Exploration de la voie SPS pour la fabrication d'aubes de turbine pour l'aéronautique : Développement d'un alliage TiAl performant et densification de préformes

Thomas Voisin

▶ **To cite this version:**

Thomas Voisin. Exploration de la voie SPS pour la fabrication d'aubes de turbine pour l'aéronautique : Développement d'un alliage TiAl performant et densification de préformes. Chimie. Université Toulouse 3 Paul Sabatier- (UT3 Paul Sabatier), 2014. Français. NNT : 2014TOU30109 . tel-01913928

HAL Id: tel-01913928
https://hal.science/tel-01913928

Submitted on 14 Nov 2018

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

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

Université de Toulouse

THÈSE

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par :

Université Toulouse 3 Paul Sabatier (UT3 Paul Sabatier)

Présentée et soutenue par :
Thomas VOISIN

le jeudi 18 septembre 2014

Titre :

Exploration de la voie SPS pour la fabrication d'aubes de turbine pour l'aéronautique :
Développement d'un alliage TiAl performant et densification de préformes

---

École doctorale et discipline ou spécialité :

ED SDM : Sciences et génie des matériaux - CO034

Unité de recherche :

CEMES/CNRS

Directeur(s) de Thèse :

Dr. Alain Couret
Dr. Jean-Philippe Monchoux

Jury :

Pr. Florence Pettinari - Président du jury
Dr. Jean-Yves Guédou - Rapporteur
Pr. Frédéric Bernard - Rapporteur
Dr. Anne Denquin - Examinateur
Dr. Jonathan Paul - Examinateur
Dr. Claude Estournes - Examinateur

REMERCIEMENTS

Cette thèse a été financée par une bourse du Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche. Je remercie l'École Doctorale Science de la Matière de m'avoir fait confiance en me l'attribuant.

Je souhaite remercier l'ensemble du Centre d'Élaboration de Matériaux et d'Études Structurales (CEMES), laboratoire du CNRS, et notamment son directeur Alain Claverie, pour m'avoir accueilli ces trois années.

Un grand merci à l'ensemble du jury qui a jugé cette thèse avec beaucoup de respect et de rigueur lors de la soutenance. Je tiens à remercier particulièrement Jean-Yves Guédou et Frédéric Bernard d'avoir accepté d'en être rapporteur. Vos conseils et remarques ont été très enrichissants. Merci à Florence Pettinari d'avoir si brillamment présidé ce jury.

Les travaux qui vous seront présentés par la suite ont démarré dans le cadre du projet ANR IRIS dont je remercie l'ensemble des partenaires publiques et privés et tout particulièrement Nikhil Karnatak et Didier Boulay pour m'avoir très souvent accueilli parmi eux lors des essais SPS réalisés à Mecachrome. Nous avons partagé de très bon moments et de belles frayeurs ensemble ! Merci aussi à Jimmy Bergeot de Chastagner Delaize Industrie (CDI) pour ta disponibilité et tes conseils sur le métier de la production. Un grand merci à Marc Thomas de l'ONERA pour tous les échanges que nous avons eu. J'ai compris beaucoup de choses grâce à toi et ce fut toujours un plaisir de discuter avec toi.

L'ensemble du travail effectué au cours de cette thèse n'aurait pu être réalisé sans le savoir-faire et le soutien technique de nombreuses personnes. À commencer par le service prépa et notamment Dominique Lamirault, merci pour les nombreuses heures passées à découper, polir et amincir ce bon vieux TiAl. Merci au service microscopie pour les diverses formations. Merci à toi Christophe Deshayes, pour ta curiosité et pour le bon déroulement des essais mécaniques. Merci à Fabienne Popoff de l'ONERA que je n'ai pas eu le plaisir de rencontrer personnellement mais qui a conduit bon nombre d'essais mécaniques. Merci à vous, Pierre Abeilhou et Abdallah Bouzid du service mécanique, pour votre aide et votre compétence. Merci à toi Murielle Rougalle pour les heures passées à m'expliquer comment remplir ces ordres de missions incompréhensibles. Merci à toi Geoffroy Chevallier de la Plateforme Nationale de Frittage Flash (PNF2) pour ton aide et ta présence. Merci à l'équipe de TTT, notamment Vincent Menny, pour son implication et les très bon rapports que nous avons eu.

Je voudrais aussi remercier l'ensemble du groupe Matériaux Cristallins sous Contraintes (MC2) et tout particulièrement les personnes qui vont suivre. Murielle Hantcherli, pour les nombreuses heures passées ensemble au microscope. Frédéric Mompiou, pour les centaines de pauses-café animées par des discussions de jeunes papas en manque de sommeil. Marc Legros, pour ton humour ravageur (tes mails vont me manquer) et surtout pour m'avoir fait confiance en me mettant en contact avec Baltimore. Daniel Caillard, pour ta franchise et tes conseils. Joël Douin et Florence Pettinari pour votre sympathie et les bons moments passés ensembles.

Les quelques lignes qui vont suivre sont dédiées à mes chers directeurs de thèses.

Alain Couret, mille mercis d'avoir été aussi présent ces trois années. Tu m'as donné l'exemple, tu m'as toujours mis en avant. Tu as partagé ta culture et tes connaissances sans retenue et c'est en très grande partie grâce à toi si j'en suis là. Je garde de toi la rigueur, l'enthousiasme et la capacité de se battre pour aller toujours plus loin. Tu fais partie de ces (rares) personnes qui ont compris que de meilleurs résultats peuvent être obtenus par l'entente et la valorisation d'une équipe restreinte et motivée où chacun a sa place. Merci pour ton soutien et ton respect sans faille. Merci aussi pour ces selfies nocturnes dans le tramway Dijonnais après (un nombre très limité bien sûr) de bons verres de rhum ... Ça a toujours été un plaisir !

Jean-Philippe, mille autres mercis à toi. Ton caractère facilite les échanges. Ta curiosité t'a permis d'avoir des connaissances très variées que tu sais parfaitement diffuser. Merci pour tes conseils avisés et ton soutien tout au long de ces trois années. Et merci pour tous ces bons moments partagés que ce soit au labo, au SPS, aux US ou en Chine !

Un immense merci à vous deux pour m'avoir fait confiance. Ça a été un honneur de travailler avec vous. C'est avec le cœur lourd que je m'en vais.

Je tiens aussi à te remercier Lise Durand, non seulement pour ton aide, tes conseils et tes connaissances multiples mais aussi car sans toi cette aventure n'aurait très certainement pas eu lieu. Alors que je n'étais encore qu'un petit étudiant de Master, c'est toi qui m'a fait découvrir le monde des matériaux et qui n'a pas hésité à me faire rencontrer l'équipe. Je ne te remercierai jamais assez pour ça !

Merci à tous les doctorants et stagiaires que j'ai pu côtoyer, Marion, Chloé, Armin, Jiangfeng, Jiangshan, David, Arthur, Houria... Un merci spécial à vous deux, Zofia et Roberta, qui avaient eu le courage de partager votre bureau avec moi et mon désordre bien rangé !

Un très grand MERCI à mes amis, en particulier Franck et Aurélie. Je souhaite à tout le monde d'avoir des amis comme eux, qui ne vous jugent pas et vous accompagnent quoi qu'il arrive.

Je remercie chaudement toute ma famille, mes chers parents, mon amour de frère, mes beaux-parents, mon beau-frère, ma cousine, ma bru, mon cousin, mes grands-parents, mes oncles et tantes ... Un merci tout particulier à ma mère, tu as toujours été là, quand il fallait, et tu as rendu tout ça possible. Je sais ce que cette thèse représente pour toi, regarde ma mère, on tourne cette page ensemble.

Pour finir, je remercie les deux personnes qui sont restées auprès de moi tous les jours, qui m'aiment et me supportent sans conditions. Mon fils, ma femme, c'est grâce à vous qu'aujourd'hui je suis fier et heureux.

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION GÉNÉRALE 1

CHAPITRE I : BIBLIOGRAPHIE 3

I.1. INTRODUCTION 3

I.2 ALLIAGES TIAL CLASSIQUES À REFROIDISSEMENT α 3

I.2.1. GÉNÉRALITÉS 3

I.2.2. DIAGRAMME D'ÉQUILIBRE 4

I.2.3. STRUCTURES CRISTALLOGRAPHIQUES 5

I.2.4. MICROSTRUCTURES 6

I.2.4.1. Microstructure proche γ 6

I.2.4.2. Microstructure duplex et proche lamellaire 6

I.2.4.3. Microstructure lamellaire 7

I.2.4.3.1. Relations d'orientation aux interfaces γ/γ 7

I.2.4.3.2. Mécanismes de formation de la structure lamellaire 9

I.2.4.3.2.1. Germination 9

I.2.4.3.2.2. Mise en ordre 10

I.2.4.3.2.3. Croissance 11

I.2.4.3.2.4. Influence de la vitesse de refroidissement 11

I.2.5. MODES DE DÉFORMATION 12

I.2.5.1. Modes de déformation de la phase α_2 12

I.2.5.1.1. À température ambiante : 12

I.2.5.1.2. À haute température (>650°C) : 12

I.2.5.2. Modes de déformation de la phase γ 12

I.2.5.2.1. Dislocations ordinaires : 12

I.2.5.2.1.1. À température ambiante : 12

I.2.5.2.1.2. À haute température : 13

I.2.5.2.2. Superdislocations : 13

I.2.5.2.3. Maclage : 14

I.2.5.3. Modes de déformation de la phase β_0 15

I.2.5.4. Mécanismes de transmission de la déformation 15

I.2.5.4.1. Dans les grains lamellaires 15

I.2.5.4.1.1. Transmission γ/γ 15

I.2.5.4.1.2. Transmission $\gamma/\alpha_2/\gamma$ 15

I.2.5.4.2. Entre grains γ adjacents 16

I.2.5.5. Conclusion sur les modes de déformation 16

I.3. INFLUENCE DE LA MICROSTRUCTURE SUR LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES 17

I.3.1. INFLUENCE DE LA MICROSTRUCTURE SUR LA RÉSISTANCE À LA TRACTION 17

I.3.1.1. Microstructure proche γ *17*
I.3.1.2. Microstructure duplex *18*
I.3.1.3. Microstructure lamellaire *19*
I.3.1.4. Conclusion sur la traction *20*
I.3.2. INFLUENCE DE LA MICROSTRUCTURE SUR LA RÉSISTANCE EN FLUAGE 20
I.3.2.1. Analyse macroscopique du fluage *21*
I.3.2.1.1. Fluage par diffusion 21
I.3.2.1.2. Fluage par glissement aux joints de grain 21
I.3.2.1.3. Fluage par dislocations 21
I.3.2.2. Microstructures proche γ et duplex *22*
I.3.2.3. Microstructure lamellaire *23*
I.3.2.4. Conclusion sur le fluage *23*
I.3.3. INFLUENCE DE LA MICROSTRUCTURE SUR LE MODE DE RUPTURE 24
I.3.3.1. Microstructure proche γ *24*
I.3.3.2. Microstructure duplex *24*
I.3.3.3. Microstructure lamellaire *24*
I.3.4. CONCLUSION SUR LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES 24

I.4. RÔLE DE LA COMPOSITION CHIMIQUE 24

I.4.1. ÉLÉMENTS D'ADDITION 25
I.4.1.1. Récapitulatif *25*
I.4.1.2. Éléments lourds *26*
I.4.1.3. Bore *26*
I.4.2. INFLUENCE DE LA TENEUR EN ALUMINIUM 26
I.4.3. CONCLUSION SUR LE RÔLE DE LA COMPOSITION CHIMIQUE 28

I.5. PROCÉDÉS DE FABRICATION 28

I.5.1. PROCÉDÉS EXISTANTS 29
I.5.1.1. La déformation à chaud *29*
I.5.1.2. La fonderie *29*
I.5.1.3. La solidification dirigée *30*
I.5.1.4. La métallurgie des poudres *31*
I.5.2. LE SPS 32
I.5.2.1. Mécanisme de transport de masse *33*
I.5.2.2. Fusion et formation de plasma *33*
I.5.2.3. Plasticité, recristallisation et transformation de phases *33*

I.6. CONCLUSION 34

Références *35*

CHAPITRE II : TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES 43

II.1. SPS 43

II.1.1. EXPÉRIENCE SPS CLASSIQUE 43
II.1.1.1. Outillage en graphite 43
II.1.1.2. Cycle SPS d'une pastille Ø36h8mm 44
II.1.2. MACHINES UTILISÉES 46
II.1.2.1. Machine SPS à Toulouse 46
II.1.2.2. Machine SPS à Dijon 47
II.1.2.3. Machine SPS à Vibraye 47
II.1.3. MAQUETTES NUMÉRIQUES ET SIMULATIONS THERMOÉLECTRIQUES 48

II.2. POUDRES 48

II.2.1. ATOMISATION PAR GAZ 48
II.2.1.1. Plasma Inert-Gas Atomization (PIGA) 48
II.2.1.2. Induction Skull Melting (ISM) 49
II.2.2. CARACTÉRISTIQUES DES POUDRES ÉTUDIÉES 50

II.3. MÉTHODES DE CARACTÉRISATION 51

II.3.1. ESSAIS MÉCANIQUES 51
II.3.1.1. Éprouvettes 51
II.3.1.2. Essai de traction 51
II.3.1.3. Essai de fluage 52
II.3.2. MICROSCOPIE 52
II.3.2.1. Microscopie Optique (MO) 52
II.3.2.2. Microscopie Électronique à Balayage (MEB) 52
II.3.2.2.1. Préparation des échantillons 52
II.3.2.2.2. Caractéristiques microscope 52
II.3.2.2.3. Mesures de tailles de grains 53
II.3.2.3. Microscopie Électronique en Transmission (MET) 53
II.3.2.3.1. Préparation des échantillons 53
II.3.2.3.2. Caractéristiques du microscope 54
II.3.2.3.3. Microscopie conventionnelle 54
II.3.2.3.4. Microscopie in-situ 54

Références 55

PARTIE A : DÉVELOPPEMENT DE MATÉRIAUX 57

CHAPITRE III : EFFETS DU BORE 59

III.1. INTRODUCTION 59

III.2. MICROSTRUCTURES 59

III.2.1. ÉVOLUTION DES MICROSTRUCTURES AVEC LA TEMPÉRATURE 59
III.2.2. MICROSTRUCTURE BIPHASÉE 63
III.2.3. MICROSTRUCTURE DUPLEX 63

III.2.4. GRAINS QUASI-LAMELLAIRES 65

III.3. CARACTÉRISATION DES BORURES 67

III.3.1. DÉTECTION ET ANALYSE DES BORURES 67
III.3.2. BORURES DANS LA MICROSTRUCTURE BIPHASÉE 69
III.3.3. BORURES DANS LA MICROSTRUCTURE DUPLEX 70

III.4. PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES EN TRACTION 70

III.5. DISCUSSION 72

III.5.1. TRANSFORMATION Γ (+TiB_2) → α (+TiB_2) 72
III.5.2. TRANSFORMATION α (+TiB_2) → DUPLEX (+TiB_2) 72
III.5.3. PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES 73

III.6. CONCLUSION 74

Références 75

CHAPITRE IV : MICROSTRUCTURES DES ALLIAGES IRIS ET TNM 77

IV.1. INTRODUCTION 77

IV.2. MICROSTRUCTURES DES ALLIAGES TNM ET IRIS DENSIFIÉS À DIFFÉRENTES TEMPÉRATURES 77

IV.2.1. ÉVOLUTION DES MICROSTRUCTURES AVEC LA TEMPÉRATURE (PASTILLES Ø8H6MM) 78

IV.2.1.1. Microstructure dendritique 78
IV.2.1.2. Microstructure biphasée + β_0 80
IV.2.1.3. Microstructure Duplex + β_0 81
IV.2.1.4. Microstructure proche lamellaire 82
IV.2.1.5. Microstructure lamellaire HT 82
IV.2.2. EFFET DU BORE DANS L'ALLIAGE IRIS 83

IV.3. MICROSTRUCTURE PROCHE LAMELLAIRE À PETITS GRAINS 85

IV.3.1. ÉVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE PROCHE LAMELLAIRE AVEC LA TEMPÉRATURE 86
IV.3.1. GRAINS LAMELLAIRES 88
IV.3.2. LISERÉS 90
IV.3.4. PHASE Γ DANS L'ALLIAGE IRIS 95

IV.4. DISCUSSION 97

IV.4.1. ÉVOLUTION DES MICROSTRUCTURES AVEC LA TEMPÉRATURE DES DEUX ALLIAGES IRIS ET TNM 98
IV.4.2. MICROSTRUCTURE PROCHE LAMELLAIRE 100

IV.5. CONCLUSION 102

Références 105

CHAPITRE V : PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES ET MÉCANISMES DE DÉFORMATION 107

V.1. INTRODUCTION 107

V.2. ESSAIS MÉCANIQUES 107

V.2.1. ESSAIS DE TRACTION 107

V.2.1.1. Traction à température ambiante 107

V.2.1.1.1. Résultats des essais 107

V.2.1.1.2. Microstructure proche lamellaire 110

V.2.1.1.3. Facies de rupture 111

V.2.1.2. Traitements thermiques dans l'alliage TNM 113

V.2.1.3. Traction à chaud IRIS 115

V.2.1.4. Effet de bore dans l'alliage IRIS 116

V.2.2. ESSAIS DE FLUAGE 117

V.2.2.1. Fluage des microstructures proche lamellaires des deux alliages sous 700°C/300MPa 117

V.2.2.2. Fluage de la microstructure proche lamellaire de l'alliage IRIS sous différentes conditions 118

V.3. PLASTICITÉ 118

V.3.1. ÉTUDE D'ÉCHANTILLONS DÉFORMÉS EN TRACTION À TEMPÉRATURE AMBIANTE 119

V.3.1.1. Déformation du liseré 119

V.3.1.1.1. Modes de déformation dans les grains γ 119

V.3.1.1.2. Sélection des modes de déformation dans les grains γ 121

V.3.1.1.3. Déformation dans les grains β_0 des liserés 123

V.3.1.1.4. Étude in situ de la déformation des grains γ 125

V.3.1.2. Déformation des grains lamellaires 130

V.3.1.2.1. Modes de déformation dans les lamelles γ 130

V.3.1.2.2. Étude in situ de la déformation des lamelles γ 131

V.3.2. ÉTUDE D'ÉCHANTILLONS DÉFORMÉS EN FLUAGE À 700°C SOUS 300MPA 134

V.3.2.1. Changements microstructuraux 134

V.3.2.2. Déformation des liserés 136

V.3.2.3. Déformation des grains lamellaires 140

V.4. DISCUSSION 142

V.5. CONCLUSION 145

Références 147

PARTIE B : DENSIFICATION DE PIÈCES DE FORME COMPLEXE 149

CHAPITRE VI : MAITRISE DU PROCÉDÉ SPS 151

VI.1. CONTRÔLE DE LA TEMPÉRATURE 151

VI.1.1. EXPÉRIENCE 151

VI.1.1.1. Détails expérimentaux 151

VI.1.1.2. Évaluation de la température ... *152*
VI.1.2. RÉSULTATS ... 153
VI.1.2.1. Contrôle de la température dans l'échantillon ... *153*
VI.1.2.2. Gradient de température ... *155*
VI.1.2.3. Changement d'échelle ... *157*
VI.1.2.3. Forme complexe ... *158*
VI.2. CONTRÔLE DE LA DENSIFICATION ... 159
VI.2.1. COURBES DE DENSIFICATION ... 159
VI.2.2. CARTOGRAPHIES DE DENSIFICATION ... 160
VI.2.2.1. Cartographie d'échantillons cylindriques ... *160*
VI.2.2.2. Cartographie d'une forme complexe ... *162*
VI.3. DISCUSSION ... 163
VI.3. CONCLUSION ... 165
Références ... *167*
CHAPITRE VII : DENSIFICATION DE FORMES COMPLEXES ... 169
VII.1. FORMES COMPLEXES ... 169
VII.1.1. PIÈCES DE COMPLÉXITÉ ÉVOLUTIVE ... 170
VII.1.2. PRÉFORMES D'AUBE ... 171
VII.2. CHANGEMENT D'ÉCHELLE : PRÉFORMES D'AUBE ... 174
VII.2.2. PRÉFORME D'AUBE DE TURBINE HAUTE PRESSION ... 174
VII.2.3. PRÉFORME D'AUBE DE TURBINE BASSE PRESSION ... 179
VII.2.3.1. Densification en une étape ... *179*
VII.2.3.2. Assemblage ... *181*
VII.3. CONCLUSION ... 184
Références ... *185*
CONCLUSION GÉNÉRALE ... 187

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Depuis plusieurs décennies, les alliages intermétalliques TiAl font l'objet d'un développement important pour des applications structurales à haute température. À l'origine, ils ont été envisagés, au début des années 80, par le laboratoire de l'Air Force Wright-Patterson pour des moteurs militaires. Ils sont maintenant désignés comme les successeurs les plus prometteurs des superalliages base nickel et des alliages de titane actuellement utilisés pour les aubes de turbine basse pression des turboréacteurs. En effet, ces alliages TiAl offrent de très bonnes propriétés mécaniques à haute température, comme par exemple une haute résistance et une très bonne tenue à la corrosion et au feu, pour une densité moitié moindre de celle des superalliages. Ces très bonnes caractéristiques en font aussi un bon candidat pour la réalisation de soupapes et de roues de turbine de turbocompresseur utilisées dans l'automobile. Mais après plus de 20 ans de recherche, bien que les importantes avancées scientifiques aient permis de les industrialiser, ces alliages souffrent encore de deux limitations importantes : leur faible ductilité à température ambiante et leur mise en œuvre difficile.

Malgré cela, General Electric a pu mettre au point un procédé de fabrication lui permettant d'équiper d'aubes TiAl les étages 6 et 7 de son moteur GEnx. Après certification et plusieurs milliers d'heures de vol à bord des Boeing 787, l'opération est un franc succès. Depuis quelques années, SNECMA s'est à son tour lancée dans la réalisation d'un turboréacteur comportant un étage (le septième) d'aubes TiAl, lui aussi au niveau de la turbine basse pression. Ce moteur, le LeapX, successeur du CFM56, a été récemment certifié avec succès. Le procédé de fabrication choisi par ces deux industriels est la fonderie. Ce procédé est actuellement opérationnel mais pose encore beaucoup de problèmes en termes d'homogénéité chimique et microstructurale des pièces obtenues, ce qui nécessite des traitements thermiques longs et coûteux pour obtenir les propriétés désirées. De plus, le TiAl est un matériau difficile à usiner et l'ébauche obtenue par fonderie requiert un usinage de finition relativement important pour mettre la pièce aux cotes finales. Il est donc toujours intéressant de trouver un moyen de production offrant une réalisation de la pièce moins coûteuse et de développer des alliages permettant de supporter des températures plus importantes pour équiper des étages du turboréacteur plus proches de la chambre de combustion.

Du côté de l'automobile, des roues de turbines en TiAl sont aussi testées depuis quelques années en conditions réelles sur des voitures de compétition (diesel) et ont parfaitement rempli leur rôle. Elles sont actuellement réalisées par des voies de production très peu compétitives ne supportant que de faibles séries. La volonté des industriels est maintenant de trouver un moyen de production permettant de supporter des grandes séries pour équiper des voitures haut de gamme puis des très grandes séries pour équiper des voitures plus modestes. Pour cela, en plus du procédé, un nouvel alliage doit être mis au point pour tenir aux températures plus importantes imposées par les moteurs à essence.

Il est maintenant admis par la communauté que les générations actuelles d'alliages TiAl ont atteint leurs limites. Des recherches sont actuellement menées sur de nouvelles nuances pour permettre au matériau de tenir à plus haute température. Des revêtements ou des traitements de surfaces sont aussi développés dans le même but. De nouveaux procédés de fabrication sont aussi étudiés dans le but d'obtenir des pièces toujours plus proches des cotes finales pour limiter au maximum l'usinage de finition. C'est dans ce cadre que ma thèse a démarré en octobre 2011, financée par une bourse du Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche.

Mon travail s'est inscrit dans le cadre du projet ANR IRIS (Innovative manufacturing Route for Intermetallic alloys by spark plasma net Shaping) qui regroupait autour de cette thématique le motoriste SNECMA/SAFRAN, l'usineur de haute précision Mecachrome qui possède une machine SPS à vocation industrielle, le fabricant d'outillage CDI ainsi que les laboratoires de recherche ONERA (Office National d'études et de Recherche Aérospatiales), CEMES, CEMEF (CEntre de Mise En Forme des matériaux), l'ICB (laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne) et l'Institut P'.

En 2006, la première machine en France de frittage flash a été installée à Toulouse. Elle était alors la deuxième en activité en Europe. Le frittage flash ou SPS (Spark Plasma Sintering) est un procédé de métallurgie des poudres où la densification est réalisée grâce à l'application simultanée d'une charge uni-axiale et d'un courant pulsé de forte intensité. Son atout majeur est qu'il offre une montée en température très rapide et donc, permet de limiter certaines modifications microstructurales telles que le grossissement de grains.

Dans ce contexte, mon travail de thèse a eu alors un double objectif. Premièrement, il s'agissait de développer par SPS un alliage TiAl remplissant le cahier des charges de l'application aubes de turbine. Plus précisément, nous avons combiné des alliages aux nuances originales avec les avantages du SPS de manière à obtenir le meilleur compromis entre résistance au fluage et ductilité à température ambiante. Deuxièmement, l'objectif était de réaliser des préformes d'aubes de turbine directement par SPS en TiAl en essayant de s'approcher au plus près des cotes finales des pièces.

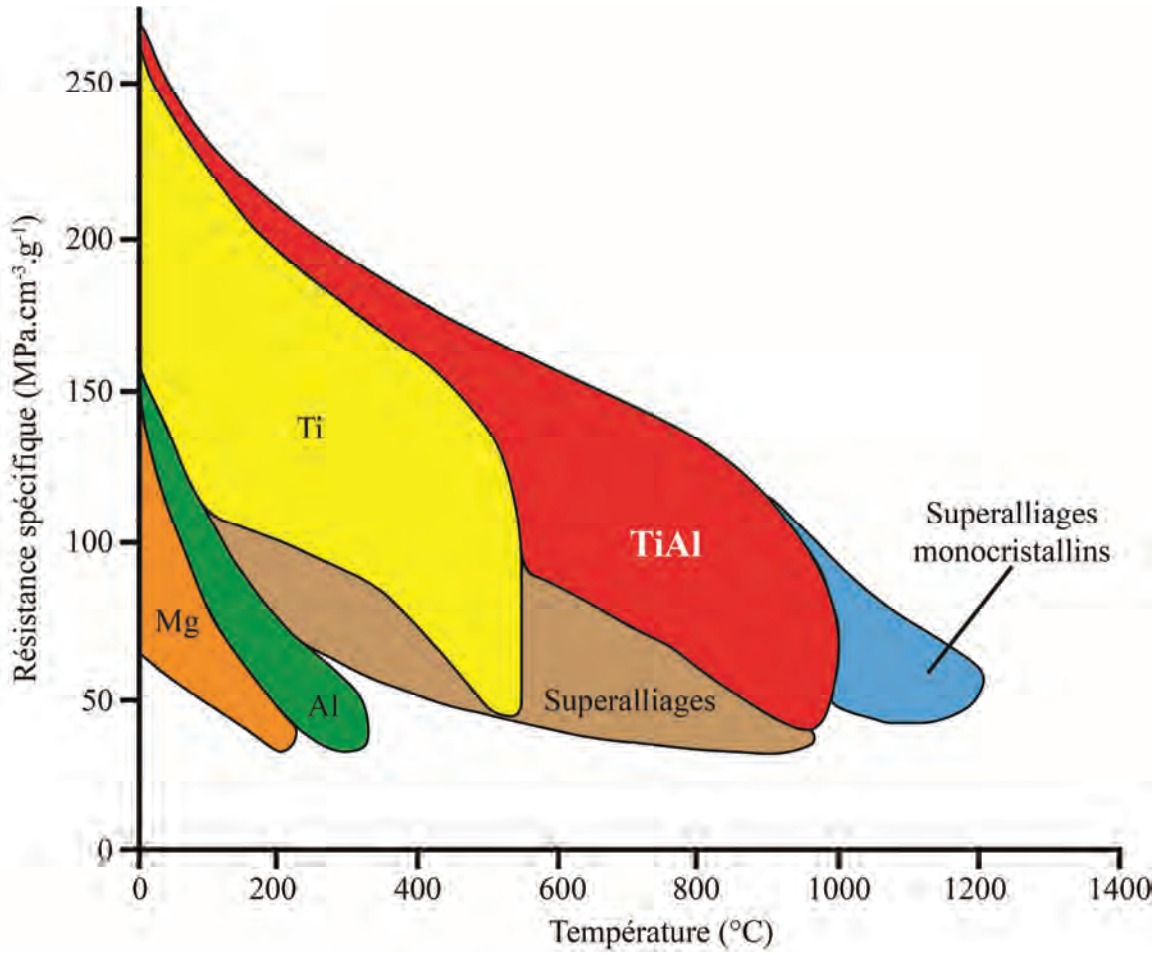
Ce mémoire s'articulera autour de sept chapitres. Après une revue bibliographique de l'état de l'art, un second chapitre sera dédié à la présentation des différentes techniques utilisées lors de la thèse.

Suivront alors deux parties rassemblant les cinq autres chapitres.

La première partie sera dédiée au développement et à l'amélioration d'alliages TiAl réalisés par SPS. Une étude sur l'effet du bore sera présentée dans le troisième chapitre suivi d'une comparaison entre deux alliages en termes de microstructures lors du quatrième chapitre. Dans le cinquième chapitre, les propriétés mécaniques de ces deux alliages seront introduites en lien avec une étude de plasticité par microscopie électronique en transmission conduite *post-mortem* dans des échantillons déformés en traction et en fluage, et appuyée par des expériences de traction *in-situ*.

La seconde partie concernera la fabrication de pièces par SPS. Ainsi, le sixième chapitre traitera de la maitrise du procédé tandis que la fabrication de préformes d'aubes fera l'objet du septième et dernier chapitre.

CHAPITRE I
BIBLIOGRAPHIE



Résistances spécifiques des alliages TiAl comparées à celles d'autre matériaux. Ces données indiquent un fort potentiel des alliages TiAl pour des applications à haute température [1].

CHAPITRE I : BIBLIOGRAPHIE

I.1. INTRODUCTION

Ce chapitre présente une revue bibliographique des alliages TiAl et de leurs propriétés. Nous y introduirons toutes les notions nécessaires à la compréhension de cette thèse en termes de matériau et de procédés de fabrication.

Une présentation générale des alliages TiAl dits « classiques » sera suivie d'une analyse de l'influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques. Nous verrons ensuite quelles sont les voies métallurgiques possibles d'amélioration du matériau pour finir sur un récapitulatif des procédés de fabrication existants.

I.2 ALLIAGES TIAL CLASSIQUES À REFROIDISSEMENT α

I.2.1. Généralités

Les alliages TiAl sont des intermétalliques. Leurs propriétés et structures cristallines diffèrent complètement de celles des métaux purs qui les constituent. Généralement, lors de la formation d'un intermétallique, un ordre à longue distance se met en place, ce qui entraine des restrictions dans les modes de déformation. De plus, les liaisons atomiques ne sont plus seulement de nature métallique mais aussi covalente. Cela participe à l'élévation de la résistance du matériau au détriment de la ductilité et de la ténacité [1].

Outre leur bonne résistance à haute température, le principal atout des aluminures de titane réside en leur faible masse volumique en comparaison de celles des superalliages ou des alliages à base titane. Le tableau I-1 présente un comparatif des différentes propriétés de ces trois classes de matériau [2].

Tableau I-1 : Comparatif de trois classes de matériaux concurrents [2].

Propriétés	Aluminures de titane		Alliages à base titane	Superalliages
	Alliages à base TiAl (phase γ)	Alliages à base Ti_3Al (phase α_2)		
Structure	$L1_0$	$D0_{19}$	hcp/bcc	fcc/$L1_2$
Masse volumique (g/cm^3)	3,7 – 3,9	4,1 – 4,7	4,5	7,9 – 8,5
Module d'Young à 20 °C (GPa)	160 – 180	110 – 145	95 – 115	206
Limite élastique (MPa)	350 – 600	700 – 990	380 – 1150	800 – 1200
Résistance à la traction (MPa)	440 – 700	800 – 1140	480 – 1200	1250 – 1450
Ductilité à 20 °C (%)	1 – 4	2 – 10	10 – 25	3 – 25
Ductilité à haute température (%/°C)	10 – 60 / 870	10 – 20 / 660	12 – 50 / 600	20 – 80 / 870
Ténacité à température ambiante (MPa√m)	12 – 35	13 – 30	12 – 50	30 – 100
Température limite de résistance au fluage (°C)	750 – 950	750	600	800 – 1090
Température limite de résistance à l'oxydation (°C)	800 – 950	650	600	870 – 1090

Les seules informations techniques que nous possédons et qui soient divulgables sont le cahier des charges fourni par la SNECMA pour l'application aubes de turbine. Elles concernent les propriétés en traction (tableau I-2) et en fluage (tableau I-3).

Tableau I-2 : Cahier des charges concernant les propriétés en traction

T (°C)	$Re_{0.2\%}$ (MPa)	Rr (MPa)	A (%)
20	390	460	1.5
500	330	460	2.5
700	330	450	2

Où $Re_{0.2\%}$ est la limite d'élasticité mesurée à 0,2% de déformation, Rr est la limite à la rupture et A est l'allongement plastique de l'échantillon.

Tableau I-3 : Cahier des charges concernant les propriétés en fluage

Conditions de fluage	Vm (s^{-1})	Dv (h)	$t_{1\%}$ (h)
700°C/300MPa	$7.5.10^{-8}$	410	--
750°C/120MPa	--	--	350
750°C/200MPa	--	400	--

Où Vm est la vitesse minimum de fluage, Dv est la durée de vie et $t_{1\%}$ est le temps nécessaire pour atteindre 1% de déformation.

I.2.2. Diagramme d'équilibre

Le diagramme d'équilibre a été établi en premier par Murray *et al.* en 1987 [3] (fig. I-1-a). Il présente l'évolution des phases en présence en fonction de la température et du pourcentage atomique d'aluminium. La partie centrale du diagramme, allant de 20 à 70% d'aluminium, a été ensuite précisée par McCullough *et al.* en 1989 [4] (fig. I-1-b). Ce dernier se limite aux domaines susceptibles d'avoir un débouché industriel.

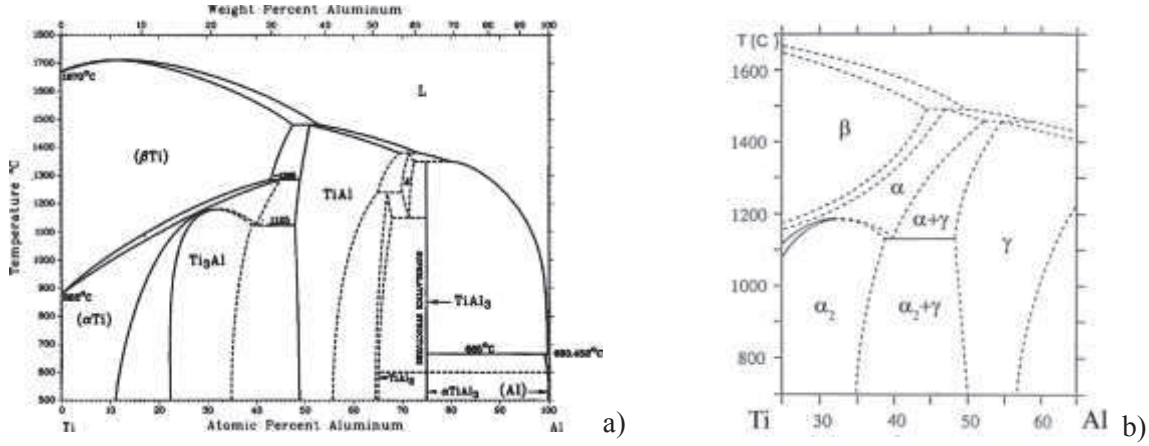


Figure I-1 : a) Diagramme de phase de l'alliage binaire TiAl établi par Murray et al. en 1987 [3]
b) Partie centrale du diagramme précisée par McCullough et al. en 1989 [4]

Ces diagrammes ont été réalisés pour l'alliage binaire TiAl. Les alliages actuellement utilisés et ceux en cours de développement présentent bien sûr une composition plus complexe due aux éléments d'additions. Chaque alliage va donc avoir un diagramme d'équilibre propre ; les différences peuvent être minimes ou très importantes, par exemple en raison de l'addition d'éléments lourds. Les modifications vont principalement porter sur les valeurs du palier eutectoïde et sur la position des frontières entre domaines.

On parle d'alliage à refroidissement α pour des teneurs en aluminium comprises entre environ 45 et 55% et dont le chemin de refroidissement ne passe pas par le domaine β. Ils sont dits classiques car ce sont les alliages qui ont été les plus étudiés. Ce sont eux qui volent

actuellement dans les moteurs GeNx de General Electric équipant certains Boeing. Le premier alliage breveté par General Electric et qui sert de référence possède la composition suivante : Ti-Al_{48}-Cr_2-Nb_2 [5].

Dans le diagramme proposé par McCullough *et al.*, quatre phases, dont nous décrirons les structures ci-dessous, sont présentes. Les phases α_2 et γ sont les constituants majeurs à température ambiante des alliages classiques à refroidissement α. La phase α est, quant à elle, obtenue à haute température. Ensuite, la phase β, elle aussi obtenue à haute température, joue un rôle important dans les nouvelles générations d'alliages. Nous parlerons aussi de la phase β_0, présente dans certains alliages à faible teneur en aluminium ou contenant des éléments lourds. Les phases α_2 et β_0 sont obtenues après mise en ordre de phases α et β.

I.2.3. Structures cristallographiques

Les caractéristiques des structures cristallographiques de chaque phase sont récapitulées ci-dessous (tableau I-4). Des descriptions plus détaillées peuvent être trouvées dans diverses thèses antérieures [6-8].

Tableau I-4 : Récapitulatif des caractéristiques cristallographiques de chaque phase.

	Structure	Groupe d'espace	Paramètres de maille
α	Hexagonale (A3 désordonnée)	P63/mmc	a_α = 0,290 nm c_α = 0,460 nm
α_2	Hexagonale (DO_{19})	P63/mmc	$a_{\alpha 2}$ = 0, 564-0,5783 nm $c_{\alpha 2}$ = 0, 4619-0,4760 nm
γ	Quadratique à faces centrées ($L1_0$)	P4/mmm	a_γ = 0,397-0,401 nm c_γ = 0,404-0,408 nm
β	Cubique centrée (A2 désordonnée)	$Im\bar{3}m$	a_β = 0,320 nm
β_0	Cubique centrée (B2)	$Pm\bar{3}m$	$a_{\beta 0}$ = 0,315 nm

La figure I-2 montre une représentation 3D des structures cristallines des trois phases que nous retrouvons à température ambiante ainsi qu'à la température de service.

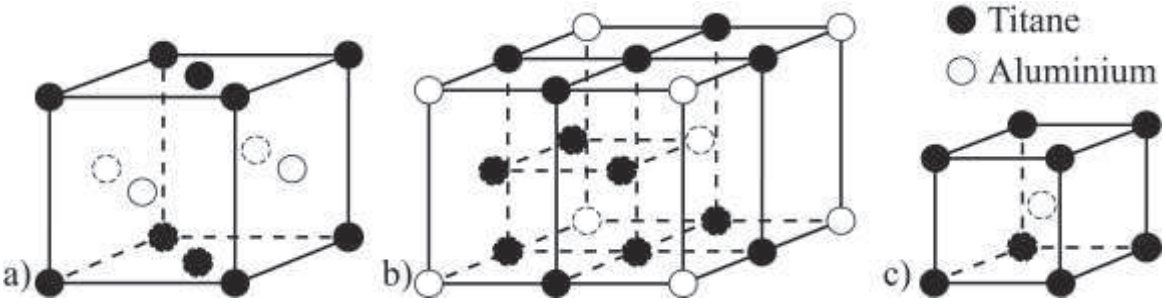


Figure I-2 : Structures cristallines des phases a) γ TiAl ($L1_0$), b) α_2 Ti_3Al (DO_{19}) , c) β TiAl (B2)

La phase γ, de composition TiAl, bien que de structure quadratique à faces centrées, est généralement traitée comme une structure cubique à faces centrées car le rapport c/a est très proche de 1. Nous utilisons alors les notations introduites par Hug *et al.* [9] : les directions sont notées <uvw] et les plans {ijk). Cette notation signifie que les deux premiers indices sont permutables.

La phase α_2, de structure hexagonale et de composition Ti_3Al, provient de la mise en ordre de la phase α à partir d'une température qui se situe aux environs de 1100°C mais qui varie en fonction des alliages. Les paramètres de maille de ces deux phases ont naturellement les relations : $a_{\alpha 2}=2a_\alpha$ et $c_{\alpha 2}= c_\alpha$.

Enfin, la phase β_0, elle aussi de composition TiAl comme la phase γ mais de structure cubique centrée, est issue de la mise en ordre de la phase β. Elle est présente dans des alliages à faible quantité d'aluminium ou contenant des éléments lourds β-gènes.

I.2.4. Microstructures

Dans le cas des alliages présentés dans ce mémoire, les trois phases introduites précédemment ne présentent pas de domaine monophasé aux températures d'utilisation. Les microstructures obtenues sont alors toujours composées d'au moins deux phases.
Afin d'obtenir une bonne homogénéité de la microstructure et les propriétés mécaniques requises, il est nécessaire de travailler, lors de l'élaboration du matériau, dans des domaines de température du diagramme d'équilibre existants au-dessus de 1100°C. Quatre types de microstructure peuvent alors être obtenus : Proche γ, duplex, proche lamellaire et lamellaire. Leurs domaines de température sont respectivement notés D1, D2, D3 et D4 sur la figure I-3. Les températures encadrant ces domaines ne sont pas données précisément car elles dépendent de plusieurs facteurs comme la quantité d'aluminium, la nature des éléments d'addition, la vitesse de chauffage ...

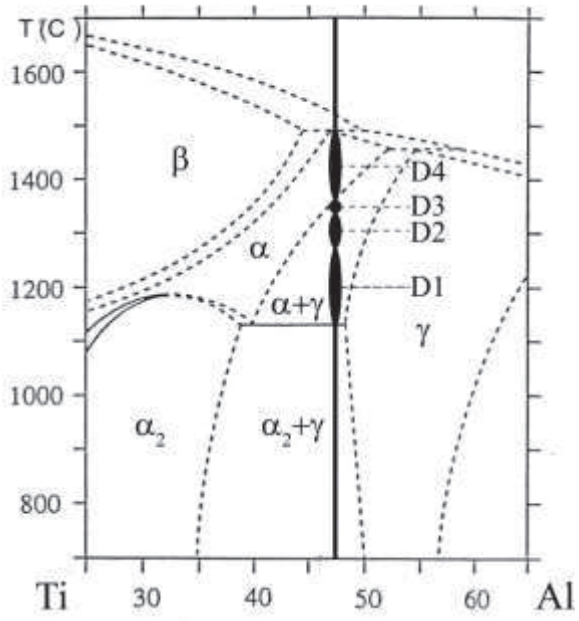


Figure I-3 : *Domaines de température associés aux diverses microstructures :*
D1 : Proche γ
D2 : Duplex
D3 : Proche lamellaire
D4 : Lamellaire
Les proportions d'éléments Ti et Al sont exprimées en % atomiques.

I.2.4.1. Microstructure proche γ

Comme son nom l'indique, cette microstructure est composée principalement de grains γ. Des grains α_2 sont aussi présents, principalement aux joints de grains γ.
Cette microstructure est obtenue par traitement dans le domaine D1, au-dessus du palier eutectoïde (fig. I-3). Une vue au microscope optique (MO) est présentée sur la figure I-4-a.

I.2.4.2. Microstructures duplex et proche lamellaire

La microstructure duplex (domaine D2 – fig. I-3) est composée des mêmes phases que la microstructure proche γ mais celles-ci coexistent de manière différente. Une image (MO) est présentée figure I-4-b. Il y a toujours des grains γ mais les grains monophasés α_2 se sont transformés en grains lamellaires. Ces derniers sont composés d'une alternance de lamelles γ et α_2. Les mécanismes de formation de ces grains lamellaires à partir des grains α monophasés formés à haute température seront décrits plus loin.

La microstructure proche lamellaire (domaine D3 – fig. I-3) dont on voit une image (MO) sur la figure I-4-c, est une structure duplex dans laquelle les zones lamellaires sont largement majoritaires au détriment des grains γ, en raison d'un traitement plus proche du transus α.

I.2.4.3. Microstructure lamellaire

Obtenue à plus haute température (domaine D4 – figure I-3), la microstructure lamellaire est composée à 100% de grains lamellaires (fig. I-4-d).
Elle est obtenue par traitement dans le domaine α. À cette température, la microstructure est alors entièrement composée de grains α de structure hexagonale désordonnée. La formation des grains lamellaires a lieu lors du refroidissement. Aux interfaces γ/α_2, les lamelles sont en relation de coïncidence suivant la relation suivante : $(111)_\gamma \| (0001)_{\alpha 2}$ avec $<1\bar{1}0>_\gamma \| <11\bar{2}0>_{\alpha 2}$ [10]. Il existe aussi des interfaces γ/γ dont nous allons détailler les différentes relations d'orientation par la suite.
Notons que lors du passage du transus α, la taille des grains α augmente soudainement, entrainant une taille de grains lamellaires très importante. Dans certains cas, un diamètre de grains de plus de 1mm peut être atteint. Nous verrons, par la suite, que la maitrise de ce grossissement soudain est un enjeu majeur pour l'amélioration des propriétés mécaniques.

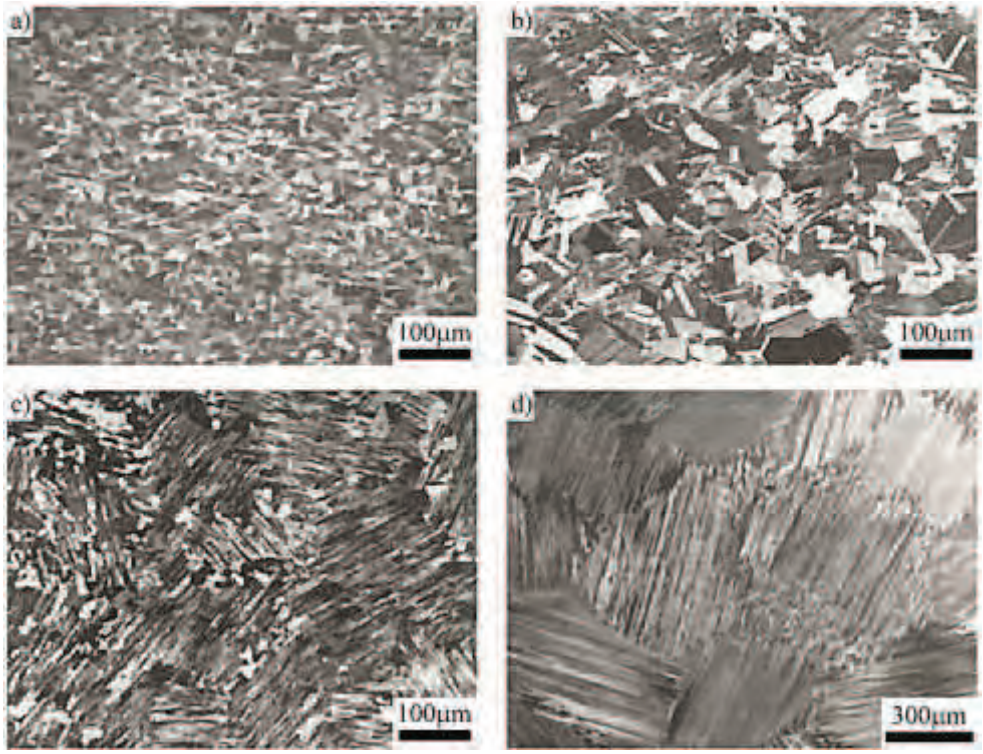


Figure I-4 : Microstructures obtenues dans les quatre domaines délimités sur la figure I-3 [11]
a) Proche γ (domaine D1)
b) Duplex (domaine D2)
c) Proche lamellaire (domaine D3)
d) Lamellaire (domaine D4)

I.2.4.3.1. Relations d'orientation aux interfaces γ/γ

Aux interfaces γ/γ, quatre principales relations d'orientation peuvent être trouvées [12, 13] :

- la relation de macle :

Les deux lamelles γ ont des orientations en symétrie miroir par rapport à un plan (111) commun qui est le plan d'interface (fig. I-5).

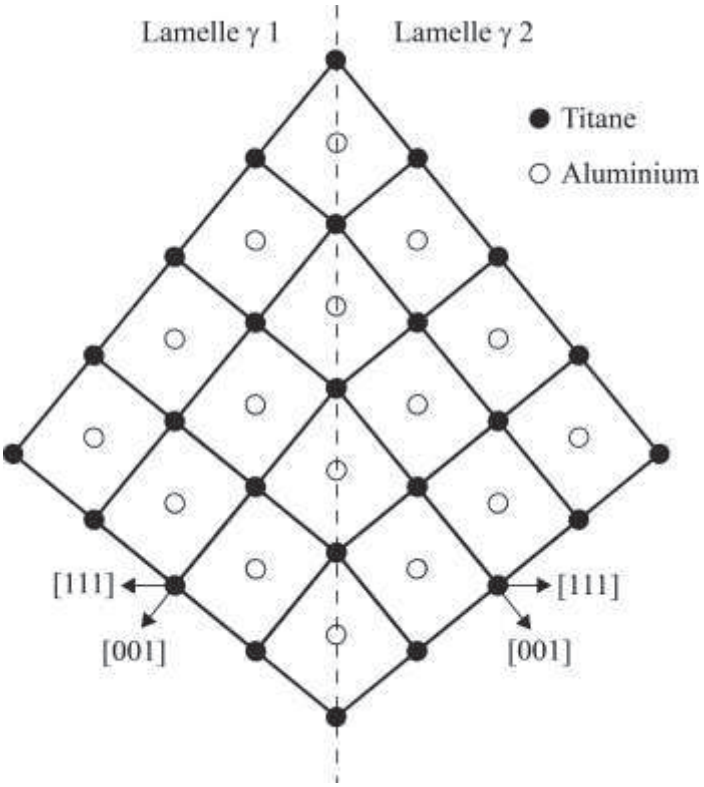


Figure I-5 : Relation de macle (suivant un plan (110)).

- La relation de pseudo-macle :

Cette relation revient à la somme d'une relation de macle et d'une faute d'ordre. Comme pour la relation de macle, les orientations des deux lamelles γ sont en symétrie miroir par rapport au plan d'interface mais il y a en plus une faute d'ordre dans ce plan (fig. I-6).

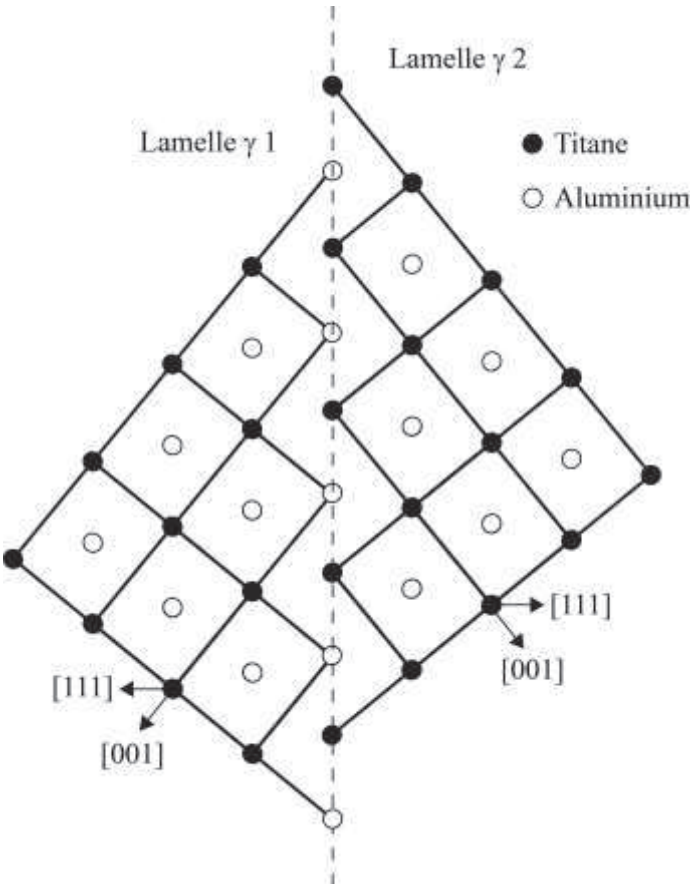


Figure I-6 : Relation de pseudo-macle (suivant un plan (110))

- La paroi d'antiphase :

Les deux lamelles γ ont la même orientation mais l'arrangement atomique d'une lamelle est décalé d'un vecteur de translation $\frac{1}{2}$[101] (ou $\frac{1}{2}$[011]) par rapport à l'autre (fig. I-7). Notons que ce type d'interface n'a jamais été observé car l'interface est très instable et mobile.

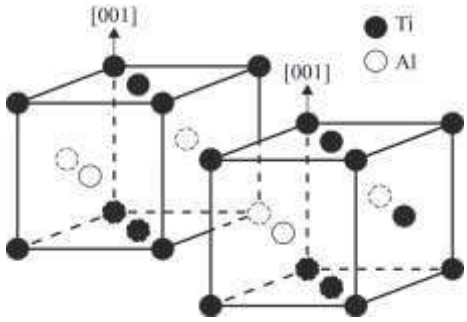


Figure I-7 : Paroi d'antiphase

- Le domaine d'ordre :

Les deux lamelles γ ont la même orientation mais il y a une faute dans l'ordre à longue distance. Par exemple, un plan formé uniquement d'atomes d'aluminium devient un plan formé d'atomes d'aluminium et de titane à parts égales (fig. I-8).

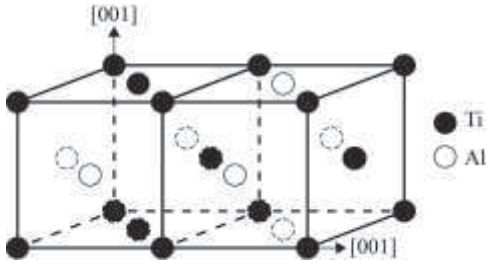


Figure I-8 : Domaine d'ordre

Notons qu'au sein d'une même lamelle γ, deux variantes d'orientation issues du processus de précipitation des lamelles γ peuvent coexister : elles sont séparées par une paroi de domaines d'ordre [14]. Il en résulte des changements de relation d'orientation le long d'une même interface.

I.2.4.3.2. Mécanismes de formation de la structure lamellaire

Le processus de précipitation des lamelles γ dans les grains α a été largement décrit dans la littérature. Il suit trois étapes lors d'un refroidissement très lent [15-22] :

I.2.4.3.2.1. Germination (fig. I-11-a)

Des dislocations de Shockley résultant de la dissociation $\frac{a}{3}<11\bar{2}0> \rightarrow \frac{a}{3}<11\bar{1}0> + \frac{a}{3}<01\bar{1}0>$ sont formées de manière hétérogène principalement aux joints de grains [15, 18, 20] et se propagent le long des plans basaux des grains α conduisant à la formation de lamelles γ satisfaisant la relation d'orientation $(111)_\gamma \| (0001)_\alpha$ et $<1\bar{1}0>_\gamma \| <11\bar{2}0>_\alpha$ [10, 12]. Les lamelles γ précipitées ont alors une des deux séquences d'empilement possibles (ABCABC ou ACBACB) notées γ_i et γ_j (fig. I-10).
Les précurseurs de la nucléation de ces lamelles γ sont considérés être des fautes d'empilement étendues, formées aux joints de grains α/α ou aux joints de grains γ dit « allotriomorphes » [16, 18, 20]. Ce dernier cas a été mis en évidence expérimentalement par des observations au microscope électronique en transmission (MET) [22]. Ces grains γ allotriomorphes sont formés aux joints de grains α/α lorsque la force motrice est faible et que

le compromis entre énergie de joint de grains α/α et énergie d'interface entre précipités γ et grains α est favorable. La croissance de ces grains va ensuite dépendre fortement de la vitesse de refroidissement et de la teneur en aluminium. Les lamelles γ précipitent alors à partir de ces grains en gardant leur orientation. Ce processus est récapitulé sur la figure I-9.

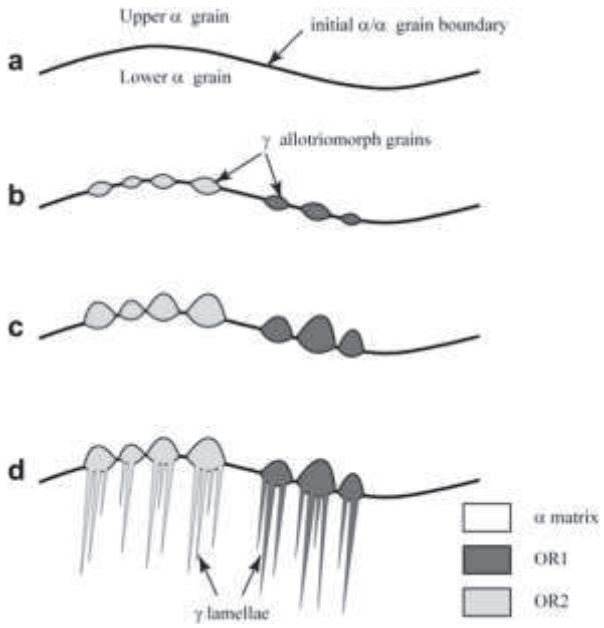


Figure I-9 : Mécanisme de germination des lamelles à partir de grains γ allotriomorphes [22].

I.2.4.3.2.2. Mise en ordre (fig. I-11-b)

Dans un second temps, à plus basse température, la mise en ordre des lamelles γ a lieu. Pour chaque séquence d'empilement, trois orientations sont possibles. Nous pouvons les distinguer par la position des directions monoatomiques <110] dans le plan d'interface [12]. Comme il y a deux séquences d'empilement possibles, nous obtenons six variantes d'orientation de lamelles γ dans un grain lamellaire (notées OR1 à OR6 – fig. I-10).
Cette mise en ordre opère durant la croissance et l'élargissement des lamelles par diffusion chimique à courte distance.

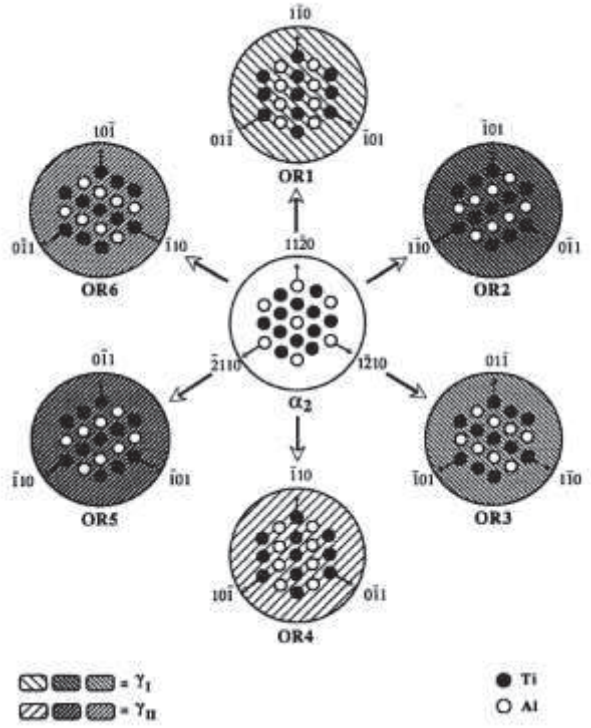


Figure I-10 : Schéma représentant les 6 variantes d'orientation de la phase γ vis-à-vis du plan basal de la phase α_2 (représenté au centre) [12].

I.2.4.3.2.3. Croissance (fig. I-11-c)

Les lamelles γ s'élargissent au sein de la matrice α par un mécanisme de marche qui requiert une propagation de dislocations partielles de Shokley [19] (fig. I-12-a).

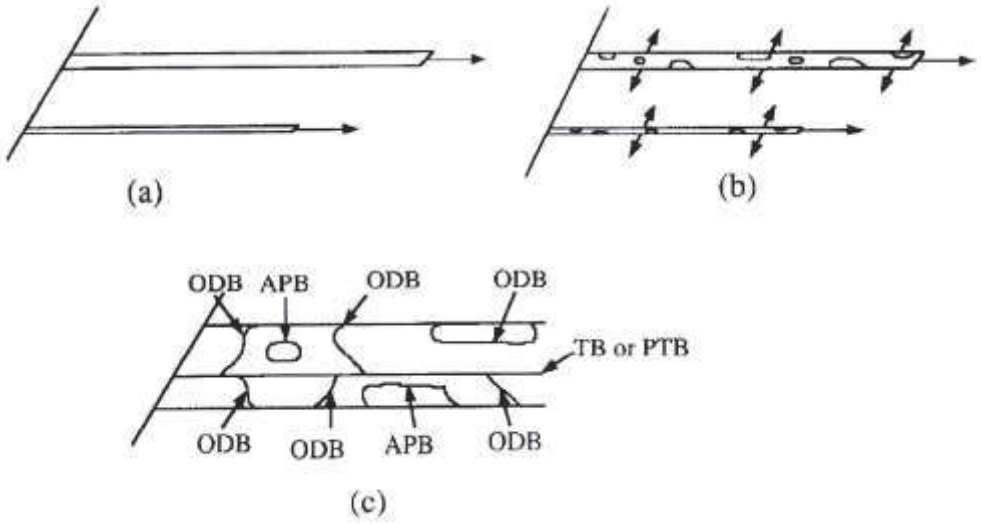


Figure I-11 : Séquence de formation des lamelles γ lors d'un refroidissement très lent [20].

I.2.4.3.2.4. Influence de la vitesse de refroidissement

Le processus de précipitation des lamelles γ peut être influencé par la vitesse de refroidissement [19]. Contrairement aux vitesses très lentes (fig. I-11 et I-12-a), pour des vitesses lentes à rapides, l'étape de croissance des lamelles γ ne consiste plus seulement en l'expansion des lamelles γ existantes mais va en plus être suivie d'une nucléation d'une autre génération de lamelles γ comme expliqué ci-dessous :

- Refroidissement lent (fig. I-12-b) :

Ce cas correspond à une transformation à haute température [23, 24]. L'expansion latérale ne se fait plus uniquement par croissance mais également par nucléation de nouvelles lamelles γ en relation de macle le long des interfaces des lamelles déjà existantes [19, 23, 24]. L'énergie requise pour le déploiement des interfaces γ/α est plus faible que pour la nucléation d'une nouvelle lamelle γ (donc de deux interfaces) dans la phase α. Ce processus est facilité par le fait que l'interface en macle est celle qui possède le minimum d'énergie d'interface.

- Refroidissement rapide (fig. I-12-c) :

La transformation a lieu à plus basse température [23]. La force motrice activera plus facilement la nucléation de nouvelles lamelles γ aux joints de grains α [19]. Ce mécanisme produit plus d'interfaces γ/α/γ au détriment des interfaces γ/γ et génère une plus grande quantité de lamelles γ plus fines.

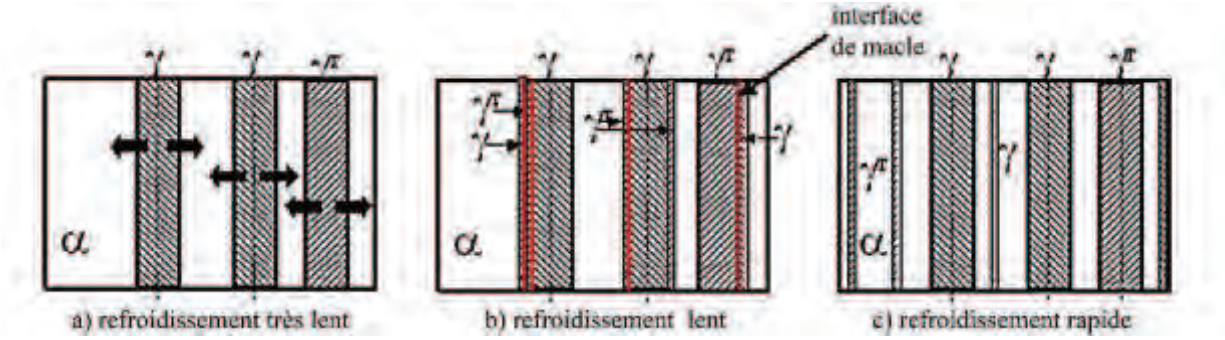


Figure I-12 : Mécanismes de croissance des lamelles γ en fonction de la vitesse de refroidissement [19].

I.2.5. Modes de déformation

Dans cette section, nous discuterons les modes de déformation actifs dans chaque phase avant d'aborder les mécanismes de transmission aux interfaces et aux joints de grains.

I.2.5.1. Modes de déformation de la phase α_2

I.2.5.1.1. À température ambiante :

Une étude d'un alliage monophasé α_2 a montré que la déformation se fait principalement par glissement de paires de dislocations de vecteur de Burgers $\vec{b} = \frac{1}{6}<11\bar{2}0>$ dans le plan prismatique de type $\{10\bar{1}0\}$ ainsi que, moins fréquemment, par glissement de paires de dislocations de vecteur de Burgers $\vec{b} = \frac{1}{6}<11\bar{2}6>$ dans le plan pyramidal de type $\{10\bar{2}\bar{1}\}$ [25]. La structure α_2 est peu ductile du fait de l'impossibilité des dislocations de type $\vec{b} = \frac{1}{6}<11\bar{2}0>$ de glisser sur des plans différents de $\{10\bar{1}0\}$, tel que le plan de base (0001), et de la faible mobilité des dislocations de type $\vec{b} = \frac{1}{6}<11\bar{2}6>$.
Néanmoins, il a été montré que la phase α_2 pouvait être rendue plus ductile, par exemple, par l'ajout de niobium. Ce dernier diminuerait l'influence fragilisante des liaisons covalentes en se substituant aux atomes de titane [25]. D'autres travaux sur des alliages à très faible teneur en aluminium ont permis de travailler avec des microstructures biphasés $\alpha_2 + \beta_0$. Des essais *in-situ* menés notamment dans l'alliage Ti-$Al_{23,7}$-$Nb_{9,4}$ expliquent que la mise en solution de niobium dans la phase α_2 pourrait être à l'origine d'une meilleure homogénéité du glissement dans le plan de base et ainsi participer à l'amélioration de la ductilité de cette phase [26].

I.2.5.1.2. À haute température (>650°C) :

Plusieurs études [25, 27, 28] ont montré qu'au-delà de 650°C, le système de déformation principal reste le glissement de paires de dislocation $\vec{b} = \frac{1}{6}<11\bar{2}0>$ dans le plan $\{10\bar{1}0\}$ comme à température ambiante. De plus, à ces températures, l'activation de rangées de boucles observées le long de [0001] a mis en évidence la montée de dislocations ayant un vecteur de Burgers parallèle à la direction <1120>. Notons aussi que la température augmente l'activité des dislocations de type $\vec{b} = \frac{1}{3}<11\bar{2}0>$ dans le plan (0001) mais que leur influence reste limitée.

Quoi qu'il en soit, dans les alliages qui seront présentés et étudiés tout au long de ce mémoire, la phase α_2 est admise comme indéformable du fait de la plus forte déformabilité de la phase γ [29].

I.2.5.2. Modes de déformation de la phase γ

La déformation de la phase γ a été la plus étudiées dans TiAl. Elle est fortement dépendante de la microstructure, de la composition chimique de l'alliage et de la température de sollicitation. Il a été largement établi que, dans la plupart des conditions, elle a lieu dans les plans denses (111) par glissement de dislocations ordinaires, par maclage et assez rarement par glissement de superdislocations [2, 11, 30-36].

I.2.5.2.1. Dislocations ordinaires :

I.2.5.2.1.1. À température ambiante :

Comme introduit précédemment, la structure quadratique est assimilée à une structure cubique à faces centrées car le rapport c/a est très proche de 1. On y retrouve donc des

dislocations classiques d'un cristal cubique à faces centrées, d'où le nom de dislocations « ordinaires ». Il existe quatre systèmes de glissement possibles pour ce type de dislocations :

- $\frac{1}{2}[110](1\bar{1}1)$
- $\frac{1}{2}[110](\bar{1}11)$
- $\frac{1}{2}[1\bar{1}0](111)$
- $\frac{1}{2}[1\bar{1}0](\bar{1}\bar{1}1)$

C'est-à-dire que deux vecteurs de burgers de type $\frac{1}{2}[110]$ (fig. I-13-a) sont possibles, chacun appartenant à deux plans de type (111) (fig. I-13-b). Le schéma de dissociation associé à ce type de dislocation est le suivant : $\frac{1}{2}[110] = \frac{1}{6}[112] + SF + \frac{1}{6}[11\bar{2}]$ où SF signifie faute d'empilement.

