

# Influence de l'hydrogène sur les propriétés mécaniques de deux alliages de titane, le T40 (grade 2) et le TA6V ELI (grade 23) par une approche locale de la rupture

**A. POLONI<sup>a,b</sup>, A. OUDRISS<sup>a</sup>, J. CREUS<sup>a</sup>, C. BERZIOU<sup>a</sup>, E. CONFORTO<sup>a</sup>, S. COHENDOZ<sup>a</sup>, S. FRAPPART<sup>b</sup>, T. MILLOT<sup>b</sup>, A. MATHIS<sup>b</sup> et X. FEUGAS<sup>a</sup>**

[alexandre.poloni@univ-lr.fr](mailto:alexandre.poloni@univ-lr.fr)

a. Laboratoire des Sciences de l'Ingénieur pour l'Environnement UMR-CNRS 7356 - Université de La Rochelle - Avenue Michel Crépeau - 17042 La Rochelle – France

b. Naval Group Research - Technocampus Ocean - 5 rue de l'Halbrane - 44340 Bouguenais – France

**Mots clés :** Alliages de titane, T40, Grade 2, TA6V ELI, Grade 23, protection cathodique, eau de mer artificielle, fragilisation par l'hydrogène, hydrures, approche locale de la rupture, propriétés mécaniques

## Résumé

Les effets de l'absorption d'hydrogène sur deux alliages de titane placés sous polarisation cathodique en eau de mer artificielle sont étudiés. Le T40 (Grade 2) monophasé  $\alpha$  et le TA6V ELI (Grade 26) biphasé  $\alpha/\beta$  ont été choisis pour mettre en évidence les interactions entre les différentes microstructures et l'hydrogène puis leurs conséquences sur les propriétés mécaniques des alliages.

Différentes cinétiques d'absorption en hydrogène ainsi que la formation d'hydrures ont été mises en évidence. Ces hydrures ont été caractérisés par différentes techniques (DRX, MEB, EBSD et MET). Par ailleurs, une approche locale de la rupture est menée en combinant des essais de traction lente suivis de la caractérisation de leur mode de rupture et de calculs par éléments finis sur différents types d'éprouvettes (lisses et entaillées). Ceci afin de définir un critère d'endommagement dépendant de l'état métallurgique, de la teneur en hydrogène et de la formation d'hydrures.

## 1. Introduction

Les alliages de titane sont très utilisés en construction navale pour leur capacité à se protéger contre la corrosion en eau de mer en formant un film passif et stable d'oxyde de titane  $TiO_2$ . Quand ils sont utilisés dans des systèmes avec d'autres matériaux protégés cathodiquement, l'impossibilité de les isoler les place aussi en polarisation cathodiques. La réaction d'évolution de l'hydrogène (REH) peut amener à une absorption d'hydrogène, puis à une éventuelle fragilisation par la formation d'hydrures et/ou des interactions hydrogène/plasticité [Conforto2017, Feugas2018]. Il est alors nécessaire de quantifier l'impact de l'absorption d'hydrogène sur les propriétés mécaniques en fonction des conditions de polarisation cathodique et de l'état métallurgique des alliages. Pour ce faire nous avons choisi d'étudier deux alliages aux caractéristiques différentes, le T40, aussi appelé Grade 2, un alliage de titane commercialement pur monophasé  $\alpha$  et le TA6V ELI, aussi appelé Grade 23, un alliage biphasé  $\alpha/\beta$ . L'objectif de cette étude est d'évaluer l'impact de l'hydrogène sur les propriétés mécaniques des alliages de titane soumis à une polarisation cathodique en eau de mer.

Dans un premier temps, les cinétiques d'absorption d'hydrogène dans ces alliages sont étudiées sous polarisation cathodique dans différents milieux. Ensuite, une approche locale de la rupture est menée par des essais de traction, fractographies, observations MEB et calculs par éléments finis sur différents types d'éprouvettes.

## 2. Procédure expérimentale

### 2.1 Matériaux et éprouvettes de traction

Deux alliages de titane sont étudiés afin de déterminer l'influence des phases  $\alpha$  et  $\beta$  du titane sur le chargement en hydrogène. Le premier est un alliage commercialement pur, le T40 (Grade 2) fourni en laminé par TIMET, et le second est un TA6V ELI (Grade 23) fourni en laminé par AUBERT ET DUVAL. Le TA6V ELI (Grade 23) est plus pur que le TA6V (Grade 5) standard (O <0,13 au lieu de <0,20, Fe<0,25 au lieu de <0,30 et N<0,05 au lieu de <0,07).

Ces matériaux ont été caractérisés par microscopie optique, DRX, MEB, EBSD et MET. Le T40 est monophasé  $\alpha$  avec une structure équiaxe avec des grains de  $46 \pm 10 \mu\text{m}$  et quelques précipités intergranulaires de Fe. Il présente une texture de fibre  $\langle c \rangle$  selon le long de la direction normale au sens de laminage et la majorité des grains ont de fortes désorientations (supérieures à  $15^\circ$ ). Ces joints de grains sont bien percolés. Enfin, il contient une très faible densité de dislocations (qui ne peut pas être estimée précisément). Le TA6V ELI (Grade 23) est biphasé  $\alpha/\beta$  avec une structure bimodale et 6% de  $\beta$  non percolé. Il est composé de grains  $\alpha$  primaires de  $22 \pm 5 \mu\text{m}$ , les  $\alpha$  secondaires de  $9 \pm 5 \mu\text{m}$  et les grains  $\beta$  de  $1,3 \pm 1 \mu\text{m}$ . Des macro-zones d'environ  $150\mu\text{m}$  s'empilent sur toute l'épaisseur de la plaque. Une densité de dislocations de  $9.4 \times 10^{13} \text{m}^{-2}$  a été mesurée par la méthode d'interception.

