d'orientation (fig. M3.3). L'orientation β retenue est alors la moyenne de ces orientations proches.

On peut noter que la solution retenue n'est pas forcément en relation de Burgers avec l'ensemble des variantes regroupées dans le grain. Cela permet de tenir compte des erreurs d'indexation et d'un mauvais regroupement de colonies. Une fois l'orientation β déterminée, elle est affectée aux positions (x, y) de la carte α_s correspondant aux variantes effectivement en relation de Burgers avec l'orientation β recalculée. Les variantes sélectionnées initialement qui ne sont pas en relation de Burgers avec l'orientation β recalculée, peuvent à nouveau être prises en compte pour les itérations suivantes.

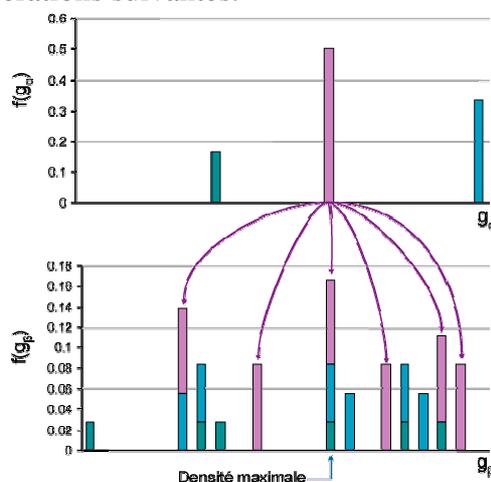


Figure M3.3 Détermination " pratique" de l'orientation du parent β

Références

[Humbert 1992] M. Humbert, F. Wagner, C. Esling, Journal of Applied Cristallography, 25, 1002, p. 724

[Humbert 1995] M. Humbert, F. Wagner, H. Moustahfid, C. Esling, Journal of Applied Cristallography, 28, 1995, p. 571

[Humbert 1996] M. Humbert, N. Gey, J. Muller, C. esling, Journal of Applied Cristallography, 29, 1996, p. 662

[Humphreys 2001] J. Humphreys, Journal of Material Science, 36, 2001, p. 2833

Annexe M4 - « Fractographie quantitative »

Dans le cadre de cette étude, la technique nommée « **quantitative tilt fractography** » a été utilisée pour déterminer l'inclinaison des facettes. Cette technique a été introduite par Themelis dans le cadre d'une étude des facettes correspondantes aux joints des grains de Cu-Bi [Themelis 90]. Dans la pratique, nous avons procédé comme suit en utilisant le MEB JEOL 6490W équipé d'une platine motorisée et inclinable autour de l'axe X :

- (1) On repère au moins trois points A, B, C de coordonnées (X^A, Y^A, Z^A) , (X^B, Y^B, Z^B) , (X^C, Y^C, Z^C) sur la surface à analyser et un point de référence O ($X=0, Y=0, Z=0$)
- (2) On acquiert une image électronique pour un angle d'inclinaison θ_1 . On mesure sur l'image les coordonnées (x_1^A, y_1^A) , (x_1^B, y_1^B) , (x_1^C, y_1^C) de la projection orthogonale des points A,B,C par rapport au même point de référence (projection du point de référence O) (voir schéma dans la figure suivante).

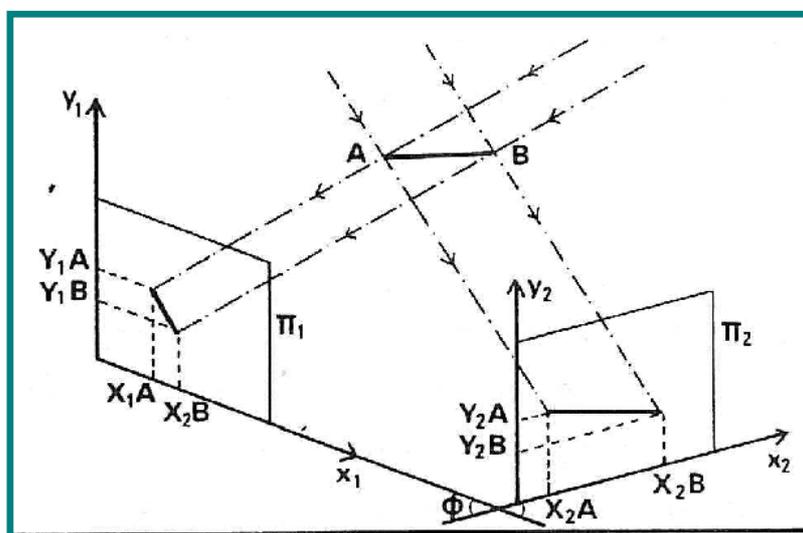


Figure M4.1 Projection orthogonale de la surface plane dans le plan image du microscope

- (3) On acquiert une seconde image électronique pour un autre angle d'inclinaison θ_2 . On refait les mesures des coordonnées $((x_2^A, y_2^A), (x_2^B, y_2^B), (x_2^C, y_2^C))$ des mêmes points projetés par rapport au même point référence. Le tableau suivant résume les points obtenus.

(tilt θ_1°)	x_1^A, y_1^A	(tilt θ_2°)	x_2^A, y_2^A
(tilt θ_1°)	x_1^B, y_1^B	(tilt θ_2°)	x_2^B, y_2^B
(tilt θ_1°)	x_1^C, y_1^C	(tilt θ_2°)	x_2^C, y_2^C

Tableau M4.1 Récapitulatif des mesures obtenues en MEB en analyse fractographique

Les points A, B et C doivent être choisis de telle sorte à pouvoir être visualisés pour tous les angles d'inclinaison considérés.

Les relations M4.1 – M4.3 sont ensuite utilisées pour calculer les coordonnées du point A (X^A, Y^A, Z^A).

$$X^A = x_1^A = x_2^A = (x_1^A + x_2^A) / 2 \quad \text{Rel. M4.1}$$

$$Y^A = (y_1^A * \sin \theta_2 - y_2^A * \sin \theta_1) / \sin(\theta_2 - \theta_1) \quad \text{Rel. M4.2}$$

$$Z^A = (y_1^A * \cos \theta_2 - y_2^A * \cos \theta_1) / \sin(\theta_2 - \theta_1) \quad \text{Rel. M4.3}$$

On procède de même pour trouver les coordonnées des points B (X^B, Y^B, Z^B) et C (X^C, Y^C, Z^C).

On calcule ensuite les coordonnées de deux vecteurs de la surface à analyser, par exemple les vecteurs connecteurs des points A - B et B - C :

$$AB = (X^B - X^A) i + (Y^B - Y^A) j + (Z^B - Z^A) k \quad \text{Rel. M4.4}$$

$$BC = (X^C - X^B) i + (Y^C - Y^B) j + (Z^C - Z^B) k \quad \text{Rel. M4.5}$$

Le produit vectoriel entre les deux vecteurs AB et BC donne le vecteur normal n à la surface :

$$\vec{n} = \begin{bmatrix} i & j & k \\ (X^B - X^A) & (Y^B - Y^A) & (Z^B - Z^A) \\ (X^C - X^B) & (Y^C - Y^B) & (Z^C - Z^B) \end{bmatrix} \quad \text{Rel. M4.6}$$

Les trois vecteurs (AB, BC, n) définissent un trièdre. Par convention, nous avons choisi l'ordre d'utilisation des vecteurs (AB et BC) de telle sorte que le produit vectoriel donne la normale 'sortante' de la surface à analyser.

L'angle entre l'axe de sollicitation (OZ) et le vecteur normal à la facette (n) est calculé avec l'relation suivante :

$$\alpha = \cos^{-1} \left(\frac{\vec{n}k}{|\vec{n}|} \right) \quad \text{Rel. M4.7}$$

Evaluation de la précision de la technique

La technique a d'abord été appliquée à un échantillon 'étalon' afin d'évaluer la précision avec laquelle l'inclinaison d'une surface plane peut être déterminée. Cet échantillon a une surface plane inclinée de 36° par rapport à sa normale (voir fig. M4.2).

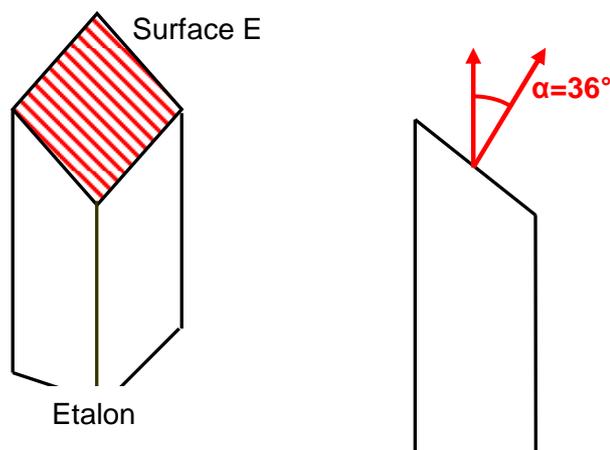


Figure M4. 2 Géométrie de l'échantillon 'étalon'

Sur cette surface plane (surface E), nous avons repéré six points plus le point de référence et nous avons analysé leur projection sur le plan image du MEB pour différents angles d'inclinaison de l'échantillon (variant de 0° à 70° par incrément de 10°).

A partir des 6 points, nous avons défini deux groupes de trois points (groupe 1 et groupe 2); chaque groupe de 3 points permet de définir deux vecteurs non colinéaires appartenant à la surface E. Pour chaque groupe de 3 points, on exploite les mesures obtenues pour deux angles d'inclinaison de l'échantillon afin d'en déduire l'angle d'inclinaison α de la surface E.

La valeur calculée de l'angle varie entre 28° et 46° (on rappelle que l'angle théorique est de 36°). Cependant l'écart entre la valeur calculée et la valeur théorique dépend fortement de l'écart entre les angles (θ_1 et θ_2). Lorsque l'écart (θ_1 et θ_2) est faible ($<30^\circ$), on obtient l'inclinaison de la surface avec une précision de $\pm 10^\circ$. Par contre, lorsque l'écart (θ_1 et θ_2) est important ($>50^\circ$), l'angle calculé varie entre 34° et 39° . Dans ces conditions, on peut considérer que l'inclinaison de la surface est déterminée à $\pm 3^\circ$ près, ce qui est acceptable.

Références

[Themelis 90] G. Themelis, S. Chikembani, J. Weertman, J. Mater. Charact., 24, 1990, p. 27



Annexes
Résultats



Les Annexes ‘Résultats’ sont constituées de :

1) **Annexe R1 Analyse EBSD de la zone A dans une région de niveau de déformation intermédiaire susceptible d’initier des fissures en service (tranche)**

Il s’agit d’un complément d’analyse EBSD dans la zone de déformation intermédiaire, présentée au Chapitre II (fig. II.15- II.17).

2) **Annexes des analyses fractographiques et EBSD réalisées pour les éprouvettes**

- de la ‘zone morte’ : Epr 1, Epr3, Epr 5, Epr 6
- **du cylindre central** : B Int 260, C Int 10, B Ext 10, C Ext 130, D Ext 260

Les résultats seront présentés pour chaque éprouvette de la façon suivante :

I. Analyse fractographique

Macrographie et Micrographie optique

Micrographie électronique de l’ensemble de l’échantillon

Identification du site d’amorçage et du chemin de propagation de la fissure

II. Cartographies EBSD

- Directement sur la surface de rupture –là ou cela a été possible)
- de la zone d’amorçage après un 1^{er} polissage (là ou cela a été possible)
- d’une partie de la section transverse de l’échantillon après un polissage pour aplatir la surface de rupture

On rappelle les durées de vie de toutes les éprouvettes ainsi que les résultats des mesures fractographiques présentées dans le Chapitre IV.

Provenance des éprouvettes	Eprouvette	Durée de vie (cycles)
'Zone morte'	Epr 1	5082
	Epr 3	7367
	Epr 5	5592
	Epr 6	3285
'Cylindre central'	B Int 260	12369
	C Int 10	7840
	B Ext 10	5671
	C Ext 130	3407
	D Ext 260	9074

Eprouvette	Durée de vie	Fraction surfacique occupée par (%)			
		les facettes de quasi-clivage *	les stries de fatigue	la propagation par clivage due au site principal	le quasi-clivage et par les stries
Epr 01	5082	6.11	0.47	3.57	6.58
Epr 02	4449	4.06	0.40	1.03	4.46
Epr 03	7367	10.15	0	5.27	10.15
Epr 04	3169	3.04	0.49	0.94	3.54
Epr 05	5592	4.02	2.85	0.60	6.88
Epr 06	3285	4.97	0.45	1.90	5.41
B Int 260	12369	3.47	0.62	0.27	4.09
C INT 10	7840	0.67	0.76	0.67	1.43
B EXT 10	5671	1.55	1.98	0.56	3.52
C EXT 130	3407	3.37	0.26	1.45	3.63
D EXT 260	9074	0.58	2.40	0.19	2.99
D Int 130	5073	2.54	2.49	2.54	5.03

*la valeur indiquée est la somme des surfaces de propagation associées à chaque site d'amorçage

Annexe R1 Analyse EBSD de la zone A dans une région de niveau de déformation intermédiaire susceptible d'initier des fissures en service (tranche)

Cette annexe présente l'analyse effectuée dans le voisinage de la zone 9 appartenant à la tranche d'un disque forgé. Des résultats similaires ont été obtenus pour la zone 9 et ont été présentés en détail au § II.3.3. Cette analyse a été effectuée dans une zone présentant des hétérogénéités de texture plus marquées que dans la zone 9.

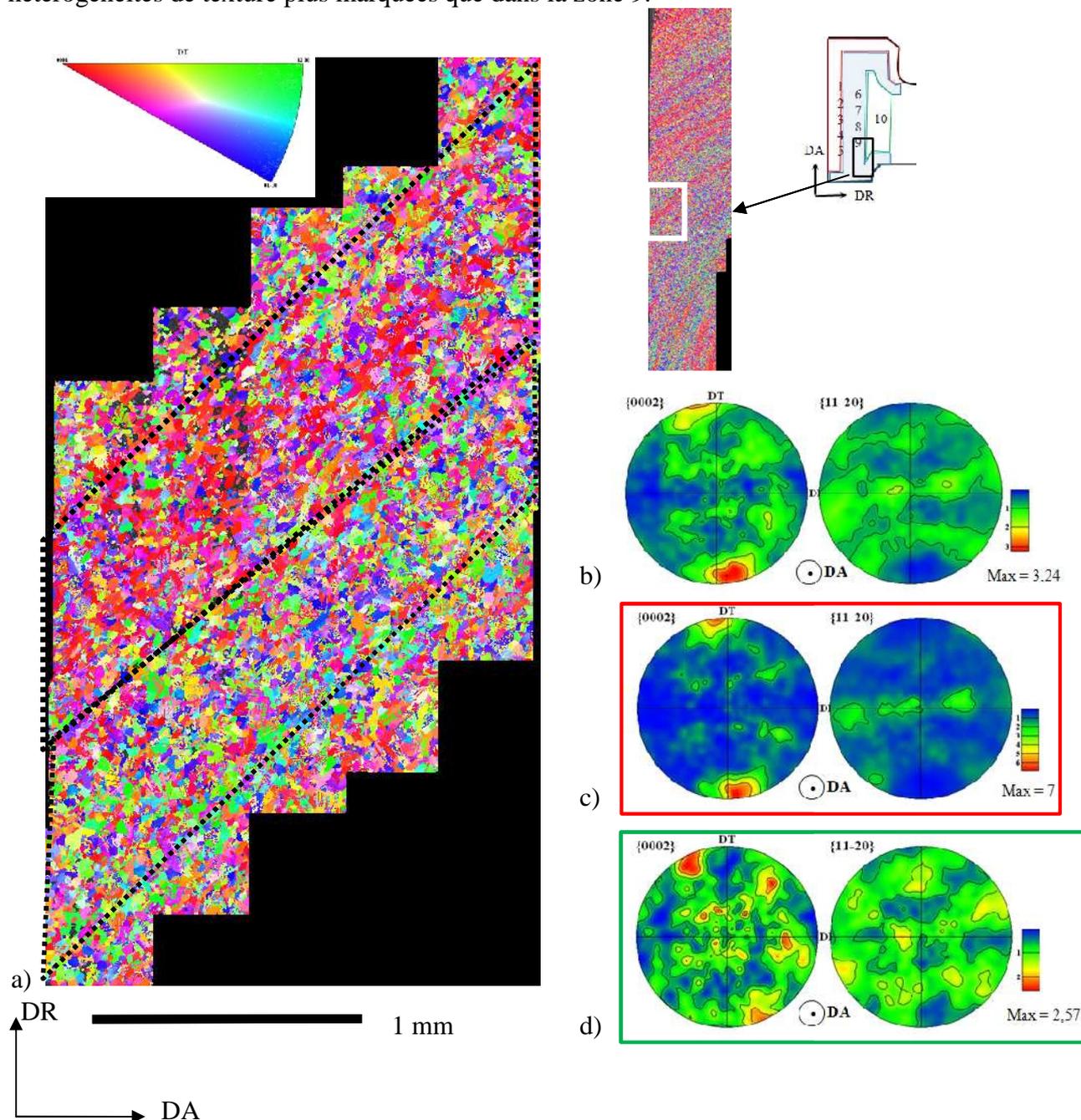


Figure R1.1 Représentation de la texture dans la zone A:

- a) cartographie d'orientations
- b) figures de pôles de l'ensemble des données,
- c) figures de pôles de la macrozone rouge
- d) figures de pôles de la macrozone bleu-verte

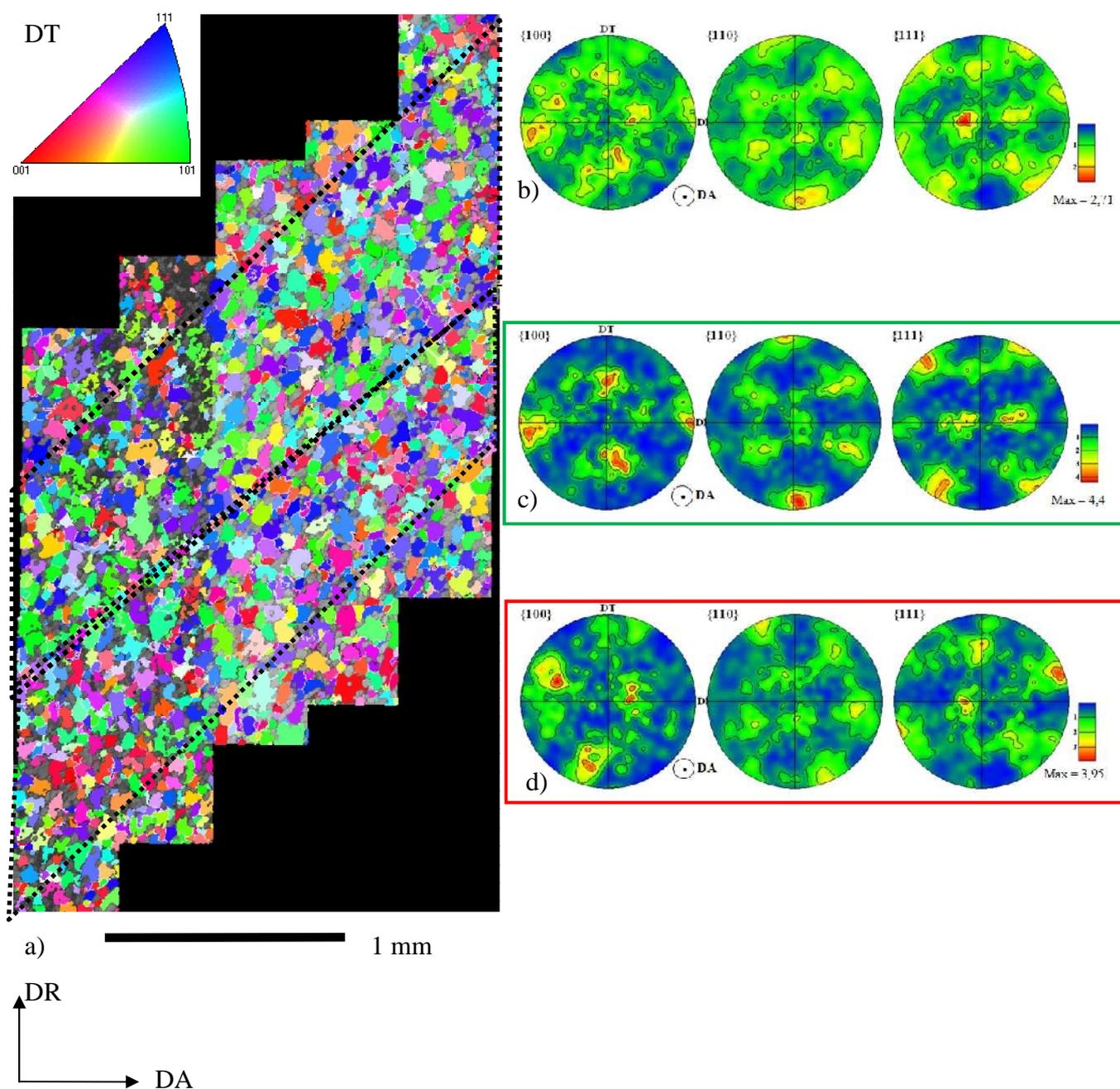


Figure R1.2 Microtexture de la phase β recalculée à partir de la microtexture α_s

- Microtexture β recalculée
- Texture globale β
- Texture locale β pour la macrozone bleu-verte (la même région que sur la macrozone rouge en a)
- Texture locale β pour la macrozone rouge (la même région que sur la macrozone bleu-verte en a)

Les joints des grains faiblement désorientés ($< 15^\circ$) sont représentés en noir ; ceux fortement désorientés ($> 15^\circ$) - en blanc.

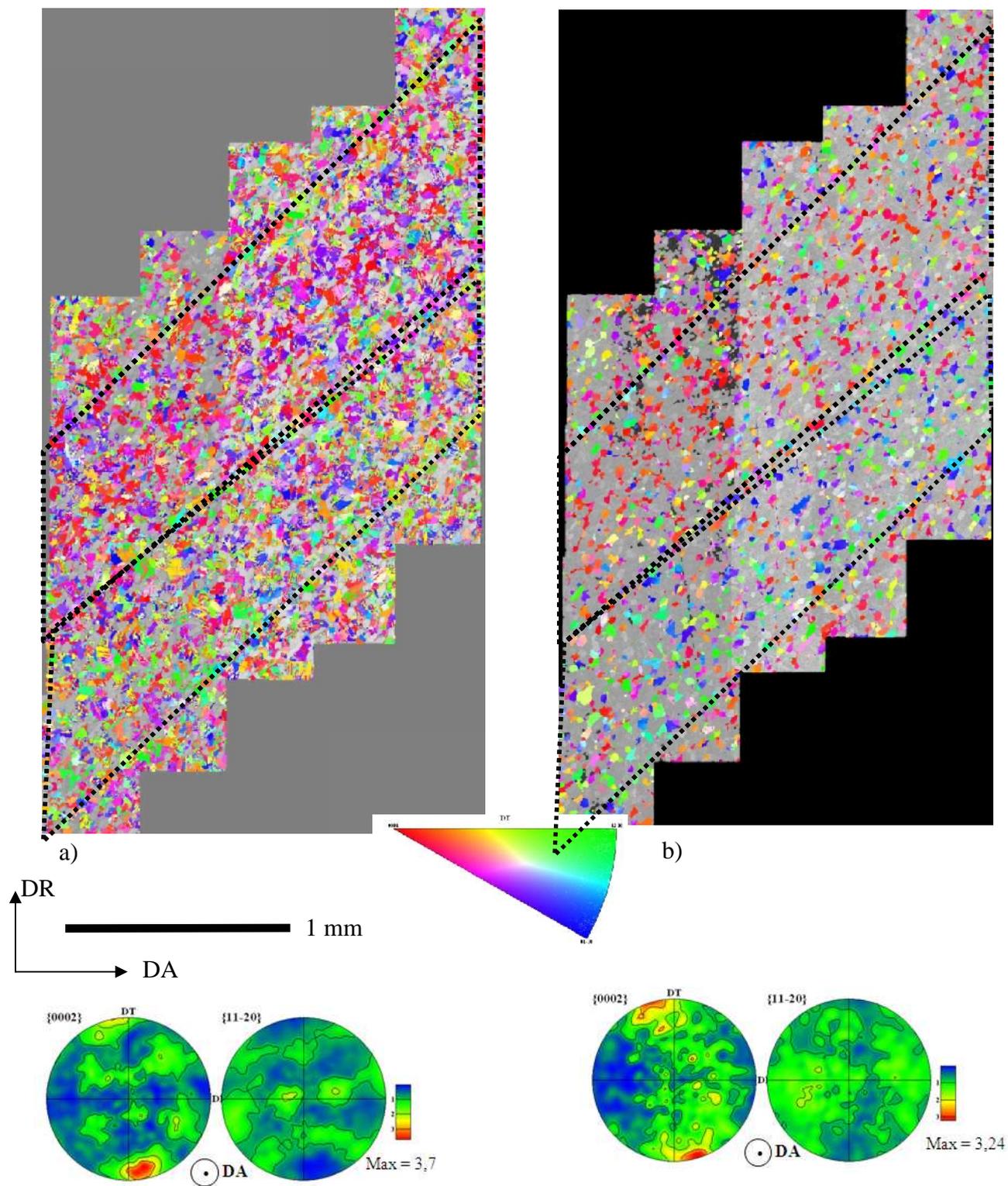


Figure R1.3 Microtexture et texture locale des grains α_S (a) et des grains α_P (b)

ANNEXE éprouvette Epr 1 (5082 cycles)

I. Analyse fractographique

Macrographie

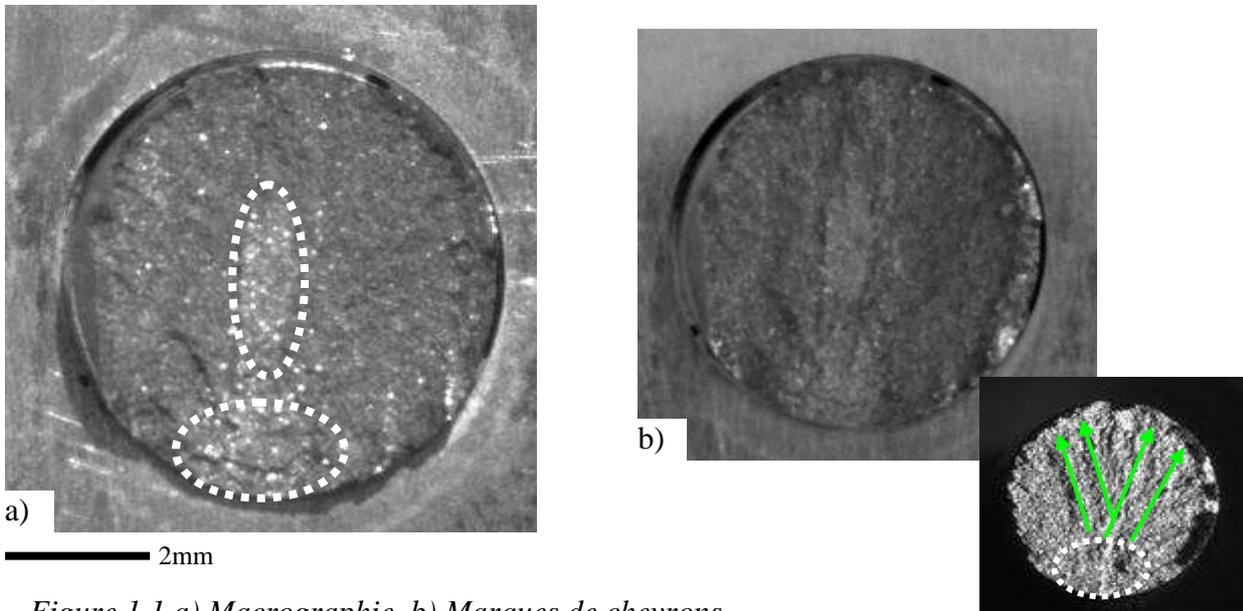


Figure 1.1 a) Macrographie, b) Marques de chevrons

Cet échantillon présente deux régions brillantes R1, R2. Ces régions sont allongées, entourées par des lignes pointillées blanches. La région située au centre de l'échantillon, appelée R1, a un contour bien défini. Par contre, les limites de la deuxième région, R2, sont moins claires fig. 1.1). La partie complémentaire de la surface de l'échantillon est caractéristique d'une fracture ductile. Les marques en chevrons commencent à la limite de ces régions et se terminent au bord de l'échantillon. L'aspect de la surface est accidentée (voir fig. 1.1). Les bords de l'échantillon ont une hauteur importante par rapport au faciès de rupture (~0,6mm).

Micrographie optique

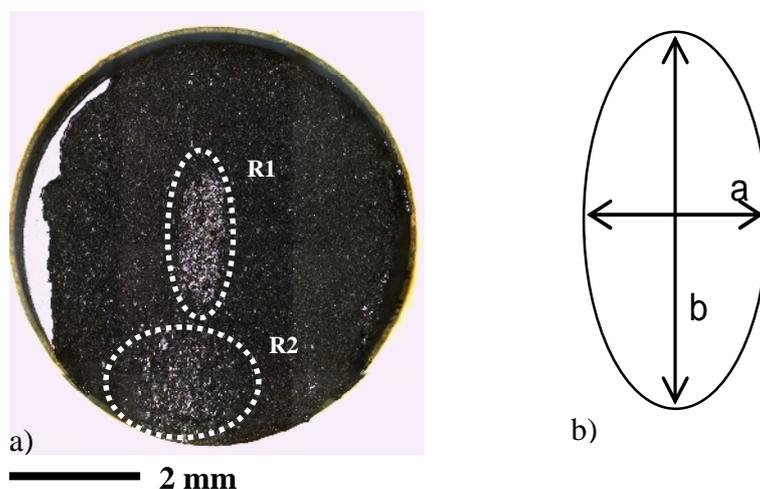


Figure 1.2 a) Microscopie optique de l'échantillon-1 identifiant la zone brillante, b) schéma : taille de la zone brillante R1

Au microscope optique (fig. 1.2), on retrouve les deux régions brillantes R1 et R2. Chacune est située dans un plan différent. R1 est située approximativement à 150 μm au dessus de R2. L'aire approximative de R1 est $1,3 \text{ mm}^2$ ($a \sim 0,8 \text{ mm}$ et $b \sim 2 \text{ mm}$) et de R2 est $\sim 2 \text{ mm}^2$ ($a \sim 1,6 \text{ mm}$ et $b \sim 2 \text{ mm}$). Cela correspond respectivement à $\sim 4\%$ et $\sim 6\%$ de toute la surface de l'échantillon.

Micrographie électronique de l'ensemble de l'échantillon

La région R1 apparaît plus foncée que la région R2 (les facettes de clivage, brillantes en microscopie optique apparaissent sombres au MEB). La délimitation est aussi beaucoup plus facile pour R1 que pour R2 (fig. 1.3)

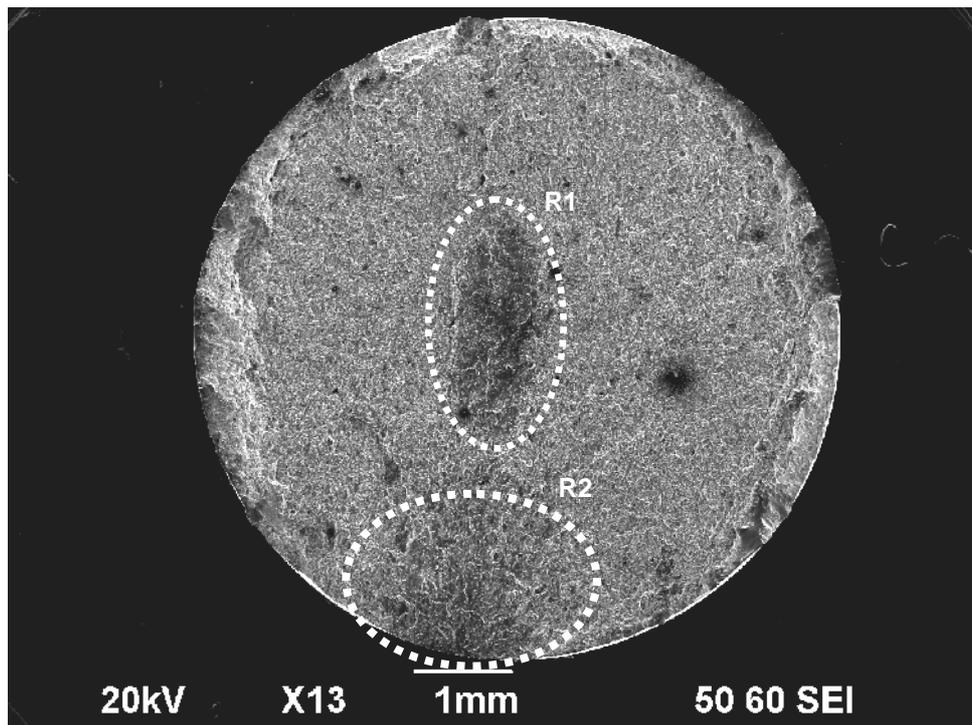


Figure 1.3 Image MEB de l'éprouvette Epr1, identification des zones brillantes

L'étude fractographique présentée dans la suite de cette annexe concerne uniquement la région R1.

Région 1 (R1)

Identification du site d'amorçage

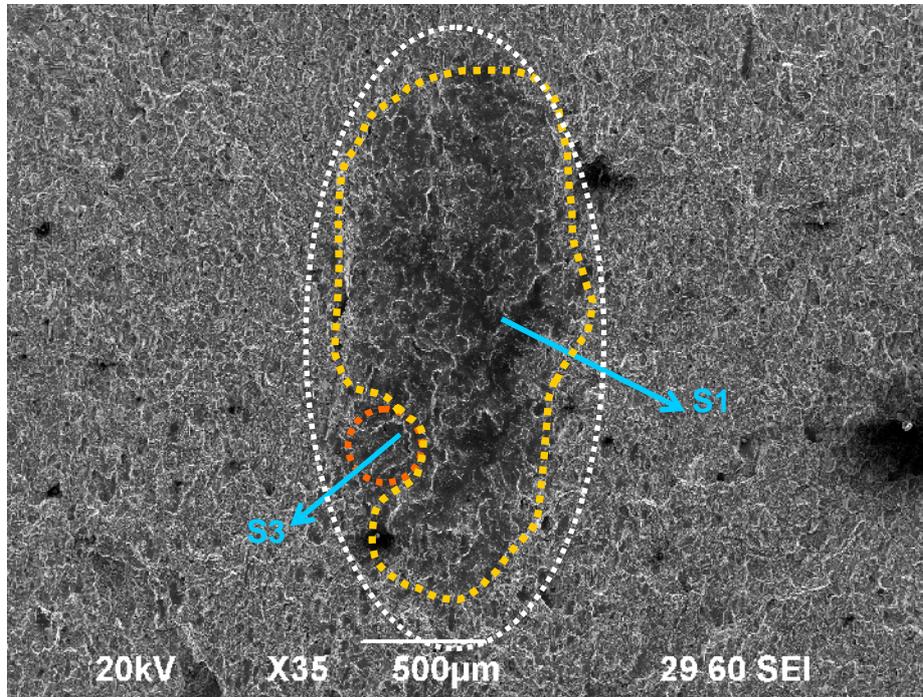
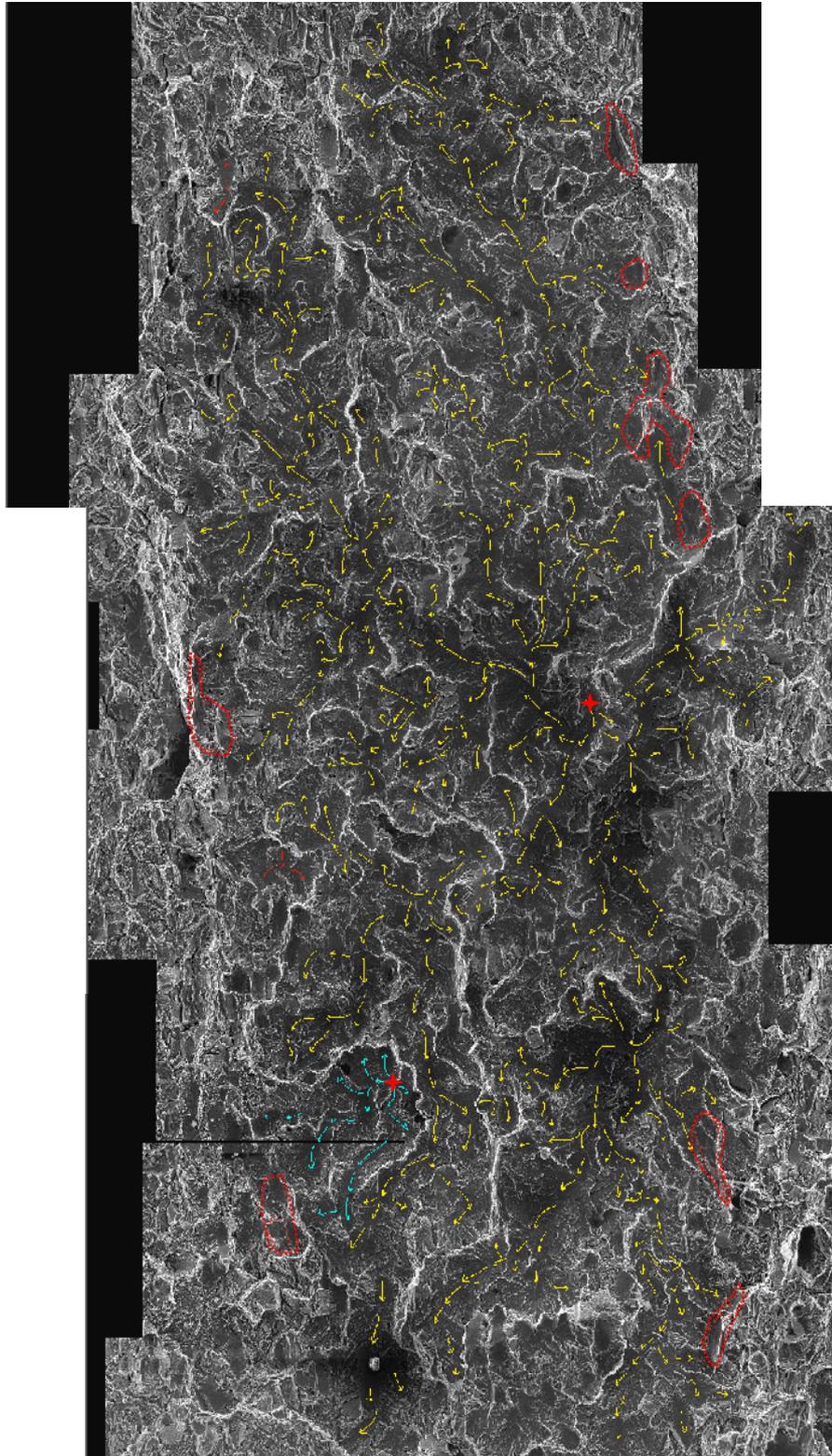


Figure 1.4 Régions de clivage du S1 et S3 dans R1 (S1 : site d'amorçage principal, S3 : site d'amorçage secondaire)

L'aire de la région R1 (fig. 1.4) correspond à ~4% de l'aire totale de l'échantillon. La région 1 présente des facettes de clivage bien définies. On trouve un site d'amorçage primaire (S1) situé à ~3mm du côté droit de l'échantillon et un autre secondaire (S3- en orange sur la figure). La surface de propagation de la fissure due au site S1 est plus importante que cela en S3. On identifie également des réamorçages et aussi des stries aux extrémités de la région R1.

Propagation du site S1

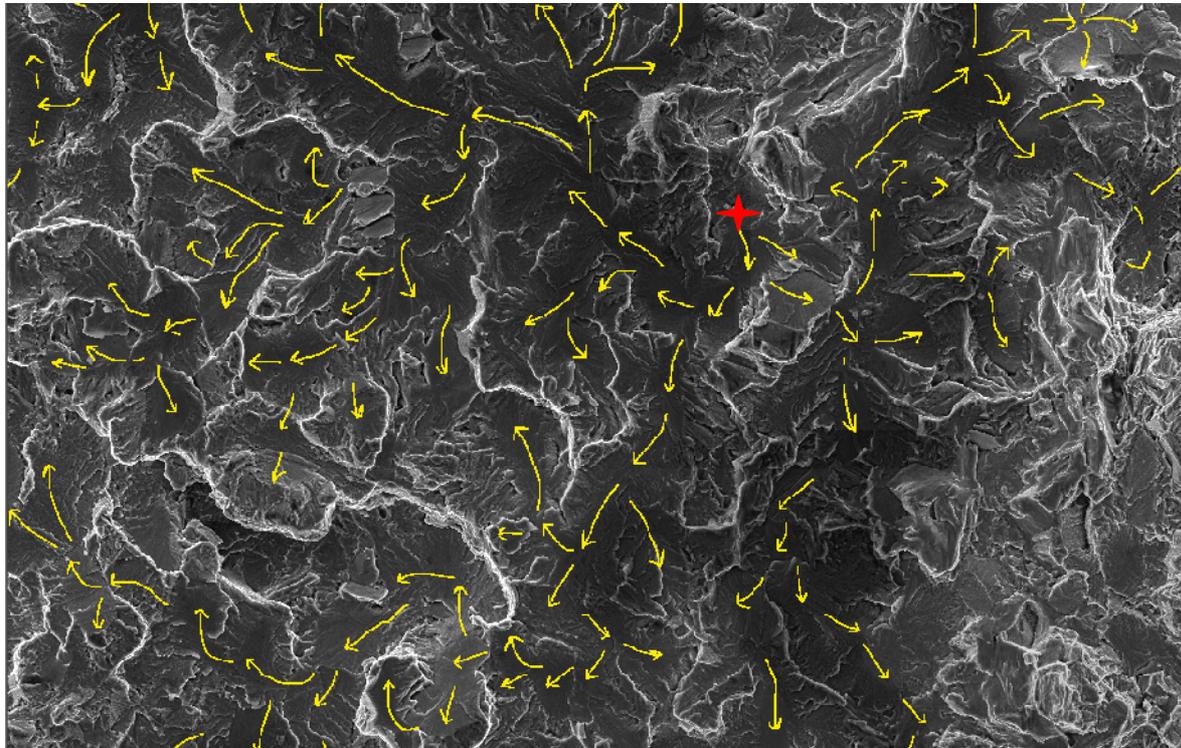
La figure 1.5 illustre toute la propagation de la fissure du site primaire S1 (flèches jaunes) et du site secondaire S3. Les zones entourées avec des lignes pointillées rouges correspondent à des zones avec des stries.