Ces dislocations ordinaires sont alignées dans leur direction vis et sont ancrées sur des points d'épinglage [33, 35, 37-39]. De plus, plusieurs études ont mis en évidence du glissement dévié [34, 40, 41].

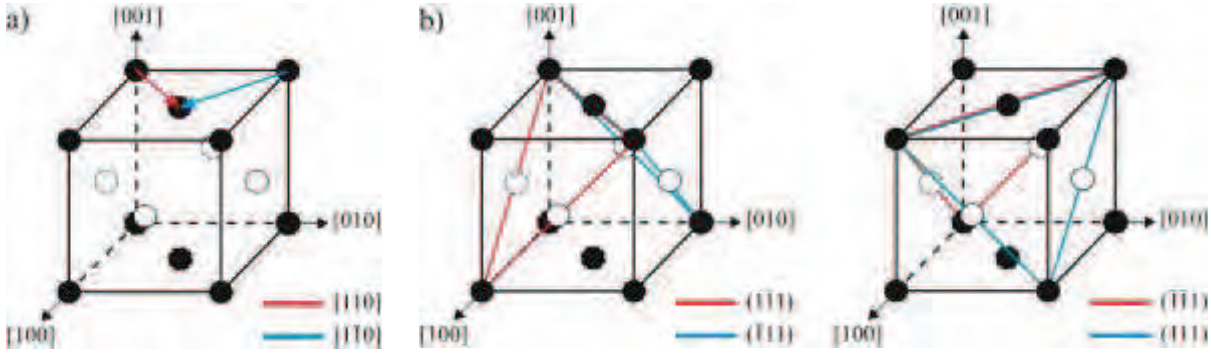


Figure I-13 : Systèmes de déformation par dislocations ordinaires de la phase γ TiAl. a) Vecteurs de Burgers, b) Plans de glissement.

I.2.5.2.1.2. À haute température :

Pour des températures de plus de 600°C, plusieurs auteurs ont montré le changement de comportement des dislocations ordinaires. Elles ne sont plus alignées suivant leur direction vis et ne sont plus épinglées [33, 42]. Le phénomène de montée intervient [43-45].

I.2.5.2.2. Superdislocations :

Très peu observées dans des alliages polycristallins polyphasés, elles ont été principalement mises en évidence dans des alliages monophasés ou monocristallins. Ce sont des dislocations du super-réseau chimique qui glissent sur les plans denses (111) (fig. I-13-b). Il en existe deux types aux vecteurs de Burgers différents (fig. I-14) :

- $\vec{b}$ = a<011] (ou a<101]) :

Grâce à différentes études par microscopie électronique, plusieurs schémas de dissociation de ces superdislocations ont été proposés. Les trois principaux sont :

- $<011] = \frac{1}{2}<011] + APB + \frac{1}{2}<011]$ [46-48]
- $<011] = \frac{1}{2}<011] + APB + \frac{1}{6}<121] + ISF + \frac{1}{6}<112]$ [9, 42, 49, 50]
- $<011] = \frac{1}{6}<112] + ISF + \frac{1}{6}<154]$ [39, 51]

Où APB signifie paroi d'antiphase et ISF faute d'empilement intrinsèque.

La morphologie de ces superdislocations évolue avec la température. En effet, plus la température augmente, plus elles vont s'allonger dans leur direction vis [42, 51]. Elles ne sont plus visibles pour des températures de sollicitation supérieures à 800°C.

- $\vec{b} = \frac{a}{2}$<112] :

Bien qu'encore plus rarement observées, ces superdislocations peuvent exister en raison d'une orientation de la contrainte très favorable [51] ou de la décomposition de surperdislocations de type a<011] [52].

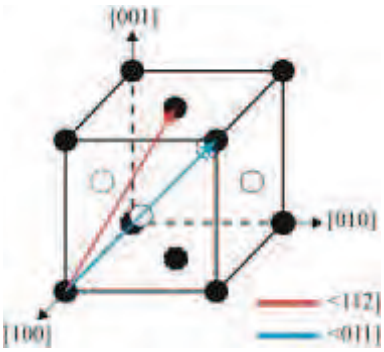


Figure I-14 : Vecteurs de Burgers des deux types de superdislocations possibles dans la phase γ TiAl.

Des essais de compressions sur deux alliages avec et sans éléments d'addition (Ti-Al_{48} et Ti-$Al_{47.5}$-$Cr_{2.5}$) ont montré l'influence du chrome sur la nature des superdislocations dans la phase γ [29]. Dans l'alliage sans chrome, les superdislocations sont de type <011] tandis que dans l'alliage avec chrome elles sont de type $\frac{1}{2}$<112].

I.2.5.2.3. Maclage :

Premièrement introduit par Shechtman *et al.* [53], il a été montré que le maclage est dû au glissement de dislocations partielles de Schokley de type $\frac{1}{6}$<112] sur des plans (111) adjacents (fig. I-15). L'activation de macles se fait en respect de la loi de Schmid appliquée aux dislocations de Shockley [36, 54] soit au sein même d'un grain γ, soit aux joints de grains ou aux interfaces [14, 36, 55]. Ensuite, la propagation des macles, en réponse à une sollicitation externe, serait contrôlée par les interactions entre les dislocations de Shockley et des microprécipités [36, 46, 54]. Différentes interactions peuvent alors avoir lieu, soit avec d'autres macles activées dans le même grain, soit avec des dislocations ordinaires [46, 54, 56-58].
Dans le cas d'un grain lamellaire, le mécanisme de déformation prédominant des lamelles γ est le maclage car les interfaces cohérentes et semi-cohérentes qui séparent les lamelles individuelles sont le lieu de sources de dislocations de macles [59].

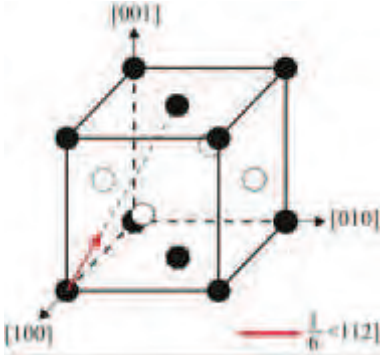


Figure I-15 : Vecteur de Burgers d'une dislocation partielle de Shockley à l'origine du maclage dans la phase γ TiAl.

I.2.5.3. Modes de déformation de la phase β_0

De structure cubique centrée, cette phase se déforme par glissement de superdislocations vis rectilignes de vecteur de Burgers <111> (fig. I-16) sur les plans (110), (112) et (123) [26, 28, 60]. Un schéma de dissociation de ce type de dislocation a été proposé sans avoir été vérifié expérimentalement par Banerjee *et al.* [61] donnant $<111> = \frac{1}{2}<111> + APB + \frac{1}{2}<111>$. De manière générale, cette phase se déforme de manière hétérogène avec une concentration de la déformation dans des bandes de glissement [61].

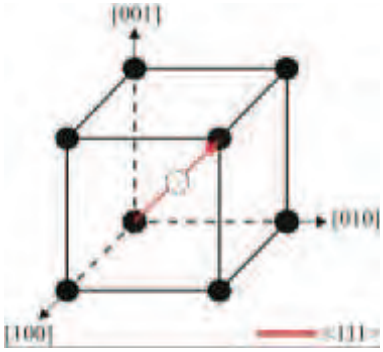


Figure I-16 : Vecteur de burgers d'une superdislocation de type <111> dans la phase β_0 TiAl.

I.2.5.4. Mécanismes de transmission de la déformation

Un point important qui va influencer principalement la limite d'élasticité et la ductilité du matériau est sa capacité à transmettre la déformation d'un grain à un autre ou, au sein d'un grain lamellaire, d'une lamelle à une autre. Plusieurs mécanismes entrent en jeu en fonction de la nature de l'interface à franchir et de la structure des grains impliqués.

I.2.5.4.1. Dans les grains lamellaires

I.2.5.4.1.1. Transmission γ/γ

La transmission d'une lamelle γ à une autre va être principalement gouvernée par la réaction la plus favorable énergétiquement en fonction de plusieurs critères [17, 62] qui sont :

- La contrainte macroscopique appliquée
- La contrainte locale due à l'empilement de dislocations à l'interface
- Les facteurs de Schmid
- La relation d'orientation entre les deux lamelles
- Le vecteur de Burgers des dislocations incidentes

Dans les grains lamellaires, la transmission de la déformation est fortement dépendante de la nature des dislocations incidentes (macles ou dislocations ordinaires). Une étude par déformation in-situ a montré que dans le premier cas, la transmission peut être expliquée par une réaction à l'interface impliquant les dislocations incidentes et les dislocations transmises mais que dans le deuxième cas, en l'absence d'empilement, la transmission est plus difficile [17].

I.2.5.4.1.2. Transmission $\gamma/\alpha_2/\gamma$

Le franchissement des lamelles α_2 par la déformation peut se produire de façons différentes : par effet élastique ou par déformation plastique de la lamelle α_2.
Le premier mécanisme est souvent observé pour des lamelles α_2 très fines et lorsque les deux lamelles γ l'entourant ont la même orientation. Par exemple, la contrainte élastique due au

blocage d'une macle dans la première lamelle γ va générer une source de dislocation dans la seconde (fig. I-17-a).
Dans le cas où la lamelle α_2 se déforme plastiquement, la transmission de la déformation va se faire par le glissement de dislocations de type $\frac{1}{3}<11\bar{2}0>\{1\bar{1}00\}$ dans la lamelle α_2, générées par l'accumulation de dislocations de Shokley de type $\frac{1}{6}<112](111)$ à l'interface dans la première lamelle γ [63] (fig. I-17-b). Ce cas est peu observé du fait de la faible plasticité de la phase α_2.

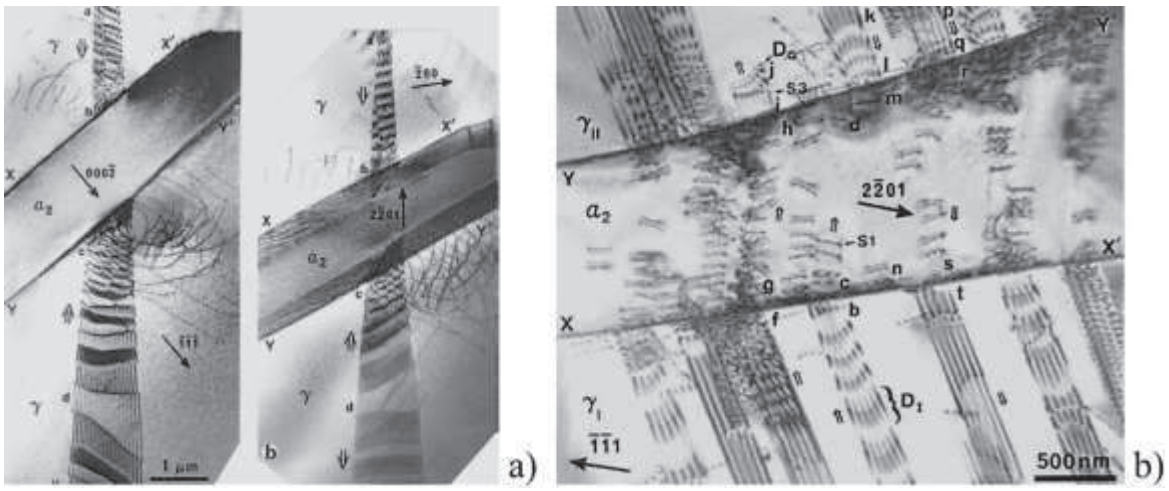


Figure I-17 : Transmission de la déformation à travers des lamelles α_2 dans des grains lamellaires [63]. a) Cas où la lamelle α_2 ne se déforme pas, b) Cas où elle se déforme.

I.2.5.4.2. Entre grains γ adjacents

Comme précisé précédemment, les grains α_2 étant considérés comme indéformables, nous ne parlerons que de la transmission entre grains γ. De manière générale, les critères de transmission sont les mêmes que lors d'une transmission entre lamelles à la différence près que les deux grains n'ont pas, en général, de relation d'orientation.
Deux grains γ peuvent avoir une relation d'orientation comme, par exemple, lorsqu'ils sont séparés par une macle de croissance, ils sont alors en relation de macle. De même, une orientation commune peut avoir lieu si les deux grains γ nucléent à partir d'un même grain α [22].
Dans le cas où les deux grains ont des orientations favorables, la transmission va se faire principalement par la présence d'une macle dans un grain, générant l'émission de dislocations ordinaires de type $\frac{1}{2}<110]$ ou d'une autre macle dans le grain suivant [31].
Si les deux grains γ n'ont pas d'orientation favorable, la transmission n'aura lieu que pour des macles ou des empilements de dislocations ordinaires suffisamment importants pour générer une très forte contrainte. Plus les grains auront une taille importante, plus ça pourra être le cas [64].

I.2.5.5. Conclusion sur les modes de déformation

La déformation va se concentrer dans les grains et lamelles γ. Elle va se faire principalement par glissement de dislocations vis ordinaires et par maclage générés par la contrainte macroscopique appliquée, en accord avec la loi de Schmid. La transmission de la déformation d'une lamelle ou d'un grain à un autre n'est pas systématique et nécessite des contraintes élevées que seules les macles parviennent à générer.

I.3. INFLUENCE DE LA MICROSTRUCTURE SUR LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES

Les propriétés mécaniques des alliages vont être fortement influencées par l'histoire thermique mais aussi par plusieurs autres caractéristiques comme :

- Les paramètres microstructuraux (proportion des phases en présence, taille de grain, épaisseur des lamelles, nature des interfaces ...),
- La teneur en aluminium,
- La nature, les proportions et la répartition des éléments d'addition.

Pour le choix d'un matériau et le dimensionnement de pièces, beaucoup de propriétés sont à considérer comme la résistance à la corrosion, au feu et à l'oxydation, la tenue en fatigue, la ténacité ... Comme seules certaines propriétés mécaniques ont été étudiées dans cette thèse, nous n'aborderons donc que les essais de traction et de fluage dans cette revue.

I.3.1. Influence de la microstructure sur la résistance à la traction

Kim et Dimiduk [10] ont été les premiers à étudier l'évolution des propriétés en traction en fonction de la microstructure dans un alliage de composition Ti-Al_{47}-Cr_1-V_1-$Nb_{2.5}$ (fig. I-18). Chaque lettre correspond à une microstructure.

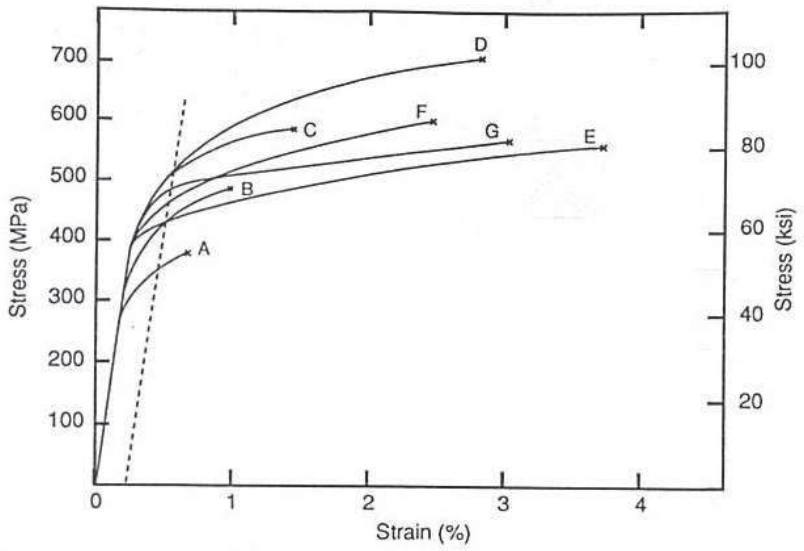


Figure I-18 : Variation des propriétés en traction en fonction de la microstructure [10].
Structure lamellaire : courbes A, B et C *Structure proche lamellaire : courbe D*
Structure duplex : courbes E et F *Structure proche γ : courbe G*

Notons que les propriétés varient fortement d'une microstructure à une autre mais aussi pour une microstructure donnée. Cela confirme que les propriétés sont influencées par beaucoup de facteurs.

I.3.1.1. Microstructure proche γ

Cette microstructure offre une limite d'élasticité moyenne dans le cas du graphique (fig. I-18 – courbe G) de Kim et Dimiduk [10]. Mais cette limite d'élasticité peut fortement varier avec la taille de grains γ suivant la loi de Hall-Petch. Cette variation a été vérifiée par plusieurs auteurs [11, 65-69] avec des limites d'élasticité allant jusqu'à 1000MPa. Le graphique figure I-19 montre l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la taille de grains d'après les travaux de Huang et Shih [69], Koeppe *et al.*[68] et Appel et Wagner [11].

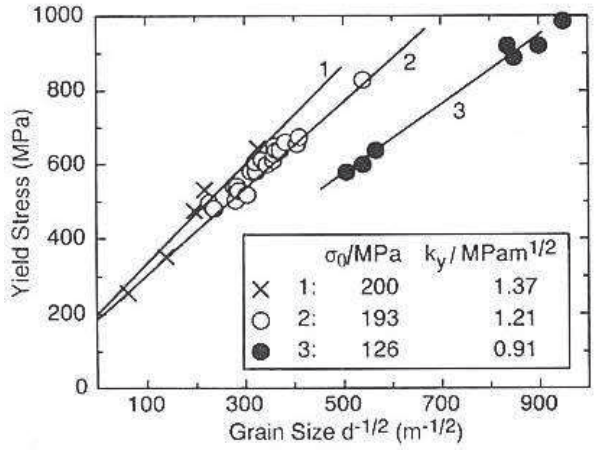


Figure I-19 : Variation de la limite d'élasticité en fonction de la taille de grains pour une microstructure proche γ. Courbe 1 [69], courbe 2 [68], courbe 3 [11].

De manière générale, la microstructure proche γ à petits grains offre les plus hautes résistances. Par contre, plus la limite d'élasticité sera élevée, moins le matériau sera ductile du fait des contraintes élevées présentes pendant la déformation plastique.

I.3.1.2. Microstructure duplex

La microstructure duplex offre très souvent le meilleur compromis entre limite d'élasticité et ductilité (fig. I-18 – courbes E et F) [10, 70, 71]. La présence des grains lamellaires, par leur comportement anisotrope, apporte un effet durcissant tandis que les grains γ accommodent la déformation imposée.
Certains auteurs ont pu identifier un effet Hall-Petch en ne considérant que les grains γ (avec le diamètre comme unique paramètre variable) [72]. Ils montrent qu'à 20°C, et malgré une fraction volumique de 50% de grains lamellaires, la taille limitée de ces derniers (entre 12 et 35µm) n'influe que très peu sur la limite d'élasticité du matériau. Nous pouvons voir l'effet de la taille de grains sur la limite d'élasticité sur la figure I-20-a fournie par Kim [73]. Par contre, la ductilité ne parait pas être influencée par ce paramètre comme le montre la figure I-20-b.

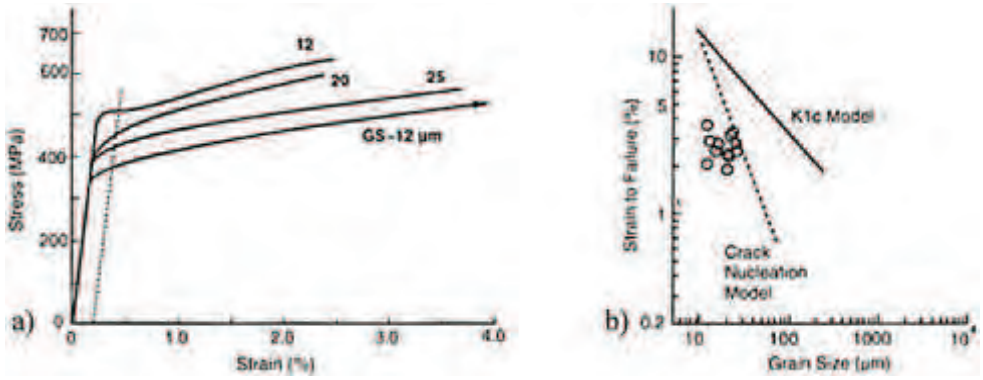


Figure I-20 : Variation des propriétés mécaniques de la microstructure duplex en fonction de la taille de grains [73]. a) Variation de la limite d'élasticité (les valeurs données sont les tailles moyennes des grains γ). b) Variation de la ductilité.

Jung *et al.* [64], après une importante collecte de données de la littérature, ont pu mettre en évidence l'influence de la fraction volumique de grains lamellaires sur la constante de Hall-Petch (k^c_y) et donc sur la limite d'élasticité. Plus il y a de grains lamellaires, plus le matériau sera résistant à taille de grains fixe.

Dans le cas d'une microstructure proche lamellaire, l'importante augmentation de la taille des grains lamellaires a une forte influence. La forme de la courbe va tendre vers celle d'une microstructure lamellaire avec un plus fort écrouissage (courbe D – fig. I-18).

I.3.1.3. Microstructure lamellaire

Les propriétés mécaniques des alliages 100% lamellaires (fig. I-18 – courbes A, B et C) sont non seulement influencées par la taille de grains mais aussi par l'espacement lamellaire [74]. Du fait de l'augmentation soudaine de la taille de grains lors du passage dans le domaine α pendant l'élaboration du matériau ou pendant les traitements thermiques, les microstructures lamellaires souffrent souvent d'une taille de grains importante.

L'orientation des grains lamellaires par rapport à l'axe de sollicitation va aussi jouer un rôle important. Des essais de traction sur des alliages ayant subi une solidification dirigée ont révélé la forte dépendance de la limite d'élasticité à l'orientation des grains lamellaires [75]. Nous pouvons voir (fig. I-21) pour plusieurs alliages qu'il existe une plage angulaire (entre 30 et 70° environ) dans laquelle les grains se déforment à plus basse contrainte (mode mou).

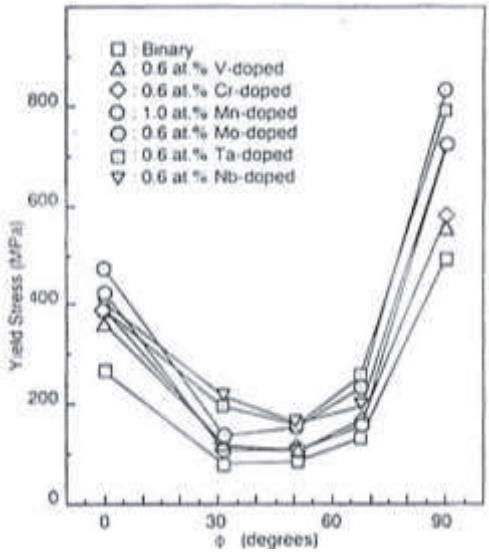


Figure I-21 : Variation de la limite d'élasticité en fonction de l'orientation des grains lamellaires [75]

Nous pouvons suivre l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la taille de grains sur le graphique fourni par Kim [73] figure I-22-a. Notons que dans cette étude l'espacement lamellaire varie de 0,3 à 1,5µm. Il montre aussi que, contrairement aux microstructures duplex, la ductilité est clairement influencée par la taille de grains. Ce résultat est interprété par un modèle d'initiation de la rupture K1c (fig. I-22-b) [73, 76, 77]. Plus la taille de grains augmente, moins le matériau est ductile. Ces résultats sont confirmés par Liu et Maziasz [74].

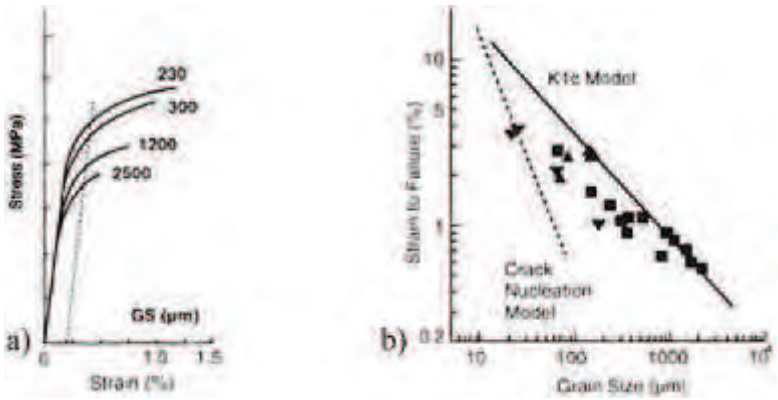


Figure I-22 : Variations des propriétés mécaniques de la microstructure lamellaire en fonction de la taille de grains [73] a) Variation de la limite d'élasticité (les valeurs données sont les tailles moyennes des grains lamellaires). b) Variation de la ductilité.

Un effet Hall-Petch a été mis en évidence par Tang *et al.* [78] pour différents alliages. En gardant la même vitesse de refroidissement pour chaque échantillon, ils obtiennent un espacement lamellaire presque constant d'un échantillon à l'autre (pour un alliage donné), mettant alors en valeur l'influence de la taille de grains sur la limite d'élasticité et la limite à la rupture.
D'autres auteurs se sont intéressés à l'effet combiné des deux paramètres. Sun [79] montre que, par le biais d'un modèle théorique d'empilement de dislocations, la limite d'élasticité est principalement dépendante de l'espacement lamellaire et que l'effet de la taille de grains n'a lieu que pour de faibles tailles (et pour une contrainte de franchissement des interfaces lamellaires inférieure à 10% de la contrainte de franchissement du joint de grains). Liu et Maziasz [74] rejoignent les conclusions de Sun par un travail expérimental réalisé sur différents alliages et concluent sur la nécessité de travailler, en optimisant les traitements thermiques, avec une microstructure à petits grains et à espacements lamellaires réduits pour améliorer les propriétés mécaniques.

I.3.1.4. Conclusion sur la traction

De manière générale, il a été montré que les plus hautes limites d'élasticité sont atteintes par des microstructures fines, quel que soit le type de microstructure. De plus, concernant les microstructures lamellaires, de faibles espacements lamellaires participent aussi à l'élévation de la résistance. Par contre, l'effet inverse est observé pour la ductilité.
Indépendamment d'autres facteurs (tels que la composition chimique), une taille de grains optimale doit être trouvée pour obtenir le meilleur compromis entre limite d'élasticité et ductilité.

I.3.2. Influence de la microstructure sur la résistance en fluage

Un essai de fluage permet d'évaluer la capacité du matériau à supporter une contrainte constante dans le temps à haute température. Le fluage étant un phénomène thermiquement activé, il est important de le prendre en compte dès que la température excède 0.2 fois la température de fusion [80].
Le comportement en fluage des alliages TiAl correspond de manière générale à celui de nombreux matériaux métalliques. Trois domaines successifs sont observés lors de l'essai de fluage (fig. I-23) :

- le fluage primaire : la vitesse de déformation diminue avec le temps
- le fluage secondaire : la vitesse de déformation est constante (ou quasiment constante)
- le fluage tertiaire : la vitesse de déformation augmente rapidement avec le temps conduisant alors à la rupture

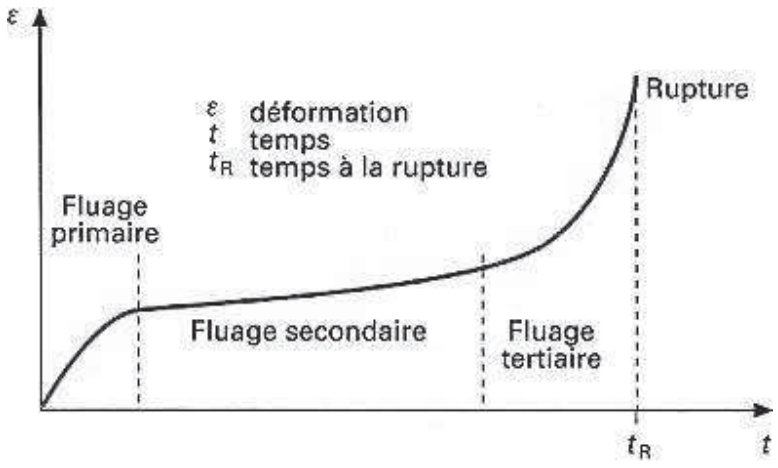


Figure I-23 : Courbe typique d'un essai de fluage [80].

Notons que dans le cas des alliages TiAl, lors du fluage secondaire, la vitesse n'est pas exactement constante, donnant lieu à la présence d'un point d'inflexion. C'est pourquoi nous parlons souvent de vitesse minimum plutôt que de vitesse secondaire [11, 81-84].

Il existe un autre type de fluage, appelé dans la littérature « fluage logarithmique » [80]. Il a lieu pour des températures inférieures à 0,3 fois la température de fusion ou pour de faibles contraintes. Les trois stades de fluages présentés précédemment ne sont plus observés. Du début à la fin de l'essai, la vitesse de déformation va décroître continuellement jusqu'à atteindre une valeur quasi-nulle.

I.3.2.1. Analyse macroscopique du fluage

Le comportement général en fluage secondaire est usuellement décrit par une loi puissance [85] : $\dot{\varepsilon}_{ss} = A_0 \times \sigma^n \times e^{-Q/kT}$.

Où :

- $\dot{\varepsilon}_{ss}$ représente la vitesse de déformation lors du fluage secondaire.
- A_0 est une constante prenant en compte la densité et la configuration des dislocations ainsi que les paramètres structuraux tels que l'énergie de faute d'empilement, la taille de grains ...
- σ est la contrainte appliquée.
- n est l'exposant de contrainte.
- Q est l'énergie d'activation.
- k est la constante de Boltzmann
- T est la température de fluage

L'exposant de contrainte n donne une information sur le mécanisme de fluage contrôlant la déformation.

I.3.2.1.1. Fluage par diffusion (n=1)

Deux modèles ont été proposés. Celui de Nabarro-Herring [86] où la déformation est contrôlée par la diffusion en volume et celui de Coble [87] où la déformation est contrôlée par la diffusion aux joints de grains. Les différences principales entre ces deux modèles portent sur l'influence de la taille de grains et sur l'énergie d'activation car l'énergie d'auto-diffusion intra-granulaire est deux fois plus importante que l'énergie inter-granulaire.
Ces deux mécanismes ont été proposés pour le domaine des hautes températures et faibles contraintes.

I.3.2.1.2. Fluage par glissement aux joints de grains (1<n<2)

Dans ce cas, l'exposant de contrainte proche de celui du fluage par diffusion rend ces deux mécanismes difficiles à identifier. De plus, ce mécanisme opère aussi à haute température.
Ce modèle explique que la déformation d'un polycristal doit être accommodée par le glissement de dislocations sinon des cavités ou fissures inter-granulaires apparaissent et conduisent à une chute de la ductilité [88, 89].

I.3.2.1.3. Fluage par dislocations (3<n<5)

Il existe deux mécanismes dépendant de la température de fluage.
Entre environ 0,3 et 0,5 fois la température de fusion du matériau (T_f), la déformation est accommodée par le mouvement de dislocations par glissement dévié, glissement dans des plans non compacts ou par montée. Ce mécanisme est activé thermiquement.

Malaplate *et al.* [90] ont mis en évidence un mécanisme original de montée mixte actif aux températures intermédiaires. À une température où la diffusion est activée, la montée mixte permet aux dislocations d'échapper à la force de friction qui contrôle la déformation à basse température.
Pour des températures supérieures à $0{,}5xT_f$, on parle de fluage par restauration. Un équilibre s'instaure entre le durcissement dû à l'augmentation de la densité de dislocation et la restauration qui met en jeu la montée de dislocations par diffusion [91, 92].

I.3.2.2. Microstructures proche γ et duplex

Il a été montré que les grains lamellaires résistent mieux au fluage que les grains γ équiaxes [1, 82-84, 93, 94]. La microstructure proche γ est donc naturellement la moins résistante.
La microstructure duplex va, quant à elle, offrir une vitesse secondaire beaucoup plus faible. Mais comme expliqué précédemment, cette microstructure est très sensible à la température de traitement. Les propriétés vont donc varier avec la fraction volumique de grains lamellaires. Es-Souni *et al.* [83] ont bien mis en évidence cette dépendance en comparant trois microstructures proche γ, duplex et proche lamellaire. Oikawa et Maruyama [95] ont montré, à deux températures de fluage différentes, que le maximum de vitesse secondaire est obtenu pour une fraction volumique de grains lamellaires d'environ 30% (fig. I-24) et, qu'au-delà, la vitesse diminue à nouveau. Dans des alliages GE duplex obtenus par fonderie ou métallurgie des poudres, Malaplate *et al.* [45] ont discuté les effets de taille de grains et des interfaces sur le fluage. En particulier, il est montré que les interfaces ont un rôle antagoniste : elles font obstacle à la déformation mais facilitent la diffusion et donc la montée des dislocations.

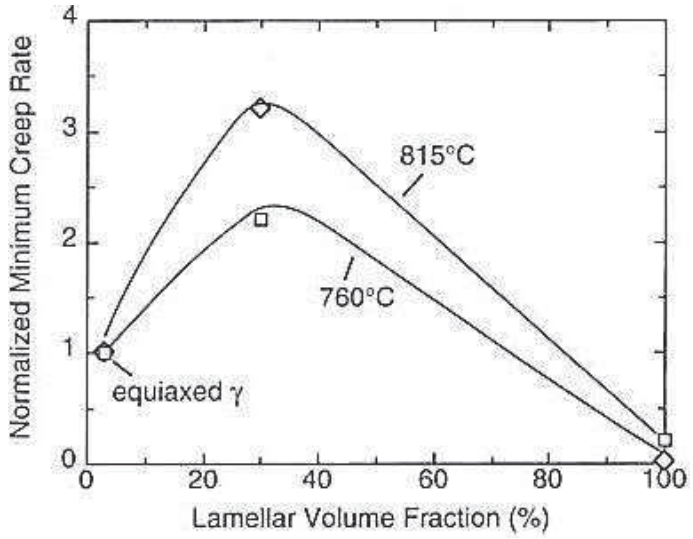


Figure I-24 : Variation de la vitesse secondaire en fonction de la fraction volumique de grains lamellaires lors d'un essai de fluage sur une microstructure duplex [95].

Plusieurs études dans différents alliages ont montré que pour ces deux microstructures, les mécanismes de déformation sont dus aux dislocations ordinaires de type $\frac{1}{2}$<110] et au maclage [11, 84, 90, 96]. Cependant, d'autres auteurs n'ont pas observé de maclage pour une température de fluage de 900°C [97]. Jin et Bieler [96] évoquent alors la possibilité d'une température de transition au-delà de laquelle le maclage n'est plus activé. Une explication serait qu'à haute température la très forte mobilité des dislocations ordinaires ajoutées à l'apparition de dislocations de type <100> rendraient le maclage très peu favorable énergétiquement. Une telle température de transition a été identifiée sur un alliage à microstructure γ par Loiseau et Lasalmonie [98]. Ils ont observé qu'au-delà de 800°C le maclage laissait place à des superdislocations de type <101> (en plus des dislocations ordinaires toujours présentes).

I.3.2.3. Microstructure lamellaire

Une étude par MET de Hsiung et Nieh [99] a mis en évidence les modes de déformation durant le fluage primaire et secondaire d'un alliage Ti-Al_{47}-Cr_2-Nb_2. Lors du fluage primaire, la déformation est accommodée par les grains en mode mou qui se déforment par glissement de dislocations ordinaires aux interfaces. Les seuls obstacles possibles étant alors les joints de grains et les dislocations appartenant à des systèmes de glissement secondaires. Une petite taille de grains est alors favorable à la résistance en fluage. Pendant le fluage secondaire, du maclage a lieu en plus des dislocations ordinaires que ce soit en mode mou ou dur.
D'autres auteurs ont identifié des mécanismes de déformation différents durant le fluage secondaire. La déformation par glissement et montée de dislocations ordinaires est le mécanisme principal. Le maclage n'est plus observé [11, 82, 97].

Il a été mis en évidence que de trop petites tailles de grains lamellaires (<100µm) augmentent la vitesse de fluage secondaire [100-102]. L'explication donnée par plusieurs auteurs [82, 100-103] est qu'à haute température, de la recristallisation dynamique a lieu générant la formation de petits grains γ aux joints de grains lamellaires. Ces grains γ vont se déformer à plus basse contrainte que les grains lamellaires ce qui va diminuer la résistance en fluage du matériau. L'influence de ces grains γ sera d'autant plus importante que les grains lamellaires seront petits. Le graphique visible figure I-25 montre bien la relation entre la fraction de grains γ aux joints de grains lamellaires et la vitesse minimum de fluage [101].

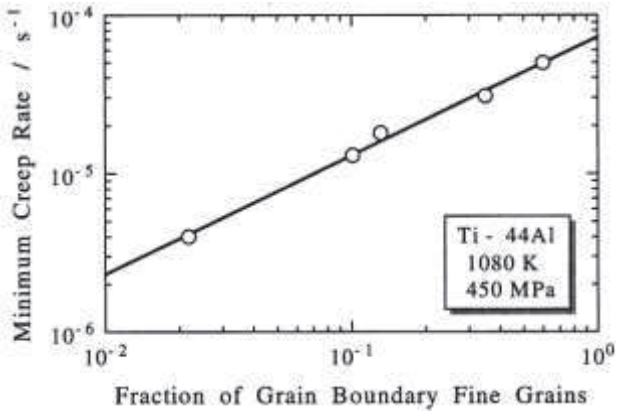


Figure I-25 : Variation de la vitesse minimum de fluage en fonction de la fraction de grains γ présents aux joints de grains lamellaires [101].

Plusieurs solutions existent pour limiter la déformation lors du fluage primaire et minimiser la vitesse secondaire de fluage, la première étant de trouver une taille de grains optimale. Une autre solution consisterait à limiter le phénomène de recristallisation dynamique [100]. Liu et Maziasz [74], quant à eux, expliquent que pour avoir une bonne résistance au fluage avec des grains lamellaires de petite taille (<50µm) il faut un espacement lamellaire très réduit (<200nm) pour renforcer les grains lamellaires.

I.3.2.4. Conclusion sur le fluage

L'application de la loi puissance pour représenter le fluage d'alliages TiAl reste controversée [11, 82]. Par exemple, la valeur de la constante A_0 est rarement représentative du fait des changements microstructuraux tels que la précipitation d'impuretés interstitielles, la variation de la structure des joints de grains, la recristallisation dynamique ...

De manière générale, la microstructure lamellaire est la plus résistante en fluage. Une taille de grains inférieure à 50µm est nécessaire pour limiter la déformation durant le fluage primaire et un faible espacement lamellaire permettra de compenser l'effet négatif d'une trop petite taille de grains sur la vitesse minimale lors du fluage secondaire.

I.3.3. Influence de la microstructure sur le mode de rupture

Le mode de rupture va, lui aussi, être fortement influencé par la microstructure et la température de sollicitation.

I.3.3.1. Microstructure proche γ

Plusieurs auteurs ont montré qu'à température ambiante le mode de rupture des alliages proches γ est le clivage [11, 104]. Les fissures se propagent parallèlement aux plans denses {111}. À haute température, la rupture est inter-granulaire [105].

I.3.3.2. Microstructure duplex

Tout comme les microstructures proches γ, le mode de rupture est le clivage à température ambiante et la fracture inter-granulaire à haute température [77, 106, 107].

I.3.3.3. Microstructure lamellaire

L'orientation des grains lamellaires par rapport à l'axe de sollicitation joue un rôle sur le mode de rupture.
Yokoshima et Yamaguchi [108] ont mis en évidence cette influence en réalisant des essais de ténacité avec un mouton de Charpy sur des éprouvettes de microstructure lamellaire issues de la solidification dirigée. Lorsque l'entaille préliminaire est parallèle à l'interface lamellaire, le matériau est beaucoup moins tenace que lorsqu'elle est perpendiculaire.
Des essais de traction sur des échantillons fabriqués par solidification dirigée [32] ont montré que lorsque l'axe de sollicitation est perpendiculaire aux interfaces, le mode de rupture est le clivage. La ductilité est alors quasi-nulle.
Pour les grains en mode mou, la propagation des fissures se fait parallèlement aux interfaces lamellaires [109] .
Dans les polycristaux, la fracture est intra-granulaire à température ambiante. Pour des tailles de grains lamellaires supérieures à 500µm, la ténacité est fonction de l'espacement lamellaire. En-dessous de 500µm, elle est fonction de la taille de grains [77, 110].
À très haute température, la rupture est un mélange entre rupture inter et intra-granulaire [77, 106] avec principalement de la fissuration aux joints de grains [111].

I.3.4. Conclusion sur les propriétés mécaniques

La complexité du diagramme de phase et le nombre important de paramètres chimiques et microstructuraux induisent une très forte variabilité des propriétés mécaniques d'un alliage à un autre. La composition et l'histoire thermique du matériau lors de son élaboration sont les principaux facteurs à prendre en compte.
D'un point de vue industriel, un compromis entre propriétés à température ambiante et propriétés à la température de fonctionnement doit être fait par le choix d'un alliage et d'une microstructure adaptée. Une microstructure proche ou totalement lamellaire fine paraît être le meilleur compromis.

I.4. RÔLE DE LA COMPOSITION CHIMIQUE

Pour répondre au cahier des charges mais aussi pour essayer d'aller plus loin dans l'amélioration des propriétés, plusieurs pistes sont envisagées à l'heure actuelle. Au-delà de l'optimisation de la microstructure qui a fait l'objet de beaucoup d'études sur les alliages classiques à refroidissement α, le choix d'une nouvelle composition chimique est maintenant l'enjeu majeur. La nature des éléments d'addition va permettre, entre autres, le renforcement de la matrice γ, le raffinement de la microstructure, la modification du diagramme de phase ...

tandis qu'une diminution de la quantité d'aluminium rendra accessible le domaine β qui permettra le raffinement de la taille de grains et l'obtention d'une microstructure proche lamellaire particulière.

I.4.1. Éléments d'addition

I.4.1.1. Récapitulatif

L'amélioration des propriétés par l'ajout d'éléments d'addition (par exemple le chrome, le niobium, le molybdène ...) ou d'éléments interstitiels (comme le silicium, le carbone ...) dépend de la manière dont ils se répartissent dans le matériau. Ils sont soit sous forme de soluté, soit ils sont concentrés dans des précipités de structure cristallographique différente.
L'influence des éléments d'addition a été référencée et compilée par Huang [112] (tableau I-5).

Tableau I-5 : Influence des éléments d'addition [112]. Les proportions des différents éléments sont exprimées en % atomiques.

Éléments	Effets reconnus
Al	Affecte fortement la ductilité via un changement de microstructure. Les meilleures ductilités sont obtenues entre 45 et 50% d'aluminium. Dans cette gamme, la ténacité décroit avec l'augmentation de la quantité d'aluminium.
B	Pour des teneurs supérieures à 0,5%, le bore réduit la taille de grains et, de ce fait, améliore la résistance, l'usinabilité et la coulabilité.
C	Augmente la résistance en fluage et réduit la ductilité.
Cr	Une teneur comprise entre 1 et 3% augmente la ductilité des alliages duplex Une teneur supérieure à 2% améliore l'usinabilité et le comportement superplastique Au-delà de 8%, la résistance à l'oxydation est fortement améliorée
Er	Améliore la ductilité des alliages monophasés γ.
Fe	Augmente la fluidité en coulée mais aussi la tendance à la fissuration à chaud.
Mn	Une teneur comprise entre 1 et 3% améliore la ductilité des alliages duplex.
Mo	Améliore la ductilité et la résistance des alliages à faible taille de grains ainsi que la résistance à l'oxydation.
Ni	Augmente la fluidité en coulée.
Nb	Améliore considérablement la résistance à l'oxydation et en moindre mesure la résistance au fluage.
P	Diminue la vitesse d'oxydation.
Si	Une teneur comprise entre 0,5 et 1% améliore la tenue au fluage. L'addition de Si améliore aussi la résistance à l'oxydation ainsi que la fluidité en coulée mais réduit la fissuration à chaud.
Ta	Augmente la résistance à l'oxydation et au fluage ainsi que la tendance à la fissuration à chaud.
V	Une teneur comprise entre 1 et 3% améliore la ductilité des alliages duplex.
W	Améliore fortement la résistance à l'oxydation et au fluage.

I.4.1.2. Éléments lourds

Dans le cas où ils sont répartis de manière homogène dans la matrice, les deux principaux effets vont être de stabiliser cette dernière et de réduire la mobilité des dislocations comme illustré par Zheng et al. [113] qui ont montré, par des essais de micro-dureté, que l'addition de chrome durcit les phases α_2 et γ. De même, Grange et al. ont montré que l'ajout de tungstène et de rhénium (en solution solide) améliore la tenue au fluage [114].

Dans le cas où ces éléments lourds sont concentrés dans des précipités, ils vont gêner le mouvement des dislocations en jouant le rôle d'obstacles. Beddoes *et al.* ont montré, dans le cas d'alliages vieillis au tungstène, que la précipitation de phase β_0 aux interfaces lamellaires permet l'épinglage des dislocations entrainant la réduction de la déformation lors du fluage primaire [115].

La répartition des éléments lourds n'est pas stable à haute température [116]. Pour des températures de fonctionnement comprises entre 700°C et 1000°C, Gil *et al.* [117] ont montré que, dans le cas d'alliages au tungstène, la formation de précipités β_0 chargés en tungstène entraine une chute de la dureté du matériau. En effet, le tungstène, beaucoup moins présent dans la matrice γ, ne joue plus son rôle d'élément durcisseur [118].

I.4.1.3. Bore

Toujours dans le but d'améliorer les propriétés mécaniques, le bore est un élément important qui participe à la réduction de la taille de grains. Il précipite sous la forme de borures de type TiB ou TiB_2 qui ralentissent la croissance des grains en épinglant les joints de grains [67, 119-125]. Cheng [119] a montré qu'il existe une quantité critique à partir de laquelle le bore joue le rôle de limiteur de taille de grains et que cette quantité est fonction de la composition de l'alliage.

Deux principaux mécanismes ont été proposés pour expliquer la présence des borures à température ambiante :

- Le premier suggère que les borures de type TiB2, à haut point de fusion, ne se dissolvent pas lorsque le matériau est en phase liquide (dans le cas de pièces coulées par exemple) [125]. Ils sont alors présents lors du refroidissement et peuvent épingler les joints de grains.
- Le deuxième suppose que les borures précipitent lors du premier stade de solidification et qu'ils sont le lieu de la nucléation des grains, entrainant un nombre de grains plus important, et donc une réduction de leur taille [126].

La taille des borures va aussi jouer un rôle important. Une étude concernant des alliages ayant des teneurs en bore supérieure à 1%at., a montré que la taille importante des borures entraine la rupture prématurée du matériau [127].

I.4.2. Influence de la teneur en aluminium

L'influence de la teneur en aluminium sur les propriétés mécaniques est illustrée figure I-26 [114] pour une microstructure lamellaire. Avec l'augmentation de la teneur en aluminium, les $Re_{0.2}$ et Rr à température ambiante diminuent tandis que la ductilité augmente. En accord avec le diagramme de phase TiAl [3, 4] (fig. I-1), une diminution en aluminium va favoriser la présence de phase α_2 plus fragile et donc expliquer la chute de la ductilité. L'augmentation de la fraction volumique de phase α_2 va entrainer l'augmentation du nombre de lamelles α_2 dans les grains lamellaires et la réduction de l'espacement lamellaire [128]. Comme expliqué dans la section I.3.1.3., cela va augmenter la résistance du matériau.

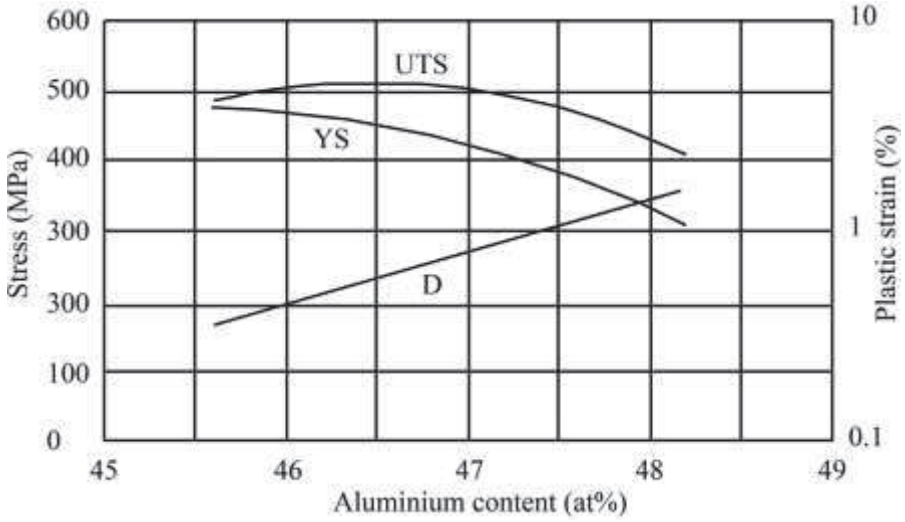


Figure I-26 : Variation des propriétés mécaniques avec la teneur en aluminium [114]

La quantité d'aluminium va aussi influencer la taille de grains en réduisant l'effet du bore comme illustré par Hu [123] (fig. I-27). Cet auteur propose qu'avec l'augmentation de la teneur en aluminium, au début de la solidification, la proportion de phase α augmente au détriment de la phase β. La solubilité du bore dans la phase α étant plus importante que dans la phase β, les borures présents en moins grande quantité seraient moins efficaces durant le processus d'épinglage des joints de grains.

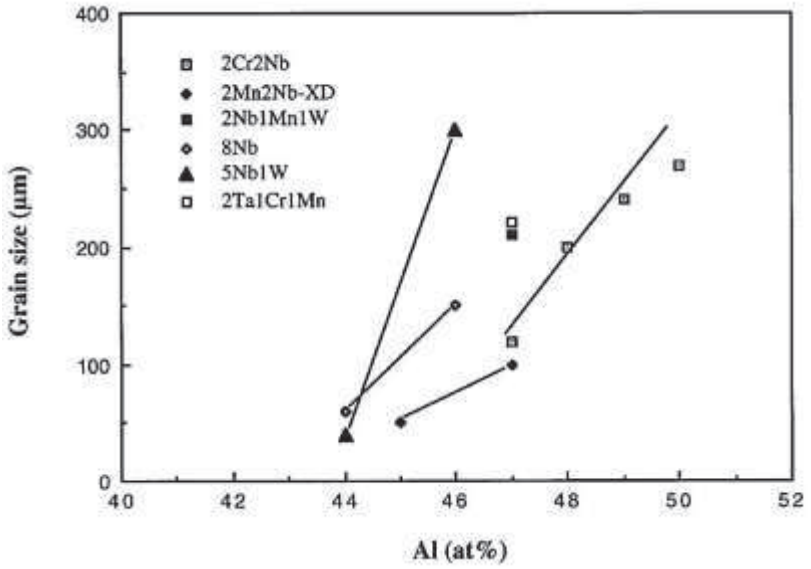


Figure I-27 : Variation de la taille de grains avec la teneur en aluminium [123]. Chaque alliage présenté contient 1% de bore.

Comme évoqué précédemment, l'autre effet important de la diminution de la quantité d'aluminium est le passage par le domaine β monophasé lors du refroidissement [129]. Cela va avoir plusieurs conséquences.

Premièrement, la phase β est connue pour être plus ductile à haute température que la phase α [130, 131] car elle possède plus de systèmes de glissement indépendants [128, 132]. Ceci va avoir pour conséquence de faciliter le forgeage de pièces à de telles températures mais va diminuer la résistance au fluage [128, 133]. Par contre, à température ambiante, la phase β est fragile [128, 132, 134] et va diminuer la ductilité.

Deuxièmement, les grains α vont se former dans la phase β et non plus à partir de la phase liquide. Cela entraine une forte diminution de la taille de grains α car la croissance de ces

derniers va être ralentie par la présence de la phase β [135]. Cet effet est illustré figure I-28 où l'on voit deux coupes de roues de turbine de turbocompresseur dont l'une a été solidifiée par le domaine α et l'autre par le domaine β [94]. La différence de taille de grains est visible à l'œil nu.

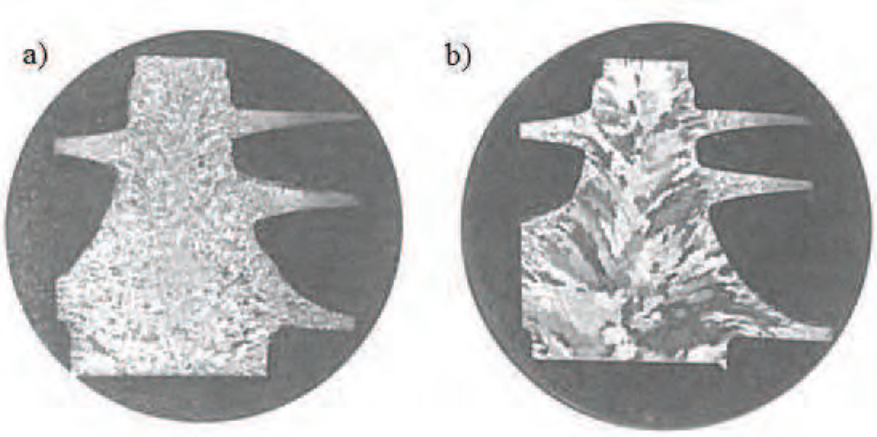


Figure I-28 : Influence du chemin de solidification sur la taille de grains [94]. a) Solidification β, b) Solidification α.

I.4.3. Conclusion sur le rôle de la composition chimique

Nous avons vu l'importance de la composition chimique sur les propriétés mécaniques. La chimie peut non seulement modifier sur la nature des phases et leur résistance intrinsèque mais aussi la microstructure (dans le cas d'alliage fortement alliés ou ayant peu d'aluminium).

I.5. PROCÉDÉS DE FABRICATION

Nous allons voir maintenant que le procédé de fabrication est aussi un élément à prendre en compte car, d'un procédé à l'autre, l'influence sur la microstructure et donc sur les propriétés mécaniques n'est pas la même comme le montre bien le graphique (fig. I-29) récapitulant les propriétés en traction à température ambiante d'un alliage Ti-$Al_{46.5-48}$-Cr_2-Nb_2 obtenu par différents procédés [136].

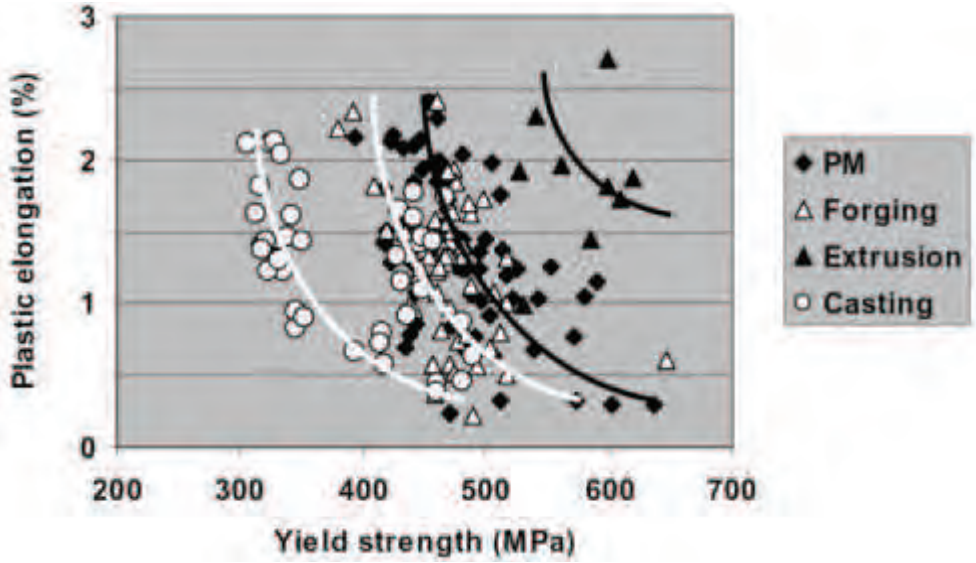


Figure I-29 : Variation des propriétés mécaniques en traction à température ambiante avec le procédé de fabrication [136].

I.5.1. Procédés existants

Il existe différents procédés de fabrication de pièces TiAl. Ils peuvent être regroupés en quatre principales familles :

- La déformation à chaud (comme le forgeage ou l'extrusion)
- La fonderie
- La solidification dirigée
- La métallurgie des poudres

L'usinage des alliages TiAl est très complexe et coûteux en partie en raison de la faible ductilité du matériau. Un procédé performant doit donc permettre d'obtenir une pièce la plus proche possible des cotes finales avec une homogénéité chimique et microstructurale la plus parfaite possible.

I.5.1.1. La déformation à chaud

Nous ne parlerons que d'extrusion et de forgeage qui, concernant la mise en forme d'alliages TiAl, sont les seuls procédés de corroyage ayant eu un débouché industriel. Thyssen, GfE, Leistritz et GKSS les ont employés pour essayer de produire des aubes de compresseur des moteurs Rolls-Royce [93, 137, 138]. Les différentes étapes nécessaires à la fabrication d'une aube par ces procédés sont résumées figure I-30 [94, 138].

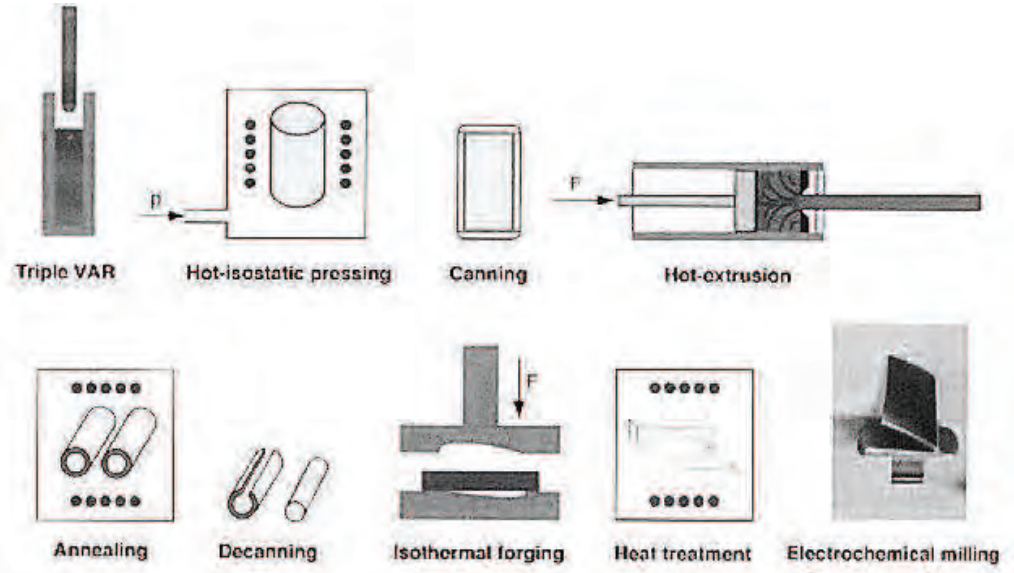


Figure I-30 : Processus de fabrication par forgeage d'aubes de turbine de compresseurs [94, 138].

Comme nous pouvons le constater, les étapes sont nombreuses et longues, ce qui engendre un coût de production important [93]. De plus, de fortes inhomogénéités microstructurales sont présentes dans les pièces (alors qu'elles sont de tailles très modestes) dues à d'importantes ségrégations chimiques dans les lingots.

Malgré tout, le développement de ce procédé est toujours en cours, un nouvel alliage (TNM) ayant été proposé pour essayer de réduire tous ces problèmes [128, 133, 134].

I.5.1.2. La fonderie

La fonderie représente pour certains le meilleur rapport qualité/prix car elle permet l'obtention de pièces complexes près des cotes [139-141]. C'est d'ailleurs le procédé utilisé par General Electric [140] et SNECMA/SAFRAN pour la fabrication de ses aubes de turbine. Nous pouvons suivre sur la figure I-31 les différentes étapes de fabrication d'une soupape d'injection par fonderie.

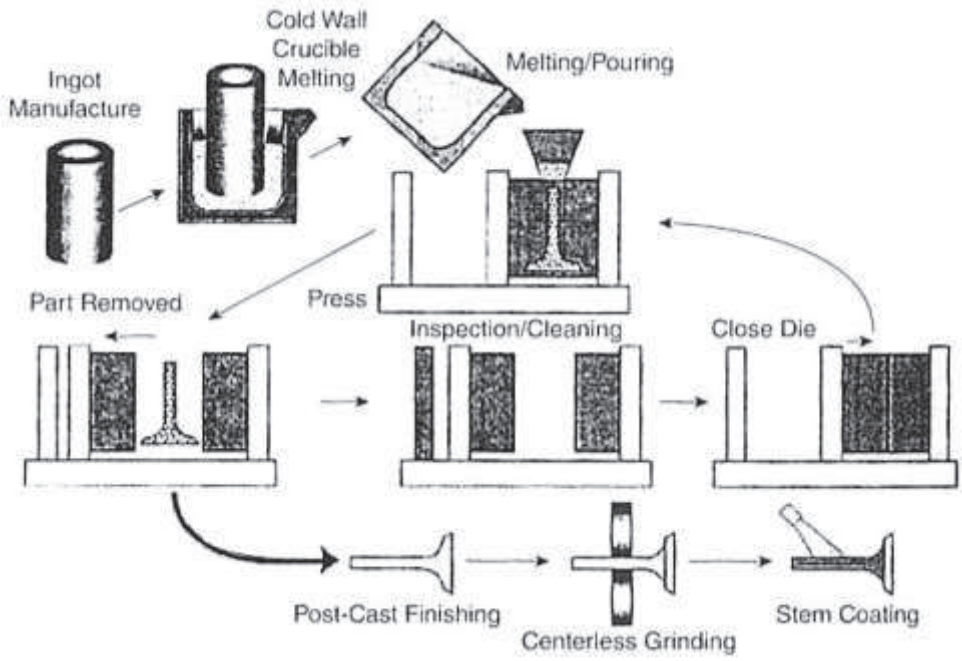


Figure I-31 : Processus de fabrication d'une soupape d'injection par fonderie [94].

Beaucoup de porosités et de fissures sont encore présentes suite à la coulée, ce qui requiert des traitements thermiques par compaction isostatique à chaud (HIP) pour les refermer [142]. La microstructure obtenue après fonderie est généralement lamellaire à gros grains [93, 143]. D'autres traitements thermiques sont donc nécessaires. De plus, ce procédé génère de fortes hétérogénéités microstructurales qui vont entrainer une importante disparité dans les propriétés mécaniques [144].

I.5.1.3. La solidification dirigée

La solidification dirigée est aussi une technique où le matériau est chauffé à sa température de fusion. La particularité de ce procédé est qu'il permet d'orienter les grains lamellaires. Un schéma d'un four dédié à la solidification dirigée est visible sur la figure I-32. Il existe deux types de processus :

- Le premier, appelé technique d'ensemencement et utilisé par plusieurs auteurs [75, 145-149], consiste à solidifier l'alliage à partir d'un ou plusieurs germes ayant leurs interfaces lamellaires parallèles à la direction de solidification. Cette technique s'apparente à celle employée pour la fabrication des superalliages base nickel monocristallins.
- L'autre type de processus consiste à contrôler l'orientation des grains non plus à partir d'un cristal déjà orienté mais seulement en agissant sur la composition chimique et les paramètres de fabrication [150, 151]. Par exemple, dans le cas d'alliages à solidification β, la microstructure résultant du procédé est entièrement lamellaire avec les interfaces orientées à 45° de l'axe de solidification entraînant une forte amélioration de la ductilité.

De manière générale, la solidification dirigée est le procédé qui permet d'obtenir les meilleures propriétés mécaniques. Par exemple, Muto *et al.* [148] ont obtenu un matériau aux propriétés exceptionnelles avec une vitesse de fluage secondaire comprise entre 2 et 3.10^{-10} s^{-1} (sous 750°C et 240MPa) et une élongation plastique à température ambiante de plus de 20%. Par contre, ce procédé est très coûteux et très compliqué à mettre en œuvre ce qui le cantonne à des applications très spécifiques et haut de gamme.

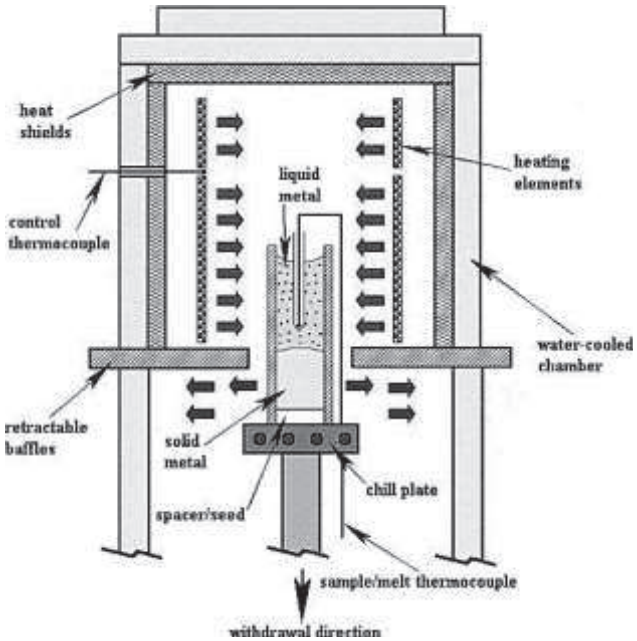


Figure I-32 : Schéma d'un four à solidification dirigée [149].

I.5.1.4. La métallurgie des poudres

La technique traditionnelle de métallurgie des poudres est le frittage. Cela consiste en la densification d'un matériau pulvérulent par chauffage externe dans un four et dans certains cas par l'application d'une pression. Différents procédés de frittage existent à l'heure actuelle comme le HIP, le pressage à chaud (HP), le pressage à froid (CP) ...
Cette technique offre plusieurs avantages. Par exemple, la sensibilité à la teneur en aluminium est fortement réduite comme en témoigne le graphique (fig. I-33) issu d'une étude sur différents alliages Ti-$Al_{46.5-48}$-Cr_2-Nb_2 [136].

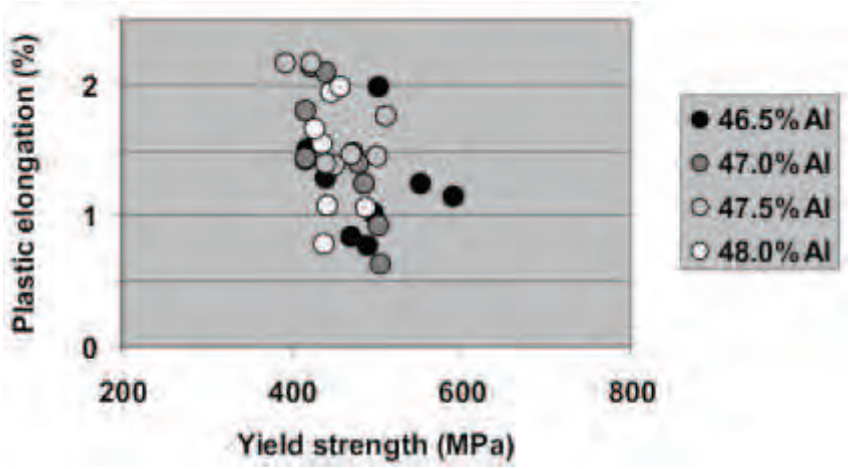


Figure I-33 : Propriétés mécaniques en traction d'alliage TiAl issus de la métallurgie des poudres à différentes teneurs en aluminium [136].

De même, le frittage permet d'obtenir des microstructures plus homogènes qu'en forgeage ou fonderie [152] avec de meilleures propriétés en traction. De plus, grâce à cette meilleure homogénéité, la dispersion des propriétés mécaniques est fortement réduite [143, 153].

De nouvelles techniques de frittage ont émergé ces dernières années. Appelées « fabrication additive », elles consistent en la fusion d'un matériau pulvérulent sous l'action d'un faisceau laser (où d'électrons) suivie d'un refroidissement rapide [154]. Le schéma de la figure I-34 illustre ce procédé (dans le cas d'un laser) [155].

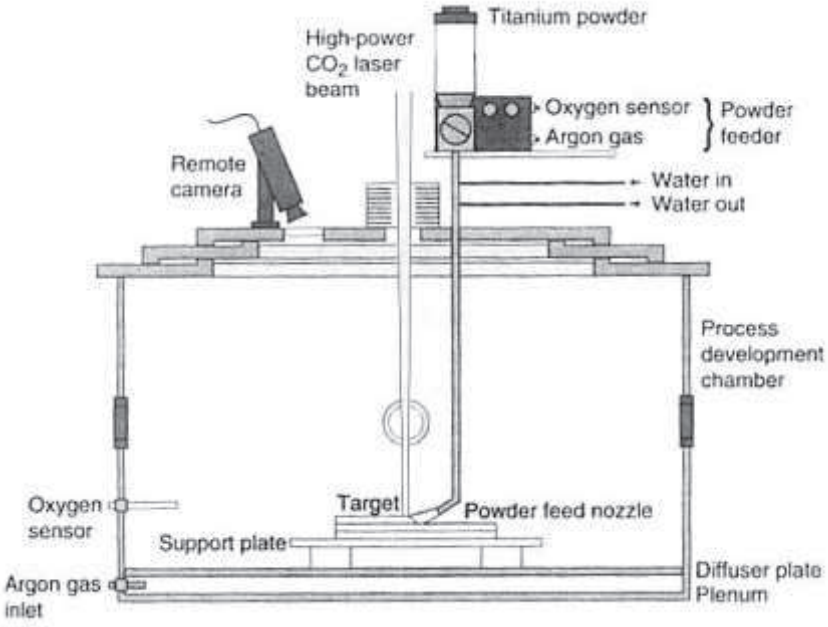


Figure I-34 : Procédé de frittage par laser [155].