Deux séries d'éprouvettes de traction, perpendiculaire et parallèle au sens de laminage ont été prélevées dans une plaque de T40 (Grade 2) en raison des orientations cristallographiques observées et de l'impact qu'elles pourraient avoir sur le comportement mécanique selon Bathini *et al.* [Bathini2010]. Dans ces travaux, seule la série perpendiculaire est présentée. Des éprouvettes de TA6V ELI (Grade 23) ont été prélevées parallèlement à la direction du laminage. Pour mener une approche locale de la rupture, cinq types d'éprouvettes axisymétriques ont été usinées : une lisse, deux entailles en U (rayon de 5mm et rayon de 3mm) et deux entailles en V (rayon de 0,25mm et rayon de 0,14mm).

### 2.2 Chargement en hydrogène

Les conséquences de chargements cathodiques ont été principalement étudiées dans deux milieux à  $30^\circ\text{C}$  : en eau de mer artificielle ASTM-D1141 à pH=8 et en milieu NaCl (35g/L) à pH=7. Les potentiels de chargement utilisés varient de -0,8V/ECS à -1,8V/ECS. D'autres chargements ont été effectués en milieu  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (0,1M) à -15mA/cm<sup>2</sup> et à  $20^\circ\text{C}$  mais aussi en milieu  $\text{H}_3\text{PO}_4$  glycérol à -50mA/cm<sup>2</sup> et à  $20^\circ\text{C}$  afin de simuler des chargements de longues durées en milieu naturel.

Des parallélépipèdes de  $10 \times 4 \times 0,5 \text{ mm}^3$  enrobés à froid avec un contact électrique à l'arrière ont été utilisés pour réaliser les courbes représentant l'évolution de la concentration d'hydrogène en fonction du temps de chargement. La concentration en hydrogène est mesurée par spectroscopie de désorption thermique (TDS) en fusion totale. Ces échantillons ont été polis jusqu'à SiC-2400. Les échantillons destinés à l'observation MEB mesurent  $10 \times 10 \times 3 \text{ mm}^3$  et sont polis jusqu'à la finition OPS. La surface perpendiculaire à la direction normale au laminage de la plaque est exposée lors des chargements. La mesure de la quantité d'hydrogène a été réalisée par spectroscopie en thermo-désorption (TDS Horiba EY-600) en fusion totale.

Les éprouvettes de traction ont été chargées sur l'ensemble de leur surface utile à -1,8V/ECS en eau de mer artificielle.

### 2.3 Traction

Les éprouvettes de traction ont été sollicitées dans les 30minutes après la fin du chargement pour minimiser la désorption de l'hydrogène. Ces essais sont réalisés avec une vitesse de  $10^{-5} \cdot \text{s}^{-1}$  sur une machine de fatigue INSTRON 100 kN, et à l'aide d'un extensomètre de base de 10 mm.

Après l'essai mécanique, des disques de 1mm d'épaisseur sont prélevés et analysés par TDS afin de vérifier la concentration en hydrogène.

## 2.4 Observations

Les échantillons de 10x4x3mm ont été caractérisés en DRX après chargement (Brucker advance AXS D8 avec une source de Cu) pour détecter les hydrures possiblement formés. Un microscope à force atomique (AFM) est utilisé pour caractériser l'évolution de la rugosité de surface. Ensuite, des coupes transverses sont observées au MEB et EBSD (FEI Quanta 200 ESEM/FEG with EBSD TSL/EDAX and Zeiss GEMINI with EBSD NORDIF-UF1100) après un polissage OPS et un vibro-polissage MasterMet. Enfin, des lames pour le MET (JEOL JEM 2010) sont réalisées par électro-polissage avec un TENUPO 5 à 20V, -20°C dans une solution composée de 70% de méthanol, 20% de 2-Butoxyethanol et 10% d'acide perchlorique.

Les éprouvettes de traction ont, elles, été observées en fractographie après rupture (JEOL JSM 5410 LV) et en coupes longitudinales pour localiser les dommages.

## 2.5 Modélisation

Les essais de traction sont modélisés à l'aide d'une loi élasto-viscoplastique dans un code d'éléments finis, COMSOL Multiphysics<sup>®</sup> afin d'évaluer la contrainte hydrostatique  $\sigma_m$  et la déformation plastique équivalente  $\varepsilon_{peq}$  au moment de la rupture en tous points des éprouvettes de l'étude [Huez 1996, 1998]. Ces données permettent de tracer des diagrammes représentant les limites à partir desquelles la rupture s'initie dans un espace  $\sigma_m$  versus  $\varepsilon_{peq}$  (déformation plastique équivalente selon Von Mises).