— 50 μm

Figure 1.5 Ensemble de la zone brillante en identifiant l'amorçage, la propagation de la fissure par du quasi-clivage et par des stries

Le site principal S1 et son environnement proche sont présentés dans la figure 1.6. La taille du site d'amorçage est d'approximativement $6\mu\text{m}$. Le site d'amorçage (en rouge sur la figure) présente les caractéristiques typiques d'un faciès de clivage pur. Le chemin de propagation de la fissure est illustré par des flèches jaunes sur la figure.



50 μm

Figure 1.6 Amorçage et propagation de la fissure (site d'amorçage S1 en rouge et propagation par quasi-clivage en jaune)

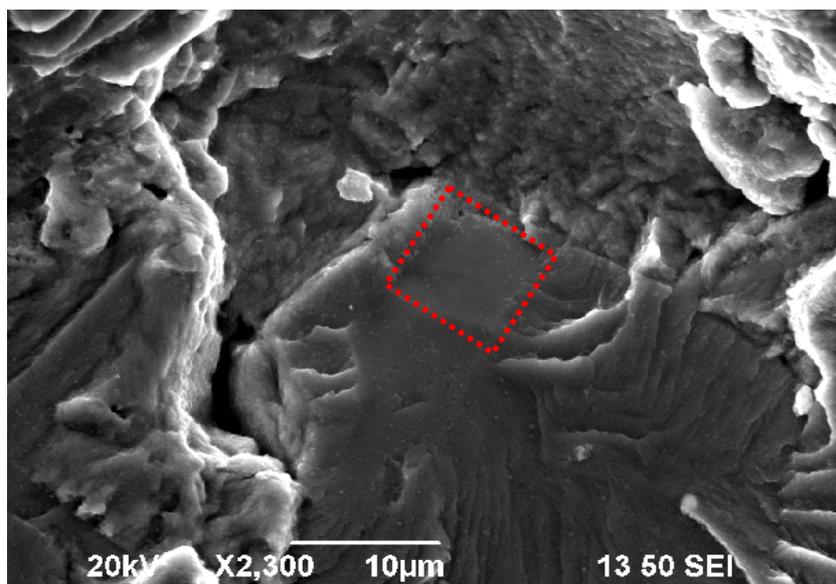


Figure 1.7 Site d'amorçage principal S1 délimité par la ligne en pointillée rouge

II. Analyses EBSD

Cristallographie du site d'amorçage S1 et des facettes de quasi-clivage

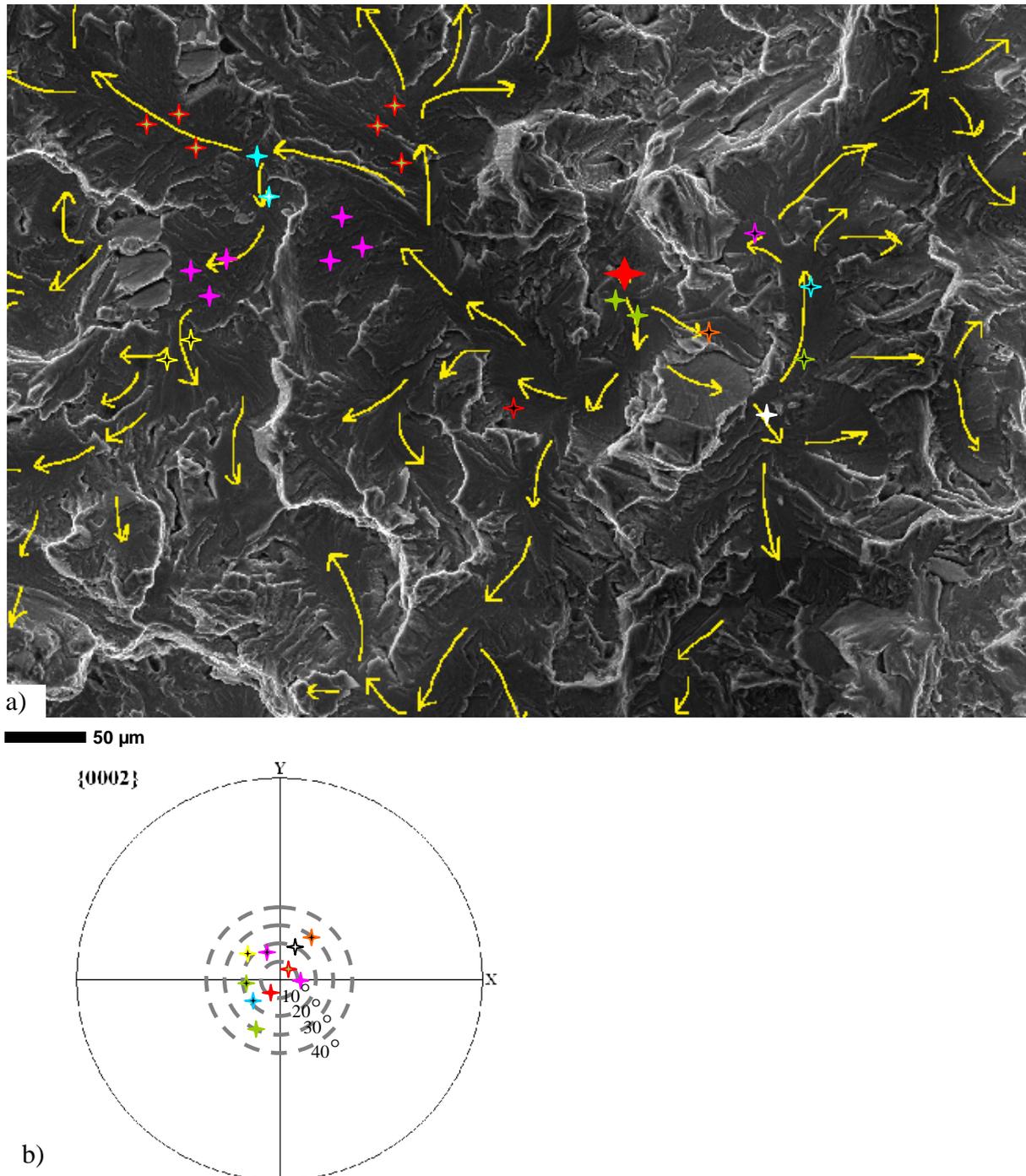


Figure 1.8 Indexation manuelle sur des facettes de quasi-clivage, a) zone indexée sur le faciès de rupture, b) figure de pôles contenant les orientations mesurées.

L'indexation en mode manuel des diagrammes de Kikuchi sur le site S1 était impossible. Les facettes de quasi-clivage analysées se trouvent toutes dans l'environnement du site d'amorçage. Leurs orientations cristallographiques sont telles que l'angle entre l'axe c et l'axe de sollicitation varie entre 10° et 30° (fig. 1.8 b)

- **Zone d'amorçage S1 après un 1^{er} polissage**

La figure 1.9 présente la microstructure de type bimodale aux environs du site d'amorçage après un léger polissage. On remarque la présence des grains équiaxes α_p d'environ 25 μm dans une matrice constituée de lamelles organisées en colonies, d'environ 1 μm d'épaisseur. La précipitation α_{GB} aux ex joints de grains β n'est pratiquement pas visible.

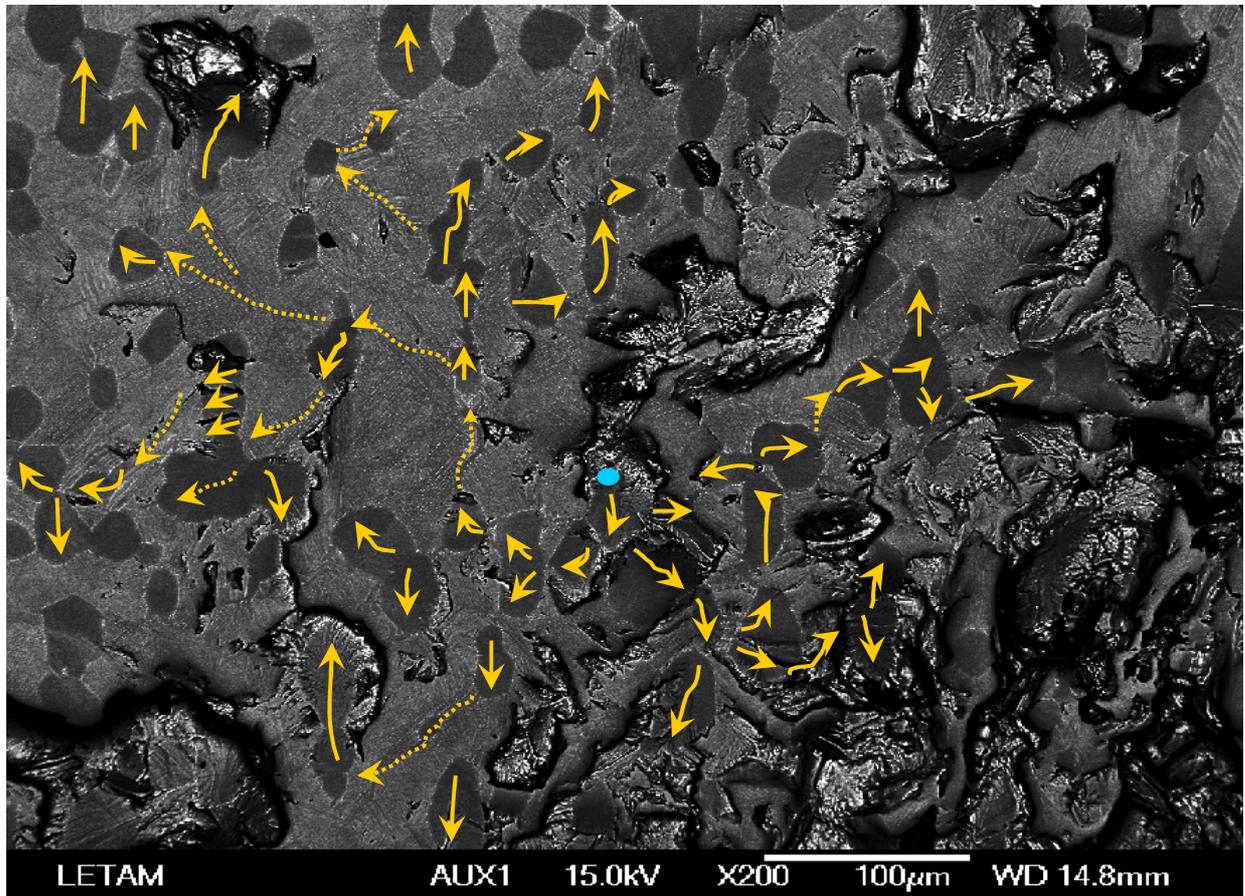


Figure 1.9 Microstructure de la zone polie aux environs du site d'amorçage S1.

Cette figure peut être comparée à la figure 1.6 qui visualise le site d'amorçage et le chemin de propagation de la fissure directement sur la surface de fracture.

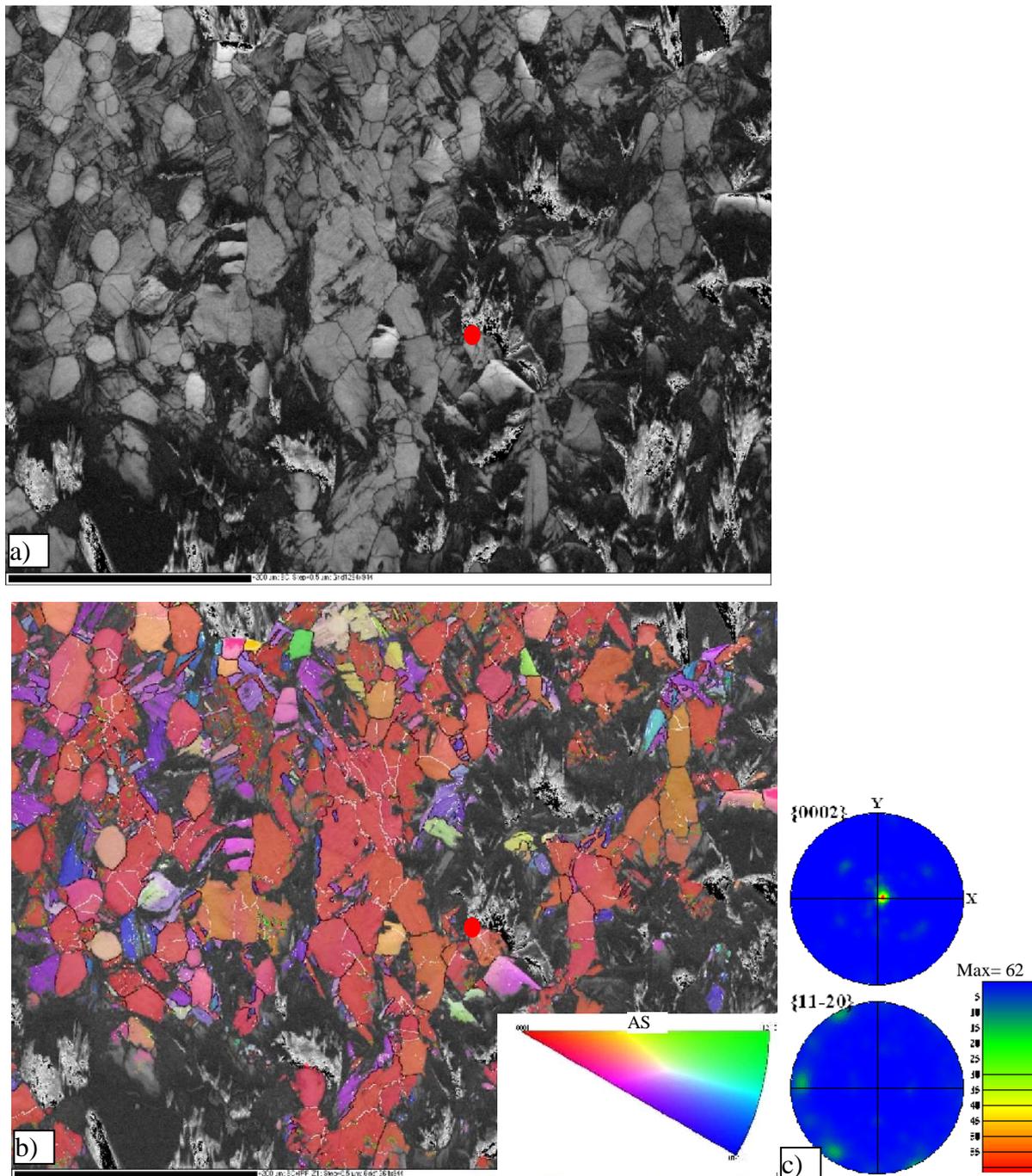


Figure 1.10 Cartographie EBSD de la zone polie aux environs du site d'amorçage (le site d'amorçage est indiqué par le point rouge)

a) Cartographie du contraste de bande permettant de révéler la microstructure (les zones sombres correspondent à des zones non polies)

b) Cartographie d'orientations suivant le code de couleur du triangle standard// axe de sollicitation (les joints de désorientations angulaires θ : joints en vert : $30^\circ < 0002$ (correspondant à des erreurs d'indexation), joints en blanc : joints de faible désorientation ($2^\circ < \theta < 10^\circ$), joints en noir : $\theta > 10^\circ$)

c) Figures de pôles $\{0002\}/\{11-20\}$ obtenues avec l'ensemble des mesures d'orientations

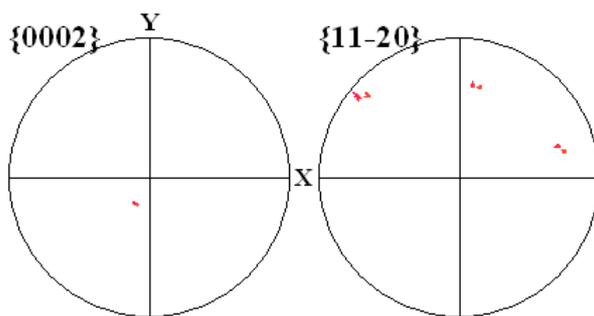
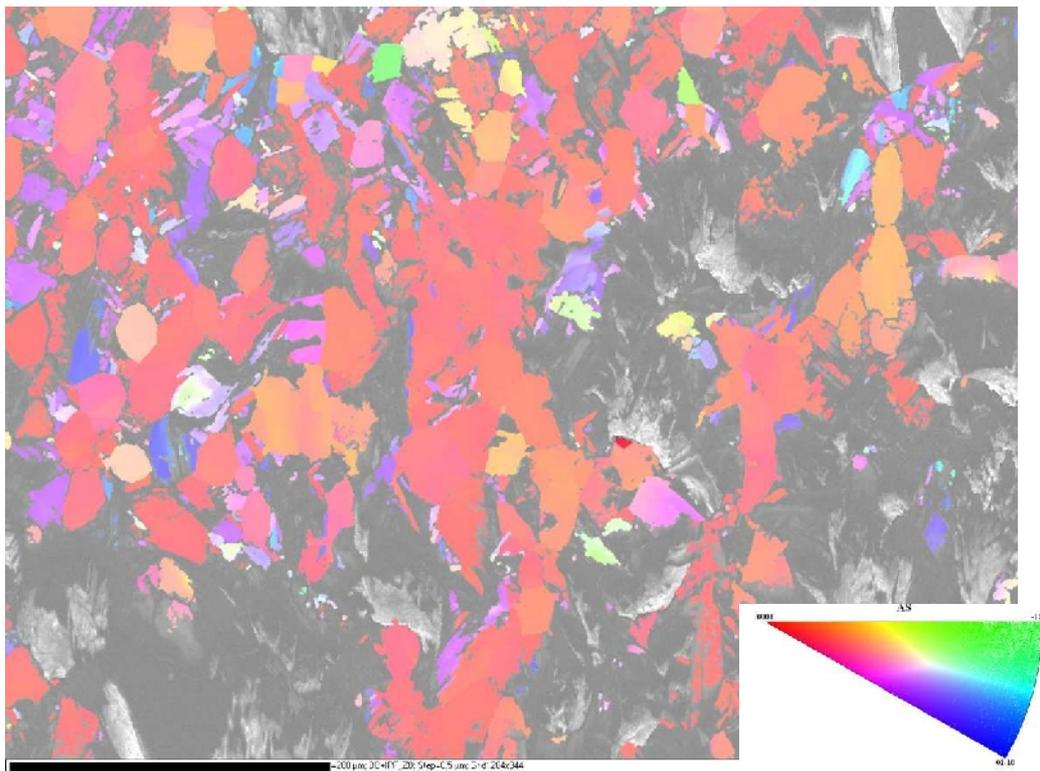


Figure 1.11 Orientation du site d'amorçage (on rappelle que directement sur la surface de fracture, il était impossible d'indexer manuellement le site car son inclinaison ne permettait pas l'acquisition d'un diagramme EBSD)

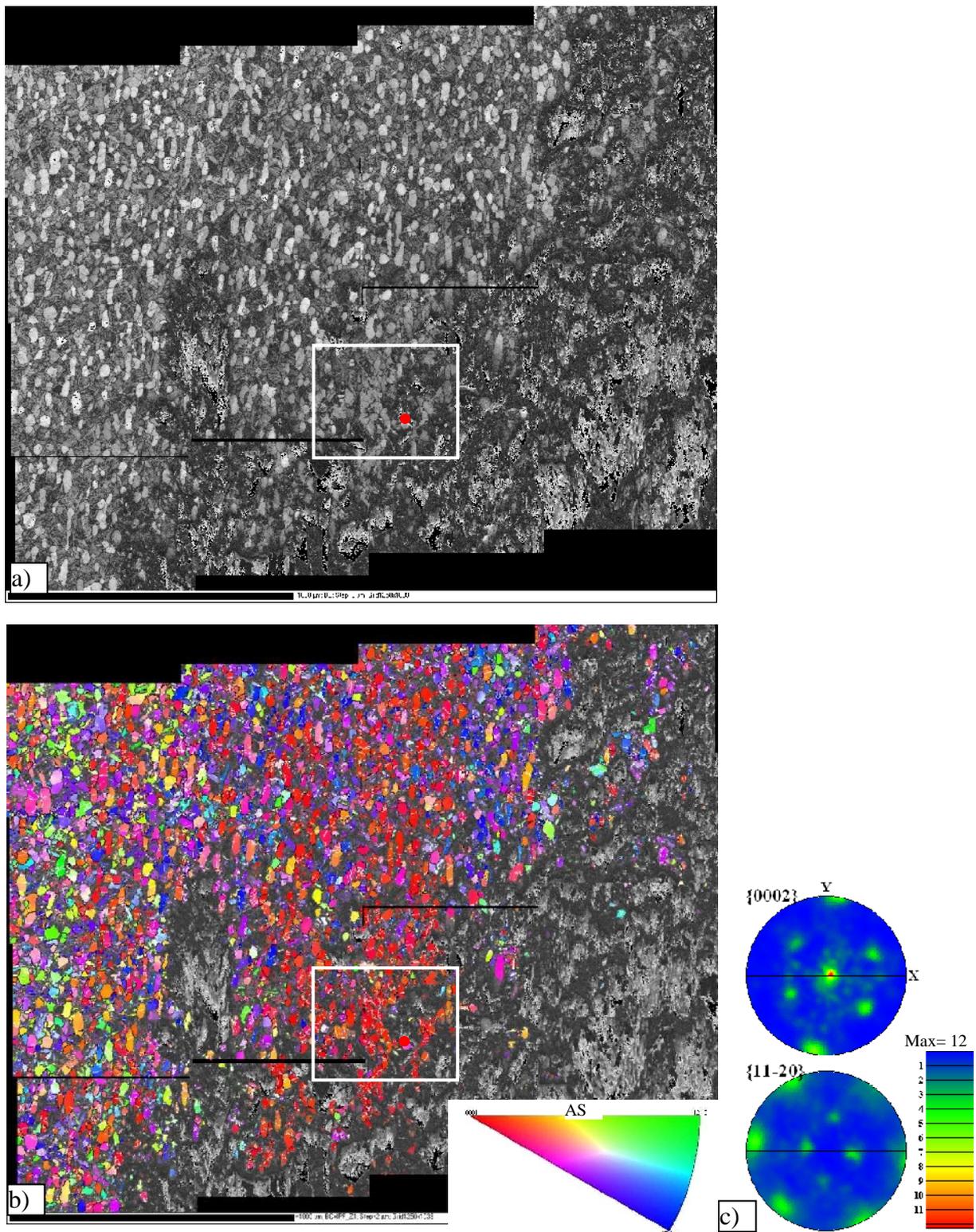


Figure 1.12 Cartographie EBSD de la zone polie au niveau du site d'amorçage (le contour blanc correspond à la zone analysée figure 1.10)

- a) Cartographie du contraste de bande pour révéler la microstructure (les zones sombres correspondent soient à des zones non polies)
- b) Cartographie d'orientations suivant le code de couleur du triangle standard//Z=axe de sollicitation
- c) Figures de pôles $\{0002\}/\{11-20\}$ obtenues avec l'ensemble des mesures d'orientations

Cartographie EBSD d'une partie de la section transverse de l'échantillon après le 3^{ème} et 4^{ème} polissage

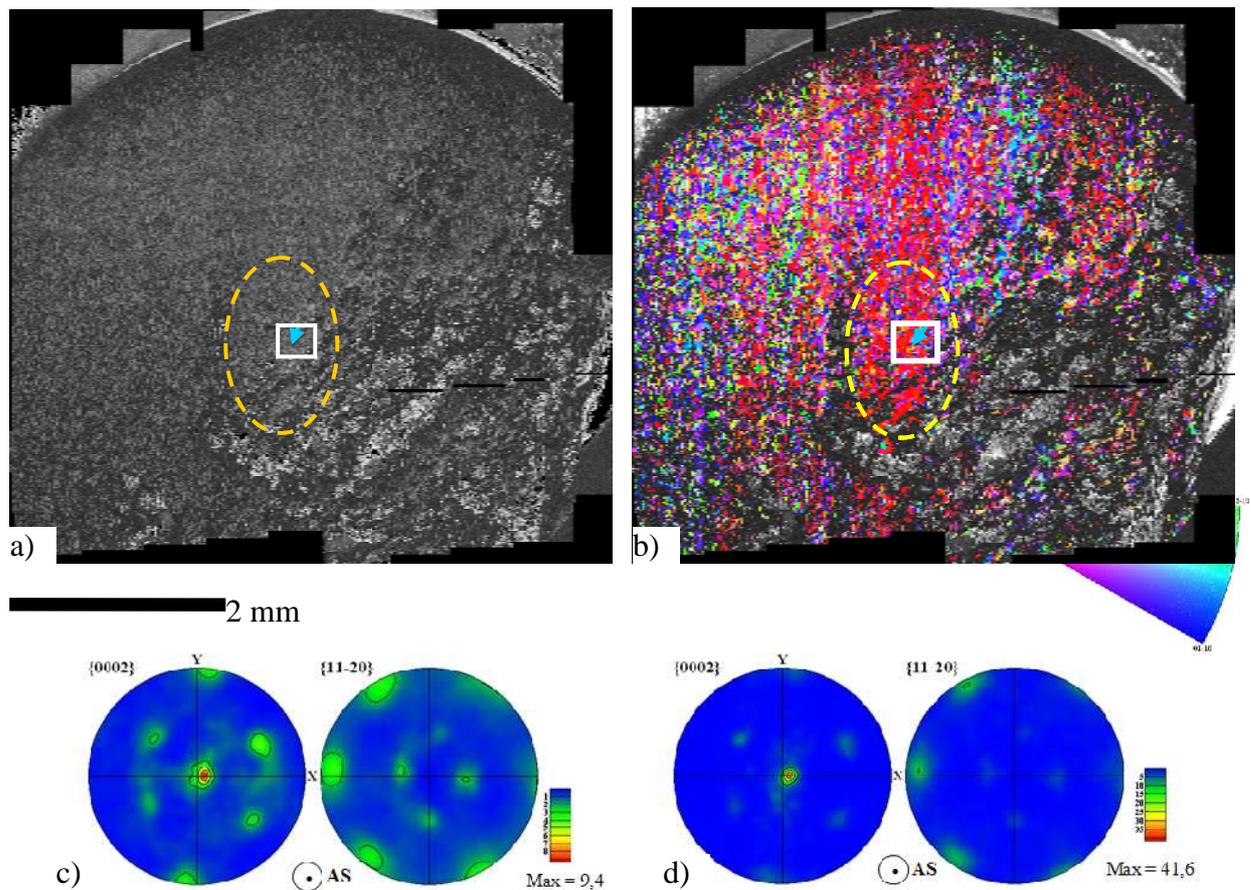


Figure 1.13 Cartographie EBSD après un 3^{ème} polissage

a) Cartographie du contraste de bande

b) Cartographie d'orientations suivant le code de couleur du triangle standard//Z=axe de sollicitation

c) Figure de pôles obtenues avec l'ensemble des mesures d'orientations de la carte EBSD

d) Figure de pôles obtenues avec les orientations de la zone encerclée en jaune

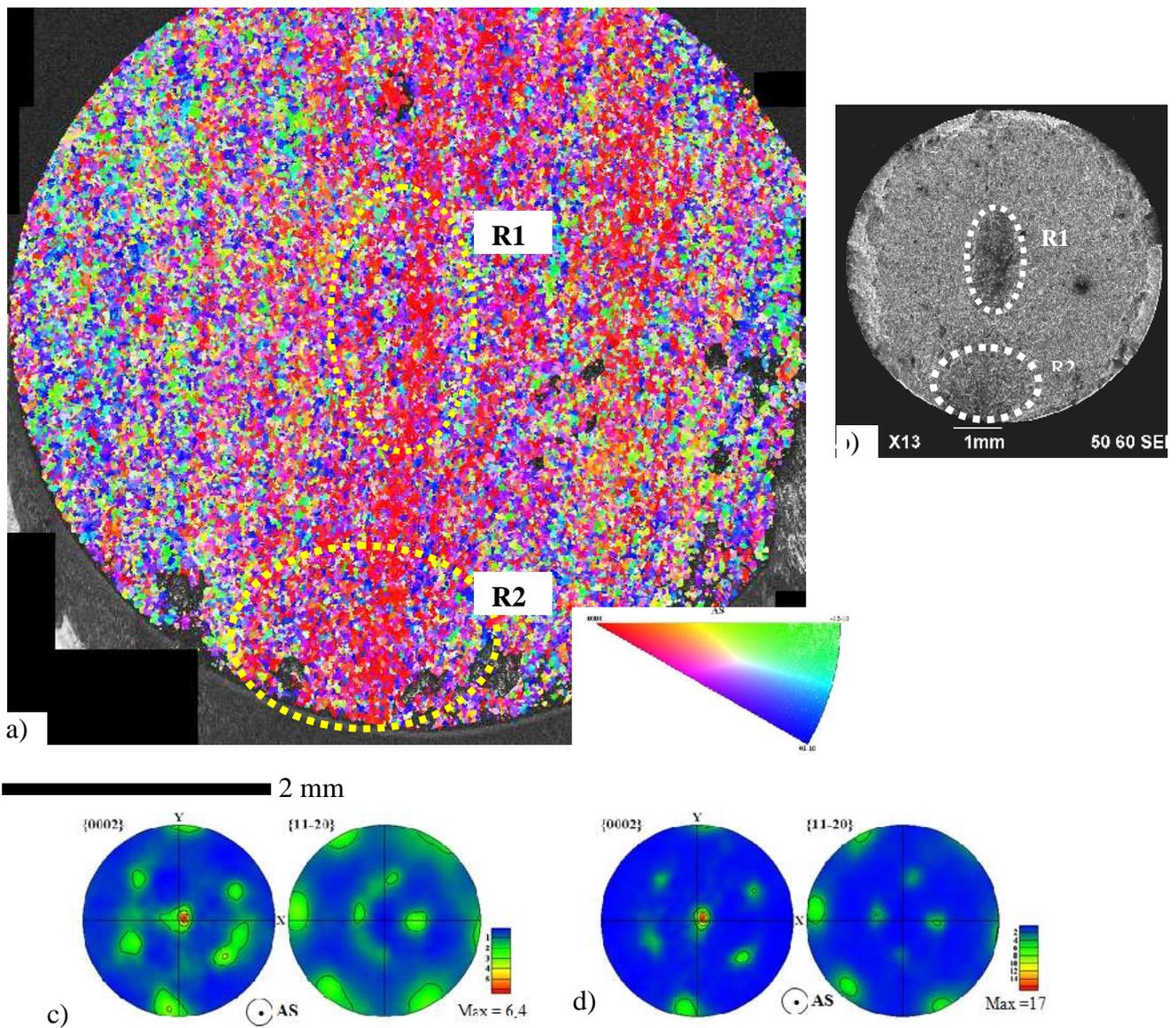


Figure 1.14 Cartographie EBSD après un 4^{ème} polissage

- a) Cartographie d'orientations suivant le code de couleur du triangle standard//Z=axe de sollicitation
 b) Micrographie optique avant polissage (fig. 01.3)
 c) Figure de pôles obtenues avec l'ensemble des mesures d'orientations de la carte EBSD
 d) Figure de pôles obtenues avec les orientations de la zone encadrée en jaune

ANNEXE éprouvette Epr 3 (7367 cycles)

I. Analyse fractographique

Macrographie

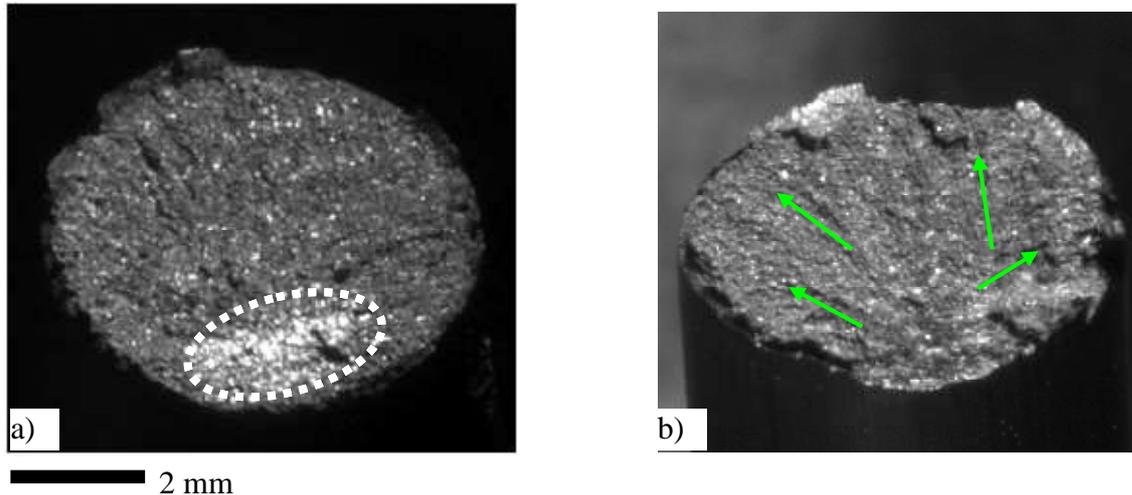


Figure 3.1 a) Macrographie, b) Marques de chevrons

Cet échantillon présente une région brillante caractéristique d'une fracture fragile. Cette région est entourée par une ligne pointillée blanche.

La partie complémentaire de la surface de l'échantillon est caractéristique d'une fracture ductile. Les marques en chevrons commencent à la limite de ces régions et se terminent au bord de l'échantillon. L'aspect de la surface est accidentée (voir fig. 3.1).

Micrographie optique

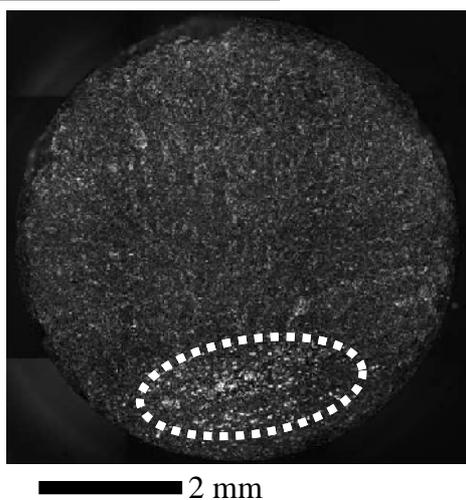


Figure 3.2 Microscopie optique de l'échantillon-1 identifiant la zone brillante

Micrographie électronique de l'ensemble de l'échantillon

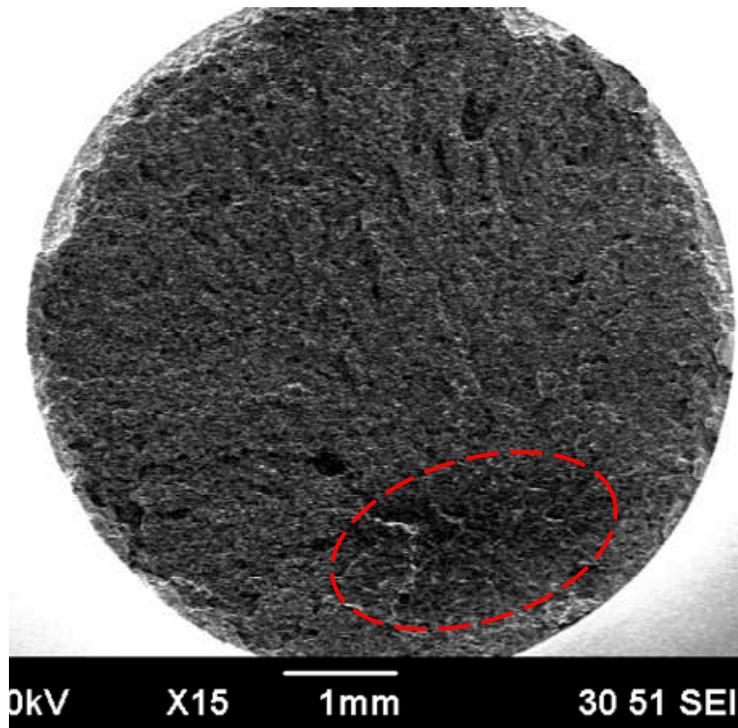


Figure 3.3 Image MEB échantillon-3, identification de la zone de clivage

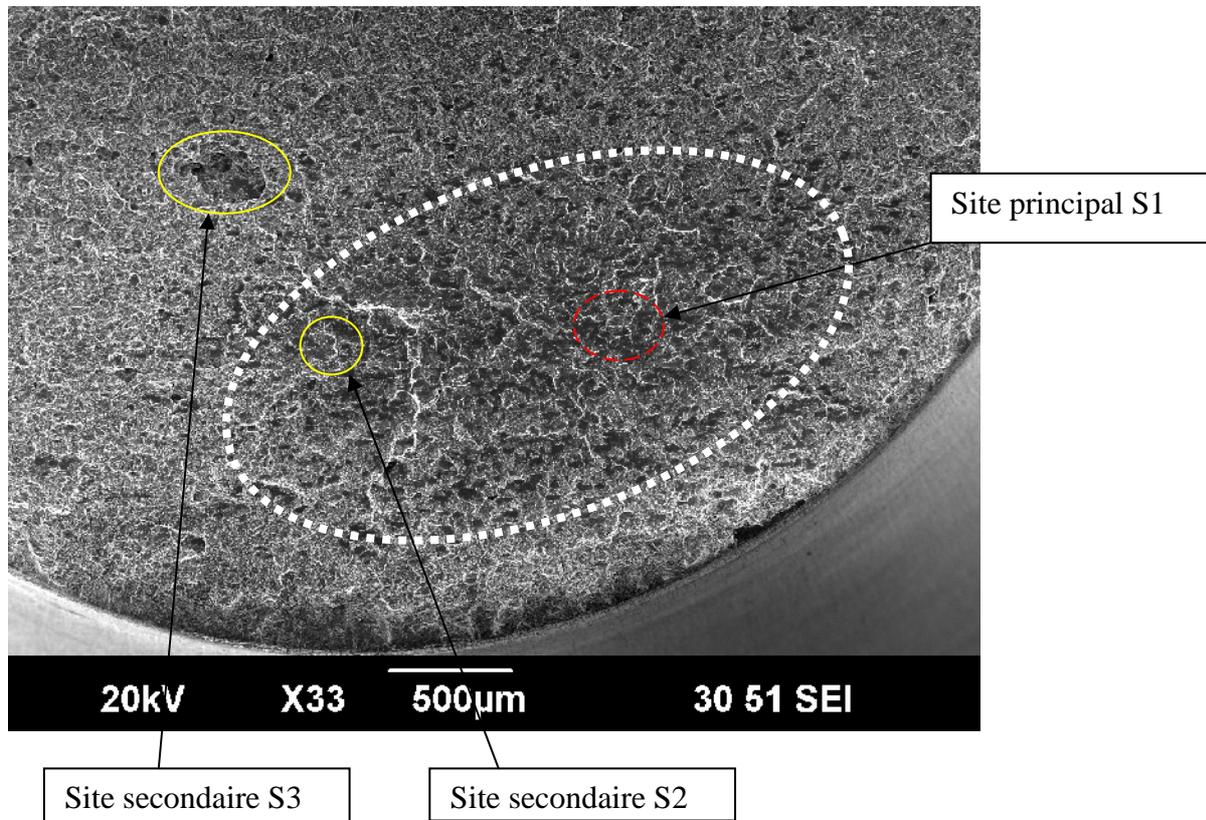
Région 1 (R1)**Identification des sites d'amorçage et de leur propagation**

Figure 3.4 Identification des sites d'amorçage dans la région R1 ; S1 : site d'amorçage principal, S2, S3 : sites d'amorçage secondaires

L'aire de la région R1 (fig. 3.4) correspond à ~10 % de l'aire totale de l'échantillon. On trouve un site d'amorçage primaire (S1) situé à ~700 µm du bord de l'échantillon et deux autres sites secondaires (S2, S3- en jaune sur la figure 3.4). La surface de propagation de la fissure due au site S1 est plus importante que celles en S2 et en S3 (5,2% pour S1, 1,2% pour S2, 0,9% pour S3)

La présence des stries de fatigue n'a pas été remarquée sur cet échantillon.

Le site principal S1 et son environnement proche sont présentés dans la figure 3.5. Le site d'amorçage (en rouge sur la figure) présente les caractéristiques typiques d'un faciès de clivage pur (voir également fig.2.6). Le chemin de propagation de la fissure est illustré par des flèches jaunes sur la figure.

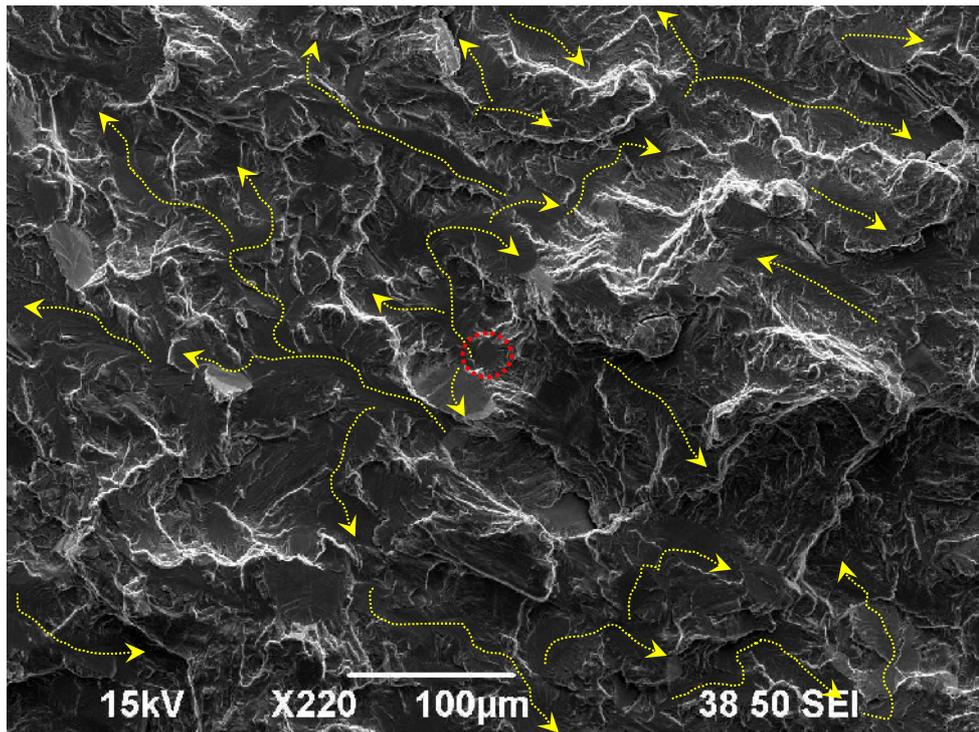


Figure 3.5 Amorçage et propagation de la fissure (site d'amorçage SI en rouge et propagation par quasi-clivage en jaune).