I.5.2. Le SPS

Le SPS est aussi un procédé de métallurgie des poudres comme l'indique sa traduction française : frittage flash. Cette technique est originaire du Japon où les premiers essais de frittage d'alliage TiAl concluants ont été réalisés à la fin des années 90 [156].

La poudre est encapsulée dans système de matriçage composé d'une matrice et de deux pistons. Pour réaliser le frittage, un courant électrique continu (qui peut être pulsé) et une pression uni-axiale sont appliqués à l'outillage généralement composé de graphite.

Le chauffage de l'échantillon va alors avoir lieu soit par effet Joule et conduction si le matériau à fritter est conducteur, soit uniquement par conduction s'il est isolant (le courant ne passe alors que dans l'outillage). Un schéma du fonctionnement du SPS ainsi que des photos de l'outillage réel à température ambiante et à une température d'environ 1300°C sont visibles sur la figure I-35. Les échantillons classiquement obtenus par un tel procédé sont des cylindres dont le diamètre peut varier de quelques millimètres à 300mm pour les plus grosses machines.

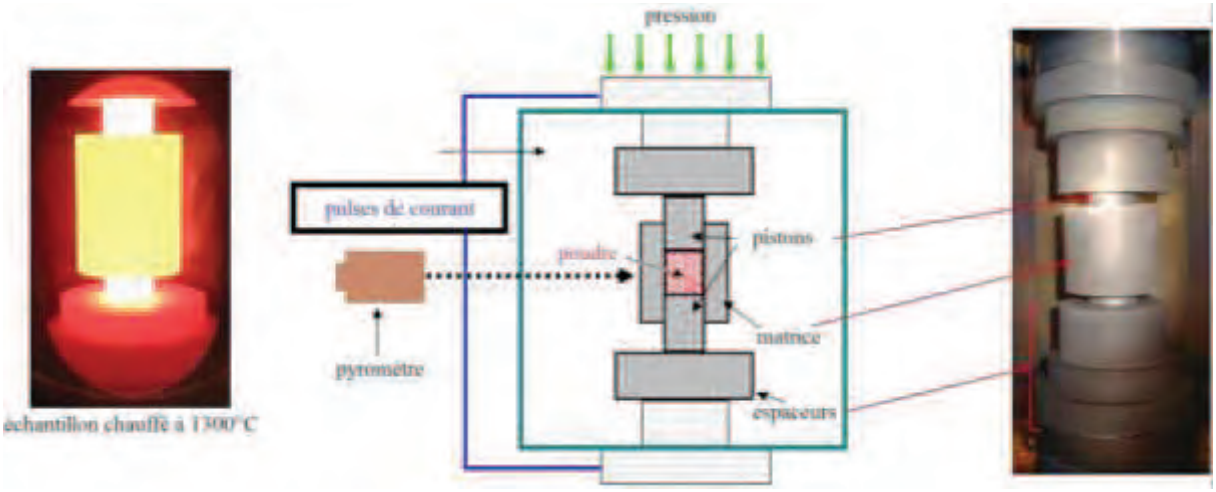


Figure I-35 : Schéma de fonctionnement du SPS.

L'intérêt principal de ce procédé est la très grande vitesse de chauffage pouvant monter à plus de 1000°C/min ce qui permet non seulement d'obtenir une pièce très rapidement [157] mais en plus de limiter certains changements microstructuraux comme l'augmentation de la taille de grains [158].

Malgré de nombreuses recherches effectuées, il existe toujours encore un manque concernant la compréhension des mécanismes mis en jeu lors du frittage flash [157]. Plusieurs mécanismes ont été proposés par différents auteurs. Nous pouvons les regrouper en trois principaux groupes.

I.5.2.1. Mécanisme de transport de masse

Les mécanismes de diffusion vont être renforcés par la présence du courant électrique qui va abaisser l'énergie d'activation de la mobilité des atomes et des défauts [159]. Ce phénomène, appelé électro-migration, est connu pour entrainer la rupture de connecteurs en cuivre [160, 161]. Ce mécanisme a été observé macroscopiquement dans plusieurs systèmes métalliques comme Sn-Cu et Sn-Ni [162], Sn-Ag [163], Al-Au [164], Ni-Ti [165], Mo-Si [166] et Cu-Ni [167].

I.5.2.2. Fusion et formation de plasma

Des processus tels que la formation de plasma, d'arc électriques ou de fusion locale seraient à l'origine du nettoyage des surfaces des particules de poudre ainsi que de la destruction de la couche d'oxyde entourant ces dernières [168-170]. Par exemple, Chaim *et al.* ont montré que la tension nécessaire au claquage de la couche d'oxyde pouvait être atteinte mais avec de faibles tensions dans le cas du frittage de poudres nanométriques ou submicrométriques [171]. Cependant, soulignons que toutes ces hypothèses n'ont jamais été appuyées par des preuves expérimentales [157, 159, 172]. Par contre, Hulbert et al. ont apporté des preuves quant à l'inexistence de plasma ou d'arc électrique en réalisant des études in-situ de spectroscopie d'émission atomique et de mesures de tensions ultra-rapide [173, 174].

I.5.2.3. Plasticité, recristallisation et transformation de phases

Les mécanismes classiques de métallurgie opérant à haute température comme la diffusion, le fluage, la recristallisation dynamique et les transformations de phases peuvent aussi être modifiés ou même améliorés par la présence du courant électrique. L'effet du courant peut être la diminution de l'énergie d'activation de ces mécanismes ou l'élévation locale de la température par effet Joule. Plusieurs études ont montré que les effets électro-plastiques facilitent la déformation des particules de poudre, améliorant ainsi l'étape de densification, par la diminution de la résistance mécanique des matériaux [172, 175-178]. D'autres études ont mis en évidence des particularités microstructurales dans les particules de poudre en début de densification telles que des zones très déformées ou au contraire recristallisées [118, 179, 180]. Ces mêmes auteurs ont aussi observé en périphérie des particules et au niveau des ponts entre elles, des accumulations de différentes phases qui pourraient résulter de phénomènes tels que des transformations de phase, des ségrégations chimiques, de l'oxydation ... Des résultats similaires ont été rapportés par Grosdidier *et al.* [181] et Song *et al.* [182] qui observent la formation de petits grains dans les cous entre particules.

L'utilisation du SPS, en comparaison d'autres procédés, prend tout son sens car il combine les avantages de la métallurgie des poudres concernant la qualité du matériau obtenu après frittage, et la rapidité de la mise en forme de pièces grâce au chauffage très rapide.

I.6. CONCLUSION

Nous avons pu voir, tout au long de ce chapitre, que malgré les fortes avancées réalisées ces trente dernières années, il reste encore du travail tant en terme d'optimisation des procédés de fabrication qu'en terme d'amélioration des propriétés des alliages en vue d'élargir le domaine d'application.

Il se dégage, de tous les résultats présentés, une microstructure permettant d'obtenir les meilleures propriétés quel que soit l'alliage. Il s'agit d'une microstructure proche ou totalement lamellaire ayant une taille de grains inférieure à 50µm et un espacement lamellaire réduit.

En termes de composition chimique, l'addition d'éléments lourds paraît inévitable pour, par exemple, améliorer la résistance de la phase γ ou la résistance à l'oxydation. L'addition de bore est aussi nécessaire pour obtenir une microstructure fine.

Les procédés de fabrication développés ou utilisés à l'heure actuelle semblent être bloqués par des problèmes intrinsèques qui nécessitent des traitements thermiques lourds et coûteux. De plus, ils nécessitent encore, pour la plupart, une étape d'usinage de finition importante.

C'est en considérant tous ces paramètres et dans le but de proposer une solution alternative plus rapide et moins coûteuse que l'équipe, dans laquelle j'ai réalisé ma thèse, a choisi de travailler sur le procédé SPS pour réaliser des pièces près des cotes avec un alliage aux propriétés optimisées ne nécessitant pas de traitements thermiques après élaboration.

Nous avons donc travaillé sur ces bases pour développer un alliage performant. Pour cela, nous nous sommes appuyés sur des études de microstructures, de propriétés mécaniques et de mécanismes élémentaires de déformation réalisées par microcopie à balayage et en transmission. Ce travail fera l'objet de la première partie. La seconde partie concernera la maitrise du procédé SPS et des outillages nécessaires à la fabrication de pièces de formes complexes.

Références bibliographiques

[1] K. Kothari, R. Radhakrishnan, and N. M. Wereley, Progress in Aerospace Sciences 55 (2012) 1.
[2] Y.-W. Kim, JOM Journal of the Minerals, Metals and Materials Society 41 (1989) 24.
[3] J. L. Murray, ASM International (1987)
[4] C. McCullough, J. J. Valencia, C. G. Levi, and R. Mehrabian, Acta Metallurgica 37 (1989) 1321.
[5] S. C. Huang, Vol. US4879092 A (G. Electric, ed.), 1989.
[6] S. Zghal, Université Paul Sabatier, Thèse de doctorat, 1997.
[7] Verstraete, Université Paris XI Orsay, Thèse, Paris, 1998, p. 156.
[8] H. Jabbar, Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier, Toulouse, 2010.
[9] G. Hug, A. Loiseau, and P. Veyssiere, Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 57 (1988) 499.
[10] Y. W. Kim and D. M. Dimiduk, Jom-Journal of the Minerals Metals & Materials Society 43 (1991) 40.
[11] F. Appel and R. Wagner, Materials Science and Engineering: R: Reports 22 (1998) 187.
[12] S. Zghal, S. Naka, and A. Couret, Acta Materialia 45 (1997) 3005.
[13] H. Inui, M. H. Oh, A. Nakamura, and M. Yamaguchi, Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 66 (1992) 539.
[14] S. Zghal, M. Thomas, S. Naka, and A. Couret, Philosophical Magazine Letters 81 (2001) 537.
[15] W. J. Zhang, L. Francesconi, and E. Evangelista, Scripta Materialia 36 (1997) 981.
[16] L. C. Zhang, T. T. Cheng, and M. Aindow, Acta Materialia 52 (2004) 191.
[17] S. Zghal and A. Couret, Materials Science and Engineering: A 234–236 (1997) 668.
[18] K. Nakai, T. Ono, H. Ohtsubo, and Y. Ohmori, Materials Transactions Jim 37 (1996) 813.
[19] S. R. Dey, A. Hazotte, and E. Bouzy, Intermetallics 17 (2009) 1052.
[20] A. Denquin and S. Naka, Acta Materialia 44 (1996) 343.
[21] O. Bertheaux, Thèse de Doctorat, Université de Poitiers, Poitiers, 2005.
[22] S. Zghal, M. Thomas, and A. Couret, Intermetallics 19 (2011) 1627.
[23] S. Zghal, M. Thomas, S. Naka, A. Finel, and A. Couret, Acta Materialia 53 (2005) 2653.
[24] W. Lefebvre, A. Loiseau, M. Thomas, and A. Menand, Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 82 (2002) 2341.
[25] S. A. Court, J. P. A. Lofvander, M. H. Loretto, and H. L. Fraser, Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 61 (1990) 109.
[26] M. Legros, D. Caillard, and A. Couret, Intermetallics 4 (1996) 387.
[27] S. A. Court, S. A. Skewes, J. P. A. Lofvander, D. G. Konitzer, M. H. Loretto, I. P. Jones, and H. L. Fraser, Journal of Metals 39 (1987) A7.
[28] M. Legros, Université Paul Sabatier, Toulouse, 1994.
[29] M. A. Morris, Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 68 (1993) 259.
[30] M. Yamaguchi and Y. Umakoshi, Progress in Materials Science 34 (1990) 1.
[31] W. T. Marketz, F. D. Fischer, and H. Clemens, International Journal of Plasticity 19 (2003) 281.

[32] H. Inui, M. H. Oh, A. Nakamura, and M. Yamaguchi, Acta Metallurgica Et Materialia 40 (1992) 3095.
[33] B. Viguier, K. J. Hemker, J. Bonneville, F. Louchet, and J. L. Martin, Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 71 (1995) 1295.
[34] A. Couret, Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 79 (1999) 1977.
[35] A. Couret, Intermetallics 9 (2001) 899.
[36] A. Couret, S. Farenc, D. Caillard, and A. Coujou, in Twinning in Advanced Materials (M. H. Yoo and M. Wuttig, eds.), TMS, Pittsburgh, 1994, p. 361.
[37] S. Zghal, A. Menand, and A. Couret, Acta Materialia 46 (1998) 5899.
[38] D. Caillard and A. Couret, Materials Science and Engineering: A 322 (2002) 108.
[39] S. Sriram, V. K. Vasudevan, and D. M. Dimiduk, Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 192 (1995) 217.
[40] D. Haussler, M. Bartsch, M. Aindow, I. P. Jones, and U. Messerschmidt, Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 79 (1999) 1045.
[41] S. Sriram, D. M. Dimiduk, P. M. Hazzledine, and V. K. Vasudevan, Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 76 (1997) 965.
[42] H. Inui, M. Matsumuro, D. H. Wu, and M. Yamaguchi, Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 75 (1997) 395.
[43] F. Appel, U. Lorenz, M. Oehring, U. Sparka, and R. Wagner, Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 233 (1997) 1.
[44] B. K. Kad and H. L. Fraser, Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 69 (1994) 689.
[45] J. Malaplate, M. Thomas, P. Belaygue, M. Grange, and A. Couret, Acta Materialia 54 (2006) 601.
[46] S. Farenc, A. Coujou, and A. Couret, Materials Science and Engineering: A 164 (1993) 438.
[47] F. Grégori and P. Veyssière, Materials Science and Engineering: A 309–310 (2001) 87.
[48] G. Hug, I. Phan-Courson, and G. Blanche, Materials Science and Engineering: A 192–193, Part 2 (1995) 673.
[49] G. Hug, A. Loiseau, and A. Lasalmonie, Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 54 (1986) 47.
[50] D. G. Morris, S. Gunter, and M. Leboeuf, Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 69 (1994) 527.
[51] S. Jiao, N. Bird, P. B. Hirsch, and G. Taylor, Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 78 (1998) 777.
[52] F. Gregori and P. Veyssiere, Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 80 (2000) 2913.
[53] D. Shechtman, M. J. Blackburn, and H. A. Lipsitt, Metallurgical and Materials Transactions 5 (1974) 1373.
[54] S. Farenc, A. Coujou, and A. Couret, Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 67 (1993) 127.
[55] S. Zghal, A. Coujou, and A. Couret, Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 81 (2001) 345.

[56] Y. Q. Sun, P. M. Hazzledine, and J. W. Christian, Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 68 (1993) 471.
[57] Y. G. Zhang and M. C. Chaturvedi, Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 68 (1993) 915.
[58] S. Farenc, , Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier, Toulouse, 1992.
[59] M. A. Gibson and C. T. Forwood, Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 80 (2000) 2747.
[60] A. Gysler, G. Lütjering, and V. Gerold, Acta Metallurgica 22 (1974) 901.
[61] D. Banerjee, A. K. Gogia, and T. K. Nandy, Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science 21 (1990) 627.
[62] D. Hu and M. H. Loretto, Intermetallics 7 (1999) 1299.
[63] C. T. Forwood and M. A. Gibson, Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 80 (2000) 2785.
[64] J. Y. Jung, J. K. Park, C. H. Chun, and S. M. Her, Materials Science and Engineering: A 220 (1996) 185.
[65] S. C. Huang and E. L. Hall, Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science 22 (1991) 427.
[66] V. K. Vasudevan, S. A. Court, P. Kurath, and H. L. Fraser, Scripta Metallurgica 23 (1989) 467.
[67] J. S. Luo, T. Voisin, J. P. Monchoux, and A. Couret, Intermetallics 36 (2013) 12.
[68] C. Koeppe, A. Bartels, J. Seeger, and H. Mecking, Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science 24 (1993) 1795.
[69] S. C. Huang and D. S. Shih, in Titanium aluminides and alloys, TMS (Y. W. Kim and R. R. Boyer, eds.), Warrendale, PA, 1990, p. 105.
[70] B. London, D. E. Larsen, D. A. Wheeler, and P. R. Aimone, in Structural intermetallic, TMS (R. Dariola, J. J. Lewanlowski, C. T. Liu, P. L. Martin, D. B. Miracle, and M. V. Nathal, eds.), Warrendale, P. A., 1993, p. 151.
[71] R. Wagner, F. Appel, B. Dogan, P. J. Ennis, U. Lorenz, J. Mullauer, H. P. Nicolai, W. Quadakkers, L. Singeiser, W. Smarsly, W. Vaidya, and K. Wurzwallner, in Gamma Titanium Aluminides, TMS (Y. W. Kim, R. Wagner, and M. Yamaguchi, eds.), Warrendale, PA, 1995, p. 387.
[72] C. Koeppe, A. Bartels, H. Clemens, P. Schretter, and W. Glatz, Materials Science and Engineering: A 201 (1995) 182.
[73] Y. W. Kim, Intermetallics 6 (1998) 623.
[74] C. T. Liu and P. J. Maziasz, Intermetallics 6 (1998) 653.
[75] M. Yamaguchi and H. Inui, Journal of materials science and technology 10 (1994) 193.
[76] K. S. Chan and Y. W. Kim, Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science 23 (1992) 1663.
[77] Y.-W. Kim, Materials Science and Engineering: A 192–193, Part 2 (1995) 519.
[78] J. Tang, B. Huang, Y. He, W. Liu, K. Zhou, and A. Wu, Materials Research Bulletin 37 (2002) 1315.
[79] Y. Q. Sun, Materials Science and Engineering: A 239–240 (1997) 131.
[80] S.-A. François, Techniques de l'ingénieur Essais mécaniques sur les métaux et alliages base documentaire : TIB531DUO (1995)
[81] D. A. Wheeler, B. London, and D. E. Larsen, Scripta Metallurgica Et Materialia 26 (1992) 939.
[82] M. Essouni, A. Bartels, and R. Wagner, Acta Metallurgica Et Materialia 43 (1995) 153.

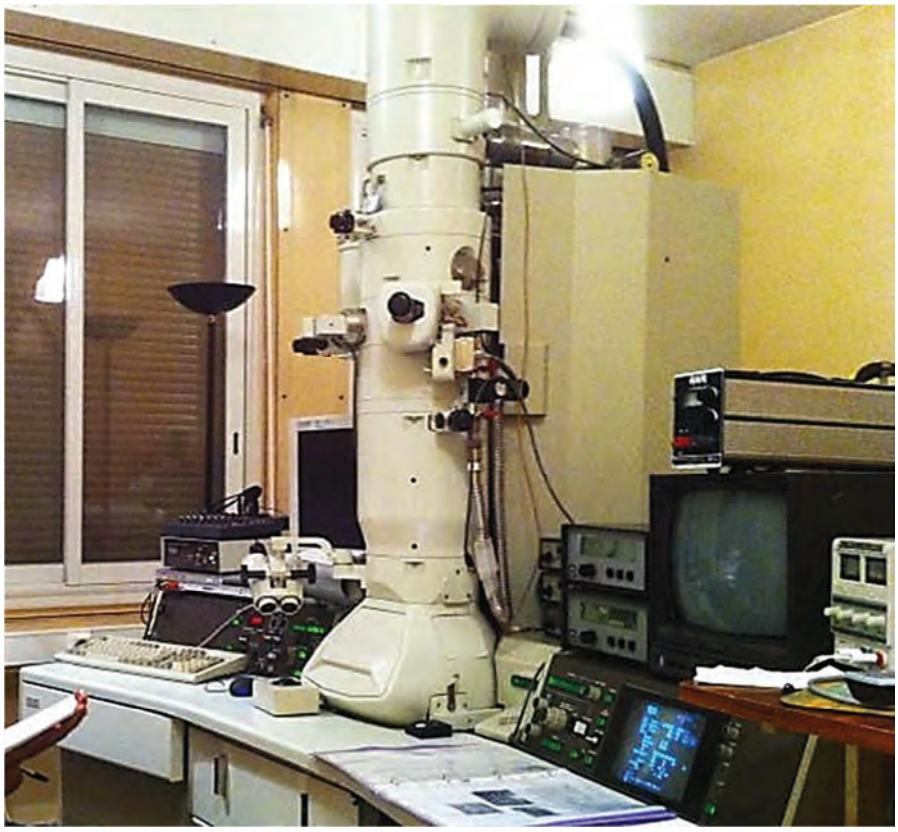
[83] M. Essouni, A. Bartels, and R. Wagner, Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 192 (1995) 698.
[84] M. Essouni, A. Bartels, and R. Wagner, Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 171 (1993) 127.
[85] A. K. Mukherjee, J. E. Bird, and J. E. Dorn, Trans. ASM 62 (1969) 155.
[86] C. Herring, Journal of Applied Physics 30 (1950) 259.
[87] R. L. Coble, Journal of Applied Physics 34 (1963) 1679.
[88] F. W. Crossman and M. F. Ashby, Acta Metallurgica 23 (1975) 425.
[89] W. R. Cannon, Philosophical Magazine 25 (1972) 1489.
[90] J. Malaplate, D. Caillard, and A. Couret, Philosophical Magazine 84 (2004) 3671.
[91] D. McLean, Prog. Phys. 29 (1966) 1.
[92] J. Weertman, Journal of Applied Physics 26 (1955) 1213.
[93] X. Wu, Intermetallics 14 (2006) 1114.
[94] F. Appel, J. D. H. Paul, and M. Oehring, Gamma titanium aluminide alloys, eds. Wiley-VCH, Weinheim, Germany, 2011.
[95] H. Oikawa and K. Maruyama, in Gamma titanium aluminides, TMS (Y. W. Kim, R. Wagner, and M. Yamaguchi, eds.), 1995, p. 919.
[96] Z. Jin and T. R. Bieler, Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 71 (1992) 925.
[97] J. S. Huang and Y. W. Kim, Scripta Metallurgica Et Materialia 25 (1991) 1901.
[98] A. Loiseau and A. Lasalmonie, Materials Science and Engineering 67 (1984) 163.
[99] L. M. Hsiung and T. G. Nieh, Materials Science and Engineering: A 239–240 (1997) 438.
[100] K. Maruyama, R. Yamamoto, H. Nakakuki, and N. Fujitsuna, Materials Science and Engineering: A 239–240 (1997) 419.
[101] J. A. Wert and M. F. Bartholomeusz, Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science 27 (1996) 127.
[102] K. Maruyama, T. Takahashi, and H. Oikawa, Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 153 (1992) 433.
[103] R. W. Hayes and P. A. McQuay, Scripta Metallurgica Et Materialia 30 (1994) 259.
[104] U. Lorenz, F. Appel, and R. Wagner, Materials Science and Engineering: A 234–236 (1997) 846.
[105] V. Seetharaman and S. L. Semiatin, Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science 29 (1998) 1991.
[106] J. Kumpfert, Y. W. Kim, and D. M. Dimiduk, Materials Science and Engineering: A 192–193, Part 1 (1995) 465.
[107] K. W. Gao and M. Nakamura, Materials Science and Engineering: A 325 (2002) 66.
[108] S. Yokoshima and M. Yamaguchi, Acta Materialia 44 (1996) 873.
[109] Y. H. Lu, Y. G. Zhang, and C. Q. Chen, Scripta Materialia 39 (1998) 1243.
[110] N. J. Rogers, P. D. Crofts, I. P. Jones, and P. Bowen, Materials Science and Engineering: A 192–193, Part 1 (1995) 379.
[111] R. Muñoz-Moreno, M. T. Pérez-Prado, E. M. Ruiz-Navas, C. J. Boehlert, and J. Llorca, MRS Online Proceedings Library 1516 (2013) 65.
[112] S. C. Huang, in Structural Intermetallics, TMS (R. Dariola, J. J. Lewandowski, C. T. Liu, P. L. Martin, D. B. Miracle, and M. V. Nathal, eds.), Champion, Pennsylviania, 1993.
[113] Y. Zheng, L. Zhao, and K. Tangri, Scripta Metallurgica Et Materialia 26 (1992) 219.
[114] M. Grange, J. L. Raviart, and M. Thomas, Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science 35A (2004) 2087.
[115] J. Beddoes, D. Y. Seo, W. R. Chen, and L. Zhao, Intermetallics 9 (2001) 915.

[116] M. A. Muñoz-Morris, I. Gil, and D. G. Morris, Intermetallics 13 (2005) 929.
[117] I. Gil, M. A. Muñoz-Morris, and D. G. Morris, Intermetallics 9 (2001) 373.
[118] H. Jabbar, J. P. Monchoux, M. Thomas, and A. Couret, Acta Materialia 59 (2011) 7574.
[119] T. T. Cheng, Intermetallics 8 (2000) 29.
[120] C. Yang, H. Jiang, D. Hu, A. Huang, and M. Dixon, Scripta Materialia 67 (2012) 85.
[121] W. D. Wang, Y. C. Ma, B. Chen, M. Gao, K. Liu, and Y. Y. Li, Journal of Materials Science & Technology 26 (2010) 639.
[122] M. Oehring, A. Stark, J. D. H. Paul, T. Lippmann, and F. Pyczak, Intermetallics 32 (2013) 12.
[123] D. Hu, Intermetallics 9 (2001) 1037.
[124] U. Hecht, V. Witusiewicz, A. Drevermann, and J. Zollinger, Intermetallics 16 (2008) 969.
[125] D. E. Larsen, L. Christodoulou, S. L. Kampe, and P. Sadler, Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 144 (1991) 45.
[126] B. J. Inkson, C. B. Boothroyd, and C. J. Humphreys, Journal De Physique IV 3 (1993) 397.
[127] D. Hu, Intermetallics 10 (2002) 851.
[128] W. Wallgram, T. Schmolzer, L. M. Cha, G. Das, V. Guther, and H. Clemens, International Journal of Materials Research 100 (2009) 1021.
[129] T. Schmoelzer, K. D. Liss, G. A. Zickler, I. J. Watson, L. M. Droessler, W. Wallgram, T. Buslaps, A. Studer, and H. Clemens, Intermetallics 18 (2010) 1544.
[130] T. Tetsui, K. Shindo, S. Kobayashi, and M. Takeyama, Intermetallics 11 (2003) 299.
[131] T. Tetsui, T. Kobayashi, and H. Harada, Materials Science and Engineering: A 552 (2012) 345.
[132] H. Clemens, H. F. Chladil, W. Wallgram, G. A. Zickler, R. Gerling, K. D. Liss, S. Kremmer, V. Guther, and W. Smarslyg, Intermetallics 16 (2008) 827.
[133] H. Clemens, W. Wallgram, S. Kremmer, V. Guther, A. Otto, and A. Bartels, Advanced Engineering Materials 10 (2008) 707.
[134] Schwaighofer, E., H. Clemens, et al. (2014). Intermetallics 44 (0) 128-140.
[135] H. Clemens, W. Wallgram, and M. schloffer, (K. A. BOEHLER SCHMIEDETECHNIK GMBH & CO KG, ed.), 2011.
[136] M. Thomas, MRS Online Proceedings Library 1295 (2011).
[137] F. Appel, H. Clemens, and M. Oehring, MRS Online Proceedings Library 646 (2000).
[138] F. Appel, U. Brossmann, U. Christoph, S. Eggert, P. Janschek, U. Lorenz, J. Mullauer, M. Oehring, and J. D. H. Paul, Advanced Engineering Materials 2 (2000) 699.
[139] R. A. Harding, Kovove Materialy-Metallic Materials 42 (2004) 225.
[140] B. P. Bewlay, M. Weimer, T. Kelly, A. Suzuki, and P. R. Subramanian, MRS Online Proceedings Library 1516 (2013) 49.
[141] M. Weimer, B. P. Bewlay, and T. Schubert, in 4th International Workshop on Titanium Aluminides, Nuremberg, Germany, 2011.
[142] J. B. Singh, E. Tuval, I. Weiss, and R. Srinivasan, in γ Titanium Aluminides (Y. W. Kim, R. Wagner, and M. Yamaguchi, eds.), Warrendale, PA, 1995, p. 547.
[143] M. Thomas, J. L. Raviart, and F. Popoff, Intermetallics 13 (2005) 944.
[144] J. D. H. Paul, M. Oehring, R. Hoppe, and F. Appel, in Gamma Titanium Aluminides, TMS (Y. W. Kim, H. Clemens, and A. H. Rosenberger, eds.), Warrendale, PA, Vol. 403, 2003.
[145] D. R. Johnson, H. Inui, and M. Yamaguchi, Acta Materialia 44 (1996) 2523.

[146] D. R. Johnson, H. N. Lee, S. Muto, T. Yamanaka, H. Inui, and M. Yamaguchi, Intermetallics 9 (2001) 923.
[147] H. N. Lee, D. R. Johnson, H. Inui, M. H. Oh, D. M. Wee, and M. Yamaguchi, Intermetallics 10 (2002) 841.
[148] S. Muto, T. Yamanaka, H. N. Lee, D. R. Johnson, H. Inui, and M. Yamaguchi, Advanced Engineering Materials 3 (2001) 391.
[149] H. Saari, J. Beddoes, D. Y. Seo, and L. Zhao, Intermetallics 13 (2005) 937.
[150] M. C. Kim, M. H. Oh, J. H. Lee, H. Inui, M. Yamaguchi, and D. M. Wee, Materials Science and Engineering: A 239–240 (1997) 570.
[151] I. S. Jung, M. C. Kim, J. H. Lee, M. H. Oh, and D. M. Wee, Intermetallics 7 (1999) 1247.
[152] G. Das, Y. W. Kim, and A. H. Rosenberger, in 3rd International Workshop on Gamma TiAl Technologies, Bamberg, Germany, 2006.
[153] A. Couret, G. Molenat, J. Galy, and M. Thomas, Intermetallics 16 (2008) 1134.
[154] J. H. Moll and B. J. McTiernan, Metal Powder Report 55 (2000) 18.
[155] J. H. Moll, E. Whitney, C. F. Yolton, and U. Habel, in Gamma Titanium Aluminides, TMS (Y. W. Kim, D. M. Dimiduk, and M. H. Loretto, eds.), Warrendale, PA, 1999, p. 255.
[156] K. Matsugi, T. Hatayama, and O. Yanagisawa, Intermetallics 7 (1999) 1049.
[157] R. Orrù, R. Licheri, A. M. Locci, A. Cincotti, and G. Cao, Materials Science and Engineering: R: Reports 63 (2009) 127.
[158] U. Anselmi-Tamburini, J. E. Garay, Z. A. Munir, A. Tacca, F. Maglia, and G. Spinolo, Journal of Materials Research 19 (2004) 3255.
[159] Z. A. Munir, U. Anselmi-Tamburini, and M. Ohyanagi, Journal of Materials Science 41 (2006) 763.
[160] R. Frankovic, G. H. Bernstein, and J. J. Clement, Ieee Electron Device Letters 17 (1996) 244.
[161] S. W. Chen and C. H. Wang, Journal of Materials Research 22 (2007) 695.
[162] S. W. Chen, C. M. Chen, and W. C. Liu, in Symposium on Materials Issues in Microelectronics - Interfacial Reactions, Solid State Transformations and Thermal Management, TMS, Vol. 27, San Antonio, Texas, 1998, p. 1193.
[163] C. M. Chen and S. W. Chen, Journal of Electrical Materials 28 (1999) 902.
[164] N. Bertolino, J. Garay, U. Anselmi-Tamburini, and Z. A. Munir, Scripta Materialia 44 (2001) 737.
[165] J. E. Garay, U. Anselmi-Tamburini, and Z. A. Munir, Acta Materialia 51 (2003) 4487.
[166] W. Chen, U. Anselmi-Tamburini, J. E. Garay, J. R. Groza, and Z. A. Munir, Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 394 (2005) 132.
[167] L. D. Zhao, B. P. Zhang, J. F. Li, M. Zhou, and W. S. Liu, Physica B-Condensed Matter 400 (2007) 11.
[168] J. R. Groza and A. Zavaliangos, Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 287 (2000) 171.
[169] T. Grosdidier, G. Ji, F. Bernard, E. Gaffet, Z. A. Munir, and S. Launois, Intermetallics 14 (2006) 1208.
[170] M. Omori, Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 287 (2000) 183.
[171] R. Chaim, Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 443 (2007) 25.
[172] M. Eriksson, Z. Shen, and M. Nygren, Powder Metallurgy 48 (2005) 231.

[173] D. M. Hulbert, A. Anders, D. V. Dudina, J. Andersson, D. Jiang, C. Unuvar, U. Anselmi-Tamburini, E. J. Lavernia, and A. K. Mukherjee, Journal of Applied Physics 104 (2008) 305.
[174] D. M. Hulbert, A. Anders, J. Andersson, E. J. Lavernia, and A. K. Mukherjee, Scripta Materialia 60 (2009) 835.
[175] H. Conrad, Z. Guo, and A. F. Sprecher, Scripta Metallurgica Et Materialia 24 (1990) 359.
[176] H. Conrad, in Workshop on Enhanced Synthesis, Processing, and Properties of Materials with Electric and Magnetic Fields, Johns Island, South Carolina, 1999.
[177] B. R. Livesay, N. E. Donlin, A. K. Garrison, H. M. Harris, and J. L. Hubbard, in Reliability Physics Symposium 1992. 30th Annual Proceedings., International, 1992, p. 217.
[178] G. Y. Tang, J. Zhang, Y. J. Yan, H. H. Zhou, and W. Fang, Journal of Materials Processing Technology 137 (2003) 96.
[179] H. Jabbar, J. P. Monchoux, F. Houdellier, M. Dolle, F. P. Schimansky, F. Pyczak, M. Thomas, and A. Couret, Intermetallics 18 (2010) 2312.
[180] H. Jabbar, A. Couret, L. Durand, and J. P. Monchoux, Journal of Alloys and Compounds 509 (2011) 9826.
[181] T. Grosdidier, G. Ji, and S. Launois, Scripta Materialia 57 (2007) 525.
[182] X. Y. Song, X. M. Liu, and J. X. Zhang, Journal of the American Ceramic Society 89 (2006) 494.

CHAPITRE II
TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES



Microscope électronique en Transmission de marque JEOL 2010 utilisé dans le cadre de cette thèse.

CHAPITRE II : TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

Dans ce chapitre, les méthodes expérimentales employées au cours de cette thèse seront décrites. Nous détaillerons les caractéristiques des machines utilisées, des poudres et des protocoles de préparation et d'analyses.

II.1. SPS

Le fonctionnement du SPS a été décrit précédemment dans le chapitre Bibliographie. Nous nous concentrerons donc sur la procédure suivie lors d'une expérience classique puis nous décrirons les différentes machines utilisées pendant cette thèse. Nous détaillerons ensuite les simulations thermoélectriques employées pour modéliser le champ de température dans l'outillage.

II.1.1. Expérience SPS classique

II.1.1.1. Outillage en graphite

La première étape consiste à encapsuler la poudre dans un outillage en graphite composé de deux pistons et d'une matrice (fig. II-1). La surface intérieure de la matrice est tapissée d'un film en graphite (appelé Papyex) d'une épaisseur de 0.2mm. Du Papyex est également disposé entre les pistons et l'échantillon. Il favorise le passage du courant et facilite le démoulage en évitant le collage entre l'outillage en graphite et l'échantillon. Un feutre de carbone d'une épaisseur d'environ 5mm est ensuite positionné de manière à recouvrir la surface verticale extérieure de la matrice. Il limite la perte de chaleur par rayonnement et permet ainsi d'obtenir une meilleure homogénéité de la température dans l'outillage. Notons que, lors de l'expérience, le contact entre le feutre et la matrice n'est pas parfait comme schématisé sur la figure II-1.

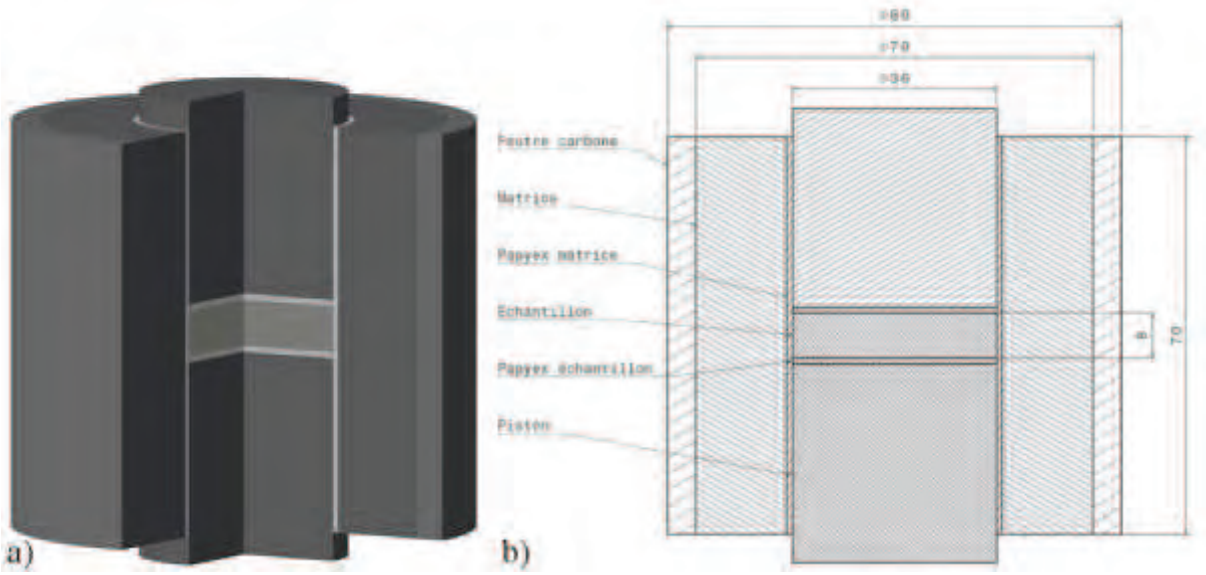


Figure II-1 : Exemple de système de matriçage pour la réalisation d'un échantillon Ø36mm h8mm a) Représentation 3D en coupe, b) Représentation 2D en coupe annotée. L'épaisseur des films de Papyex a été exagérée pour les rendre visibles.

Ce système de matriçage est ensuite introduit entre deux électrodes en Inconel. De manière à obtenir une réduction de section entre les électrodes et les pistons la plus progressive possible pour éviter des surchauffes locales, des pièces intermédiaires en graphite appelées « spacers » sont positionnées comme montré sur la figure II-2.

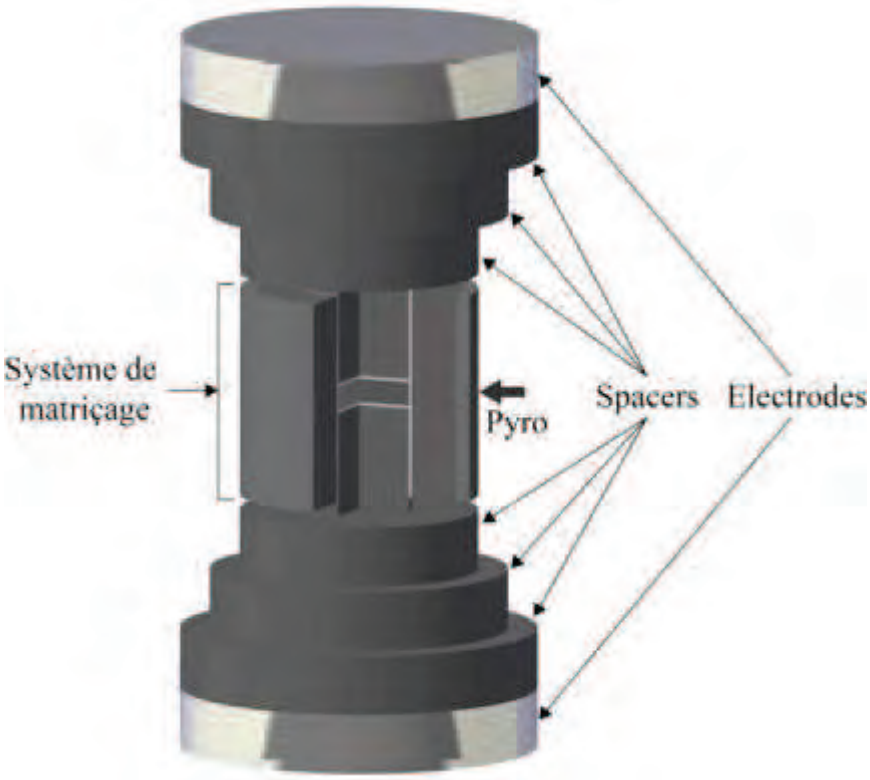


Figure II-2 : Ensemble composé par le système de matriçage, les spacers et les électrodes.

Plusieurs géométries d'échantillons peuvent être frittées. Ce sont toujours des cylindres sauf dans le cas où nous avons travaillé sur des formes plus complexes.

Classiquement, nous avons utilisé deux dimensions d'échantillons :

- Des pastilles d'un diamètre de 8mm et d'une hauteur de 6mm (Ø8h6mm) : Pour explorer les différentes microstructures accessibles avec l'alliage étudié en minimisant le coût matière.
- Des pastilles d'un diamètre de 36mm et d'une hauteur de 8mm (Ø36h8mm) : Pour réaliser les éprouvettes nécessaires aux essais mécaniques.

II.1.1.2. Cycle SPS d'une pastille Ø36h8mm

Les consignes sont la température au point de la surface extérieure de la matrice visé par le pyromètre (comme indiqué par la flèche sur la figure II-2) et la force appliquée. La machine va ensuite fournir le courant électrique nécessaire au respect des consignes. Le frittage a lieu sous vide moyen (environ 10 Pa).

La figure I-3 montre l'évolution de la température, de la force et du déplacement des pistons en fonction du temps pendant une expérience de frittage classique d'un échantillon Ø36h8mm. Les consignes sont en traits pointillés tandis que les valeurs mesurées sont en traits pleins. Le pyromètre utilisé pour mesurer la température ne détectant pas les variations de rayonnement en-dessous de 575°C, il n'y a pas de mesure de température durant les cinq ou six premières minutes, soit le temps d'arriver à cette température. La vitesse de chauffage de consigne est de 100°C/min. Trois minutes avant d'atteindre la température de palier, cette vitesse est réduite à 25°C/min pour éviter un dépassement de la température de consigne trop important. La température est ensuite maintenue constante pendant 2min. La pression, quant à elle, passe de 0 à 100MPa en début de cycle et est maintenue jusqu'à la fin du cycle de chauffage. Le déplacement mesuré est la variation de position du piston hydraulique qui se trouve sous l'électrode inférieure.

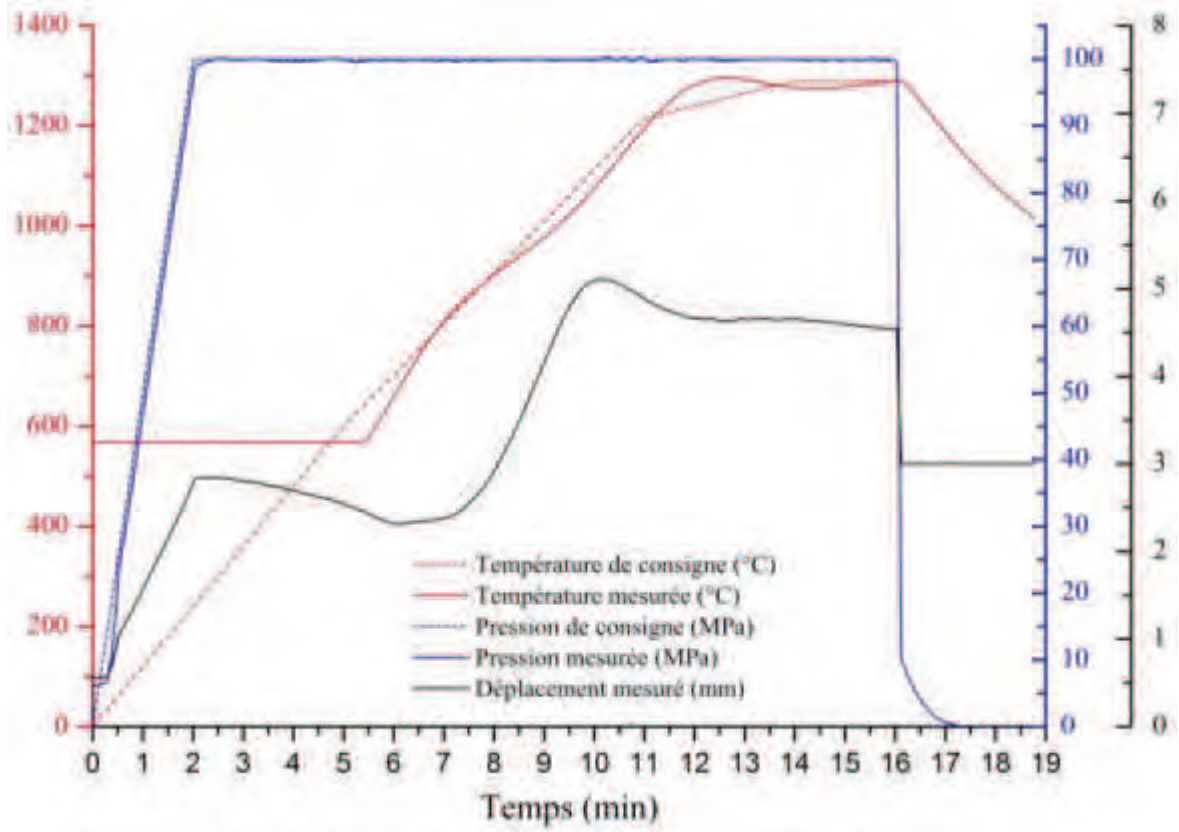


Figure II-3 : Évolution des paramètres SPS (température, pression, déplacement) au cours d'une expérience SPS sur un échantillon Ø36h8mm.

Si l'on trace l'évolution de la densité avec la température (fig. II-4), on peut identifier trois stades durant la phase de densification. Premièrement, la vitesse de densification augmente avec la température (phase I) ensuite elle reste constante (phase II) et enfin elle diminue continument jusqu'à redevenir nulle (phase III).

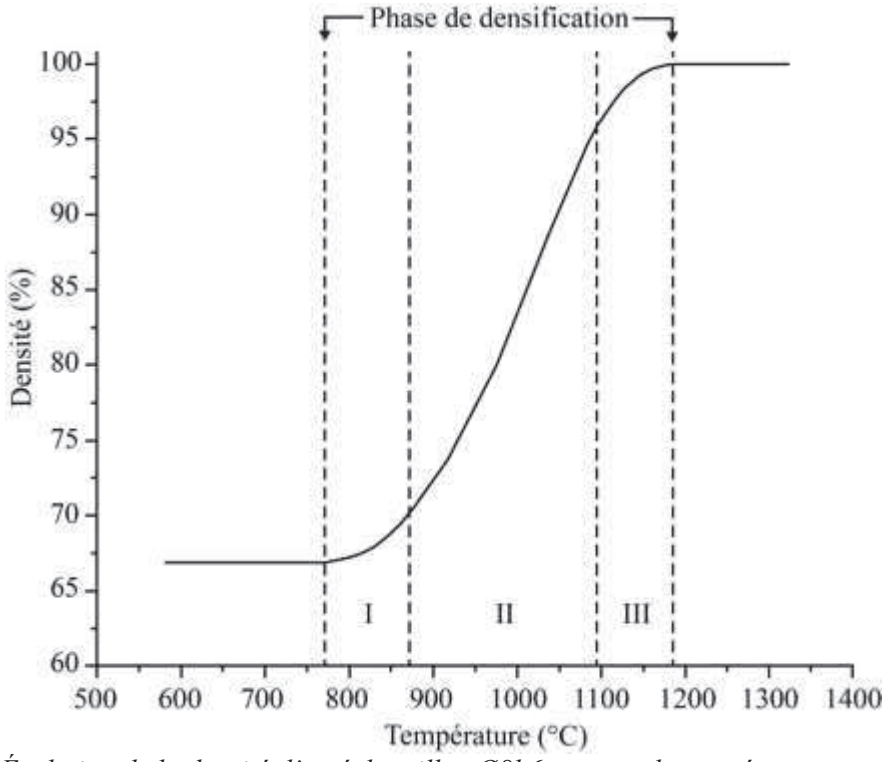
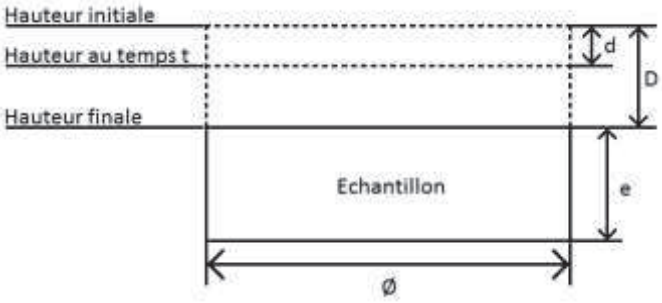


Figure II-4 : Évolution de la densité d'un échantillon Ø8h6mm avec la température.

La densité (en %) est calculée en prenant en compte le déplacement (d), le déplacement total (D) et l'épaisseur finale de l'échantillon (e) selon la formule suivante détaillée dans la figure I-5.



$$\text{Densité (\%)} = \left(1 - \frac{(D - d)}{(D - d + e)}\right) * 100$$

Figure II-5 : Calcul de la densité d'une pastille en cours de frittage.

À la fin du cycle de chauffage, le courant électrique est coupé et la force n'est plus appliquée. L'échantillon refroidit alors dans l'enceinte du SPS encore sous vide. Il est ensuite sorti et laissé à l'air libre à partir d'une température d'environ 250°C. La vitesse de refroidissement va dépendre de la taille de l'échantillon et du système de matriçage. Typiquement, pour un échantillon Ø36h8mm la vitesse de refroidissement est d'environ 90°C/min alors que pour un échantillon Ø8h6mm elle est d'environ 800°C/min.

II.1.2. Machines utilisées

Au cours de cette thèse, trois machines SPS ont été utilisées. Elles ont été choisies pour leur taille et capacité en fonction de l'application visée.

II.1.2.1. Machine SPS à Toulouse (fig. II-6)

De type Sumitomo 2080, elle est fabriquée par l'entreprise japonaise SPS SYNTEX Inc. Elle est installée à la plateforme de frittage flash (PNF^2) au sein de l'Université Paul Sabatier de Toulouse qui est cogérée par le CEMES et le CIRIMAT sous la tutelle du CIRIMAT. Elle permet de densifier des échantillons allant jusqu'à un diamètre de 50mm. Elle peut fournir une température et une force maximales de 2000°C et 200kN respectivement.

Nous avons utilisé cette machine pour la partie développement de matériaux et pour les premières étapes du projet de mise en forme de pièces complexes.

Figure II-6 : Machine SPS Sumitomo 2080 installée à la PNF^2 à Toulouse.

II.1.2.2. Machine SPS à Dijon (fig.II-7)

C'est une FCT HPD-125 produite par l'entreprise allemande FCT System GmbH. Elle est installée au laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne (ICB) basé à Dijon. Le diamètre maximal des échantillons est de 150mm. Elle peut délivrer une intensité allant jusqu'à 24 000 A et une force de 1250 kN.

Nous nous en sommes servis pour densifier des préformes d'aube.

Figure I-7 : Machine SPS FCT HPD-125 installée à l'ICB à Dijon.

II.1.2.3. Machine SPS à Vibraye (fig II-8)

Comme celle de Toulouse, cette machine est fabriquée par l'entreprise japonaise SPS SYNTEX Inc. C'est une Sumitomo 9.40 installée sur une plateforme gérée par le CEA qui est située au sein de l'entreprise Mecachrome à Vibraye. C'est la machine permettant d'obtenir les plus gros échantillons (jusqu'à un diamètre de 300mm). Elle peut fournir une intensité allant jusqu'à 20 000 A et une force de 3000 kN.

Nous nous en sommes aussi servis pour densifier des préformes d'aube.

Figure II-8 : Machine SPS Sumitomo 9.40 installée à Mecachrome à Vibraye.

II.1.3. Maquettes numériques et simulations thermoélectriques

Les outillages nécessaires à la réalisation des formes complexes sont conçus à l'aide du logiciel de Conception Assistée par Ordinateur (CAO) CATIA V5. Les modules Part, Assembly et GSD (Generative Shape Design) ont été utilisés.

Des simulations numériques ont été nécessaires pour contrôler les champs de température au sein de l'outillage et de l'échantillon durant une expérience SPS. Pour cela, les maquettes 3D des outillages sont réalisées sur CATIA V5 puis transférées sur Comsol grâce au format de transfert de fichier Step. Le logiciel Comsol Multiphysics est basé sur la méthode des éléments finis. Son principal avantage est la simulation couplée de plusieurs physiques. Nous modélisons donc le chauffage par effet Joule en tenant compte de la conduction et du rayonnement ainsi que des variations des caractéristiques thermiques et électriques des matériaux en fonction de la température.
L'échantillon est modélisé complètement dense avec, de ce fait, les pistons en position finale car, à ce moment-là, la température est la plus élevée. Pour prendre en compte le feutre carbone, nous avons réalisé une procédure d'essais/erreurs avec et sans feutre. En comparant les résultats expérimentaux obtenus aux simulations, nous avons pu déduire un coefficient d'émissivité équivalent des surfaces recouvertes de feutre. Ce coefficient, classiquement de 0,8 pour le graphite, est de 0,3 pour les surfaces entourées de feutre.

II.2. POUDRES

II.2.1. Atomisation par gaz

Les poudres que nous avons utilisées sont produites par atomisation par gaz. Le principe général suit trois étapes principales :

- La fusion : un lingot de la composition chimique désirée est porté à sa température de fusion dans un creuset en cuivre.
- Le refroidissement : le matériau liquide s'écoule ensuite dans la tour d'atomisation où il passe à travers un jet de gaz (généralement de l'argon) qui le refroidit à une vitesse estimée entre 10^5 et 10^8 °C/min [1] en fonction de la taille de la particule de poudre.
- Le tamisage : la poudre une fois refroidie est tamisée pour sélectionner la gamme de taille de particule souhaitée.

Nous avons travaillé avec des poudres venant de deux fabricants différents utilisant chacun une méthode d'atomisation par gaz différente. Ces différences résident principalement dans la méthode de chauffage du lingot.

II.2.1.1. Plasma Inert-Gas Atomization (PIGA) (fig. II-9)

Ce procédé est utilisé par le GKSS qui a produit notamment la poudre de l'alliage TNM. Le chauffage du lingot est réalisé par une torche plasma qui liquéfie le matériau dans un creuset en cuivre refroidi à l'eau (fig. II-9-b). Comme décrit précédemment le liquide passe alors par la tour d'atomisation puis la poudre est tamisée [2]. L'ensemble du système est sous atmosphère protectrice (hélium ou argon).

a) b)

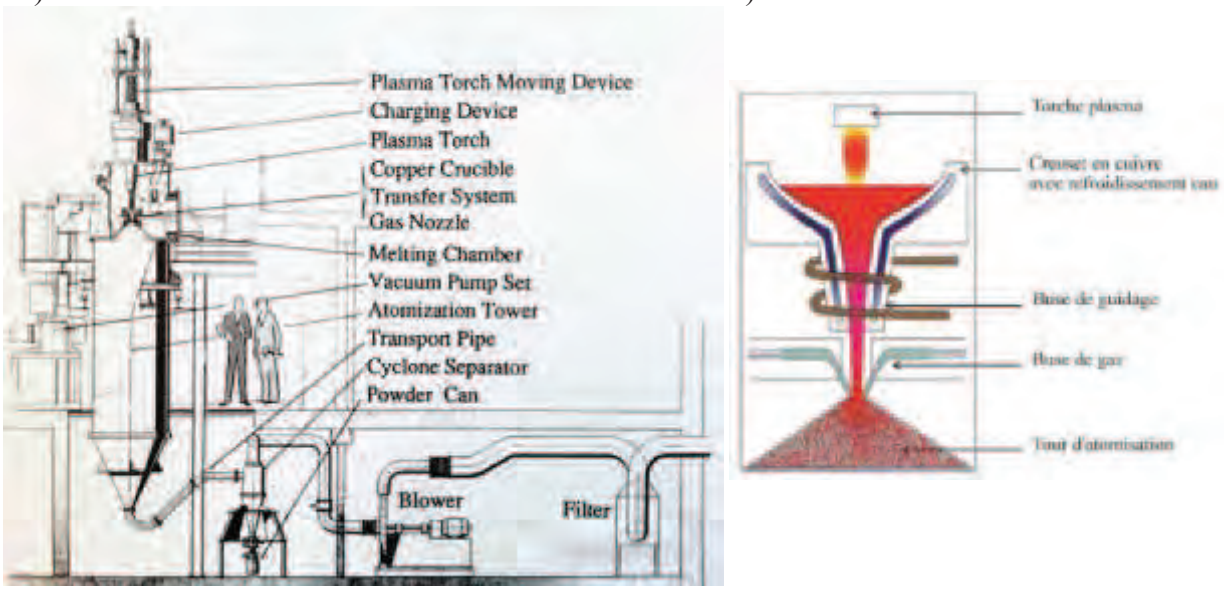


Figure II-9 : Fonctionnement du procédé d'atomisation par gaz PIGA [2] a) schéma général de la machine, b) schéma simplifié du fonctionnement.

II.2.1.2. Induction Skull Melting (ISM) (fig. II-10)

Cette technique est employée par Crucible [3] pour la production des poudres d'alliage GE [4]. Elle ressemble à la PIGA. Seul le système de chauffage est différent. Dans ce cas, le matériau est liquéfié par induction. Le liquide va alors rester en semi-suspension dans le creuset (fig. II-10-b) ce qui va avoir pour effet de limiter les contacts et donc les contaminations.

a) b)

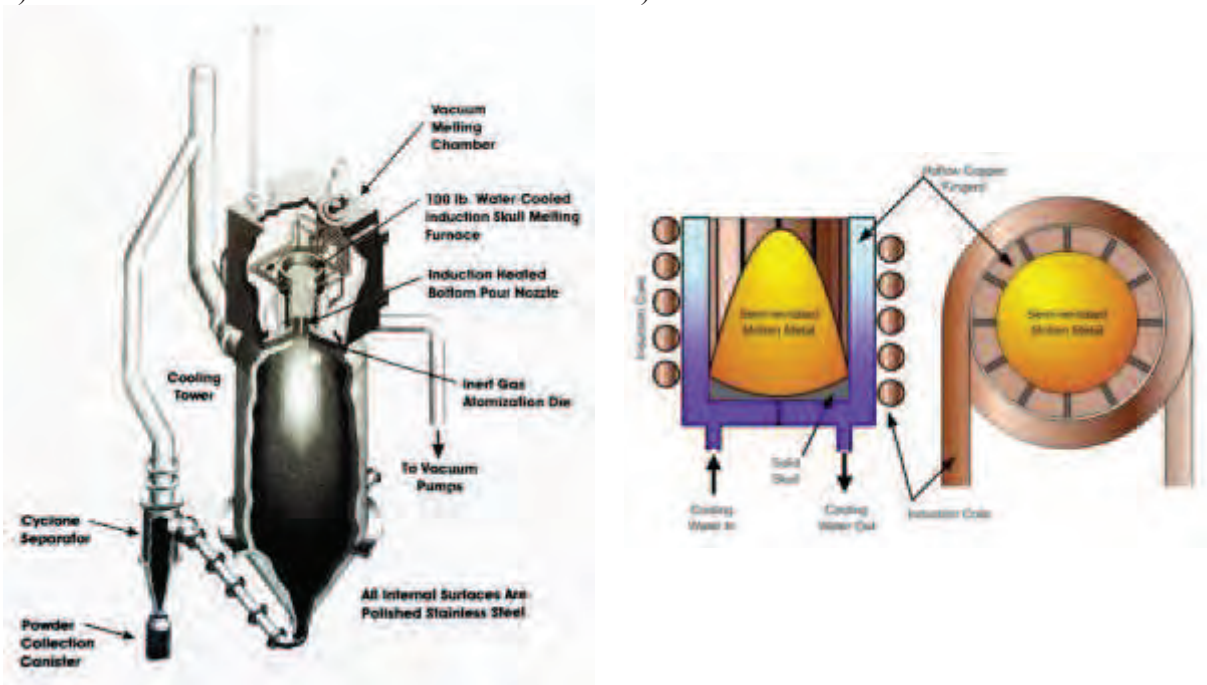


Figure II-10 : Fonctionnement du procédé d'atomisation par gaz ISM [3] a) schéma réel, b) schéma simplifié du fonctionnement du système de chauffage.

II.2.2. Caractéristiques des poudres étudiées

Les poudres utilisées lors de cette thèse ont toutes une gamme de taille de particule comprise entre 0 et 200µm. Six lots de poudre ont été étudiés. Leurs caractéristiques sont récapitulées dans le tableau II-1.

Tableau II-1 : Caractéristiques des poudres étudiées

Dénomination	Fabricant	Granulométrie	Composition chimique
GE B482	Crucible	44-150	$Ti\text{-}Al_{48}\text{-}Cr_2\text{-}Nb_2$
GE 3198	Crucible	80-125	$Ti\text{-}Al_{47}\text{-}Cr_2\text{-}Nb_2$
GE B3219	Crucible	80-125	$Ti\text{-}Al_{47}\text{-}Cr_2\text{-}Nb_2\text{-}B_{0.6}$
IRIS 1109	Crucible	50-200	$Ti\text{-}Al_{48}\text{-}W_2\text{-}B_{0.08}$
IRIS 649	Crucible	50-200	$Ti\text{-}Al_{48}\text{-}W_2$
TNM	GKSS	0-180	$Ti\text{-}Al_{43.9}\text{-}Nb_4\text{-}Mo_{0.95}\text{-}B_{0.1}$

En raison du procédé d'atomisation par gaz, le passage en phase liquide puis le refroidissement très rapide entrainent une microstructure de la poudre hors d'équilibre de type dendritique. Nous pouvons en voir un exemple sur la figure II-11 pour les poudre IRIS 1109 et TNM.

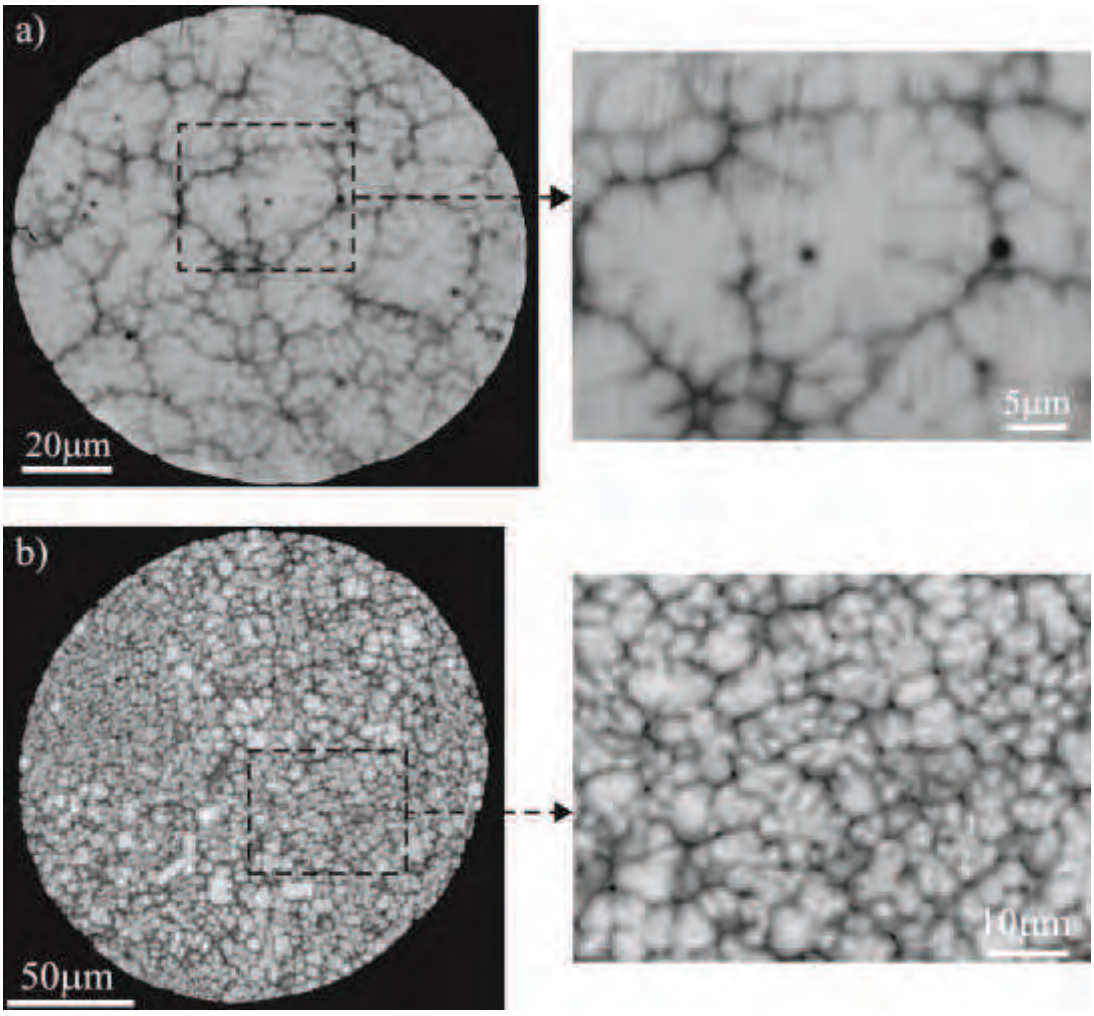


Figure II-11 : Microstructures dendritiques de deux poudres utilisées vues au MEB a) TNM, b) IRIS 1109.

II.3. MÉTHODES DE CARACTÉRISATION

Pour qualifier les matériaux obtenus par SPS, nous avons utilisé deux types de caractérisation : des essais mécaniques (traction, fluage) et des études par microscopie (MET, MEB, MO).

II.3.1. Essais Mécaniques

II.3.1.1. Éprouvettes

Que ce soit pour les essais de fluage ou de traction, les éprouvettes utilisées sont les mêmes, de géométrie cylindrique et d'une longueur de 28mm. La partie utile à un diamètre de 2.2mm et une longueur de 10mm (fig. II-12). Elles sont obtenues par carottage des pastilles Ø36h8mm (fig. II-13) puis usinage (sous-traités à la SAFIM).

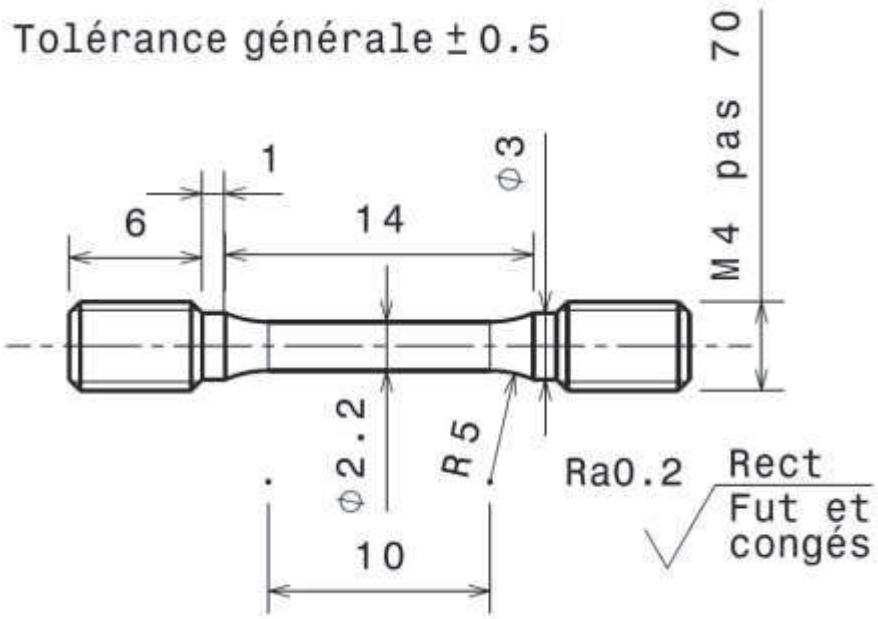


Figure II-12 : Plan de définition des éprouvettes utilisées pour les essais mécaniques

Figure II-13 : Carottage de trois cylindres par pastille Ø36h8mm pour l'usinage des éprouvettes

II.3.1.2. Essai de traction

Pour les essais de traction à température ambiante, nous utilisons une machine Zwick Roell Z030 installée au CEMES. L'allongement du matériau est mesuré par un extensomètre à couteaux. L'essai de traction est réalisé à une vitesse de déformation imposée de $10^{-4}.s^{-1}$. Les essais de traction à chaud sont réalisés à l'ONERA dans les mêmes conditions.