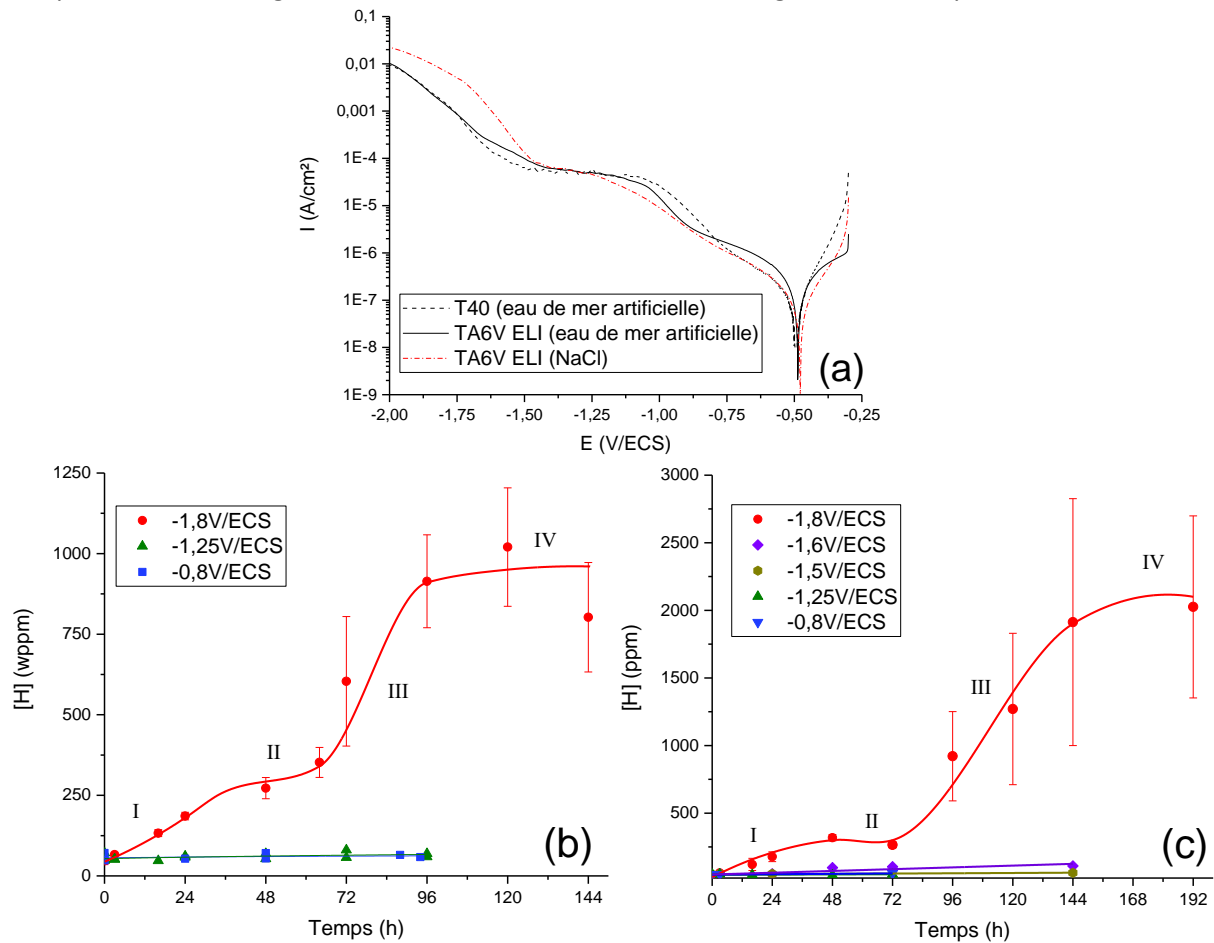
## 3. Résultats et discussions

### 3.1 Absorption en hydrogène

Les courbes de polarisation cathodique du T40 (Grade 2) et du TA6V ELI (Grade 23) en eau de mer artificielle présentées en [Figure 1\(a\)](#) sont similaires, ce qui montre que la réaction d'évolution de l'hydrogène se fait pour les mêmes plages de valeurs. La branche cathodique peut être séparée en trois domaines qui ont permis de sélectionner trois potentiels de chargement (-0,8, -1,25 et -1,8 V/ECS). De plus, en eau de mer, la polarisation cathodique conduit à la précipitation d'un dépôt calco-magnésien qui pourrait influencer la réaction électrochimique. Des essais de polarisation en milieu NaCl ont été réalisés afin de s'assurer que ce dépôt n'influence pas la réactivité dans la plage de temps de l'étude.