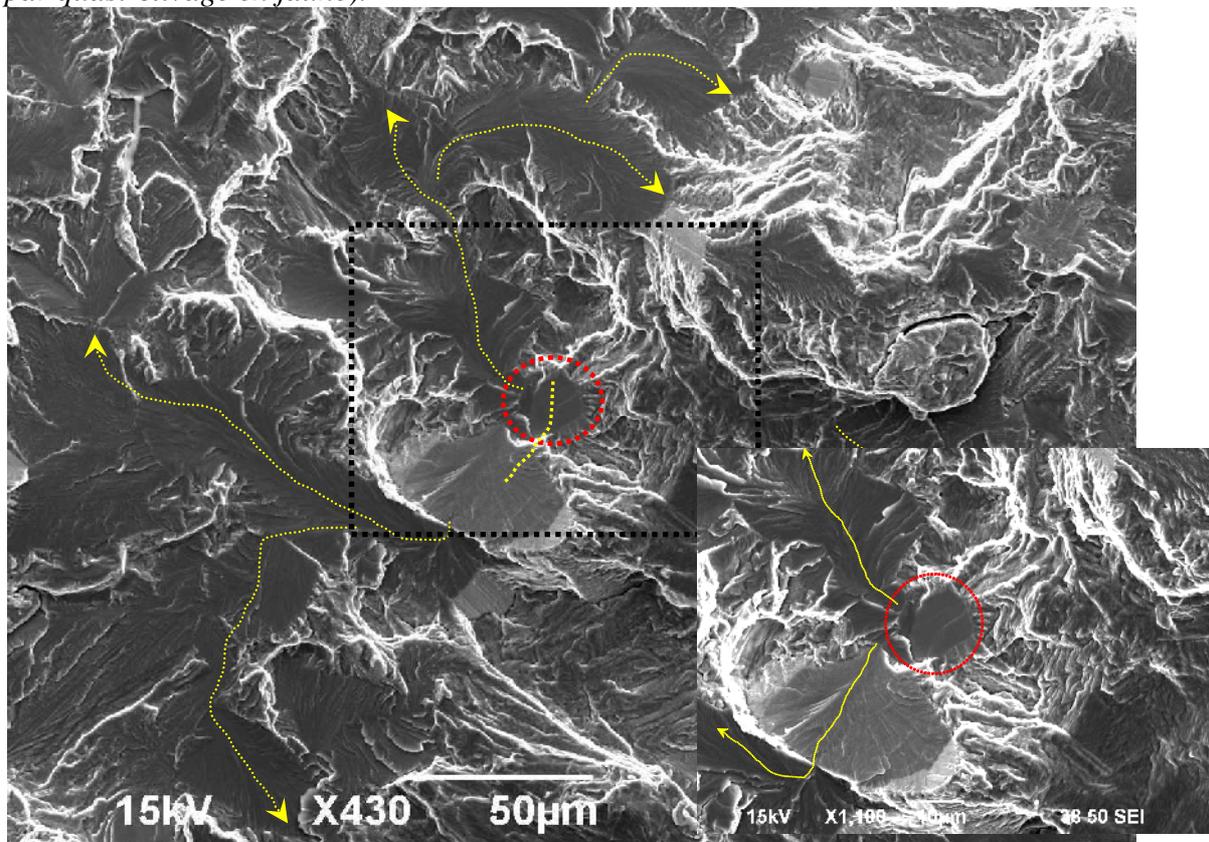


Figure 3.6 Site d'amorçage principal SI délimité par la ligne en pointillée rouge

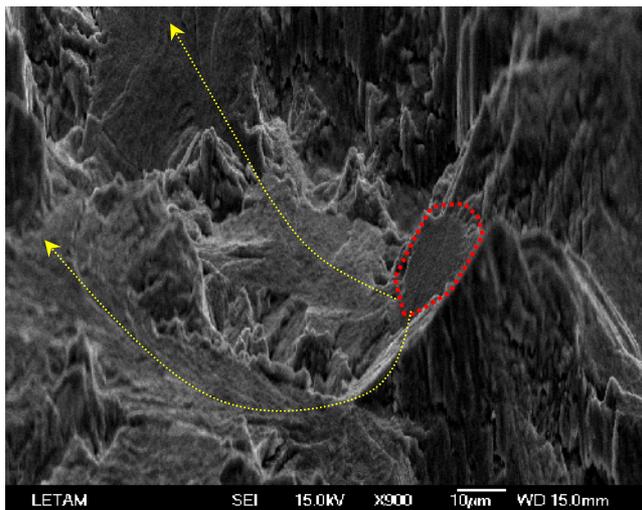


Figure 3.7 Site principal S1, échantillon incliné de 70° -mise en évidence de l'inclinaison du site par rapport à l'axe de sollicitation

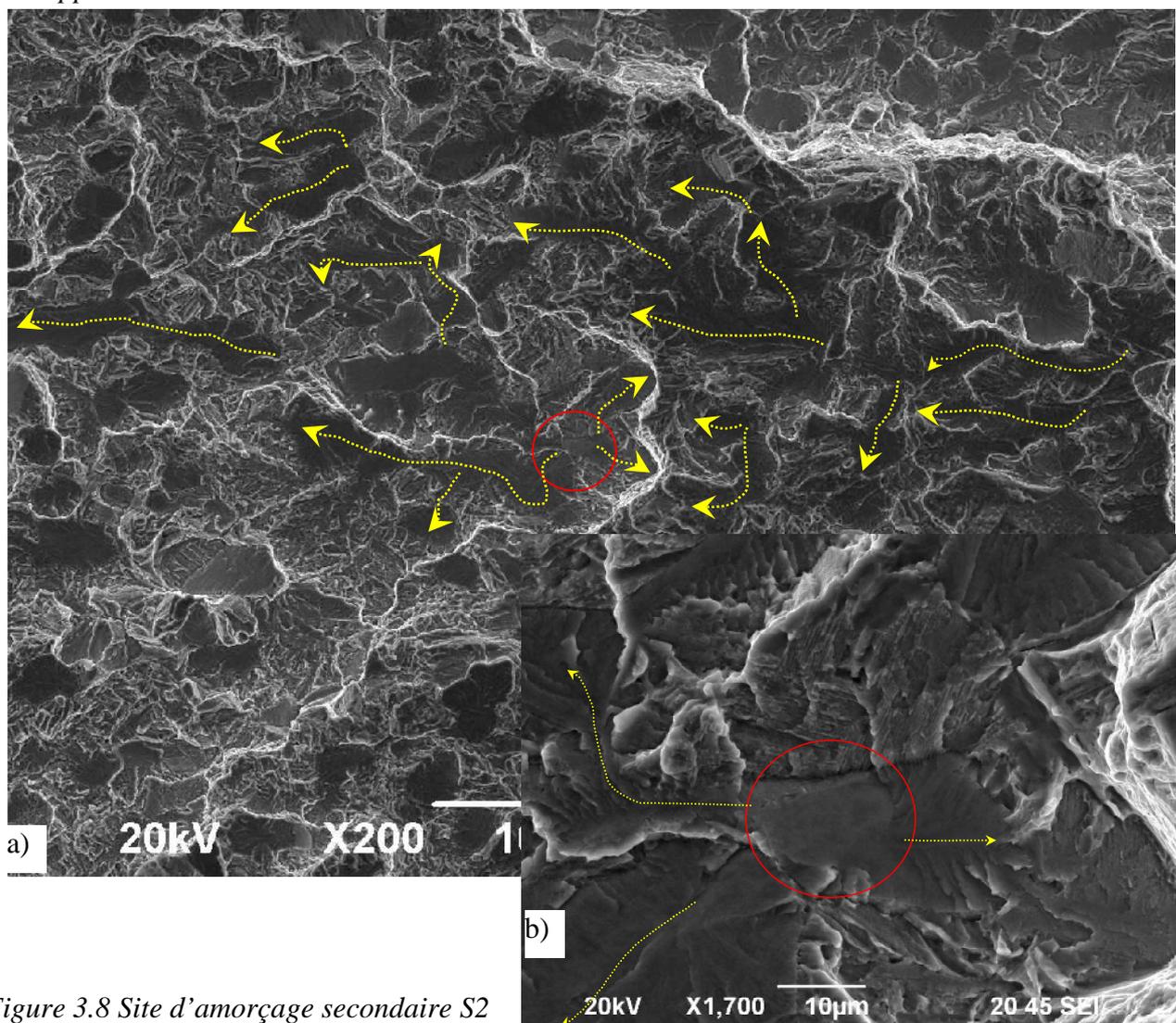


Figure 3.8 Site d'amorçage secondaire S2
 a) image basse résolution mettant en évidence l'emplacement du site (en rouge) et la propagation (flèches jaunes) ; image haute résolution

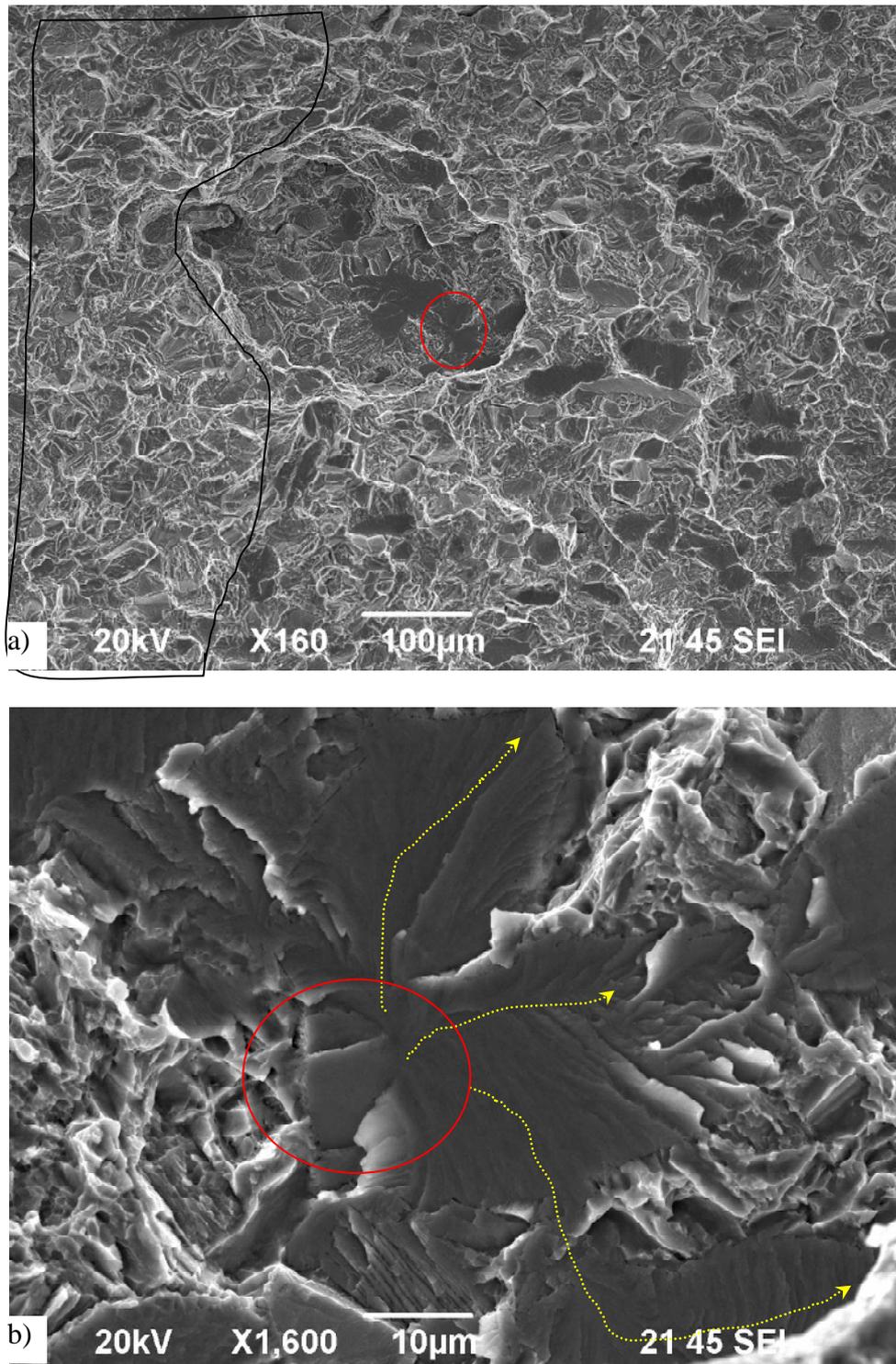


Figure 3.9 Site d'amorçage secondaire S3

- a) image basse résolution mettant en évidence l'emplacement du site (en rouge)
- b) image haute résolution

II. Analyse EBSD

- **Cristallographie du site principal et de son environnement**
- **Cartographie EBSD après un léger polissage**

La figure 3.10 présente la microstructure de type bimodale à $150\ \mu\text{m}$ en profondeur par rapport au site d'amorçage S1. On remarque la présence des grains equiaxes α_P d'environ $25\ \mu\text{m}$ dans une matrice constituée de lamelles organisées plutôt en colonies, d'environ $1\ \mu\text{m}$ d'épaisseur. La précipitation α_{GB} aux ex joints de grains β est visible.

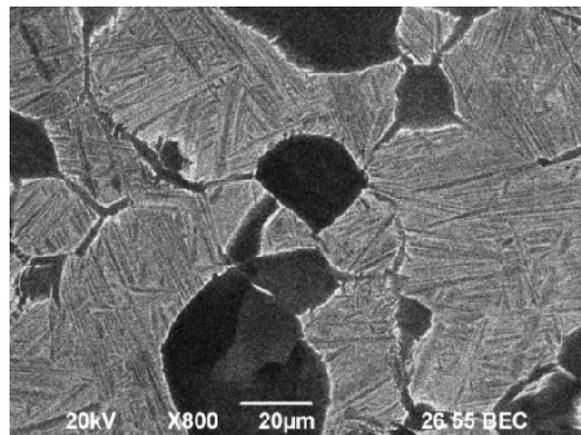


Figure 3.10 Microstructure de la zone polie, $150\ \mu\text{m}$ sous le site principal S1

- **Cristallographie du site principal et de son environnement**

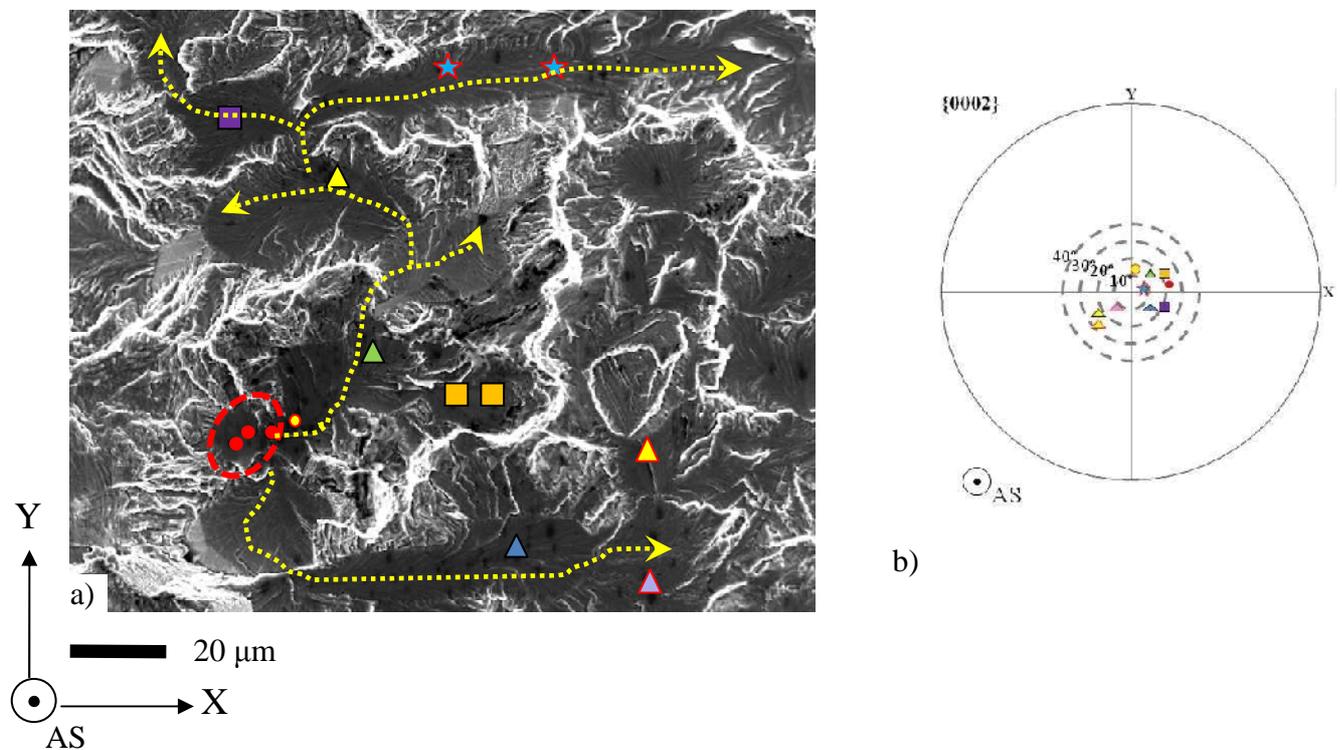


Figure 3.11 Indexation en mode manuel du site principal d'amorçage et des grains permettant la propagation par quasi-clivage : a) localisation des mesures EBSD, b) figure de pôles $\{00.2\}$

La figure 3.11a) localise les mesures EBSD individuelles sur la surface de rupture (non inclinée) de l'éprouvette 3 et indique les orientations déterminées à l'aide de la figure de pôles $\{00.2\}$ (fig. IV.31b). Le plan (X-Y) correspond au plan de la surface de fracture.

Ce type d'analyse montre que :

- le site d'amorçage est tel que l'axe c est à moins de 30° de la direction de sollicitation,
- les grains présentant des facettes de quasi-clivage dans la région de propagation ont l'axe c faisant un angle de 5° et 30° par rapport à la direction de sollicitation (ce qui correspond à des orientations propices au clivage). Ces grains ont souvent des orientations différentes de celle du site d'amorçage. Par ailleurs, le long du chemin de propagation de la fissure, ces grains peuvent être fortement désorientés les uns par rapport aux autres.

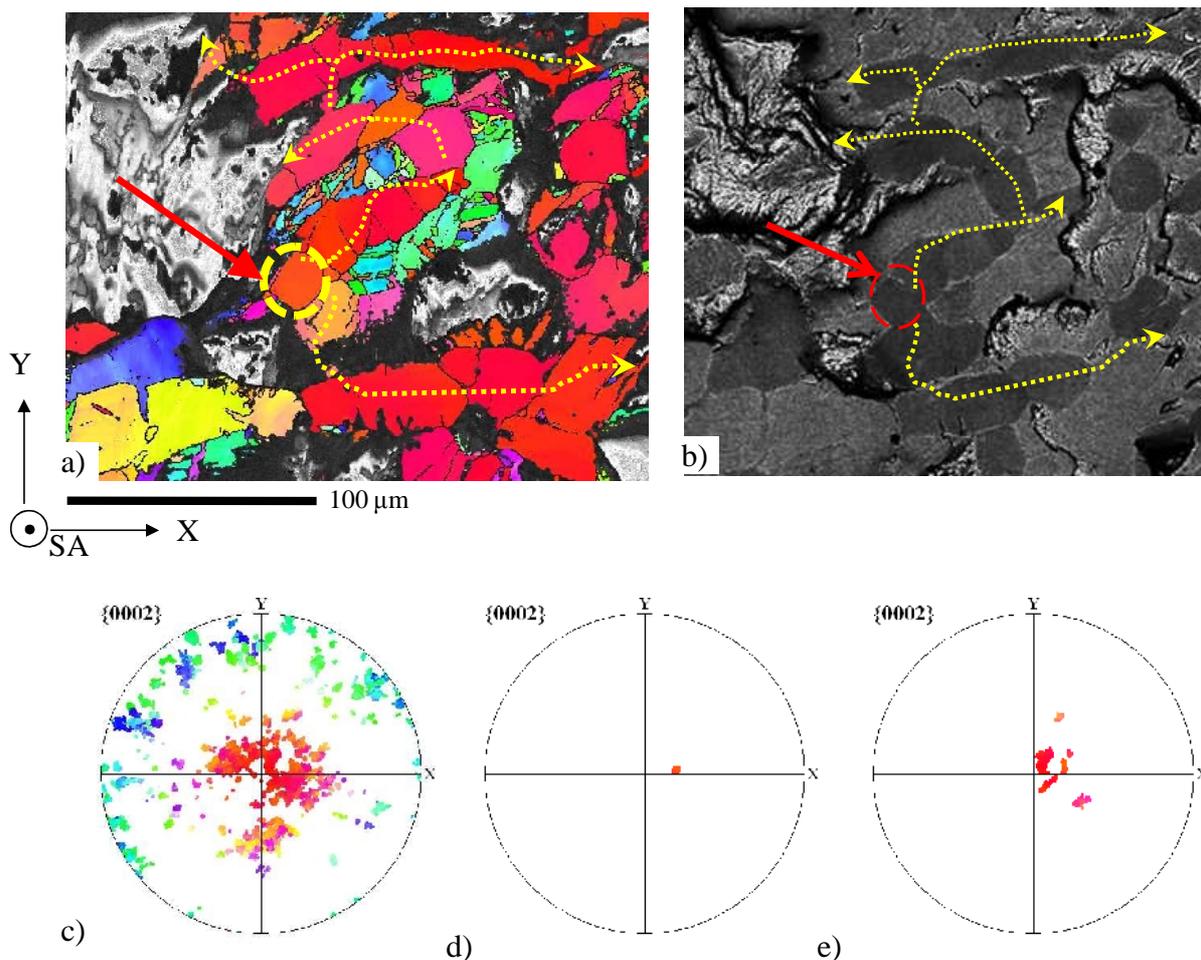


Figure 3.12 a) Cartographie d'orientations au niveau du site principal d'amorçage et des grains permettant la propagation par quasi-clivage ; b) la microstructure au niveau du site principal d'amorçage; c) figure de pôles $\{00.2\}$ de tous les orientations ; d) figure de pôles $\{00.2\}$ du site d'amorçage ; e) figure de pôles $\{00.2\}$ des grains α_P sur le chemin de propagation de la fissure.

L'analyse EBSD effectuée sur la surface partiellement polie, au niveau du site principal montre que l'amorçage a lieu sur un grain α_P de petite taille. La propagation par quasi-clivage a lieu majoritairement dans les grains α_P allongés et localement agglomérés avec l'axe c à moins de 30° de l'axe de sollicitation. La fissure ne se propage pas dans grains α_P ayant l'axe c à plus de 30° de l'axe de sollicitation et sur les lamelles α_S qui sont organisées en vannerie. Ces observations sont confirmées par l'analyse EBSD effectuée à $10 \mu\text{m}$ sous le site principal (fig. 3.13).

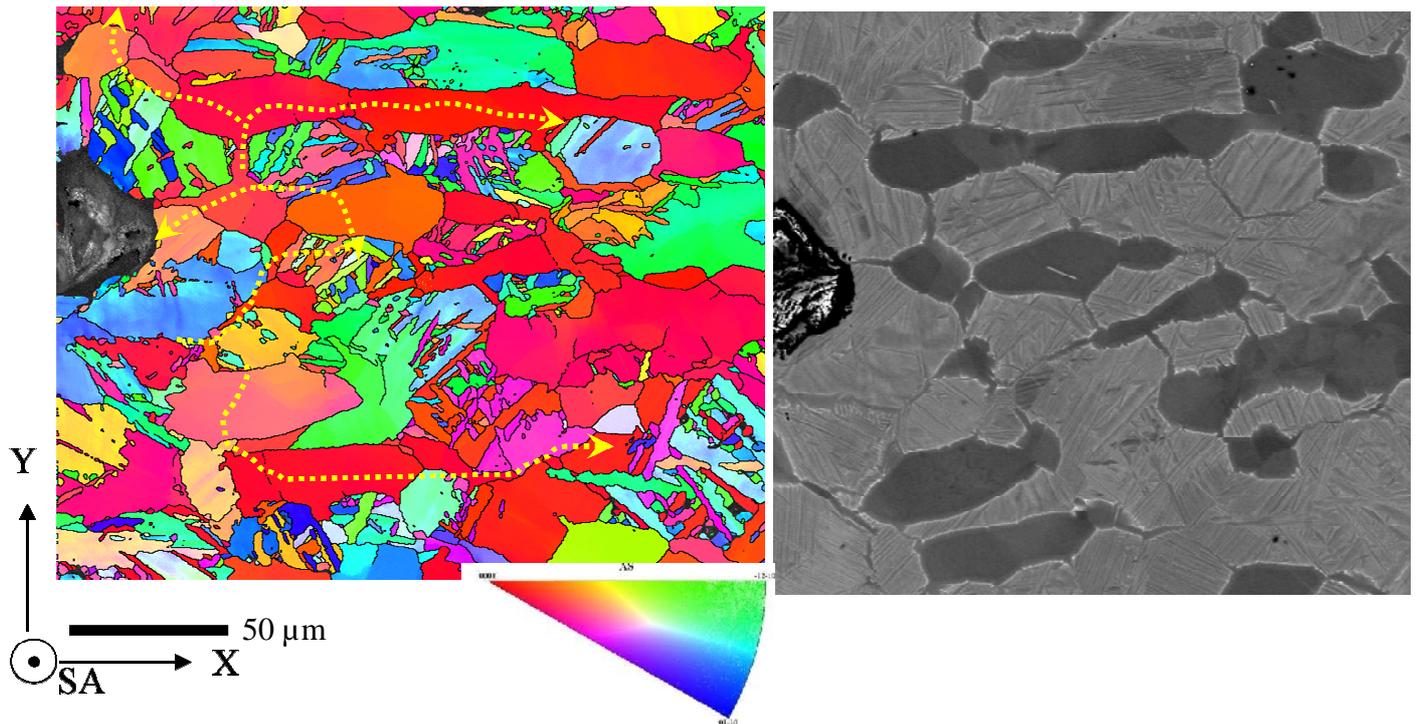


Figure 3.13 a) Cartographie d'orientations b) la microstructure à 10 μm sous le site principal

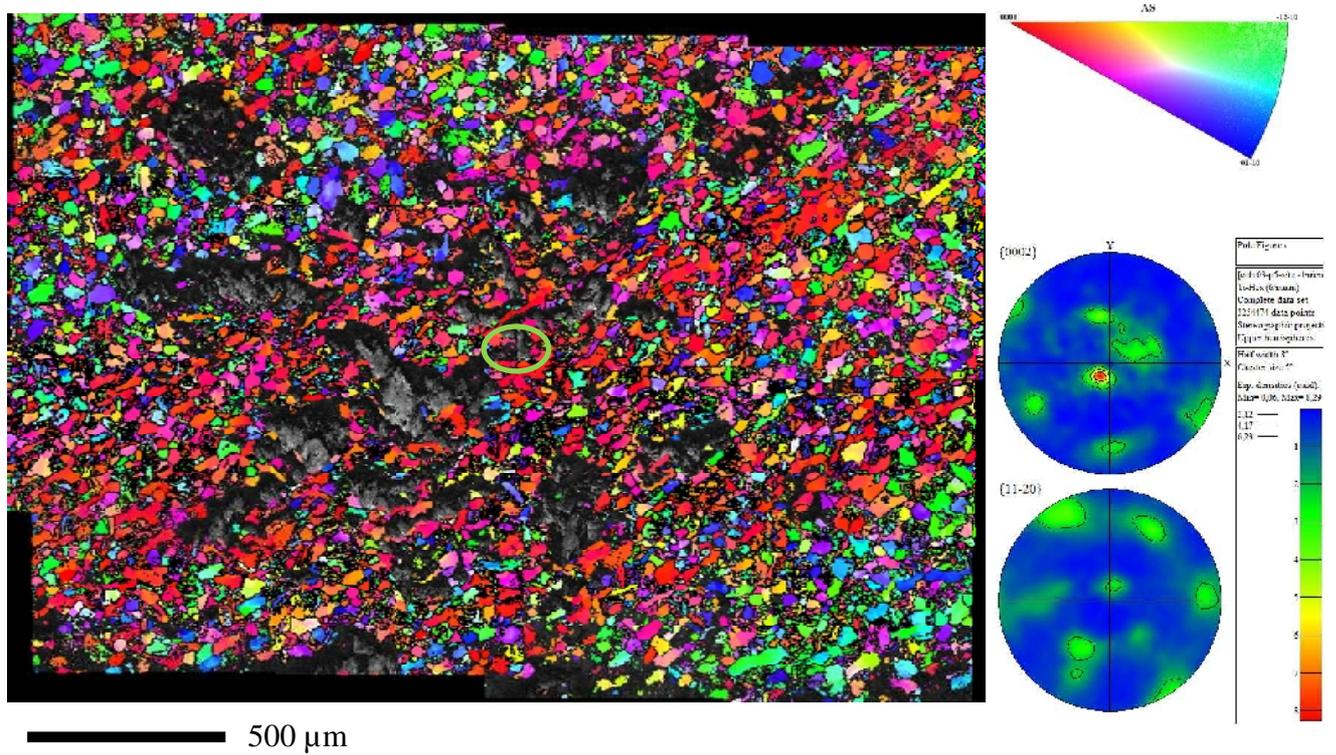


Figure 3.14 Cartographie d'orientations au niveau du site d'amorçage principal

Cartographie EBSD de la section transverse de l'échantillon

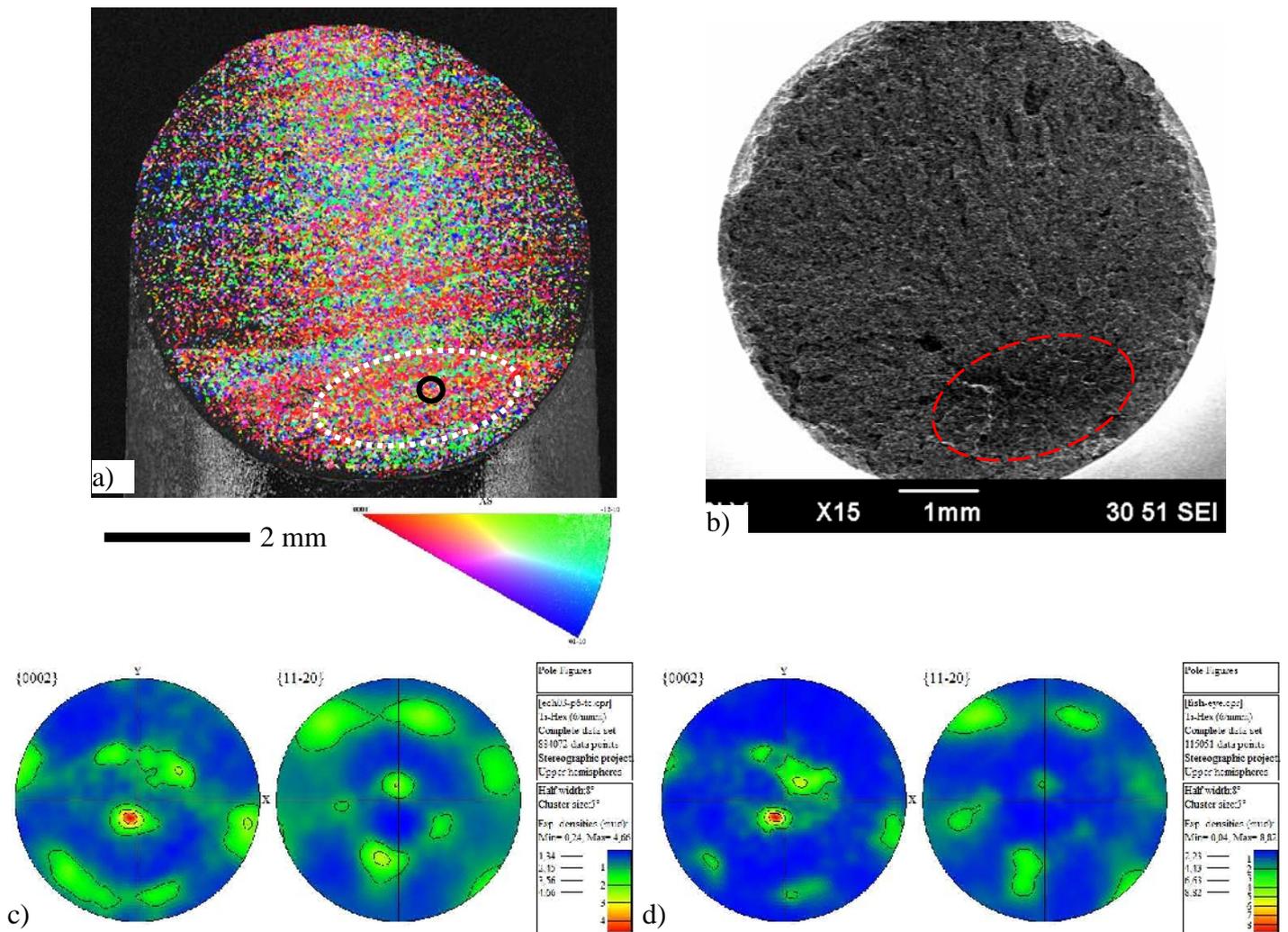


Figure 3.15 Cartographie EBSD de la section transverse

a) Cartographie d'orientations suivant le code de couleur du triangle standard//Z=axe de sollicitation

b) Micrographie électronique avant polissage

c) Figure de pôles obtenues avec l'ensemble des mesures d'orientations de la carte EBSD

d) Figure de pôles obtenues avec les orientations de la région R1 (encadrée en blanc)

ANNEXE éprouvette Epr 5 (5592 cycles)

I. Analyse fractographique

Macrographie

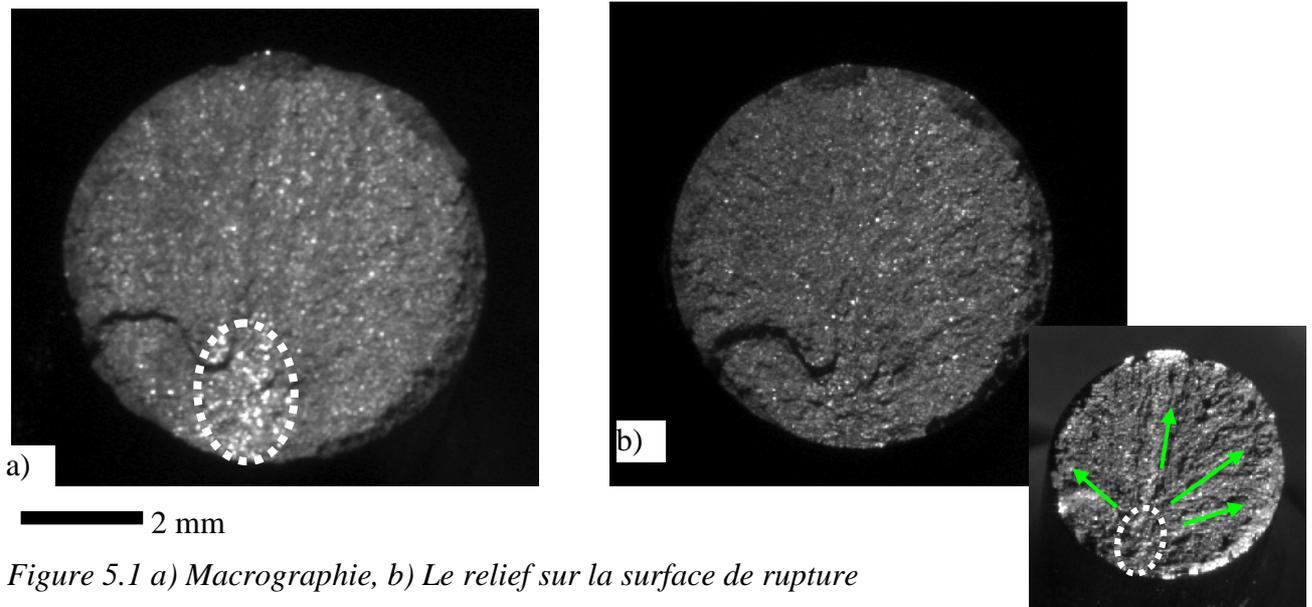
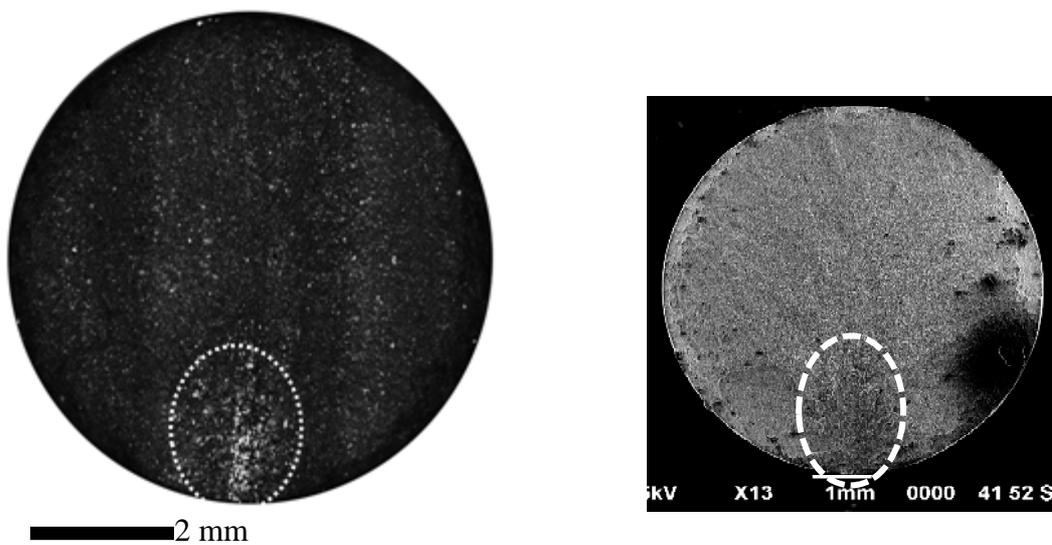


Figure 5.1 a) Macrographie, b) Le relief sur la surface de rupture

Cet échantillon présente une région brillante entourée par une ligne pointillée blanche sur la figure 5.1. La partie complémentaire de la surface de l'échantillon est caractéristique d'une fracture ductile. Les marques en chevrons commencent à la limite de ces régions et se terminent au bord de l'échantillon. L'aspect de la surface est peu accidenté (voir fig. 5.1b).

Micrographie optique et électronique



de l'éprouvette

éprouvette 5,
de clivage

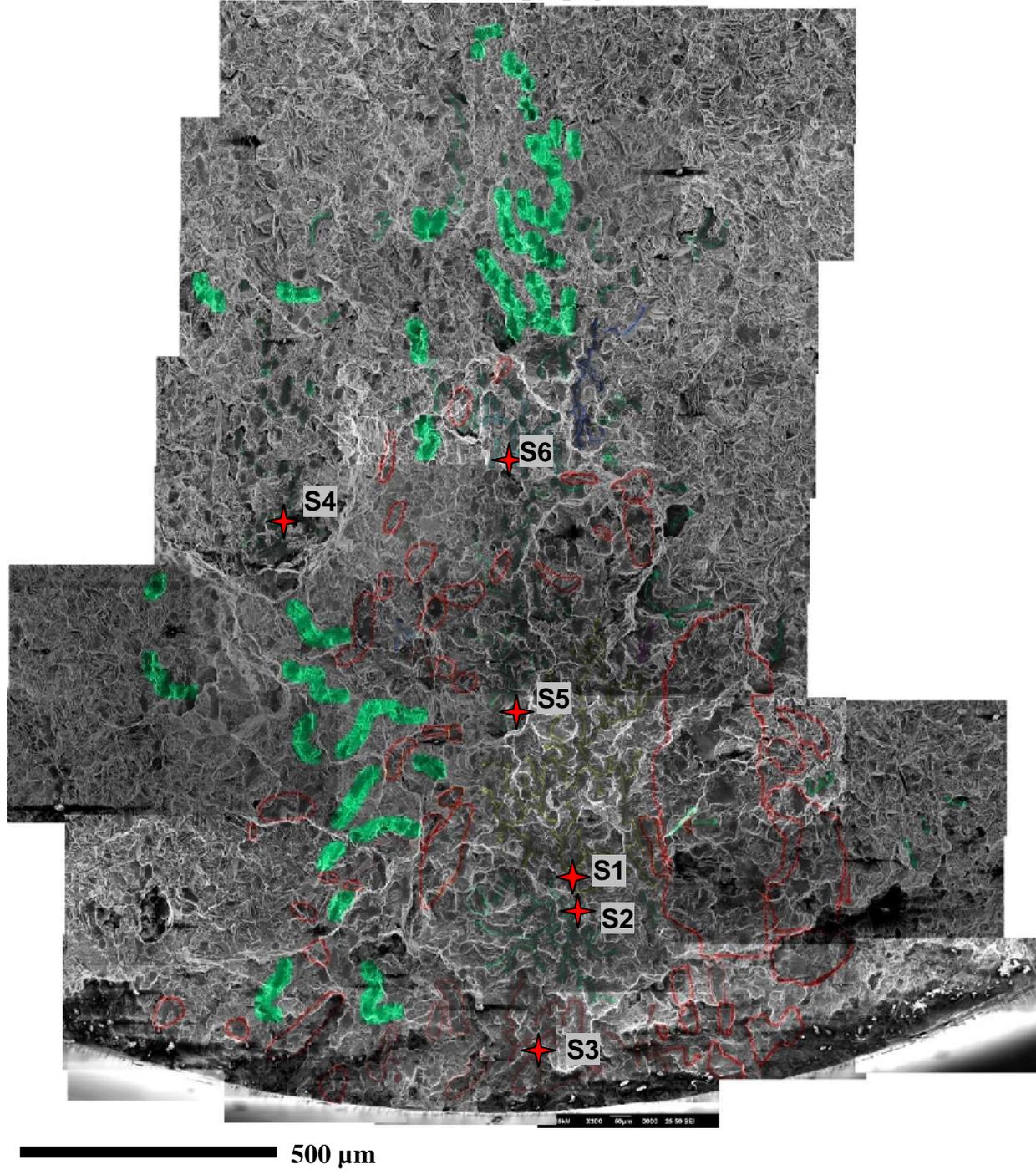
Identification des sites d'amorçage et de leur propagation

Figure 5.4 Identification des sites d'amorçage S1 : site d'amorçage principal, S2- S6 : sites d'amorçage secondaires ; en vert- des sites de réamorçage lors de la propagation de la fissure ; contour rouge- les stries de fatigue

On trouve un site d'amorçage principal (S1) situé à $\sim 500 \mu\text{m}$ du bord de l'échantillon et 5 sites secondaires (S2- S6). La surface de propagation de la fissure due au site S1 est plus importante que cela des autres sites. On identifie également des sites qui se sont amorcés pendant la propagation de la fissure (en vert sur la fig. 5.4) et aussi des plages de stries- en rouge- aux extrémités de la région R1.