II.3.1.3. Essai de fluage

Les essais de fluage ont été réalisés sur deux bancs différents. Le premier, de type ADAMEL, est installé au CEMES. Le deuxième, de type Mayes, est à l'ONERA. Différentes conditions imposées par le cahier des charges ont été utilisées : 700°C/300MPa, 750°C/200MPa et 750°C/120MPa.

II.3.2. Microscopie

II.3.2.1. Microscopie Optique (MO)

La microscopie optique est utilisée pour réaliser des vues d'ensemble à faible grandissement. Le microscope est un Nikon Eclipse MA2000 qui permet des grandissements allant de 5 à 100. Pour la préparation des échantillons, nous utilisons la même gamme de polissage que celle des échantillons MEB (tableau II-2) et nous réalisons ensuite une attaque chimique en les trempant dans un mélange de 6cc d'acide nitrique fumant (HNO_3), de 3cc d'acide fluorhydrique (HF) et de 90cc d'eau.

II.3.2.2. Microscopie Électronique à Balayage (MEB)

II.3.2.2.1. Préparation des échantillons

Pour être observés au MEB, les échantillons doivent être poli-miroirs. Nous travaillons directement sur les échantillons massifs suivant la gamme de polissage mécanique décrite dans le tableau II-2. La surface à observer des échantillons est ensuite nettoyée à l'acétone. Les étapes 1 à 5 sont effectuées par une polisseuse semi-automatique Phoenix 4000 produite par Buehler. Les étapes 6 à 8 sont réalisées à la main sur une polisseuse manuelle (sans porte-échantillon).

Tableau II-2 : Gamme de polissage des échantillons massifs à observer au MEB

Étape	Disque abrasif (SiC)	Suspension diamantée	Temps (min)	Force (N)
1	80 (200µm)	--	20	110
2	400 (35µm)	--	10	67
3	800 (22µm)	--	10	22
4	1200 (14m)	--	5	22
5	2400 (10µm)	--	5	22
6	--	6 µm	5	manuelle
7	--	3 µm	5	manuelle
8	--	1 µm	5	manuelle

II.3.2.2.2. Caractéristiques du microscope

Le microscope utilisé est un Jeol 6490 à filament W. Nous travaillons généralement avec une tension comprise entre 10 et 20keV et une taille de spot comprise entre 40 et 60. De manière à obtenir le meilleur contraste entre les différentes phases en présence, nous travaillons avec les électrons rétrodiffusés. La résolution en est limitée mais tout à fait acceptable dans notre cas.

Sur ce même microscope est monté un détecteur de rayons X qui nous permet de travailler avec la technique d'Energy Dispersive X-ray (EDX) pour analyser la composition chimique des phases en présence. Malgré la précision limitée de ce type d'analyse, nous obtenons une bonne idée de la répartition des différents éléments.

II.3.2.2.3. Mesures de tailles de grains

Il a été nécessaire de mesurer le diamètre moyen des grains lamellaires des microstructures proches lamellaires que nous détaillerons dans les chapitres IV et V. Pour cela, nous avons utilisé le MEB pour prendre des images avec les électrons rétrodiffusés. Sur ces images, à l'aide du logiciel ImageJ, nous entourons manuellement les grains lamellaires en évitant les liserés. Un exemple est donné sur la figure II-14. À partir de là, nous connaissons la surface de chacun des grains entourés. Nous faisons alors l'hypothèse que, même si ce n'est pas vraiment le cas, ces grains sont parfaitement circulaires. Nous pouvons alors calculer leurs diamètres. Nous mesurons dans chaque échantillon au moins 100 grains pour avoir une statistique acceptable. Nous verrons que, même si cette méthode comporte quelques incertitudes, nous avons obtenu des résultats tout à fait reproductibles.

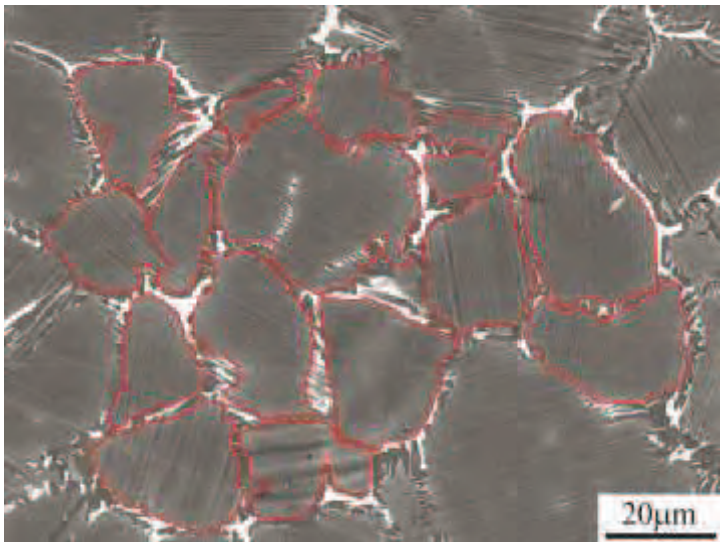


Figure II-14 : Exemple de mesure de taille de grains lamellaires.

II.3.2.3. Microscopie Électronique en Transmission (MET)

II.3.2.3.1. Préparation des échantillons

Au contraire de la MEB, en MET le faisceau d'électrons traverse l'échantillon. Il est donc nécessaire d'amincir le matériau.

Pour les observations conventionnelles, nous travaillons sur deux types d'échantillons. Pour étudier la microstructure, nous utilisons des échantillons non déformés de 2x2mm prélevés directement dans les pastilles brutes de frittage. Pour étudier les mécanismes de déformation, nous découpons des disques de 0.5mm d'épaisseur dans la zone utile des éprouvettes ayant subies un essai mécanique comme illustré sur la figure II-15.
Pour les observations *in-situ*, des échantillons de 3x1x1mm sont directement prélevés au cœur des pastilles.

Figure II-15 : Découpe d'échantillons de 0.5 mm d'épaisseur (en rouge) dans une éprouvette de traction pour observation par MET

Ces échantillons sont ensuite amincis mécaniquement jusqu'à une épaisseur d'environ 25µm en utilisant des disques abrasifs 1200 (14µm) et 2400 (10µm). Un polissage électrolytique est ensuite réalisé dans une solution de type A3 (mélange de 75% de méthanol et de 25% de 2-butoxyéthanol).

II.3.2.3.2. Caractéristiques du microscope

Le microscope utilisé est un Jeol 2010 à filament LaB_6. Nous travaillons à une tension de 200kV. Plusieurs porte-objets sont à notre disposition : un simple-inclinaison (fig. II-16-a), un double-inclinaison (fig. II-16-b), un simple-inclinaison + rotation (fig. II-16-c) et un simple-inclinaison + traction (fig. II-16-d).

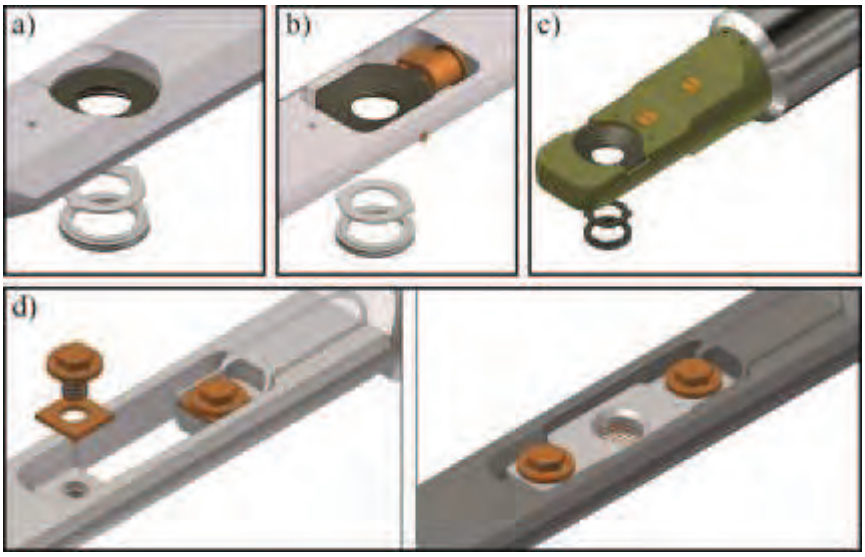


Figure II-15 : Porte-objets disponibles pour le Jeol 2010 a) Simple-inclinaison, b) Double-inclinaison, c) Simple-inclinaison + rotation et d) Simple-inclinaison + traction.

II.3.2.3.3. Microscopie conventionnelle

En microscopie conventionnelle, nous réalisons généralement des observations *post-mortem* sur des échantillons prélevés dans des éprouvettes de traction ou de fluage. Lors de toute la procédure de préparation des échantillons, la mémoire de l'orientation de l'axe de sollicitation est conservée. Nous étudions la microstructure et les mécanismes de déformation. Pour orienter les grains, nous travaillons à partir des clichés de diffraction obtenus dans le grain étudié pour reconstituer la projection stéréographique. Pour déterminer les plans contenant les dislocations afin d'identifier les modes de déformation, nous réalisons des expériences de tilt suivant la méthode décrite par Malaplate dans sa thèse [5].

II.3.2.3.4. Microscopie in-situ

L'utilisation du porte-objet simple-inclinaison + traction (fig. II-16-d) permet d'observer la déformation en temps réel en réponse à une sollicitation de type traction uni-axiale à température ambiante. Cela nous permet d'obtenir des informations sur les dislocations qui ne sont pas accessibles avec des analyses *post-mortem* comme les mécanismes de nucléation, le mouvement, la vitesse ...

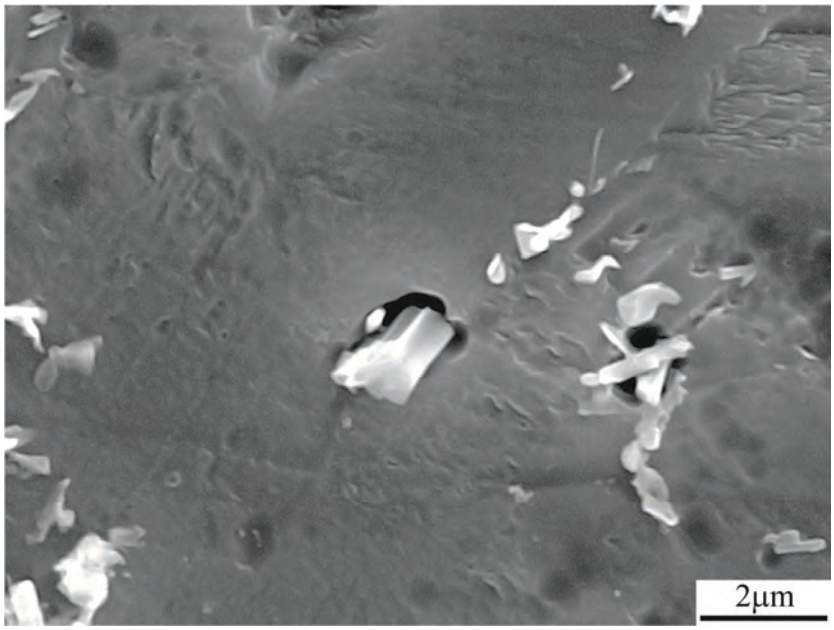
Références bibliographiques

[1] M. Charpentier, Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Superieure Des Mines De Nancy, Nancy, 2003.
[2] R. Gerling, F. P. Schimansky, and R. Wagner, in Powder production and spray forming, Vol. 1 (C. J.M. and G. R. M., eds.), Princeton, NJ, 1992, p. 215.
[3] J. H. Moll and B. J. McTiernan, Metal Powder Report 55 (2000) 18.
[4] C. F. Yolton, Y. W. Kim, and U. Habel, in Gamma Titanium Aluminides, TMS (Y. W. Kim, H. Clemens, and A. H. Rosenberger, eds.), Warrendale, PA, 2003, p. 233.
[5] J. Malaplate, Thèse de Doctorat, Université Paul Sababtier, Toulouse, 2002.

PARTIE A
DÉVELOPPEMENT DE MATÉRIAUX

L'objectif du travail présenté dans cette partie est d'obtenir, par SPS, un alliage TiAl performant remplissant le cahier des charges des aubes de turbine basse pression.
Dans le cadre de la thèse d'Houria Jabbar [1], des études effectuées sur les alliages G4 (Ti-Al_{47}-Re_1-W_1-$Si_{0.2}$) et TNB (Ti-Al_{46}-Nb_9) densifiés par SPS, ont mis en évidence un effet bénéfique de l'addition d'éléments lourds. Ces derniers, à condition d'être bien répartis dans la phase γ, améliorent nettement la résistance en fluage. Par contre, la ductilité à température ambiante était trop limitée.
Notre but est donc de développer un alliage, contenant des éléments lourds, qui offrirait une ductilité suffisante. Pour cela, nous allons d'abord présenter une étude sur l'effet de l'addition de bore dans des alliages TiAl densifiés par SPS. Le bore est un élément léger qui permet de diminuer la taille de grains par des mécanismes qui seront étudiés et détaillés dans le chapitre III. Compte tenu des études menées sur les éléments lourds et sur le bore, deux alliages aux compositions optimisées seront proposés. Nous comparerons leurs microstructures dans le chapitre IV grâce à des études réalisées par MEB et MET. Le chapitre V présentera et comparera les propriétés mécaniques en traction et en fluage de ces deux alliages et présentera l'étude des mécanismes de déformations réalisée par MET.

CHAPITRE III
EFFETS DU BORE



Borures dans la phase γ de l'alliage GE B3219
de composition chimique Ti-Al_{47}-Cr_2-Nb_2-$B_{0.6}$

CHAPITRE III : EFFETS DU BORE

III.1. INTRODUCTION

Comme expliqué dans le chapitre Bibliographie, le bore est connu pour permettre le raffinement des grains. La plupart des modèles expliquent qu'il précipite sous forme de borures qui épinglent les joints de grains pendant leur croissance [1-8]. Ce phénomène a été largement étudié dans la littérature pour des alliages TiAl issus des procédés de fonderie mais jamais, à notre connaissance, dans le cas d'alliages TiAl produit par SPS. La microstructure initiale des poudres et les caractéristiques du SPS comme sa rapidité de chauffage, peuvent influencer la nature, la formation et le rôle des borures.

Le travail effectué dans ce cadre a donc eu pour but d'étudier l'effet du bore dans les matériaux obtenus par SPS. Pour cela, nous avons travaillé avec deux alliages GE de compositions chimiques très proches dont seule la teneur en bore diffère. Ainsi, deux lots de poudre de composition Ti-Al_{47}-Cr_2-Nb_2 (lot GE 3198) et Ti-Al_{47}-Cr_2-Nb_2-$B_{0.6}$ (lot GE B3219) ont été utilisés. Toutes les températures données dans ce chapitre sont les températures maximums atteintes par les échantillons lors de leur densification dans le SPS.

Nous allons donc premièrement présenter les microstructures des deux alliages puis nous comparerons leurs propriétés mécaniques en traction à température ambiante. Pour finir, nous caractériserons les borures présents dans l'alliage au bore.

III.2. MICROSTRUCTURES

Dix-sept échantillons Ø36h8mm ont été densifiés, douze de la nuance GE B3219 et cinq de la nuance 3198. Les conditions d'obtention de ces échantillons sont récapitulées dans le tableau III-1.

Tableau III-1 : Conditions d'élaboration des échantillons utilisés pour l'étude.

Référence	Nuance	Température (°C)	Durée du palier (min)
AK914	GE B3219	875	0
AL097	GE B3219	1150	2
AF420	GE B3219	1200	2
AK784	GE B3219	1274	2
AF444	GE B3219	1317	2
AF583	GE B3219	1340	2
AF514	GE B3219	1341	2
AF582	GE B3219	1356	2
AI309	GE B3219	1362	60
AK455	GE B3219	1367	2
AH897	GE B3219	1414	2
AK222	GE 3198	1195	2
AF445	GE 3198	1210	2
AF511	GE 3198	1210	2
AK529	GE 3198	1273	2
AK223	GE 3198	1335	2
AK361	GE 3198	1365	2

III.2.1. Évolution des microstructures avec la température

La figure III-1 compare les microstructures des deux alliages à des températures de frittage identiques. Les images ont été réalisées au MEB en électrons rétrodiffusés. Les grains γ sont

reconnaissables par leur couleur grise sombre et les grains α_2 par leur couleur plus claire, presque blanche.

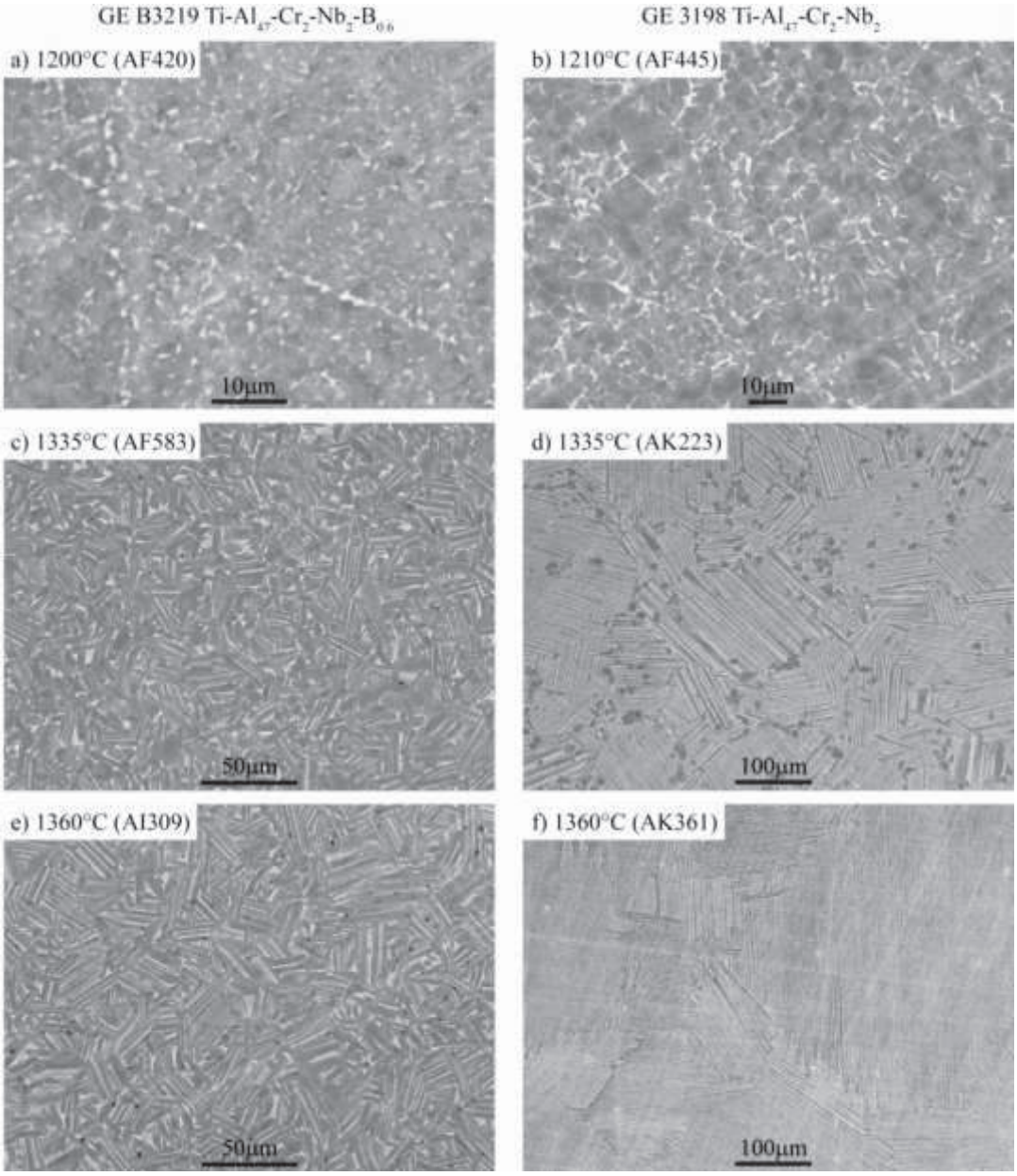


Figure III-1 : Comparaison des microstructures de trois échantillons de chaque alliage (GE 3198 et GE B3219) frittés à des températures proches.

Les images réalisées dans l'alliage sans bore (fig. III-1-b, d et f) illustrent une évolution classique de la microstructure avec la température : biphasée à basse température, la microstructure devient proche-lamellaire puis complètement lamellaire lorsque la température augmente. Cette formation de la microstructure lamellaire résulte du franchissement du transus α. On observe que, dès ce franchissement, les grains lamellaires peuvent atteindre plusieurs centaines de microns.

Dans l'alliage au bore, à basse température, la microstructure est également biphasée (fig. III-1-a), avec une taille de grains visiblement inférieure à celle de l'alliage sans bore (fig. III-1-b), tandis qu'à plus haute température, nous observons une microstructure fine de type duplex (fig. III-1-c et e), qui apparait originale. Elle est originale parce que, contrairement à ce qui a été observé dans l'alliage sans bore (fig. III-1-f) les grains lamellaires n'ont pas une structure régulière, faite de lamelles étroites séparées par des interfaces rectilignes. C'est pourquoi nous

utiliserons plutôt le terme quasi-lamellaire pour ces grains, ce que nous expliciterons plus en détail dans la section III.2.4. Nous la qualifions également de fine parce que ces grains quasi-lamellaires ont une taille de l'ordre de quelques dizaines de microns. En particulier après passage à 1360°C (fig. III-1-e et f), la différence de taille de grains entre les deux alliages avec et sans bore est remarquable. Ces caractéristiques sont retrouvées sur la fig. III-2 où l'on peut suivre en détails l'évolution de la microstructure de l'alliage au bore avec la température.

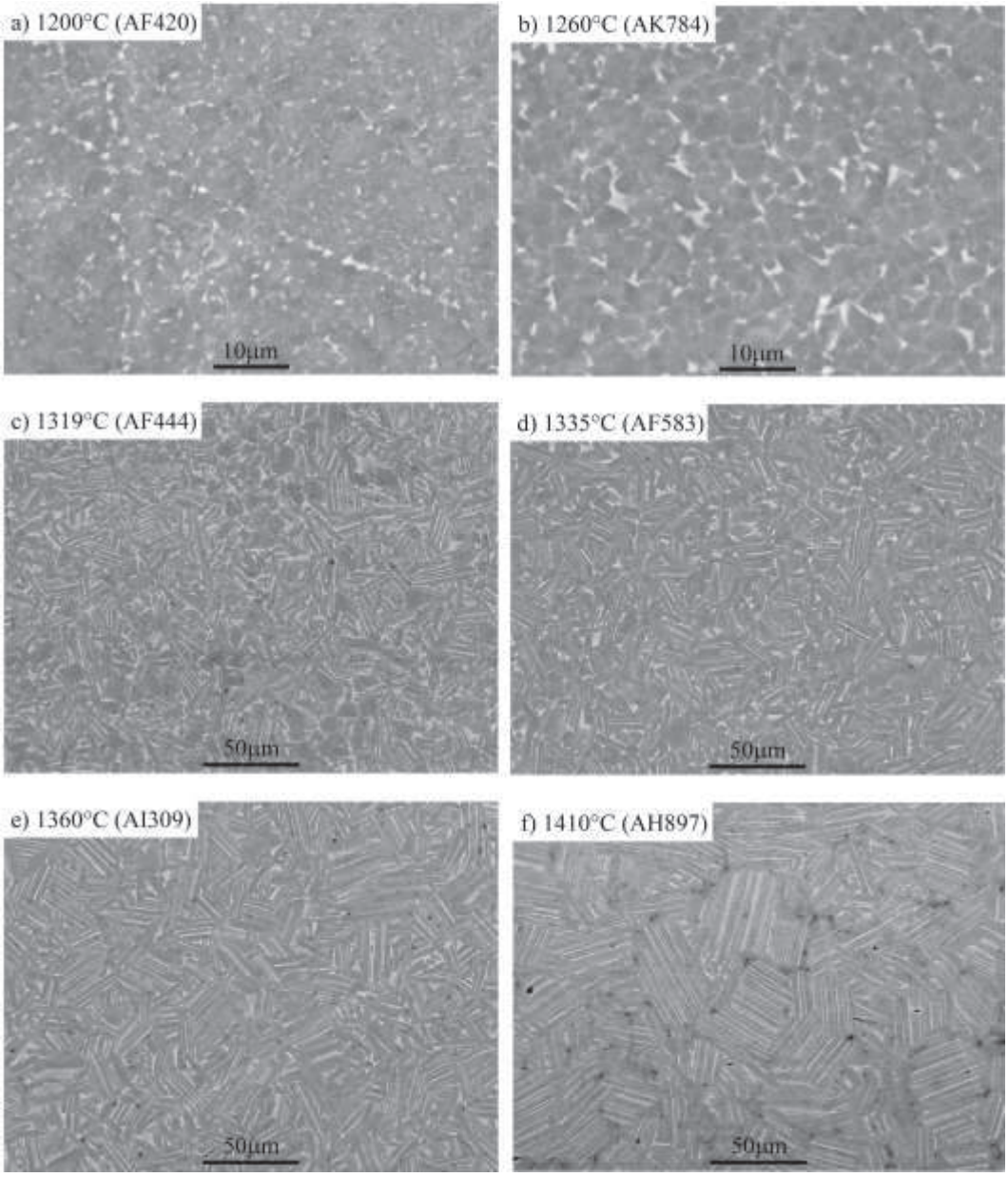


Figure III-2 : Évolution de la microstructure de l'alliage au bore avec la température.

Nous pouvons voir une augmentation de la taille de grains dans la microstructure biphasée entre 1200°C et 1260°C. L'augmentation de la température semble améliorer l'homogénéité et éliminer les alignements de grains α_2 qui étaient probablement situés en périphérie des particules de poudre. Ensuite, la microstructure duplex est conservée jusqu'à 1410°C. Nous n'avons pas réalisé d'échantillon à des températures plus hautes car nous avons détecté des traces potentielles de fusion locale dans l'échantillon densifié à 1410°C (non visibles dans la zone photographiée sur la figure III-2-f), signe de l'approche du domaine liquide. Notons que la microstructure évolue légèrement avec la température. La fraction volumique de grains γ semble diminuer et laisser place aux grains lamellaires. La taille de ces derniers parait

augmenter avec la température mais de façon limitée, en tout cas beaucoup moins prononcée que dans l'alliage sans bore.

Toutes les images des figures III-1 et 2 ont été obtenues au MEB en électrons rétrodiffusés. La résolution limitée de ces images ne permet pas de mettre en évidence les borures. Nous avons alors réalisé une attaque chimique sur nos matériaux en suivant la procédure de préparation détaillée dans la section IV.3.2.1. du chapitre II (Techniques Expérimentales). Les résultats sont présentés sur la figure III-3. Ils mettent en relief les borures en contraste blanc très fort. Rappelons que, dans notre cas, le matériau n'atteint jamais la phase liquide lors de son élaboration. Nous n'étudions donc pas l'évolution des borures au cours de la solidification mais plutôt au cours du chauffage.

Après chauffage à 875°C, la microstructure est dendritique. Les borures ont une morphologie de type ruban (fig. III-3-a), non rectiligne, d'une longueur pouvant atteindre plusieurs microns. Kitkamthorn *et al.* [9] ont réalisé les mêmes observations dans un alliage Ti-Al_{44}-Nb_4-Zr_4-B_1 de microstructure lamellaire brut de coulée. Cela confirme que ce type de morphologie est obtenu après passage en phase liquide (dans notre cas lors de l'atomisation de la poudre).

À 1200°C (microstructure biphasée - fig. III-3-b), les borures gardent la même morphologie de ruban mais paraissent plus courts. Cela pourrait s'expliquer par les changements microstructuraux de la matrice qui ont entrainé leur fractionnement.

À plus haute température (microstructure duplex - fig. III-3-c et d), les borures changent d'aspect et prennent la forme de précipités parallélépipédiques rectilignes et allongés. Des observations similaires ont été faites par Wang et al. [10] dans un alliage à microstructure lamellaire de composition chimique Ti-Al_{45}-$Nb_{8.5}$ fritté par SPS contenant un pourcentage non précisé de bore.

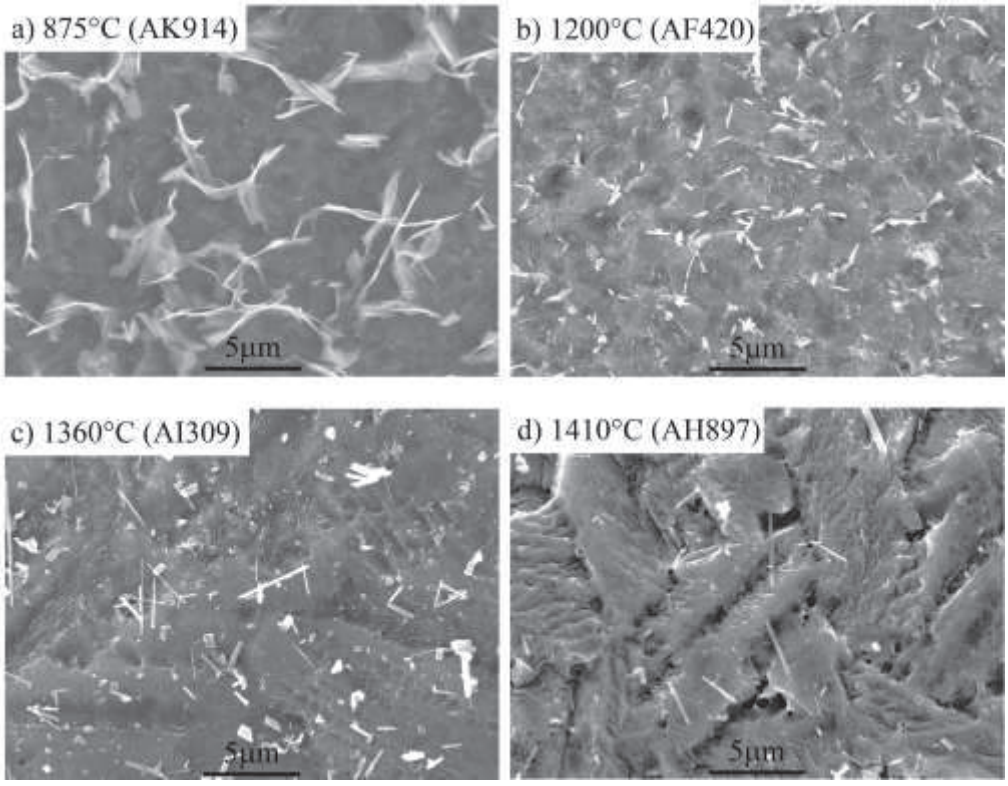


Figure III-3 : Évolution de la morphologie des borures avec la température.

Cette première étude a donc mis en évidence une diminution de la taille de grains des diverses microstructures par le bore, la présence de borures et la formation de grains quasi-lamellaires.

Par microscopie électronique en transmission, nous avons réalisé des études plus détaillées de ces divers aspects, que nous allons présenter dans les parties suivantes. Ces travaux ont été menés dans les alliages au bore biphasé AF420 (1200°C/100 MPa/2 min) et duplex AI309 (1360°C/100 MPa/60min). Le premier a été obtenu à la plus basse température pour laquelle la densification est complète et le second a subi un maintien de 60 min dans le domaine α, dans le but de pousser la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ au maximum et de vérifier la stabilité de l'effet du bore dans le temps.

III.2.2. Microstructure biphasée

La figure III-4 présente la microstructure biphasée étudiée par MET. Celle-ci est constituée de grains γ dont les dimensions caractéristiques varient d'environ 0.3µm à 5µm. Ces grains ont un aspect très propre sans traces de dislocations ou de défauts, ce qui résulte probablement de processus de recristallisation activé durant la densification [11]. Ils sont souvent divisés par des macles de croissance. Certaines zones α_2 sont encerclées par des pointillés blancs. Elles sont peu étendues et réparties de façon inhomogène. Les grains α_2 sont plus nombreux là où les grains γ sont plus petits. Ces zones de concentration de petits grains γ et de grains α_2 correspondent aux anciennes dendrites formées lors de l'atomisation de la poudre [11].

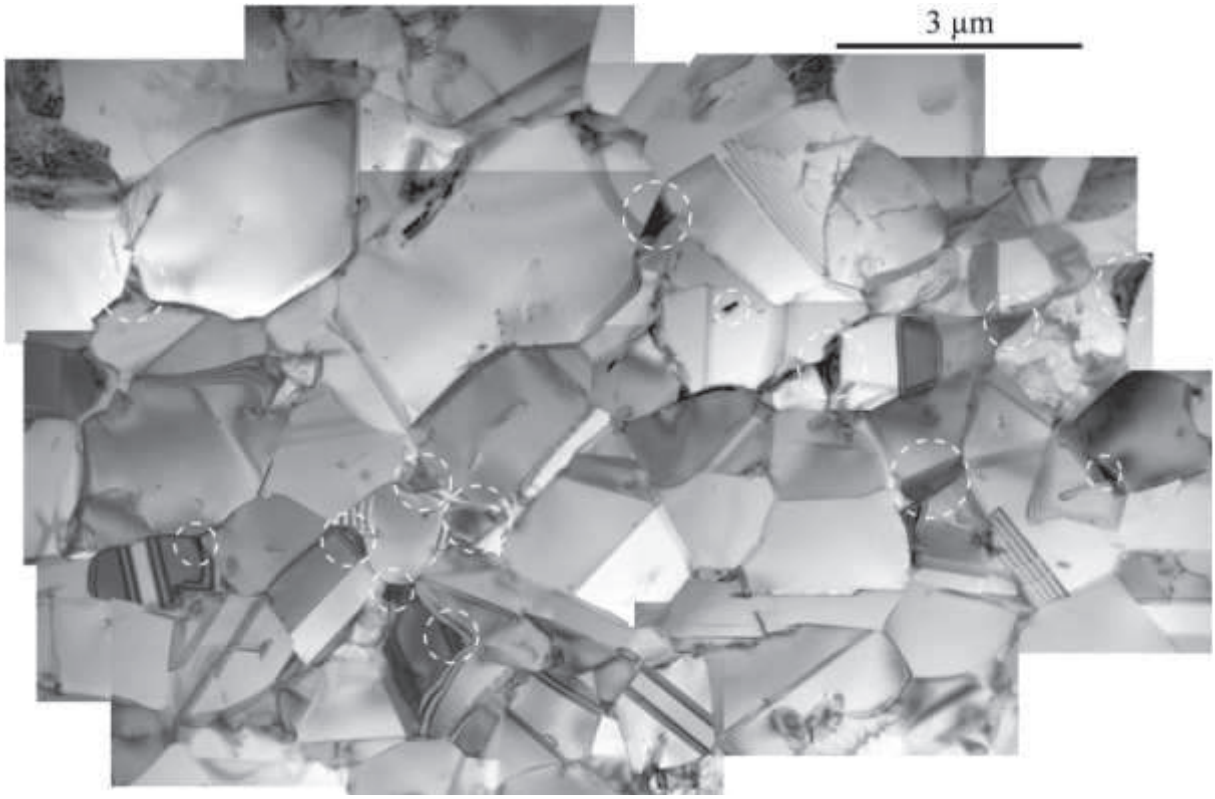


Figure III-4 : Observation par MET de la microstructure biphasée recristallisée dans l'échantillon AF420 (1200°C) contenant du bore. Les cercles blancs en pointillés entourent des grains α_2.

III.2.3. Microstructure duplex

La microstructure duplex est constituée de grains γ et de grains quasi-lamellaires. La figure III-5 présente une première zone de cette structure, dans laquelle la phase γ est majoritaire. Les zones γ apparaissent souvent allongées dans une direction. Dans ce cas, elles peuvent contenir des zones quasi-lamellaires elles aussi allongées suivant cette même direction et relativement fines dans les directions perpendiculaires. Cette direction d'allongement est donc parallèle au plan d'interface des zones quasi-lamellaires. Sur le schéma de la figure III-5-e délimitant les grains, c'est particulièrement visible sur les grains 1 et 4. Le grain 2 est

probablement un grain du même type pour lequel la direction d'élongation est proche de la perpendiculaire au plan d'observation. Les agrandissements des figures III-5-b, c et d montrent des borures dans trois endroits différents : le premier est ancré dans un joint de grains, le deuxième est dans une zone lamellaire et le troisième est situé à l'intérieur d'une zone γ. Nous reviendrons sur ces borures dans la section III.3.

Dans une zone contenant la zone imagée sur figure III-5-a mais de taille légèrement plus importante, nous avons orienté tous les grains en construisant leur projection stéréographique à partir de clichés de diffraction. Nous définissons comme un grain les zones qui ont un plan compact commun de type (111) pour la phase γ ou de type (0001) pour la phase α_2. Le grain ainsi défini est en fait le grain α qui a donné, lors du refroidissement, ces zones γ allongées et ces zones quasi-lamellaires ayant en commun l'ancien plan de base du grain α parent.

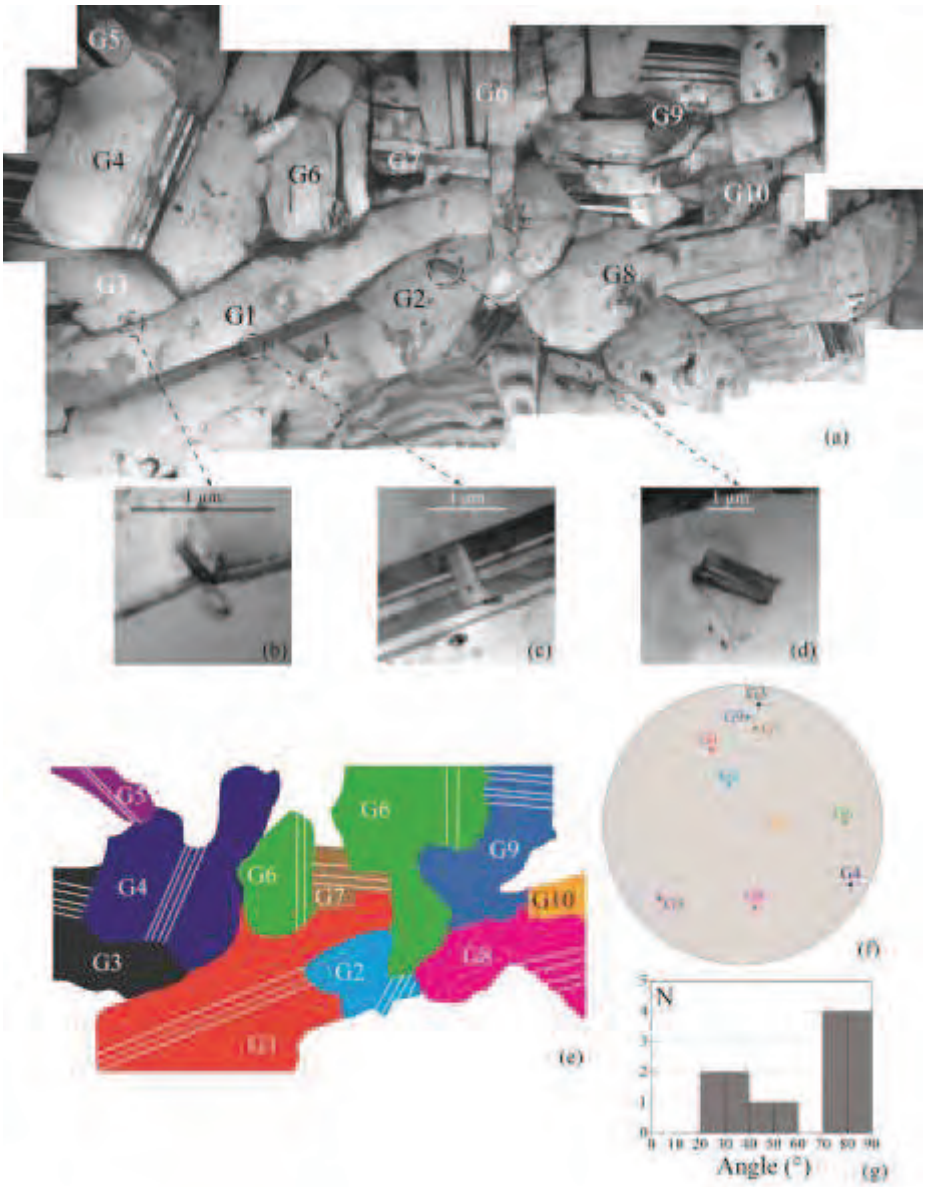


Figure III-5 : Étude de la microstructure duplex dans l'échantillon AI309 (1360°C/100MPa/60min). a) Zone représentative de la microstructure. b), c) et d) Borures localisés dans différentes zones des grains quasi-lamellaires. e) Délimitation des grains de la zone présentée en (a). f) figure de pôle de ces grains représentés par la normale à leur plan compact commun. g) Histogramme des angles entre les normales aux plans compacts communs des grains.

Les alliages étudiés ici sont à refroidissement α, ils ne sont donc pas censés passer par le domaine β lors du refroidissement. Par contre, la présence des éléments Cr, Nb et B peut

modifier légèrement le diagramme de phases et provoquer la présence de grains β à haute température. Il est alors important de vérifier si la diminution de la taille de grains ne viendrait pas aussi de la formation des grains α à partir de grains β comme le considèrent certains modèles de la littérature [12].

Sur la figure de pôle (fig. III-5-f), les grains sont représentés par la normale à leur plan compact commun. L'idée est de rechercher d'éventuels angles particuliers entre les normales au plan compact (tableau III-2). Par exemple des grains α issus d'un même grain β auraient ces normales faisant des angles de 60° ou 90°. Le tableau III-2 et l'histogramme des angles (figure III-5-g) ne font apparaitre aucune valeur particulière entre ces normales. Ceci nous indique donc que les grains α ne proviennent pas de grains β mais sont générés avec des orientations aléatoires.

Tableau III-2 : Angles entre les normales représentatives des grains.

	G1	G2	G3	G4	G5	G6	G7	G8	G9	G10
G1		30	36	54	89	80	30	60	28	80
G2	--		53	75	88	83	40	85	45	53
G3	--	--		75	52	46	12	40	09	80
G4	--	--	--		71	28	76	55	71	53
G5	--	--	--	--		51	52	55	53	84
G6	--	--	--	--	--		75	74	81	42
G7	--	--	--	--	--	--		52	07	73
G8	--	--	--	--	--	--	--		45	57
G9	--	--	--	--	--	--	--	--		80
G10	--	--	--	--	--	--	--	--	--	

III.2.4. Grains quasi-lamellaires

La figure III-6 montre une zone lamellaire classique de l'alliage sans bore. Dans cette dernière, on observe des interfaces très rectilignes. Les grains ont des formes régulières et sont totalement lamellaires.

Dans l'alliage au bore, nous observons plusieurs particularités de la structure des grains quasi-lamellaires (fig. III-7). Ces grains ont des formes irrégulières avec des joints de grains qui ont un aspect ondulé. Il est remarquable que de façon assez générale ces grains sont plus étroits à proximité des zones lamellaires comme indiqué par les flèches noires. Cet effet est régulièrement observé, c'est par exemple le cas dans les grains G2, G4 et G6 sur la figure III-5. Ces zones lamellaires se caractérisent par des interfaces irrégulières. Les lamelles sont généralement plus larges que dans les structures lamellaires classiques [13, 14] ; c'est particulièrement le cas par rapport à l'alliage sans bore (fig. III-6). Ceci est une indication d'une nucléation à haute température. Comme le montre l'agrandissement en champ sombre de la figure III-7-c, nous trouvons, par endroit, des zones lamellaires classiques (flèches noires - figure III-7-a) dont les lamelles α_2 semblent épingler les joints de grains comme illustré par la figure III-7-d. En effet, les zones où il y a peu ou pas de lamelles α_2 sont plus allongées comme indiqué par les flèches blanches sur la figure III-7-a. Notons que les lamelles α_2 sont plus épaisses près des joints de grains situés à leur extrémité (fig. III-7-c).

Nous pouvons voir un autre phénomène d'épinglage des joints de grains, par les borures cette fois-ci, sur la figure III-7-b. La progression du joint de grains indiquée par les flèches blanches semble avoir été arrêtée ou freinée par épinglage sur les borures repérés par la lettre B.

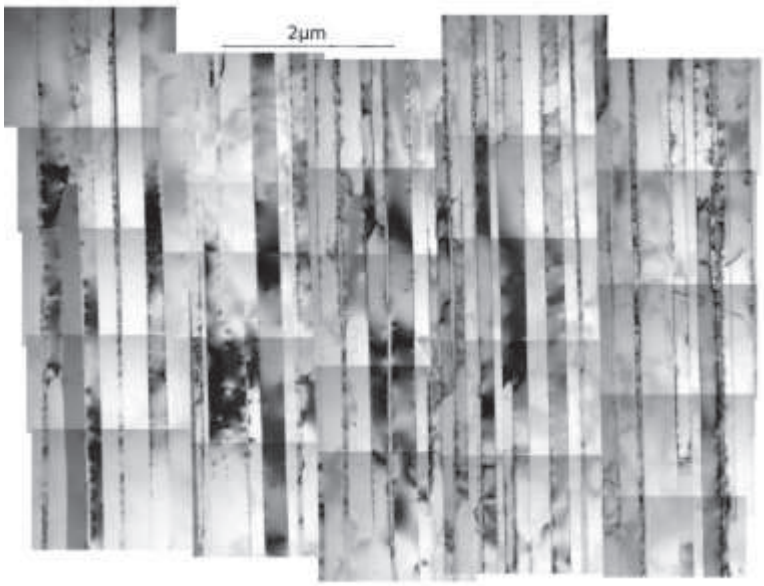


Figure III-6 : Grain lamellaire dans l'alliage sans bore (échantillon AK361 - 1365°C/100MPa/2min).

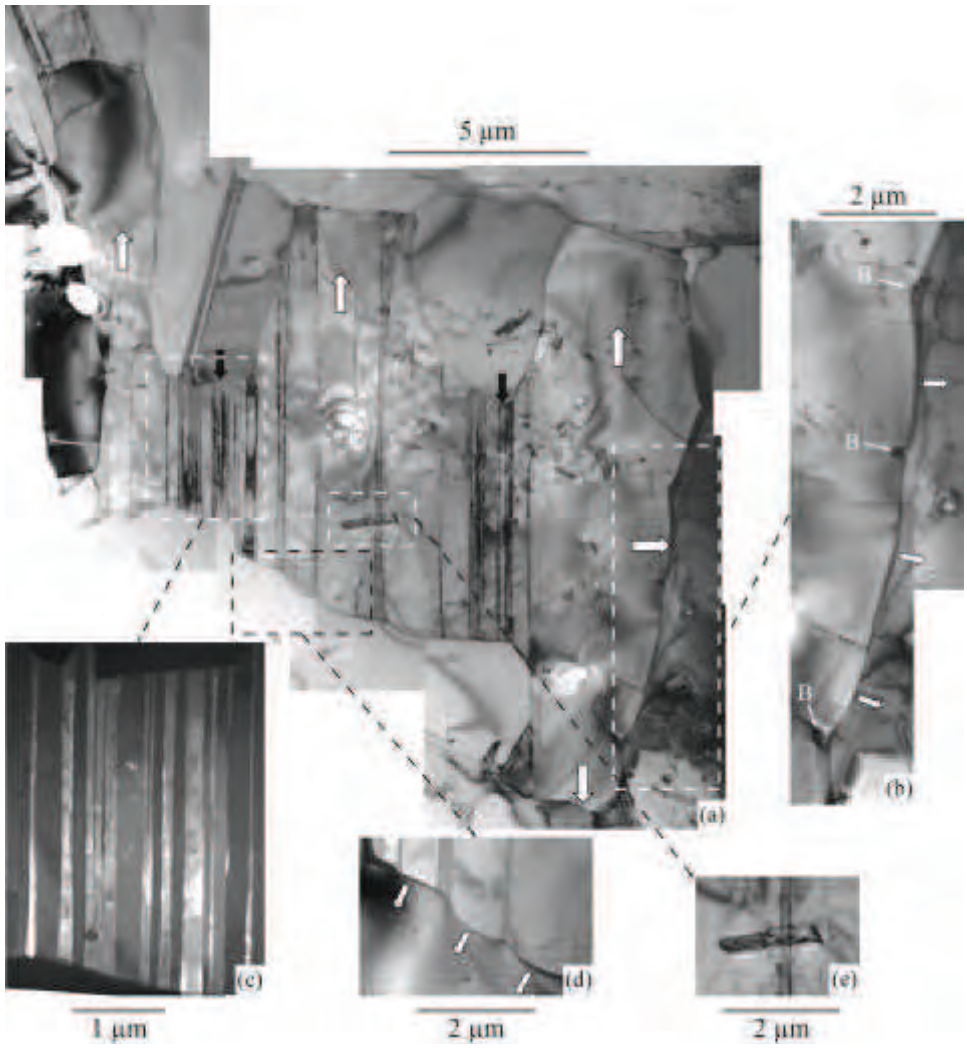


Figure III-7 : Étude par MET d'une zone quasi-lamellaire dans l'échantillon AI309 (1360°C/100MPa/60min). a) Grain quasi-lamellaire, b) Épinglage du joint de grains par des borures, c) Champ sombre sur la phase γ d'une zone lamellaire « classique », d) Épinglage du joint de grains par les lamelles α_2, e) Borures présents dans une zone où les lamelles γ sont très épaisses. Les flèches blanches indiquent le sens du mouvement des joints de grains. Les flèches noires montrent des endroits où le grain est peu étendu.

Deux scénarios contradictoires peuvent être proposés concernant la formation des zones γ allongées :

- L'invasion par des grains γ des zones lamellaires classiques du grain étudié sur la figure III-7. L'orientation des lamelles et des grains potentiellement envahisseurs a été vérifiée et il n'y a aucune relation d'orientation.
- L'extension des grains dans les zones où leurs joints ne sont pas épinglés par la structure lamellaire classique.

La deuxième hypothèse parait plus probable car les zones γ des grains quasi-lamellaires ont tendance à grossir pendant le refroidissement, conduisant alors à la formation de lamelles γ épaisses. De plus, la courbure du joint de grains, comme montré figure III-7-d, confirme que ce dernier est épinglé par les lamelles α_2. Un autre argument est qu'aucune raison n'a été trouvée pour expliquer l'invasion des zones lamellaires.

III.3. CARACTÉRISATION DES BORURES

Jusqu'à présent, nous avons admis que tous les précipités mis en évidence par les images MET et situés à différents endroits comme aux joints de grains étaient des borures. Dans cette section, nous allons vérifier que c'est bien le cas en étudiant leur nature et répartition dans les différentes microstructures.

III.3.1. Détection et analyse des borures

Comme détaillé dans le chapitre Bibliographie, il a été montré, dans la littérature, que les borures peuvent être de type TiB (structure B27) ou de type TiB_2 (structure C32) [9]. Les mono-borures TiB sont observés dans des alliages contenant une faible teneur en aluminium et les di-borures TiB_2 dans ceux plus riches en aluminium et contenant des éléments réfractaires (de type Ta, W, Mo and Nb) [6].

Nous avons étudié la structure des borures par diffraction électronique. La figure III-8 montre un exemple. Les clichés de diffraction sont cohérents avec la structure C32 de type hexagonale. La direction d'allongement de ces borures est la direction <0001>, c'est-à-dire la perpendiculaire au plan de base de la structure hexagonale.

Des analyses chimiques réalisées par EDS (Enery Dispersive Spectrometry) avec le STEM (Scanning and Transmission Electron Microscopy) ont été ensuite menées sur ces borures. La difficulté vient du fait que le bore est difficile à détecter car c'est un élément très léger. La figure III-9 montre l'étude de trois précipités, notés 1, 2 et 3 contenus dans une partie de la zone présentée sur la figure III-5 (Grains 1 et 2). Les figures III-9-b, c et d montrent respectivement les cartographies des éléments bore, aluminium et titane. Les précipités 1 et 2 renvoient un signal pour le bore ce qui n'est pas le cas du précipité 3. Ce résultat est confirmé par les spectres obtenus par des pointés (fig. III-10). On remarque tout de même que le précipité 3 est détectable avec les signaux aluminium et titane. Nous pensons que le précipité 3 est bien un borure mais que le bore n'est pas détecté en raison d'une trop forte absorption par la matrice γ.

En conclusion, les précipités sont bien des borures, de type TiB_2 et de structure C32. L'analyse chimique nous permet d'en détecter certains mais ne nous garantit pas de les imager tous.

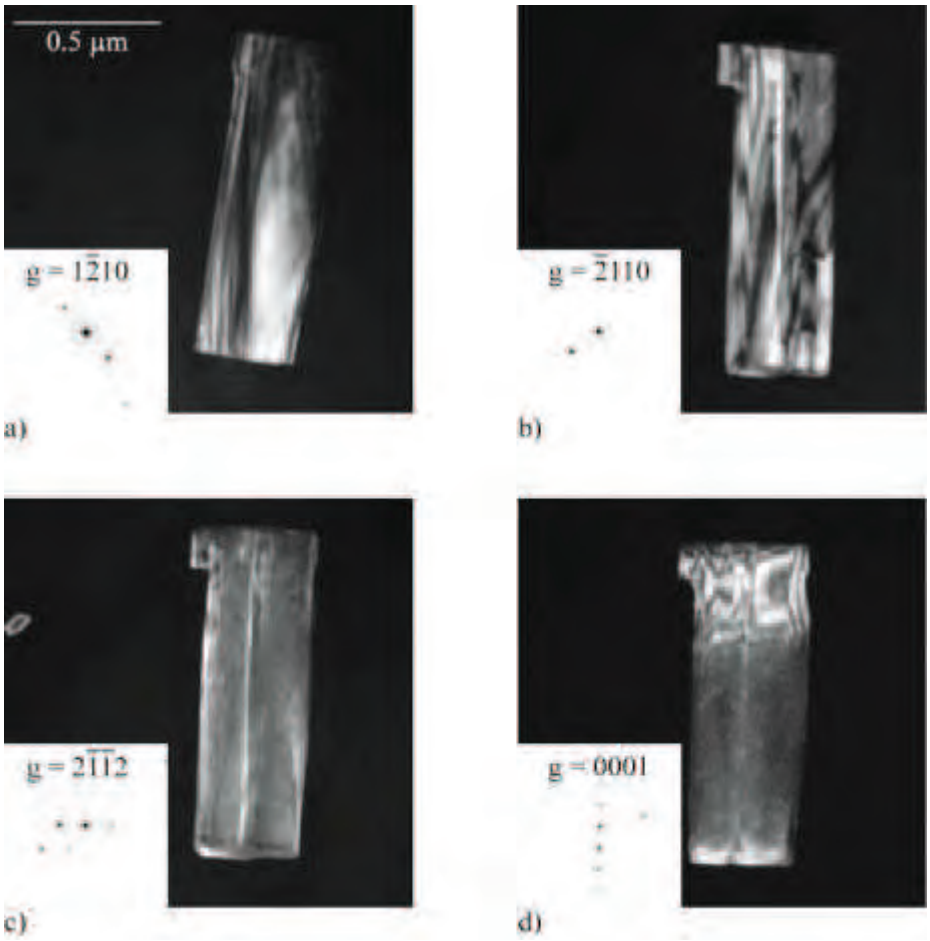


Figure III-8 : Étude de la structure des borures par diffraction électronique en deux ondes. Les images ont été réalisées en champ sombre.

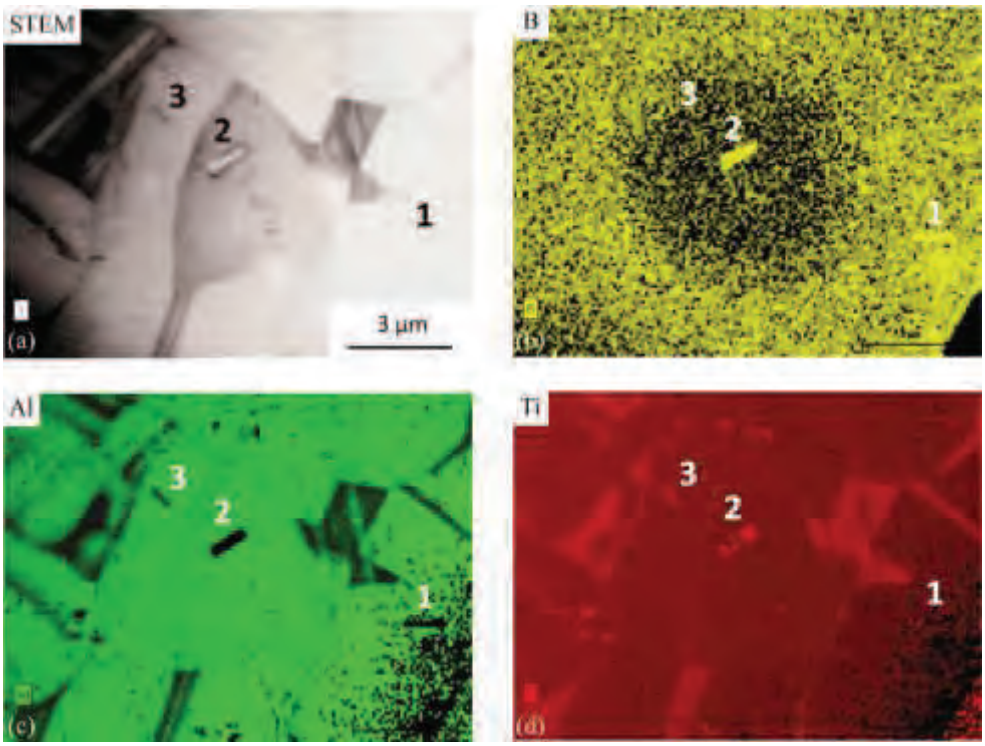


Figure III-9 : Image STEM (a) et cartographies chimiques (b, c et d) d'une zone contenant trois précipités.

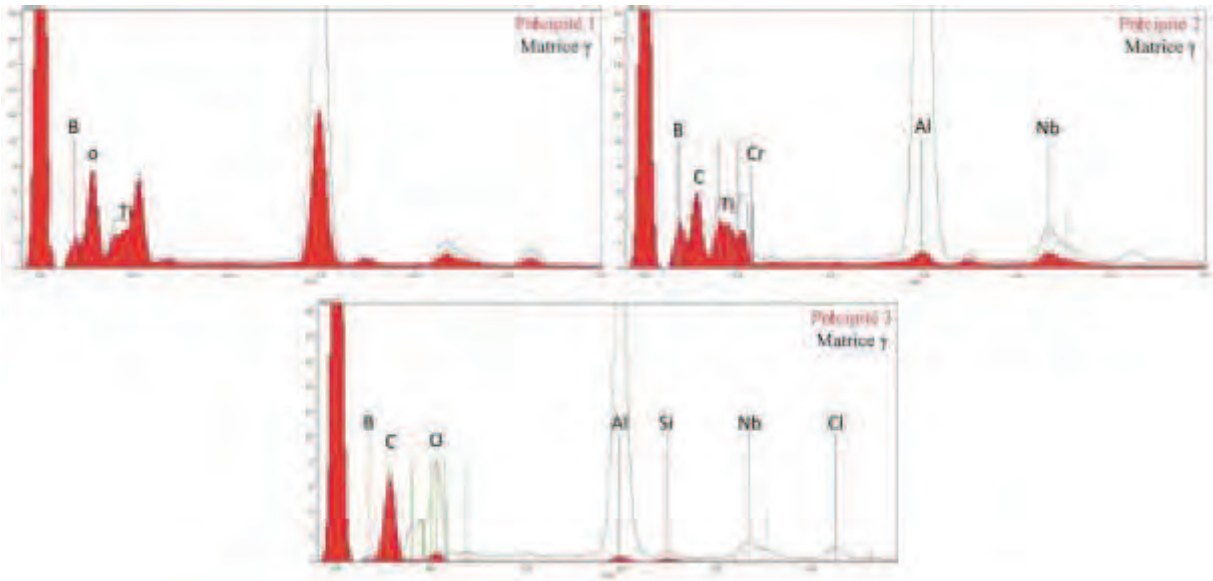


Figure III-10 : Pointés EDX sur les points 1, 2 et 3 de la figure III-9. Le signal des borures est en rouge tandis que le signal de la matrice γ dans laquelle se trouvent les précipités apparait en noir.

III.3.2. Borures dans la microstructure biphasée

La figure III-11 montre des borures dans deux zones de la microstructure biphasée. Ces borures sont très majoritairement situés dans les joints de grains comme indiqué par les flèches blanches et sont très allongés dans ces joints. Toutefois quelques-uns sont présents à l'intérieur des grains γ (flèches rouges). Concernant les borures dans les joints, leur allongement résulte plus probablement de l'alignement des joints sur ces borures que d'un processus de mouillage dans les joints car ces borures sont déjà présents dans la poudre. Quoi qu'il en soit, ces images montrent une forte interaction entre joints de grains et borures.

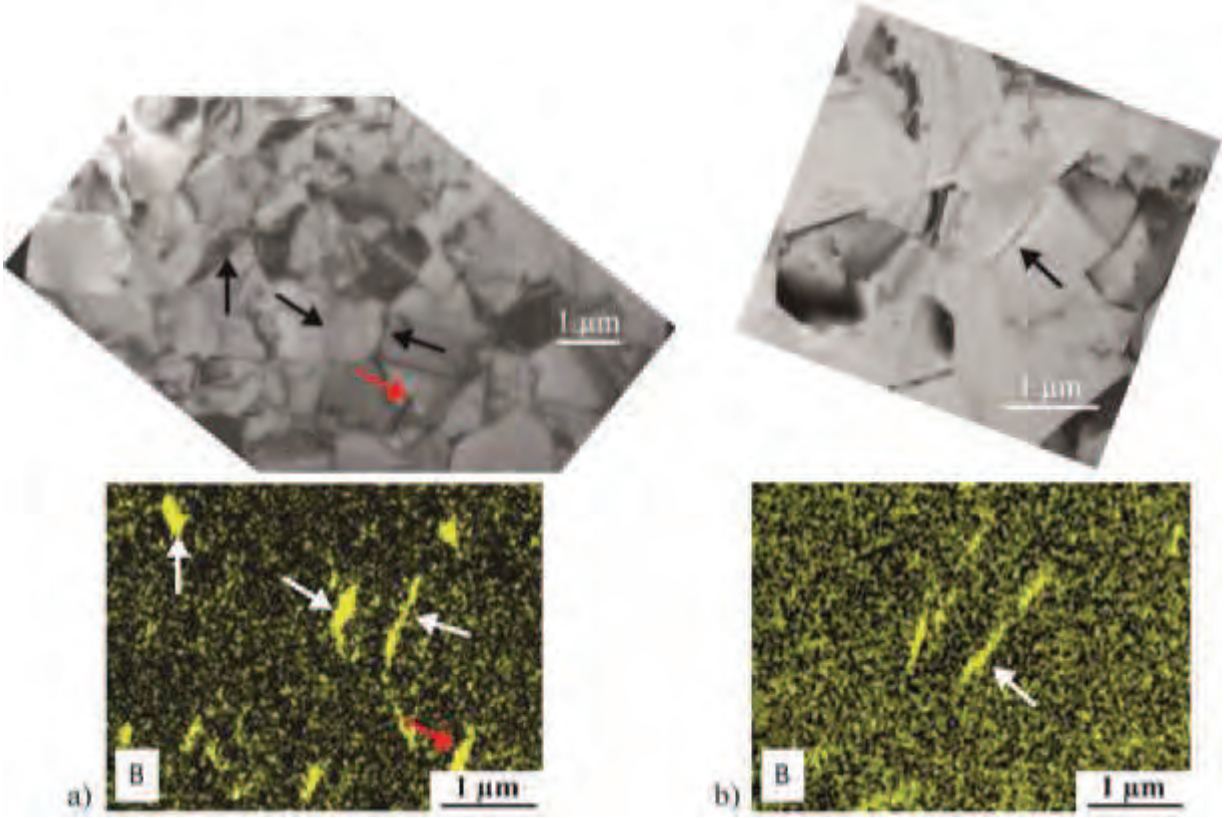


Figure III-11 : Analyse EDX de deux zones différentes de la microstructure biphasée dans l'échantillon AF420 (1200°C/100MPa/2min).

III.3.3. Borures dans la microstructure duplex

Sur les images des figures III-5 et 7, les borures dans la microstructure duplex apparaissent moins élancés que dans la microstructure biphasée. La figure III-12 situe, par cartographie chimique, des borures dans deux zones précédemment étudiées de la microstructure duplex. Nous pouvons voir sur les figures III-12-a et b, une zone lamellaire de la figure III-7. Les signaux EDS de l'aluminium et du bore permettent de situer les borures. La figure III-12-c montre, dans une zone γ de la figure III-5, le signal EDS de l'aluminium qui révèle plusieurs précipités pauvres en aluminium. La détection du couple aluminium et bore (figure III-12-d) confirme que ces précipités sont des borures. Ceux-ci ne sont plus alignés dans les joints de grains contrairement à la microstructure biphasée.

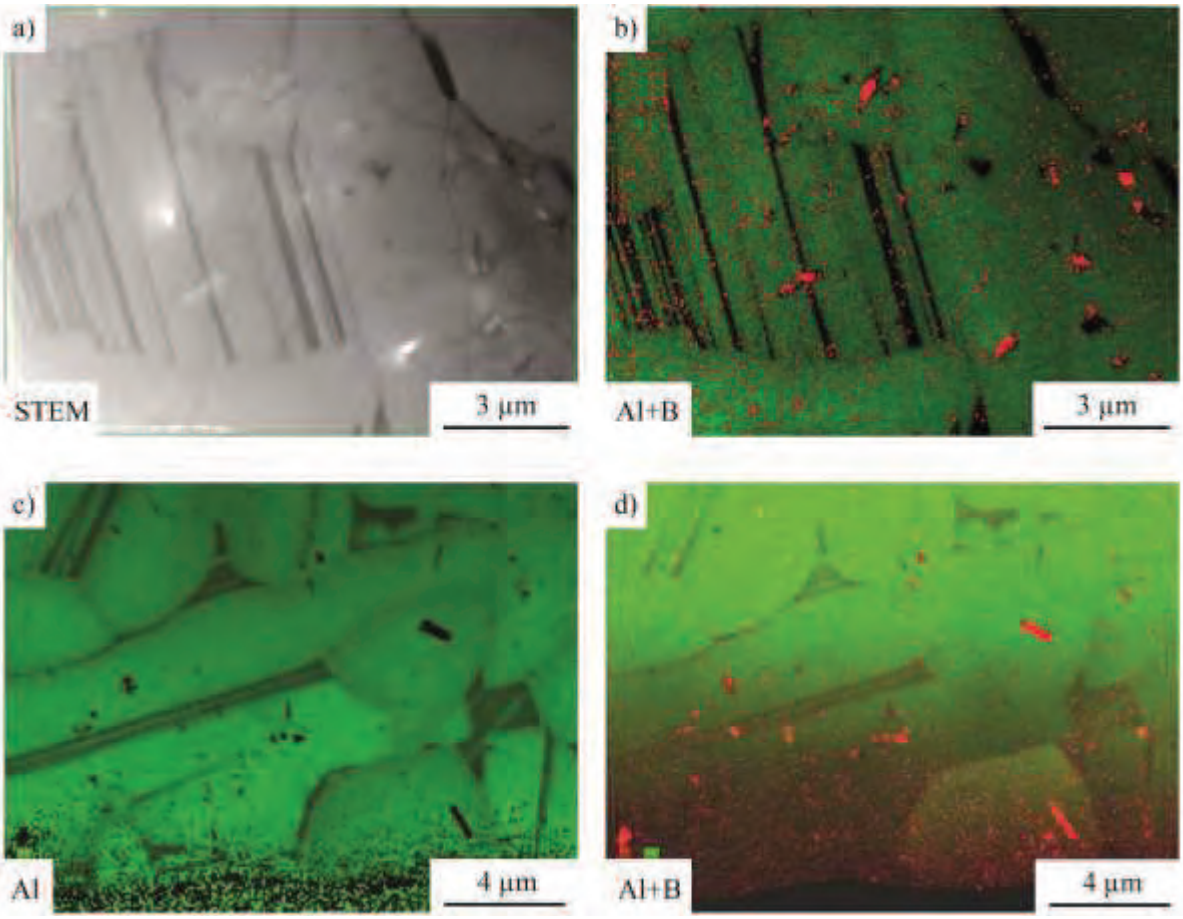


Figure III-12 : Analyse EDX de la microstructure duplex dans l'échantillon AI309 (1360°C/100 MPa/60 min). a) et b) Zones présentes sur la figure III-7, c) et d) Zones présentes sur la figure III-5.