La [Figure 1\(b\), \(c\)](#) présente l'évolution de la concentration d'hydrogène dans les deux alliages en fonction du temps de polarisation cathodique en eau de mer artificielle pour plusieurs potentiels de chargement. Pour les potentiels moins négatifs que -1,6V/ECS, l'absorption en hydrogène est très faible sur l'échelle de temps considérée. Cependant, Lunde *et al.* ont mesuré des concentrations plus importantes en hydrogène lors de chargements sur de plus longues périodes avec ces potentiels [Lunde1993, Seiersten2002]. Un comportement particulier est observé pour la polarisation à -1,8V/ECS, la quantité d'hydrogène augmente linéairement avec le temps jusqu'à environ 30h (domaine I), puis, un ralentissement est noté et suggère une modification de la surface de l'échantillon qui pourrait être associée à la formation d'un dépôt calco-magnésien (domaine II). Après 60h de polarisation pour le T40 (Grade 2) et 72 heures pour le TA6V ELI (Grade 23), la quantité d'hydrogène augmente rapidement (domaine III) pour atteindre des valeurs de l'ordre de 1000 wppm après 96h et 2000 wppm après 144h pour le T40 (Grade 2) et le TA6V ELI (Grade 23), respectivement (domaine IV). Dans ce dernier domaine, il peut être noté que le dépôt calco-magnésien couvre entièrement la surface des échantillons et est devenu relativement compact, ce qui réduit considérablement la densité de courant. Des chargements dans des conditions similaires ont été réalisés en milieu NaCl et H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pour éviter la formation du dépôt calco-magnésien. La quantité d'hydrogène suit la même évolution sur les 2 premiers domaines, ce qui suggère que le dépôt calco-magnésien n'y impacte pas de façon significative l'absorption d'hydrogène. Le troisième domaine en milieu NaCl montre une plus faible dispersion des points par rapport au milieu eau de mer artificielle. Le dépôt calco-magnésien

pourrait alors avoir une influence sur les temps de chargement longs. Lors de ces expériences, une réelle interaction entre l'absorption d'hydrogène et la microstructure du titane n'est notée qu'avec des potentiels de chargement de  $-1,6\text{V/ECS}$  et inférieurs dans la gamme de temps de notre étude.



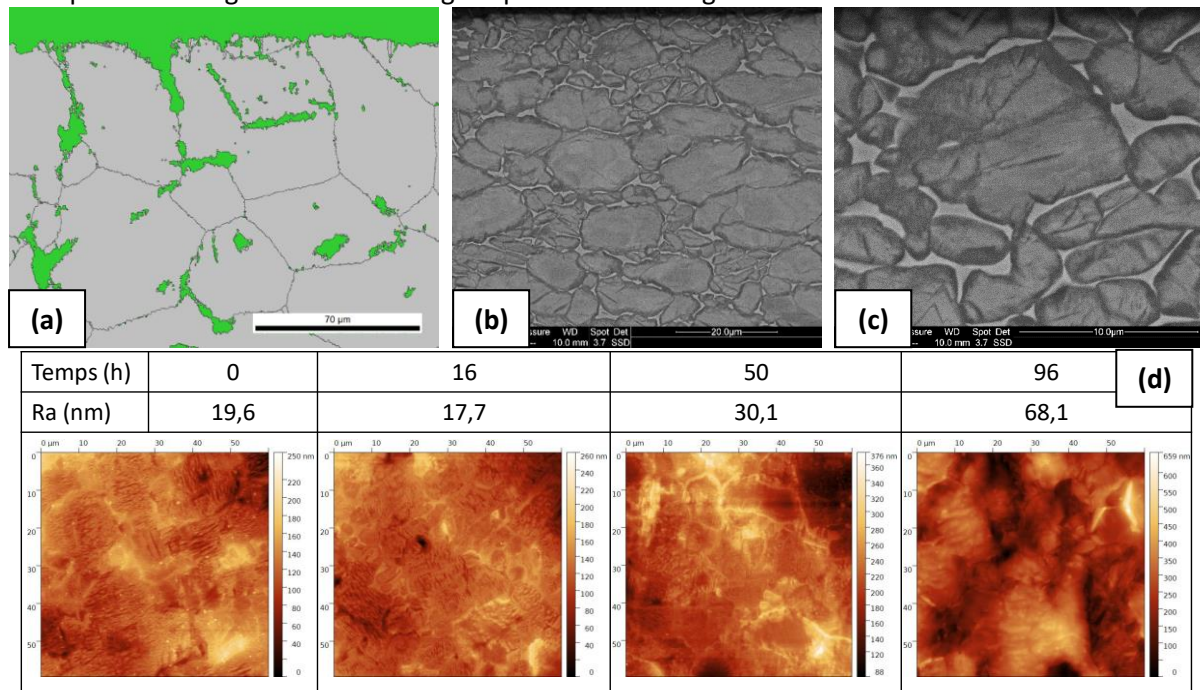
**Figure 1.** (a) Courbes de polarisation. Absorption en hydrogène de (b) T40 Grade 2 et (c) TA6V ELI Grade 23 pendant la polarisation cathodique en eau de mer artificielle pour différents potentiels.

Une seconde hypothèse qui pourrait expliquer les variations de la cinétique d'absorption de l'hydrogène est la formation d'hydrures en surface et sub-surface. La formation d'hydrures  $\gamma\text{-TiH}$  (FCT) et  $\delta\text{-TiH}_x$  ( $1.5 < x < 1.972$ ) (FCC), comme observée précédemment par [Conforto2004 a,b] et [Conforto2007] a été détectée par DRX dès les premières heures de chargement à  $-1,8\text{V/ECS}$  du T40 (Grade 2) (vers 10h de polarisation). Dans ces conditions, la quantité d'hydrogène est d'environ 100 wppm, ce qui est du même ordre de grandeur que la limite de solubilité de l'hydrogène dans la phase  $\alpha$  à température ambiante (entre 20 wppm et 100 wppm [Huez1996, Manchester2000, Eliezer2012, Conforto2017]). Les analyses MEB ont permis d'observer des hydrures de surface sur environ  $2\mu\text{m}$  et autour des précipités de Fe, même en profondeur. A 30 heures de chargement du T40 (Grade 2), la formation d'une couche hydrurée inhomogène d'une profondeur d'environ  $4\mu\text{m}$  est observée au MEB et identifiée à l'EBSD (cf. Figure 2(a)).