Le site principal S1 et son environnement proche sont présentés dans la figure 5.5. Le site d'amorçage principal (flèches jaunes sur la figure) présente les caractéristiques typiques d'un faciès de clivage pur (voir également fig. 5.6). Le chemin de propagation de la fissure est illustré par des flèches jaunes sur la figure.

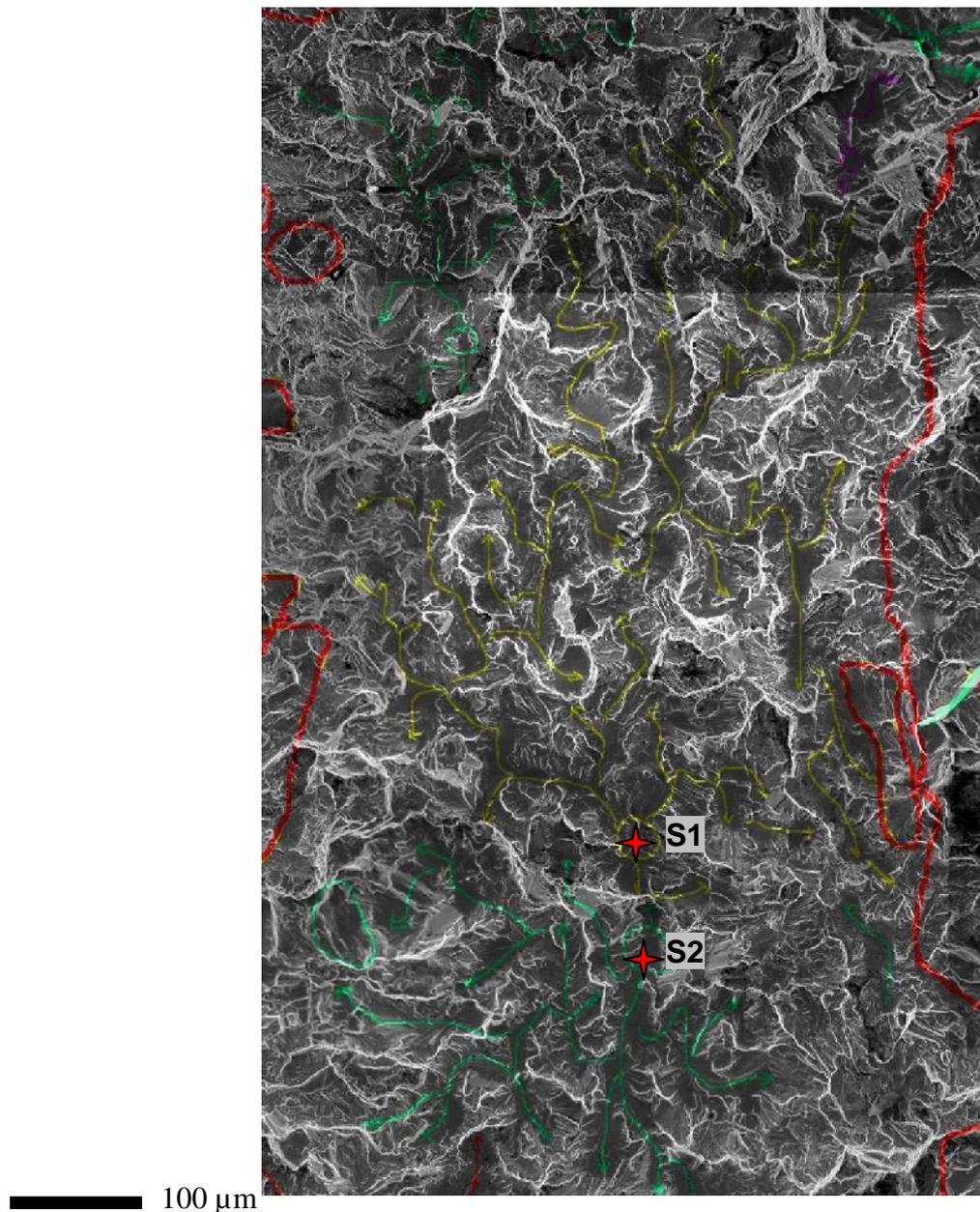


Figure 5.5 Amorçage et propagation de la fissure (site d'amorçage S1 en rouge et propagation par quasi-clivage en jaune, site d'amorçage S2 en rouge et propagation par quasi-clivage en vert). zones à stries entourées par des lignes rouges

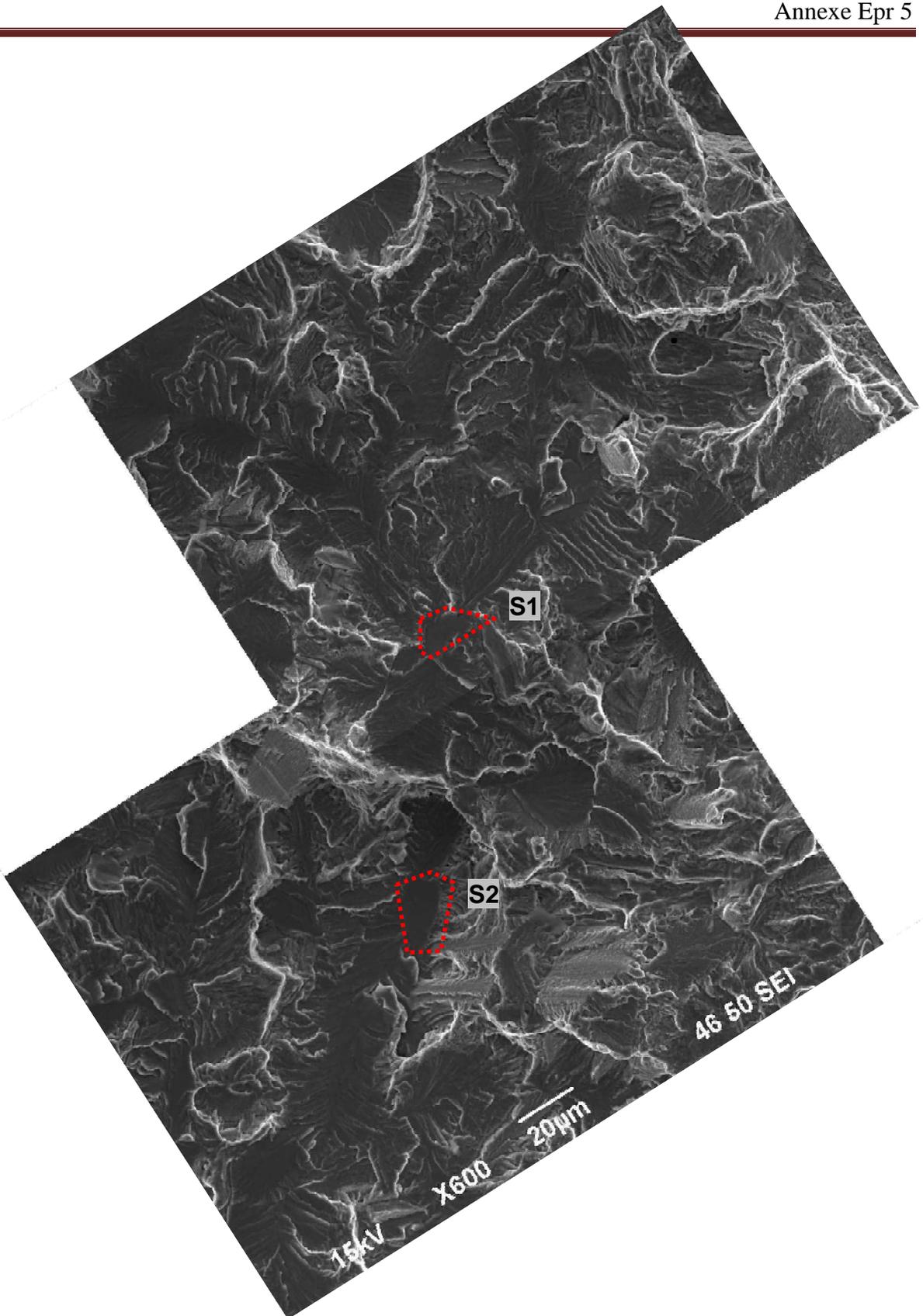


Figure 5.6 : Site d'amorçage principal S1 et site secondaire S2 délimités par les lignes pointillées rouges

En raison de l'aspect accidenté de la surface dans l'environnement des sites S1 et S2, l'indexation en mode manuel des diagrammes de Kikuchi a été impossible.

III. Cartographies EBSD

- Microstructure

La Figure 5.7 présente la microstructure de type bimodal à 100 μm de profondeur par rapport au site d'amorçage S1. On remarque la présence des grains equiaxes α_P d'environ 25 μm dans une matrice constituée de lamelles organisées plutôt en vannerie, d'environ 1 μm d'épaisseur. La précipitation α_{GB} aux ex joints de grains β est visible.

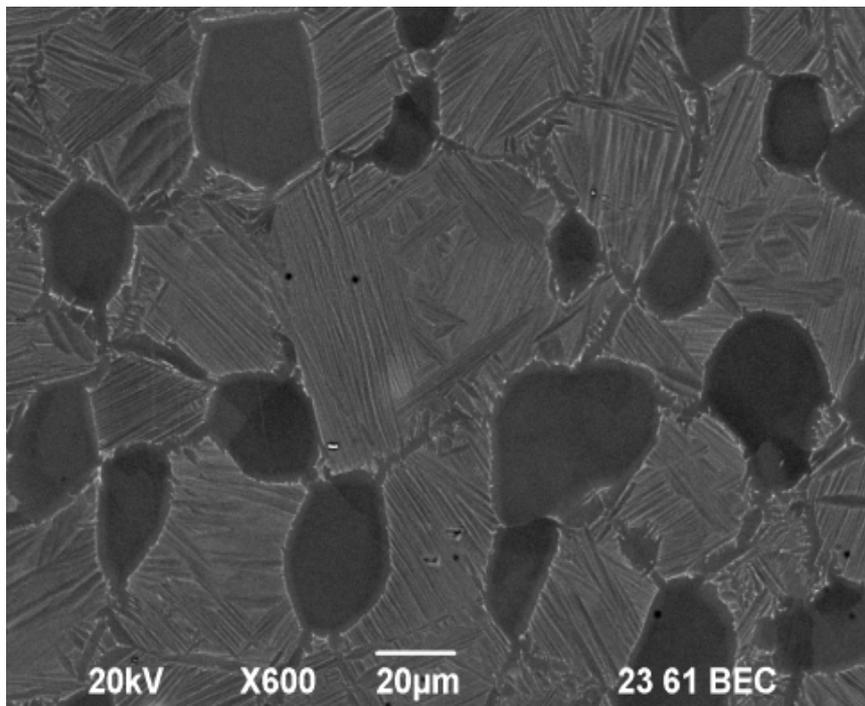


Figure 5.7 Microstructure de la zone polie, 100 μm sous le site principal S1

Cartographie EBSD de la section transverse de l'échantillon

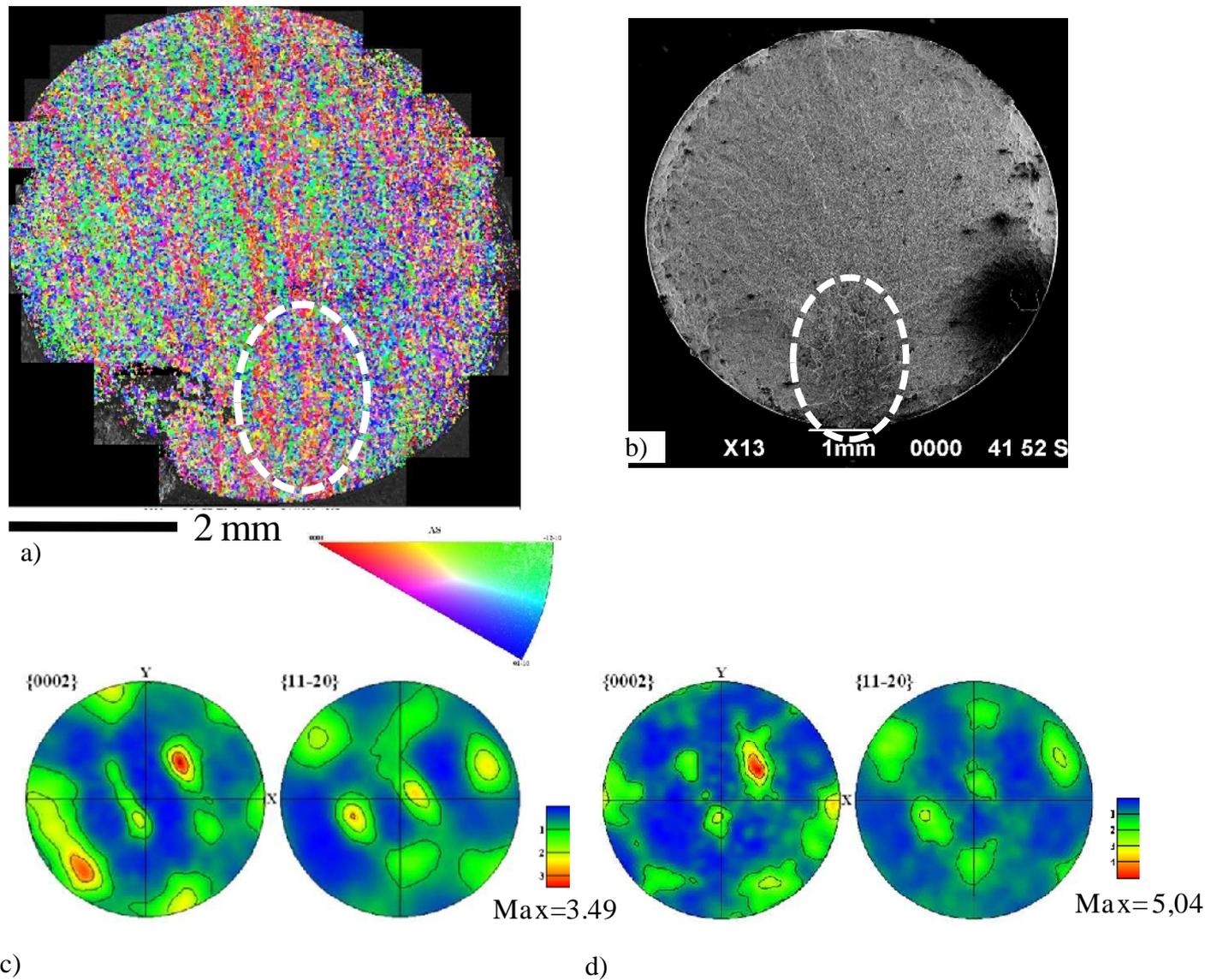


Figure 5.9 Cartographie EBSD de la section transverse

a) Cartographie d'orientations suivant le code de couleur du triangle standard//Z=axe de sollicitation

b) Micrographie électronique avant polissage

c) Figure de pôles obtenues avec l'ensemble des mesures d'orientations de la carte EBSD

d) Figure de pôles obtenues avec les orientations de la région R1 (entourée en blanc)

ANNEXE éprouvette Epr 6 (3285 cycles)

I. Analyse fractographique

Macrographie

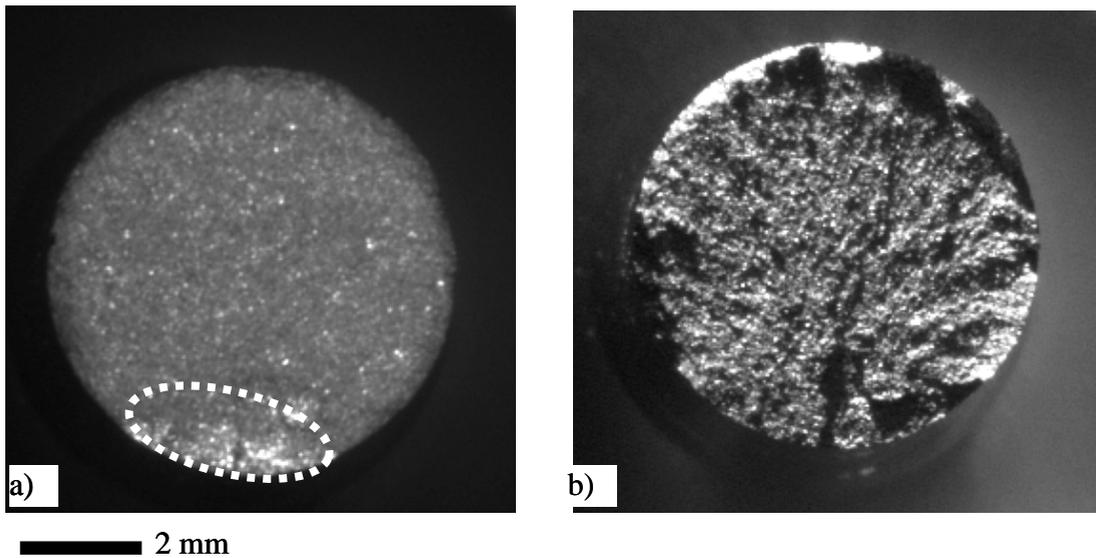


Figure 6.1 a) Macrographie, b) Le relief sur la surface de rupture

Cet échantillon présente une région brillante entourée par une ligne pointillée blanche sur la figure 6.1. La partie complémentaire de la surface de l'échantillon est caractéristique d'une fracture ductile.

Micrographie optique et électronique

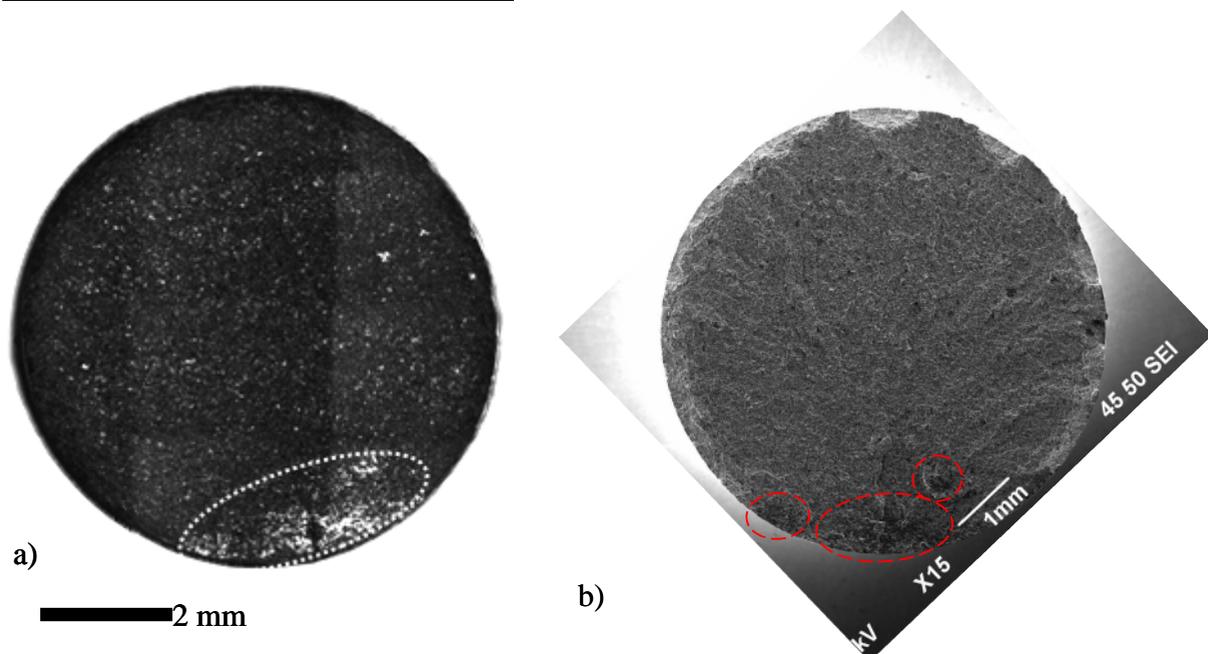


Figure 6.2 a) Microscopie optique et b) électronique de l'éprouvette 6 identifiant la zone brillante

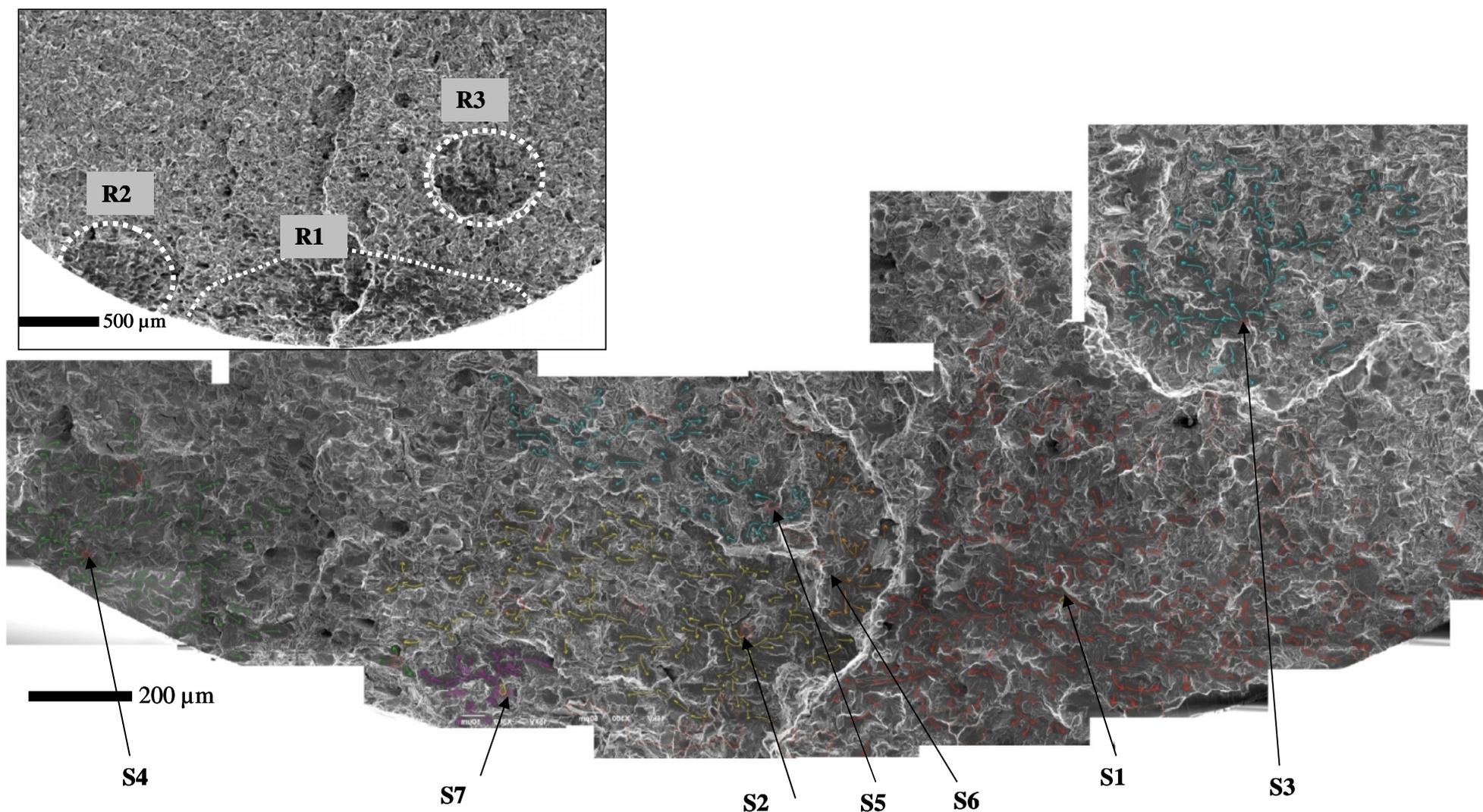


Figure 6.3 Identification des sites d'amorçage et de la propagation de la fissure, Epr 6 (3285 cycles)

Identification des sites d'amorçage et de leur propagation

On trouve un site d'amorçage principal (S1) situé à $\sim 200 \mu\text{m}$ du bord de l'échantillon et 6 sites secondaires (S2- S7) situés à des niveaux différents. La surface de propagation de la fissure due au site S1 est plus importante que celle des autres sites.

On identifie également des sites qui se sont amorcés pendant la propagation de la fissure (en vert sur la fig. 6.4) et aussi des plages de stries- en rouge- aux extrémités de la région R1.

Le site principal S1 et son environnement proche sont présentés dans la figure 6.4. Le site d'amorçage principal (en jaune sur la figure) présente les caractéristiques typiques d'un faciès de clivage pur (voir également fig. 6.4b). Le chemin de propagation de la fissure est illustré par des flèches rouges sur la figure.

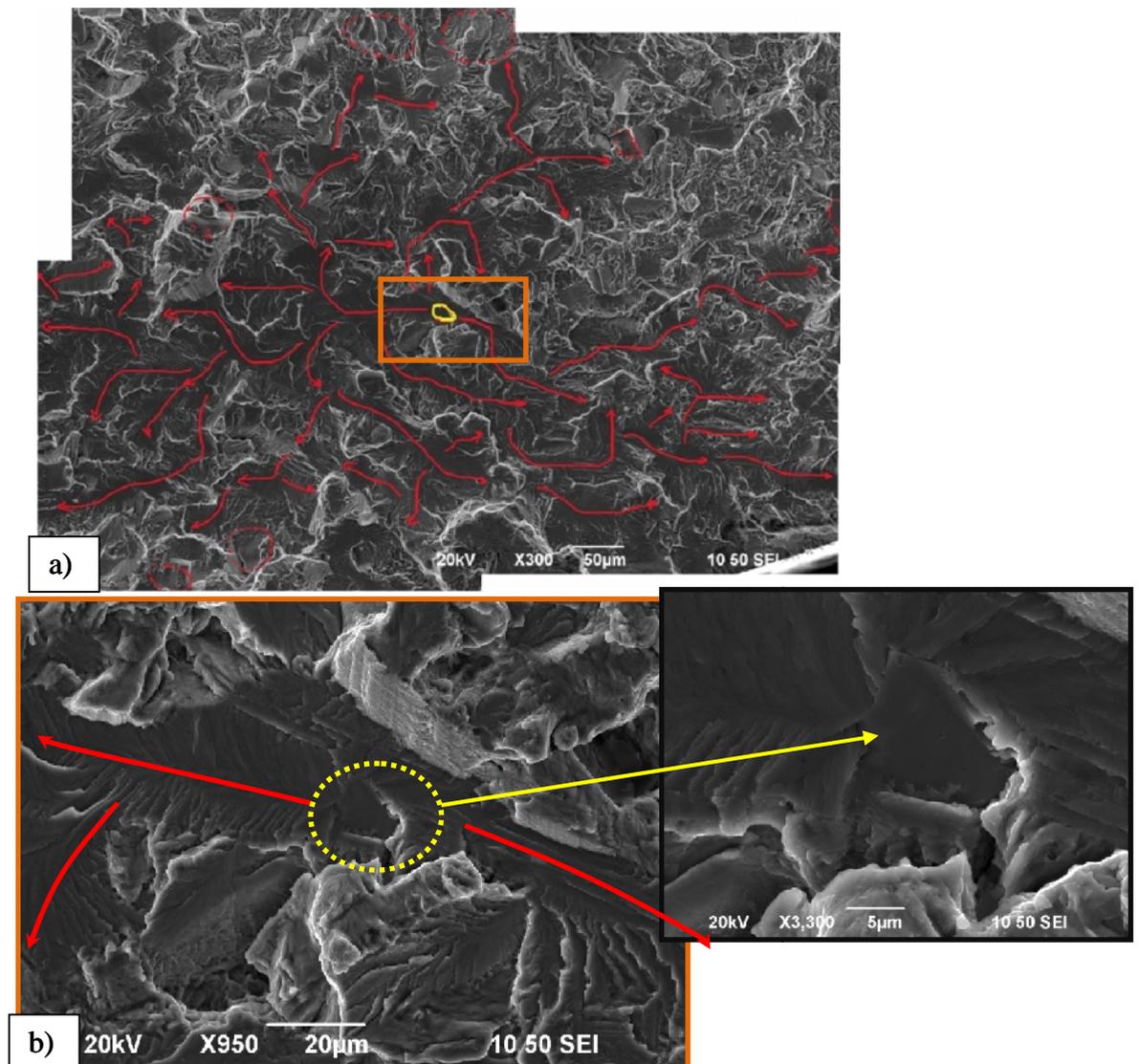


Figure 6.4 Site principal d'amorçage de la fissure (S1 est entouré par un cercle jaune, la propagation par quasi-clivage est marquée par les flèches rouges, les stries de fatigue sont entourées par des lignes pointillées rouges)

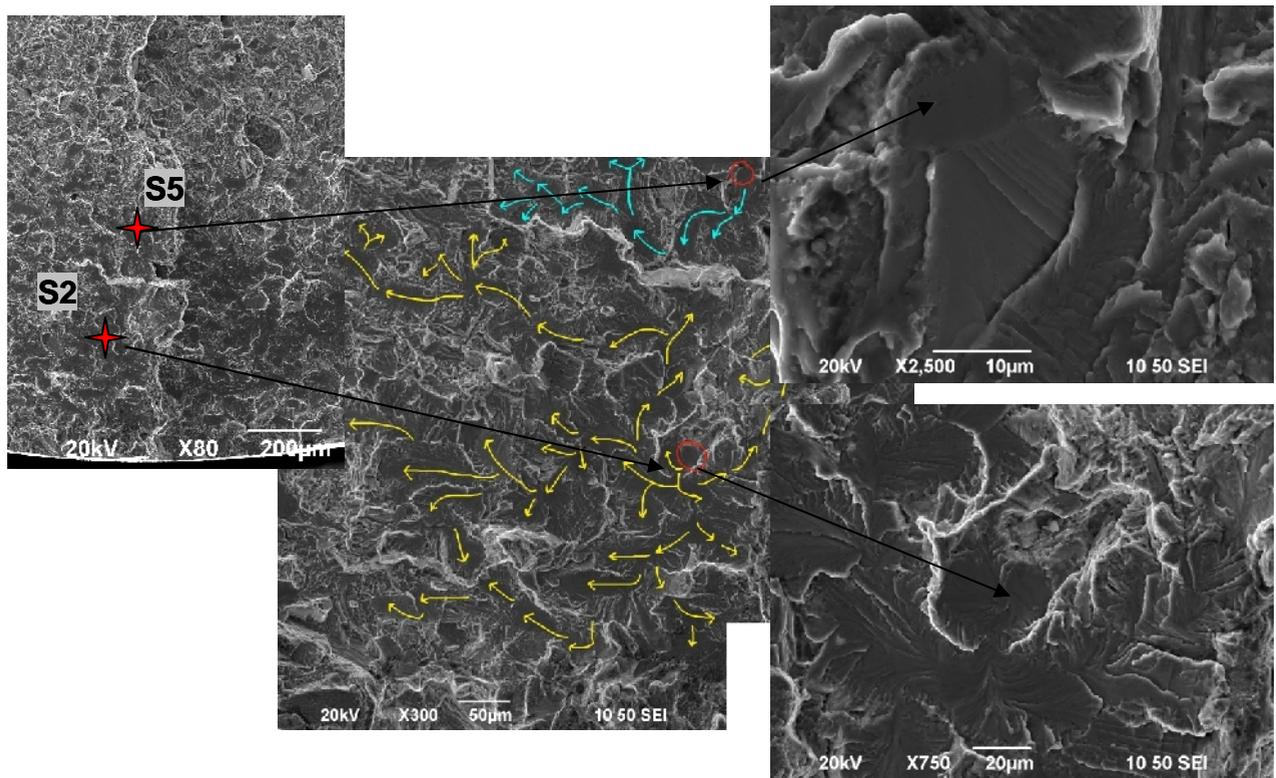


Figure 6.5 Région R1- sites d'amorçage secondaires S2 et S5 ; la propagation par quasi-clivage est marquée par les flèches jaunes

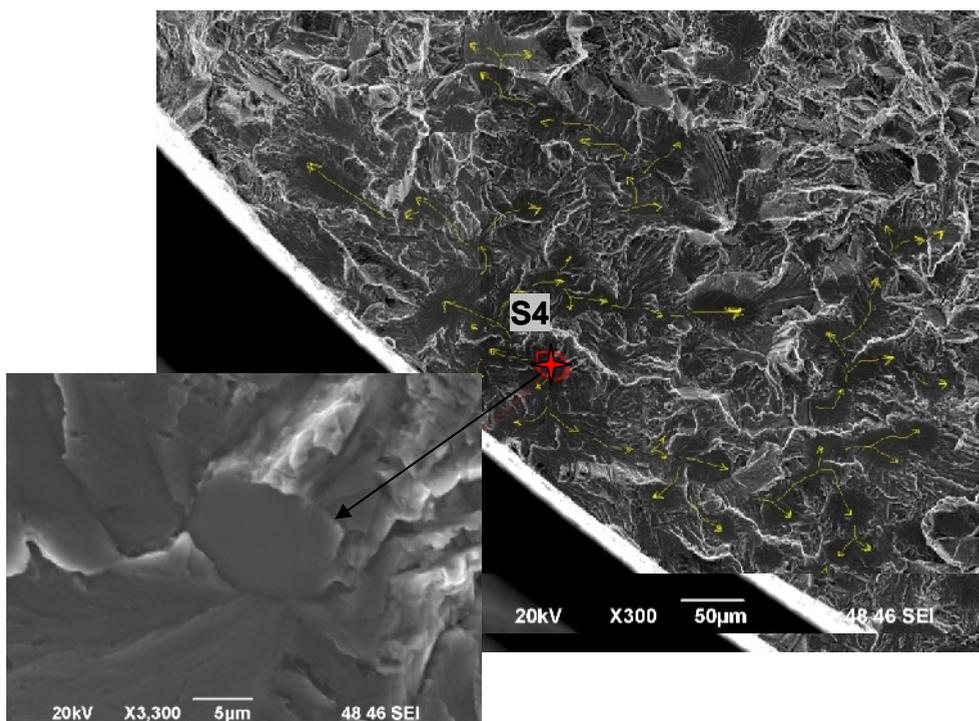


Figure 6.6 Région R2- site d'amorçage secondaire S4 ; la propagation par quasi-clivage est marquée par les flèches jaunes

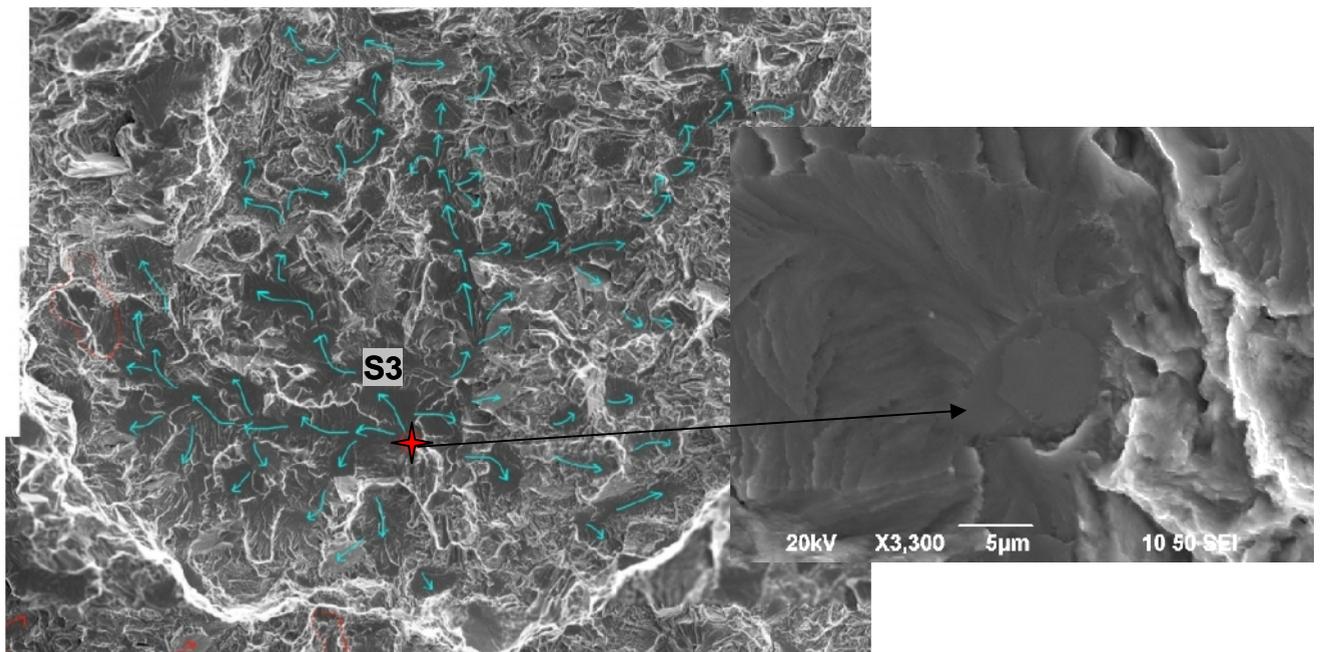
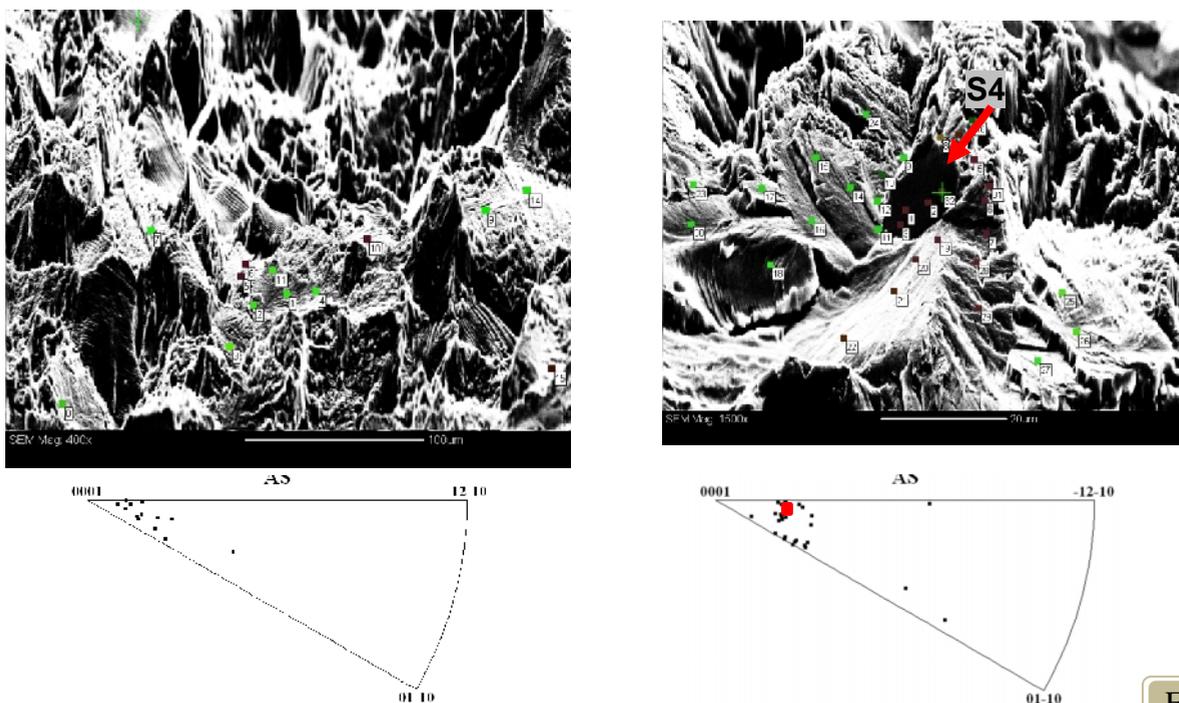


Figure 6.7 Region R3- site d'amorçage secondaire S3 ; la propagation par quasi-clivage est marquée par les flèches bleues, les stries de fatigue sont entourées par des lignes pointillées rouges

II. Cartographies EBSD

II.1 Analyses EBSD réalisés directement sur la surface de rupture

Des analyses EBSD ont été effectuées sur les sites S1, S2, S4, sur quelques facettes de quasi-clivage et sur quelques zones à stries. La figure 6.8 présente ces résultats sous la forme des images et des figures de pôles inverses. Les sites d'amorçage sont représentés en rouge.