III.4. PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES EN TRACTION

La figure III-13 présente les courbes de traction à température ambiante pour divers échantillons des alliages avec et sans bore respectivement. Les propriétés mécaniques sont résumées dans les tableaux III-3 et 4. Nous pouvons souligner plusieurs points :

- Dans l'alliage au bore, la limite d'élasticité est très élevée pour la microstructure biphasée (échantillons AF416 et AF420). Elle est notamment plus élevée que pour la structure biphasée de l'alliage sans bore.
- Si nous comparons les microstructures biphasées des deux alliages avec (échantillons AF416 et AF420) et sans bore (échantillons AF445, AF511 et AK529), nous observons une hiérarchie dans les résistances mécaniques qu'il serait tentant

d'interpréter par un effet de taille probablement de type Hall-Petch, plus précisément par une augmentation de la limite d'élasticité lorsque la taille des grains γ diminue.

- Comme déjà observé dans des alliages de type GE [15], nous obtenons une ductilité exceptionnelle, pour une microstructure biphasée, de 2,4% (échantillon AK529). Malheureusement, nous savons que cette microstructure est peu résistante en fluage.
- Dans le cas de la microstructure duplex dans l'alliage au bore, nous obtenons une ductilité importante, de l'ordre de 1,5%. Nous l'avons testée en fluage mais malheureusement la quantité trop importante de phase γ a conduit à une rupture de l'éprouvette au bout de 400 heures avec une vitesse secondaire de $6{,}7.10^{-7}s^{-1}$ ce qui ne respecte pas le cahier des charges.
- Il est remarquable que toutes les microstructures duplex de l'alliage au bore donnent des courbes aussi proches, et ce malgré les quelques différences dans les caractéristiques de la microstructure mises en évidence dans la section III.2.1. sur une plage de température allant de 1335°C à 1410°C.

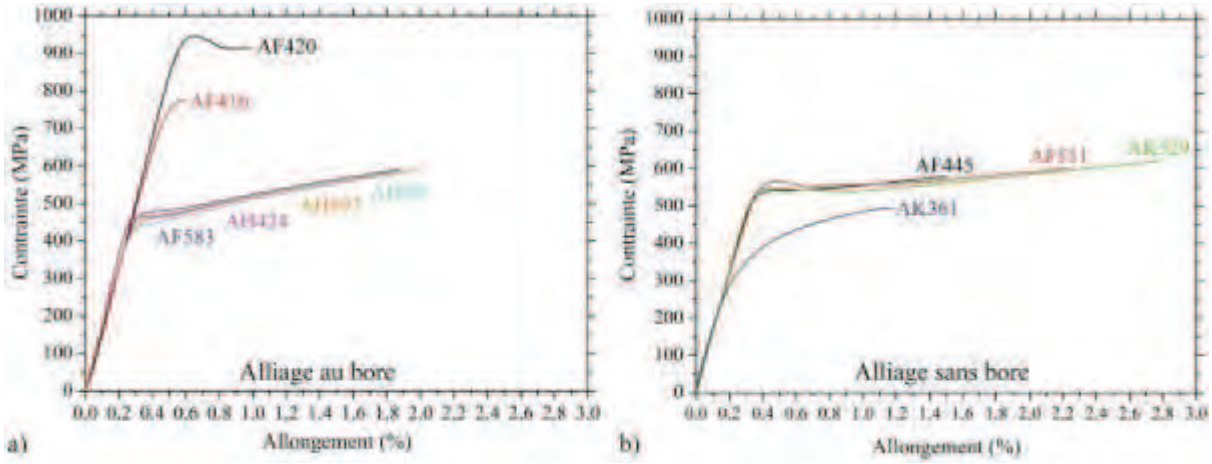


Figure III-13 : Résultats des essais de traction dans les alliages a) au bore et b) sans bore.

Tableau III-3. : Propriétés mécaniques des échantillons de l'alliage au bore dont les courbes sont présentées sur la figure III-13-a. Les couleurs correspondent à celles des courbes. Les notations utilisées sont détaillées dans la section I.2.1 du premier chapitre Bibliographie.

Référence	T (°C)	Microstructure	E (GPa)	$\sigma_{e\ 0.2\%}$ (MPa)	σ_m (MPa)	A (%)
AF420	1200	Biphasée	173	930	946	0,45
AF416	1260	Biphasée	164	751	776	0,12
AF583	1335	Duplex	160	483	591	1,52
AI309	1360	Duplex	159	454	576	1,47
AH424	1390	Duplex	185	469	586	1,53
AH897	1410	Duplex	158	466	592	1,65

Tableau III-4. : Propriétés mécaniques des échantillons de l'alliage sans bore dont les courbes sont présentées sur la figure III-13-b. Les couleurs correspondent à celles des courbes. Les notations utilisées sont détaillées dans la section I.2.1 du premier chapitre Bibliographie.

Référence	T (°C)	Microstructure	E (GPa)	$\sigma_{e\ 0.2\%}$ (MPa)	σ_m (MPa)	A (%)
AF445	1210	Biphasée	168	544	578	1,15
AF511	1210	Biphasée	165	558	600	1,84
AK529	1335	Duplex	165	545	620	2,43
AK361	1360	Lamellaire	115	421	494	0,8

III.5. DISCUSSION

Deux caractéristiques remarquables de l'alliage au bore ont été mises en évidence. Premièrement, la faible taille des grains α jusqu'à 1414°C et, deuxièmement, la morphologie inhabituelle de la microstructure duplex. Les alliages GE sont des alliages à solidification α. Lors du refroidissement, ils suivent la séquence suivante : $L \rightarrow L+\beta \rightarrow \alpha \rightarrow \alpha+\gamma \rightarrow \alpha_2+\gamma$. Dans notre cas, la situation est différente de celle des alliages coulés dans lesquels les borures se forment dans la phase liquide avant la solidification [2]. Dans son état initial, la poudre, qui contient des borures, est hors d'équilibre suite à la trempe subie lors de l'atomisation par gaz. Le retour à l'équilibre a lieu au début du cycle de frittage, aux alentours de 900°C, lors de la formation de la microstructure biphasée [11] avec des borures allongés dans les joints de grains. Ensuite, à plus haute température pendant ce même cycle, deux transformations sont activées :

- La première lors du chauffage : γ (+TiB_2) → α (+TiB_2).
- La seconde, lors du refroidissement : α (+TiB_2) → duplex (+TiB_2).

La taille de grains limitée est le résultat de la première transformation tandis que les caractéristiques particulières de la microstructure duplex (comme la largeur des lamelles γ) peuvent être attribuées à la seconde.

III.5.1. Transformation γ (+TiB2) → α (+TiB2)

Pendant la croissance des grains α, leurs joints de grains migrent et franchissent plusieurs borures. Ceci explique que, contrairement à la microstructure biphasée (fig. III-11), de nombreux borures se trouvent à l'intérieur des grains lamellaires (fig. III-12). Ensuite, pour une taille de grains α et un nombre critique de borures, la contrainte d'épinglage exercée par les borures sur les joints de grains équilibre la pression de Laplace qui contrôle la croissance des grains α. Cette croissance est alors stoppée ce qui explique que, malgré une augmentation de la température de frittage ou un temps de maintien à haute température prolongé à 60min, la taille de grains ne semble que très peu varier. De plus, il est possible que la nucléation des grains α se fasse sur les borures comme proposé par Hu *et al.* [16, 17] dans le cas d'une solidification, et qu'elle soit de ce fait facilitée par rapport à la croissance de ces mêmes grains.

III.5.2. Transformation α (+TiB_2) → duplex (+TiB_2)

Concernant les grains quasi-lamellaires, les observations expérimentales peuvent être récapitulées de la manière suivante :

i) Les lamelles α sont plus larges à leurs extrémités (près des joints de grains) qu'en leur centre.
ii) Les borures sont parfois situés dans les zones lamellaires dites « classiques » où les lamelles sont fines et plus nombreuses.
iii) Les lamelles γ sont en général larges par rapport à une structure lamellaire classique et les zones γ semblent croître longitudinalement dans des directions parallèles aux plans d'interface.

Afin d'expliquer le point i), la nucléation de lamelles α aux joints de grains γ pourrait être envisagée. Il s'agirait donc d'une transformation lamellaire ayant lieu pendant le chauffage lors de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$. Cette explication signifierait que la transformation classique des grains γ en grains α serait difficile dans le cas d'alliages au bore frittés par SPS. Lorsqu'une telle transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ est activée, les lamelles α se forment le long de

familles de plan $\{111\}_\gamma$ non parallèles comme observé par Lefebvre *et al.* [18], ce qui n'a jamais été mis en évidence par MET dans notre alliage. Dans notre cas, l'hypothèse la plus vraisemblable est que la transformation lamellaire a lieu classiquement lors du refroidissement. Nous avons observé que les lamelles γ sont plus fines à leurs extrémités (près du joint de grains) comme illustré par le champ sombre de la zone lamellaire de l'échantillon duplex étudié sur la figure III-7-c. Nous expliquons cet aspect des lamelles γ par la nucléation des lamelles γ à l'intérieur des grains α et non plus aux joints de grains comme pour une transformation lamellaire classique.

Nous proposons que les borures présents dans les grains α soient des sites de nucléation des lamelles γ, ce qui explique alors les points i) et ii). Zhang *et al.* [19] proposent que les lamelles γ se forment sur des borures présents aux joints de grains α sous l'effet de certaines forces. Leurs arguments s'appliquent à nos résultats sauf pour la localisation des borures.

Concernant le point iii), dans un alliage d'une composition chimique ($Ti\text{-}Al_{48}\text{-}Cr_2\text{-}Nb_2\text{-}B_1$) proche de la nôtre mais trempé à l'eau après avoir été refroidi à 20°C/min de 1400°C à 1330°C, Srivastava *et al.* [20] observent une microstructure similaire à la nôtre. Ils ont mesuré que les températures de début et de fin de la transformation lamellaire sont d'environ 40°C supérieures à celles d'un alliage identique sans bore. Ceci conduirait à l'élargissement des lamelles γ. En effet, ces auteurs proposent un mécanisme de transformation lamellaire classique commençant par la précipitation de lamelles. Comme la transformation commence à plus haute température, les lamelles ont plus de temps pour grossir que dans l'alliage sans bore. Nous pensons que la nucléation des lamelles sur les borures réduit le sous-refroidissement et donc active la transformation lamellaire à plus haute température.

III.5.3. Propriétés mécaniques

Les propriétés en traction des microstructures biphasées et lamellaire de l'alliage sans bore sont en accord avec la littérature.

Les échantillons biphasés de l'alliage au bore AF420 et AF416 (fig. III-13) ont de faibles ductilités. Dans de telles microstructures équiaxes, la rupture est considérée comme contrôlée par le mécanisme d'initiation de fissures [21]. Il est proposé que la rapide rupture de ces échantillons soit corrélée à leur haute limite d'élasticité et à la présence de grains α.

La résistance et la ductilité des microstructures duplex de l'alliage au bore sont attribuées à la prédominance de phase γ. En comparaison de l'alliage $Ti\text{-}Al_{45}\text{-}Mn_2\text{-}Nb_2\text{-}B_1$ obtenu par métallurgie des poudres offrant une microstructure similaire [1], notre alliage affiche une ductilité plus intéressante de 1,5% qui n'est pas seulement due à la limite d'élasticité modérée. En effet, dans notre alliage, la taille plus limitée des zones γ (entre 5 et 30μm) empêche la formation d'empilement de dislocations conduisant à des concentrations de contrainte trop importantes. Notons que la diminution de la taille de grains apportée par les borures couvre une large fenêtre de température ce qui permet d'obtenir une très bonne reproductibilité des propriétés mécaniques sur une grande gamme de conditions SPS.

Un autre fait notable est que les borures ne fragilisent pas le matériau. Ceci s'explique par leur faible taille qui est considérablement plus petite que la longueur critique de fissuration qui est d'environ 500μm comme indiqué par Hu [22].

III.6. CONCLUSION

Cette étude a confirmé l'effet bénéfique de l'ajout de bore dans les alliages TiAl densifiés par SPS. Nos conclusions peuvent se résumer en trois points :

- Le bore, sous forme de borures, agit en deux temps. Premièrement, lors du chauffage, les borures épinglent les joints de grains pendant leur croissance, ce qui entraine le raffinement de la microstructure. Deuxièmement, lors du refroidissement, les lamelles γ germent directement sur les borures à une température supérieure à celle d'une transformation lamellaire classique, ce qui conduit à la formation d'une structure duplex contenant des zones γ étendues.
- Les propriétés mécaniques sont principalement contrôlées par la présence de ces zones γ étendues qui conduisent à une augmentation de la ductilité jusqu'à environ 1.5% sans entrainer une chute de la limite d'élasticité.
- L'ajout d'une faible quantité de bore stabilise la microstructure duplex fine sur une large plage de température, ce qui facilite alors la densification d'alliages TiAl à microstructure homogène et à propriétés mécaniques reproductibles.

Références bibliographiques

[1] C. Yang, H. Jiang, D. Hu, A. Huang, and M. Dixon, Scripta Materialia 67 (2012) 85.
[2] W. D. Wang, Y. C. Ma, B. Chen, M. Gao, K. Liu, and Y. Y. Li, Journal of Materials Science & Technology 26 (2010) 639.
[3] M. Oehring, A. Stark, J. D. H. Paul, T. Lippmann, and F. Pyczak, Intermetallics 32 (2013) 12.
[4] J. S. Luo, T. Voisin, J. P. Monchoux, and A. Couret, Intermetallics 36 (2013) 12.
[5] D. E. Larsen, L. Christodoulou, S. L. Kampe, and P. Sadler, Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 144 (1991) 45.
[6] D. Hu, Intermetallics 9 (2001) 1037.
[7] U. Hecht, V. Witusiewicz, A. Drevermann, and J. Zollinger, Intermetallics 16 (2008) 969.
[8] T. T. Cheng, Intermetallics 8 (2000) 29.
[9] U. Kitkamthorn, L. C. Zhang, and M. Aindow, Intermetallics 14 (2006) 759.
[10] Y. H. Wang, J. P. Lin, Y. H. He, Y. L. Wang, and G. L. Chen, Intermetallics 16 (2008) 215.
[11] H. Jabbar, A. Couret, L. Durand, and J. P. Monchoux, Journal of Alloys and Compounds 509 (2011) 9826.
[12] Schwaighofer, E., H. Clemens, et al. (2014). Intermetallics 44 (0) 128-140.
[13] S. Zghal, M. Thomas, and A. Couret, Intermetallics 13 (2005) 1008.
[14] S. Zghal, Université Paul Sabatier, Thèse de doctorat, 1997.
[15] A. Couret, G. Molenat, J. Galy, and M. Thomas, Intermetallics 16 (2008) 1134.
[16] D. Hu, C. Yang, A. Huang, M. Dixon, and U. Hecht, Intermetallics 22 (2012) 68.
[17] D. Hu, C. Yang, A. Huang, M. Dixon, and U. Hecht, Intermetallics 23 (2012) 49.
[18] W. Lefebvre, A. Loiseau, M. Thomas, and A. Menand, Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 82 (2002) 2341.
[19] W. J. Zhang and S. C. Deevi, Materials Science and Engineering: A 337 (2002) 17.
[20] D. Srivastava, D. Hu, I. T. H. Chang, and M. H. Loretto, Intermetallics 7 (1999) 1107.
[21] D. Hu, 10th World Conference on Titanium Proceeding, eds. Manfred Peters and Christoph Leyens, Hamburg, Germany, 2003, p. 2339.
[22] D. Hu, Intermetallics 10 (2002) 851.

CHAPITRE IV
MICROSTRUCTURES DES ALLIAGES TNM ET IRIS

Microstructure proche lamellaire de l'alliage IRIS
vue au microscope électronique en transmission.

CHAPITRE IV : MICROSTRUCTURES DES ALLIAGES IRIS ET TNM

IV.1. INTRODUCTION

Le travail présenté dans le chapitre III a permis de valider l'effet bénéfique de l'addition de bore dans les alliages TiAl densifiés par SPS comme limiteur du grossissement des grains. Par ailleurs, une étude précédente réalisée dans le cadre de la thèse de Jabbar [1] a montré que l'addition d'éléments lourds de type rhénium et tungstène permet d'améliorer les propriétés en fluage des microstructures duplex à condition d'éviter la ségrégation de ces éléments dans les précipités β_0. Les alliages que nous étudions dans cette section contiennent donc ces deux types d'éléments.

La disponibilité du rhénium n'étant pas économiquement favorable à l'utilisation de ce type d'éléments, nous avons décidé de travailler sur un alliage de composition chimique Ti-Al_{48}-W_2-$B_{0.08}$ appelé IRIS (1109). Il tire son nom du projet ANR IRIS dans lequel l'étude a démarré. Ce projet, dont l'abréviation signifie « Innovative manufacturing Route for Intermetallic alloys by spark plasma net Shaping », s'est achevé en 2013. L'étude s'est tout de même poursuivie au vu des résultats prometteurs. Le but est d'améliorer les propriétés en fluage grâce à l'addition de tungstène et d'obtenir une microstructure fine grâce au bore. Notons que, dans cet alliage, la quantité de bore est dix fois moindre que celle de l'alliage GE au bore étudié dans le chapitre III. La raison est que nous souhaitons seulement utiliser le premier effet du bore qui limite le grossissement des grains en limitant le deuxième effet qui génère la microstructure duplex où la taille des lamelles γ trop importante risquerait de faire chuter la résistance mécanique.

La voie du refroidissement β a été explorée grâce à l'alliage TNM de composition Ti-$Al_{43.9}$-Nb_4-$Mo_{0.95}$-$B_{0.1}$. Cette nuance a été développée par le groupe du professeur Clemens de l'Université de Leoben en Autriche [2] pour le forgeage. Le but était d'utiliser un alliage à faible quantité d'aluminium pour travailler avec la phase β plus malléable à haute température que la phase α. Nous avons choisi de travailler avec cet alliage en collaboration avec le professeur Clemens pour utiliser la phase β en plus du bore pour notamment raffiner la microstructure. La poudre a été fournie par le professeur Schimansky du GKSS en Allemagne. Le problème lié à ce type d'alliage est que la présence de cette phase β est bénéfique lors de la mise en forme du matériau mais elle n'est pas souhaitable dans les températures d'utilisation des pièces fabriquées. En effet, cette phase est trop fragile à température ambiante et trop malléable à la température de service [3].

Ce chapitre a pour but de dresser un comparatif des microstructures des deux alliages grâce à l'utilisation des microscopies à balayage et en transmission. Nous commencerons par explorer les différentes microstructures accessibles. Nous étudierons ensuite l'évolution de la taille de grains avec la température et l'effet du bore dans l'alliage IRIS. Nous finirons en discutant ces résultats avant de conclure.

IV.2. MICROSTRUCTURES DES ALLIAGES TNM ET IRIS DENSIFIÉS À DIFFÉRENTES TEMPÉRATURES

Nous avons travaillé avec des échantillons de deux dimensions différentes : Ø8h6mm pour étudier les microstructures et Ø36h8mm pour réaliser les éprouvettes de traction et de fluage. Travailler avec des pastilles Ø8h6mm nous a permis de figer plus efficacement la microstructure qu'avec des échantillons Ø36h8mm, du fait d'une vitesse de refroidissement rapide (≈800°C/min contre ≈90°C/min pour les Ø36h8mm). De plus, cela permet une importante économie de matière.

IV.2.1. Évolution des microstructures avec la température (pastilles Ø8h6mm)

17 échantillons Ø8h6mm ont été frittés dans une gamme de température allant de 1200 à 1425°C. En dessous de 1200°C, l'échantillon risquait de ne pas être totalement dense et au-dessus de 1425°C, nous aurions été trop près de la fusion. Ils ont tous été maintenus 2 min à leur température de palier. Ces températures sont récapitulées dans le tableau IV-1.

Tableau IV-1 : Températures d'élaboration des échantillons Ø8h6mm utilisés pour l'étude.

Température (°C)	Nuance	Référence		Température (°C)	Nuance	Référence
1200	IRIS	AJ513		1200	TNM	AJ100
1225	IRIS	AJ871		1225	TNM	AK500
1250	IRIS	AJ514		1250	TNM	AJ101
1275	IRIS	AJ870		1275	TNM	AK396
1300	IRIS	AJ515		1300	TNM	AJ102
1325	IRIS	AJ868		1325	TNM	AK532
1350	IRIS	AJ717		1375	TNM	AK607
1400	IRIS	AJ719		1400	TNM	AK501
1425	IRIS	AK663				

L'augmentation de la température dans la gamme étudiée permet d'atteindre cinq types de microstructure dans l'alliage IRIS (fig. IV-1) et trois types dans l'alliage TNM (fig. IV-2) que nous allons décrire successivement. Nous avons conservé le plus possible les dénominations des microstructures classiques de manière à rendre la comparaison plus simple.

Tableau IV-2 : Microstructures des deux alliages IRIS et TNM accessibles dans la gamme de températures étudiée.

Alliage	Température (°C)	Microstructure
IRIS	1200	Dendritique
	1250	Biphasée + β_0
	1300	Duplex + β_0
	1350	Proche lamellaire
	1425	Lamellaire HT
TNM	1200	Biphasée + β_0
	1300	Proche lamellaire
	1400	Lamellaire HT

IV.2.1.1. Microstructure dendritique (<1200°C pour l'alliage IRIS)

La microstructure de l'échantillon fritté à plus basse température (1200°C) de l'alliage IRIS est de type dendritique. Cette microstructure, héritée de l'atomisation par gaz, est composée en très grande majorité de grains γ. La phase α_2 métastable qui, suite au refroidissement très rapide lors de l'atomisation était présente en plus grande quantité dans la poudre, a ici presque disparu [1, 4]. Le cœur des dendrites (fig. IV-1-a et b – flèches noires) est constitué majoritairement de grains γ sursaturés en éléments lourds. Notons la présence de précipités β_0 (en blanc) signe d'un rejet de ces éléments [1]. Les couloirs interdendritiques (fig. IV-1-a et b – flèches blanches), contiennent uniquement des grains γ appauvris en éléments lourds, d'où une couleur plus sombre et l'absence de précipité [4].
Dans l'échantillon TNM fritté à la même température, bien que la poudre ait aussi une structure dendritique suite à l'atomisation [5], nous n'observons pas cette microstructure.

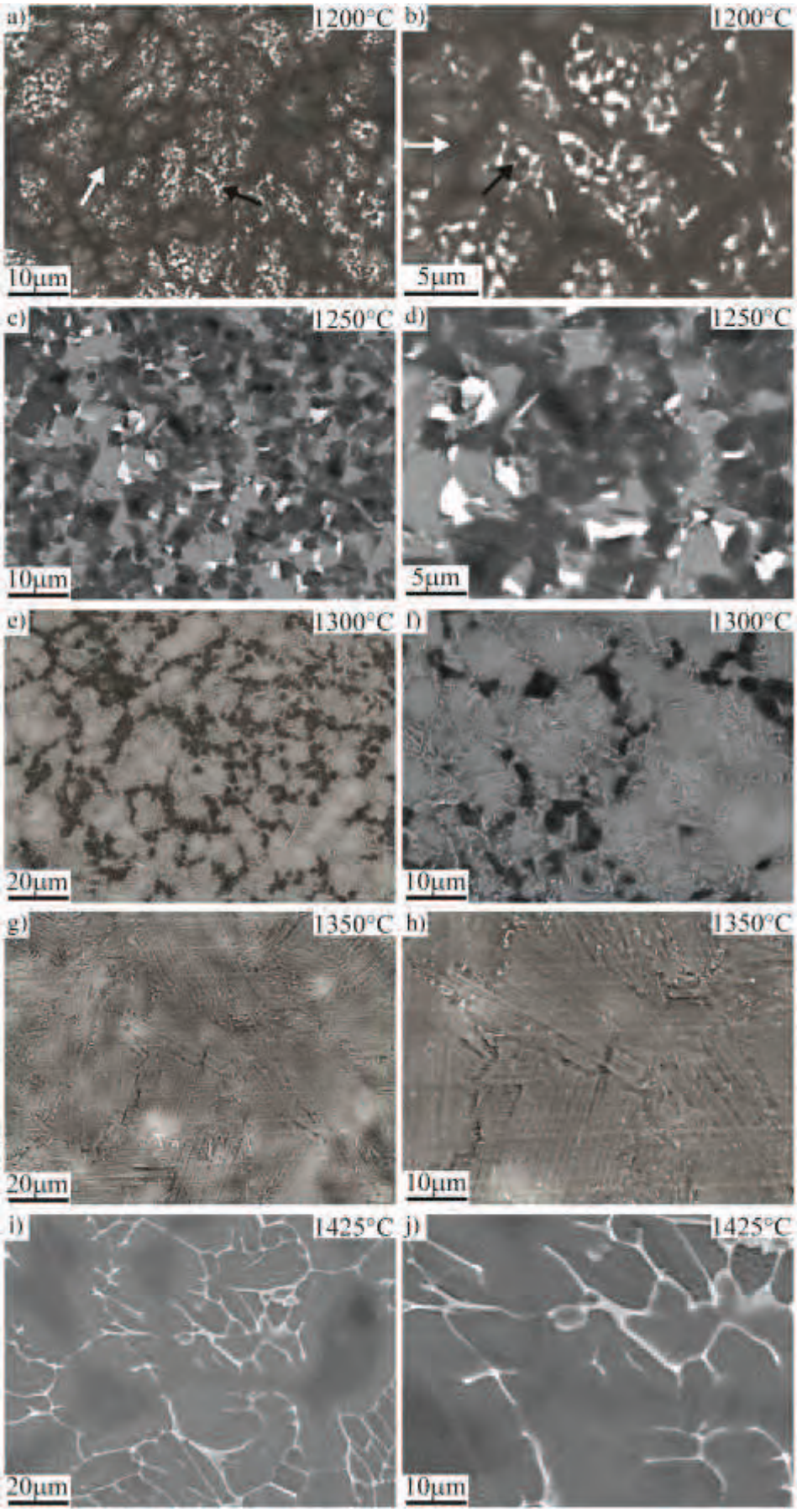


Figure IV-1 : Évolution de la microstructure avec la température de l'alliage IRIS. a) et b) Microstructure dendritique. c) et d) Microstructure biphasée + β_0. e) et f) Microstructure Duplex. g) et h) Microstructure proche lamellaire. i) et j) Microstructure proche lamellaire HT.

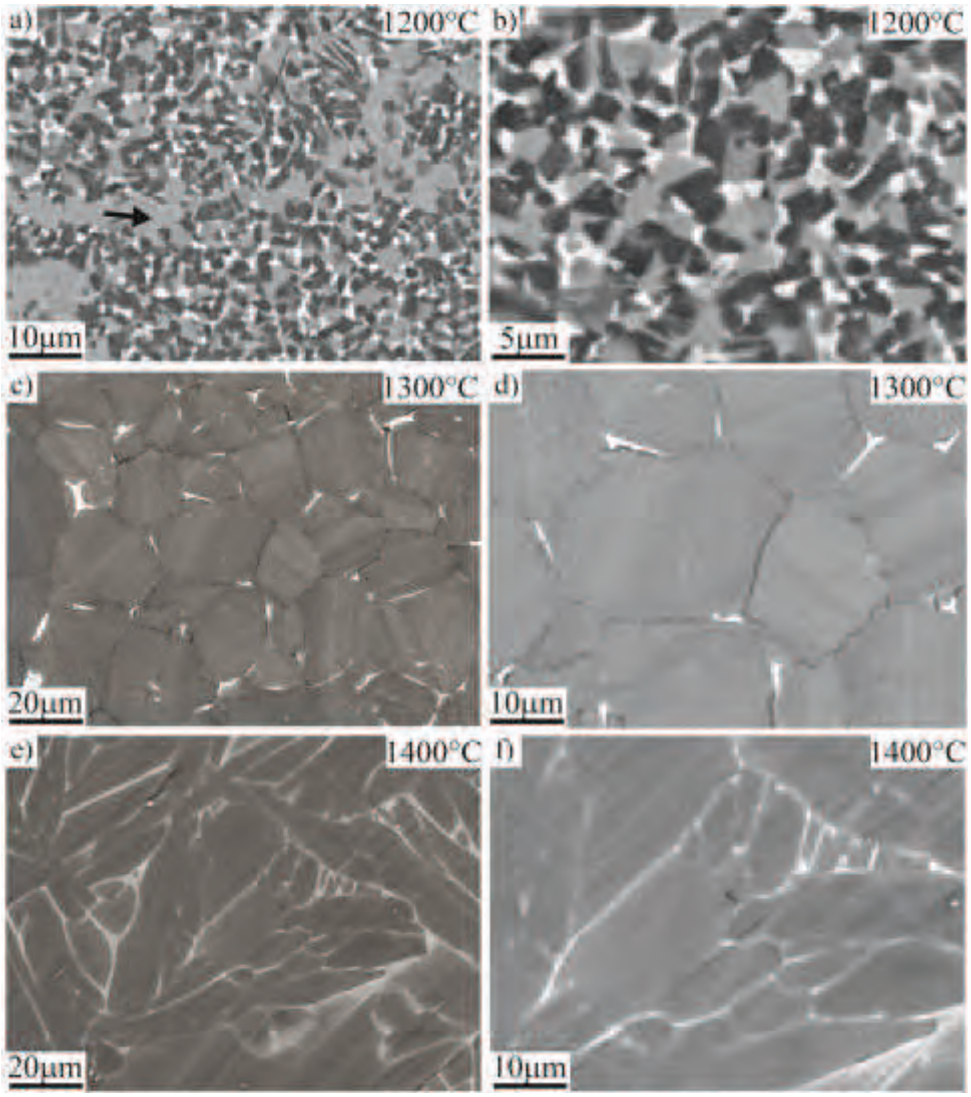


Figure IV-2 : Évolution de la microstructure avec la température de l'alliage TNM. a) et b) Microstructure biphasée + β_0. c) et d) Microstructure proche lamellaire. e) et f) Microstructure proche lamellaire HT.

IV.2.1.2. Microstructure biphasée + β_0 (≤ 1200°C pour l'alliage TNM – de 1225 à 1250°C pour l'alliage IRIS)

Dans les deux alliages IRIS (fig. IV-1-c et d) et TNM (fig. IV-2-a et b), cette microstructure est composée de grains γ, α_2 et β_0. Par rapport à la structure dendritique, les grains α_2 sont plus étendus : ils ont grossi au détriment des grains γ issus de la mise à l'équilibre de la poudre. Les différences entre les deux alliages résident dans les tailles de grains, les fractions volumiques des phases et les températures de début et de fin de domaine.

En comparant les figures IV-1-c et IV-2-a, nous pouvons voir que dans l'alliage IRIS, les grains γ et α_2 sont plus gros et les grains β_0 sont moins nombreux. La microstructure est accessible à des températures comprises entre 1225°C et 1250°C où la fraction volumique de phase α_2 semble augmenter avec la température comme en témoigne la fig. IV-3. Notons que les hétérogénéités microstructurales visibles sur cette figure sont dues aux hétérogénéités chimiques liées à la morphologie de la structure dendritique.

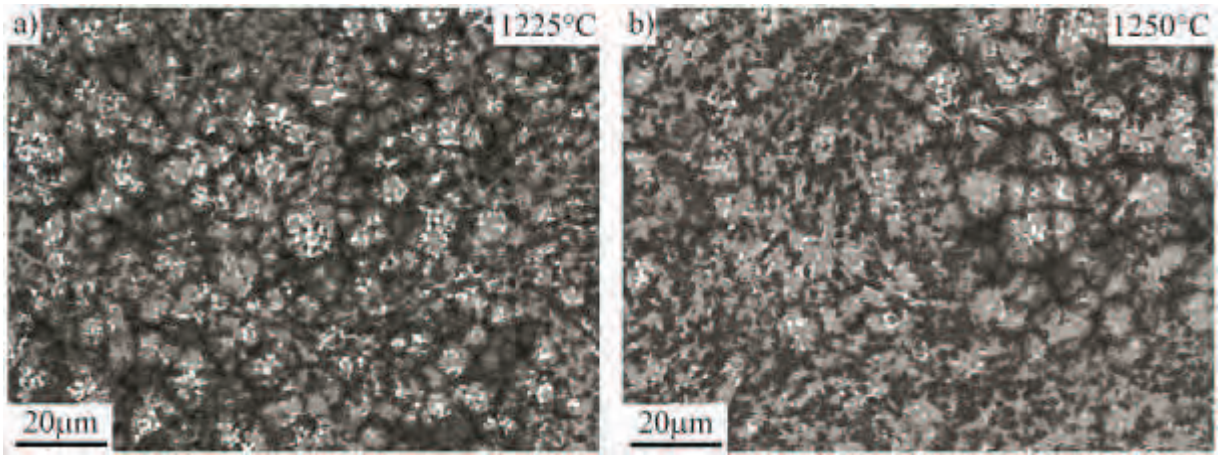


Figure IV-3 : Microstructure biphasée de l'alliage IRIS à a) 1225°C et b) 1250°C.

Dans l'alliage TNM, cette microstructure est accessible jusqu'à 1200°C. Elle ne semble pas marquée par la structure dendritique de plus basse température mais nous détectons sur la figure IV-2-a (flèche noire) une zone d'accumulation de grains α_2 qui pourrait correspondre à la périphérie d'une ancienne particule de poudre. Ce serait le signe de la présence d'une couche d'oxyde qui favoriserait, par l'effet α-gène de l'oxygène [6], la formation de phase α_2. Dans les échantillons Ø36h8mm, nous avons étudié par MET les grains issus de la phase α de haute température. Dans la majorité des cas, ces grains sont de type lamellaire (fig. IV-4-a et b) plutôt qu α_2 monophasés (fig. IV-4-c). Cela est très certainement dû au refroidissement plus lent qui laisse plus temps à la formation de la structure lamellaire.

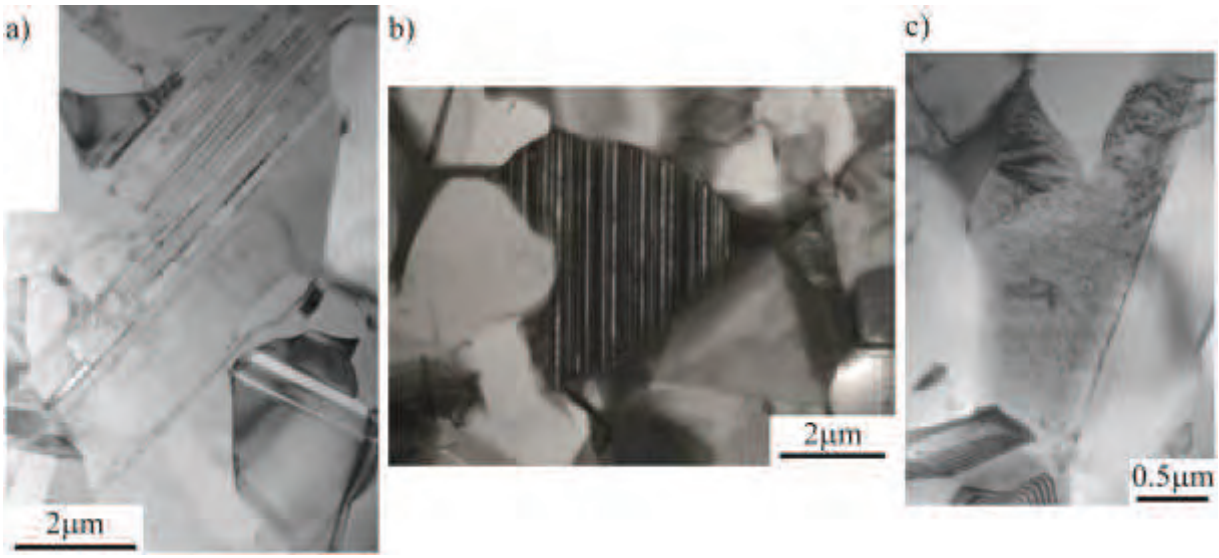


Figure IV-4 : Microstructure biphasée + β_0 de l'alliage TNM étudiée par MET (échantillon Ø36h8mm). a) et b) Grains lamellaires. c) Grain α_2.

IV.2.1.3. Microstructure Duplex + β_0 (de 1275 à 1300°C pour l'alliage IRIS)

Cette microstructure est seulement accessible dans l'alliage IRIS (fig. IV-5) de 1275 à 1300°C. Dans l'échantillon fritté à 1275°C, les proportions de grains γ et de grains lamellaires semblent équivalentes. De 1275°C à 1300°C, la taille des grains α, qui deviendront lamellaires après refroidissement, augmente rapidement. La phase β_0 est présente en moins grande quantité par rapport aux échantillons biphasés + β_0. De plus, elle n'est plus sous forme de grains mais de précipités situés aux joints de grains.

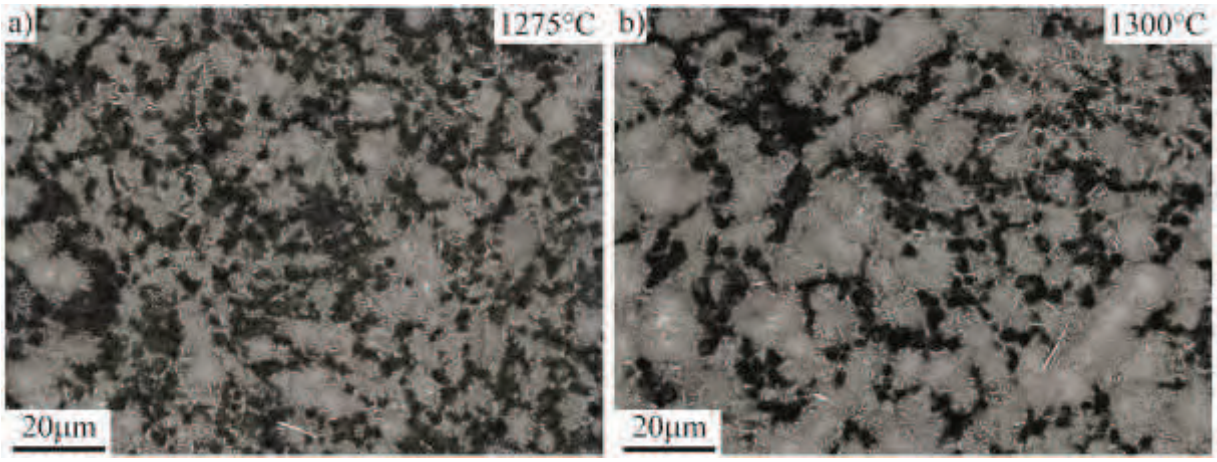


Figure IV-5 : Microstructure duplex + β_0 de l'alliage IRIS à a) 1275°C et b) 1300°C.

IV.2.1.4. Microstructure proche lamellaire (de 1225 à 1325°C pour l'alliage TNM – de 1325 à 1400°C pour l'alliage IRIS)

Cette microstructure est accessible dans l'alliage IRIS (fig. IV-1-g et h) de 1325°C à 1400°C et dans l'alliage TNM (fig. IV-2-c et d) de 1225 à 1325°C. Elle est composée de grains lamellaires de petite taille entourés d'un liseré. Nous étudierons plus en détail sur cette microstructure dans la section III. Notons que dans l'alliage TNM, de 1225 à 1250°C des grains γ résiduels sont encore présents (fig. IV-6-a). À 1275°C, ils disparaissent totalement (fig. IV-6-b). La taille moyenne des grains lamellaires varie, avec la température d'élaboration, entre 20 et 40µm. Les liserés, qui ont des structures fines différentes dans les deux alliages, sont constitués de grains monophasés γ et de phase β_0 sous forme de grains et de précipités. Ces liserés sont plus étendus dans les échantillons Ø36h8mm à cause du refroidissement plus lent.

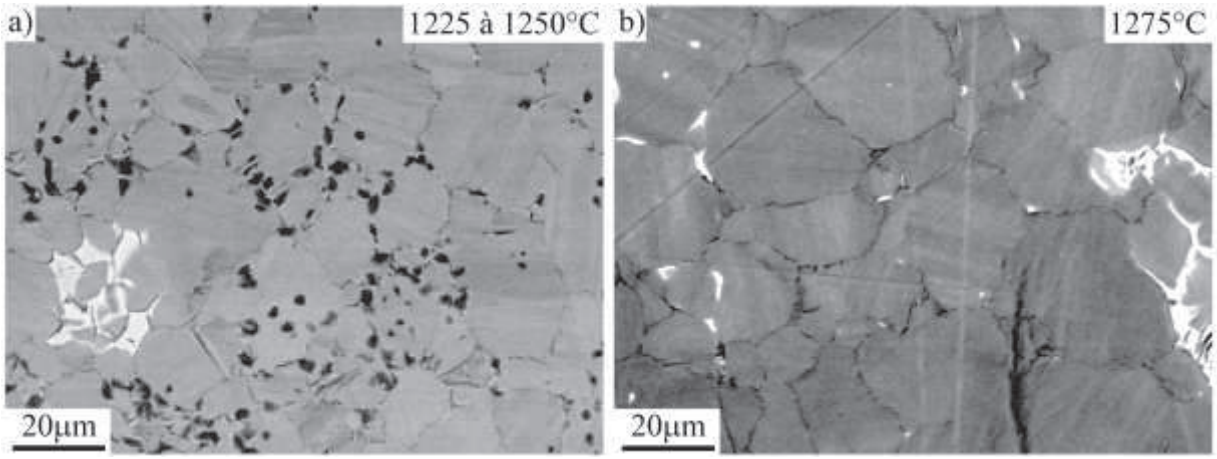


Figure IV-6 : Disparition des grains γ résiduels entre 1250 et 1275°C dans la microstructure proche lamellaire de l'alliage TNM.

IV.2.1.5. Microstructure lamellaire HT (>1350°C pour l'alliage TNM – >1425°C pour l'alliage IRIS)

À partir de 1350°C dans l'alliage TNM (fig. IV-2-e et f) et de 1425°C dans l'alliage IRIS (fig. IV-1-i et j), même si la microstructure reste majoritairement lamellaire, nous observons des changements importants. Les microstructures sont typiques de la présence en grande quantité de phase β à haute température [2, 7-9] où la phase β n'est plus seulement présente dans les liserés mais aussi sous forme de grains. Les grains lamellaires issus de ces grains β_0 sont allongés et entourés ou entrecoupés de liseré β_0. La figure IV-7 montre un exemple de cette

microstructure dans un échantillon Ø36h8mm de l'alliage TNM fritté à 1430°C. La flèche en trait plein indique un liseré qui entrecoupe un grain lamellaire tandis que la flèche en pointillés désigne un liseré présent au joint de grains. Les liserés contiennent aussi des zones γ suite à la transformation $\beta \rightarrow \gamma + \beta_0$ lors du refroidissement plus lent des échantillons Ø36h8mm. Dans sa thèse, Verstraete a travaillé avec une composition Ti-Al_{46}-W_2 pour laquelle il a caractérisé précisément ces grains par MET [7]. Il a clairement mis en évidence des grains lamellaires, entrecoupés de liseré β, qui peuvent atteindre plusieurs centaines de microns. De part et d'autre de ces liserés, l'orientation des grains lamellaires est la même.

Dans l'alliage TNM, ces grains lamellaires issus de β coexistent avec les grains lamellaires équiaxes dans les échantillons frittés jusqu'à 1375°C. À 1400°C, la microstructure est alors entièrement composée de grains lamellaires issus de β (fig. IV-2-e et f), ce qui indique le franchissement du transus β.

Dans l'alliage IRIS, nous n'avons pas atteint de domaine β monophasé. La phase α est toujours présente même aux températures les plus hautes. La microstructure est alors toujours composée de grains lamellaires issus de β et de grains lamellaires équiaxes. L'élévation de la température d'élaboration change seulement les fractions volumiques des uns par rapport aux autres en faveurs des grains issus de β.

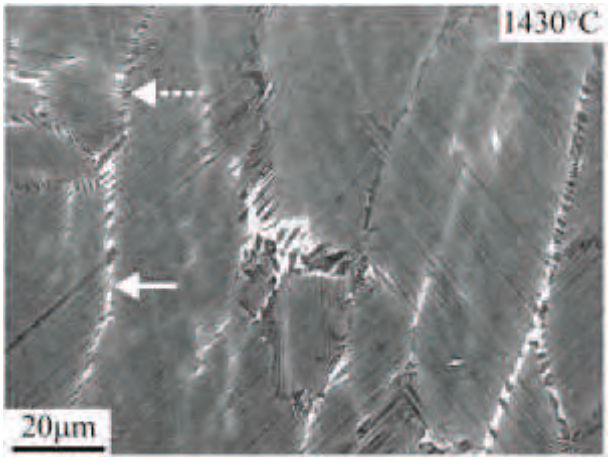


Figure IV-7 : Grains lamellaires allongés issus de grains β dans la microstructure lamellaire HT de l'alliage TNM. La flèche en pointillés indique un liseré présent dans un joint de grains. La flèche en trait plein indique un liseré entrecoupant un grain lamellaire.

IV.2.2. Effet du bore dans l'alliage IRIS

De la poudre de composition Ti-Al_{48}-W_2 (lot IRIS 649) a été mise à disposition par l'ONERA pour la comparer avec la poudre IRIS (lot 1109). Plusieurs échantillons Ø36h8mm des deux alliages ont été frittés à différentes températures. Les températures d'élaboration sont récapitulées dans le tableau IV-3 et les résultats sont présentés sur la figure IV-8. Une telle comparaison n'a pas été possible avec l'alliage TNM car une poudre identique sans bore n'était pas disponible.

Tableau IV-3 : Températures d'élaboration des échantillons Ø36h8mm utilisés pour l'étude.

T (°C)	Nuance	Référence		T (°C)	Nuance	Référence
1230	IRIS 1109 (avec bore)	AK585		1235	IRIS 649 (sans bore)	AL663
1285	IRIS 1109 (avec bore)	AK662		1285	IRIS 649 (sans bore)	AL644
1355	IRIS 1109 (avec bore)	AK503		1360	IRIS 649 (sans bore)	AL662
1385	IRIS 1109 (avec bore)	AM481		1395	IRIS 649 (sans bore)	AL796

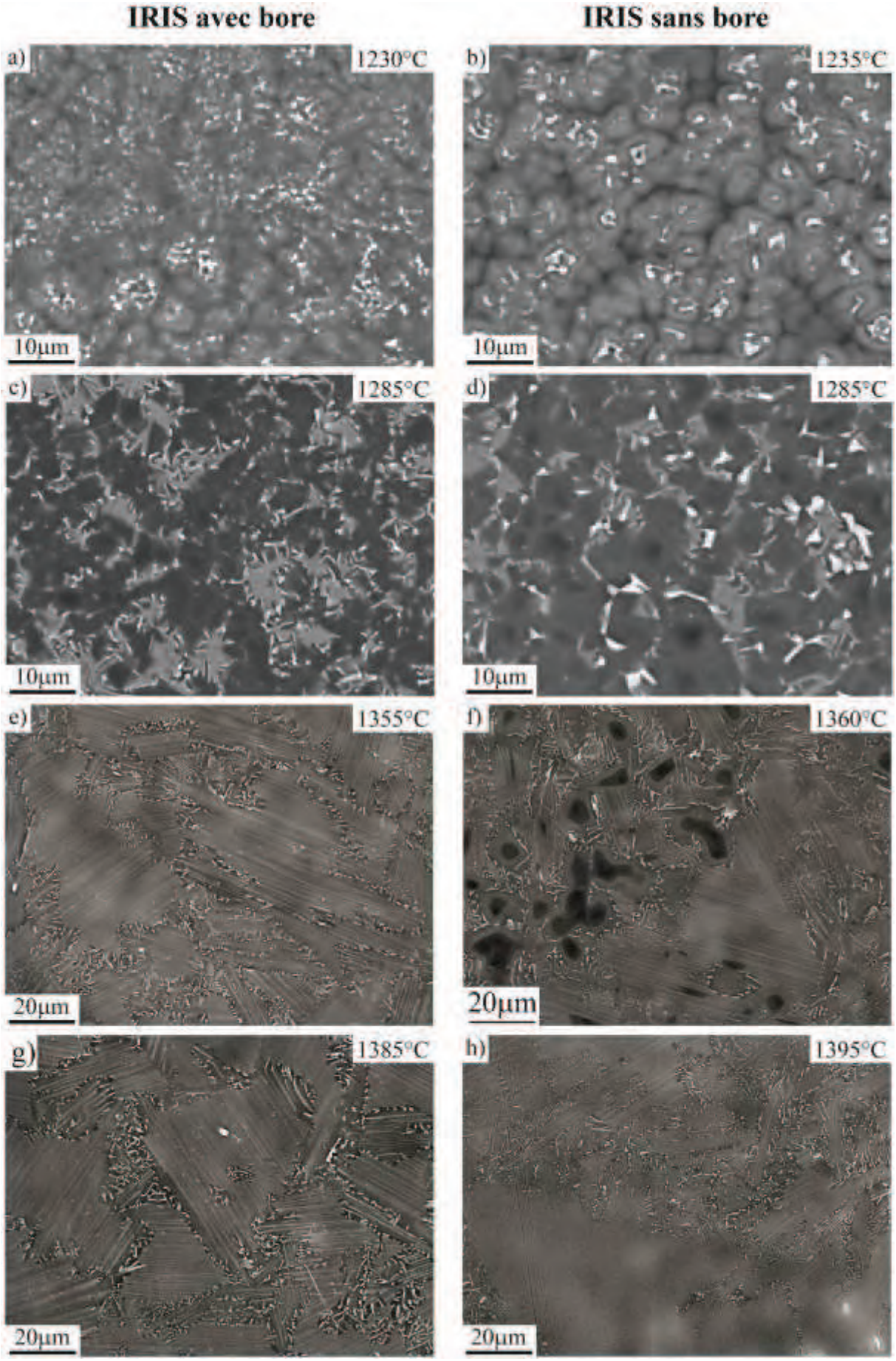


Figure IV-8 : Comparaison des microstructures des alliages IRIS avec et sans bore.

Aucune mesure de taille de grains n'a été effectuée dans les microstructures dendritiques et biphasées de basse température (fig. IV-8-a à d) car les joints de grains γ ne sont pas bien identifiables lorsqu'ils ne sont pas entourés de grains α_2 de couleur plus claire. Pour la microstructure proche lamellaire (fig. IV-8-h), la taille de grains est beaucoup plus importante dans l'alliage sans bore. Sans avoir effectué de mesure précise, nous n'avons vu dans cette microstructure que très peu de grains d'une taille inférieure à 50µm et surtout beaucoup de grains d'une taille supérieure à 100µm. Les zones γ sont aussi beaucoup plus étendues que dans l'alliage au bore. Nos observations sont en accord avec celles de Seo *et al.* [10] qui ont obtenu une taille de grains lamellaires de 540µm dans un alliage Ti-Al_{48}-W_2 ne contenant pas de bore. Leur échantillon avait été maintenu 1 heure à 1400°C puis refroidi au four jusqu'à 1280°C avant d'être exposé à l'air. Quelles que soient les microstructures, la taille de grains semble toujours inférieure dans l'alliage au bore.
Cette étude semble bien confirmer un effet du bore important notamment dans la microstructure proche lamellaire.
Par ailleurs, la température du transus α + β semble légèrement différente. En effet, des grains γ résiduels sont toujours présents à 1360°C (fig. IV-8-f) dans l'alliage sans bore alors qu'il n'y en a plus à 1355°C (fig. IV-8-e) dans l'alliage au bore.

IV.3. MICROSTRUCTURE PROCHE LAMELLAIRE À PETITS GRAINS

Comme nous le confirmerons par la suite (chapitre V), la microstructure proche lamellaire est celle qui présente les meilleurs atouts pour obtenir les propriétés mécaniques requises. Nous avons donc réalisé une étude plus approfondie de ses caractéristiques. Cette étude a été principalement réalisée avec des échantillons Ø36h8mm en vue de la fabrication des éprouvettes pour les essais mécaniques. Comme expliqué précédemment, le refroidissement plus lent qu'avec les Ø8h6mm entraine certaines modifications microstructurales notamment un épaississement du liseré. Par contre, la taille des grains lamellaires n'est pas impactée car elle est figée lors du chauffage.

La figure IV-9 compare des grains lamellaires de chaque alliage TNM et IRIS observés au MET. Ces observations à une telle échelle mettent en évidence plusieurs différences qui portent principalement sur leur taille et leur forme. De plus, nous voyons des différences au niveau des épaisseurs des lamelles et également au niveau de la taille et de la localisation des grains/précipités β_0 (de couleur sombre).

Dans cette section, après avoir étudié l'évolution de la microstructure proche lamellaire des deux alliages avec la température, nous nous attacherons à décrire les différences évoquées précédemment en commençant par les grains lamellaires. Nous détaillerons ensuite les liserés avant d'étudier plus précisément la phase β_0.

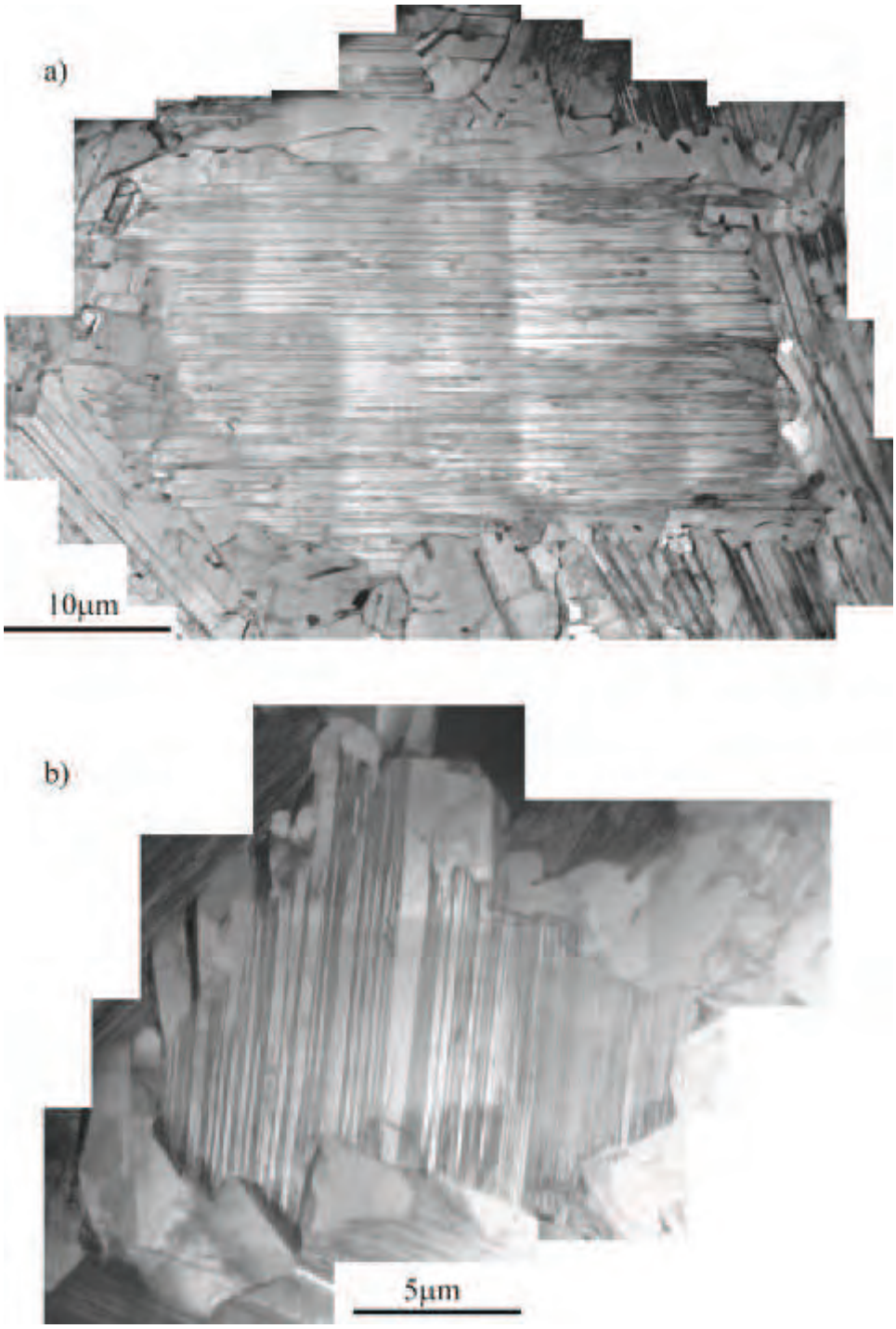


Figure IV-9 : Grains lamellaires de la microstructure proche lamellaire a) IRIS (échantillon fritté à 1355°C), b) TNM (échantillon fritté à 1260°C).

IV.3.1. Évolution de la microstructure proche lamellaire avec la température

La figure IV-10 présente l'évolution de cette microstructure avec la température pour les deux alliages TNM et IRIS. D'un point de vue général, les domaines de températures donnant cette microstructure ne sont pas les mêmes dans les deux alliages. Dans l'alliage IRIS, ce domaine s'étend sur une plage de 75°C de 1355 à 1430°C tandis que dans l'alliage TNM, la plage de température de 115°C s'étend de 1260 à 1375°C. Notons qu'à l'échelle du MEB, les caractéristiques de la microstructure de l'alliage IRIS sont constantes alors que celles de l'alliage TNM varient avec la température d'élaboration. De plus fortes dispersions des propriétés mécaniques sont donc attendues dans l'alliage TNM.

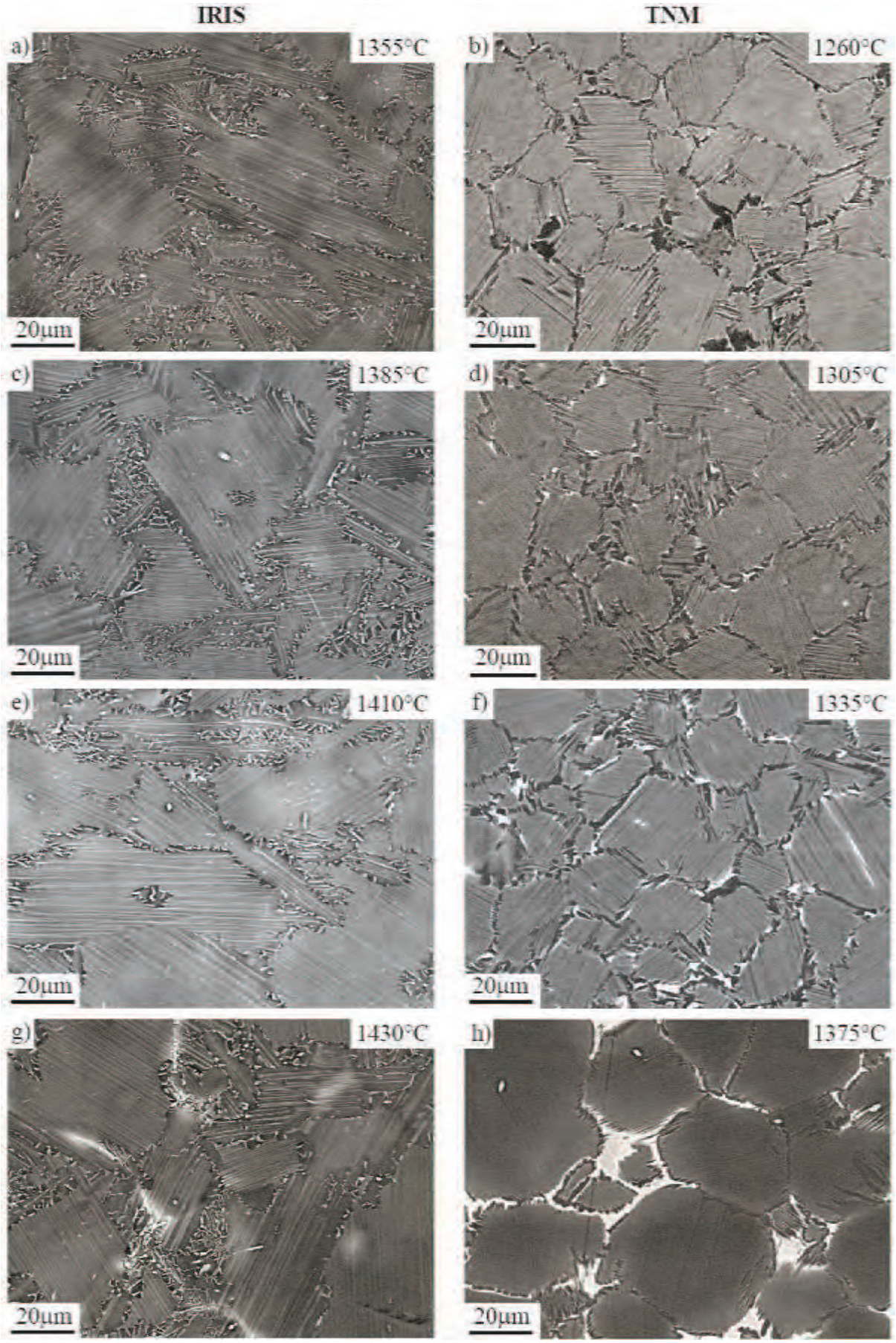


Figure IV-10 : Évolution de la microstructure proche lamellaire avec la température dans les deux alliages a), c), e) et g) IRIS, b), d), f) et h) TNM.

IV.3.1. Grains lamellaires

Une première différence concerne la taille moyenne des grains lamellaires. Des mesures ont été effectuées sur des images MEB en utilisant la procédure présentée dans la section IV.3.2.2.3. du chapitre II (Techniques Expérimentales) pour les deux alliages frittés à différentes températures. Les résultats sont présentés sur la figure IV-11.

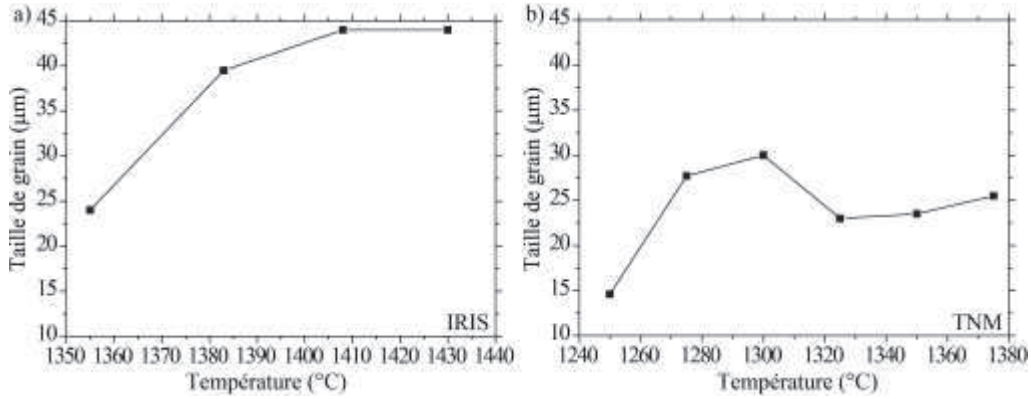


Figure IV-11 : Évolution de la taille de grains avec la température dans les deux alliages a) IRIS et b) TNM.

Dans l'alliage TNM (fig. IV-11-b), aux températures basses du domaine α + β donnant la microstructure proche lamellaire après refroidissement, la taille de grains α augmente rapidement avec la température. Elle va ensuite atteindre un maximum d'environ 30 µm à partir de 1300°C. Les échantillons frittés à plus haute température voient leur taille de grains chuter à environ 25µm. Il est clair que les grains α ne vont pas réduire leur taille à partir d'une certaine température lors d'un même chauffage. Pour expliquer cette diminution, nous pouvons faire l'hypothèse que la quantité de phase β présente dans les liserés à partir de 1320°C permet un meilleur raffinement des grains α. Lors du chauffage de ces échantillons à taille de grains réduite, le passage aux températures plus basses se fait trop rapidement pour que l'augmentation de la taille de grains α ait lieu comme dans le cas des échantillons qui y sont restés 2 min. À la température du palier, où se fait l'équilibre, la proportion de phase β est plus importante et donc celle de phase α plus réduite. Après 1300°C, la taille de grains va augmenter progressivement avec la température de manière peu significative.

Dans l'alliage IRIS, la présence d'un liseré de taille plus importante et de nombreux précipités β_0 rend les mesures plus compliquées. De plus, les grains proches lamellaires ont des joints de grains beaucoup plus accidentés. Néanmoins, nous avons effectué trois mesures sur trois échantillons proches lamellaires réalisés dans les mêmes conditions (1355°C) et nous avons trouvé des diamètres moyens très proches de 23, 24 et 25µm malgré un étalement des histogrammes (fig. IV-12-a) important. Ces résultats montrent la répétabilité des microstructures et valident nos mesures. Nous avons donc pu effectuer des mesures sur quatre échantillons frittés à différentes températures. La courbe obtenue est asymptotique (fig. IV-11-a). Nous observons une augmentation de la taille de grains jusqu'à environ 1400°C puis une stagnation. La taille de grains est plus importante que dans l'alliage TNM mais très largement en-dessous de la taille de grains d'un alliage lamellaire classique [11] ou de l'alliage IRIS sans bore (fig. IV-8). Notons que la taille de grains est répartie de manière plus homogène dans l'alliage TNM comme en témoignent les histogrammes de répartitions présentés sur la figure IV-12.

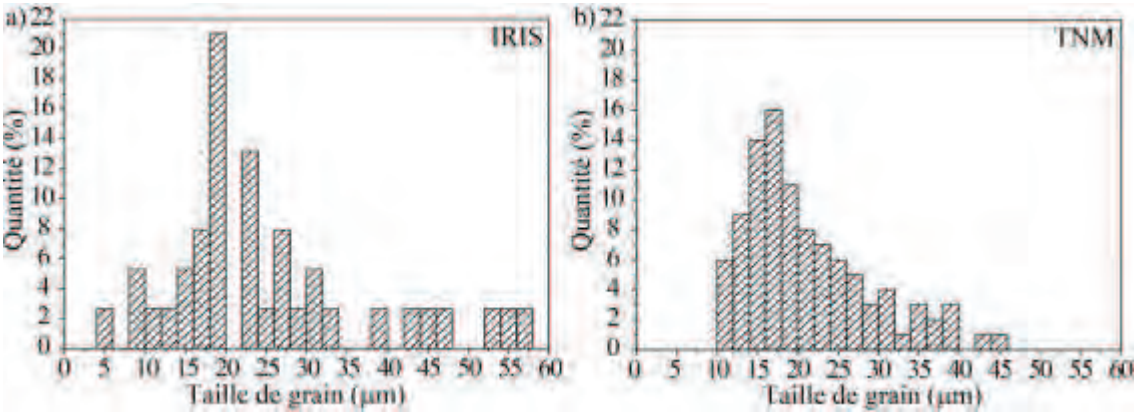


Figure IV-12 : Histogrammes des tailles de grains lamellaires dans les deux alliages. a) Échantillon de l'alliage IRIS fritté à 1355°C, b) Échantillon de l'alliage TNM fritté à 1336°C.

Une deuxième différence se situe au niveau des épaisseurs des lamelles γ. Des mesures ont été faites sur les deux grains présentés sur la figure IV-9. Les résultats sont présentés sur la figure IV-13. Les interfaces lamellaires sont debout, c'est-à-dire perpendiculaire au plan d'observation. Les lamelles γ (en gris clair) de l'alliage IRIS (fig. IV-13-a) ont une épaisseur comprise entre 150 et 200µm tandis qu'elles sont deux fois plus fines (de 50 à 100µm) dans l'alliage TNM (fig. IV-13-b). Les histogrammes de répartition des épaisseurs indiquent des épaisseurs moins étalées d'une lamelle γ à une autre pour l'alliage IRIS (fig. IV-13-c et d). La phase α_2 occupe environ 45% de la fraction volumique des grains lamellaires dans l'alliage TNM contre seulement 15% dans l'alliage IRIS. Zhu et al. [12] ont obtenu un résultat analogue dans un alliage Ti-Al_{48}-W_2 chauffé à 1400°C. La différence s'explique par la faible teneur en aluminium de l'alliage TNM.