D'autre part, des hydrures intergranulaires et intragranulaires ont été détectés dans tout le cœur de l'échantillon, ce qui suggère des court-circuit de diffusion formés par les joints de grains. A 96 heures de chargement, une couche hydrurée d'environ  $10\mu\text{m}$  d'épaisseur est observée. La fraction d'hydrures dans le cœur de l'échantillon est plus importante qu'à 30 heures de chargement. Ces observations nous permettent d'associer le deuxième domaine d'absorption d'hydrogène à  $-1,8\text{V/ECS}$  avec la formation de la couche d'hydrures de surface. Le coefficient de diffusion de l'hydrogène est plus faible dans les hydrures de titane ( $\approx 10^{-16}\text{m}^2/\text{s}$  à  $30^\circ\text{C}$ ) que dans la phase  $\alpha$  ( $\approx 10^{-14}\text{m}^2/\text{s}$  à  $30^\circ\text{C}$ ) [Kappesser1996, Wipf2000, Feaugas2007] (et donc que dans la phase  $\beta$  dans laquelle l'hydrogène

diffuse plus vite [Christ2003]). Ces données appuient l’hypothèse que le quasi-plateau pourrait être dû à la durée nécessaire à l’hydrogène pour pénétrer la couche d’hydrures.

Dans le TA6V ELI (Grade 23), aucun hydrure n’a été détecté par DRX ou MET lors des deux premiers domaines de chargement. L’AFM révèle une évolution de la rugosité durant la polarisation cathodique (cf. Figure 2(d)). Cette rugosité pourrait être associée sur les deux premiers domaines, à l’expansion de la phase  $\beta$ . H est un élément  $\beta$ -gène [Peters2003] [Combres1997] [DeGelas1976] et peut faire grossir la phase  $\beta$  [Senkov1999, Li2010, Zhong2017]. La formation d’hydrures  $\gamma$  et  $\delta$  a été identifiée par DRX et par MET (pour  $\delta$ ) lors du troisième domaine d’absorption en hydrogène à 96 heures. Une évolution de la fraction d’hydrures a été observée au MEB-BSE en coupe transverse. Premièrement, depuis la surface jusqu’à 100 $\mu$ m, des hydrures intergranulaires sur toutes les interfaces  $\alpha/\beta$  et tous les joints de grains  $\alpha$  sont présents ainsi que des hydrures intragranulaires dont la croissance s’est faite depuis les interfaces vers l’intérieurs de grains  $\alpha$  (cf. Figure 2(b), (c)). Depuis 100 $\mu$ m et jusqu’à 800 $\mu$ m de profondeur, des hydrures intergranulaires sont détectés, puis quelques intergranulaires de 800  $\mu$ m de profondeur jusqu’à 1,6mm après lesquels il n’y a plus d’hydrures. L’AFM révèle une rugosité très importante sur cet échantillon (quatre fois plus importante que lorsque l’échantillon est chargé 16 heures et deux fois plus que l’échantillon chargé 50 heures). L’évolution de la rugosité de surface est expliquée par l’expansion volumique entraînée par la formation des hydrures (12,5-14% pour les hydrures  $\gamma$ , 21-29% et pour les hydrures  $\delta$ ) [Feaugas2007, Conforto2017] et peut expliquer la stabilité du dépôt calco-magnésien sur de longues périodes de chargement.



**Figure 2.** Formation d’hydrures de surface et sub-surface dans (a) le T40 grade 2 observée par EBSD et (b) (c) dans le TA6V ELI grade 23 observée par MEB-BSE. (d) Evolution de la rugosité de surface du TA6V ELI (Grade 23) pendant le chargement cathodique en hydrogène mesurée par AFM.

### 3.2 Influence sur les propriétés mécaniques

Des essais de traction ont été réalisés sur les différents types d’éprouvettes (Lisses, U et V) sans chargement puis avec différents temps de chargement en hydrogène à -1,8V/ECS en eau de mer artificielle. Le T40 (Grade 2) et le TA6V ELI (Grade 23) présentent des évolutions différentes dans leur comportement mécanique avec hydrogène. Seuls les résultats des essais sur les éprouvettes sans entailles sont présentés dans cet article (cf. Figure 3). Nous pouvons constater une relation directe entre la fraction de phase  $\beta$  et l’augmentation de la ductilité avant la fragilisation.