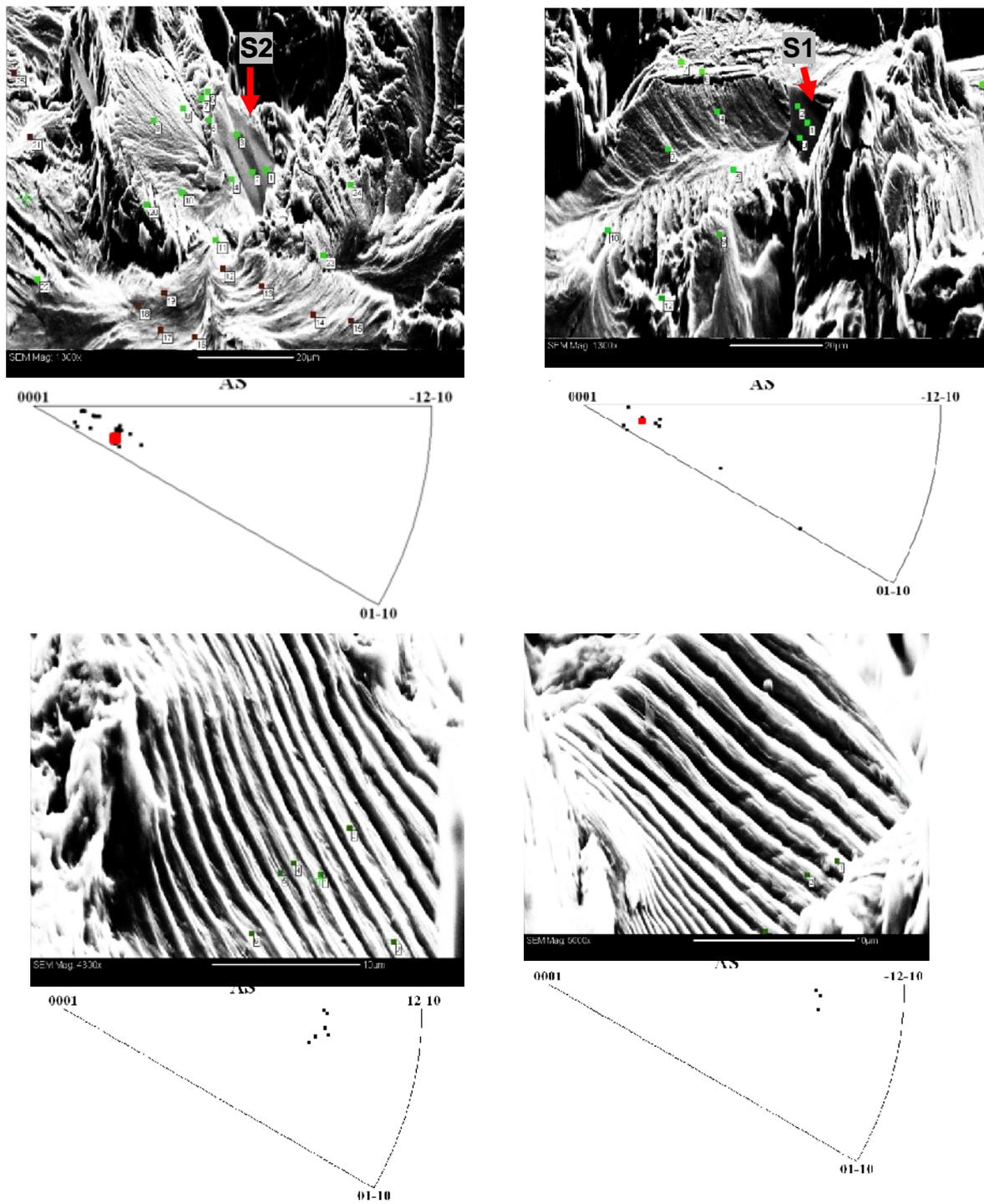


Figure 6.8 Analyses EBSD sur la surface de rupture (mode manuel)

II.2 Analyses EBSD réalisés sur la surface partialement polie

- Microstructure

La figure 6.9 présente la microstructure de type bimodale à 50 μm de profondeur par rapport au site d'amorçage S1. On remarque la présence des grains equiaxes μ d'environ 25 μm dans une matrice constituée de lamelles organisées plutôt en vannerie, d'environ 1 μm d'épaisseur. La précipitation GB aux ex joints de grains est visible.

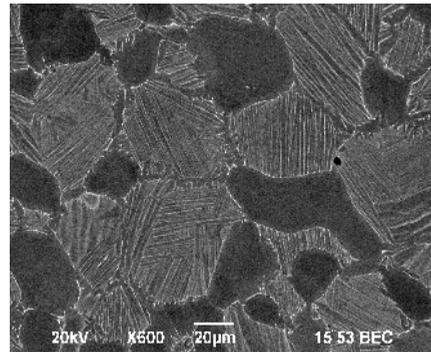


Figure 6.9 Microstructure de la zone polie, 50 μm sous le site principal S1

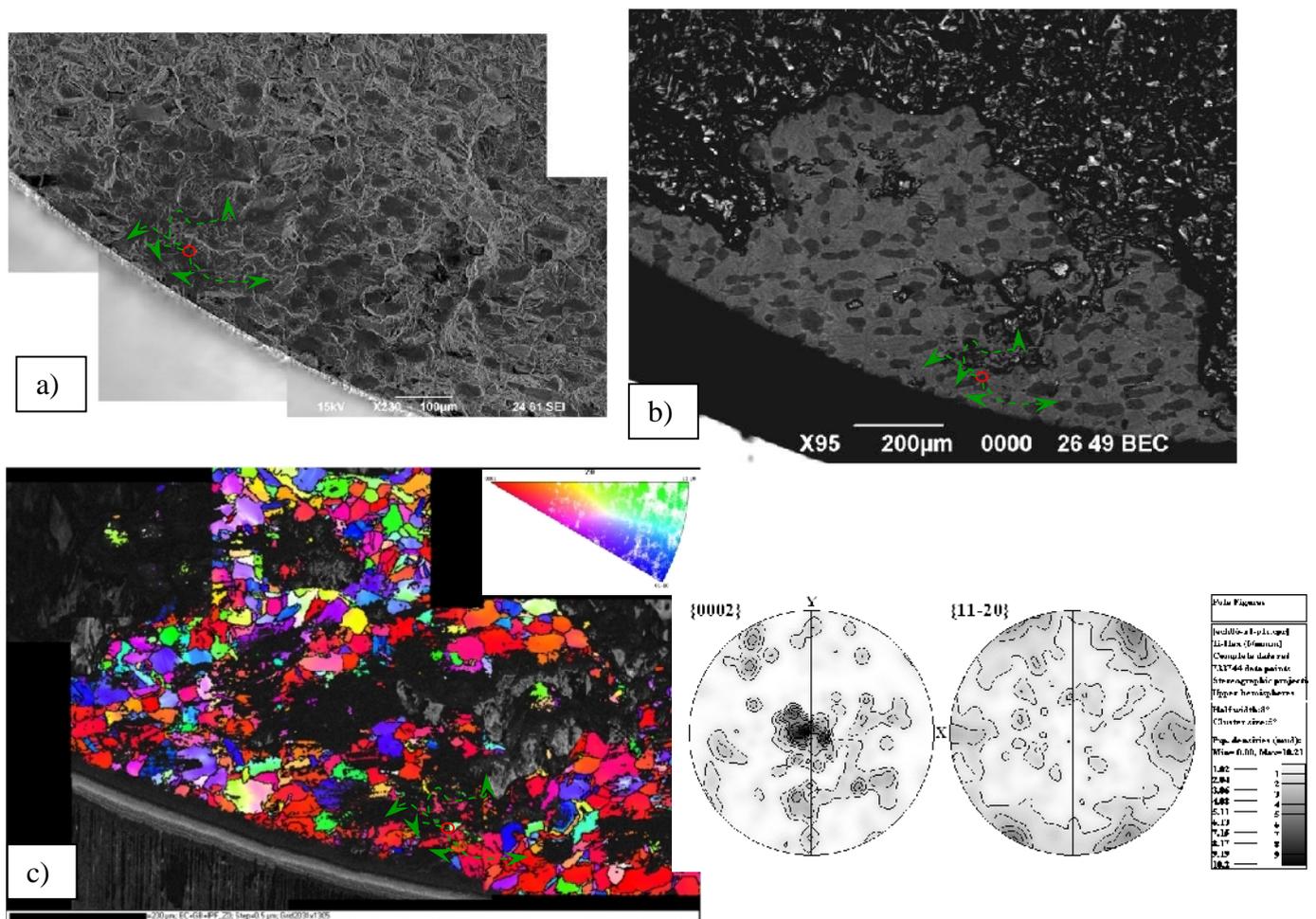


Figure 6.10 Cartographie EBSD dans la région R2, site d'amorçage S4 : a) image de la surface de rupture avant polissage et après polissage (b), c) cartographie EBSD et figures de pôles associées

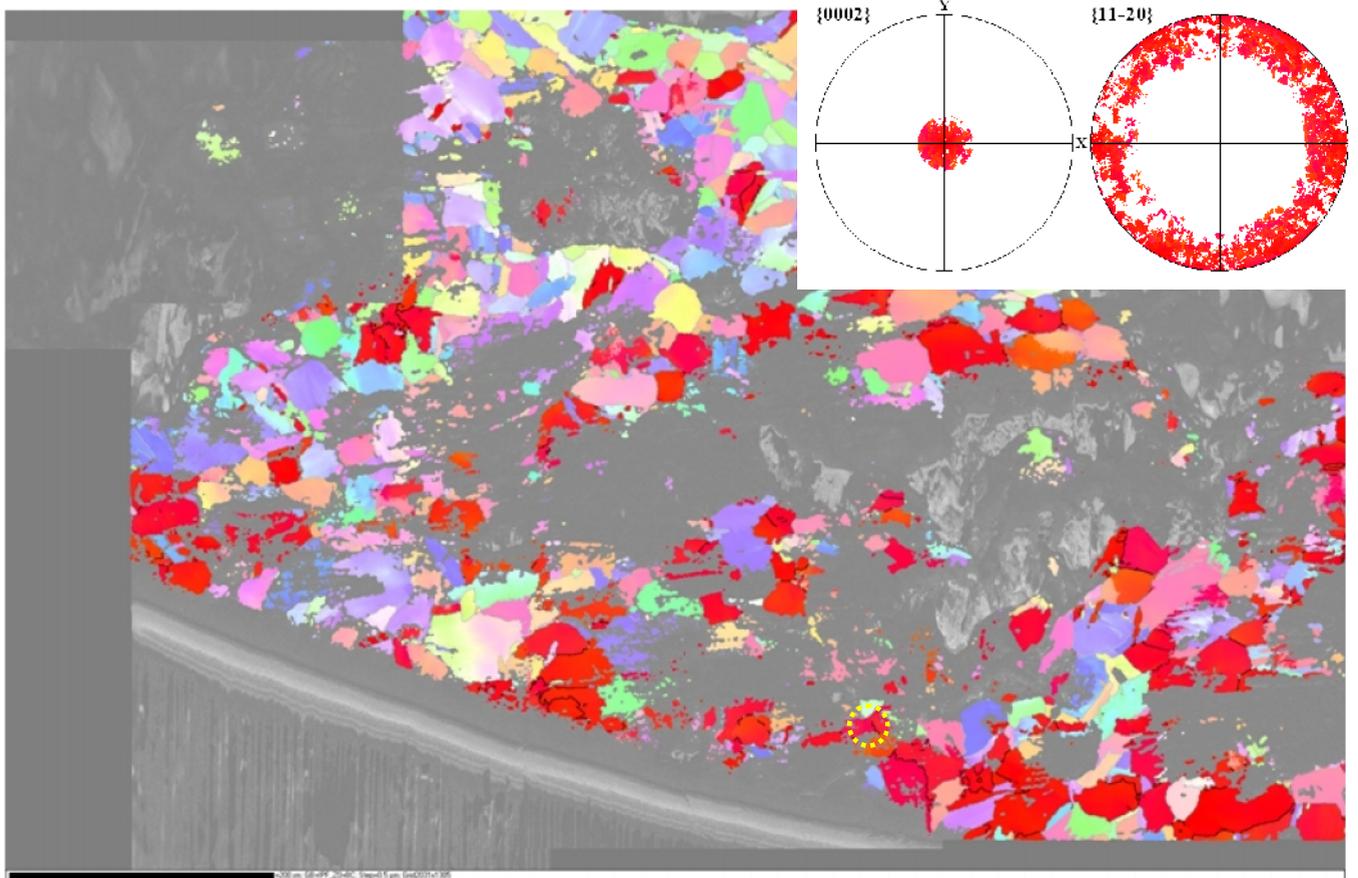


Figure 6.11 Cartographie EBSD dans la région R2, site d'amorçage S4- sélection des grains ayant l'axe c à 25° de AS

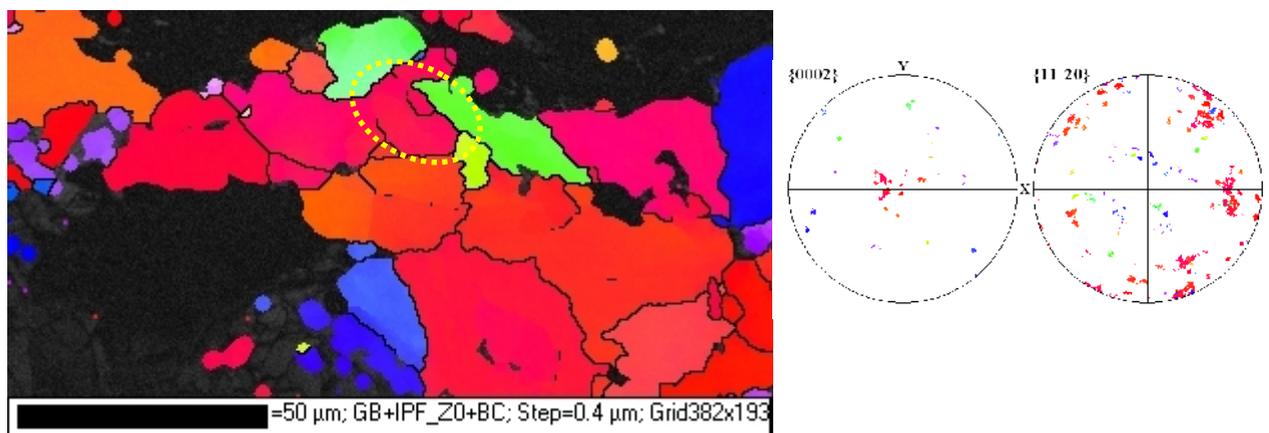
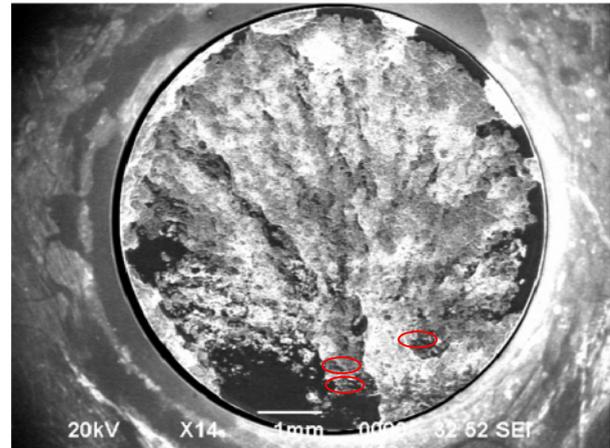
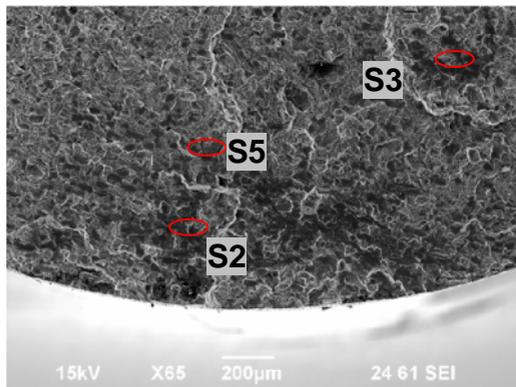
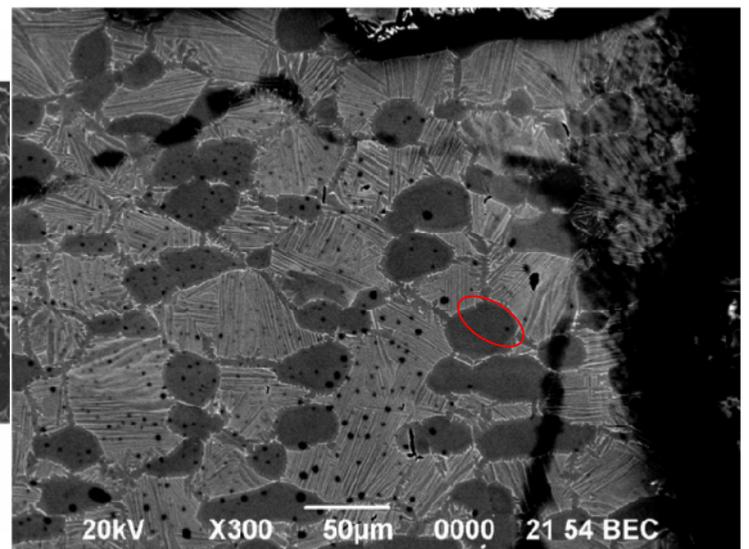
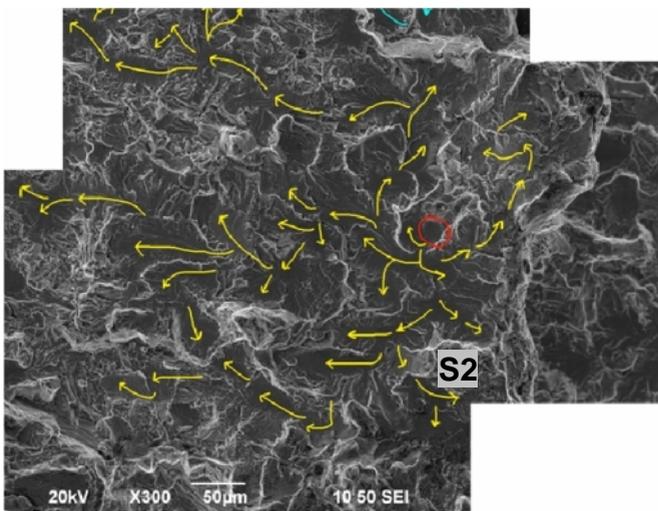


Figure 6.11-1 Cartographie EBSD dans la région R2, site d'amorçage S4

Analyse des sites S2, S5 (R1) et S3 (R3)**Site S2**

- Positionnement des sites avant et après polissage



- Positionnement du site S2 avant et après polissage (image révélant la microstructure)

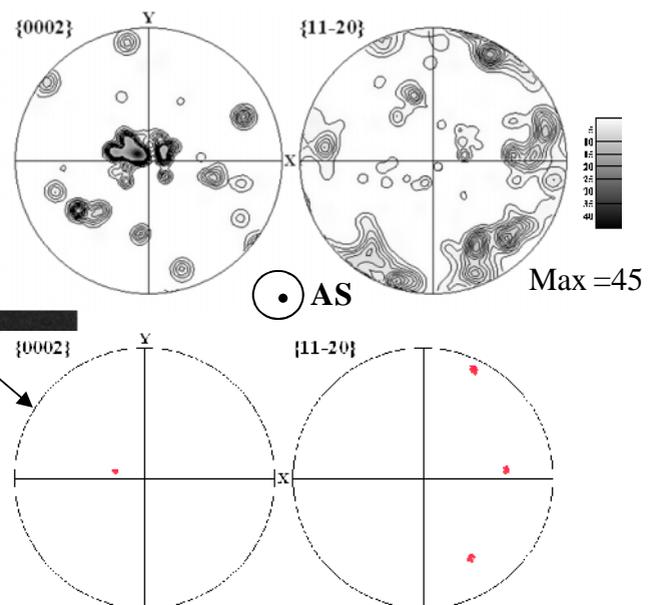
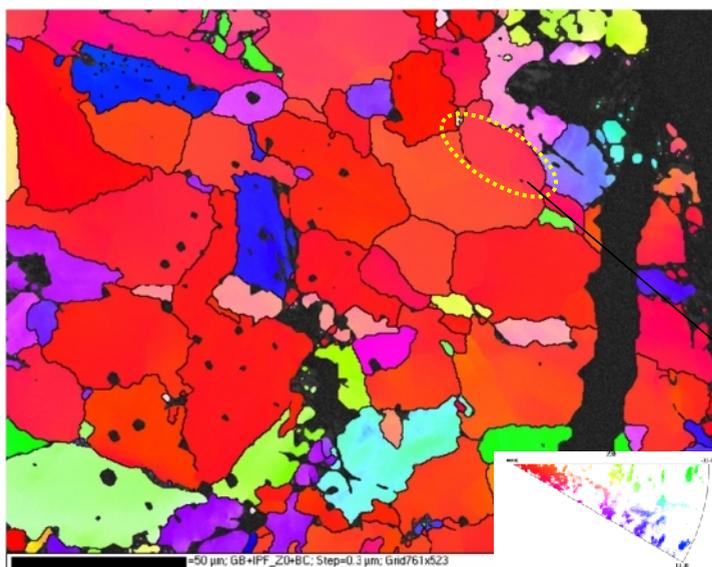


Figure 6.12 Cartographie EBSD dans la région R1, site d'amorçage S2

Site S5

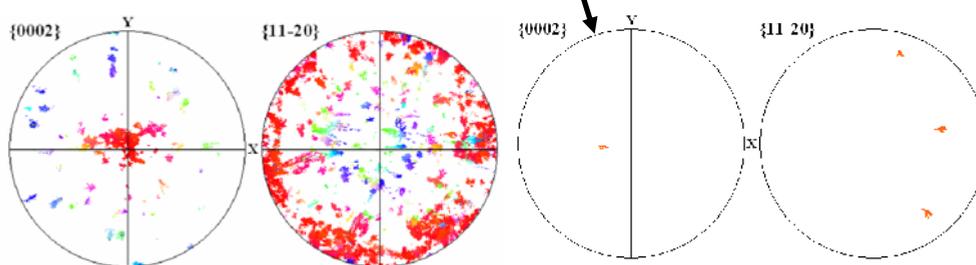
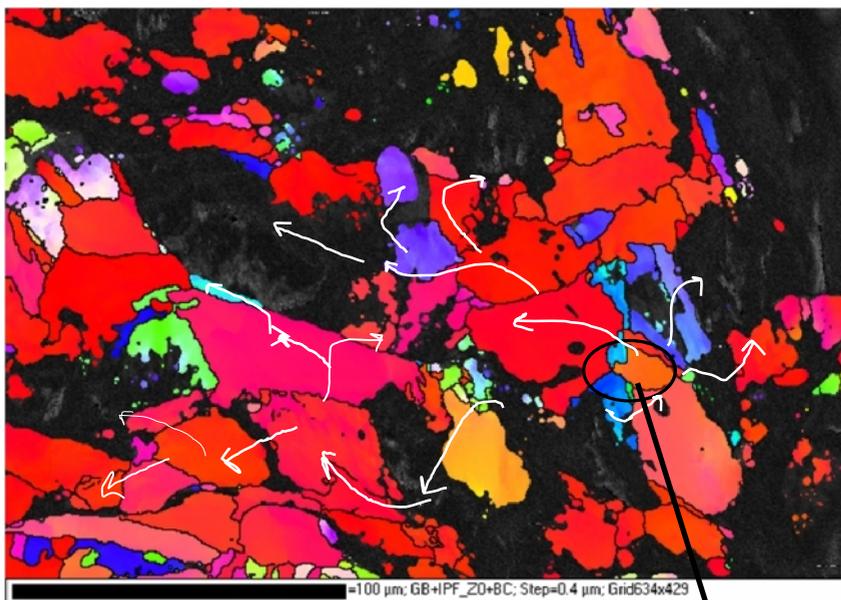
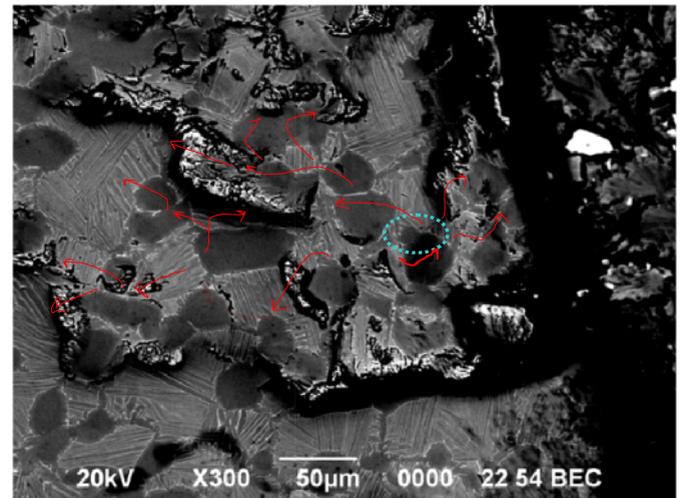
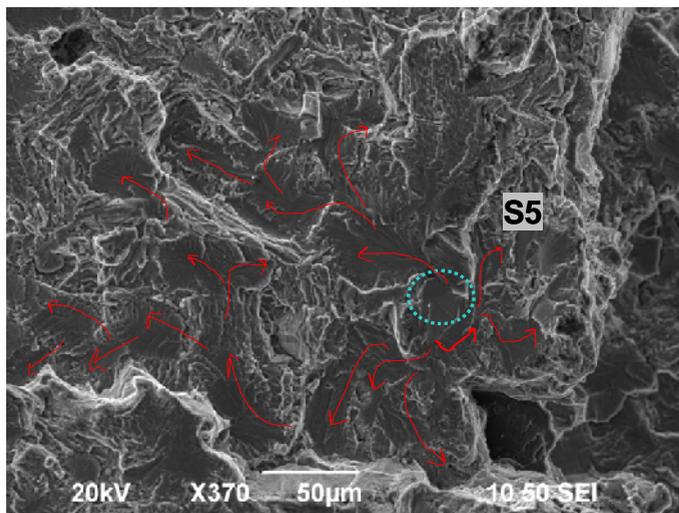


Figure 6.13 Cartographie EBSD dans la région R1, site d'amorçage S5

Site S3

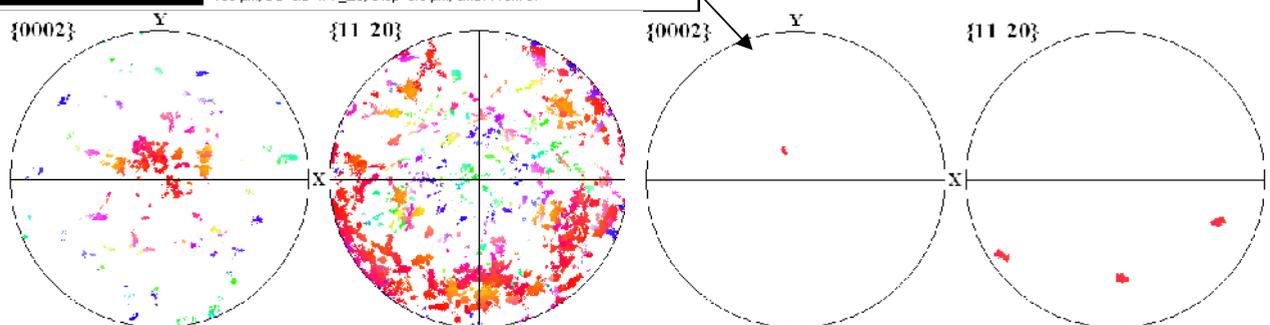
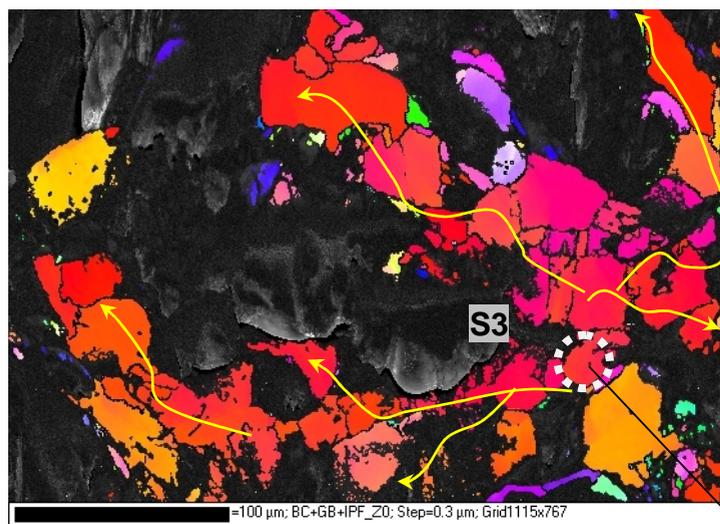
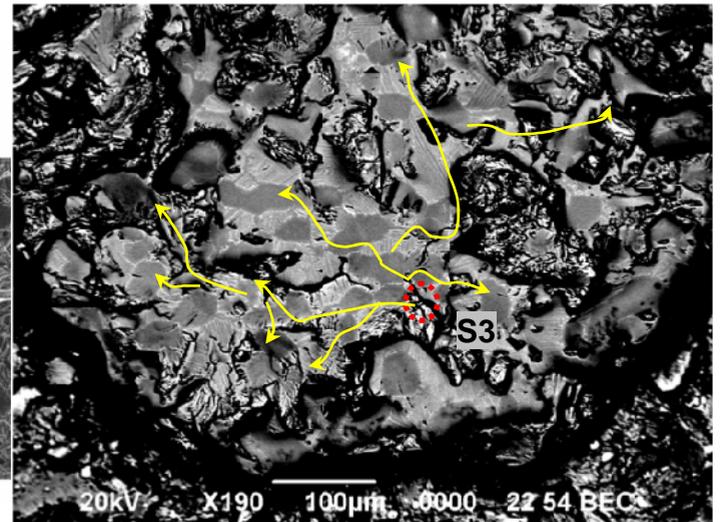
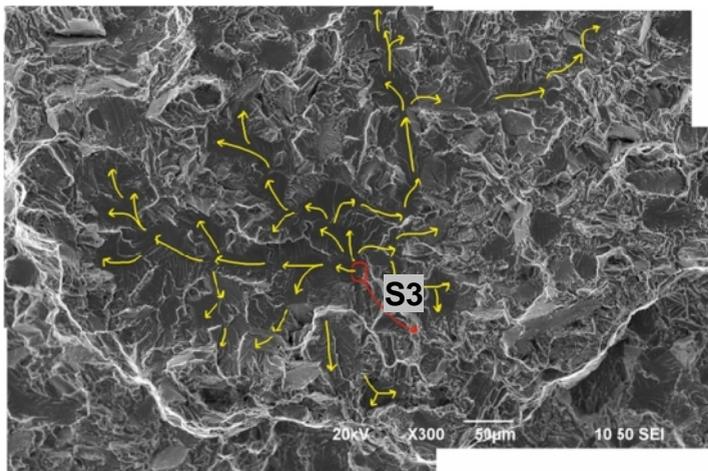


Figure 6.14 Cartographie EBSD dans la région R3, site d'amorçage S3

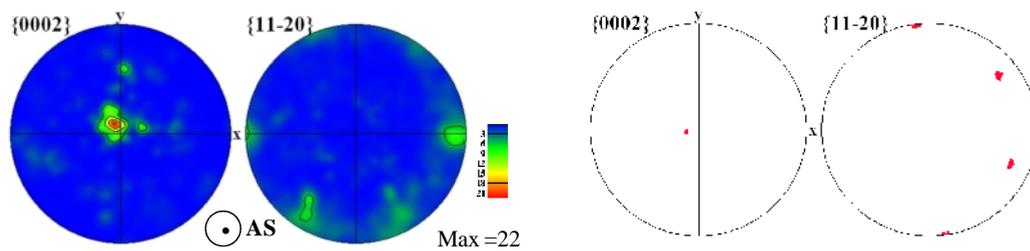
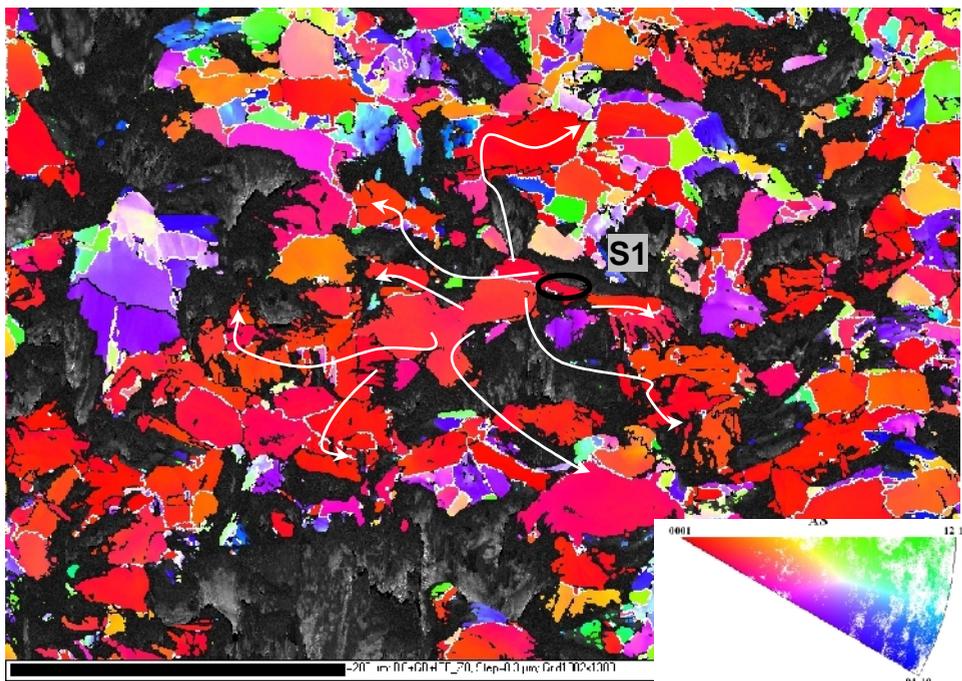
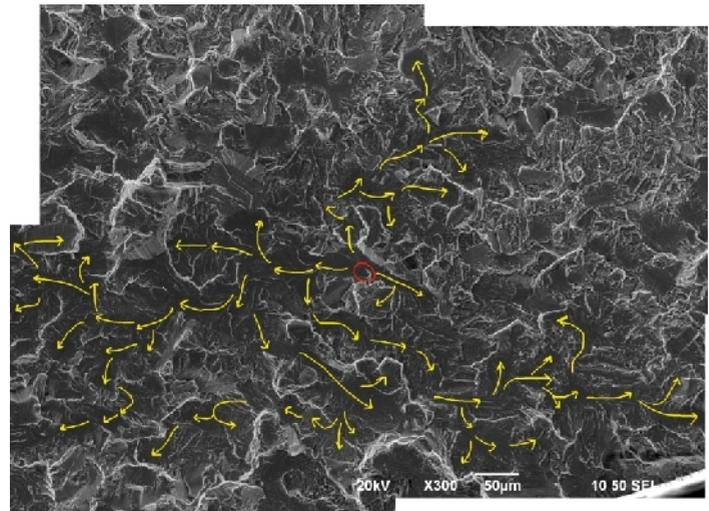
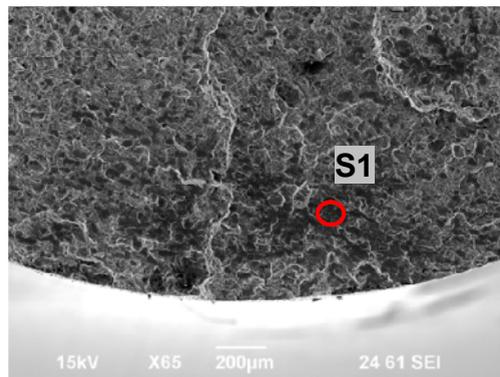
Site S1- site principal d'amorçage

Figure 6.15 Cartographie EBSD dans la région R1, site d'amorçage S1 (désorientations en noir <math>< 15^\circ</math>, en blanc > 15)

Cartographie EBSD de la section transverse de l'échantillon

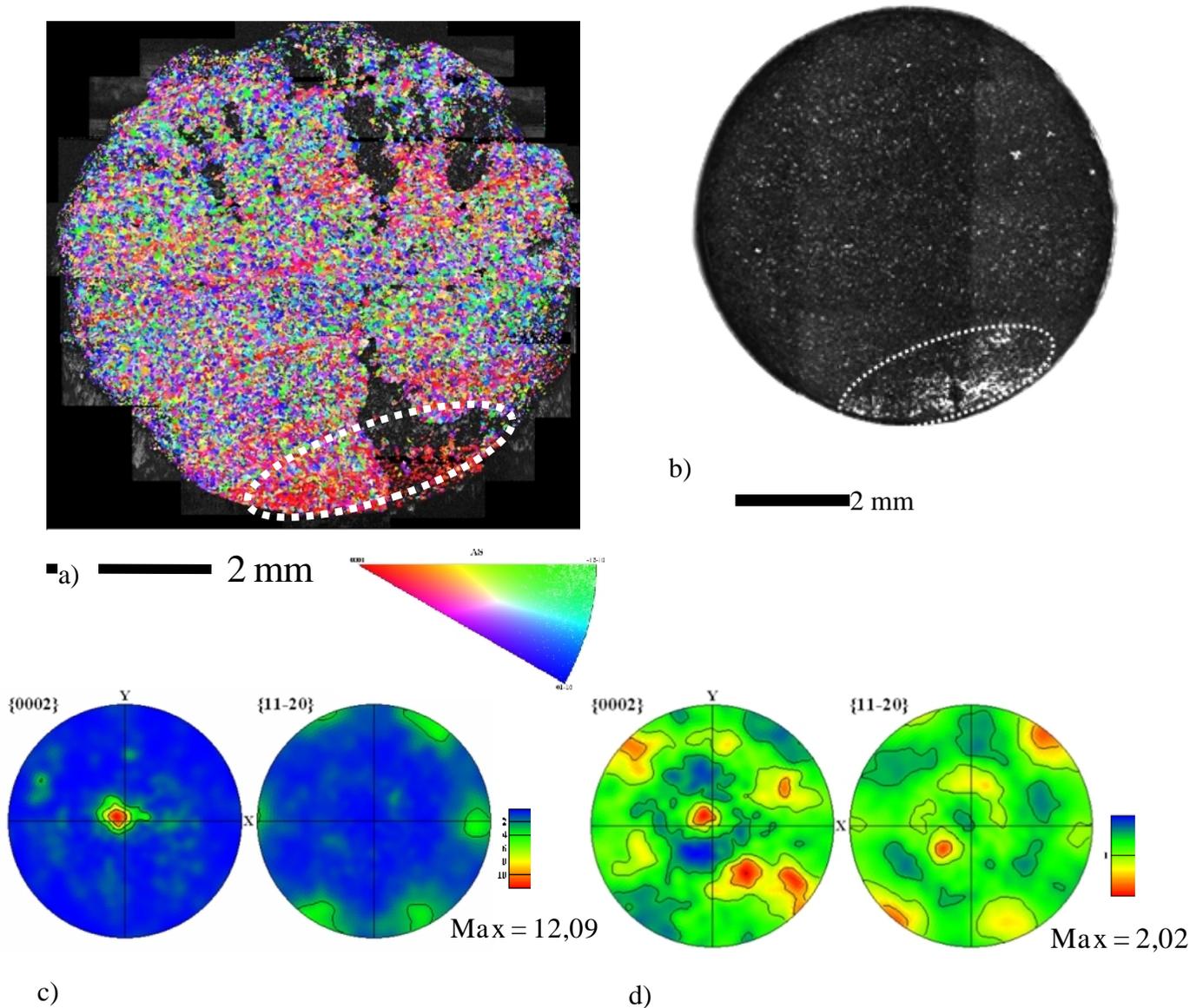


Figure 6.16 Cartographie EBSD de la section transverse

a) Cartographie d'orientations suivant le code de couleur du triangle standard//Z=axe de sollicitation

b) Micrographie optique avant polissage

c) Figure de pôles obtenues avec l'ensemble des mesures d'orientations de la carte EBSD

d) Figure de pôles obtenues avec les orientations de la région R1 (entourée en blanc)

ANNEXE éprouvette B Int 260 (12369 cycles)

I. Analyse fractographique

Macrographie. Micrographie optique et électronique

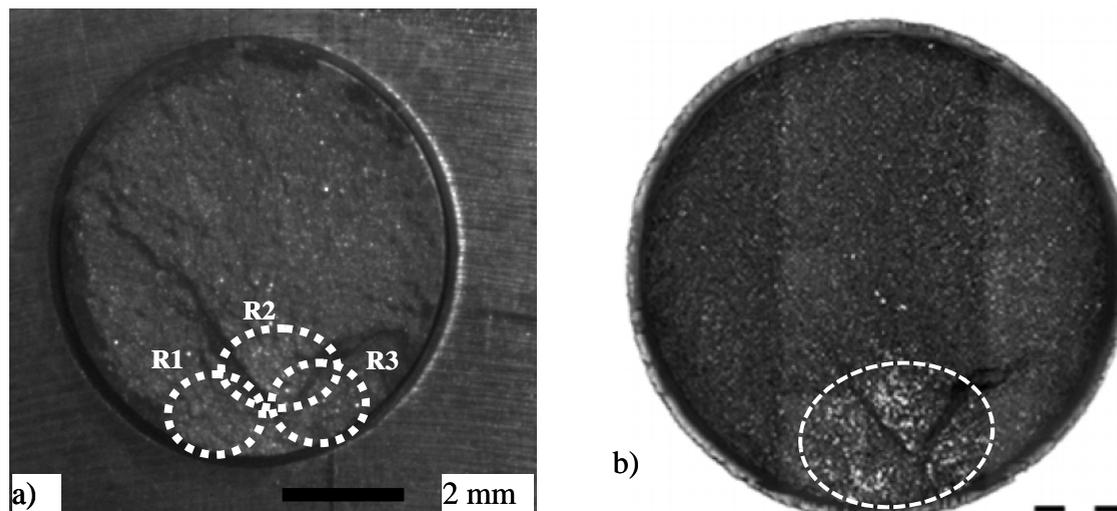


Figure BI260.1 a) Macrographie, b) Micrographie optique

Cet échantillon présente une région brillante divisée en trois zones (R1, R2, R3) situées sur trois niveaux. Ces régions sont entourées par des lignes pointillées blanches (fig. BI260.1 a). La partie complémentaire de la surface de l'échantillon est caractéristique d'une fracture ductile. L'aspect de la surface est accidenté (voir fig. BI260.1).