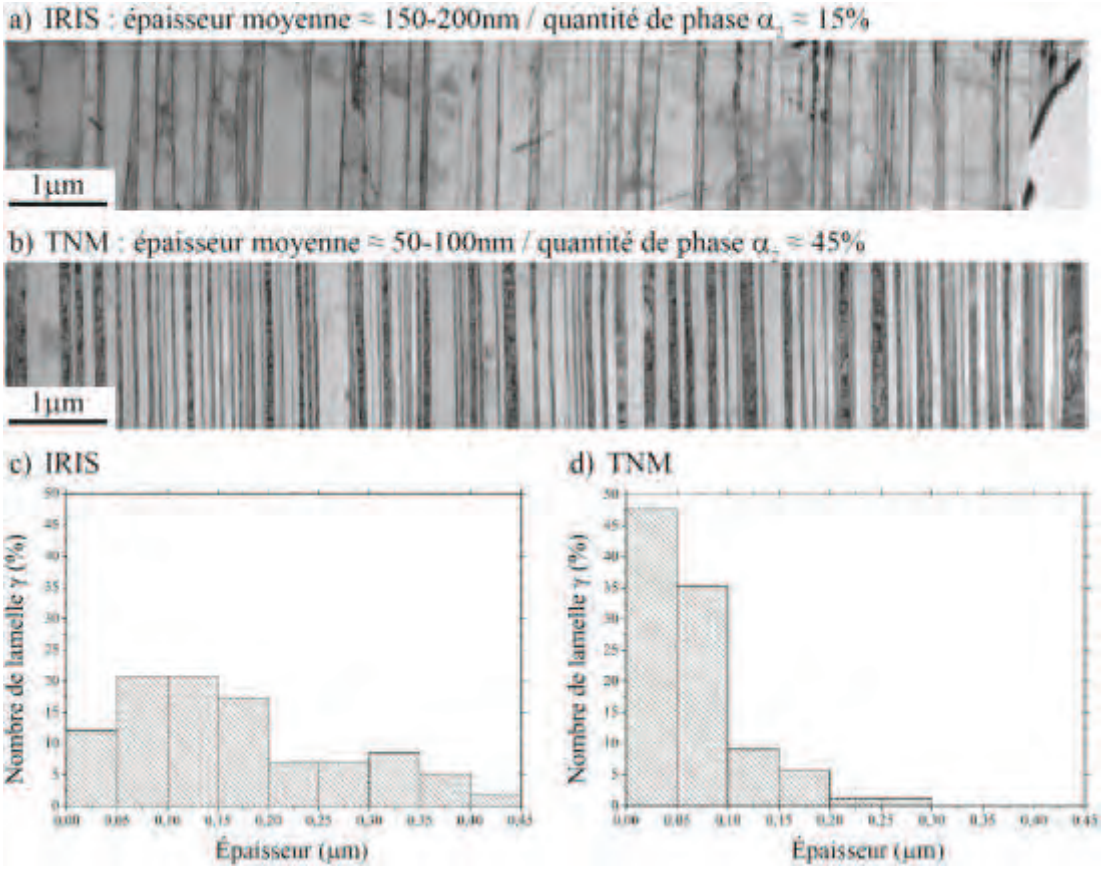


Figure IV-13 : Comparaison de la structure lamellaire des deux alliages. a) et b) Images MET de la structure lamellaire des alliages IRIS et TNM respectivement. Les interfaces sont debout. c) et d) Histogrammes des épaisseurs de lamelles γ des alliages IRIS et TNM respectivement.

Une autre différence est apparue suite à des observations au MET dans la structure lamellaire. Dans l'alliage IRIS, des précipités β_0 sont présents à l'interface entre lamelles γ et α_2. Nous pouvons voir ces précipités indiqués par des flèches noires sur la figure IV-15. Des observations similaires ont été faites par plusieurs auteurs dans un alliage Ti-Al_{48}-W_2 [10, 12, 13].

Figure IV-15 : Précipités β_0 (flèches noires) présents à l'interface entre lamelles γ et α_2 (alliage IRIS).

Les microstructures proches lamellaires des deux alliages diffèrent aussi par la forme des grains lamellaires (fig. IV-10). Dans l'alliage TNM, ils restent relativement équiaxes tandis que dans l'alliage IRIS les joints de grains sont beaucoup plus accidentés. De plus, dans cet alliage, les grains ont tendance à s'allonger dans une direction qui ne semble pas liée à l'orientation lamellaire.

IV.3.2.Liserés

Une différence importante entre les deux alliages réside dans la nature du liseré. Dans les deux cas ils sont composés de phase γ et β_0 mais dans des proportions et des formes très différentes (fig. IV-15).

Dans l'alliage IRIS (fig. IV-15-a et b), le liseré est très majoritairement γ (en contraste clair) et de même orientation que les lamelles γ adjacentes. La phase β_0 est présente sous forme de précipités de forme allongée (flèches rouges) localisés en grande quantité dans la phase γ.

Dans l'alliage TNM (fig. IV-15-c et d), la phase γ est présente en moins grande quantité sous forme de grains monophasés sans relation d'orientation avec les grains lamellaires (flèches bleues). Il arrive que certains grains γ aient la même orientation que la lamelle γ adjacente (flèche blanche), comme c'est le cas dans l'alliage IRIS, mais cela reste un événement rare. La phase β_0 est ici présente sous forme de grains monophasés (flèche noire) et de précipités (flèche rouge) localisés aux joints de grains et non pas dans la phase γ. De manière à comprendre l'évolution du liseré pendant le refroidissement de l'alliage TNM, nous avons orienté plusieurs grains et précipités γ et β_0 dans un liseré afin de trouver leurs relations d'orientation. Nous retrouvons sur la figure IV-16 la zone étudiée. Chaque grain orienté est numéroté ; la couleur rouge est attribuée aux grains β_0, la couleur bleue aux grains γ et la couleur orange aux précipités β_0. Pour orienter chaque grain, nous avons reconstruit la projection stéréographique à partir des différents clichés de diffraction obtenus au MET.

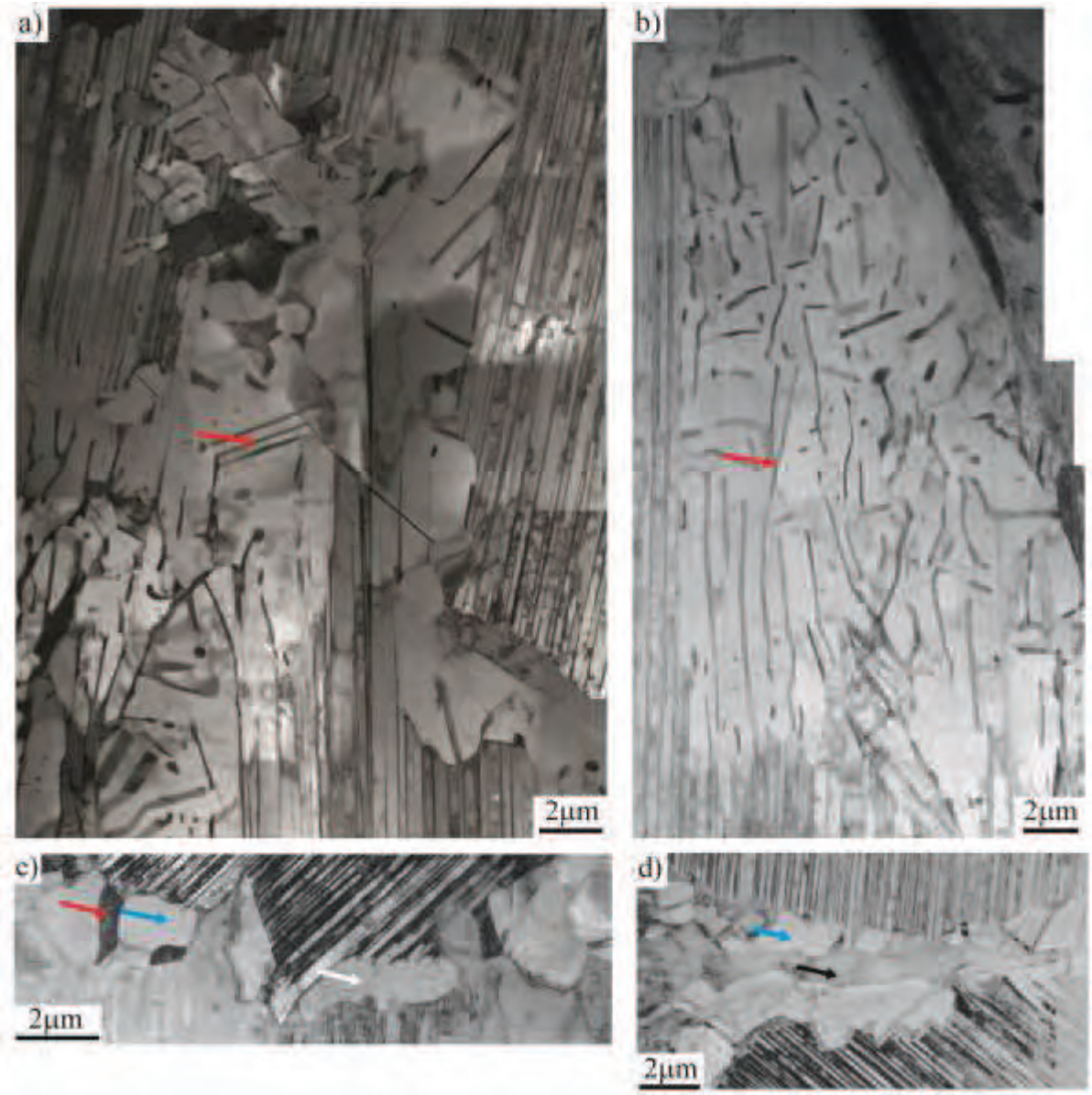


Figure IV-15 : Liserés dans les deux alliages a) et b) IRIS (échantillon AK503 - 1355°C), c) et d) TNM (échantillon AK639 - 1305°C). Les flèches rouges désignent des précipités β_0, les flèches bleues des grains γ équiaxes, la flèche blanche un grain γ de même orientation que les lamelles γ adjacentes et la flèche noire indique un grain β_0.

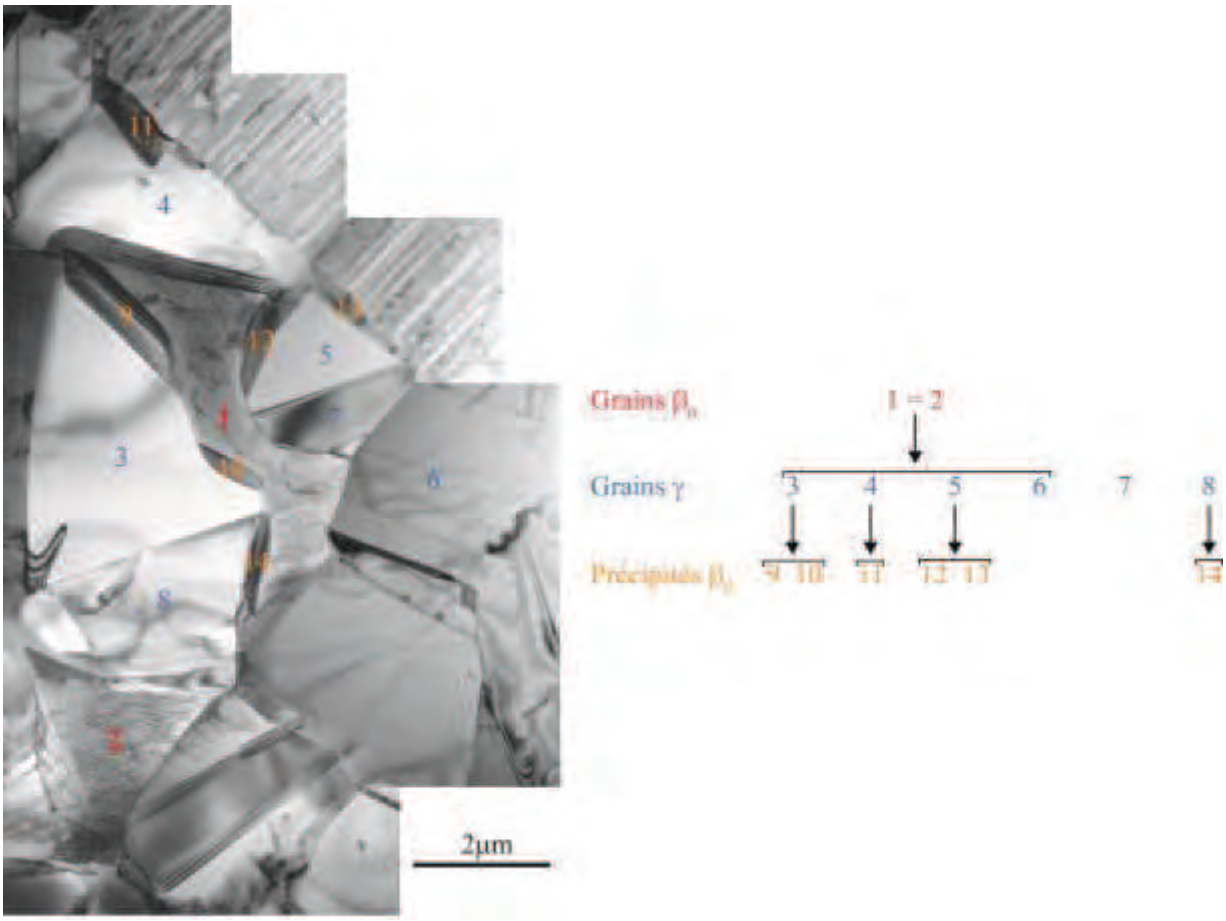


Figure IV-16: Relations d'orientations des grains d'un liseré de l'alliage TNM (échantillon AK640 - 1260°C).

Cinq points importants ressortent de cette étude :

- Les grains β_0 1 et 2 ont la même orientation.
- Les grains γ 3 à 8 n'ont pas la même orientation.
- Les précipités β_0 9 à 14 n'ont pas la même orientation.
- La relation de Kurdjumov-Sachs a été trouvée entre les grains β_0 1 et 2 et les grains γ 3, 4, 5 et 6. Elle est définie par les relations suivantes : $\{110\}\beta_0$ // $\{111\}\gamma$ et $<111>\beta_0$ // $<110>\gamma$.
- La même relation a aussi été trouvée entre les grains γ et les précipités β_0 suivants : grains γ 3 et précipités β_0 9 et 10, grains γ 4 et précipités β_0 11, grains γ 5 et précipités β_0 12 et 13, grains γ 8 et précipité β_0 14.
- Les grains γ 3 et 8 ainsi que les grains γ 5 et 7 sont en relation de macle.

Les grains γ 3, 4, 5 et 6 ont tous un plan commun avec les grains β_0 mais ils n'ont pas la même orientation entre eux. Ceci indique qu'à haute température, lors du refroidissement, les grains γ sont issus du même grain β.
Les grains 8 et 7 résultent probablement respectivement de la croissance des grains 3 et 5 à travers la formation d'une macle de croissance.
Plusieurs précipités β_0 ont des orientations différentes entre eux mais un plan commun avec un même grain γ. De plus, ils sont toujours localisés aux joints de grains γ. Il est donc probable que ces précipités se soient formés à partir des grains γ lors du refroidissement.

Comme évoqué précédemment, dans l'alliage IRIS, les zones γ des liserés ont en général l'orientation des lamelles γ qui les bordent. Pour les quelques liserés où cette coïncidence n'a

pas été détectée, nous pensons que la zone lamellaire d'orientation identique est hors de la lame mince. Sur la figure IV-17 obtenue par MET, nous délimitons trois zones Z1, Z2 et Z3, selon les orientations des lamelles γ et des grains γ du liseré. L'échantillon ici étudié provient d'une éprouvette déformée par un essai de traction, c'est pourquoi nous voyons de la déformation plastique. Cette déformation nous permet de visualiser plus facilement les différentes orientations des lamelles en fonction du système de déformation activé.

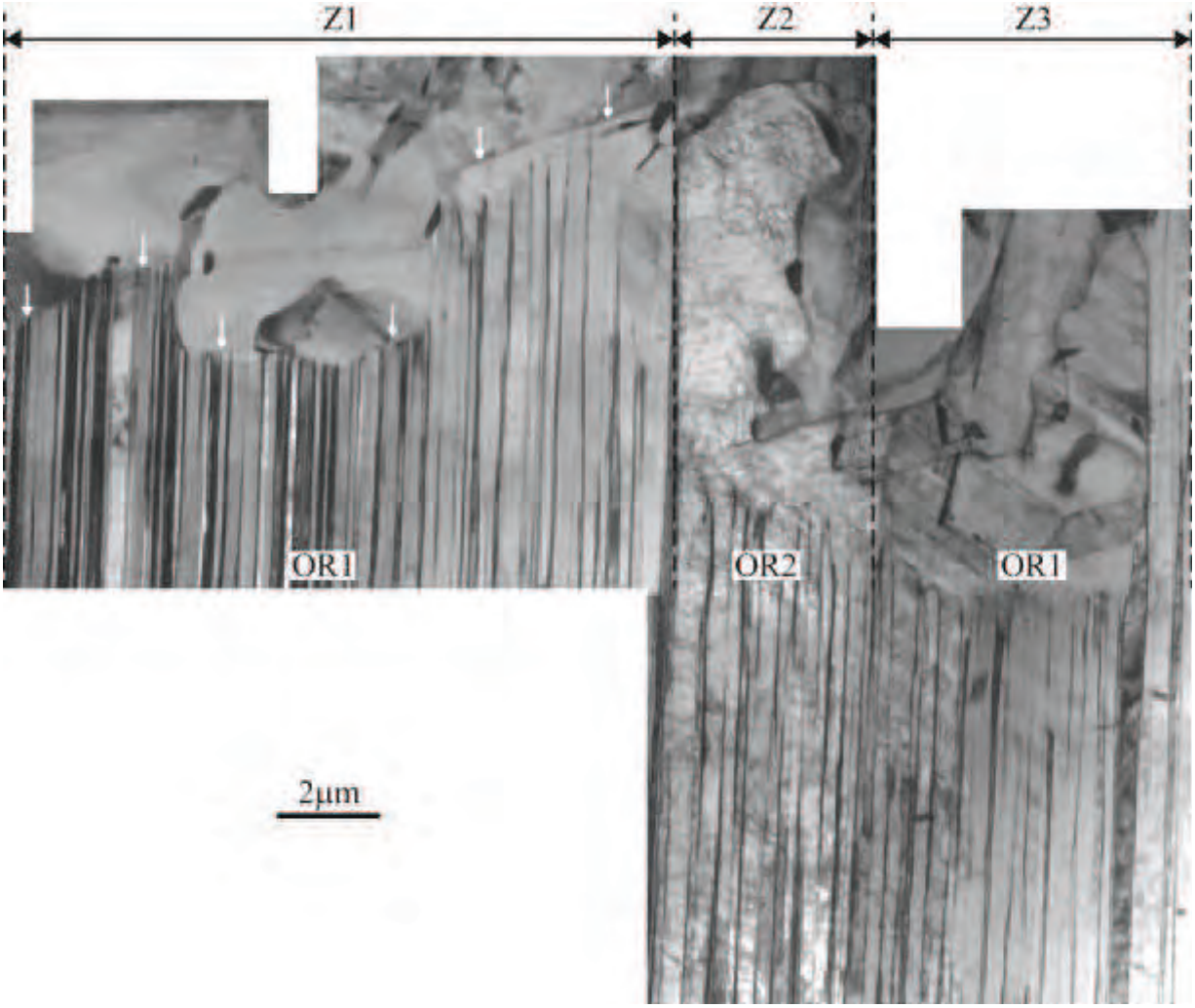


Figure IV-17 : Grain proche lamellaire de l'alliage IRIS (échantillon AK503 – 1355°C). Trois zones, notées Z1, Z2 et Z3 sont mises en évidence. Z1 et Z3 ont la même orientation notée OR1 tandis que Z2 est en relation de domaine d'ordre avec Z1 et Z3 (OR2). Les flèches blanches mettent en évidence l'absence de liseré dans une partie du grain.

Comme déjà observé dans des structures lamellaires formées à haute température [14], sur des zones de taille importante, une orientation est largement majoritaire pour les lamelles γ. Sur la figure IV-17, pour chaque zone Z1, Z2 ou Z3, une orientation est majoritaire : OR1 dans Z1 et Z3, et OR2 dans Z2, avec OR1 et OR2 en relation de domaine d'ordre. Dans Z2 et Z3, les lamelles d'orientation OR2 et OR1 ont la même orientation que les zones γ du liseré adjacent. C'est particulièrement visible grâce à la continuité de la déformation. Dans la partie inférieure de Z2 et Z3 (fig. IV-18) nous faisons la même observation. Ces lamelles γ sont plus épaisses à proximité du liseré ce qui indiquerait une nucléation au joint de grains plutôt qu'à l'intérieur du grain comme c'est le cas avec l'alliage au bore étudié dans le chapitre III. Les lamelles s'affinent ensuite en s'enfonçant dans le grain. Concernant la zone Z1, dans la partie inférieure (fig. IV-18), nous retrouvons là encore la même observation : liserés et lamelles γ ont la même orientation. Par contre, dans la partie supérieure, les lamelles s'arrêtent au niveau du joint de grains (fig. IV-17 – flèches blanches) et les grains présents à cet endroit n'ont pas

la même orientation. Dans Z1, contrairement à Z2 et Z3, la précipitation lamellaire n'a démarré que d'un côté du grain.

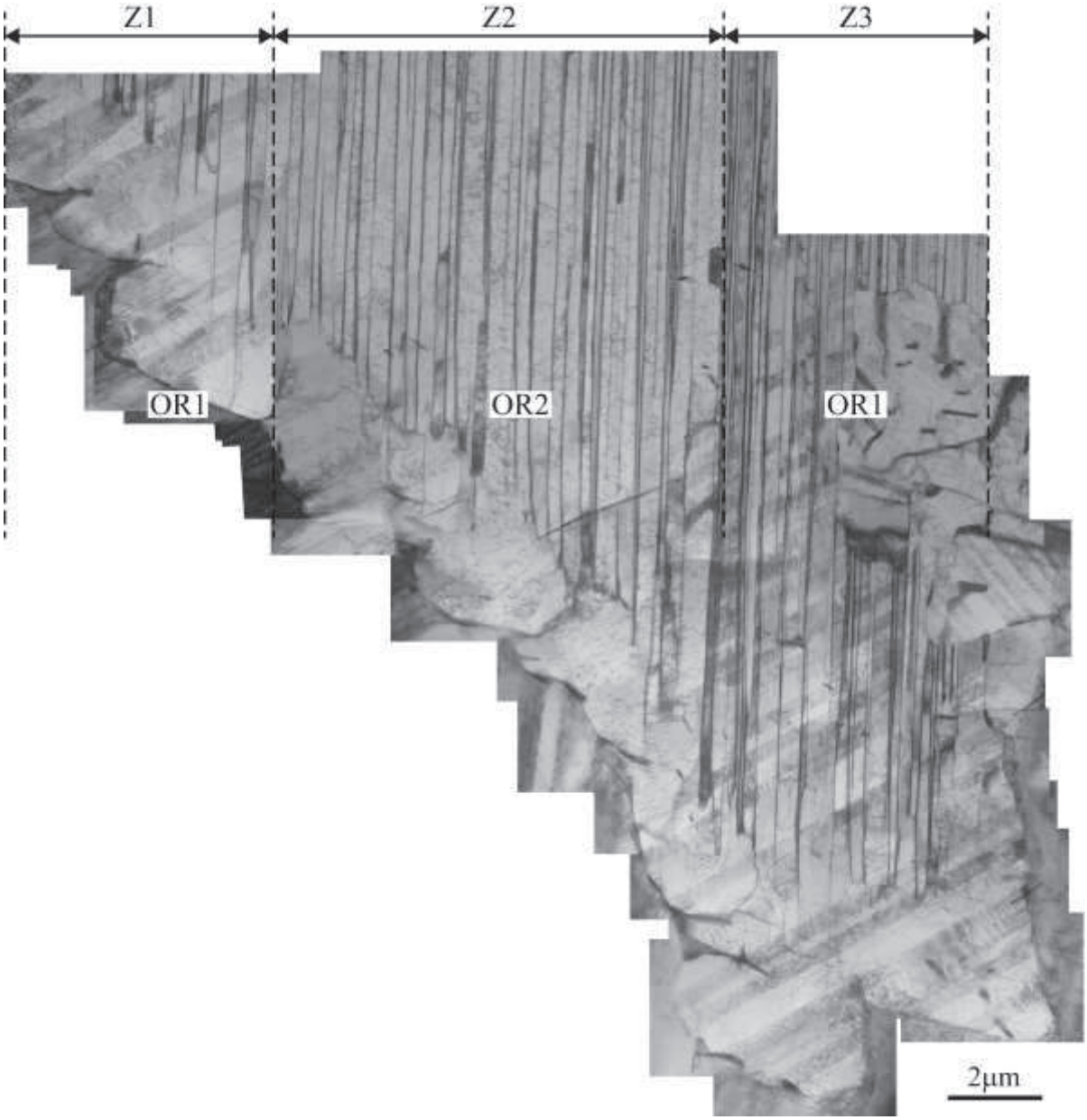


Figure IV-18 : Partie inférieure du grain proche lamellaire de l'alliage IRIS (échantillon AK503 – 1355°C) présenté sur la figure IV-17 (Les mêmes zones sont repérées).

IV.3.3. Évaluation de la quantité de phase β dans l'alliage TNM

Pour l'alliage TNM, nous avons mesuré la fraction surfacique de phase β_0 présente dans les échantillons frittés à différentes température. La figure IV-19 montre un exemple de ces mesures.

Les résultats de mesures effectuées sur quatre échantillons sont présentés sur la figure IV-20. Nous voyons que la quantité de phase β_0 présente à température ambiante augmente avec la température d'élaboration. Ces résultats sont comparés à des mesures similaires effectuées par Clemens et al. [2] sur des échantillons ayant subis un traitement thermique d'une heure au four suivi d'un refroidissement à l'air. Ces résultats très similaires confirment que la phase β évolue pendant le cycle SPS.

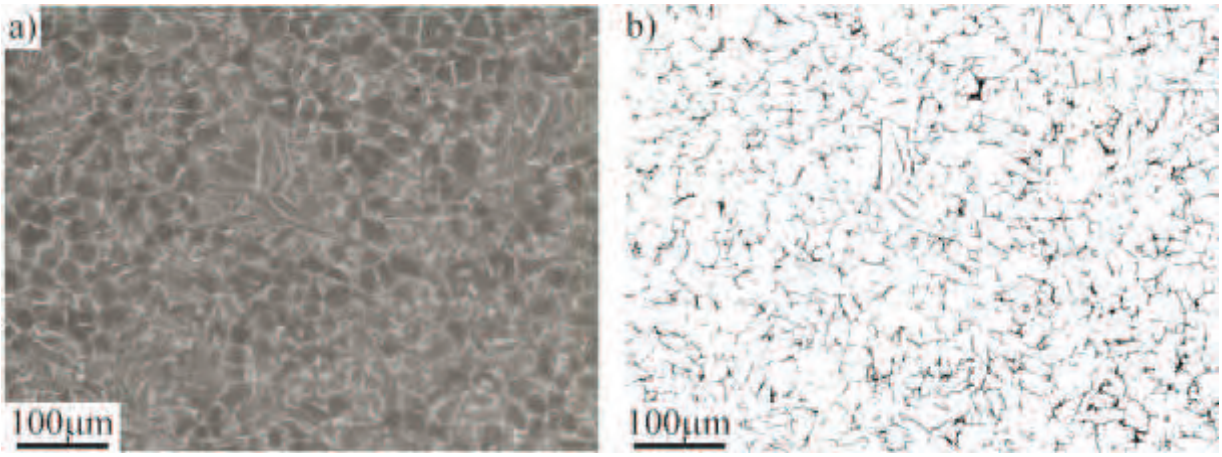


Figure IV-19 : Binarisation des images MEB pour la quantification de la phase β_0. a) Image prise au MEB. La phase β_0 apparait en blanc. b) Binarisation de cette même image. La phase β_0 apparait en noir.

Notons que des mesures identiques réalisées sur des échantillons Ø36h8mm sont également reportées sur le même graphique (fig. IV-20). L'augmentation de la quantité de phase β_0 suit la même pente que pour les échantillons Ø8h6mm mais avec des teneurs inférieures. Ce résultat pourrait confirmer l'effet d'un refroidissement plus lent des échantillons Ø36h8mm qui laisserait plus de temps pour effectuer la transformation $\beta \rightarrow \gamma$.

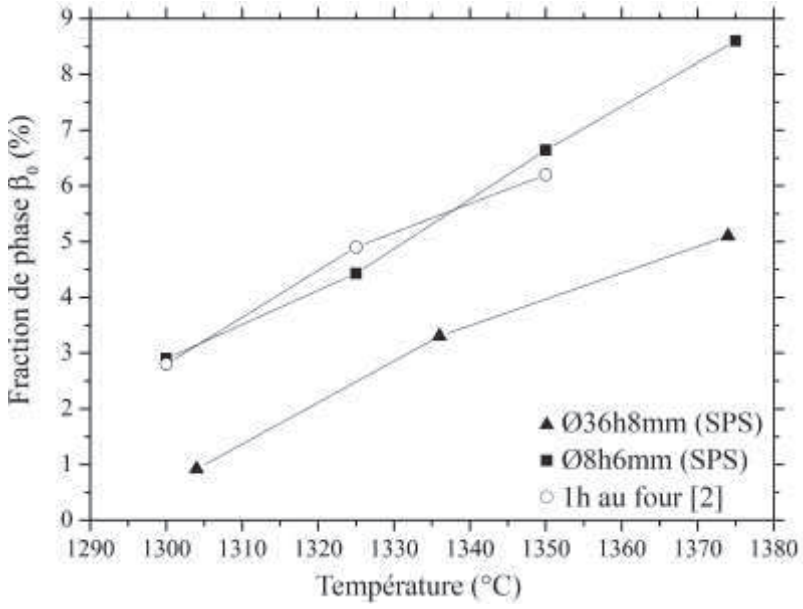


Figure IV-20 : Évolution de la fraction de phase β_0 avec la température de la microstructure proche lamellaire de l'alliage TNM. Les mesures ont été faites sur les images MEB.

IV.3.4. Phase γ dans l'alliage IRIS

En plus des liserés et des lamelles, l'alliage IRIS contient des zones γ qui sont plus étendues. Les fig. IV-21 et 22 en montrent deux exemples pris dans des échantillons déformés.

La figure IV-21 montre une zone formée de lamelles γ très larges séparées par des lamelles α_2 dont les interfaces ne sont plus rectilignes (fig. IV-21-b). Les joints de grains aux extrémités de ces lamelles sont épinglés par les lamelles α_2 (fig. IV-21-c). Cette situation rappelle les grains quasi-lamellaires mis en évidence dans l'alliage de type GE contenant du bore (Chapitre III). La formation de ces lamelles avait alors été interprétée par le déclenchement à plus haute température de la transformation lamellaire sur des borures.

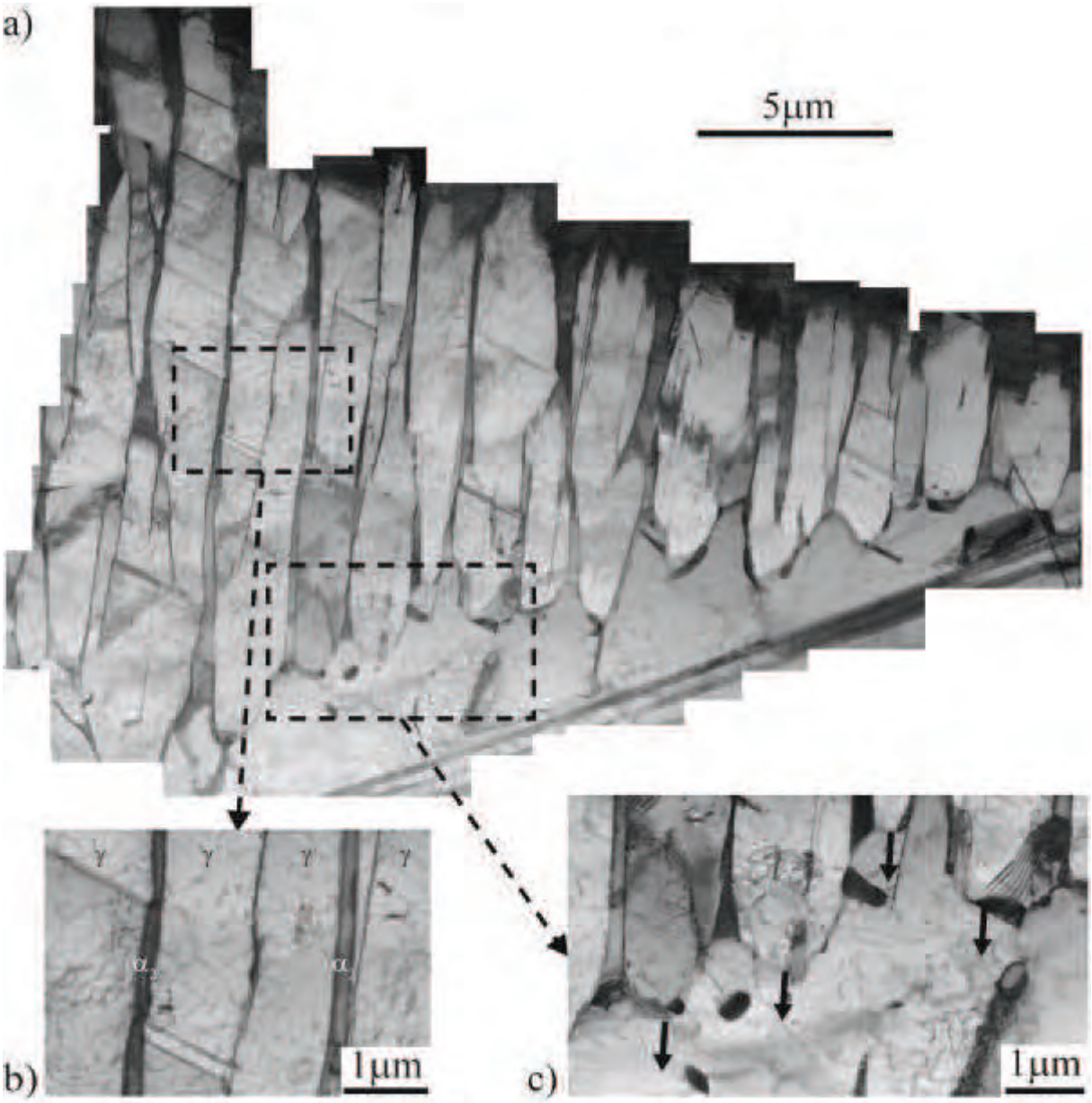


Figure IV-21 : Zone γ de l'alliage IRIS (échantillon AK503 – 1355°C). a) Vue générale du grain, b) zoom sur des interfaces non rectilignes, c) zoom sur l'épinglage des joints de grains par les lamelles α_2. Les flèches noires montrent la direction d'allongement des lamelles γ.

La figure IV-22 montre des grains γ situés dans les zones lamellaires. Ces zones γ et les lamelles γ adjacentes ont toutes la même orientation ce qui laisse penser que ces grains se sont formés après la précipitation lamellaire, c'est-à-dire après l'établissement d'une orientation majoritaire. S'ils s'étaient formés avant, c'est-à-dire directement dans le grain α, ils auraient dû avoir des orientations différentes car, comme expliqué dans le chapitre Bibliographie, six variantes d'orientation de la phase γ sont possibles par référence à une orientation du grain α_2 [15].

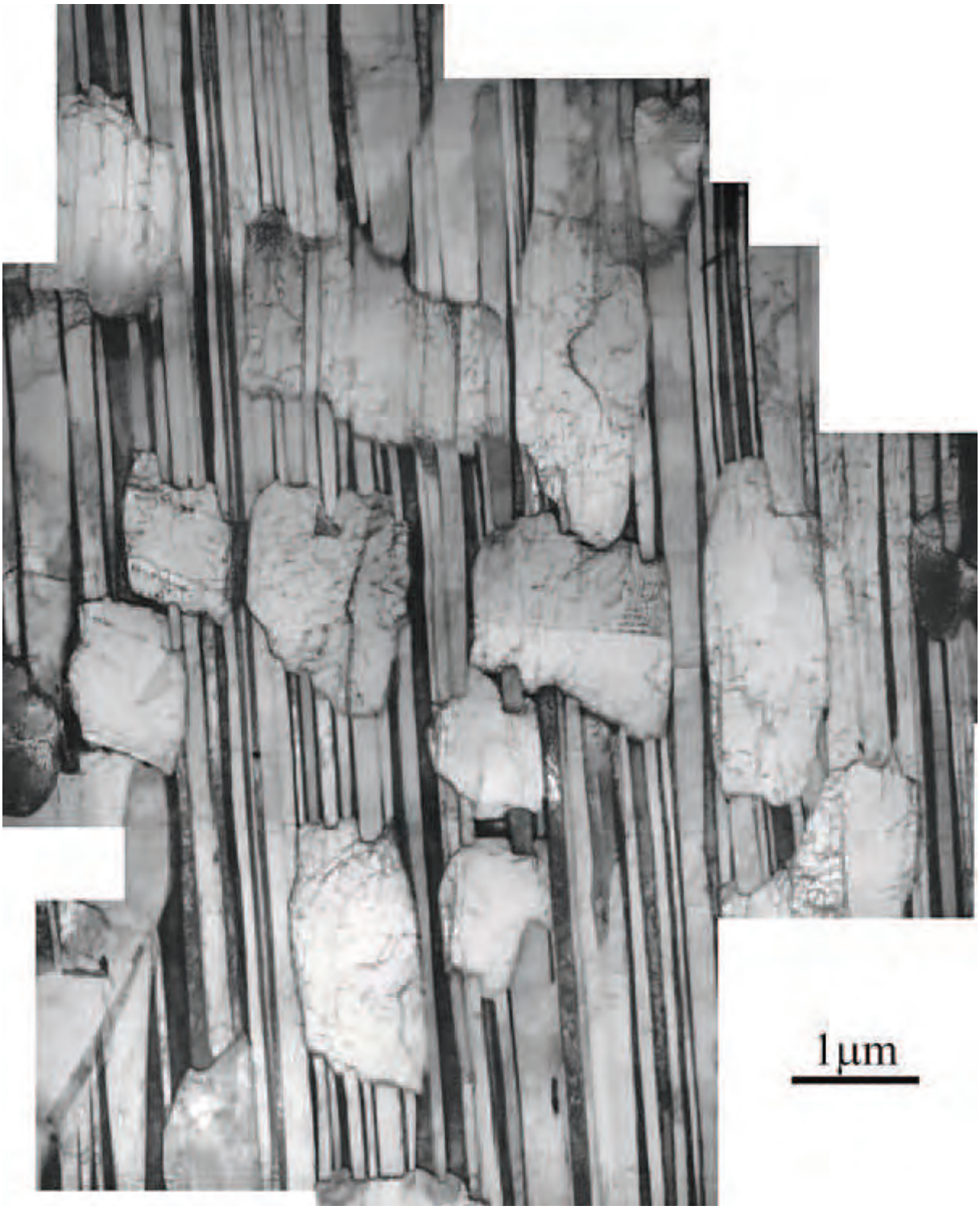


Figure IV-22 : Grains γ dans un grain lamellaire de l'alliage IRIS (échantillon AK503 - 1355°C).

IV.4. DISCUSSION

Dans cette section, nous discuterons dans un premier temps l'évolution des microstructures avec la température des deux alliages IRIS et TNM. Nous nous appuierons sur les diagrammes d'équilibre et les diagrammes fraction/température (F-T) disponibles dans la littérature ou issus de calculs Thermocalc. Dans un second temps, nous interpréterons les résultats décrits précédemment concernant la structure proche lamellaire pour notamment expliquer l'origine des liserés et de la diminution de la taille de grains.

IV.4.1. Évolution des microstructures avec la température des deux alliages IRIS et TNM

Les évolutions des microstructures des alliages IRIS et TNM avec la température d'élaboration sont assez classiques puisque nous passons de microstructures presque γ à des microstructures duplex puis lamellaires pour des températures croissantes. Les diagrammes d'équilibre sont présentés sur la figure IV-23. Celui de l'alliage TNM provient de la littérature [3] tandis que celui de l'alliage IRIS provient de calculs Thermocalc réalisés par Mikael Perrut de l'ONERA à 47 et 48% at. d'aluminium. Les diagrammes Fractions - Températures (F-T) présentés sur la figure IV-24 proviennent des mêmes sources.

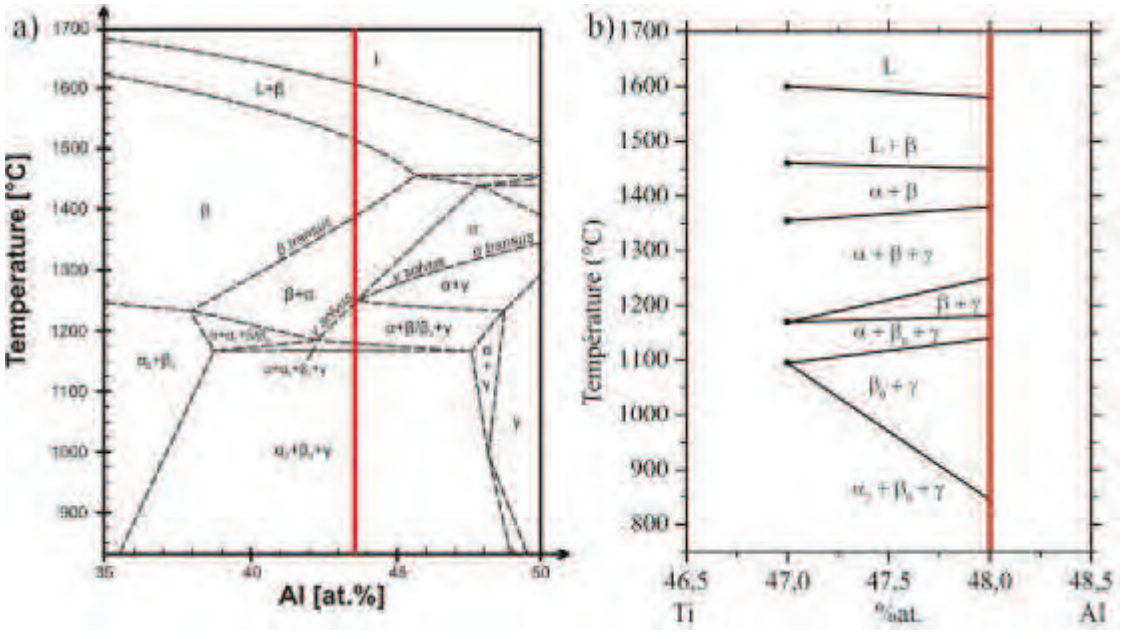


Figure IV-23 : Diagrammes d'équilibre des deux alliages a) TNM de composition Ti-Al$_X$-Nb$_4$-Mo$_1$-B$_{0.1}$ [3] et b) IRIS de composition Ti-Al$_X$-W$_2$ issus de calculs Thermocalc. Les traits rouges correspondent à nos compositions.

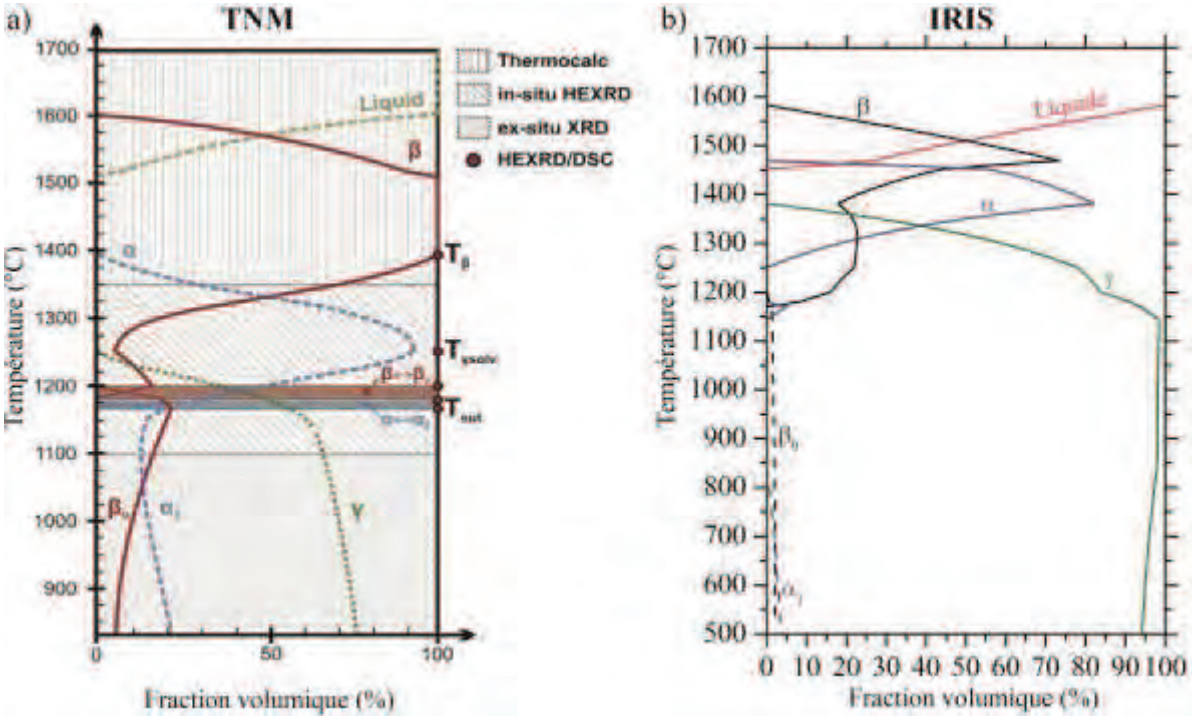


Figure IV-24 : Diagrammes F-T des deux alliages a) TNM [3] et b) IRIS (calculs Thermocalc).

Ces diagrammes mettent en évidence trois points importants pour les deux alliages :

- L'absence d'un domaine α monophasé.
- Un passage par un domaine majoritairement β à haute température, avec même la présence d'un domaine β monophasé dans l'alliage TNM.
- La présence de phase β dans tous les domaines de température.

De plus, dans sa thèse, Verstraete [7] a mis en évidence des températures de transus (fig. IV-25) pour trois teneurs en aluminium différentes (44, 46 et 48%) du même alliage Ti-Al_x-W_2. Pour cela, cet auteur s'est basé sur des changements microstructuraux après trempe telles que l'augmentation soudaine de la taille de grains lamellaires, représentative d'un passage du transus α.

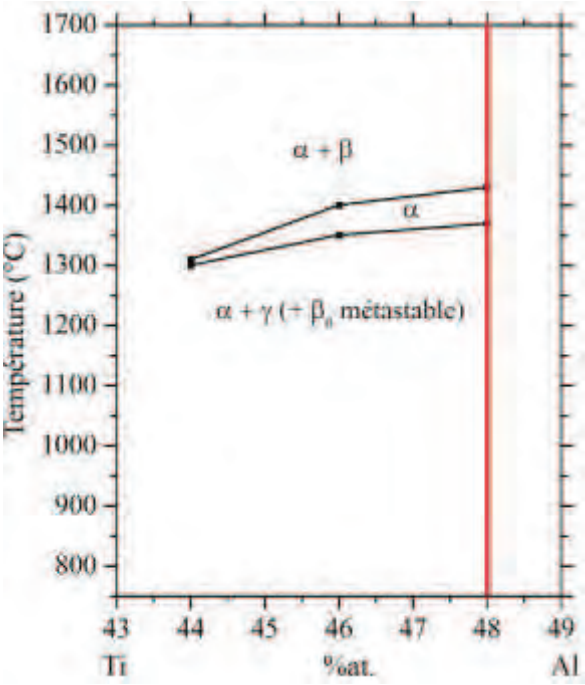


Figure IV-25 : Portion de diagramme d'équilibre de l'alliage Ti-Al_X-W_2 proposée par Verstraete [7].

À basse température, les deux alliages présentent des microstructures biphasées + β_0 composées de phase α_2, γ et β_0 sous forme de grains ou de précipités dans des proportions différentes. La microstructure hors d'équilibre de la poudre a dû être effacée vers 900°C comme c'est le cas dans des alliages similaires [16]. Les phases α_2 et β_0 sont présentes en plus grande quantité dans l'alliage TNM à cause de sa plus faible teneur en aluminium favorisant la phase β (TiAl) à haute température et la phase α_2 (Ti_3Al) à température ambiante en accord avec le diagramme F-T (fig. IV-24-a). L'alliage IRIS garde néanmoins un souvenir de la structure dendritique beaucoup plus prononcé jusqu'à environ 1240°C.

À l'approche du solvus γ, nous observons une microstructure duplex dans l'alliage IRIS mais pas dans l'alliage TNM. Cette difficulté de formation de la microstructure duplex a déjà été observée dans le cas d'alliages TiAl frittés par SPS [17]. Sur les courbes F-T (fig. IV-24-b), la croissance de la fraction volumique de la phase α jusqu'au transus s'étale sur la même amplitude de température pour les deux alliages. Toutefois, le transus α est plus élevé d'environ 100°C dans l'alliage IRIS. Nous pensons que la cinétique de formation de la microstructure duplex est trop lente pour pouvoir être obtenue dans l'alliage TNM avec un cycle SPS court comprenant seulement 2 min de maintien à la température de palier. En revanche, dans l'alliage IRIS, du fait d'une température de transus α plus haute, cette cinétique de formation de la microstructure duplex est plus rapide.

À plus haute température, la formation de la structure proche lamellaire a lieu après passage du transus α. Toutefois, l'absence d'un domaine purement α explique la présence d'un liseré. Notons que les températures du solvus γ annoncées par les diagrammes d'équilibre et F-T convergent vers ce que nous avons observé expérimentalement. Nous discuterons plus en détails cette microstructure dans la section suivante.

À haute température, pour des températures d'élaboration supérieures à 1425°C, nous retrouvons dans l'alliage IRIS une microstructure proche lamellaire dont les grains lamellaires sont issus de deux phénomènes. À ces températures, la microstructure est composée de grains α et β dans des quantités données par le diagramme F-T (fig. IV-24-b). Lors du refroidissement, soit des grains lamellaires vont se former classiquement à partir des grains α, soit des grains α vont se former à partir des grains β puis la précipitation lamellaire aura lieu. La différence va se trouver au niveau des taille et forme des grains. Dans le premier cas, ils ressembleront à ceux rencontrés dans les microstructures de plus basse température avec notamment une forme quasi-équiaxe. Dans le deuxième cas, ils prendront une forme allongée analogue à celle observée dans les alliages de titane et leur taille explosera [7].
Dans l'alliage TNM, nous retrouvons ce mélange de grains lamellaires dans les échantillons frittés entre 1325°C et 1375°C. Pour ceux frittés au-delà de 1400°C, dans le domaine monophasé β la microstructure est entièrement composée de grains lamellaires issus de β.
Les différences entre les deux alliages s'expliquent à nouveau par la différence de quantité d'aluminium qui détermine l'existence ou non d'un domaine β monophasé.

IV.4.2. Microstructure proche lamellaire

Dans cette partie, nous allons répondre à deux questions concernant la microstructure proche lamellaire des deux alliages :

- Quelle est l'origine de la limitation de la taille de grains lamellaires ?
- Comment s'est formé le liseré ?

La microstructure proche lamellaire est obtenue dans les deux alliages suite au passage dans le domaine α + β à haute température lors de l'élaboration du matériau par SPS. À cette température, les grains α sont entourés de phase β. Les grains lamellaires proviennent, comme expliqué précédemment, de la précipitation de lamelles γ dans les grains α lors du refroidissement. La taille des grains lamellaires est donc conditionnée par la taille des grains α. La croissance des grains α se fait lors du chauffage puis leur taille est figée lors du refroidissement. Dans un alliage TiAl classique à refroidissement α, cette croissance se fait soudainement sur une petite plage de température au-dessus du transus α comme nous l'avons notamment observé dans l'alliage GE 3198 sans bore dans le chapitre III. Pour réduire la taille de grains, il faut donc limiter cette croissance à haute température. Deux mécanismes entrent alors en jeu dans nos deux alliages.
La présence d'un liseré β à haute température est le premier élément limitant la croissance des grains α. La présence d'éléments lourds stabilise la phase β [18, 19] car le processus diffusif de ces éléments est très lents [2, 18].
Le deuxième mécanisme est attribué au bore. En effet, la comparaison entre les alliages IRIS avec et sans bore a mis en évidence un effet du bore positif sur le raffinement. Notons que la faible quantité de bore nous a permis d'éviter l'effet du bore sur la morphologie de la microstructure lamellaire. Pour rappel, nous avons expliqué dans le chapitre III que le bore, en grande quantité, augmente la température d'activation de la précipitation lamellaire ce qui a pour conséquence, en laissant plus de temps aux transformations lors du refroidissement, de générer la microstructure quasi-lamellaire contenant des zones γ étendues et par conséquence peu résistantes au fluage.

Bien que nous observions les mêmes mécanismes de limitation de la taille de grains dans les deux alliages, les diamètres moyens des grains lamellaires sont différents comme le montrent les mesures présentées sur la figure IV-11. Cette différence s'explique premièrement par la nature et les quantités différentes des éléments lourds. Deuxièmement, le domaine α + β est atteint à plus haute température dans l'alliage IRIS comme le montrent le diagramme d'équilibre (fig. IV-23) et le diagramme F-T (fig. IV-24). En effet, du fait d'une température d'existence du domaine α plus élevée de 150°C dans l'alliage IRIS, le processus de dissolution de la phase β présente dans le liseré est plus rapide que dans l'alliage TNM. Ceci explique la taille de grains plus importante dans l'alliage IRIS, notamment dans les échantillons frittés dans les températures hautes du domaine α + β.

La formation de la microstructure finale du liseré a lieu lors du refroidissement. Bien que les deux alliages partent d'une situation similaire à haute température, les mécanismes de transformations sont différents.
L'étude des relations d'orientation des grains γ et β_0 du liseré de l'alliage TNM présentée sur la figure IV-16 nous permet de comprendre les différentes étapes de formation récapitulées sur la figure IV-26. Lors du refroidissement, les grains γ se forment dans le liseré β indépendamment de la précipitation lamellaire (fig. IV-26-b). Comme ces grains γ n'acceptent que peu d'éléments lourds [7], ces derniers vont être rejetés en périphérie des grains γ ce qui va entrainer la formation de précipités β_0 aux joints de grains (fig. IV-26-c)) comme observé par Imayev *et al.* [20]. Ceci explique la présence majoritaire de grains γ équiaxes dans le liseré qui n'ont pas la même orientation que les lamelles γ adjacentes puisqu'ils se sont formés à partir de la phase β. Soulignons qu'une partie de la phase β des liserés ne se transforme pas en phase γ, ce qui donne les grains β_0 finaux du liseré après mise en ordre. La présence des précipités β_0 aux interfaces lamellaires s'explique aussi par la faible proportion de phase α_2 qui ne permet pas d'absorber les éléments lourds rejetés par les lamelles γ.

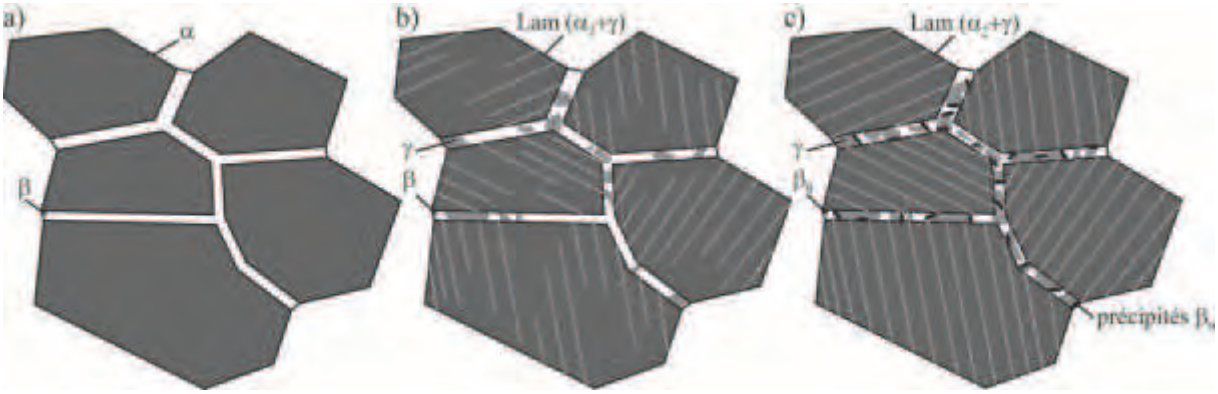


Figure IV-26 : Transformations lors du refroidissement depuis le domaine α + β dans l'alliage TNM. a) Microstructure dans le domaine α + β, b) Précipitation lamellaire + transformation $\beta \rightarrow \gamma + \beta_0$ en-dessous du solvus γ, c) Formation de précipités β_0 due au rejet des éléments lourds par la phase γ.

Dans l'alliage IRIS, deux processus différents peuvent être pris en compte :

- Soit les mécanismes sont identiques à ceux de l'alliage TNM. À haute température, les grains α sont entourés d'un liseré β qui donne après refroidissement des grains γ et des précipités β_0.
- Soit, à haute température et avant la précipitation lamellaire, des grains γ se forment aux joints de grains α_2 puis les lamelles γ précipitent à partir de ces grains.

En ce qui concerne la première hypothèse, le diagramme F-T (fig. IV-24) confirme la présence d'une importante quantité de phase β allant de 20 à 70% dans le domaine de température étudié. Par contre, au contraire de l'alliage TNM, les zones γ du liseré sont toujours ou presque de la même orientation que les lamelles γ adjacentes. Une nucléation à

haute température directement dans le liseré β cubique centré conduirait plutôt à trouver plusieurs orientations différentes des grains γ. Ceci nous permet d'écarter cette hypothèse.

Le mécanisme proposé par la seconde hypothèse est connu de la littérature [21] notamment dans certains alliages TiAl comme décrit par Zghal *et al.* [14] et plus généralement dans des alliages de titane β-métastables [22]. Les observations par MET des liserés faites par Zghal *et al.* dans un alliage Ti-Al_{47}-Cr_2-Nb_2 correspondent clairement à ce que nous voyons. Lors du refroidissement, avant la précipitation lamellaire, la nucléation de grains γ a lieu aux joints de grains (fig. IV-27-b) car la force motrice chimique est basse et le compromis entre énergie des différentes interfaces est favorable à cette transformation [14, 21]. La formation du liseré commençant à plus haute température que dans l'alliage TNM, la phase β se dissout plus rapidement et les grains γ ont plus de temps pour s'étendre grâce à une mobilité supérieure des interfaces incohérentes [14], expliquant l'absence de grains β_0 dans les liserés à température ambiante. La précipitation lamellaire va ensuite avoir lieu à partir de ces grains γ (fig. IV-27-c), ce qui explique que les grains γ du liseré ont la même orientation que les lamelles γ adjacentes. Lamelles et grains γ s'élargissent ensuite (fig. IV-27-d). La taille des zones γ et des lamelles γ obtenues à température ambiante est fortement liée à la quantité d'aluminium et à la vitesse de refroidissement. Plus il y aura d'aluminium et plus l'échantillon sera refroidi lentement, plus ces zones seront étendues [21]. La dernière étape consiste, comme dans le cas de l'alliage TNM, au rejet des éléments lourds par la phase γ sous forme de précipités β_0 (fig. IV-27-e).

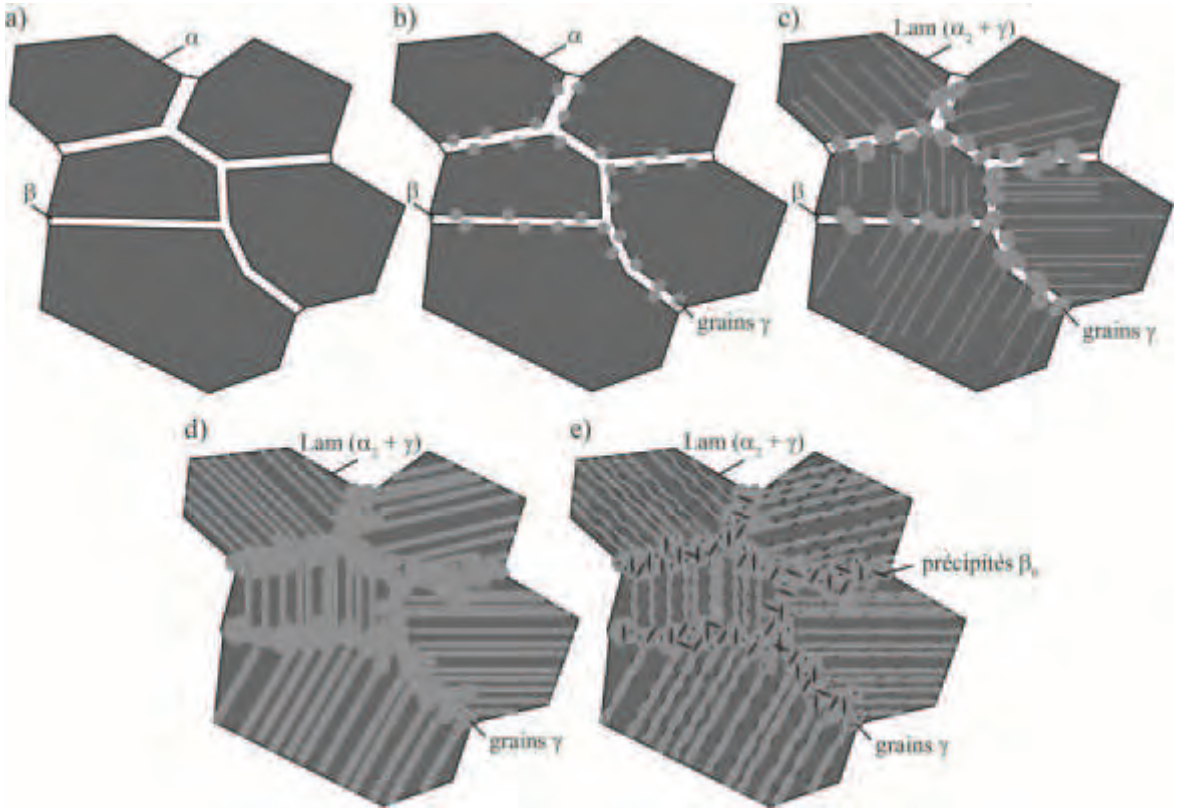


Figure IV-27 : Transformations lors du refroidissement depuis le domaine α + β dans l'alliage IRIS. a) Microstructure dans le domaine α + β. b) Formation de grains γ aux joints de grains α. c) Précipitation lamellaire à partir des grains γ qui s'élargissent. d) Élargissement des lamelles γ et des grains γ. e) Formation de précipités β_0 due au rejet des éléments lourds par la phase γ.

IV.5. CONCLUSION

En conclusion, les microstructures des deux alliages TNM et IRIS ont été explorées, caractérisées et comparées dans une gamme de température allant de 1200 à 1425°C. Dans

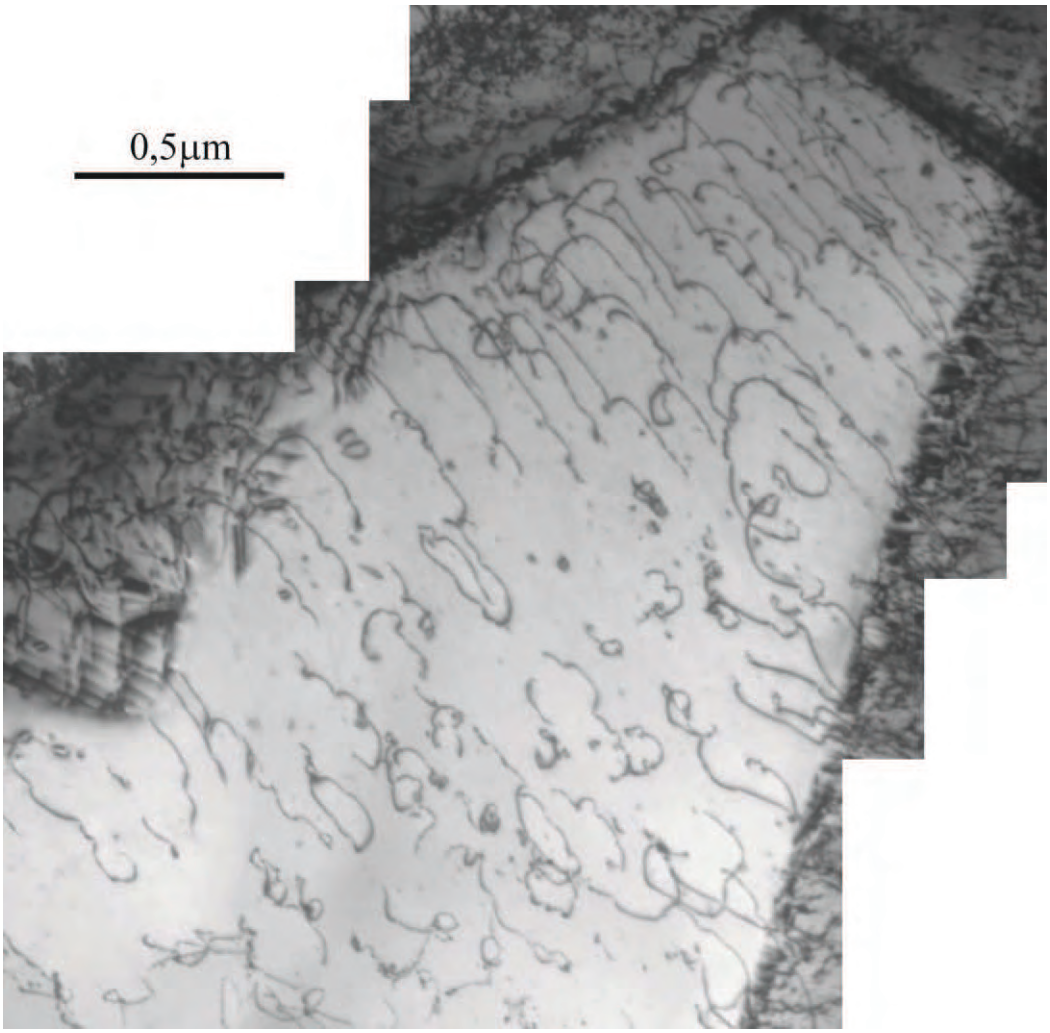
l'alliage TNM, trois microstructures sont accessibles : biphasée + β_0, proche lamellaire et lamellaire HT. Dans l'alliage IRIS contenant plus d'aluminium, cinq microstructures ont été obtenues : dendritique, biphasée + β_0, duplex, proche lamellaire et lamellaire HT.

Dans les deux alliages, nous avons réussi à obtenir des microstructures proches lamellaires à petits grains. Leur taille de grains réduite est due à la présence de phase β à haute température qui entoure les grains α et qui limite de ce fait leur croissance. Elle résulte également de l'ajout de bore qui génère des borures épinglant les joints de grains. À température ambiante, la présence d'un liseré composé de phase γ et β_0 entourant les grains lamellaires a été expliquée dans les deux alliages. Ce liseré est susceptible d'améliorer l'allongement à la rupture en augmentant la quantité de phase γ plus ductile. Cette microstructure proche lamellaire à petits grains présente les meilleurs atouts pour répondre au cahier des charges.

Références bibliographiques

[1] H. Jabbar, Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier, Toulouse, 2010.
[2] H. Clemens, W. Wallgram, S. Kremmer, V. Guther, A. Otto, and A. Bartels, Advanced Engineering Materials 10 (2008) 707.
[3] Schwaighofer, E., H. Clemens, et al. (2014). Intermetallics 44 (0) 128-140.
[4] H. Jabbar, J. P. Monchoux, M. Thomas, and A. Couret, Acta Materialia 59 (2011) 7574.
[5] M. Schloffer, F. Iqbal, H. Gabrisch, E. Schwaighofer, F.-P. Schimansky, S. Mayer, A. Stark, T. Lippmann, M. Göken, F. Pyczak, and H. Clemens, Intermetallics 22 (2012) 231.
[6] A. Rahmel, W. J. Quadakkers, and M. Schutze, Werkstoffe Und Korrosion-Materials and Corrosion 46 (1995) 271.
[7] Verstraete, Université Paris XI Orsay, Thèse, Paris, 1998, p. 156.
[8] V. M. Imaev, R. M. Imaev, T. I. Oleneva, and T. G. Khismatullin, Physics of Metals and Metallography 106 (2008) 641.
[9] H. Clemens and S. Mayer, Advanced Engineering Materials 15 (2013) 191.
[10] D. Seo, L. Zhao, and J. Beddoes, Metallurgical and Materials Transactions A 34 (2003) 2177.
[11] D. Hu, Intermetallics 9 (2001) 1037.
[12] H. L. Zhu, D. Y. Seo, K. Maruyama, and P. Au, Scripta Materialia 54 (2006) 425.
[13] I. Gil, M. A. Muñoz-Morris, and D. G. Morris, Intermetallics 9 (2001) 373.
[14] S. Zghal, M. Thomas, and A. Couret, Intermetallics 19 (2011) 1627.
[15] S. Zghal, S. Naka, and A. Couret, Acta Materialia 45 (1997) 3005.
[16] H. Jabbar, A. Couret, L. Durand, and J. P. Monchoux, Journal of Alloys and Compounds 509 (2011) 9826.
[17] H. Jabbar, J. P. Monchoux, F. Houdellier, M. Dolle, F. P. Schimansky, F. Pyczak, M. Thomas, and A. Couret, Intermetallics 18 (2010) 2312.
[18] W. Wallgram, T. Schmolzer, L. M. Cha, G. Das, V. Guther, and H. Clemens, International Journal of Materials Research 100 (2009) 1021.
[19] H. F. Chladil, H. Clemens, H. Leitner, A. Bartels, R. Gerling, F. P. Schimansky, and S. Kremmer, Intermetallics 14 (2006) 1194.
[20] R. M. Imayev, V. M. Imayev, M. Oehring, and F. Appel, Intermetallics 15 (2007) 451.
[21] L. Priester, Les joints de grains - De la théorie à l'ingéniérie, EDP Science, 2006.
[22] B. Appolaire, L. Héricher, and E. Aeby-Gautier, Acta Materialia 53 (2005) 3001.