Pour ces concentrations d’hydrogène, l’allongement du T40 (Grade 2) diminue. Les Figure 4 (a) et (b) montrent l’évolution du faciès de rupture du T40 (Grade 2) et suggère que la croissance des « flutes »,

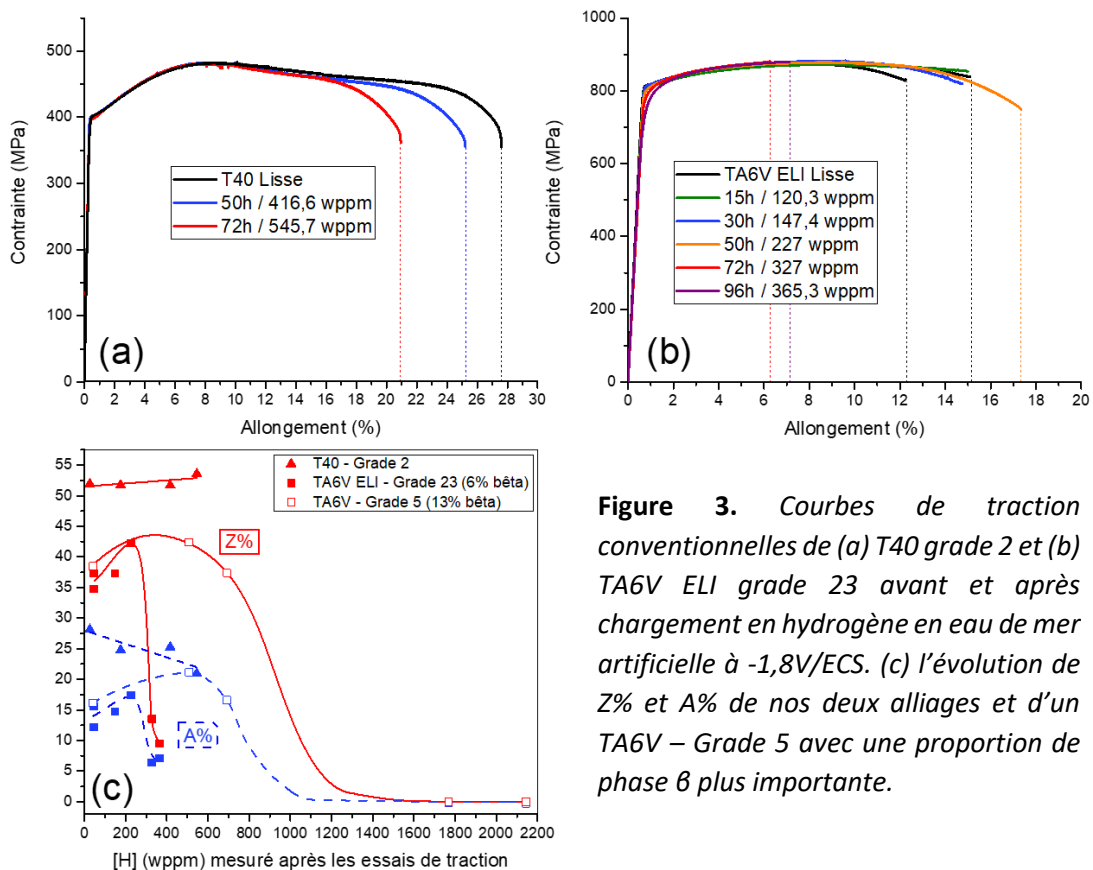


vues aussi dans les études de [Pilchak2009] et [Bathini20010], est limitée par la présence de l'hydrogène ou des hydrures. Van Stone suggère que la formation de « flutes » est due à la faible symétrie de la structure  $\alpha$  hexagonale. Des sections d'échantillons déformés ont montré que ces flutes se forment aux intersections de bandes de glissement ou de macles avec des grains ou joints de grains [Van Stone1977]. Dans les matériaux cubiques, la disponibilité de nombreux systèmes de glissement et la facilité de glissement multiple permet aux cavités de se développer de manière isotrope lors d'un endommagement ductile, ce qui n'est pas le cas dans les matériaux hexagonaux.

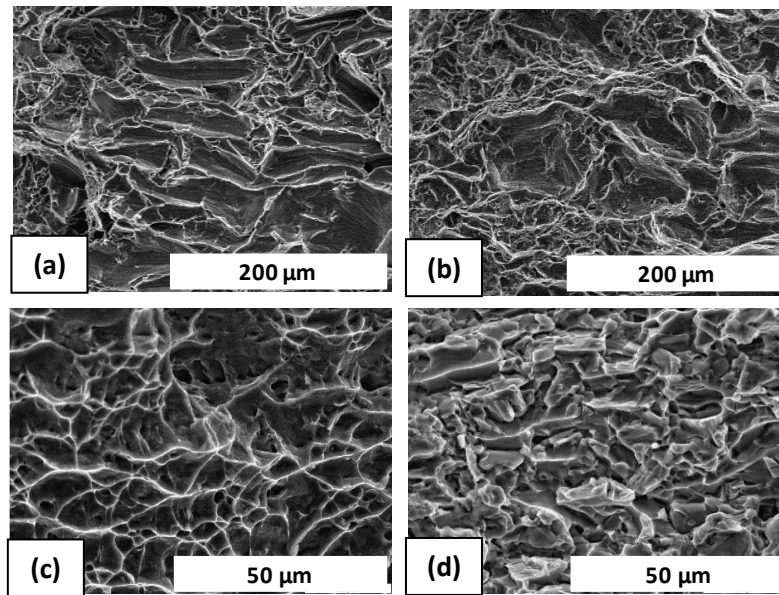
Le TA6V ELI (Grade 23) avec 6% de phase  $\beta$  se comporte différemment. Lors des premiers chargements, jusqu'à 50 heures, l'hydrogène semble favoriser la ductilité du matériau. Cela peut être expliqué par la croissance de la phase  $\beta$  observée dans l'étude sur l'absorption de l'hydrogène. La Figure 4(c) montre que la rupture est, à ces concentrations, ductile alors qu'à partir de 72 heures (Figure 4(d)), la rupture est fragile. Sur les coupes longitudinales, nous observons que des hydrures apparaissent à partir de ces concentrations en hydrogène. Il est précisé que la concentration d'hydrogène est mesurée après la traction. Il est donc probable qu'une partie ait désorbé pendant l'essai. L'hydrogène augmente donc la ductilité du TA6V ELI (Grade23) avant la formation d'hydrures qui réduit drastiquement l'allongement à rupture.