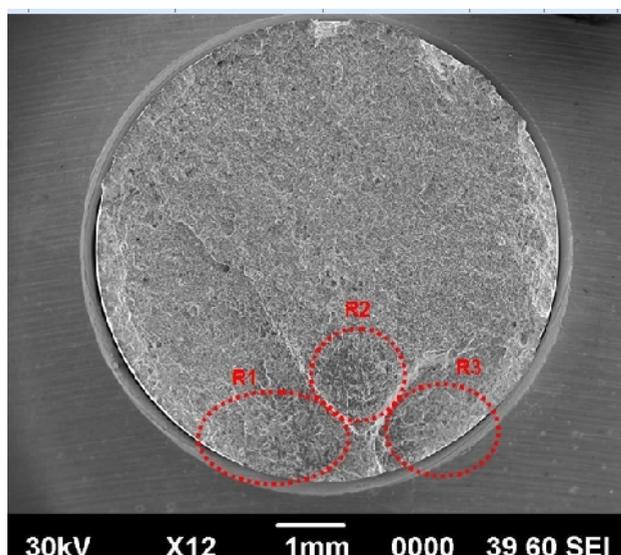
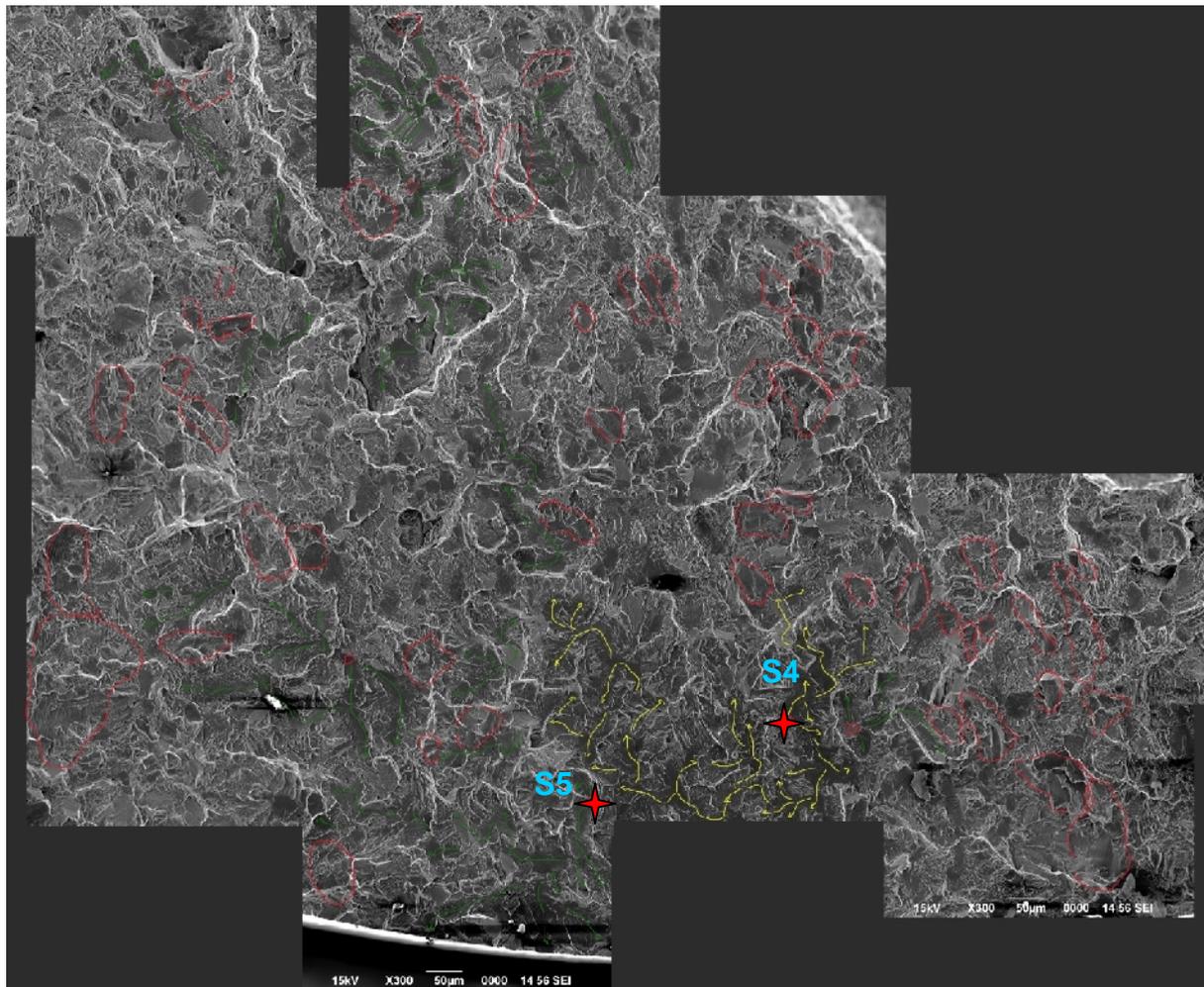


Figure BI260.2: Microscopie électronique de l'éprouvette B Int 260 identifiant les zones brillantes R1, R2, R3

L'étude fractographique présentée dans la suite de cette annexe concerne uniquement les régions R1 et R2. Ces régions présentent des multiples sites d'amorçage, des zones à stries et des zones à réamorçage. Le site principal d'amorçage a été établi comme appartenant à la région R2.

Région 1 (R1) : sites secondaires S4, S5

Identification des sites d'amorçage et de leur propagation



200 μm

Figure BI260.3 Identification des sites d'amorçage dans la région R1 ; S4, S5 : sites d'amorçages secondaires ; en vert- des sites de réamorçage lors de la propagation de la fissure ; en rouge- les stries de fatigue

Le site S4 et son environnement proche sont présentés dans la figure BI260.4. Le site d'amorçage (en jaune sur la figure) présente les caractéristiques typiques d'un faciès de clivage pur (voir également fig. BI260.5). Le chemin de propagation de la fissure est illustré par des flèches jaunes sur la figure.

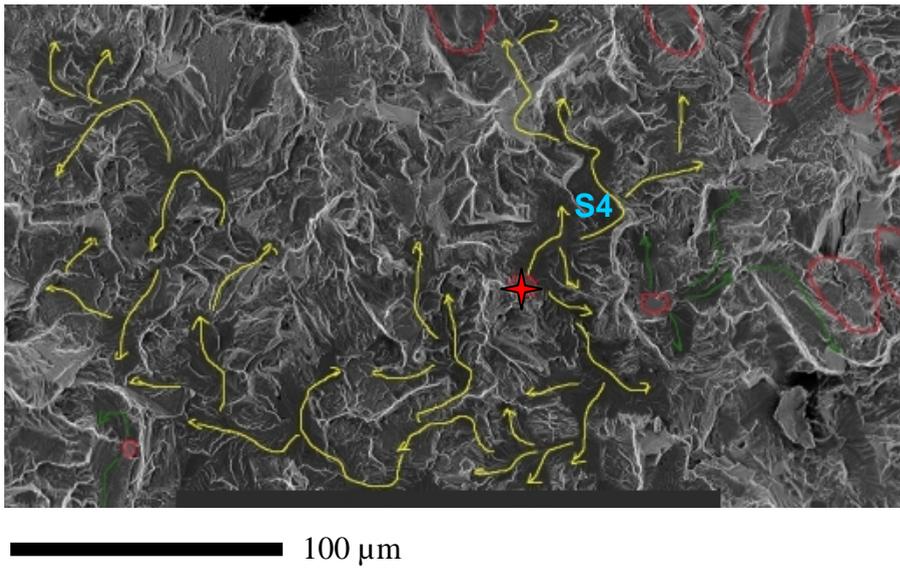


Figure BI260.4 Amorçage et propagation de la fissure (site d'amorçage S4 en rouge et propagation par quasi-clivage en jaune), zones à stries en rouge

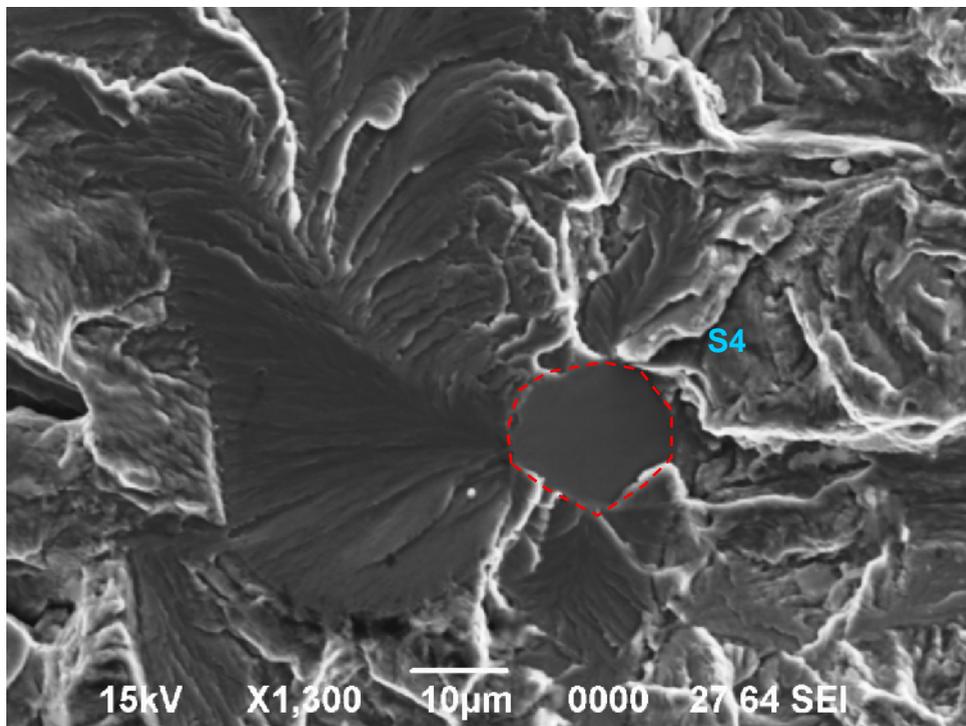


Figure BI260.5 Site d'amorçage principal S4 délimité par la ligne en pointillée rouge

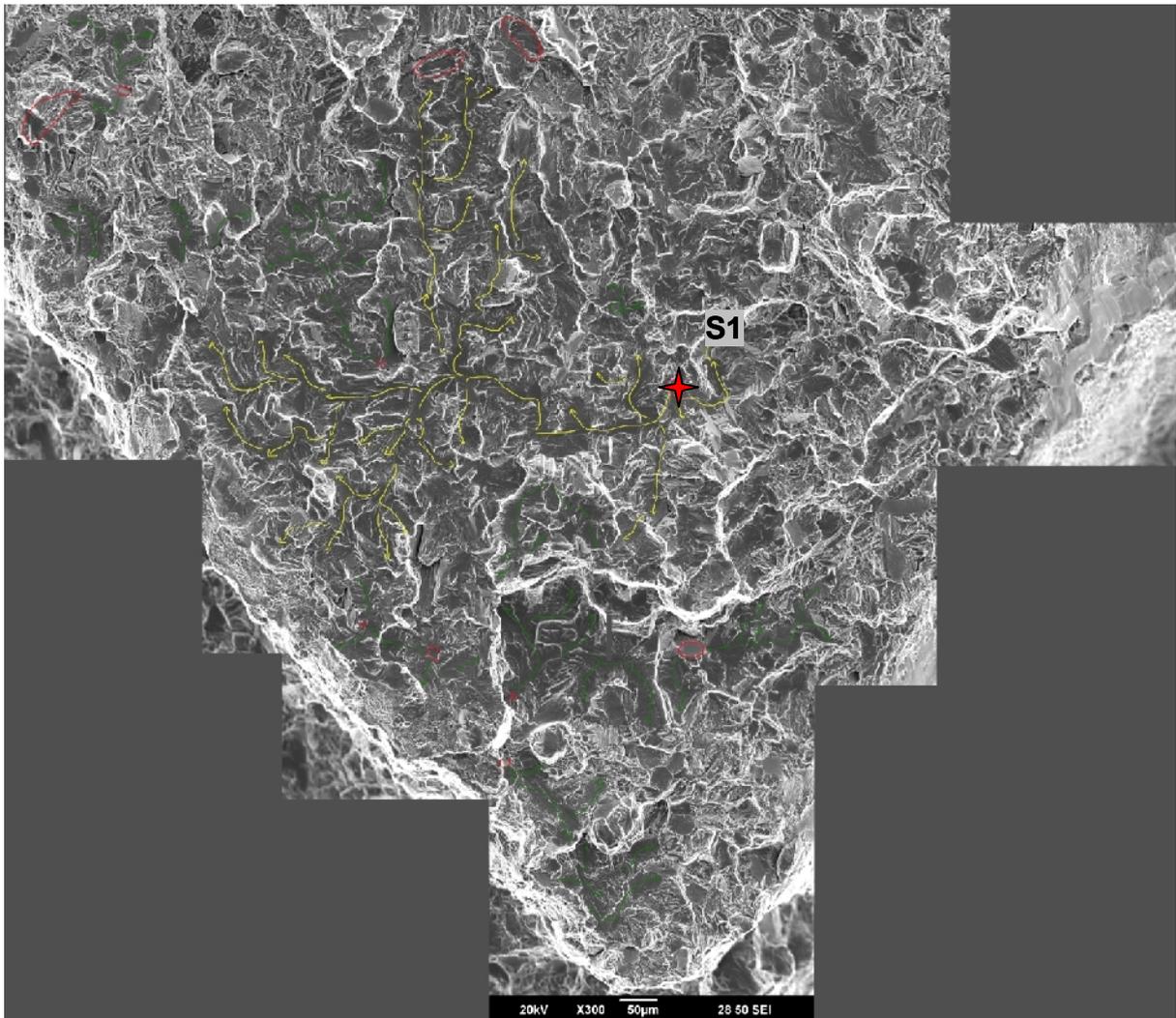


Figure BI260.6 Identification du site d'amorçage dans la région R2 (S1): site d'amorçage principal; en vert- des sites de réamorçage lors de la propagation de la fissure ; en rouge- les stries de fatigue

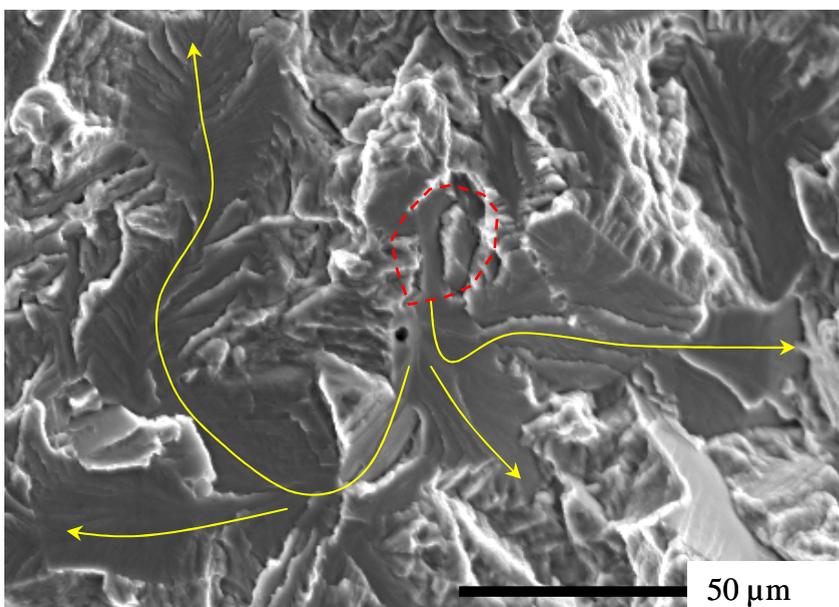


Figure BI260.7 Site d'amorçage principal S1 délimité par la ligne en pointillée rouge

II. Cartographies EBSD

Site principal S1

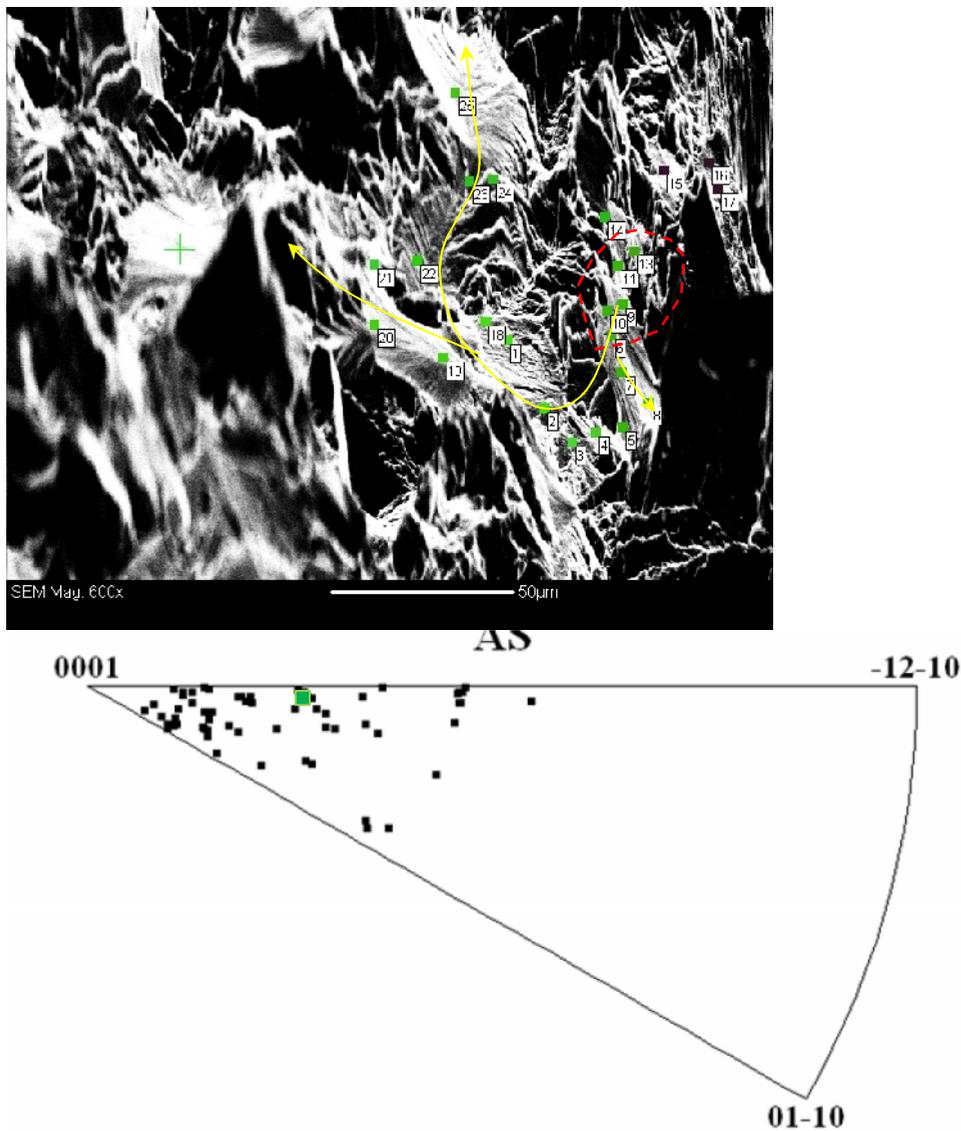


Figure BI260.8 Site d'amorçage principal S1 délimité par la ligne en pointillée rouge

- Microstructure

La figure BI2608 présente la microstructure de type bimodale à 70 μm de profondeur par rapport au site d'amorçage S1. On remarque la présence des grains equiaxes p d'environ 25 μm dans une matrice constituée de lamelles organisées plutôt en colonies, d'environ 1 μm d'épaisseur. La précipitation GB aux ex-joints de grains est visible.

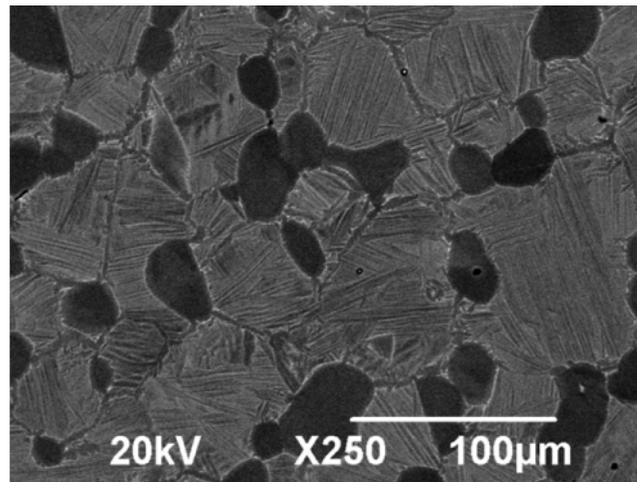


Figure BI260.9 Microstructure de la surface polie

Cartographie EBSD de la section transverse de l'échantillon

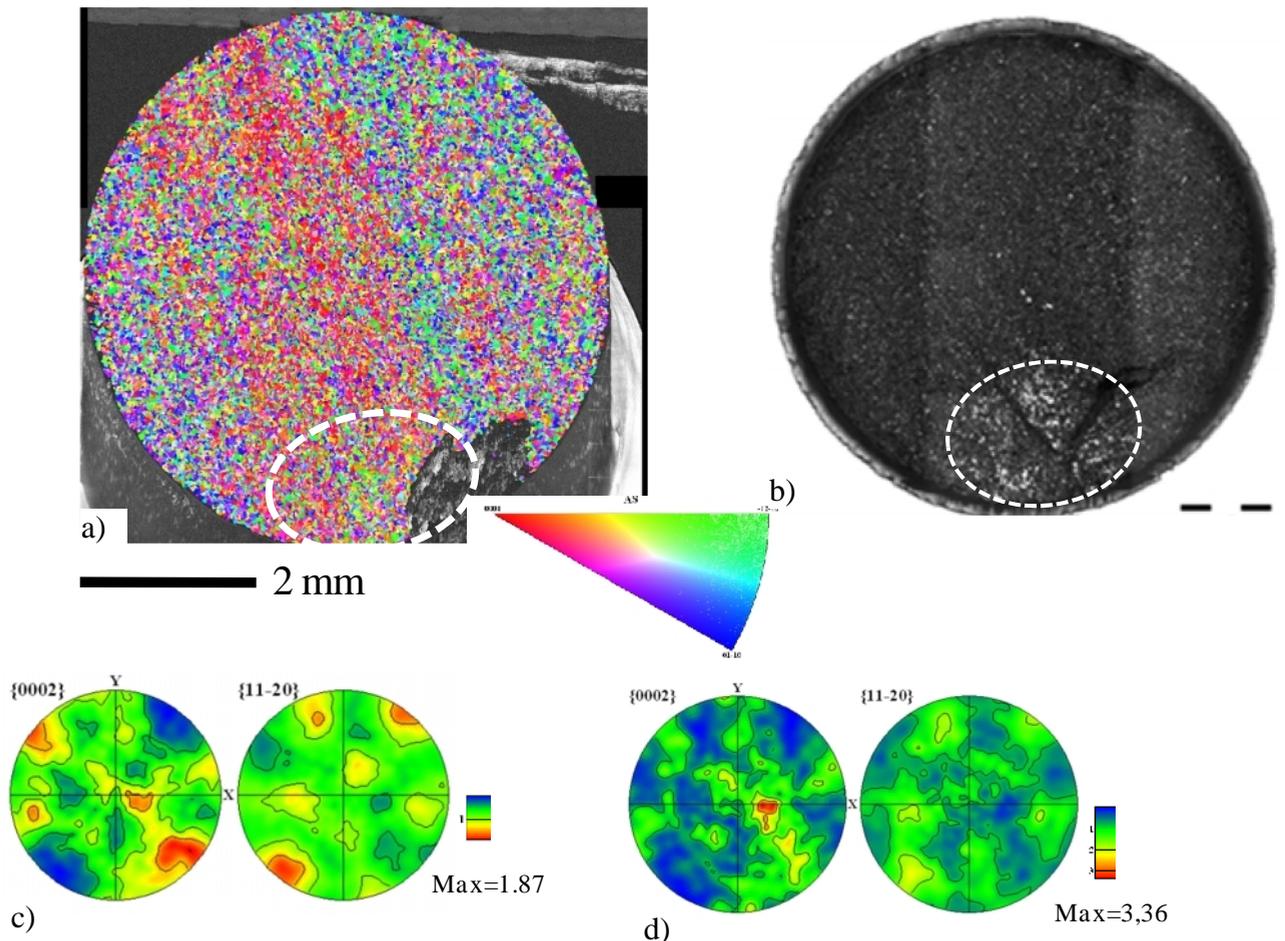


Figure BI260.10 Cartographie EBSD de la section transverse

a) Cartographie d'orientations suivant le code de couleur du triangle standard//Z=axe de sollicitation ; b) Micrographie optique avant polissage ; c) Figures de pôles obtenues avec l'ensemble des mesures d'orientations de la carte EBSD ; d) Figures de pôles obtenues avec les orientations des régions R1, R2 et R3 (encerclées en blanc)

ANNEXE éprouvette C Int 10 (7840 cycles)

I. Analyse fractographie

Macrographie

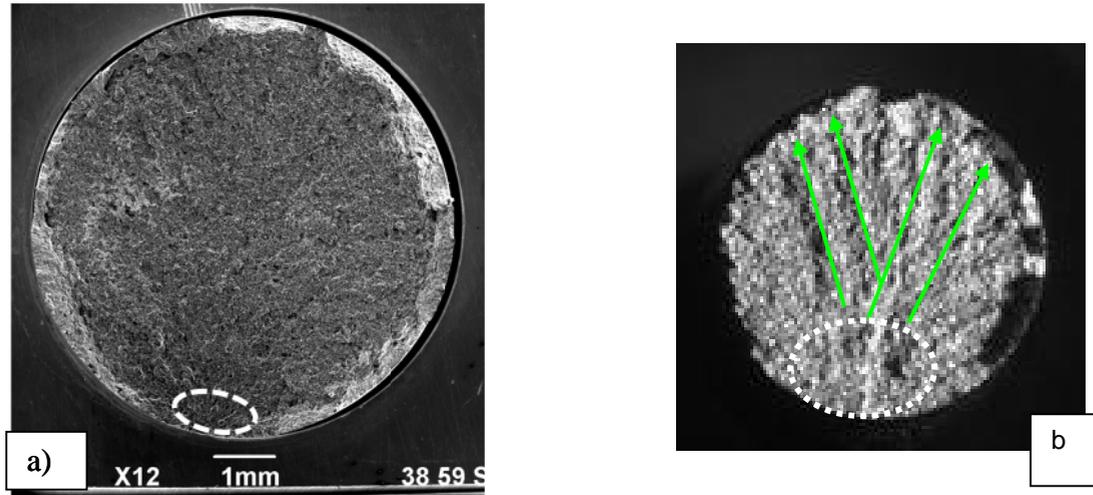


Figure CI10.1 a) Macrographie électronique, b) schéma : zone brillante et marques de chevrons

Cet échantillon ne présente qu'une zone brillante (fracture fragile) de géométrie plutôt allongée. Cette zone brillante est repérée par ligne pointillée blanche mais son contour n'est pas très marqué (fracture ductile).

Les marques de chevrons ne sont pas très visibles dans la région de fracture ductile. Par contre, on les identifie plus facilement dans la moitié gauche de l'échantillon.

Cet échantillon présente un aspect plutôt uniforme.

Avec la microscopie électronique, on reconnaît facilement la zone de clivage (zone brillante dans la macrographie fig. CI10.1). Elle correspond à la zone la plus foncée de l'échantillon, sur laquelle on se concentre dans cette étude.

Il est important de noter qu'il existe plusieurs stries de fatigue réparties sur toute la zone (voir fig. CI10.7). La présence de facettes de clivage est marquée dans la partie inférieure de la zone. Le site d'amorçage de la fissure est très proche du bord de l'échantillon. Il est illustré sur les figures suivantes.

Identification du site d'amorçage et détermination de son orientation cristallographique

La région ne présente qu'un seul site d'amorçage. Il ne se propage pas beaucoup (voir fig.CI10.7).

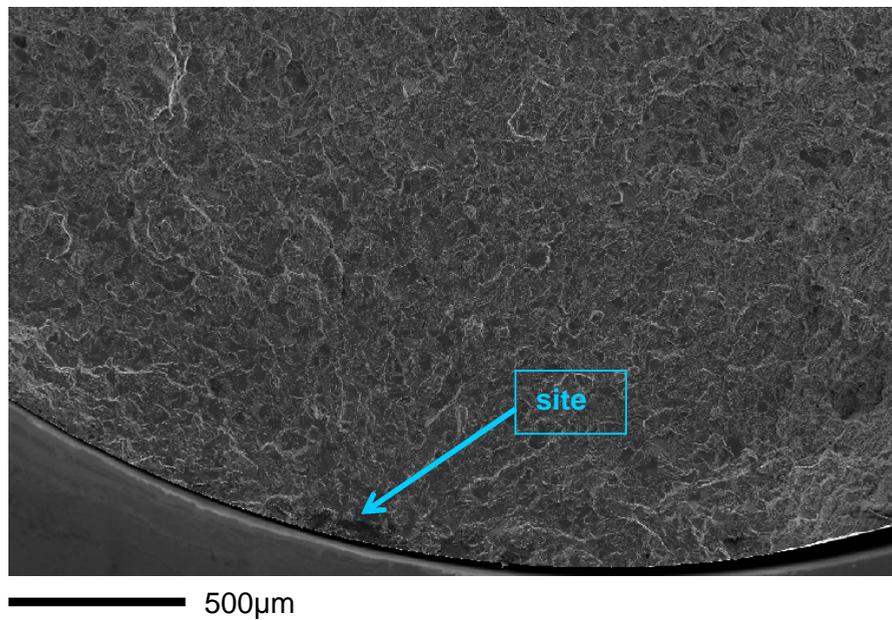


Figure CI10.2 Situation du site d'amorçage sur la zone de clivage

Le site est situé à environ 100µm du bord de l'échantillon. Sa taille est d'approximativement 10µm.

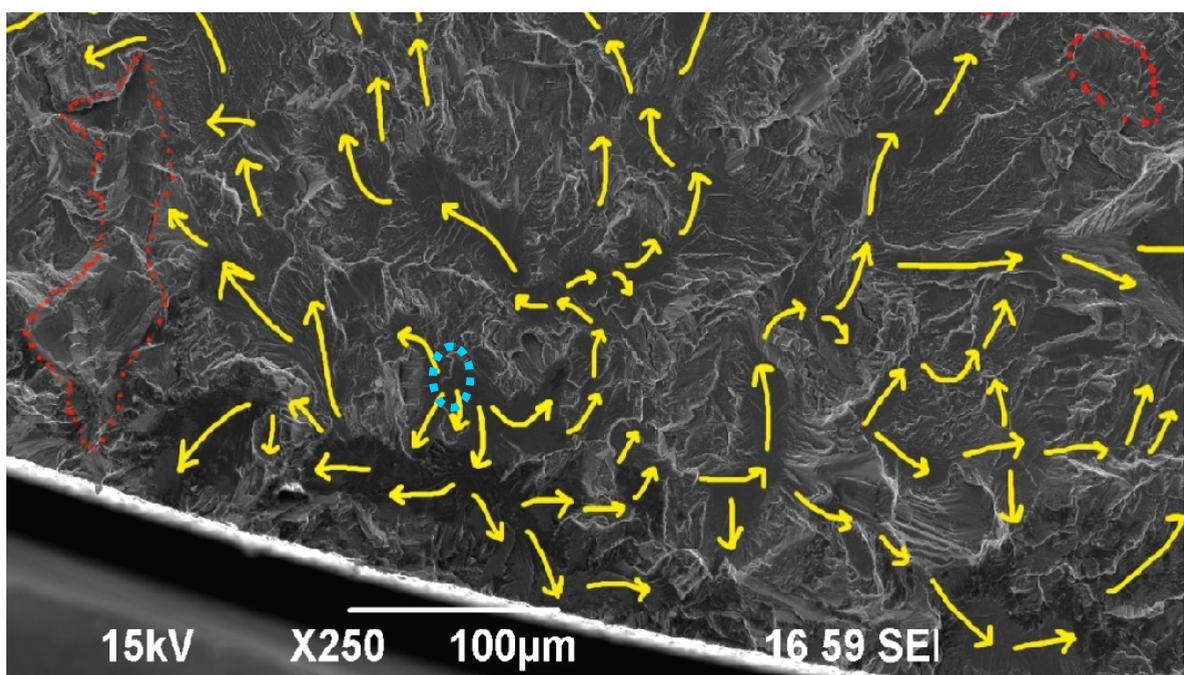


Figure CI10.3 Amorçage et propagation de la fissure (site d'amorçage en bleu et propagation du clivage en jaune).

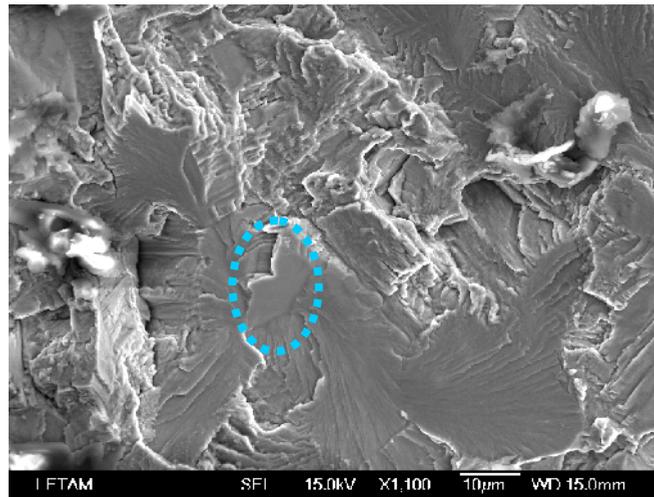


Figure CI10.4 Site d'amorçage signalé avec ligne pointillée bleue

II. Analyses EBSD

La cartographie EBSD réalisée directement sur le faciès de rupture permet d'identifier l'orientation du site d'amorçage (Fig. CI10.5). La normale au plan basal est inclinée de 27° par rapport à l'axe de sollicitation.

L'inclinaison de la facette a été déterminée par la méthode détaillée au chapitre II. On obtient 24° par rapport à la normale. On rappelle que la méthode utilisée donne l'inclinaison de la facette avec une incertitude de $\pm 3^\circ$. Par conséquent, en comparant cette analyse avec l'analyse EBSD, on confirme que le plan de clivage est un plan basal.

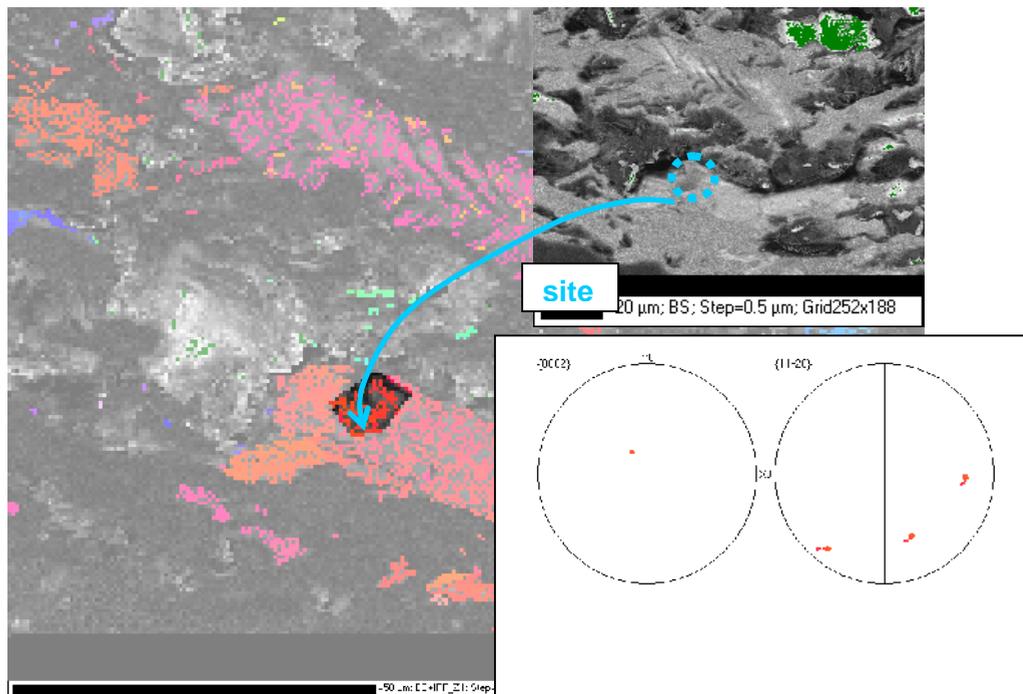
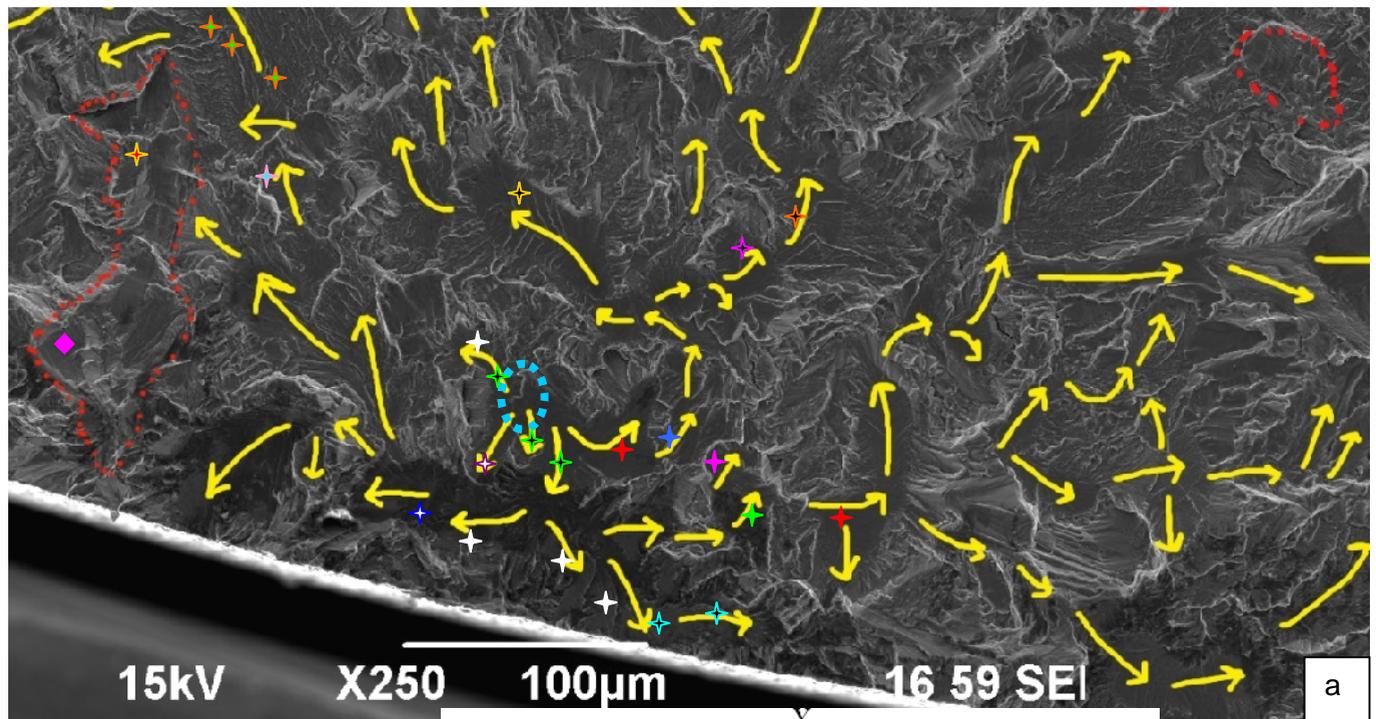
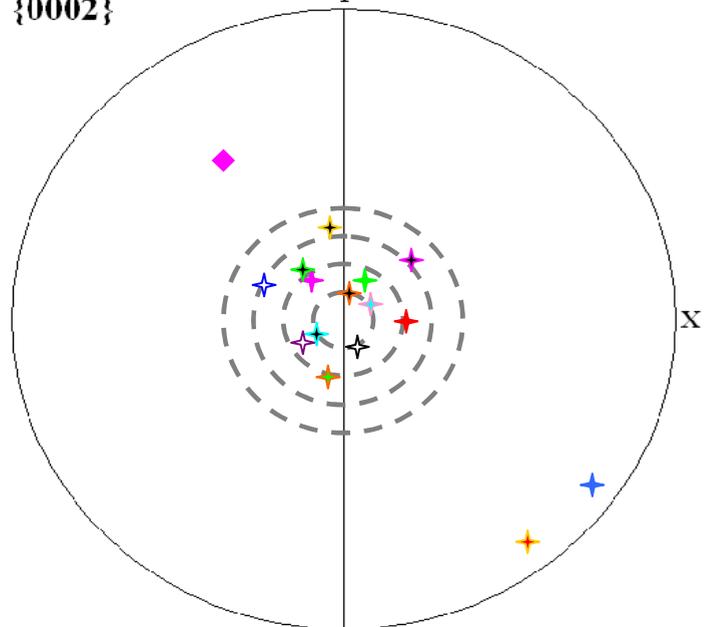
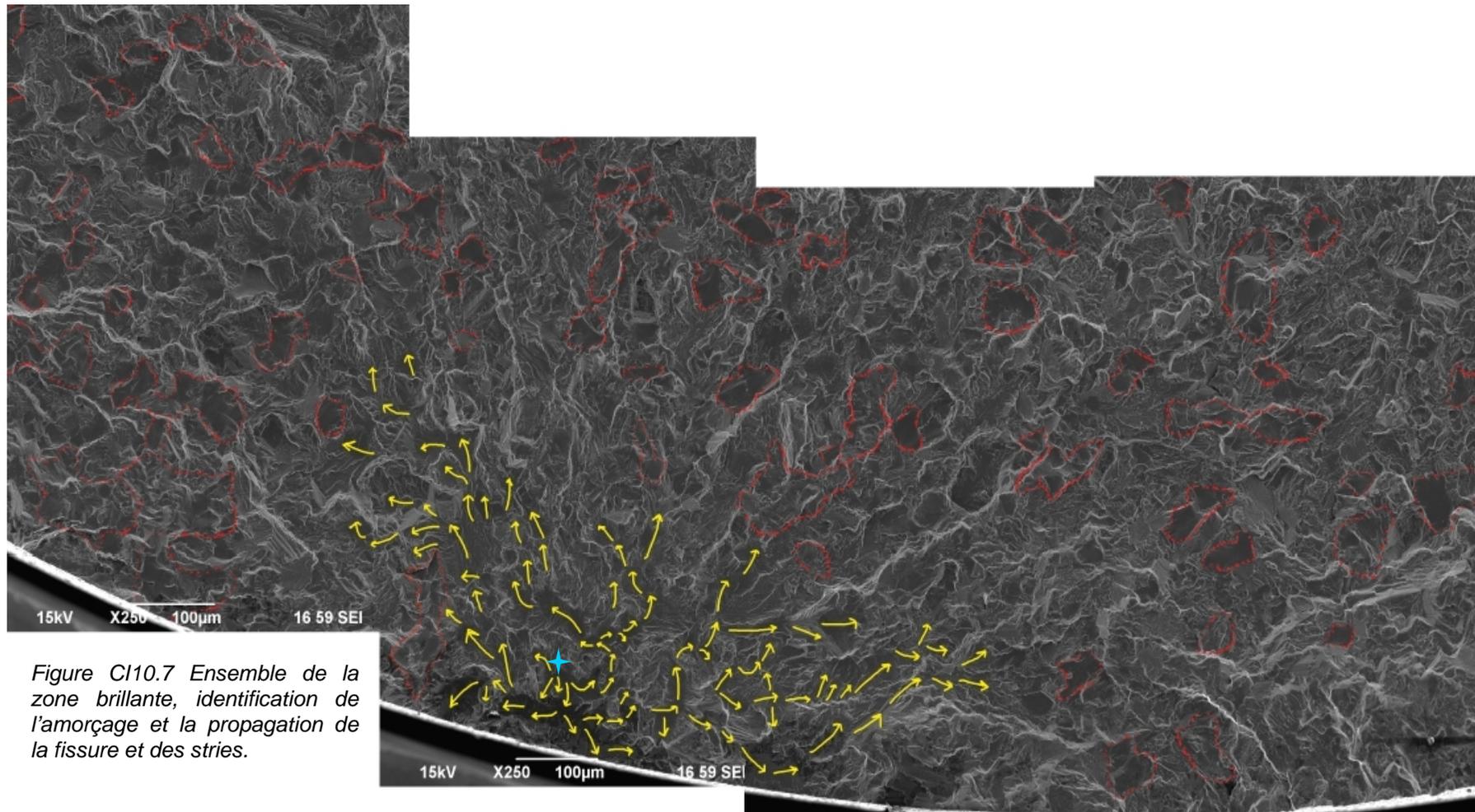


Figure CI10.5 Cartographie automatique sur le site d'amorçage de la fissure

Identification du chemin de propagation de la fissure

 $\{0002\}$ 

CI10.6 Indexation manuelle sur de facettes de clivage, a) zone indexée, b) Figure de pôles

Propagation de la fissure (en jaune) et zone avec des stries (en rouge)

La zone de propagation qui est bien définie par le suivi des facettes de clivage, est délimitée avec une ligne pointillée en jaune sur la figure suivante (fig. CI10.8). Cette zone a une taille approximative de $0,1\text{mm}^2$.