CHAPITRE V
PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES ET MÉCANISMES DE DÉFORMATION



Population de dislocations ordinaires dans un grain γ de l'alliage IRIS (Ti-Al_{48}-W_2-$B_{0,08}$). Elles sont allongées dans leur direction vis et ancrées sur plusieurs points d'épinglage.

CHAPITRE V : PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES ET MÉCANISMES DE DÉFORMATION

V.1. INTRODUCTION

Dans le chapitre précédent, nous avons dressé un comparatif des microstructures des deux alliages TNM et IRIS. Dans celui-ci, nous allons étudier les propriétés mécaniques de ces alliages densifiés par SPS. Nous présenterons les résultats d'essais de traction et de fluage et nous nous focaliserons sur les microstructures les plus performantes. Dans la seconde partie, nous présenterons une étude de la plasticité de ces alliages afin d'expliquer leurs propriétés mécaniques. Ces travaux reposent sur des analyses *post-mortem* par MET d'échantillons déformés, qui seront soutenues par des essais de déformation *in situ* réalisés dans le microscope électronique.

V.2. ESSAIS MÉCANIQUES

Beaucoup de paramètres sont à prendre en compte pour qualifier un matériau comme la ténacité, la fatigue, la résistance à l'oxydation ... Dans notre étude, nous nous sommes concentrés sur les essais de traction et de fluage.

V.2.1. Essais de traction

V.2.1.1. Traction à température ambiante

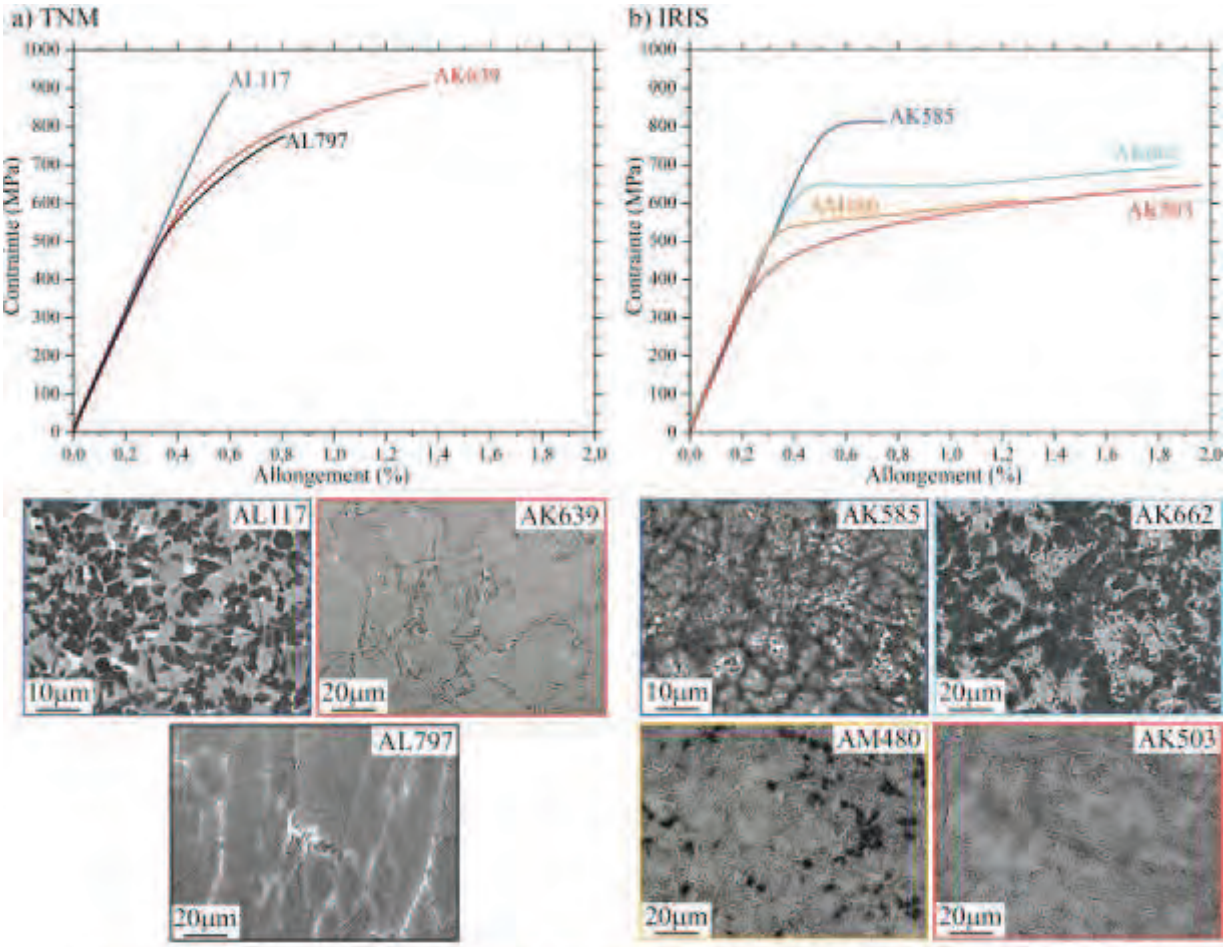
V.2.1.1.1. Résultats des essais

La figure V-1 récapitule les résultats obtenus dans les deux alliages TNM et IRIS. La première différence, indépendamment du type de microstructure, est la plus faible ductilité et la plus haute résistance de l'alliage TNM par rapport à l'alliage IRIS. Nous pouvons admettre qu'en règle générale ces deux caractéristiques sont liées : plus la contrainte de déformation est élevée, moins l'alliage va accepter de se déformer.

L'échantillon biphasé + β_0 (AL117) de l'alliage TNM casse en tout début de domaine plastique. Ce résultat peut être expliqué par l'importante quantité de phase α_2 et β_0 qui fragilise le matériau. En effet, la phase α_2 est considérée comme peu déformable [1] car très résistante par rapport à la phase γ. C'est aussi le cas de la phase β_0 [2-4], bien que moins résistante que la phase α_2. Dans l'alliage IRIS, les propriétés en traction des microstructures biphasées + β_0 sont dépendantes de la taille de grains et des proportions de phase. L'échantillon réalisé à la plus basse température (AK585), majoritairement γ à petits grains, est plus résistant et moins ductile que celui réalisé 55°C plus haut (AK662). Ce dernier est constitué en moins grande quantité de grains γ mais ces derniers sont de taille plus importante. Nous retrouvons ici la relation entre résistance et ductilité.
Les deux courbes des échantillons biphasés + β_0 de l'alliage IRIS présentent le même aspect avec un très faible taux d'écrouissage caractéristique des microstructures majoritairement γ [5].

La courbe de l'échantillon duplex (AM480) de l'alliage IRIS présente un aspect similaire avec un écrouissage qui semble légèrement plus important. Malgré une baisse de la résistance, la ductilité est elle aussi réduite. Cette caractéristique peut être liée à la présence de grains lamellaires moins tenaces [6] qui se fracturent prématurément par rupture intra-granulaire [7, 8].

Les courbes des échantillons proches lamellaires de l'alliage TNM (AK639 et AL797) et de l'alliage IRIS (AK503) sont typiques de celles des alliages lamellaires [9] avec un taux d'écrouissage plus important.



c)

Référence	Alliage	T (°C)	E (GPa)	$\sigma_{e\,0.2\%}$ (MPa)	σ_m (MPa)	A (%)
AL117	TNM	1235	153	888	888	0
AK639	TNM	1305	148	763	911	0,82
AL797	TNM	1430	149	724	775	0,3
AK585	IRIS	1230	163	812	813	0,3
AK662	IRIS	1285	155	647	696	1,5
AM480	IRIS	1330	179	554	611	0,91
AK503	IRIS	1355	151	490	646	1,6

Figure V-1 : Essais de traction à température ambiante des deux alliages a) TNM et b) IRIS. c) Récapitulatif des résultats. Les couleurs des courbes, des cadres et du tableau correspondent.

Nous avons réalisé des mesures de composition chimique locale par EDX-MEB. Malgré une imprécision relativement importante, ces mesures nous donnent des indications assez fiables sur la répartition des divers éléments. Dans l'alliage TNM, la figure V-2 montre un exemple de la mesure de la composition des trois phases, représentatif pour l'ensemble des échantillons proches lamellaires étudiés. Les résultats des pointés sont récapitulés dans le tableau V-1. Le bore n'est pas détecté car il est trop léger et les borures sont trop petits. La phase β_0 est naturellement la plus chargée en éléments lourds car ces derniers sont connus pour la stabiliser [2, 10]. Les grains γ sont les plus proches de la composition chimique du TNM et contiennent de l'ordre de 1% de Mo et de 5,5% de Nb. Les pointés dans les grains lamellaires n'ont été réalisés qu'à titre indicatif car les lamelles étant très fines, le signal obtenu est influencé par les deux phases α_2 et γ.

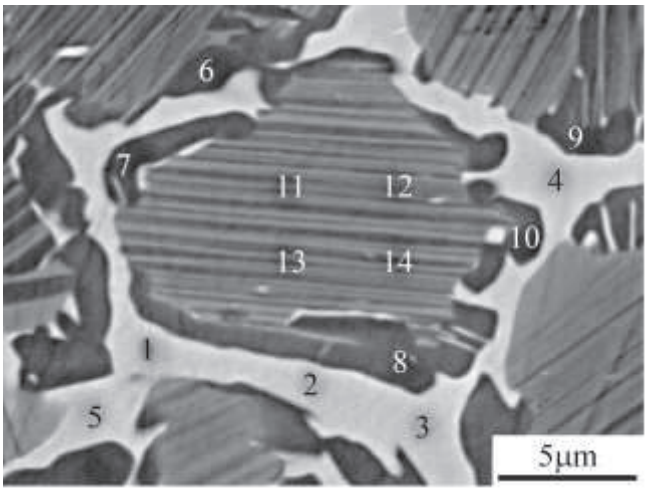


Figure V-2 : Pointés EDX dans les différentes phases de la microstructure proche lamellaire de l'alliage TNM.

Tableau V-1 : Résultats des pointés EDX indiqués sur la figure V-2 (en % atomiques).

Spectres	Al	Ti	Nb	Mo	Spectres	Al	Ti	Nb	Mo	Spectres	Al	Ti	Nb	Mo
Grains β_0					Grains γ					Grains lamellaires				
1	34,1	55,2	7,0	3,7	6	45,1	48,8	5,3	0,9	11	41,4	52,1	5,5	1,1
2	33,4	55,3	7,2	4,1	7	44,1	49,6	5,4	0,9	12	41,6	51,9	5,4	1,1
3	33,5	55,6	7,0	3,8	8	45,2	47,8	6,0	1,0	13	41,7	52,0	5,2	1,0
4	33,8	56,3	6,6	3,3	9	45,1	48,6	5,5	0,9	14	42,3	51,1	5,3	1,3
5	33,3	55,8	7,0	3,9	10	44,9	48,6	5,6	0,9	Moyenne	41,8	51,8	5,3	1,1
Moyenne	33,6	55,7	7,0	3,7	Moyenne	44,9	48,7	5,5	0,9					

Des mesures identiques ont été réalisées dans la microstructure proche lamellaire de l'alliage IRIS (fig. V-3). Les résultats sont reportés dans le tableau V-2. De même que pour les mesures précédentes, les pointés dans les grains lamellaires sont donnés à titre indicatif. Les pointés 10 et 11 concentrés sur des précipités β_0 ne sont pas concluants. Ces derniers étant trop petits, l'influence de la matrice γ est trop importante. Les mesures dans les grains γ montrent une quantité de tungstène de 2%. Nous notons là une différence importante avec l'alliage G4 de composition chimique similaire Ti-Al_{47}-Re_1-W_1-$Si_{0.2}$ densifié par SPS, où les éléments lourds W et Re avaient une très forte tendance à être concentrés dans les précipités β_0 [11], ce qui limite leur rôle sur la plasticité de la phase γ.

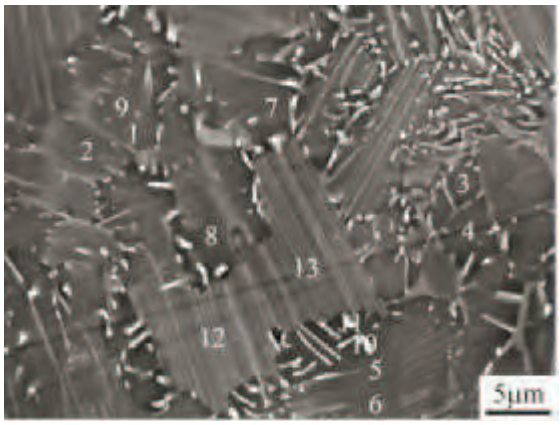


Figure V-3 : Pointés EDX dans les différentes phases de la microstructure proche lamellaire de l'alliage IRIS.

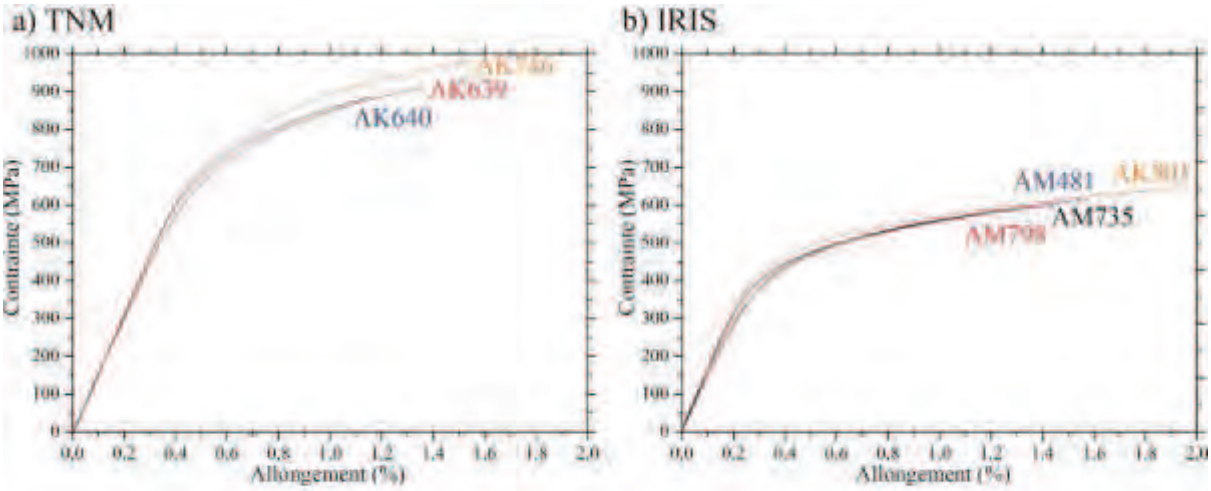
Tableau V-2 : Résultats des pointés EDX indiqués sur la figure V-3 (en % atomiques).

Spectres	Al	Ti	W	Spectres	Al	Ti	W	Spectres	Al	Ti	W
Grains γ				Précipités β_0				Grains lamellaires			
1	44,9	52,9	2,2	10	44,5	53,2	2,3	12	43,8	53,7	2,5
2	45,1	52,6	2,3	11	44,2	53,7	2,1	13	44,6	53,2	2,2
3	45	52,8	2,2	Moyenne	44,4	53,4	2,2	Moyenne	44,2	53,5	2,4
4	45,1	53	1,9								
5	45,5	52,5	2,1								
6	45,6	52,3	2,1								
7	45,9	52	2,1								
8	45,6	52,4	2								
9	44,3	53,5	2,2								
Moyenne	45,2	52,7	2,1								

V.2.1.1.2. Microstructure proche lamellaire

La figure V-4 présente les courbes de traction pour l'ensemble des échantillons proches lamellaires des deux alliages. Dans l'alliage TNM, nous observons une augmentation peu prononcée de la ductilité avec la température de frittage. Même si ces différences ne sont pas très importantes, nous les avons retrouvées lors de la répétition de chacun de ces essais, ce qui confirme la grande reproductibilité des propriétés mécaniques des alliages fabriqués par SPS. La variation des limites d'élasticité ne semble pas être reliée à l'augmentation de la température d'élaboration.

Pour l'alliage IRIS, les courbes des quatre échantillons à microstructures proches lamellaires sont plus proches encore, avec une limite d'élasticité quasi-identique. Par contre, la ductilité diminue légèrement avec l'augmentation de la température du palier SPS. La figure V-5 montre que la diminution de l'allongement semble être reliée à l'augmentation de la taille des grains lamellaires et donc à l'augmentation de la température d'élaboration. Soulignons que l'alliage IRIS offre une microstructure proche lamellaire aux propriétés reproductibles sur une plage de température d'au moins 80°C. Les pièces de forme complexe densifiées par SPS présentées par la suite pourront donc accepter un gradient thermique de 80°C.



c)

Référence	Alliage	T (°C)	E (Gpa)	$\sigma_{e\,0,2\%}$ (MPa)	σ_m (MPa)	A (%)
AK640	TNM	1260	158	773	885	0,58
AK639	TNM	1305	148	763	911	0,82
AK746	TNM	1335	157	806	981	0,9
AK503	IRIS	1355	148	490	613	1,6
AM481	IRIS	1385	120	493	613	1,14
AM735	IRIS	1410	146	479	597	1,07
AM798	IRIS	1430	126	480	597	1,07

Figure V-4 : Essais de traction à température ambiante des microstructures proches lamellaires des deux alliages a) TNM et b) IRIS. c) Tableau récapitulatif des propriétés.

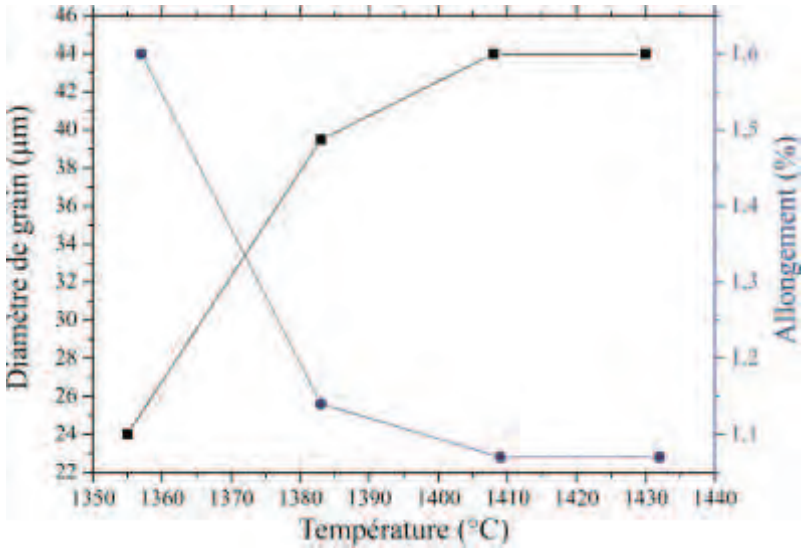


Figure V-5 : Concordance entre l'augmentation de la taille de grains lamellaires et la diminution de la ductilité à température ambiante de la microstructure proche lamellaire de l'alliage IRIS.

V.2.1.1.3. Facies de rupture

Nous avons observé les facies de rupture des éprouvettes de traction pour vérifier si les faibles ductilités ne peuvent pas être aussi expliquées par des ruptures prématurées. Elles pourraient être dues, par exemple, à des inclusions de titane ou de fer comme cela a été le cas dans d'autres alliages TiAl frittés par SPS [12]. L'analyse de l'échantillon biphasé + β_0 de l'alliage TNM (fig. V-6) met en évidence une rupture de type inter-granulaire (fig. V-6-b). La zone d'amorce indiquée par la flèche noire est bien visible sur la figure V-6-a. Aucune inclusion ne semble présente dans cette zone.

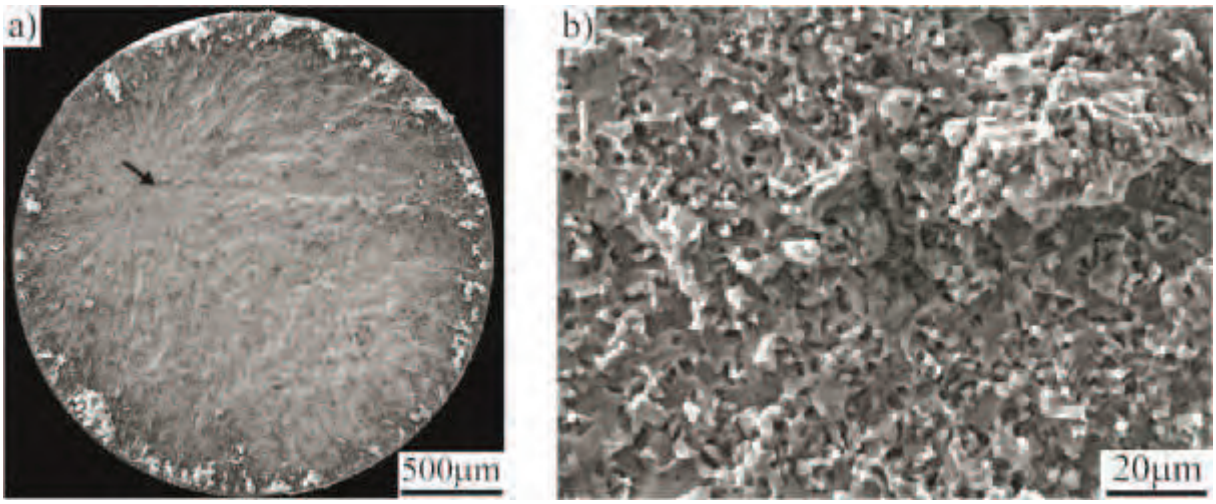


Figure V-6 : Facies de rupture de l'échantillon biphasé + β_0 de l'alliage TNM (échantillon AL117 - 1235°C). a) Section entière de l'éprouvette. b) Agrandissement de la zone d'amorce identifiée par la flèche noire en a).

La figure V-7 montre des analyses représentatives des microstructures proches lamellaires des deux alliages. Quel que soit l'alliage, la zone d'amorce n'a pas été identifiable. Les zones montrées sur la figure V-7 sont caractéristiques de l'ensemble de la surface de l'éprouvette. La rupture semble inter-granulaire. Nous voyons très peu de zones où la rupture s'est faite le long des interfaces lamellaires (flèche blanche sur la figure V-7-a).

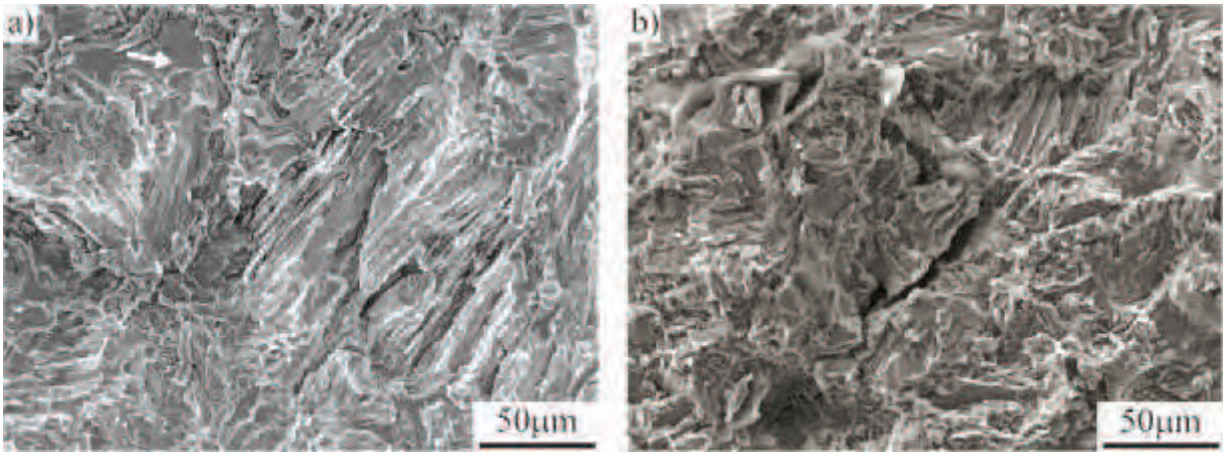


Figure V-7 : Facies de rupture d'éprouvettes de traction proches lamellaires des deux alliages a) IRIS (échantillon AM481) et b) TNM (échantillon AM481).

Par contre, dans l'alliage TNM, nous avons mis en évidence des inclusions en quantité importante dans tous les échantillons quelle que soit la microstructure. Elles ont des tailles pouvant aller jusqu'à plusieurs dizaines de microns. La figure V-8 en montre un exemple avec des pointés EDX dans un échantillon biphasé + β_0 (AL117). Les résultats des pointés sont récapitulés dans le tableau V-3. Les éléments Na et Cl sont présents en quantité supérieure aux Nb et Mo. Des inclusions contenant du Si, Mg et Fe ont aussi été détectées dans l'échantillon proche lamellaire AK640. Nos différentes analyses des faciès de rupture n'ont jamais permis de corréler les amorces de rupture à ces inclusions. En conclusion, même si ces inclusions sont présentes régulièrement dans les alliages TNM et ne se dissolvent pas pour les plus hautes températures de densification, nous n'avons détecté aucune influence de leur part sur les propriétés mécaniques.

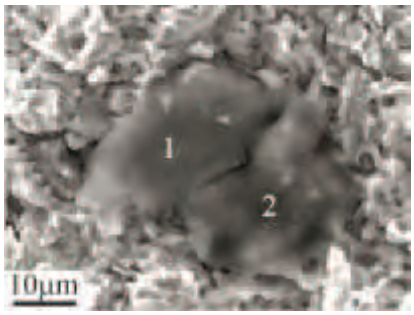


Figure V-8 : Pointés EDX sur une inclusion présente dans l'échantillon biphasé + β_0 AL117 de l'alliage TNM.

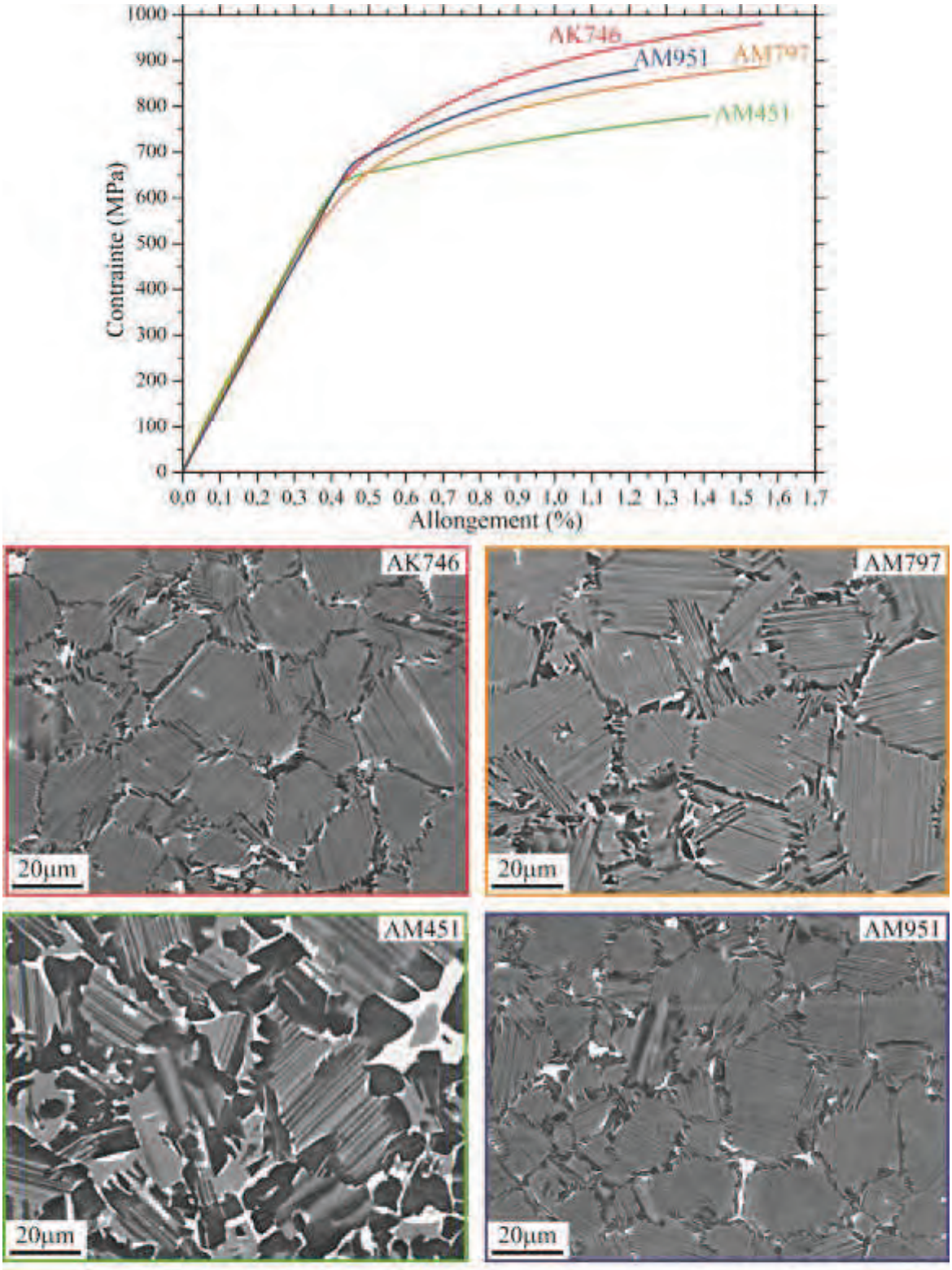
Tableau V-3 : Résultats des pointés EDX indiqués sur la figure V-8 (en % atomiques).

Spectres	Ti	Al	Nb	Mo	Na	Cl	O
1	21,9	12,5	1,5	0,8	2,7	2,3	58,3
2	10,6	8,5	1	0,9	5,9	5,8	67,3

V.2.1.2. Traitements thermiques dans l'alliage TNM

Les microstructures proches lamellaires possèdent de hautes limites d'élasticité mais leur ductilité reste limitée. Nous avons essayé de l'améliorer dans l'alliage TNM en explorant deux voies : l'augmentation de la quantité de phase γ ductile et la diminution de la phase β_0 fragile.

En refroidissant les échantillons plus lentement, nous laissons plus de temps aux transformations microstructurales pour se produire. Nous avons travaillé à partir du cycle SPS réalisé pour l'échantillon AK746 qui donne déjà la meilleure ductilité. En accord avec le diagramme F-T présenté dans le chapitre précédent, nous avons fait varier la vitesse de refroidissement entre 1335°C (température de frittage) et 1000°C. Dans ce domaine de température, la quantité de phase γ (à l'équilibre) augmente de 0 à 70% avec le refroidissement. Les phases α_2 et β_0 chutent alors à environs 15% chacune. La figure V-9 présente les courbes de traction pour trois vitesses de refroidissements ainsi que les images MEB des microstructures correspondantes. La première (échantillon AK746 - courbe rouge), est celle d'un échantillon classique Ø36h8mm avec une vitesse de refroidissement de 90°C/min. Les deux autres sont de 50°C/min (échantillon AM797 - courbe orange) et 10°C/min (échantillon AM451 - courbe verte). D'un point de vue microstructural, le refroidissement de 50°C/min (AM797) ne semble pas avoir d'impact visible au MEB. Par contre, les propriétés en traction ont été légèrement modifiées. En effet, la limite d'élasticité a chuté de 60MPa et l'allongement a légèrement augmenté pour atteindre 0,98%. Le refroidissement de 10°C/min (AM451) a, quant à lui, entrainé d'importantes modifications microstructurales. Bien que la taille de grains lamellaires ne semble pas avoir beaucoup varié, la taille des grains γ et β_0 présents dans les liserés a fortement augmenté. Ces modifications ont des répercussions sur les propriétés mécaniques. La limite d'élasticité à chutée de 130MPa mais l'allongement à la rupture n'a pas été impacté.
L'échantillon AM951, dont les résultats de l'essai de traction sont aussi présentés sur la figure V-9, a été fritté dans les mêmes conditions que l'échantillon AK746 refroidissement compris. Par contre, il a subi un traitement extérieur dit de stabilisation de six heures au four à 850°C. À cette température, la fraction volumique de phase γ devient maximale sur le diagramme F-T présenté dans le chapitre précédent, tandis que celle de la phase β_0 devient minimale. Ce traitement avait donc pour but de diminuer la quantité de phase β_0 présente dans les liserés qui est réputée fragile à température ambiante [2-4] en favorisant la phase γ plus ductile. Nous pouvons voir sur l'image MEB de la microstructure correspondante, que là aussi, il n'y aucun changement notable par rapport à l'échantillon AK746 de référence. La courbe de l'essai de traction est aussi proche de celle de cet échantillon, si ce n'est que la ductilité a diminué. Notons qu'un traitement similaire réalisé au four (maintien d'une heure à 1330°C, refroidissement à l'air puis traitement de 6h à 850°C) a donné exactement la même limite d'élasticité et la même ductilité [3].



Référence	Refroidissement	E (GPa)	$\sigma_{e\ 0,2\%}$ (MPa)	σ_m (MPa)	A (%)
AK746	90°C/min (classique)	157	806	981	0,9
AM797	50°C/min	148	741	887	0,98
AM451	10°C/min	153	677	780	0,92
AM951	90°C/min + 850°C/6h (four)	151	771	880	0,63

Figure V-9 : Essais d'amélioration des propriétés de la microstructure proche lamellaire de l'alliage TNM par la variation de la vitesse de refroidissement.

Ces traitements thermiques ont eu pour effet de modifier légèrement les propriétés mécaniques en traction mais sans réellement les améliorer. La résistance mécanique est diminuée. Seul l'échantillon AM797 possède un allongement à rupture de 0.98%, ce qui est, pour cet alliage TNM, une des ductilités les plus importantes tous procédés et traitements thermiques confondus [3].

V.2.1.3. Traction à chaud IRIS

Nous avons mesuré la résistance à la traction à haute température de l'alliage IRIS avec une microstructure proche lamellaire. Les échantillons testés ont été densifiés à 1355°C. Les résultats sont présentés sur la figure V-10.

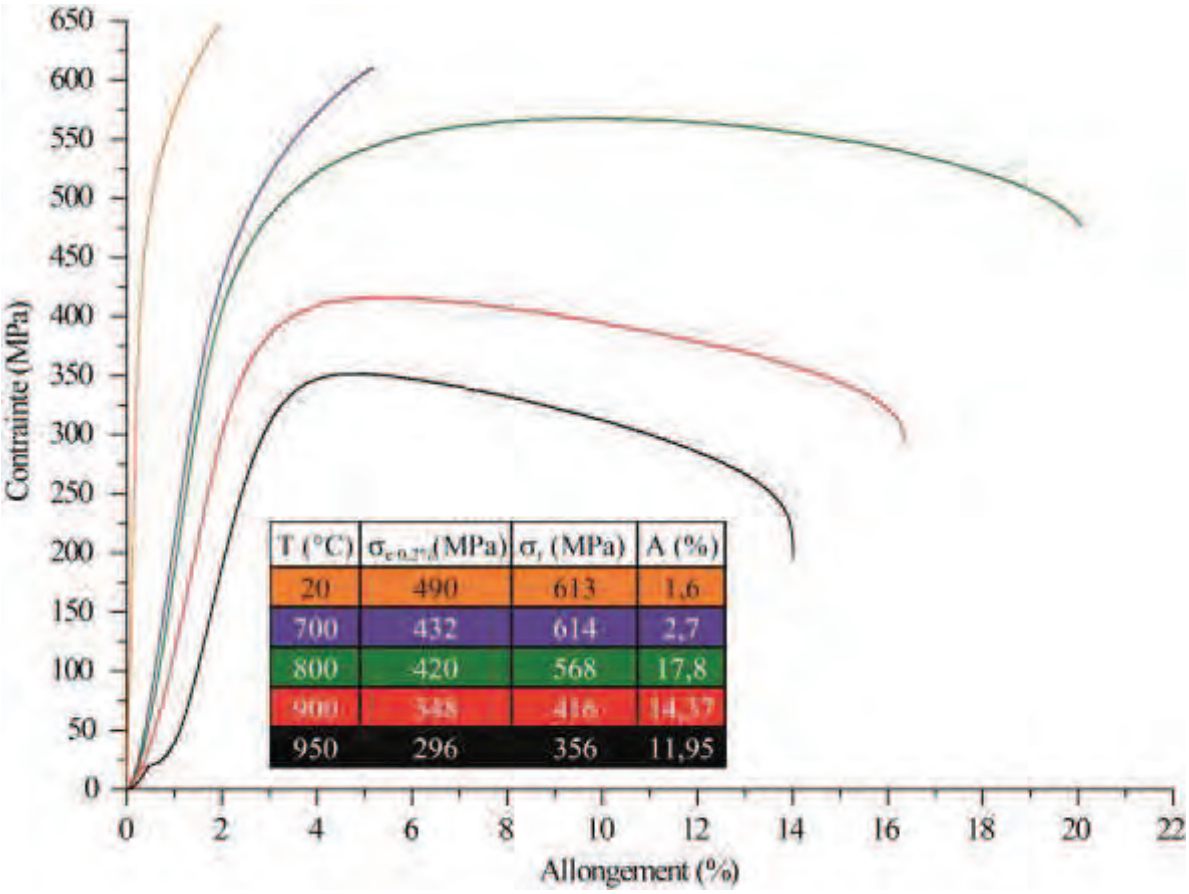


Figure V-10 : Essais de traction à chaud sur des échantillons proches lamellaires de l'alliage IRIS.

Classiquement, la limite d'élasticité chute avec la température tandis que l'allongement augmente. Cette évolution avec la température de ces deux paramètres est tracée sur la figure V-11. Si l'on regarde la courbe de la limite d'élasticité, nous pouvons distinguer deux parties. La première, entre 20 et 800°C, où la valeur de contrainte diminue doucement passant de 490 à 420 MPa. La deuxième, de 800 à 950°C, où la contrainte chute plus rapidement passant de 420 à 296 MPa. Nous retrouvons la transition fragile-ductile des alliages TiAl. Entre 20 et 700°C, l'allongement à rupture augmente peu puis il passe de 2,7 à 17,8% en 100°C. Notons qu'entre 800 et 950°C, cet allongement diminue de presque 6%. Il faut quand même souligner la très haute résistance de l'alliage IRIS jusqu'à 950°C.

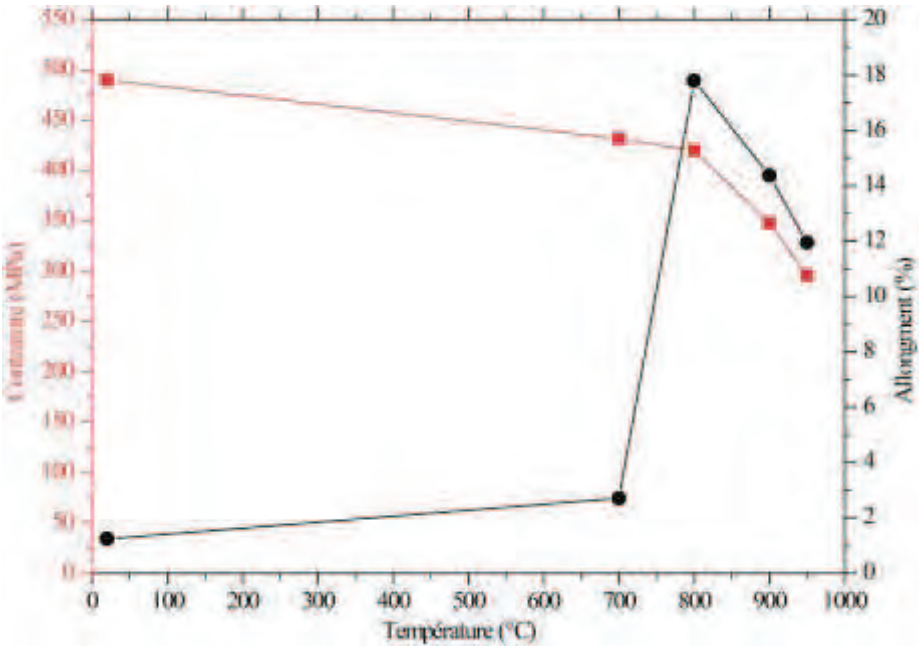
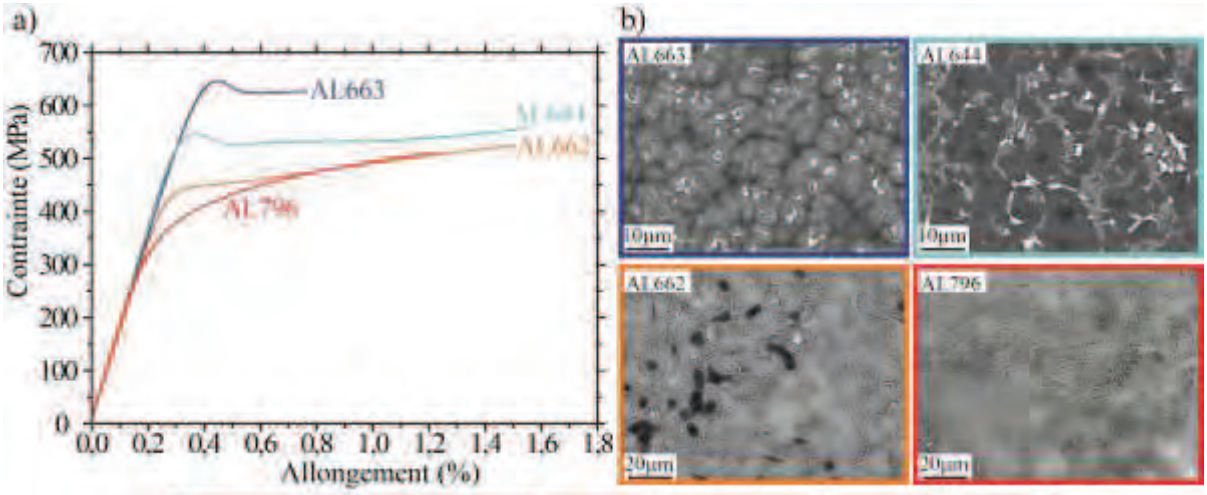


Figure V-11 : Évolution de la limite d'élasticité et de l'allongement à rupture avec la température de la microstructure proche lamellaire de l'alliage IRIS (échantillon AL332 – 1355°C).

V.2.1.4. Effet de bore dans l'alliage IRIS

Dans un but de comparaison et d'évaluation de l'effet du bore, nous avons réalisé des essais de traction dans l'alliage IRIS sans bore, dont les microstructures ont été présentées dans le chapitre précédent. Les résultats sont présentés sur la figure V-12.



c)

Référence	Température(°C)	E (GPa)	$\sigma_{e\,0,2\%}$ (MPa)	σ_m (MPa)	A (%)
AL663	1235	172	624	645	0,41
AL644	1285	182	527	556	1,23
AL662	1360	164	453	524	1,2
AL796	1395	134	428	509	0,94

Figure V-12 : Essais de traction dans la poudre IRIS sans bore. a) Courbes des essais, b) Rappel des microstructures et c) Tableau récapitulatif des résultats.

Si nous comparons ces propriétés avec celles de l'alliage au bore (fig. V-1-b), nous pouvons voir que la limite d'élasticité de l'alliage sans bore est toujours en-dessous de celui au bore à microstructure équivalente. Ceci est en accord avec une taille de grains plus élevée dans l'alliage sans bore. Par contre, les évolutions de la ductilité avec la teneur en bore, la

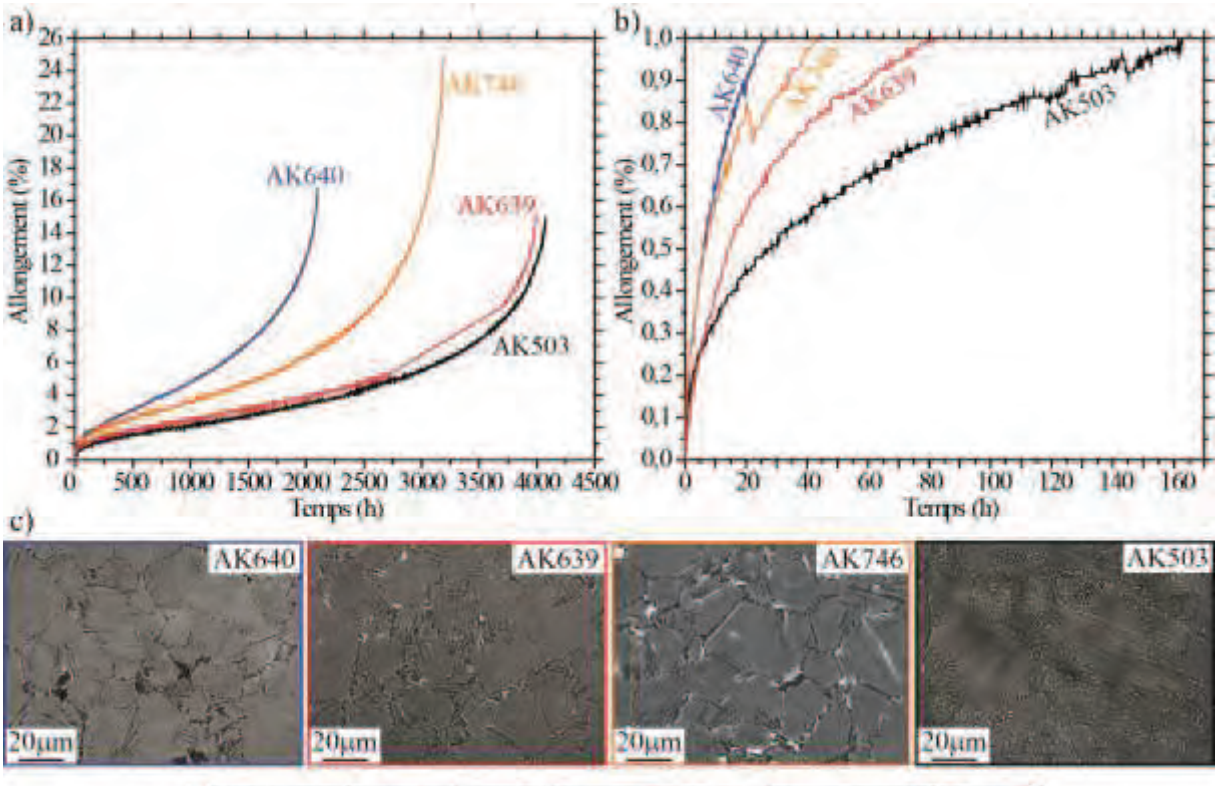
température de densification ou la taille de grains ne font pas apparaitre de tendance claire. Notons toutefois que la ductilité de la microstructure proche lamellaire est tout de même d'environ 25% plus faible dans l'alliage sans bore.

V.2.2. Essais de fluage

Nous avons réalisé des essais de fluage à 700°C/300MPa sur les échantillons proches lamellaires des deux alliages IRIS et TNM. Ces conditions font partie du cahier des charges demandé par la SNECMA. Les autres microstructures n'ont pas été testées car nous savons, par la littérature et nos études précédentes, qu'elles sont très peu résistantes au fluage. Nous avons ensuite sélectionné la microstructure la plus performante et l'avons testée dans d'autres conditions.

V.2.2.1. Fluage des microstructures proche lamellaires des deux alliages sous 700°C/300MPa

Dans l'alliage IRIS, nous avons testé la microstructure proche lamellaire obtenue dans les échantillons frittés à 1355°C donnant la meilleure ductilité à température ambiante. Dans l'alliage TNM, nous avons testé les trois microstructures proches lamellaires qui donnaient en traction des propriétés moins reproductibles que celle de l'alliage IRIS afin de vérifier si nous retrouvons la même dispersion. La figure V-13 présente les résultats de ces essais.



d)

Référence	Alliage	T (°C)	Durée de vie (h)	V mini (s^{-1})	$t_{1\%}$ (h)
AK640	TNM	1260	2098	$9,4.10^{-9}$	26
AK639	TNM	1305	4000	$3,6.10^{-9}$	82
AK746	TNM	1335	3195	6.10^{-9}	44
AK503	IRIS	1355	4076	$3,5.10^{-9}$	164

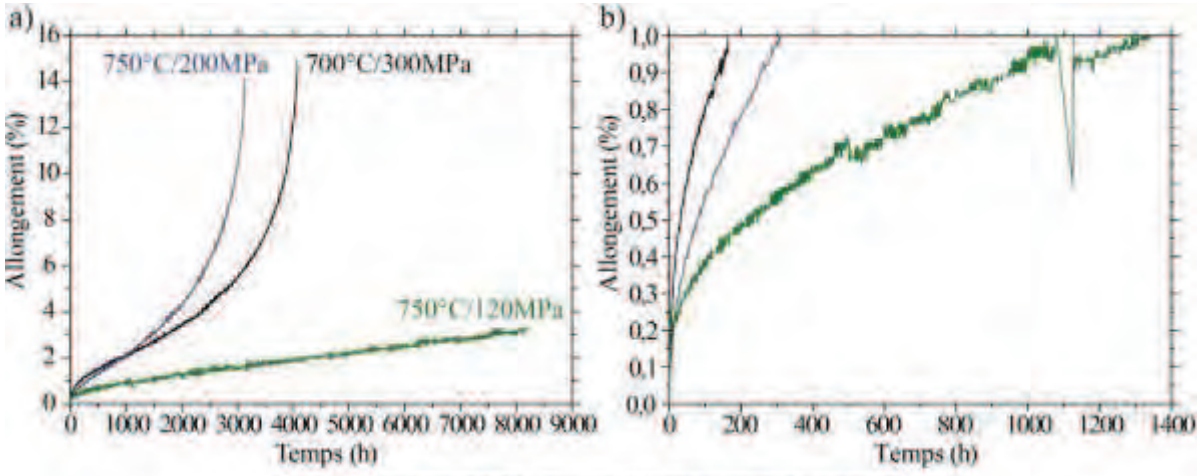
Figure V-13 : Essais de fluage à 700°C sous 300MPa des microstructures proches lamellaires des deux alliages IRIS et TNM. a) Courbes générales, b) Agrandissement entre 0 et 1% d'allongement, c) Rappel des microstructures, d) Tableau récapitulatif des propriétés.

Pour les trois microstructures proches lamellaires de l'alliage TNM, nous mesurons une dispersion sur la tenue en fluage assez importante, supérieure à celle mesurée en traction. C'est la température de densification située au milieu de la plage de température donnant accès à cette microstructure qui permet d'obtenir la meilleure résistance.

Les courbes obtenues pour l'alliage IRIS (AK503) et le meilleur des TNM (AK640) sont quasiment identiques malgré des caractéristiques des microstructures comme la taille de grains, la fraction volumique des phases ou la composition chimique différentes. Il est remarquable que, pour ces deux échantillons, nous obtenons des propriétés en fluage extrêmement proches alors que leurs comportements en traction à la température ambiante sont très différents. Enfin, la résistance en fluage de ces deux alliages est exceptionnelle.

V.2.2.2. Fluage de la microstructure proche lamellaire de l'alliage IRIS sous différentes conditions

Le cahier des charges impose d'autres conditions de fluage à 750°C sous 200MPa et 120MPa. Ces essais ont été mis en œuvre avec l'alliage IRIS. La figure V-14 présente les résultats des deux essais de fluage dans les nouvelles conditions comparés à l'essai réalisé à 700°C sous 300MPa. L'essai réalisé à 750°C sous 120MPa a été interrompu au bout de 8200h avant que le fluage tertiaire n'ait commencé. Ces essais confirment l'excellente tenue en fluage et/ou à haute température de notre alliage IRIS.



c)

Conditions	Durée de vie (h)	V. mini (s^{-1})	$t_{1\%}$ (h)
700°C/300MPa	4076	$3,5x10^{-9}$	164
750°C/200MPa	3139	$4,5x10^{-9}$	308
750°C/120MPa	8200 = 3,2%	$8,2x10^{-10}$	1350

Figure V-14 : Essais de fluages sur la microstructure proche lamellaire de l'alliage IRIS sous trois conditions. a) Courbes générales, b) Agrandissement entre 0 et 1% d'allongement, c)Tableau récapitulatif des propriétés. Du fait de sa vitesse de fluage secondaire très lente, l'essai réalisé à 750°C sous 120MPa a été interrompu au bout de 8200h.

V.3. PLASTICITÉ

Pour corréler microstructures et propriétés mécaniques, nous avons étudié la déformation plastique des alliages proches lamellaires IRIS et TNM. Notre objectif est de déterminer les modes de déformation actifs, les mécanismes de déformation correspondants et les chemins suivis par la déformation dans la microstructure. Pour cela, nous avons d'abord travaillé sur des lames minces extraites des éprouvettes déformées en traction à température ambiante. Nous avons ensuite complété les résultats obtenus par des essais de traction *in-situ* sur des

lames minces. Pour finir, nous avons réalisé une autre étude *post-mortem* dans des lames minces extraites des éprouvettes de fluage.

V.3.1. Étude d'échantillons déformés en traction à température ambiante

Nous étudierons successivement la déformation dans les liserés et dans les grains lamellaires.

V.3.1.1. Déformation du liseré

V.3.1.1.1. Modes de déformation dans les grains γ

La figure V-15 présente des images prises au MET de grains γ contenus dans des liserés de la microstructure proche lamellaire de l'alliage IRIS. Les deux premiers font partis du liseré du grain lamellaire présenté dans le chapitre précédent (fig. IV-18).

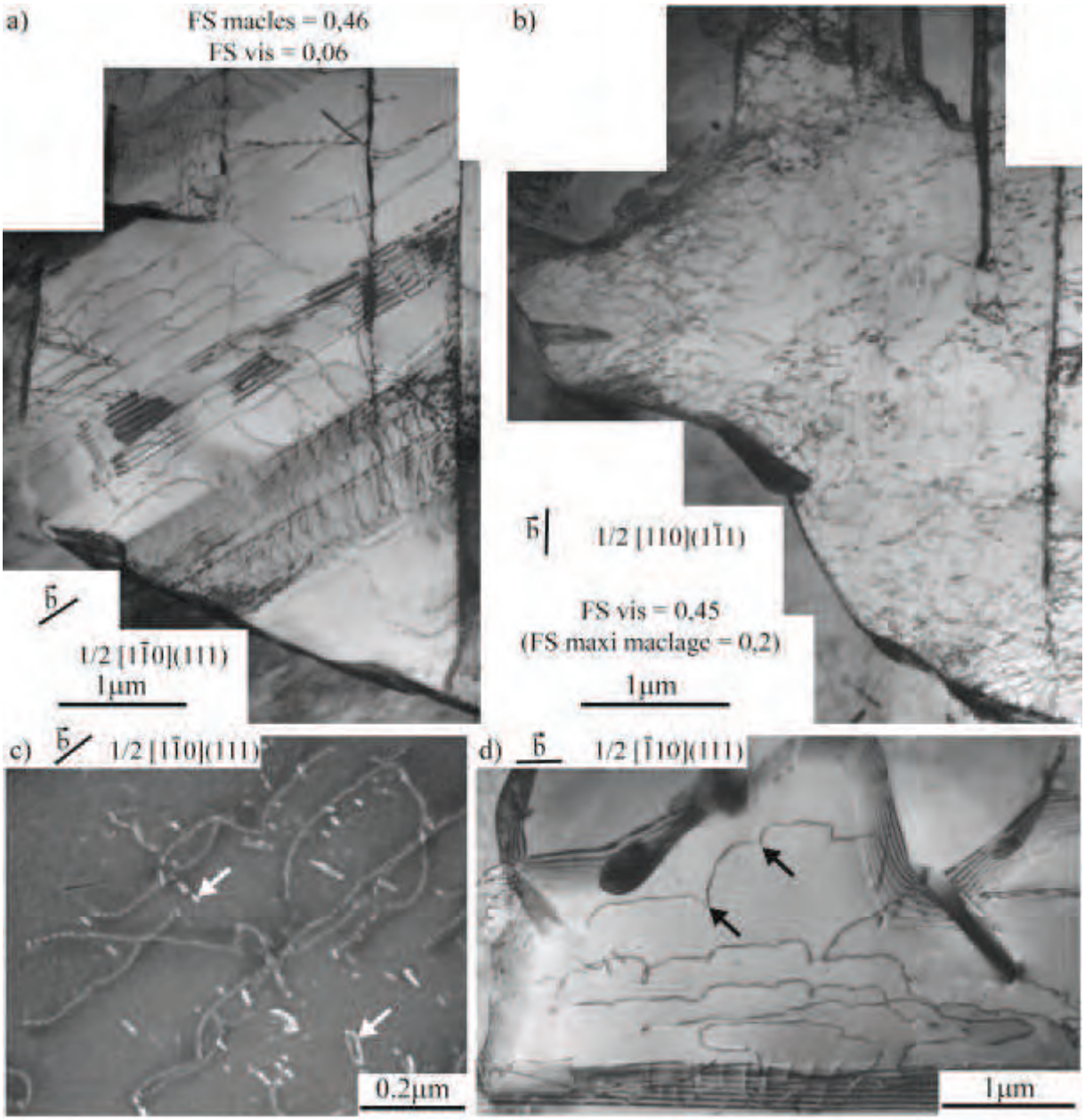


Figure V-15 : Images MET de grains γ d'un liseré (présenté dans le chapitre précédent sur la Figure IV-18) de la microstructure proche lamellaire de l'alliage IRIS. a) Grain γ déformé par glissement de dislocations ordinaires et maclage, b), c) et d) Grains γ déformés uniquement par dislocations ordinaires. $\vec{b}$ est le vecteur de burgers des dislocations ordinaires et FS signifie Facteur de Schmid. Les flèches blanches indiquent des débris et boucles et les flèches noires des points d'épinglage.

Les images des figures V-15-a et b montrent des vues générales de la microstructure de déformation. Nous pouvons voir que la déformation se produit par maclage et par glissement de dislocations ordinaires, comme habituellement observé dans la phase γ des alliages TiAl déformés à la température ambiante. Rappelons que le maclage dans TiAl est dû aux dislocations de Shockley 1/6<112] glissant dans des plans (111) adjacents [21,23] et qu'il possède les deux propriétés suivantes. (i) Contrairement au cas des métaux et alliages cubiques à faces centrées désordonnés, il n'y a qu'un seul système de maclage actif par plan de type (111) car le glissement de dislocations partielles de type 1/6<211] est inopérant parce qu'il crée une faute d'ordre. (ii) Pour le maclage, il existe une asymétrie traction/compression qui fait qu'un système donné ne sera actif que s'il est bien orienté par rapport au sens de la contrainte appliquée. Il s'en suit que lorsqu'un système n'est pas activé, nous ne pouvons pas facilement savoir si cela est dû à cette propriété d'asymétrie ou à une autre raison. Les figures V-15-c et d montrent en détail des dislocations ordinaires, avec là aussi des caractéristiques habituelles [13-15]. Ces dislocations sont allongées parallèlement à leur direction vis et sont ancrées sur de nombreux points d'épinglages (fig. V-15-d). On observe dans les zones déformées par ces dislocations de nombreux débris et boucles (flèches blanches sur la figure V-15-c), dont la formation résulte de la facilité du glissement dévié. L'allongement des portions vis provient d'une force de friction résultant du cœur de la dislocation ; les points d'épinglages ont été attribués à des hétérogénéités chimiques. Le glissement des dislocations ordinaires est contrôlé par la force de friction [13, 15].
Dans l'alliage TNM (fig. V-16), nous retrouvons de même des grains déformés par dislocations ordinaires (fig. V-16-b) et maclage (fig. V-16-c).

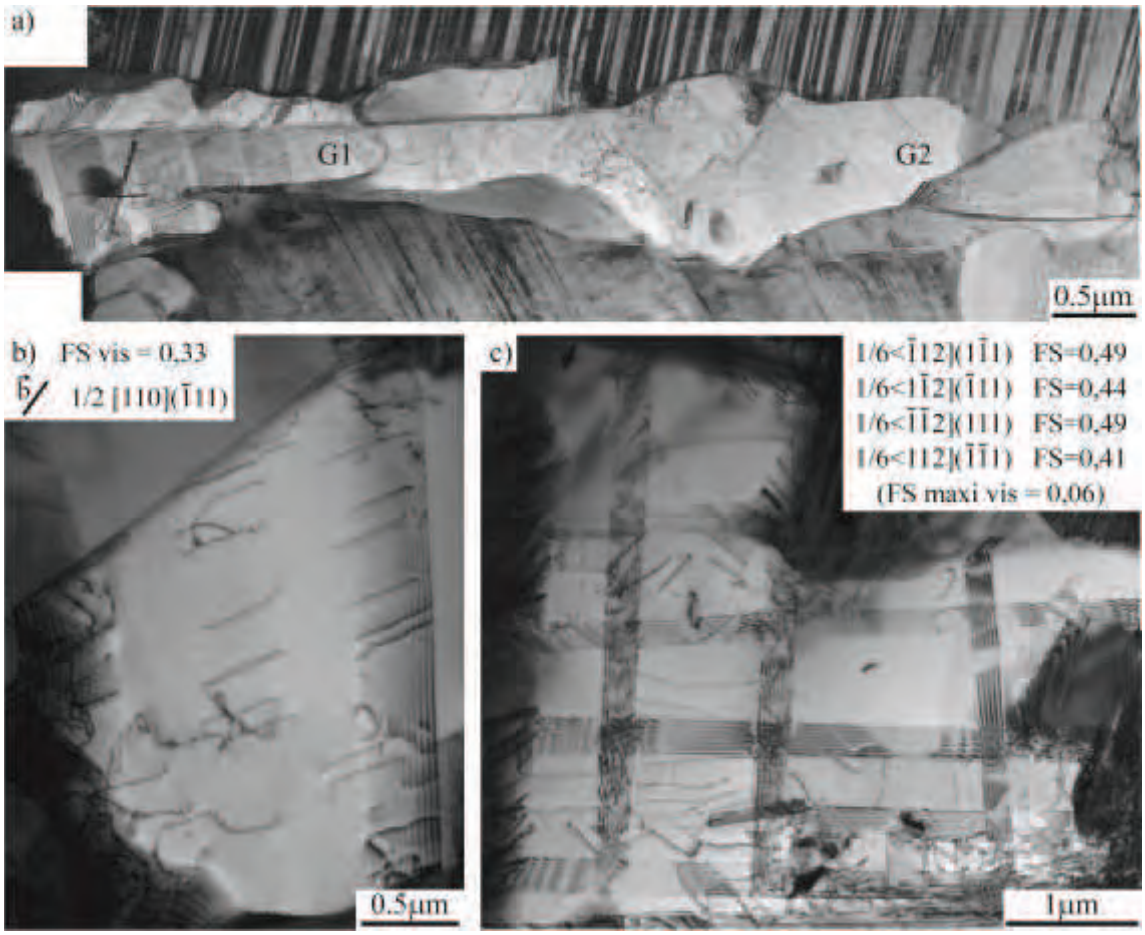


Figure V-16 : Images MET de grains γ d'un liseré de la microstructure proche lamellaire de l'alliage TNM. a) Grains γ déformés par maclage ou dislocations ordinaires. b) Grains γ uniquement déformé par dislocations ordinaires et c) majoritairement par maclage. $\vec{b}$ est le vecteur de burgers des dislocations ordinaires et FS signifie Facteur de Schmid.

V.3.1.1.2. Sélection des modes de déformation dans les grains γ

En utilisant d'une part, les techniques de diffraction et d'analyses stéréographiques classiques et d'autre part, la condition d'extinction des dislocations ($\vec{g}.\vec{b} = 0$), nous avons orienté les différents grains étudiés et déterminé les vecteurs de Burgers des dislocations observées. Pour chaque système de déformation, nous pouvons ensuite calculer le facteur de Schmid (FS) qui permet d'évaluer l'influence de la contrainte appliquée sur ce système :

$$FS = \cos(\widehat{\vec{T};\vec{b}}) \,.\, \cos(\widehat{\vec{T};\vec{n}}),$$

où $\vec{T}$ est l'axe de sollicitation, $\vec{b}$ est le vecteur de burgers et $\vec{n}$ est la normale au plan de glissement. Ce facteur de Schmid est le rapport de proportionnalité entre la contrainte appliquée et la contrainte de cisaillement résolue τ_c sur le système étudié ; il varie de 0 à 0,5 et plus la valeur est élevée, plus le système accommode la déformation appliquée. Par exemple, si l'on compare les deux grains γ de l'alliage IRIS (fig. V-15-a et b), le premier a une orientation favorable au maclage avec un FS de 0,46 pour le système activé. Le deuxième grain à une orientation favorable pour le glissement des dislocations ordinaires avec un FS de 0,45 pour le système activé. Par contre, pour ce grain, l'orientation n'est pas favorable au maclage avec un FS maximum de 0,2 ; les macles sont alors absentes. Il en est de même dans l'alliage TNM entre les deux grains visibles sur les figures V-16-b et c. Le premier est déformé uniquement par dislocations ordinaires car le facteur de Schmid y est favorable et le deuxième est très majoritairement déformé par maclage du fait de son orientation. Notons que dans les grains maclés, des dislocations vis ne respectant pas la loi de Schmid sont présentes. C'est le cas dans l'alliage IRIS (fig. V-15-a) et dans l'alliage TNM (fig. V-16-c).

De manière générale, sur l'ensemble des grains γ dont les dislocations ont été indexées, nous avons vu qu'un facteur de Schmid minimum d'environ 0,25 est nécessaire pour activer le glissement de dislocations ordinaires dans l'alliage TNM et d'environ 0,3 dans l'alliage IRIS. Comme les échantillons étudiés ici proviennent d'éprouvettes de traction, la contrainte macroscopique appliquée correspond à la limite d'élasticité. Si nous prenons la limite d'élasticité moyenne des échantillons proches lamellaires des deux alliages TNM et IRIS, cela nous donne des contraintes de cisaillement résolues pour les dislocations ordinaires d'environ 195MPa et 145MPa respectivement. Cette contrainte τ_c est la contrainte de cisaillement qu'il faut appliquer à ces dislocations pour qu'elles se déplacent.

Concernant le maclage, l'activation du glissement des dislocations de Shockley dans les plans (111) semble se faire pour des facteurs de Schmid élevés de l'ordre de 0,4 dans les deux alliages. Lorsqu'un système est activé, la densité de macles est très souvent importante dans l'alliage IRIS (fig. V-17) tout comme dans l'alliage TNM (fig. V-16-c).

Figure V-17 : Grain γ d'un liseré de la microstructure proche lamellaire de l'alliage IRIS déformé principalement par maclage.

Il arrive souvent de trouver des superdislocations dans les grains γ des deux alliages. Elles sont toujours très peu nombreuses sans relation avec la loi de Schmid. Elles sont très certainement dues aux différentes transformations de phase et évolutions subies par l'alliage durant le cycle SPS. Un exemple est donné sur la figure V-18 où le plan diffractant est le (001) qui éteint toutes les dislocations ordinaires. Une déformation résiduelle due au SPS a déjà été mise en évidence dans des travaux précédents [16].

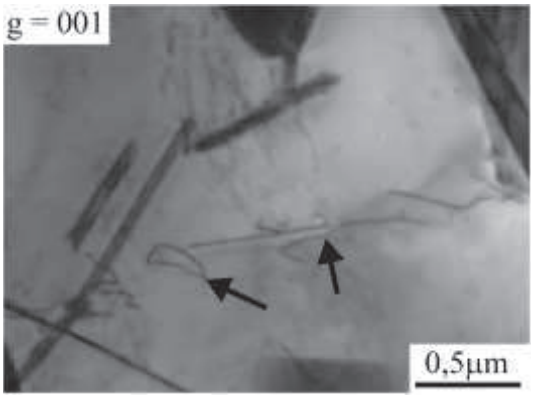


Figure V-18 : Superdislocations résiduelles (flèches noires) dues au procédé SPS dans un grain γ de l'alliage TNM.

La figure V-19 montre l'étude d'un liseré déformé dans l'alliage TNM. Les six grains γ (G1 à G6) et le grain β_0 ont été indexés comme décrit précédemment. Les grains 1 et 2 sont en relation de macle. Nous pouvons voir avec l'agrandissement de la zone entourée en pointillés rouges (fig. V-9-c) que la courbure des dislocations de Shockley indique une propagation de la macle du grain 1 en direction du grain 2 (flèche noire). Cette macle a donné naissance à une macle dans le grain G2. Les macles du grain 1 ont un FS de 0,44 et celles du grain 2 ont un FS de 0,41. Les macles du grain 2 se sont ensuite propagées et ont atteint le joint G2/G3, où comme le montre l'encadré en pointillés verts (fig. V-19-b), leur blocage au joint de grains a généré l'émission de dislocations ordinaires qui ont un FS de 0,13. Entre les grains 5 et 6, nous retrouvons ces deux types de transmission. Une macle provenant du grain 6 a généré une autre macle dans le grain 5 dont le FS est de 0,25. De même, une autre macle du grain 6 est à l'origine de la nucléation de dislocations ordinaires dans le grain 5, dont le FS est de 0,44. Le grain 4 n'est pas déformé. Le système le plus favorable au glissement de dislocations ordinaires a un FS de 0,17. Cette valeur est en accord avec l'absence de dislocations. Par contre, il existe un système de maclage ayant un FS de 0,45 mais nous ne savons pas s'il est compatible avec la déformation en traction.