Les données du TA6V (Grade 5) avec 13% de phase  $\beta$  confirment les hypothèses précédentes. Nous pouvons y voir une augmentation de la ductilité jusqu'à 600wppm d'hydrogène qui marque le début de la fragilisation. Cet alliage contient deux fois plus de phase  $\beta$  que le TA6V ELI (Grade 23) et semble pouvoir absorber deux fois plus d'hydrogène avant la réduction de ses propriétés mécaniques.

La prochaine étape est l'étude de l'effet de la concentration de contrainte  $K_t$  sur l'initiation et la propagation de fissure. Huez *et al.* ont étudié ces effets sur un T40 (Grade 2) et un biphasé TD5AC sans et avec hydrogène [Huez1998]. Ces travaux ont mis en évidence que la nucléation de cavités est une fonction de la déformation de plastique équivalente et de la contrainte hydrostatique pour T40 sans et avec hydrogène. Le taux de triaxialité augmente le taux de de croissance des cavités pour un les mêmes contraintes hydrostatiques. Le niveau de déformation plastique nécessaire pour la nucléation de porosités est plus faible dans T40-H que dans T40 [Huez1996].



**Figure 3.** Courbes de traction conventionnelles de (a) T40 grade 2 et (b) TA6V ELI grade 23 avant et après chargement en hydrogène en eau de mer artificielle à -1,8V/ECS. (c) l'évolution de Z% et A% de nos deux alliages et d'un TA6V – Grade 5 avec une proportion de phase  $\beta$  plus importante.



**Figure 4.** (a) Fractographie du T40 sans hydrogène et (b) du T40 avec 545,7 wppm d'hydrogène. (c) Fractographie du TA6V ELI sans hydrogène et (d) du TA6V ELI avec 365,3 wppm d'hydrogène.

### 3. Conclusion

Différents comportements concernant l'absorption en hydrogène en milieu eau de mer artificielle, NaCl et H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ont été mis en évidence. Le quasi-plateau du deuxième domaine des courbes d'absorption en hydrogène dans ces trois milieux à -1,8V/ECS a été associé à la formation d'hydrures en surface et sub-surface, ce qui réduit la vitesse de diffusion. Le troisième domaine en eau de mer artificielle est affecté par la formation du dépôt calco-magnésien qui fait varier l'intensité de chargement. Il augmente la dispersion des concentrations dans le troisième domaine et réduit la vitesse d'absorption dans le domaine IV. Des hydrures de surface se forment dans le T40 (Grade 2) pour ensuite former une couche en sub-surface et des hydrures intergranulaires et intragranulaires à cœur. Les hydrures  $\gamma$  TiH (FCT) et  $\delta$  TiH<sub>x</sub> (1.5 < x < 1.972) (FCC) sont identifiés dans le T40 (Grade 2).

Des hydrures  $\gamma$  et  $\delta$  sont détectés dans le TA6V ELI (Grade 23) à partir du troisième domaine de chargement. Pour un échantillon chargé 96h, une distribution décroissante de ces derniers est observée depuis la surface avec des intergranulaires sur les joints de grains et interfaces  $\alpha/\beta$  et des intragranulaires dans les grains alpha jusqu'à 1,6mm de profondeur.

L'effet sur les propriétés mécaniques diffère entre les deux alliages. Dans un premier temps, l'hydrogène semble limiter la croissance des flutes dans le T40 (Grade 2) et diminuer sa ductilité. En revanche pour le TA6V ELI (Grade 23), dans un premier temps l'hydrogène augmente la ductilité de l'alliage en favorisant la croissance de la phase  $\beta$ , puis la formation d'hydrures entraîne une chute drastique de l'allongement à rupture.

Des essais à longue durée (100 à 400 jours) ont été mis en place en eau de mer naturelle afin de déterminer l'absorption d'hydrogène entraînée par le couplage de nos alliages avec une anode de Mg (-1,5V) et une anode de Al-Zn-In (-1,050V). Les conséquences de cette absorption sur les propriétés mécaniques seront alors questionnées.

### Références

[Bathini2010] U. Bathini, T.S. Srivatsan, A. Patnaik, and T. Quick "A Study of the Tensile Deformation and Fracture Behavior of Commercially Pure Titanium and Titanium Alloy: Influence of Orientation and Microstructure", Journal of Materials Engineering and Performance, Volume 19(8) November 2010, p.1172-1182.

[Combres1997] Y. Combres « Métallurgie et recyclage du Titane et de ses alliages », Techniques de l'ingénieur, M2355 V1, 10 juin 1997.