En dehors de cette zone, il existe encore des facettes de clivage mais il n'est plus possible de reconstruire le chemin de propagation de la fissure (car les facettes sont très isolées les unes par rapport aux autres et ont un environnement proche constitué de stries et de cupules). La distance du site jusqu'aux stries est pour les plus proches $190\mu\text{m}$, pour les plus éloignées $1,4\text{mm}$. Les zones à stries sont séparées entre elles d'une distance qui varie entre $129\mu\text{m}$ et $700\mu\text{m}$.

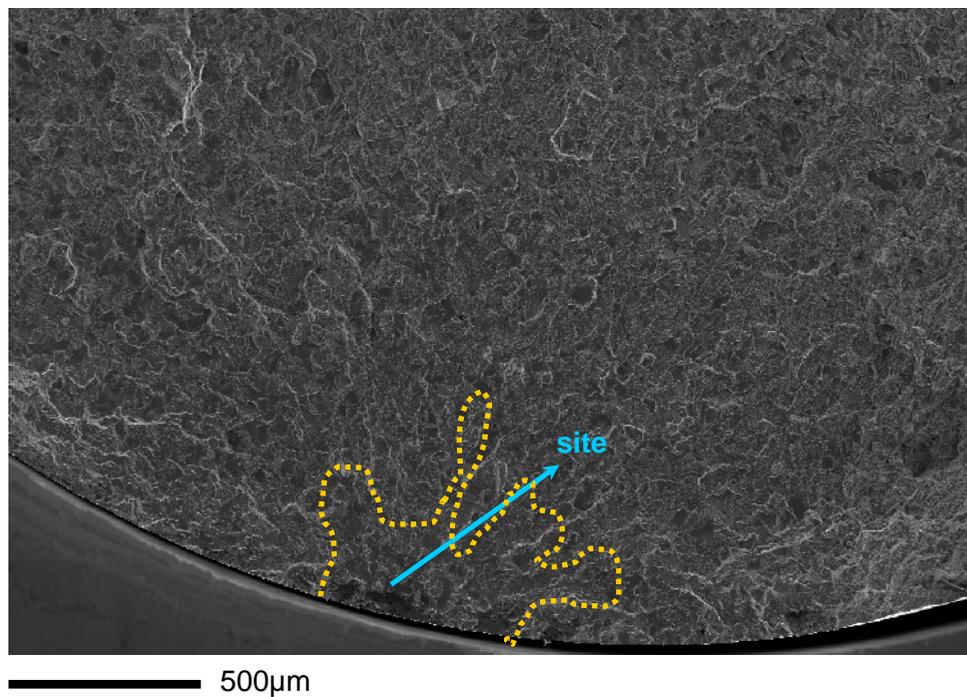


Figure CI10.8 Localisation de la zone de propagation bien définie par le suivi des facettes de clivage (jaune)

Zone à stries

On rappelle que la zone de propagation contient plusieurs stries de fatigue. On a sélectionné quelques grains présentant des stries de fatigue pour mesurer leurs orientations cristallologiques (par indexation manuelle des diagrammes EBSD) (Fig. CI10.9).

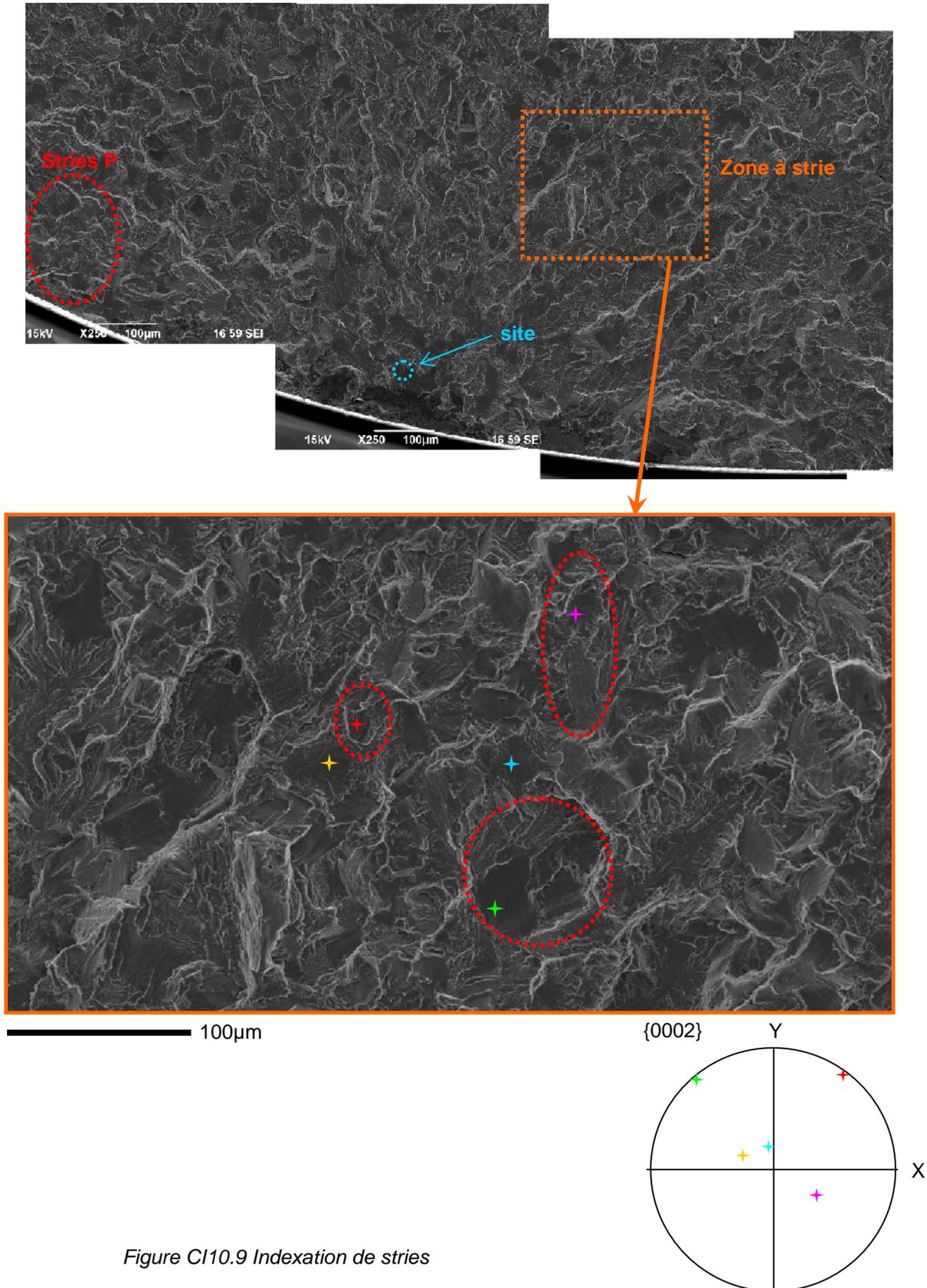


Figure CI10.9 Indexation de stries

Les zones entourées avec une ligne pointillée rouge sont des stries où l'indexation est réalisée en mode manuel. On trouve des orientations de grains dont l'axe \bar{c} est entre 40° et 90° de la direction de sollicitation. Il faut noter que la zone à stries qui a une orientation cristallographique telle que l'axe \bar{c} est à 40° de la direction de sollicitation (indexée avec étoile rose) n'est très visible du fait de la présence de cupules (Fig. CI10.10).

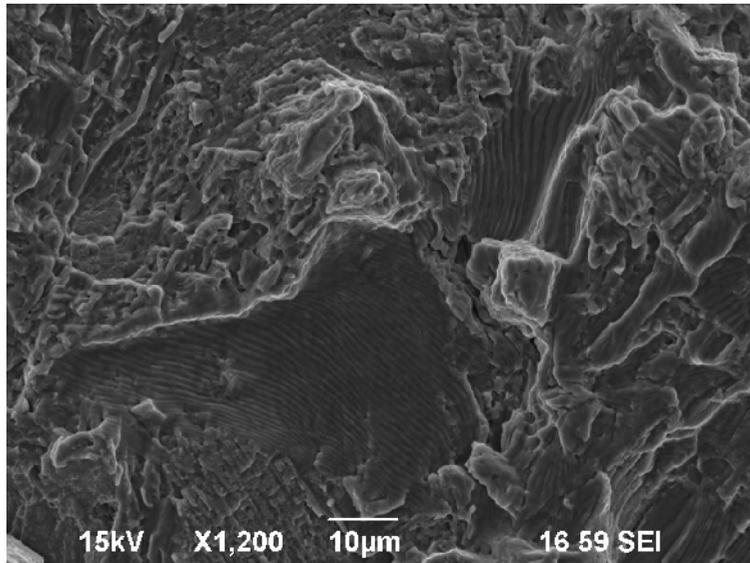


Figure CI10.10 Exemple d'une zone à stries

L'image suivante montre les stries signalées dans la figure CI10.11 comme Stries 'P'. Grâce à cette figure, on peut confirmer le sens de propagation de la fissure. La distance entre les stries augmente à mesure que la fissure se propage (flèche jaune sur la figure CI10.11 et CI10.11).

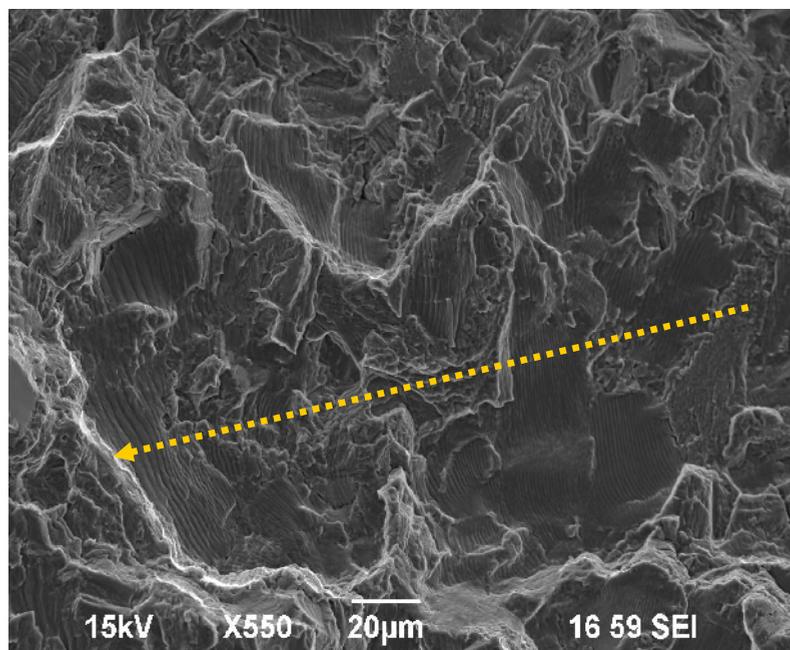


Figure CI10.11 Stries en propagation de la fissure (flèche : sens de la propagation)

Cartographies EBSD de la zone d'amorçage après un 1^{er} polissage

La figure CI10.12 présente la microstructure de type bimodale aux environs du site d'amorçage après un léger polissage. Cette figure peut être comparée à la figure CI10.5 qui visualise le site d'amorçage et le chemin de propagation de la fissure directement sur la surface de fracture.

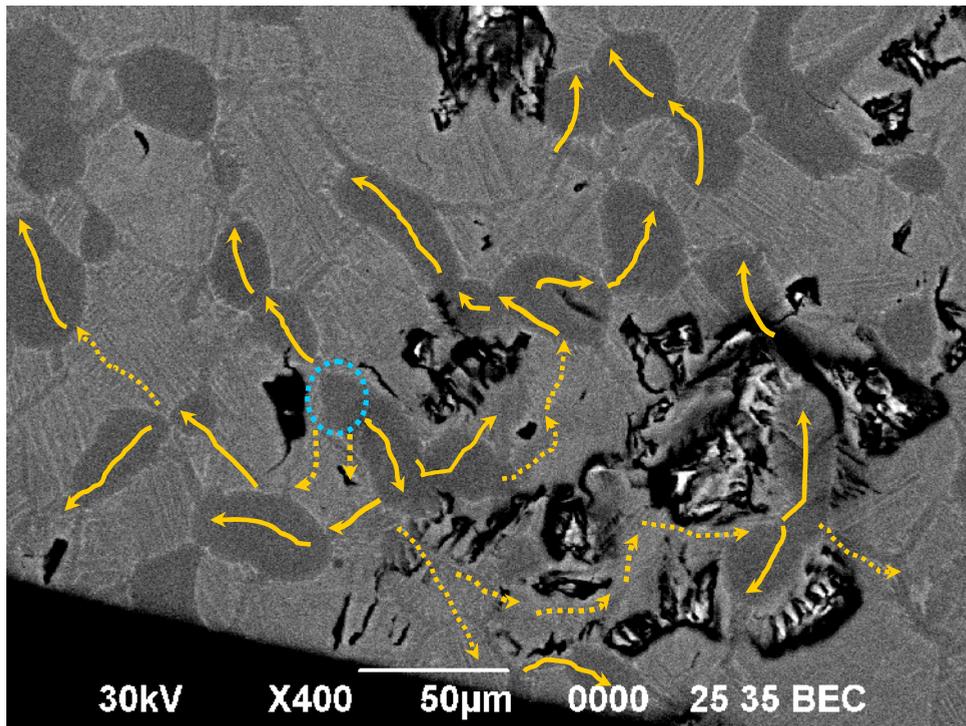


Figure CI10.12 Microstructure de la zone polie aux environs du site d'amorçage (flèches complètes : clivage en p , flèches pointillées : propagation de la fissure en s)

Le site d'amorçage, entouré en pointillé, est encore visible après le 1^{er} polissage (fig. CI10.12). Il s'agit d'un grain p ; Les flèches jaunes indiquent le chemin de propagation de la fissure. On remarque que les facettes de quasi-clivage correspondent essentiellement aux grains p .

La figure CI10.14 présente la carte EBSD de la zone polie aux environs du site d'amorçage et les figures CI10.15 et CI10.16 montrent la carte EBSD de toute la partie inférieure de l'échantillon, après un 2nd polissage (quelques dizaines de microns en dessous du site d'amorçage).

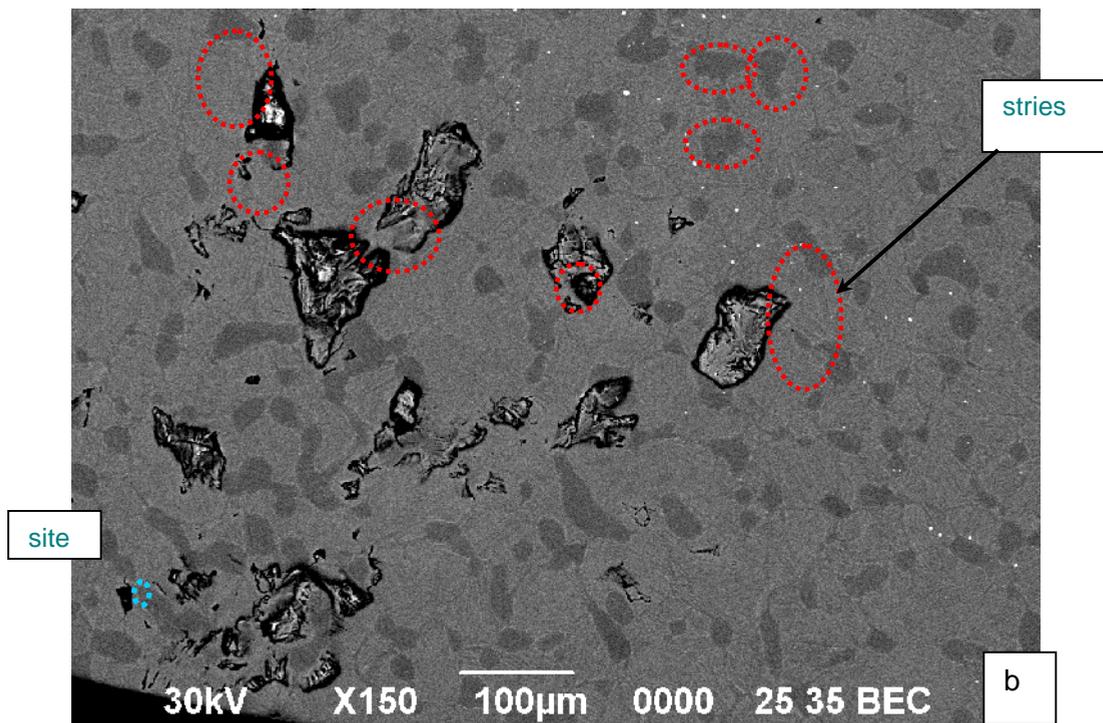
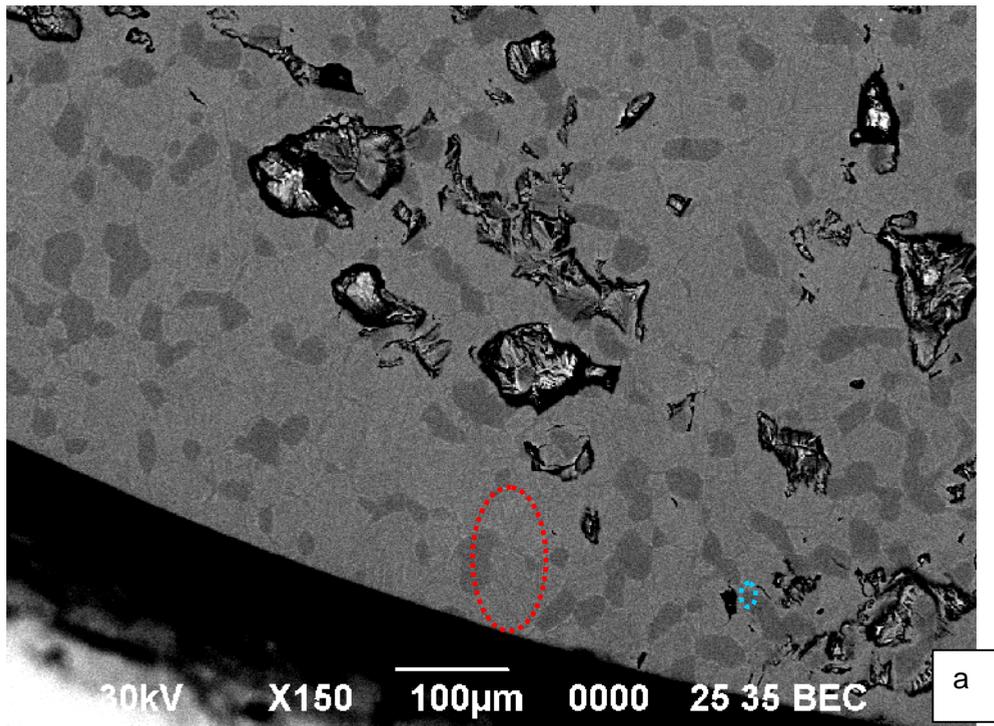


Figure CI10.13 Microstructure de la zone polie aux environs des zones présentant avant polissage des stries de fatigue (zone encerclée en pointillé rouge).

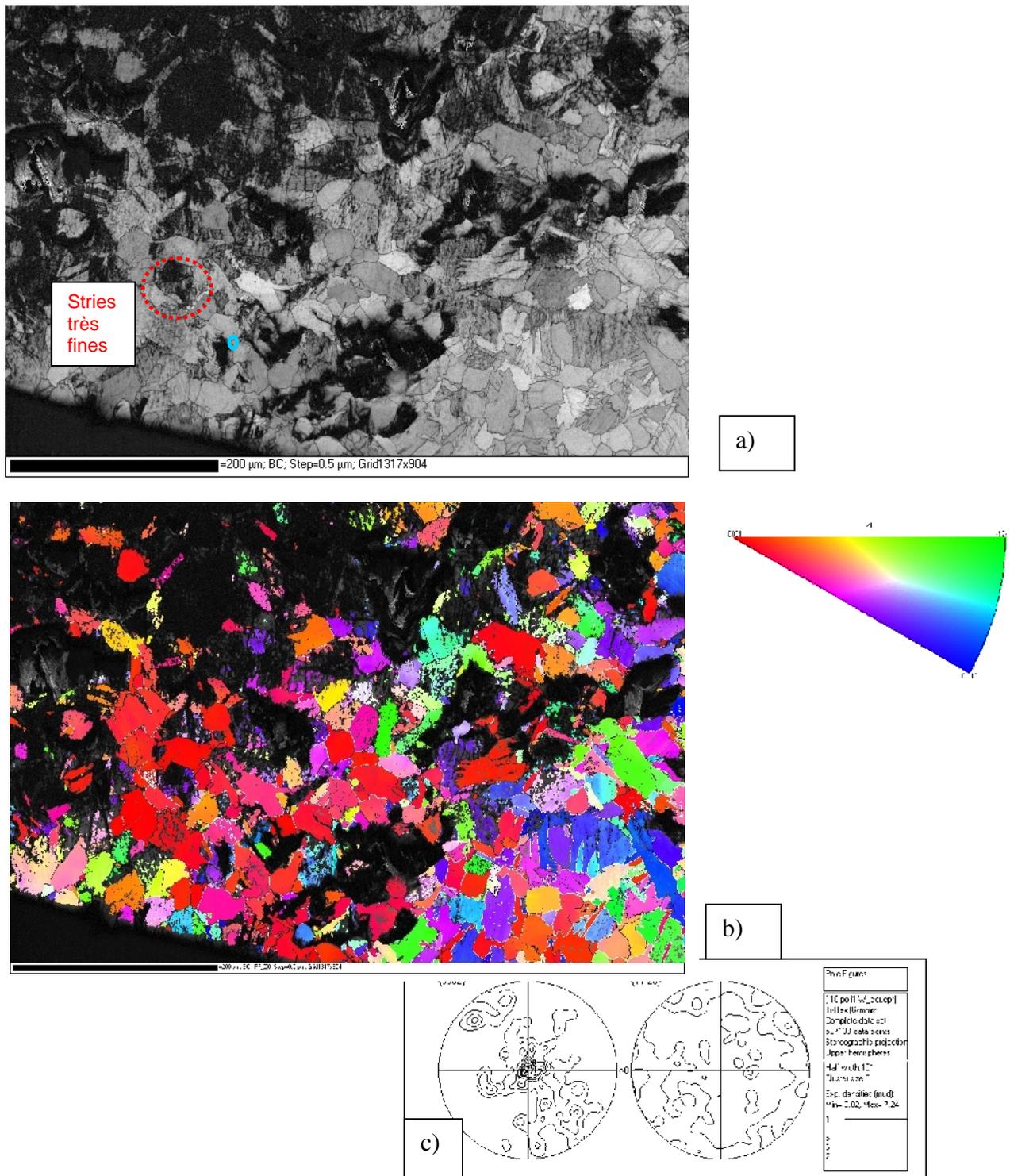


Figure CI10.14 Cartographie EBSD de la zone polie aux environs du site d'amorçage
 a) Cartographie du contraste de bande permettant de révéler la microstructure (les zones sombres correspondent soit à des zones non polies soit à des zones présentant avant polissage des stries de fatigue et pour lesquelles les diagrammes de Kikuchi sont de très mauvaise qualité)
 b) Cartographie d'orientations suivant le code de couleur du triangle standard//Z=axe de sollicitation (les joints de désorientations angulaires $> 15^\circ$: en blanc, les joints de désorientations angulaires $< 15^\circ$: en noir – la carte contient quelques erreurs d'indexation)
 c) Figures de pôles $\{0002\}/\{11-20\}$ obtenues avec l'ensemble des mesures d'orientations

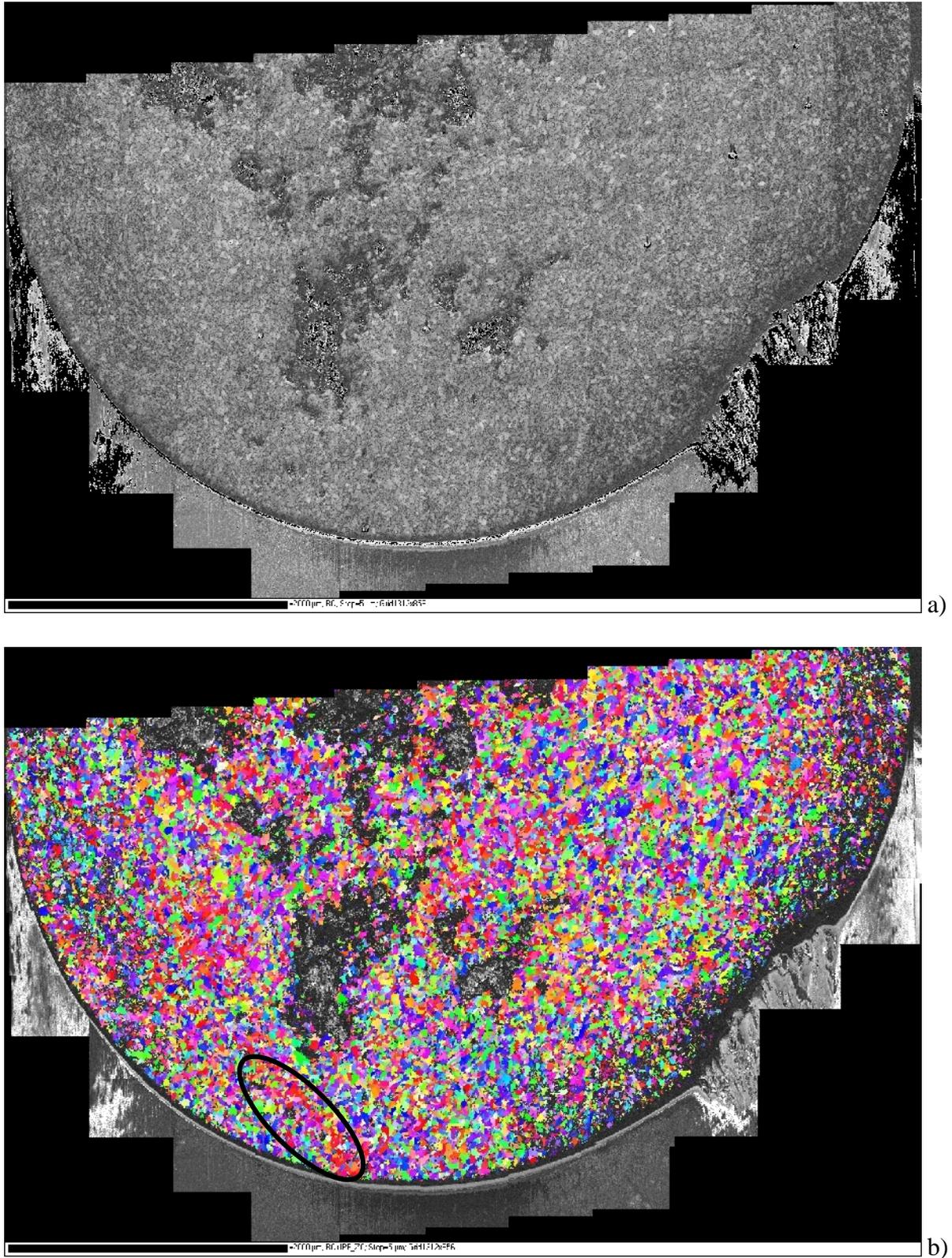


Figure CI10.15 Cartographie EBSD d'une partie de la section transverse de l'échantillon après un 2^{ème} polissage

a) Cartographie du contraste de bande

b) Cartographie d'orientations suivant le code de couleur du triangle standard//Z=axe de sollicitation

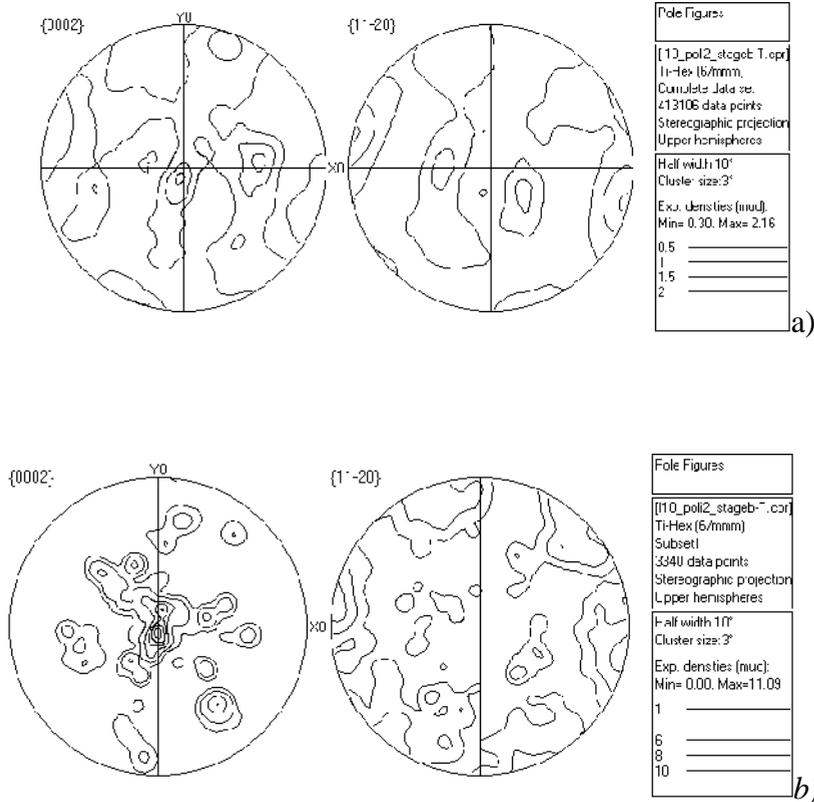


Figure CI10.16 Figure de pôles $\{0002\}/\{11-20\}$

- a)** obtenues avec l'ensemble des mesures d'orientations de la carte EBSD fig. CI10.17
b) obtenues avec les orientations de la zone encadrée en blanc fig. CI10.17 (quelques dizaines de micro en dessous du site d'amorçage)

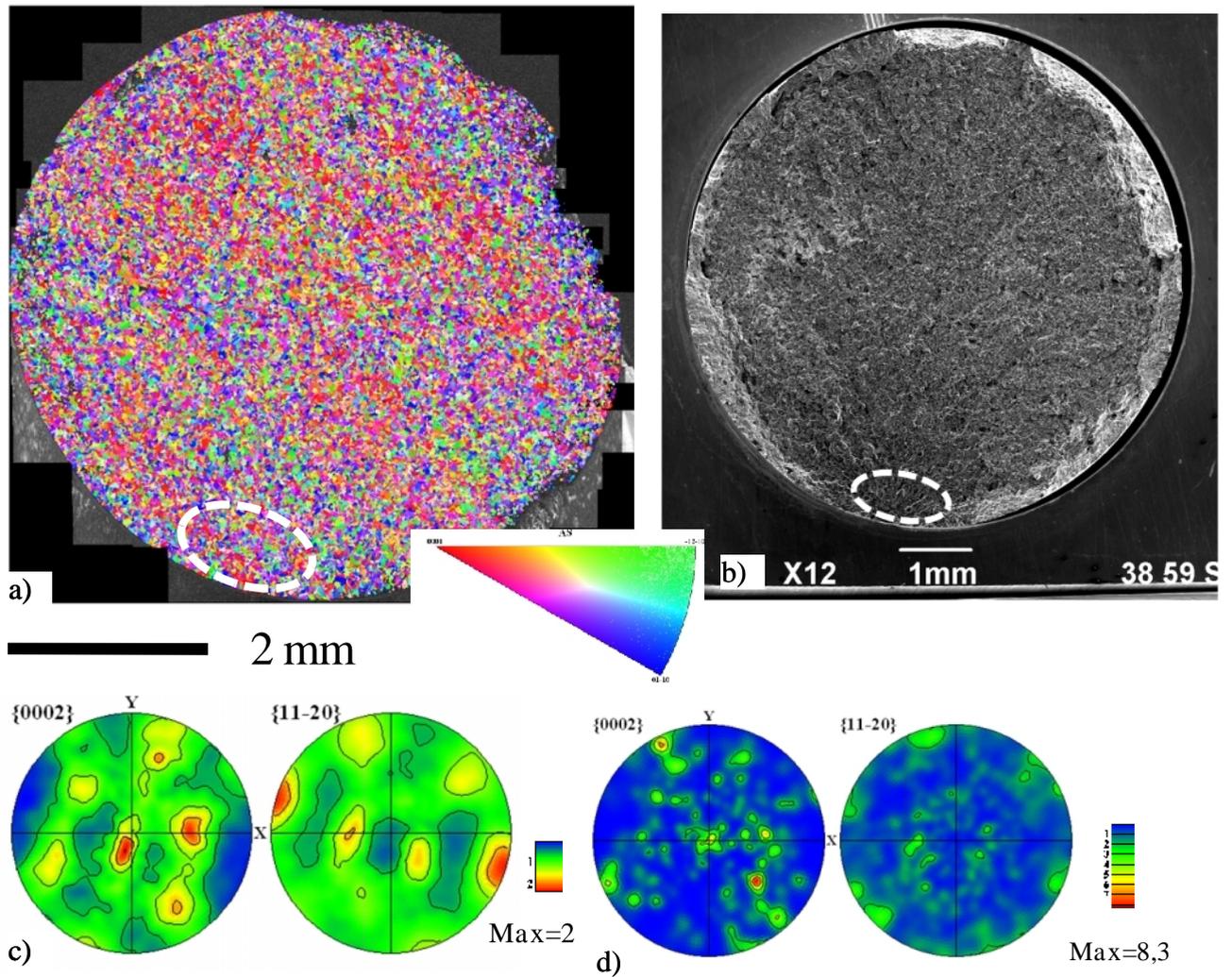


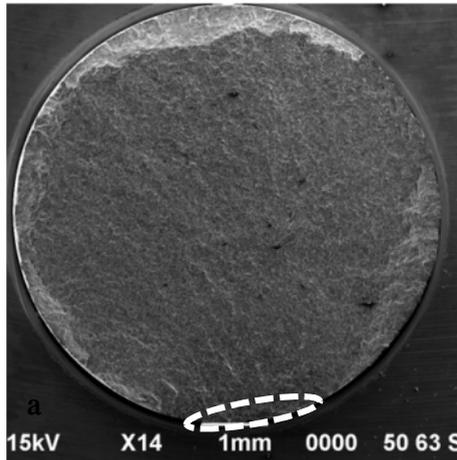
Figure CI10.17 Cartographie EBSD de la section transverse

a) Cartographie d'orientations suivant le code de couleur du triangle standard//Z=axe de sollicitation ; b) Micrographie optique avant polissage ; c) Figures de pôles obtenues avec l'ensemble des mesures d'orientations de la carte EBSD ; d) Figures de pôles obtenues avec les orientations la région brillante (encerclée en blanc)

ANNEXE éprouvette D Ext 260 (9074 cycles)

I. Analyse fractographique

Micrographie électronique



Cet échantillon présente une région brillante de petite taille, entourée par une ligne pointillée blanche sur la figure DE260.1.

La partie complémentaire de la surface de l'échantillon est caractéristique d'une fracture ductile. L'aspect de la surface est très peu accidenté.

La zone couverte par le quasi-clivage couvre 0,58% (0,175 mm²) et les stries – 2,4% (0,72 mm²) de la surface de l'éprouvette

Figure DE260.1 Image MEB, identification de la zone de clivage

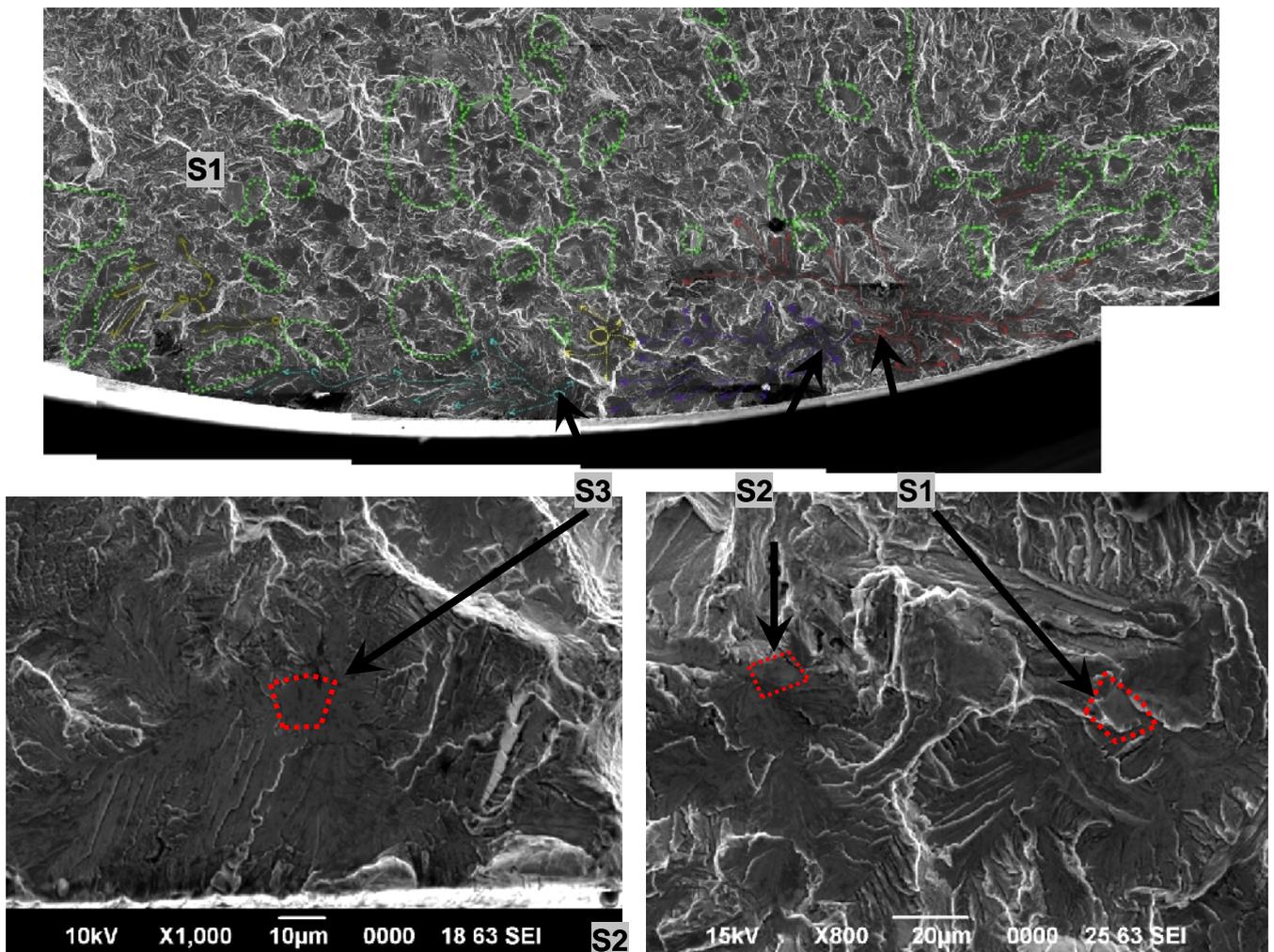


Figure DE260.2 Sites d'amorçage primaire S1 et des sites secondaires S2, S3 délimités par les lignes pointillées rouges

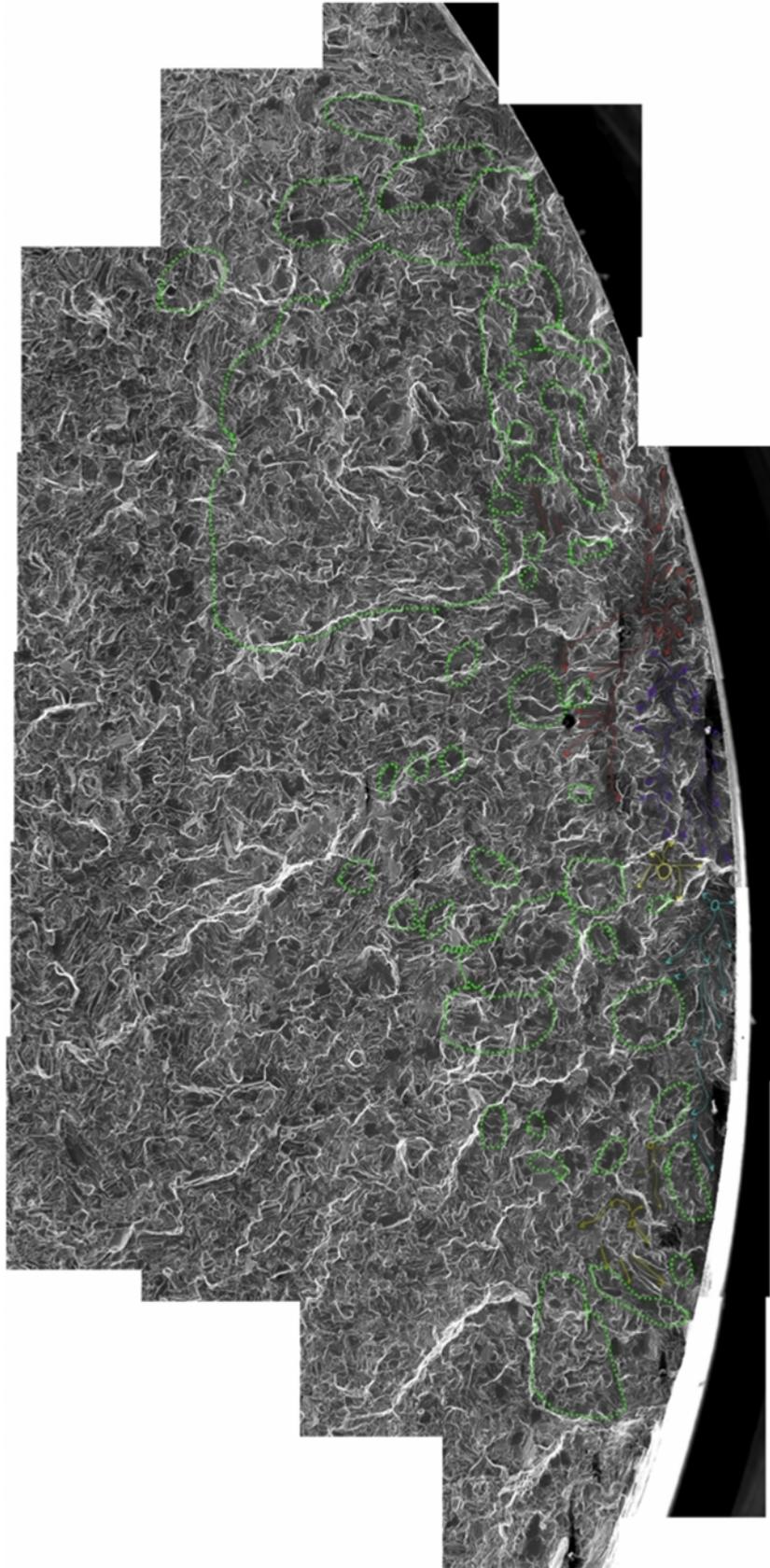
Identification des sites d'amorçage et de leur propagation

Figure DE260.3 Identification des sites d'amorçage de la région R1; contour vert- les stries de fatigue

II. Cartographies EBSD

- Microstructure

La figure DE260.4 présente la microstructure de type bimodale à $100\ \mu\text{m}$ de profondeur par rapport au site d'amorçage S1. On remarque la présence des grains équiaxes μ d'environ $25\ \mu\text{m}$ dans une matrice constituée de lamelles d'environ $1\ \mu\text{m}$ d'épaisseur, organisées colonies de petite taille. La précipitation GB aux ex joints de grains est visible.

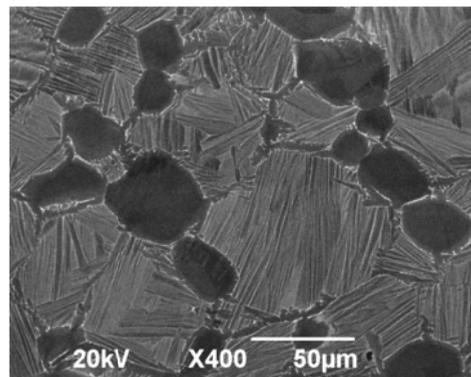


Figure DE260.4 Microstructure de la zone polie, $100\ \mu\text{m}$ sous le site principal S1

Cartographie EBSD de la section transverse de l'échantillon

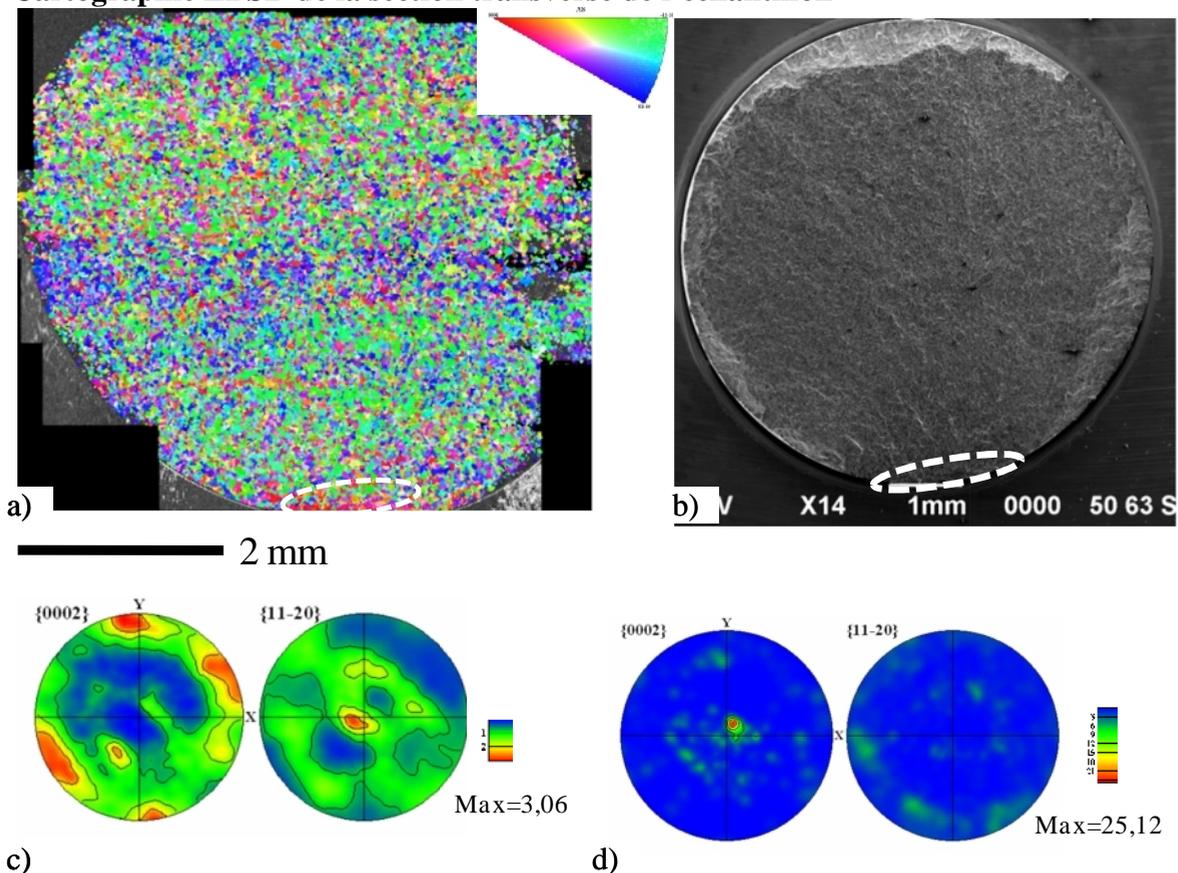


Figure DE260.5 Cartographie EBSD de la section transverse

a) Cartographie d'orientations suivant le code de couleur du triangle standard//Z=axe de sollicitation, b) Micrographie électronique avant polissage, c) Figure de pôles obtenues avec l'ensemble des mesures d'orientations de la carte EBSD, d) Figure de pôles obtenues avec les orientations de la région brillante (entourées en blanc).

ANNEXE éprouvette B Ext 10 (5671 cycles)

I. Analyse fractographique

Micrographie électronique

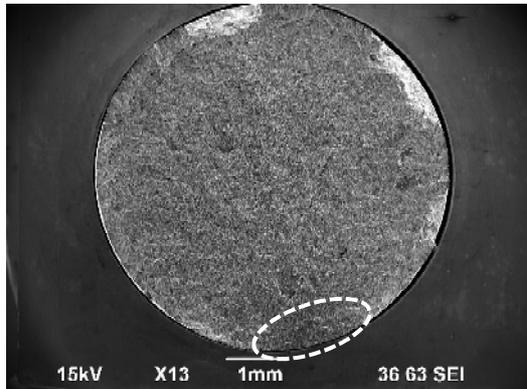


Figure BE10.1 Image MEB, identification de la zone de clivage

Cet échantillon présente une région brillante entourée par une ligne pointillée blanche sur la figure BE10.1. La partie complémentaire de la surface de l'échantillon est caractéristique d'une fracture ductile. L'aspect de la surface est peu accidenté.

Identification des sites d'amorçage et de leur propagation

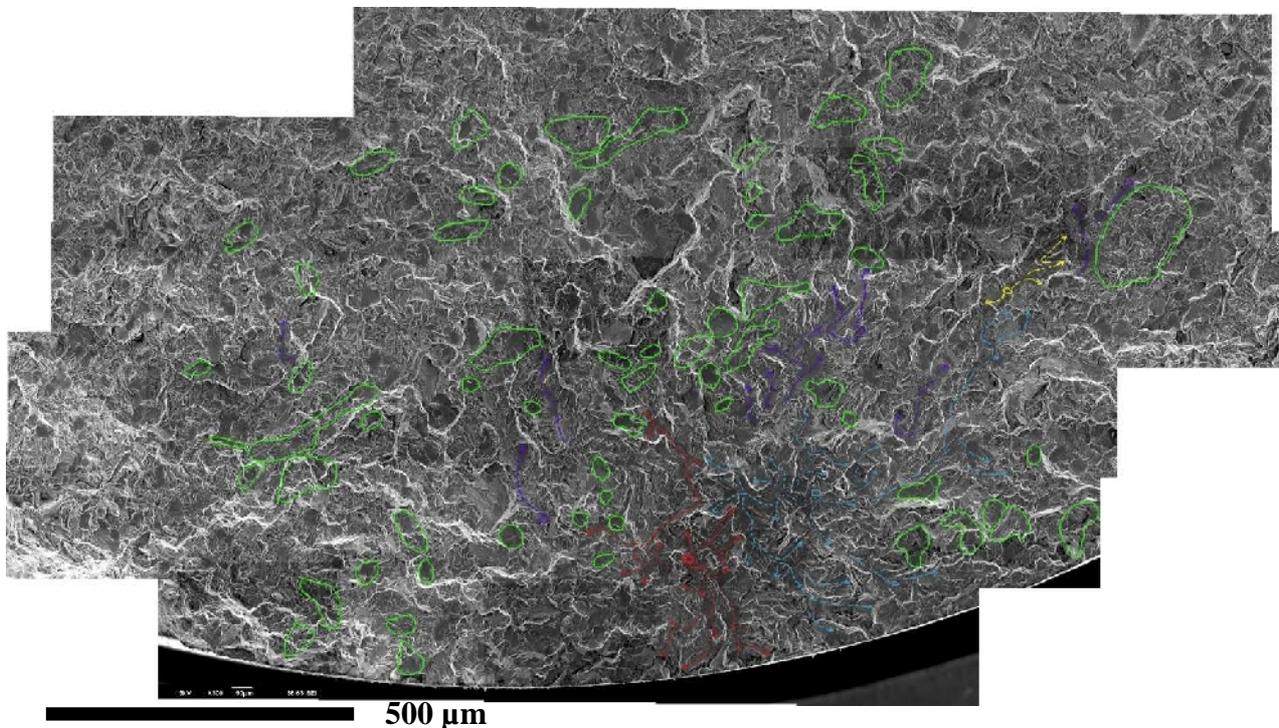
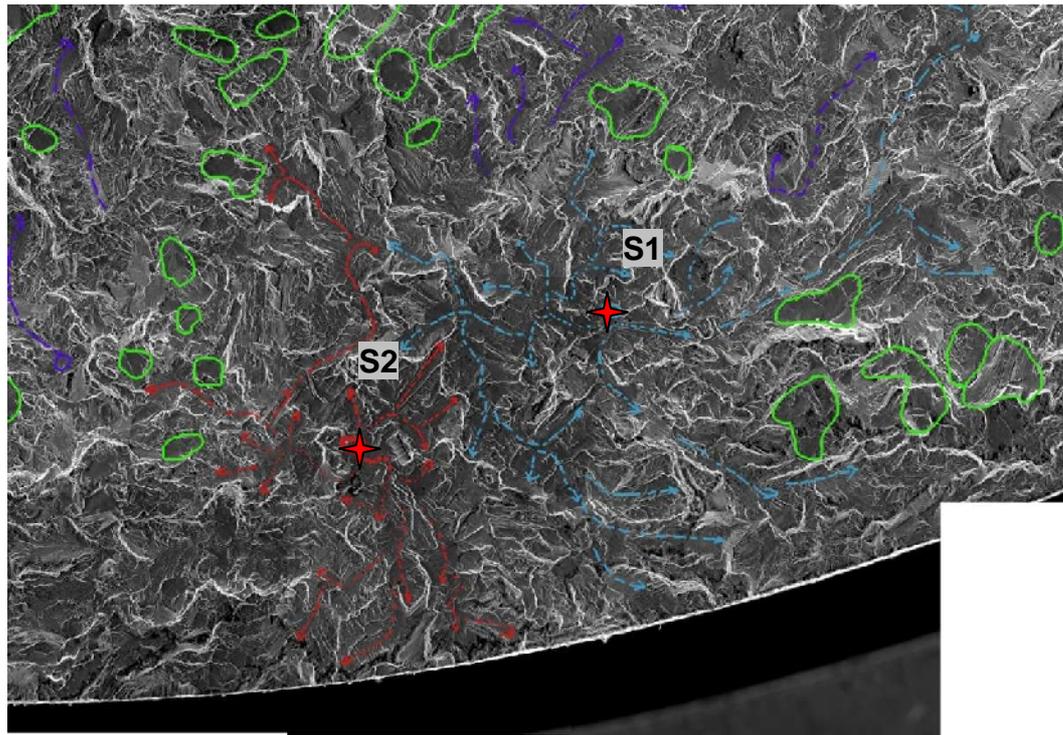
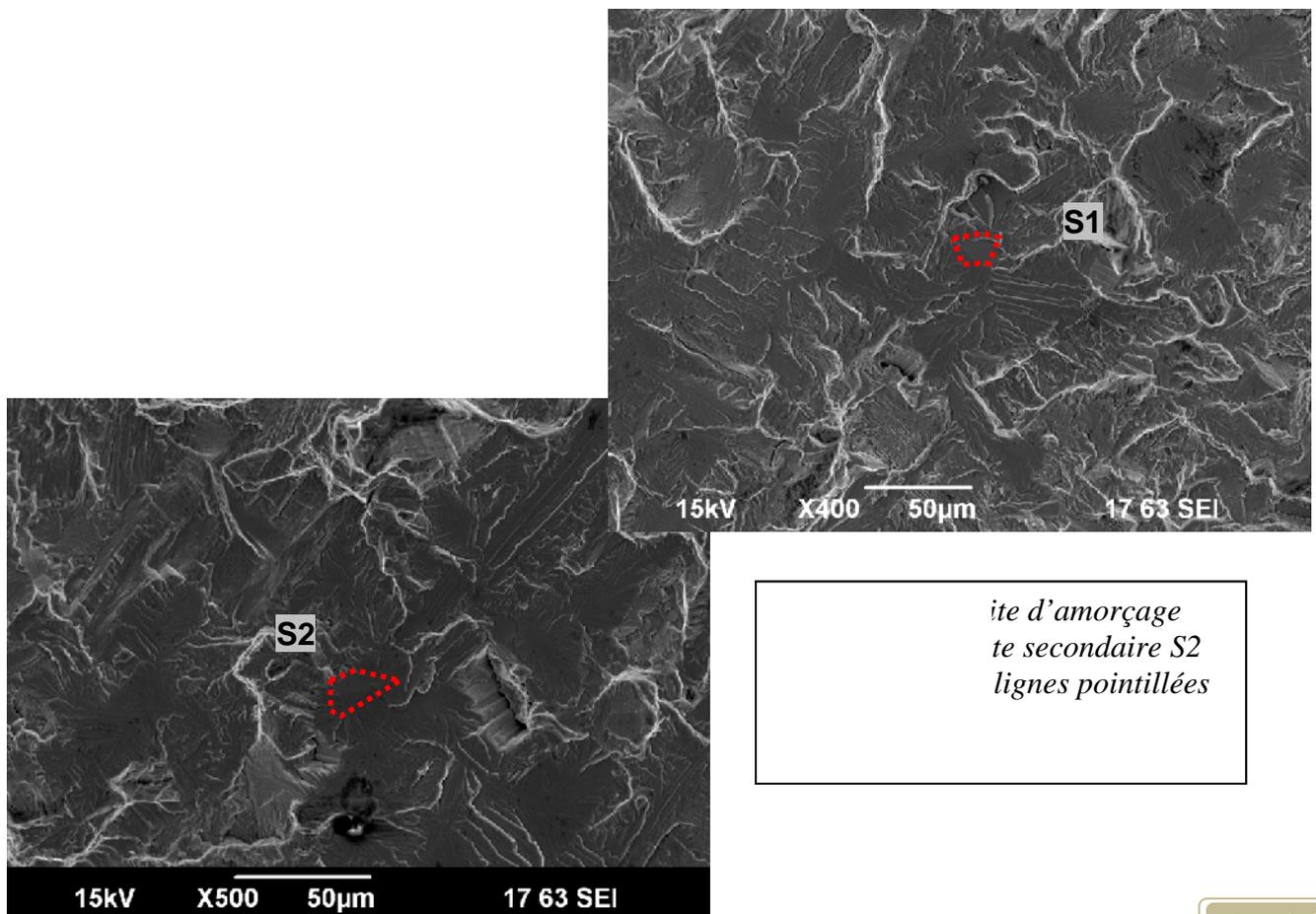


Figure BE10.2 Identification des sites d'amorçage S1(en bleu): site d'amorçage principal, S2(en rouge) site d'amorçage secondaire ; en violet- des sites de réamorçage lors de la propagation de la fissure ; contour vert- les stries de fatigue



100 μm

Figure BE10.3 Amorçage et propagation de la fissure (site d'amorçage S1 en rouge et propagation par quasi-clivage en bleu, site d'amorçage S2 en rouge et propagation par quasi-clivage en rouge). zones à stries entourées par des lignes vertes



ite d'amorçage
te secondaire S2
lignes pointillées

II. Cartographies EBSD

- Microstructure

La figure BE10.5 présente la microstructure de type bimodale à 100 μm de profondeur par rapport au site d'amorçage S1. On remarque la présence des grains equiaxes α_P d'environ 25 μm dans une matrice constituée de lamelles d'environ 1 μm d'épaisseur, organisées plutôt en colonies de petite taille. La précipitation α_{GB} aux ex joints de grains β est visible.

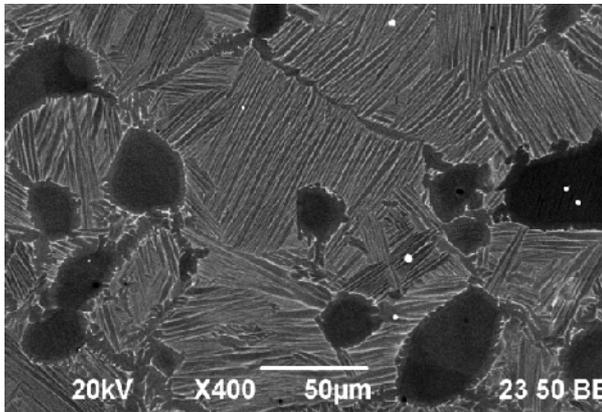


Figure BE10.5 Microstructure de la zone polie, 100 μm sous le site principal S1

Cartographie EBSD de la section transverse de l'échantillon

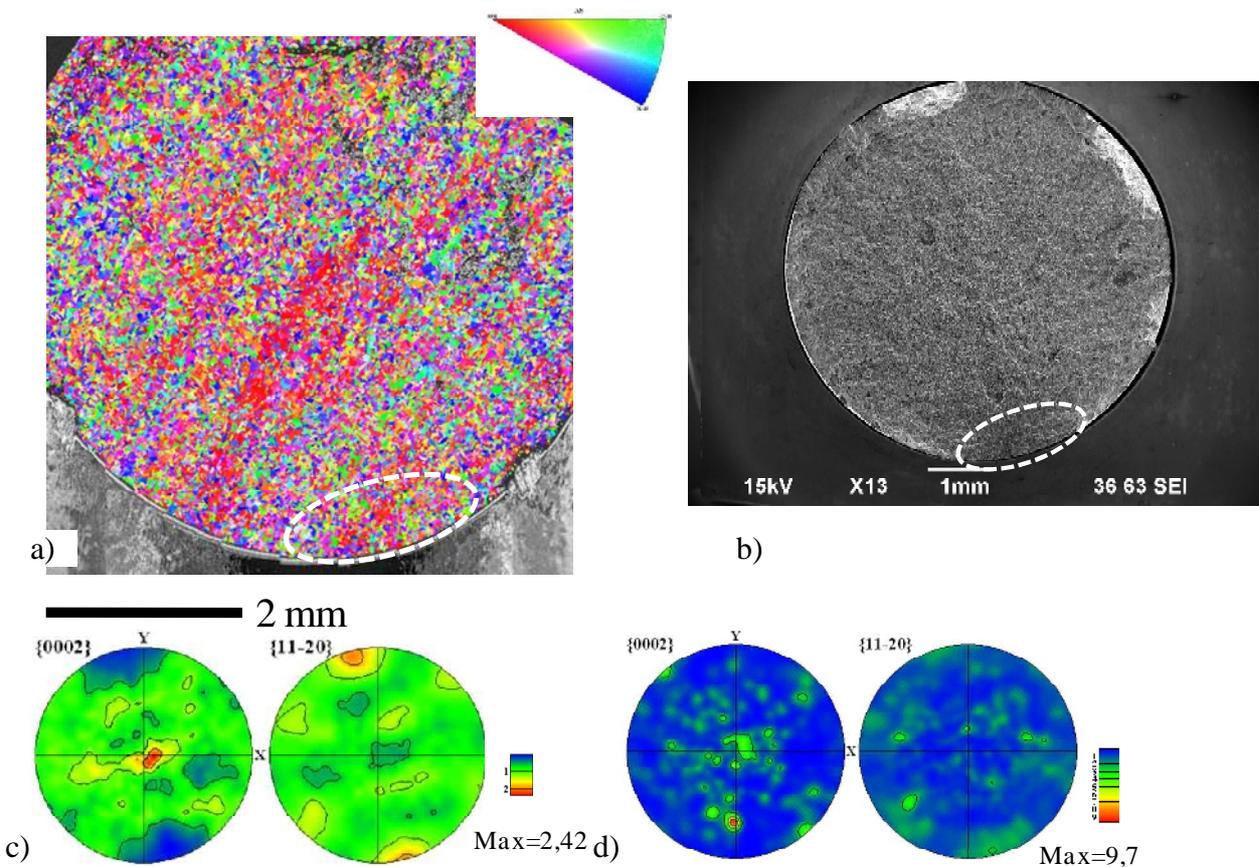


Figure BE10.9 Cartographie EBSD de la section transverse

a) Cartographie d'orientations suivant le code de couleur du triangle standard//Z=axe de sollicitation, b) Micrographie électronique avant polissage, c) Figure de pôles obtenues avec l'ensemble des mesures d'orientations de la carte EBSD, d) Figure de pôles obtenues avec les orientations de la région R1 (entourée en blanc)

ANNEXE éprouvette C Ext 130(3407 cycles)

I. Analyse fractographique

Micrographie optique et électronique

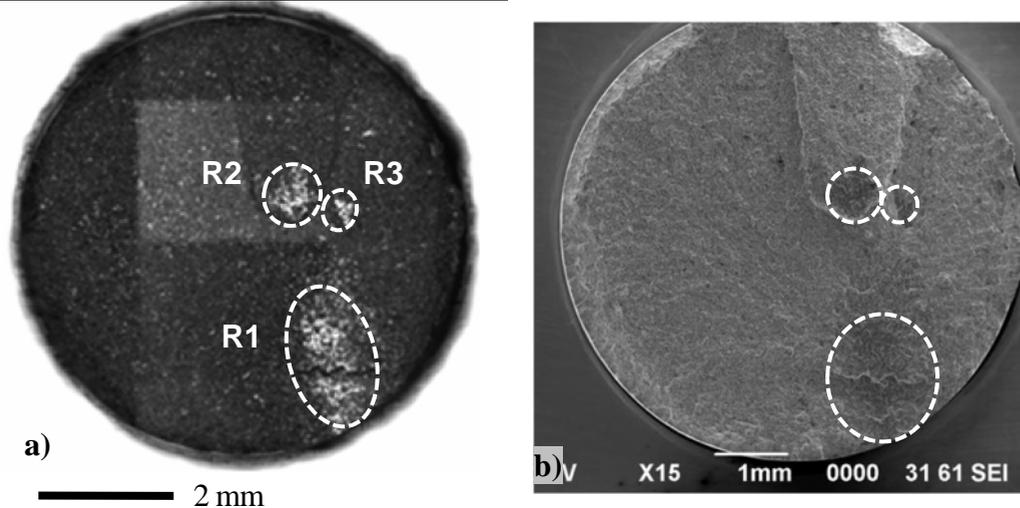


Figure CE130.1 Image MEB, identification de la zone de clivage

Cet échantillon présente trois régions brillantes (R1, R2, R3) entourées par des lignes pointillées blanches sur la figure CE130.1. La partie complémentaire de la surface de l'échantillon est caractéristique d'une fracture ductile. L'aspect de la surface est accidenté.

Identification des sites d'amorçage et de leur propagation

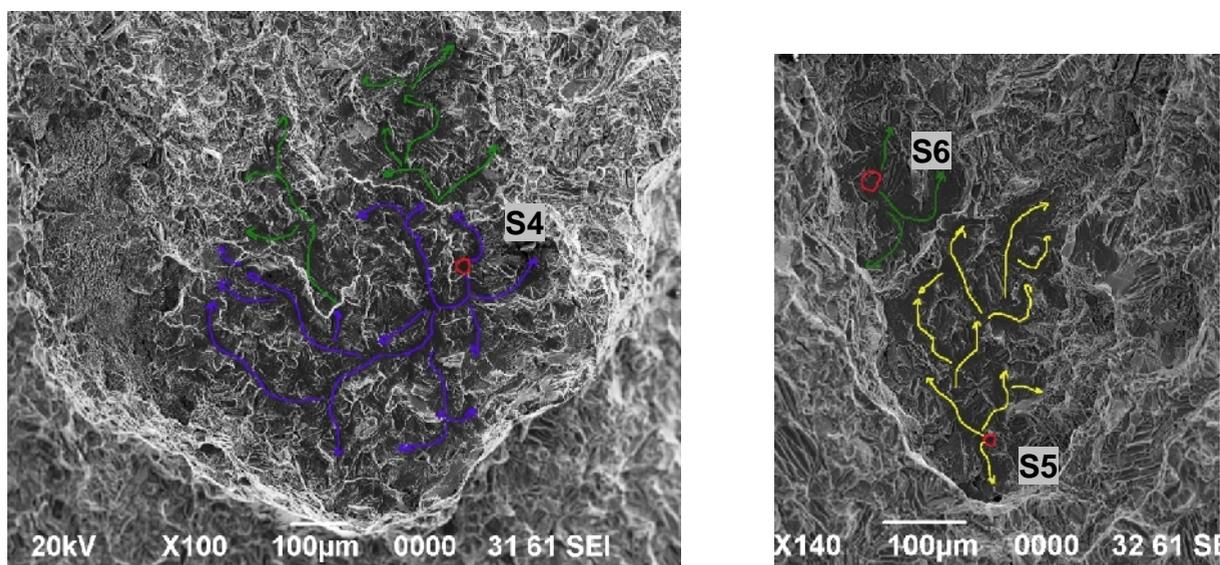


Figure CE130.2 Identification des sites d'amorçage secondaires (S4, S5, S6) des régions R2 et R3

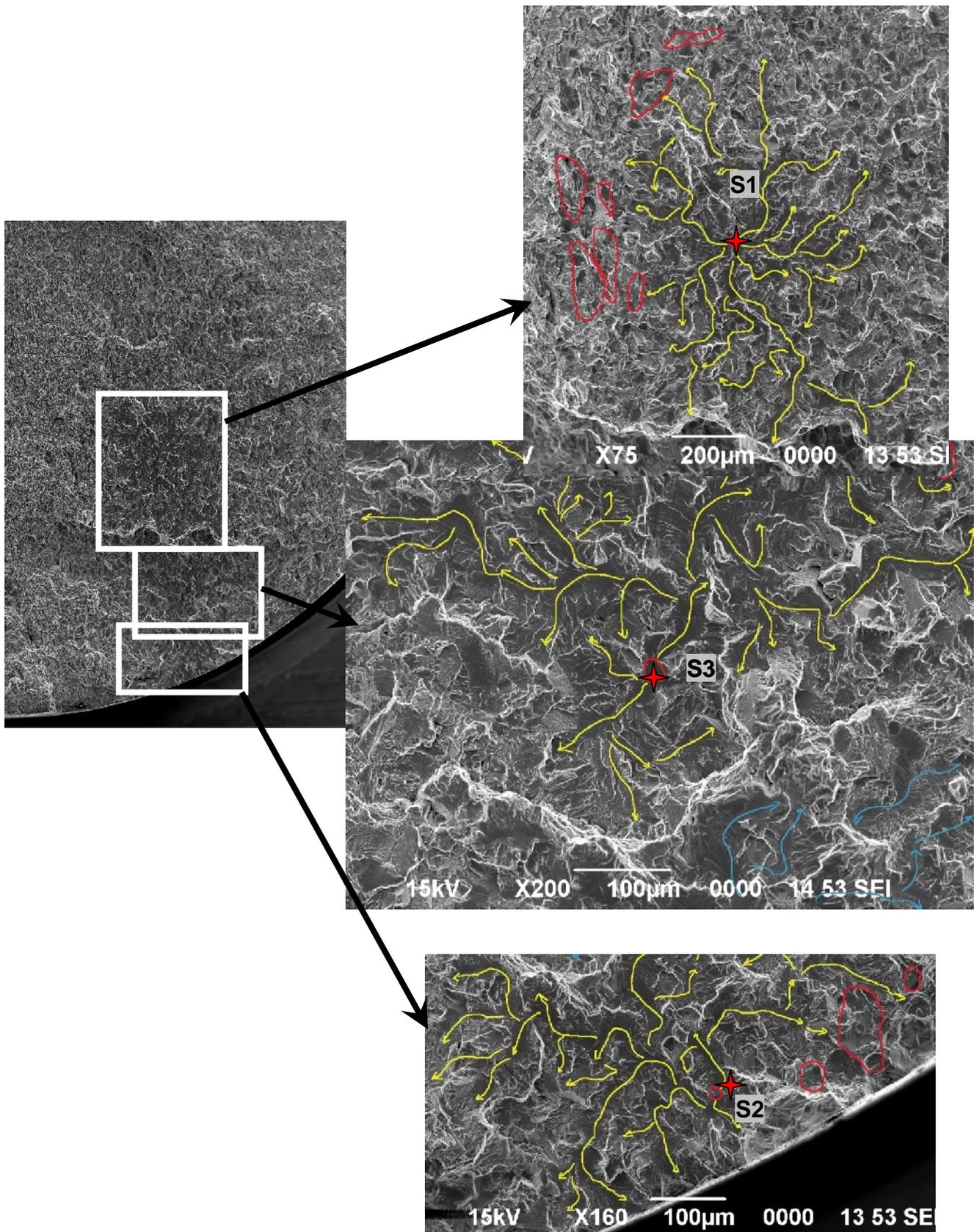


Figure CE130.3 Identification des sites d'amorçage de la région R1 et R3 : S1- site d'amorçage principal, S2 et S3- sites d'amorçage secondaires ; contour rouge- les stries de fatigue

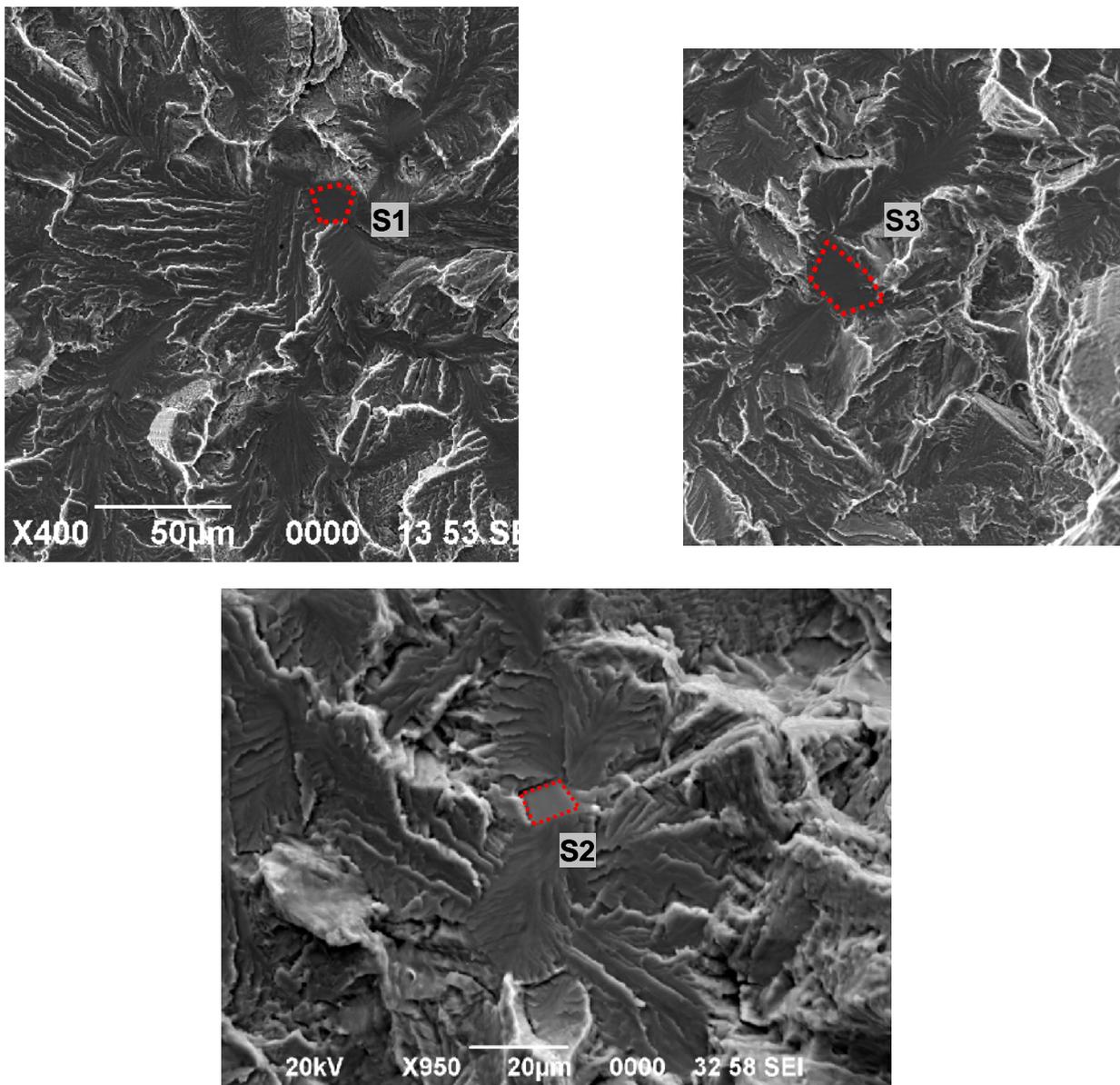


Figure CE130.4 Sites d'amorçage primaire S1 et sites secondaires S2, S3 délimités par les lignes pointillées rouges

II. Cartographies EBSD

- Microstructure

La figure CE130.5 présente la microstructure de type bimodale à 100 μm de profondeur par rapport au site d'amorçage S1. On remarque la présence des grains équiaxes ρ d'environ 25 μm dans une matrice constituée de lamelles de plus de 1 μm d'épaisseur, organisées en larges colonies. La précipitation GB aux ex joints de grains est visible.

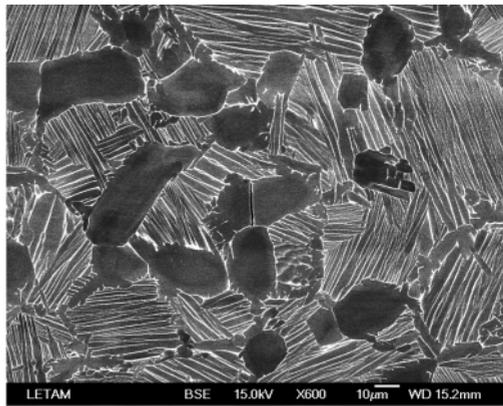


Figure CE130.5 Microstructure de la zone polie, 100 μm sous le site principal S1

Cartographie EBSD de la section transverse de l'échantillon

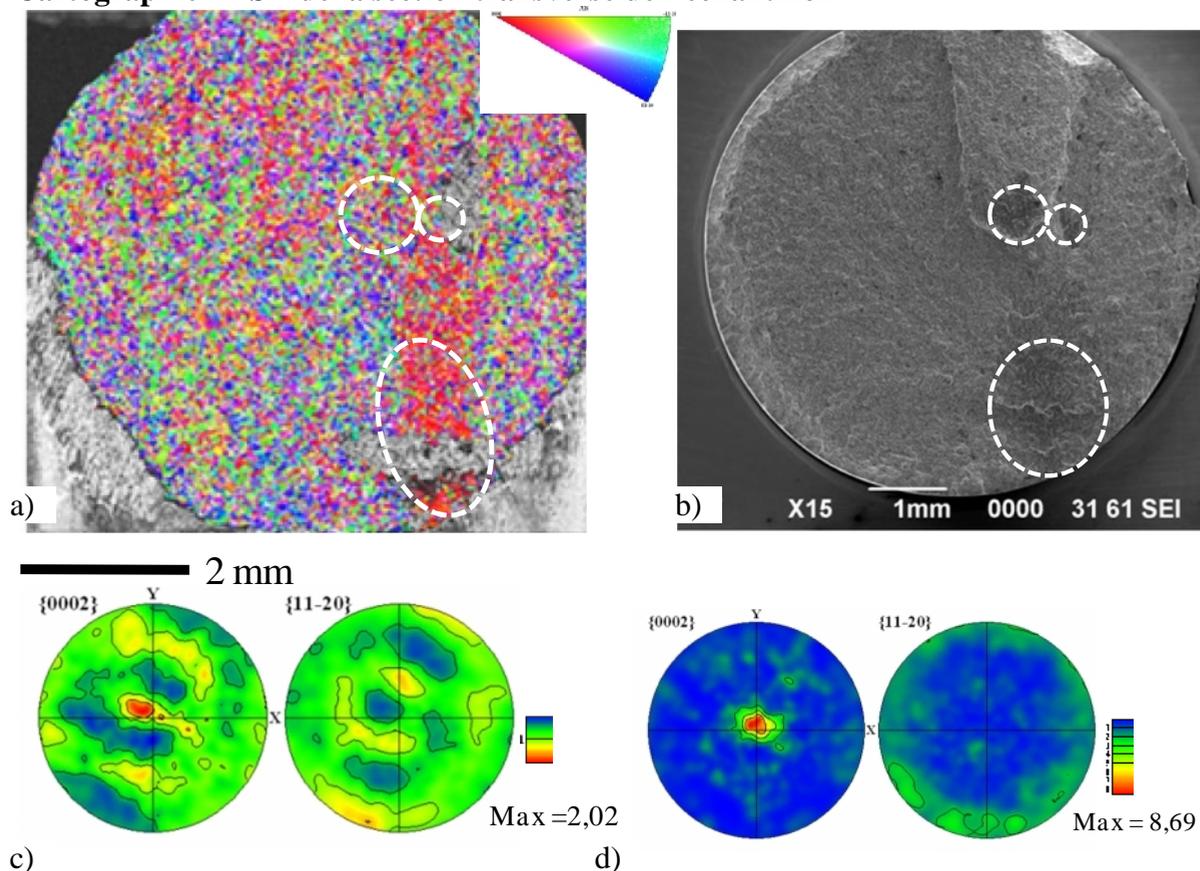


Figure CE130.9 Cartographie EBSD de la section transverse

a) Cartographie d'orientations suivant le code de couleur du triangle standard //Z=axe de sollicitation, b) Micrographie électronique avant polissage, c) Figure de pôles obtenues avec l'ensemble des mesures d'orientations de la carte EBSD, d) Figure de pôles obtenues avec les orientations des régions R1, R2, R3 (entourées en blanc).