- [Conforto2004 a,b]** a) E. Conforto, D. Caillard, B.-O. Aronsson and P. Descouts (2004) « Crystallographic Properties and Mechanical Behavior of Titanium Hydride Layers Grown on Titanium Implants » *Phil. Mag.* 84(7), 631-645; b) E. Conforto, B.-O. Aronsson, A. Salito C. Crestou and D. Caillard (2004) "Rough Surfaces of Titanium and Titanium Alloys for Implants and Prostheses", *Mat. Sci. & Eng. C* 24, 611– 618.
- [Conforto2007]** E. Conforto and D. Caillard (2007) "A Fast Method for Determining Favourable Orientation Relationships and Interface Planes: Application to Titanium-Titanium Hydrides Transformations", *Acta Materialia* 55, 785-798.
- [Conforto2017]** E. Conforto, I. Guillot, X. Feugas. 2017 « Solute hydrogen and hydride phase implications on the plasticity of zirconium and titanium alloys: a review and some recent advances. » *Phil. Trans. R. Soc. A* 375:20160417.
- [Christ2003]** H-J Christ, A. Senemmar, M. Decker and K. Prüßner, "Effect of hydrogen on mechanical properties of  $\beta$ -titanium alloys" *Sādhanā* Vol. 28, Parts 3 & 4, June/August 2003, pp. 453–465. © Printed india
- [DeGelas1976]** B. De Gélais, M. Armand, L. Séraphin, R. Tricot « Titane et alliages de titane », *Techniques de l'ingénieur*, M557 V1, 10 juillet 1976.
- [Eliezer2012]** D. Eliezer, B. Gurion and Th. Böllinghaus, "Hydrogen effects in titanium alloys", Federal Institute for Materials Research and Testing (BAM), Germany, 2012
- [Feugas2007]** X. Feugas, E. Conforto "Influence de l'hydrogène sur les mécanismes de déformation et d'endommagement des alliages de titane et de zirconium » *PlastOx* 2007 (2009) 161–178
- [Feugas2018]** X. Feugas, D. Delafosse "Interactions hydrogène/défauts cristallins : effets sur la plasticité et la rupture", *Couplages « mécanique – microstructure – corrosion »*, ISTE editions, collection Science des Matériaux, p. 219-243, 2018.
- [Huez1996]** J. Huez, « Influence de l'hydrogène sur les mécanismes d'endommagement du titane alpha et d'un alliage de titane biphasé alpha/bêta », UTC, 1996.
- [Huez1998]** J. Huez, X. Feugas, A.L. Helbert, I. Guillot, and M. Clavel "Damage Process in Commercially Pure  $\alpha$ -Titanium Alloy without (Ti40) and with (Ti40-H) Hydrides", *Metallurgical and materials transactions A*, Volume 29A, June 1998, p.1615-1628.
- [Kappesser1996]** B. Kappesser, H. Wipf. "Diffusion of Hydrogen and Deuterium in Titanium Hydride and Deuteride" *Journal de Physique IV Colloque*, 1996, 06 (C8), pp.C8-73-C8-76.
- [Li2010]** M. Li, W. Zhang, T. Zhu, H. Hou, Z. Li « Effect of Hydrogen on Microstructure of Ti-6Al-4V Alloys" *Rare Metal Materials and Engineering*, 2010, 39(1): 0001-0005.
- [Lunde1993]** L. Lunde and R. Nyborg, "Hydrogen Absorption of Titanium Alloys During Cathodic Polarization", Sandefjord, Norway, 7-9 June 1993
- [Manchester2000]** F. Manchester and A. San Martin, « Phase diagrams of binary hydrogen alloys », ASM International, Materials Park, OH, pp. 238-258, 2000
- [Peters2003]** M. Peters, J. Hemptenmacher, J. Kumpfert and C. Leyens "Structure and Properties of Titanium and Titanium Alloys", *Titanium and Titanium Alloys. Fundamentals and Applications*, ISBN: 3-527-30534-3, p. 1-36, 2003.
- [Pilchak2009]** A.L. Pilchak and J.C. Williams "Crystallography of Fluted Fracture in Near- $\alpha$  Titanium Alloys" *Metallurgical and materials transactions A*, Volume 41A, January 2010, p.22-24.
- [Seiersten2002]** M. Seiersten and L. Lunde "Hydrogen absorption in cathodically polarized titanium alloys" 21ST international conference on offshore mechanics and arctic engineering, OMAE2002-28580, Oslo, Norway, June 23-28, 2002.
- [Senkov1999]** O.N. Senkov, F.H. Froes "Thermohydrogen processing of titanium alloys", *International Journal of Hydrogen Energy* 24 (1999) 565-576.
- [Van Stone1977]** R.H. Van Stone, J. R. Low, Jr., and J. L. Shannon, Jr. "Investigation of the Fracture Mechanism of Ti-5Al-2.5Sn at Cryogenic Temperatures" *Metallurgical and materials transactions A*, Volume 9A, April 1978, p.539-552.
- [Wipf2000]** H. Wipf, B. Kappesser, R. Werner "Hydrogen diffusion in titanium and zirconium hydrides" *Journal of Alloys and Compounds* 310 (2000) 190–195.
- [Zhong2017]** Y. Zong, K. Wu "Thermo hydrogen treatment for microstructure refinement and mechanical properties improvement of Ti-6Al-4V alloy" *Materials Science & Engineering A* 703 (2017) 430–437.