En conclusion, l'activation d'un système de déformation dépend donc de deux facteurs. En premier, l'orientation de la contrainte appliquée, dont on mesure l'influence par le Facteur de Schmid, apparait prépondérante. Toutefois, les mécanismes de traversée des joints de grains semblent également jouer un rôle dans la sélection de ces systèmes de déformation, ce qui provoque dans certains cas des écarts à la loi de Schmid. Dans ces cas, la formation d'empilements à ces joints génère des contraintes internes qui peuvent l'emporter sur la contrainte appliquée.

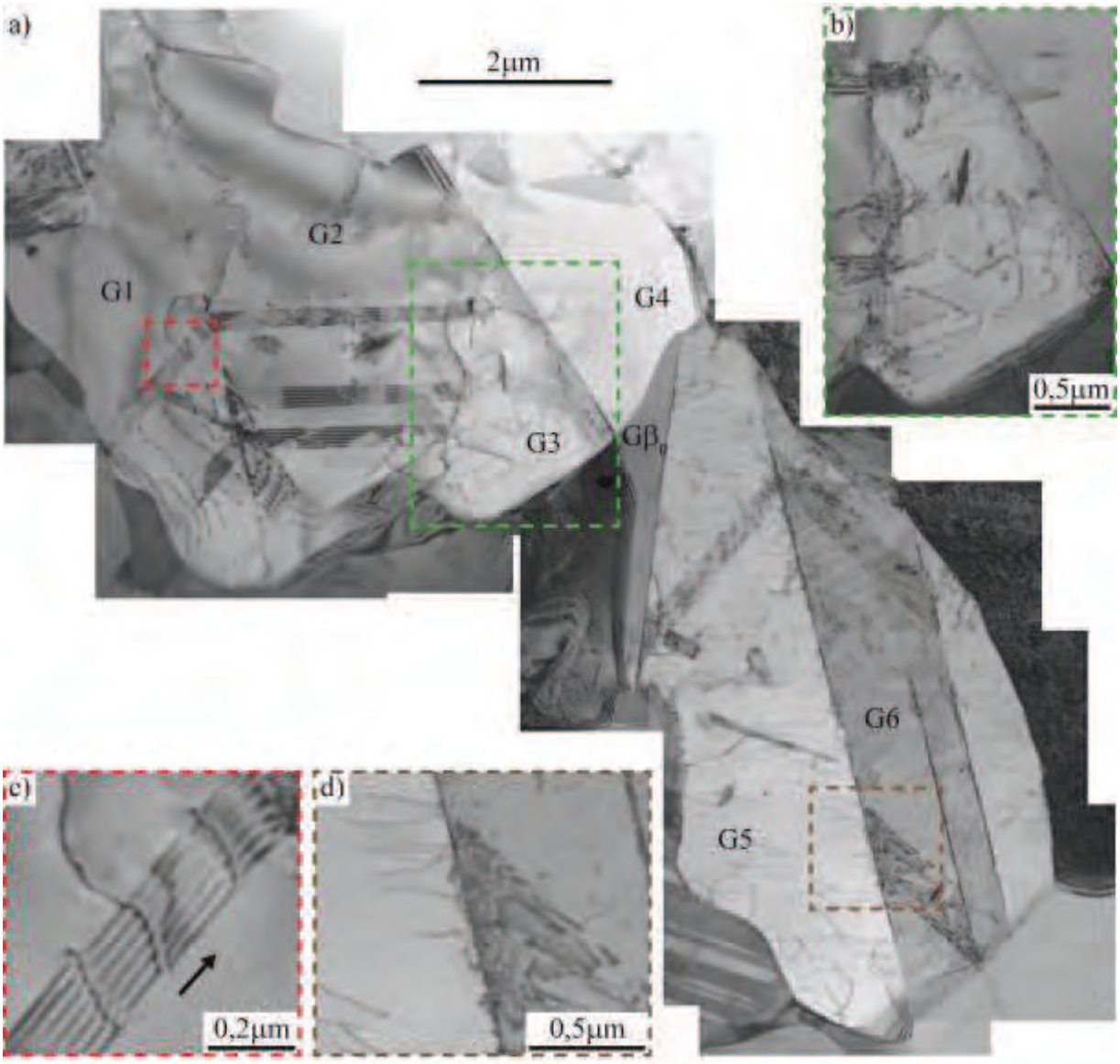


Figure V-19 : Transmission de la déformation entre grains d'un liseré de l'alliage TNM. a) Liseré étudié, b) Agrandissement du grain 3, c) Agrandissement de la zone entourée de pointillés rouges, c) Agrandissement de la zone entourée de pointillés marrons.

V.3.1.1.3. Déformation dans les grains β_0 des liserés

La déformation à basse température de la phase β_0 est considérée difficile dans la littérature [17] sans qu'à notre connaissance cette propriété ne soit clairement démontrée. La figure V-20 montre deux grains β_0 d'un liseré de l'alliage TNM qui contiennent des dislocations de déformation. Dans le premier (figures V-20-a et c), nous observons plusieurs empilements concentrés dans des plans parallèles. Dans la zone encadrée, nous voyons clairement que l'empilement se situe en prolongement d'une macle bloquée au joint γ/β_0. Nous remarquons, par les traces de glissement, qu'il y a continuité entre le plan des dislocations incidentes

(macle dans Gγ) et celui des dislocations émises dans le grain β_0. Il a été montré que cette continuité des plans est un facteur géométrique qui favorise la transmission de la déformation aux interfaces ou joints de grains [18, 19]. Les figures V-20-b et d montrent un autre grain β_0 déformé. À l'exception d'un empilement, la répartition de la déformation y est assez homogène et nous ne détectons pas d'évènement de transmission de la déformation aux joints de grains qui seraient à l'origine de la nucléation des dislocations dans ce grain.

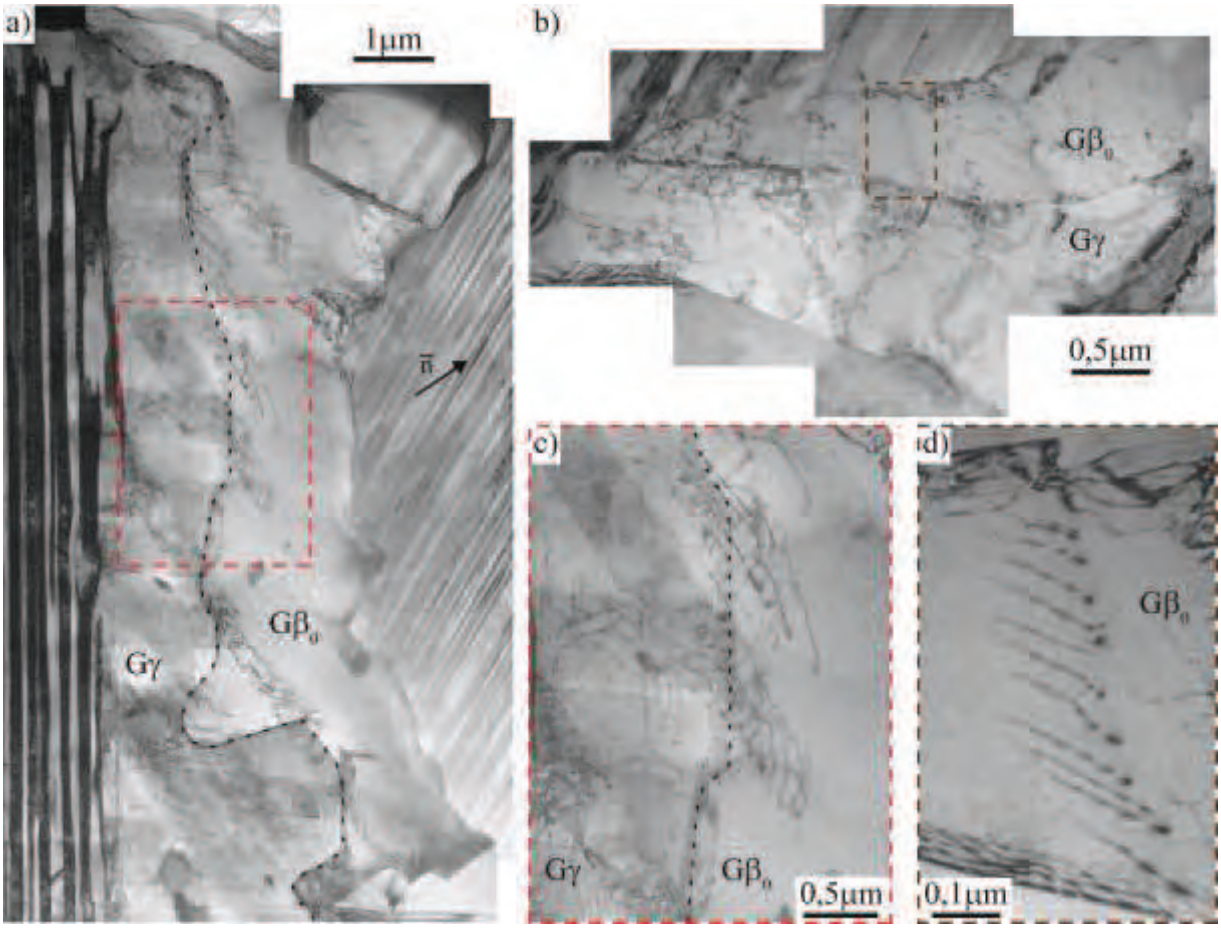


Figure V-20 : Déformation de la phase β_0 dans l'alliage TNM. a) Transmission de la déformation entre un grain γ et un grain β_0. Les pointillés noirs surlignent le joint de grains. b) Grain β_0 déformé sans transmission de la déformation apparente. c) Agrandissement de la zone en pointillés rouges. d) Agrandissement de la zone en pointillés marrons.

Dans la microstructure proche lamellaire de l'alliage IRIS, la phase β_0 est présente sous forme de précipités majoritairement situés dans les grains γ des liserés et non pas sous forme de grains. La figure V-21 présente un précipité β_0 dans un grain γ (fig. V-21-a) impacté par trois macles. Nous observons d'abord que les macles ont franchi ce précipité soit par traversée, soit par contournement. En raison du faible diamètre des précipités, l'hypothèse du contournement semble plus probable que la traversée qui nécessite une double réaction entre dislocations incidentes et émises aux joints de grains. Comme le soulignent les flèches noires, de la déformation résiduelle semble avoir été induite dans le précipité sous l'action de l'empilement des dislocations de la macle.

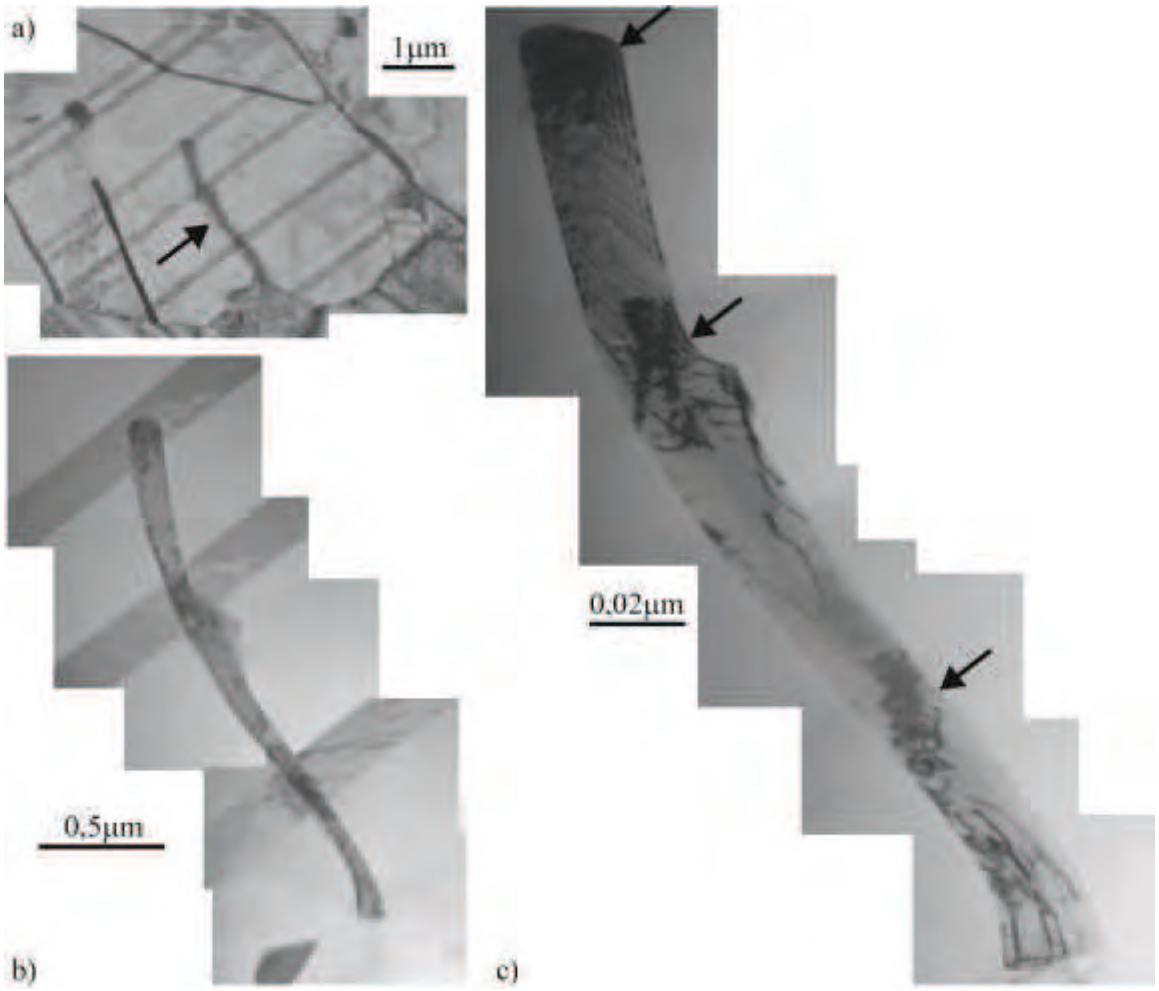


Figure V-21: Précipité β_0 impacté par trois macles dans un grain γ de l'alliage IRIS. a) Vue d'ensemble, la flèche noire désigne le précipité étudié. b) Agrandissement du précipité et des trois macles. c) Agrandissement du précipité. Des dislocations sont visibles dans les zones proches des macles (indiquées par les flèches noires).

V.3.1.1.4. Étude in situ de la déformation des grains γ

Pour compléter les informations obtenues par les études post mortem, nous avons réalisé des essais de traction in situ dans les microstructures proches lamellaires des deux alliages. Cette technique qui consiste à déformer un échantillon dans le microscope et observer en temps réel la déformation est la seule qui permette d'observer le matériau sous contrainte et d'obtenir des informations dynamiques.

La figure V-22 obtenue dans l'alliage TNM montre le fonctionnement d'une source à un point d'ancrage et apporte une première vision de la déformation par dislocations ordinaires. Une dislocation est visible dans plusieurs positions successives. On observe d'abord un allongement des dislocations selon leur direction vis notée $\vec{b}$. On détecte, certes plus difficilement, les épinglages observés post-mortem (fig. V-15). Entre ces positions, la dislocation saute rapidement. Par exemple, la figure V-22-i montre la position initiale et la position finale d'un saut (entre les positions g et h), ce qui indique que le saut a duré moins d'un vingt-cinquième de seconde, temps séparant deux prises de vue successives. L'allongement des dislocations selon leur direction vis atteste d'une plus grande mobilité des segments coins (ou non vis) : en se déplaçant rapidement, les segments coins laissent des segments vis qui se déplacent avec une vitesse moyenne faible. Ces observations sont classiques pour des dislocations ordinaires de la phase γ des alliages TiAl [13, 15].

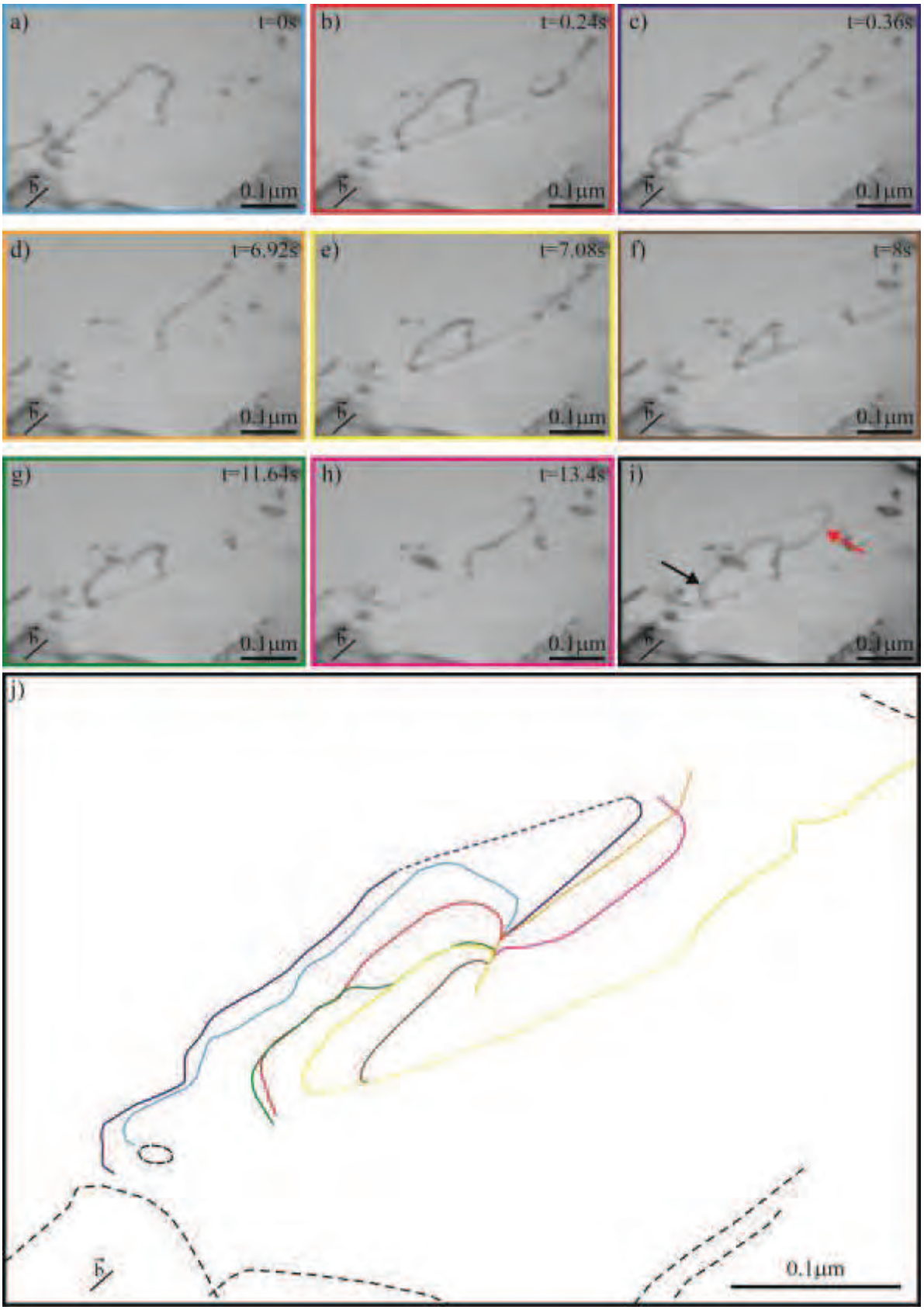


Figure V-22 : Source de dislocations ancrées sur un point d'épinglage dans un grain γ du liseré de l'alliage TNM. a) à h) Séquences du mouvement. i) Positions de départ (flèche noire) et d'arrivée (flèche rouge) d'une dislocation entre les positions g et h. j) Schéma reprenant toutes les positions de a) à h). Les parties en pointillés des dislocations signifient qu'elles sont hors de la lame. Les pointillées noirs représentent des dislocations ou débris immobiles servant de repères. Les couleurs des cadres et du schéma correspondent.

La figure V-23 montre une séquence dans l'alliage IRIS où nous pouvons également observer des dislocations allongées selon leur direction vis et ancrées. Le mouvement se fait également par saut entre ces positions. Toutefois, la longueur apparente des segments coins semble montrer une plus faible mobilité que dans l'alliage TNM (fig. V-22). Ce point est illustré sur la figure V-24 obtenue dans un autre grain. La partie non vis de la dislocation avance par petits sauts de ses divers segments qui apparaissent ancrés sur des points d'épinglages analogues à ceux actifs sur les vis. La portion inférieure de la partie non vis de la dislocation effectue quatre sauts successifs en 1s avant que la dislocation reste bloquée pendant plus de 2s. La portion supérieure de la partie coin bouge alors à son tour et rattrape la partie inférieure. Globalement, ce segment se déplace à une vitesse moyenne de 8 nm/s. Cette séquence semble montrer que ce sont les points d'épinglages qui contrôlent le glissement de ces segments non vis. La figure V-25 présente une séquence analogue dans l'alliage TNM ou les segments non vis sont ancrés. La vitesse moyenne de cette dislocation est d'environ 23nm/s.

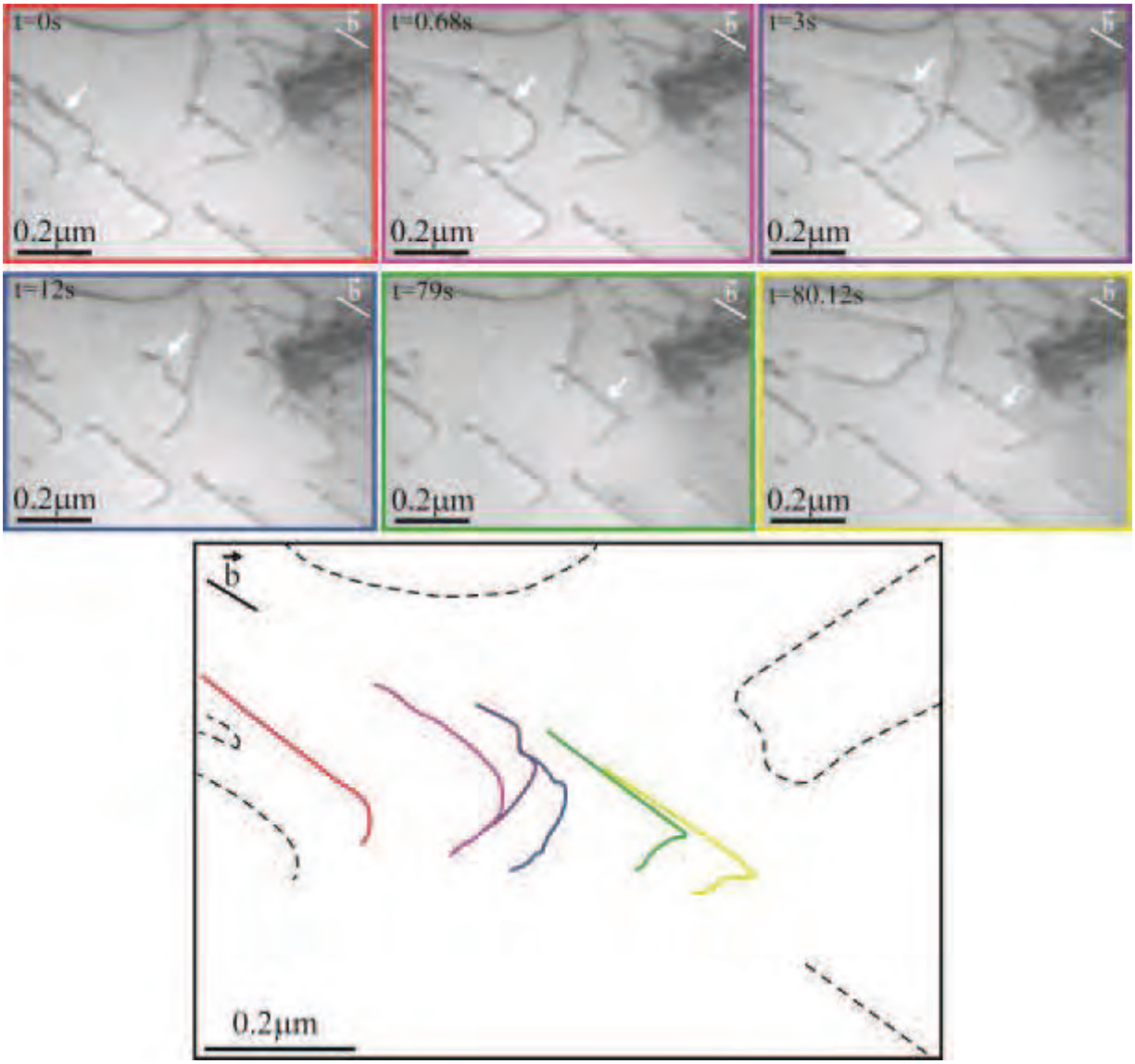


Figure V-23 : Mouvement d'une dislocation vis freinée par sa partie coin dans un grain γ d'un liseré de l'alliage IRIS. Les flèches blanches indiquent la dislocation étudiée. Les couleurs des cadres et du schéma correspondent.

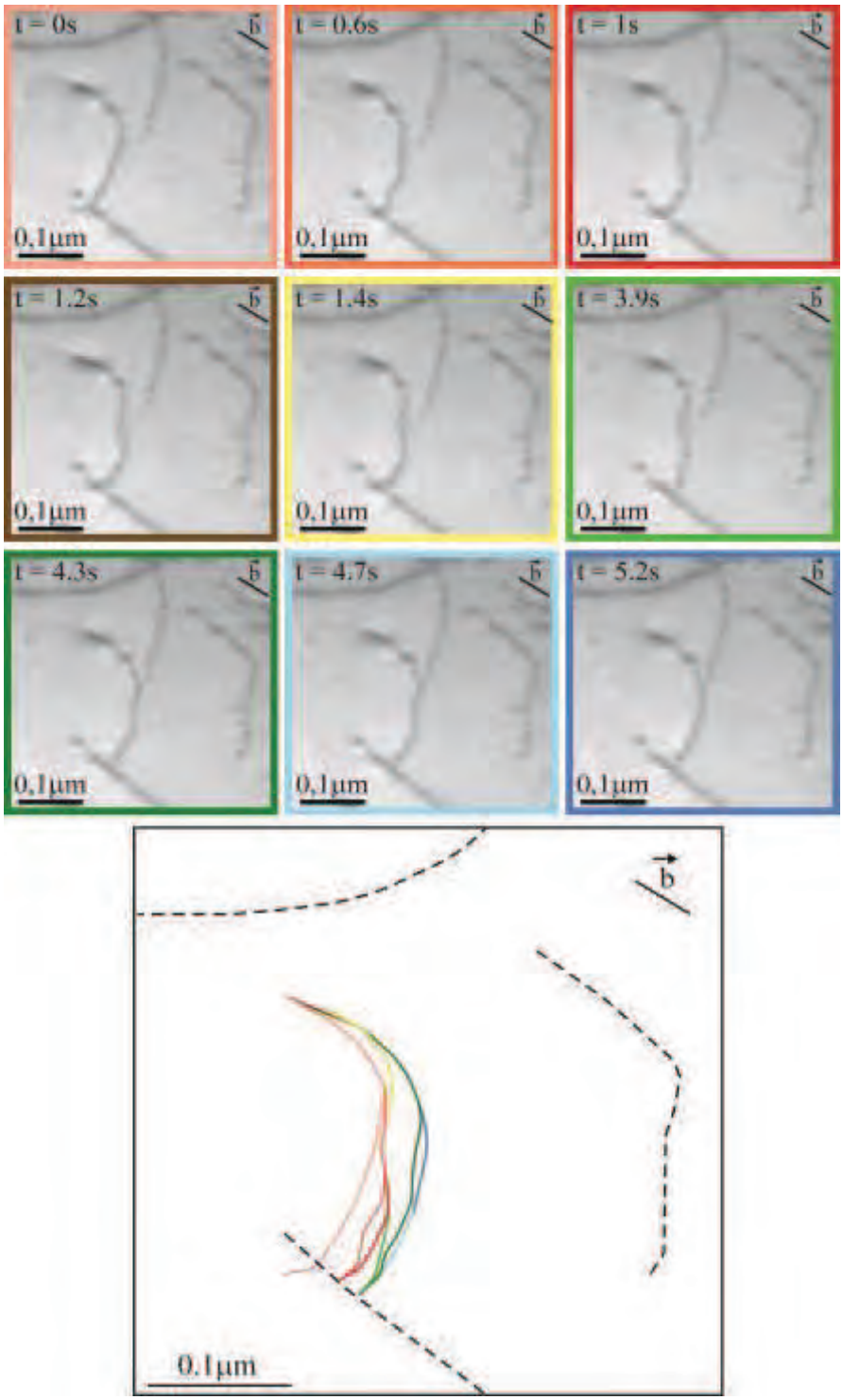


Figure V-24 : Mouvement d'une dislocation ordinaire dans un grain γ d'un liseré de l'alliage IRIS. La partie coin est ancrée sur des points d'épinglage. Les couleurs des cadres et du schéma correspondent.

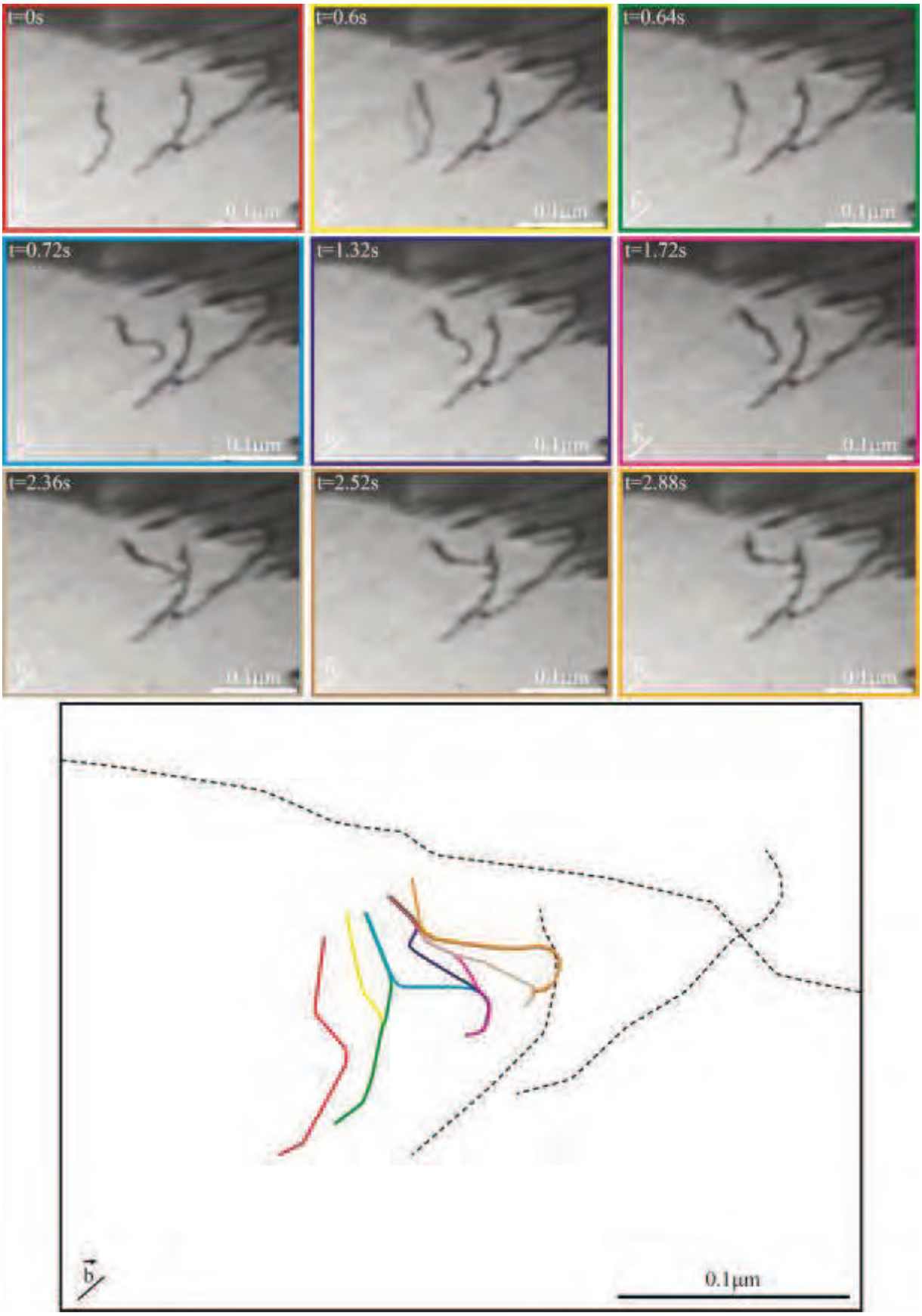


Figure V-25 : Mouvement d'une dislocation à caractère coin dans un grain γ d'un liseré de l'alliage TNM.

Nos observations ont mis en évidence une faible mobilité de la partie coin des dislocations ordinaires dans l'alliage IRIS qui n'est habituellement pas observée dans la phase γ. Par exemple, dans l'alliage G4 (Ti-Al_{47}-Re_1-W_1-$Si_{0.2}$) densifié par SPS, malgré une composition chimique pas très différente, les parties coins des dislocations ordinaires apparaissent plus mobiles avec une vitesse de déplacement bien plus élevée que celles des parties vis [11, 16].

V.3.1.2. Déformation des grains lamellaires

V.3.1.2.1. Modes de déformation dans les lamelles γ

De même que dans les grains γ des liserés, les lamelles γ de l'alliage IRIS se déforment par les mécanismes classiques que sont le maclage et le glissement de dislocations ordinaires (fig. V-26). Les dislocations ordinaires ont toujours un allongement selon leur direction vis. Beaucoup d'entre elles semblent accrochées aux interfaces lamellaires. Dans le cas du maclage, nous observons une continuité et donc une transmission des macles au-delà des lamelles α_2, en sombre sur les images (fig. V-26-c et d). Notons que des superdislocations de type ½[112] sont souvent présentes lorsqu'il y maclage (fig. V-26-d). Comme pour les liserés, l'activation des différents modes de déformation s'explique principalement par l'orientation du grain (Loi de Schmid).

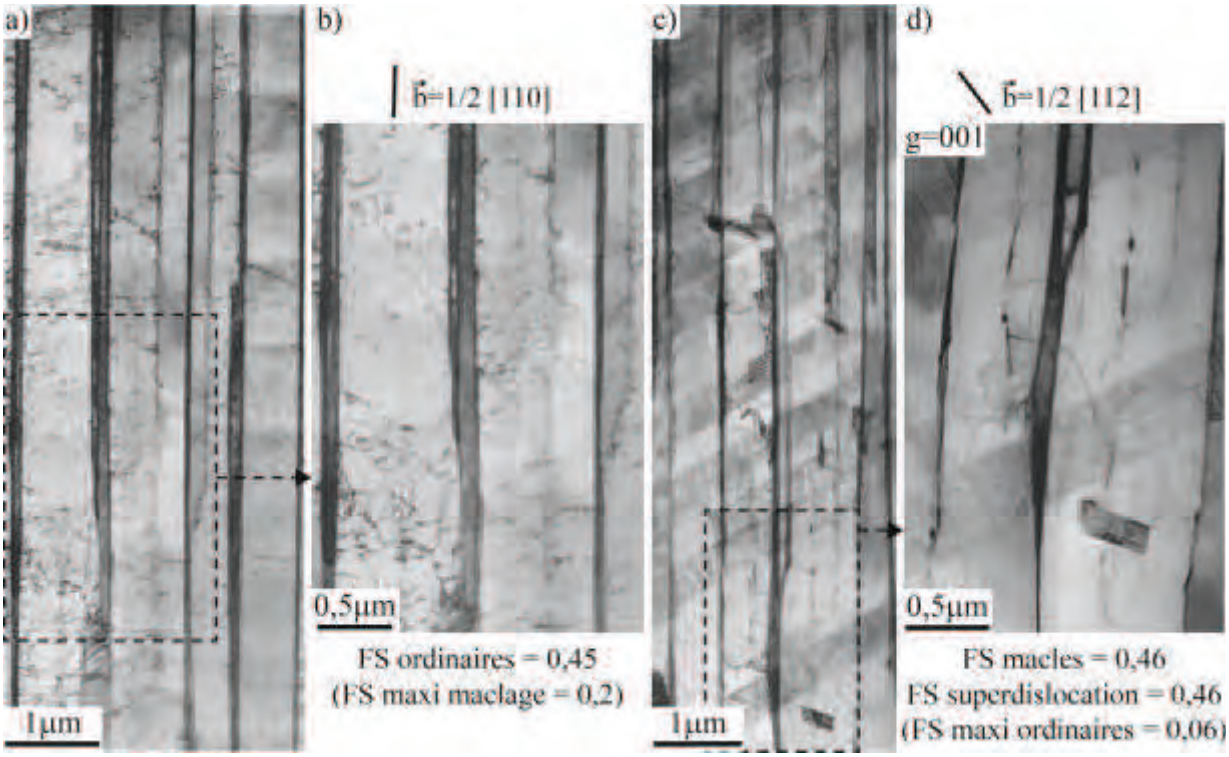


Figure V-26 : Déformation des lamelles γ des grains lamellaires de l'alliage IRIS. a) Déformation par dislocations ordinaires. b) Agrandissement de la zone encadrée en a). c) Déformation par maclage. d) Agrandissement de la zone encadrée en c). Le plan diffractant de type (001) met en valeur des superdislocations de type ½[112].

Dans l'alliage TNM, les lamelles γ contiennent très peu de dislocations de déformation. Certains grains contiennent quelques macles mais lorsque c'est le cas, les macles sont situées en bout de lamelles γ là où elles sont plus épaisses près des joints de grains. C'est par exemple le cas des deux grains présentés sur les figures V-27-a et b. L'orientation des lamelles γ y est favorable au maclage, et cette zone est formée de lamelles relativement larges. Notons que malgré un FS favorable au glissement de dislocations ordinaires, nous n'en observons que très peu sur les deux grains maclés. Dans le troisième grain présenté sur la figure V-27-c, dont l'orientation n'est pas favorable au maclage (FS maxi pour le maclage de 0,26), un système

de dislocations ordinaires possède un FS élevé de 0,38. Malgré cela, très peu de dislocations sont présentes en comparaison de la déformation trouvée dans les grains lamellaires de l'alliage IRIS. Ce type de dislocations présentes en faible proportion a été observé dans le même alliage avant essai de traction. Ces dislocations se sont donc probablement formées lors du cycle SPS.

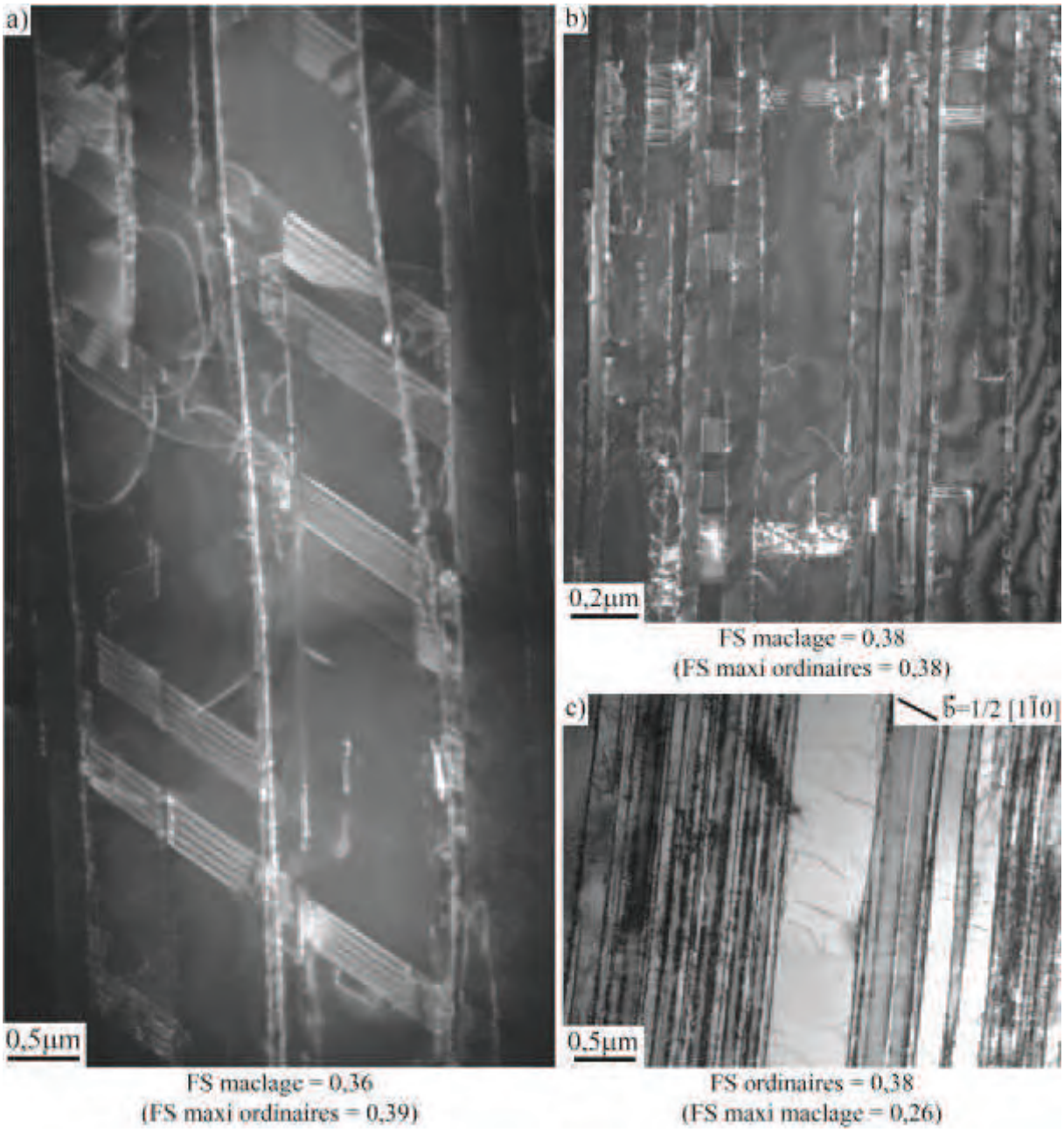


Figure V-27 : Déformation des lamelles γ des grains lamellaires de l'alliage TNM. a) et b) Champs sombres de deux grains lamellaires déformés par maclage. c) Champs clair d'un grain lamellaire déformé par dislocations ordinaires.

V.3.1.2.2. Étude in situ de la déformation des lamelles γ

Tout comme pour l'étude des liserés, les essais de traction *in situ* ont permis de compléter les informations obtenues par les études *post mortem*. Comme les grains lamellaires se déforment très peu dans l'alliage TNM, nous n'y avons réalisé aucune observation.

Par contre, nous avons pu observer l'émission de dislocations ordinaires dans des lamelles γ de l'alliage IRIS comme présenté sur la figure V-28. Ces dernières semblent se former au

niveau de l'interface lamellaire. Ensuite, elles glissent dans la lamelle en gardant un fort allongement selon leur direction vis et selon le même mécanisme que celui observé dans les liserés. Dans ce cas, probablement en raison d'une forte contrainte interne, l'émission et la propagation se font rapidement avec une densité de dislocations élevée.

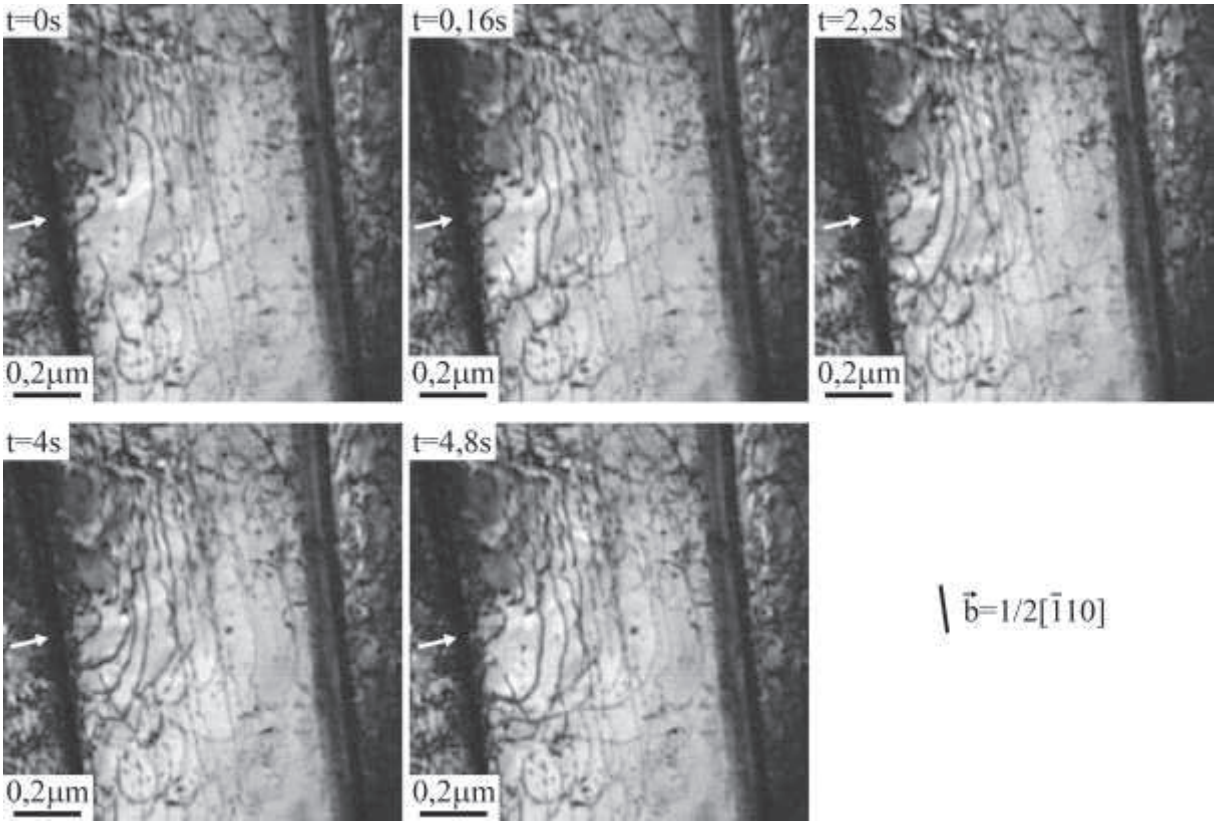


Figure V-28 : Émission de dislocations ordinaires à l'interface lamellaire. La flèche blanche désigne la source.

La figure V-29 montre la traversée d'une lamelle α_2 par une macle dans l'alliage IRIS. Dans la lamelle Lγ1, une macle est bloquée à l'interface (vue a)). Sur la vue b), nous pouvons observer l'émission de dislocations ordinaires vis à l'interface (flèche noire) et d'une dislocation de Shockley (flèche blanche). Par la suite, les dislocations ordinaires continuent à être émises et à s'éloigner par glissement. Dans le même temps, une tête de macle est émise avec pour dislocation de tête la première Shockley émise.

Un exemple de progression d'une macle dans une autre lamelle γ du même alliage est présenté sur la figure V-30. Le schéma présente les différentes positions de la dislocation de Shockley de tête. La macle se déplace à une vitesse moyenne de 4nm/s. La figure V-31 analyse en détail les mouvements des dislocations de Shockley de la macle. Les macles étant formées d'une succession de groupes de trois dislocations de Shockley dont certaines ne sont pas en contraste [20-22], nous avons reporté la seconde dislocation de chacun de ces six groupes formant cette macle. Nous pouvons voir que sous l'action de la contrainte, les dislocations partielles de tête sont poussées par celles du fond et que les dislocations se déplacent en blocs. La distance entre chaque dislocation diminue à l'approche de la tête de macle comme observé dans la littérature [20-24].

Lorsque la dislocation de tête rencontre une interface lamellaire (cadre violet), la contrainte générée déclenche le glissement d'une dislocation ordinaire vis dans un plan parallèle à l'interface dans la direction indiquée par la flèche bleue sur le schéma.

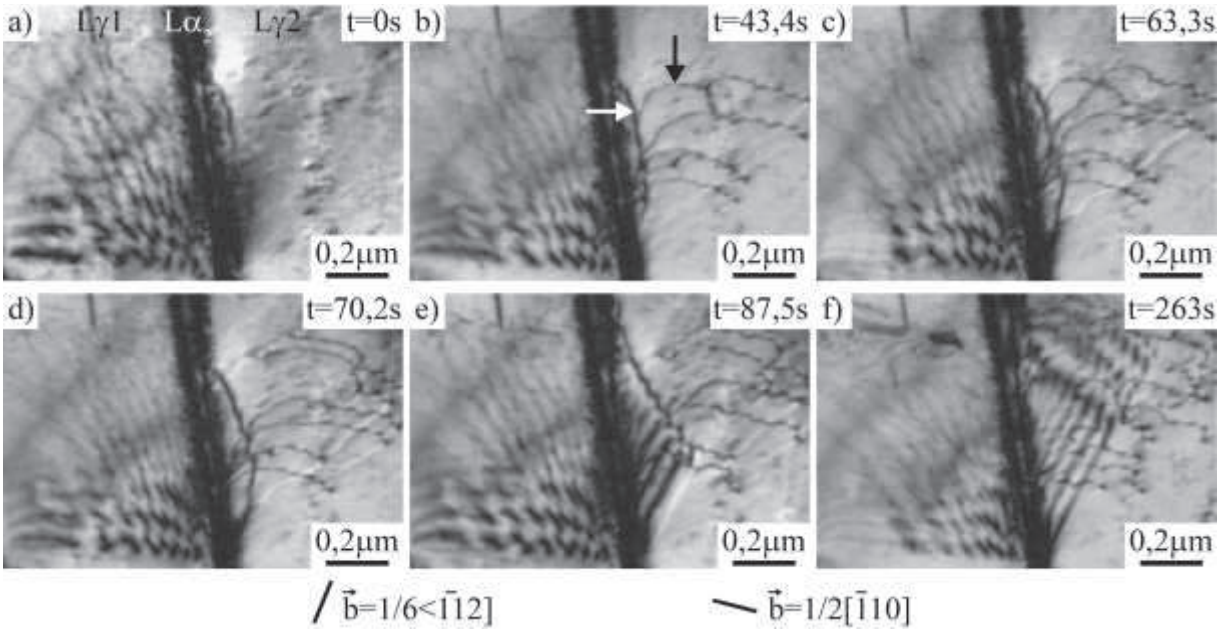


Figure V-29 : Transmission de la déformation par une macle à travers une lamelle α_2. La flèche blanche indique une superdislocation de type 1/6<112] et la flèche noire un groupe de dislocations vis.

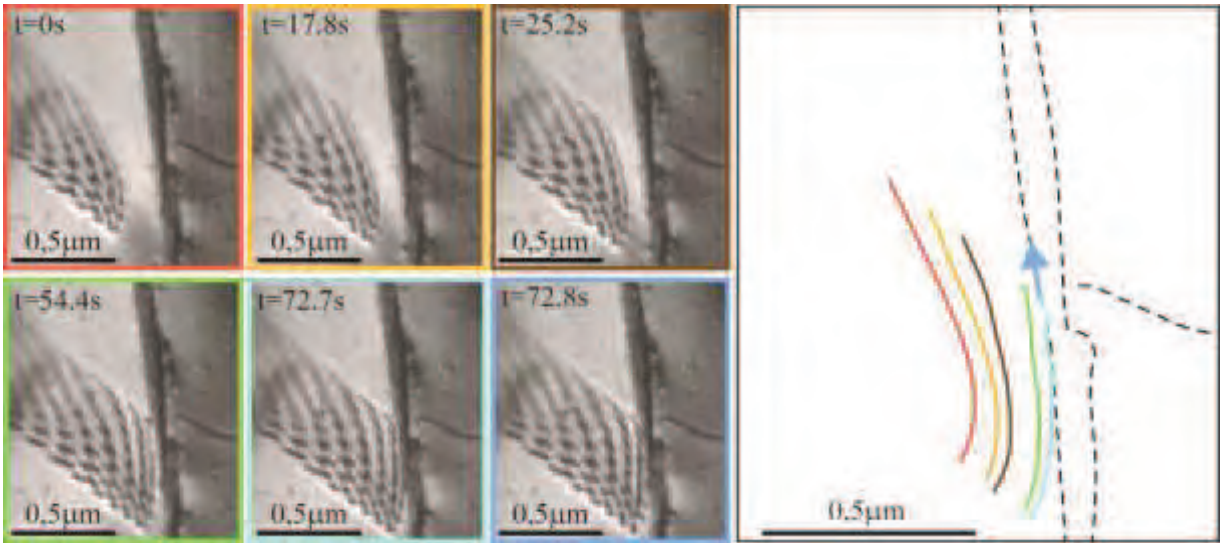


Figure V-30 : Mouvement d'une macle dans une lamelle γ de l'alliage IRIS. Le schéma présente seulement les différentes positions prises par la dislocation présente en tête de la macle. Dans la dernière position, l'échappement de la dislocation est représenté par la flèche violette.

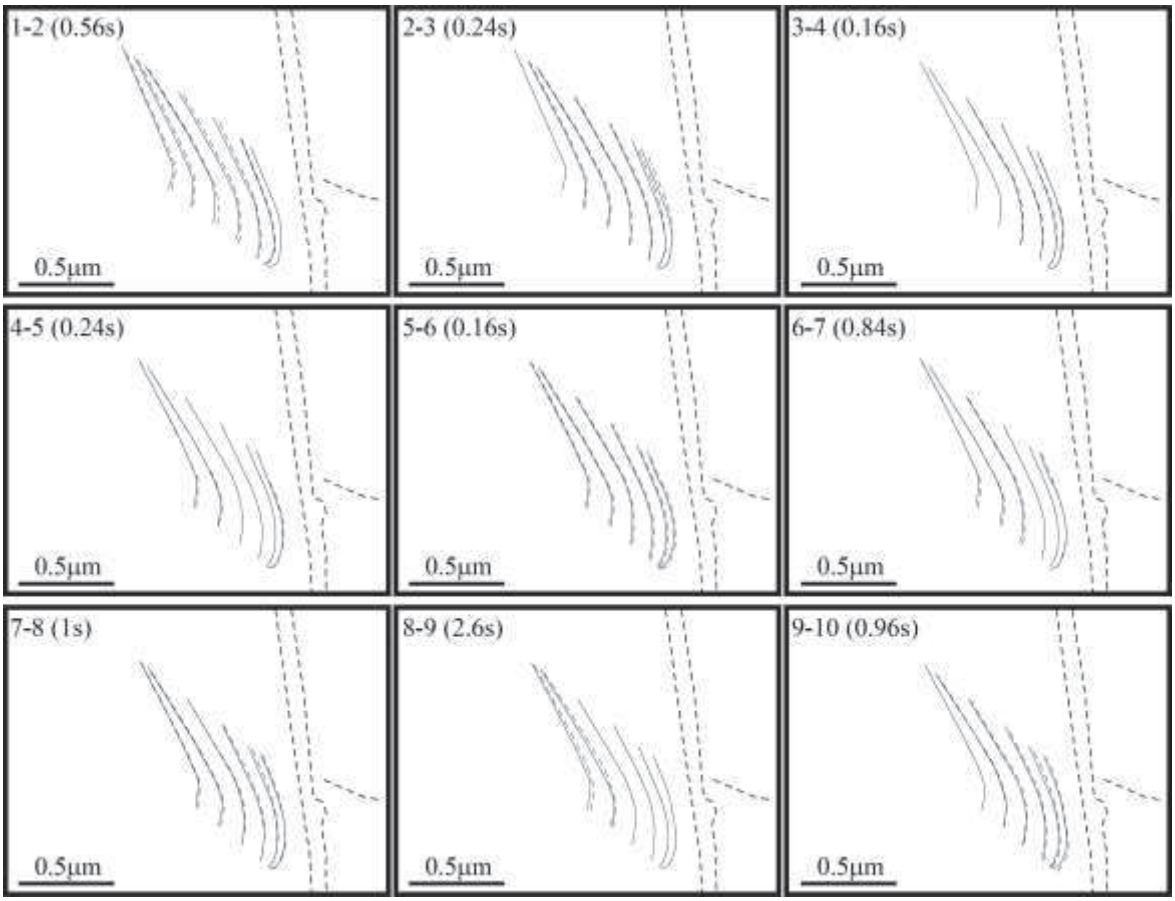


Figure V-31 : Détails des mouvements effectués par les dislocations partielles sous contraste. Les traits pleins représentent la position de départ tandis que les traits en pointillés représentent la position d'arrivée.

V.3.2. Étude d'échantillons déformés en fluage à 700°C sous 300MPa

Dans cette section, nous présentons l'étude des microstructures de fluage des deux alliages TNM et IRIS proches lamellaires. Pour rappel, les échantillons AK639 (TNM) et AK503 (IRIS), malgré des propriétés en traction à température ambiante très différentes, ont des propriétés en fluage quasi-identiques. Nous nous sommes attachés à étudier et comparer les mécanismes de déformation activés lors du fluage secondaire dans ces deux échantillons. Pour cela, nous avons réalisé des essais de fluage que nous avons interrompus aux alentours de 2% de déformation, ce qui correspond à des durées d'essais de 600 et 930h, pour les alliages TNM et IRIS respectivement.

V.3.2.1. Changements microstructuraux

Nous n'avons pas observé de changement de morphologie des grains lamellaires et des liserés dans les échantillons flués à 2% de d'allongement comme en témoignent les figures V-32-a et V-33-a. Les interfaces lamellaires restent rectilignes et les grains γ ne montrent pas d'allongement dans une direction particulière. Par contre, des précipités, dont la nature n'a pas pu être vérifiée par des techniques de microscopie conventionnelles, sont présents dans les liserés des deux alliages. Il pourrait s'agir très certainement de phase de Lave [25] dans l'alliage IRIS et de phase ω [2] dans l'alliage TNM. Dans l'alliage IRIS, ils sont localisés dans des bandes isolées situées dans certains grains γ (fig. V-32-b et c). Appel *et al.* [26] ont observé une précipitation similaire dans un alliage Ti-48Al-2Cr après plus de 13000h de fluage à 700°C. Dans l'alliage TNM, ils sont au contraire concentrés dans les grains β_0 (fig. V-33-b et c).

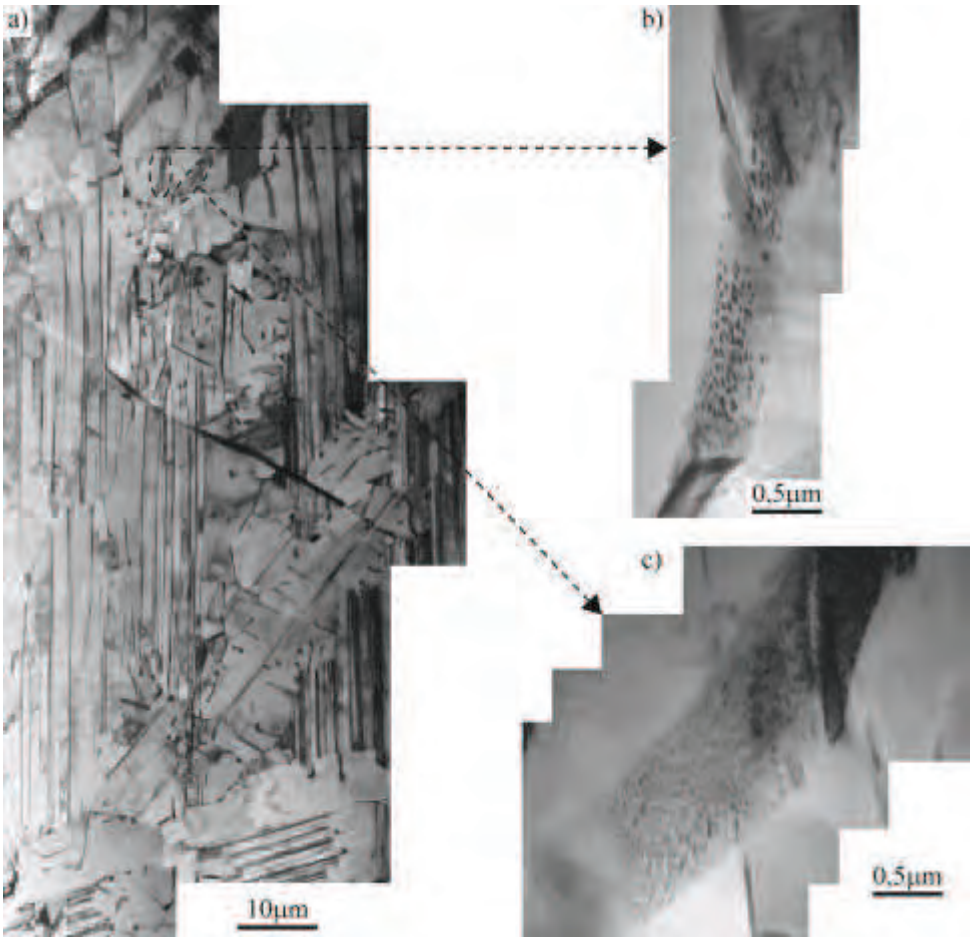


Figure V-32 : Microstructure proche lamellaire de l'alliage IRIS après environ 2% de déformation en fluage à 700°C sous 300MPa. a) Portion de grain lamellaire entouré du liseré. b) et c) Agrandissements d'un grain γ du liseré où apparaissent des précipités.

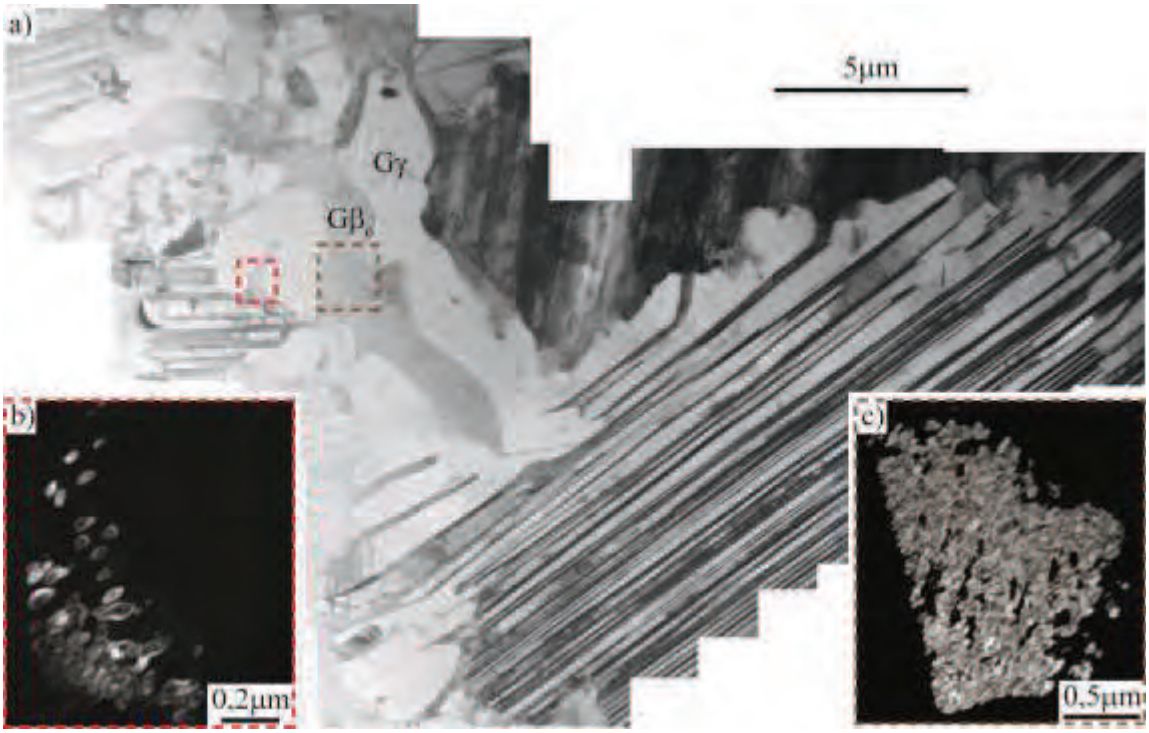


Figure V-33 : Microstructure proche lamellaire de l'alliage TNM après environ 2% de déformation en fluage à 700°C sous 300MPa. a) Portion de grain lamellaire entouré du liseré. b) et c) Agrandissements en champ sombre de deux grains β_0 du liseré où apparaissent des précipités.

Une autre caractéristique de la microstructure de déformation en fluage est son hétérogénéité. Malgré une déformation macroscopique d'environ 2%, quel que soit l'alliage, des zones pouvant contenir plusieurs grains lamellaires et liserés sont vierges de déformation. C'est par exemple le cas de la zone proche lamellaire de l'alliage TNM présentée sur la figure V-33-a. Tous les grains lamellaires ou monolithiques présents ne contiennent ni dislocation, ni macle.

V.3.2.2. Déformation des liserés

La figure V-34 présente un exemple de grain γ d'un liseré de l'alliage IRIS déformé en fluage. Les dislocations ne montrent pas de direction d'allongement privilégiée comme dans les échantillons déformés en traction à température ambiante. Beaucoup de boucles, ou de portions de boucles, sont présentes.

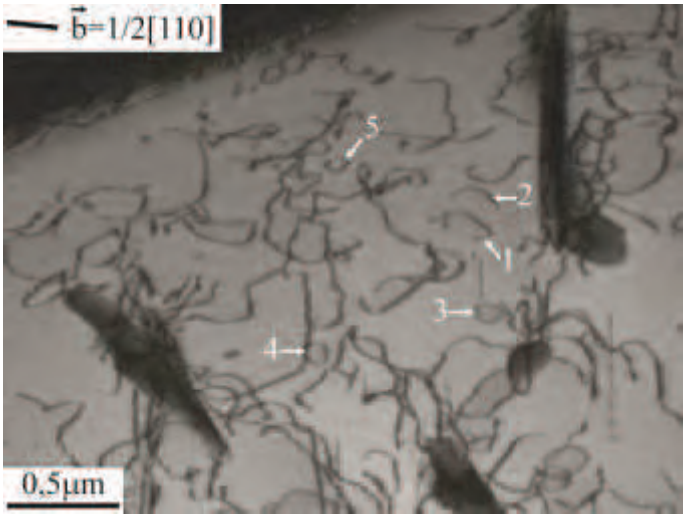


Figure V-34 : Exemple d'un grain γ déformé d'un liseré de l'alliage IRIS. Les numéros repèrent les boucles et portions de boucle étudiées par la suite.

Afin de mettre en évidence le mécanisme de déformation opérant, nous avons essayé d'identifier le type de plan contenant les boucles de dislocations. Pour cela, nous avons réalisé des expériences d'inclinaison. C'est-à-dire que nous prenons une portion de boucle, nous mettons sa trace, c'est-à-dire son intersection avec la face de la lame, parallèle à l'axe d'inclinaison du porte-échantillon puis nous inclinons l'échantillon autour de cette direction. Nous pouvons alors observer l'évolution de la largeur de la boucle avec l'angle d'inclinaison. Si cette évolution suit une forme sinusoïdale, la boucle est contenue dans un plan que nous pourrons déterminer par trigonométrie. La figure V-35 présente un exemple d'expérience d'inclinaison effectuée sur la portion de boucle 1 repérée sur la figure V-34. Nous pouvons y voir les images à différentes inclinaisons sur lesquelles nous avons mesuré les largeurs apparentes L (fig. V-35-a). Le graphique (fig. V-35-b) donne l'évolution de cette largeur en fonction de l'inclinaison de l'échantillon. Sur ce dernier, pour un angle d'inclinaison d'environ 35°, la courbe atteint son maximum. Comme expliqué précédemment, cela signifie que lorsque nous inclinons l'échantillon d'un tel angle, le plan contenant la portion de boucle est perpendiculaire au faisceau d'électrons. Nous pouvons alors repérer son pôle (sa normale) sur la projection stéréographique. Cette méthode a été mise en œuvre sur l'ensemble des boucles et portions de boucle (1 à 5) repérées sur la figure V-34. Les pôles des plans contenant ces dernières ont été positionnés sur la projection stéréographique présentée sur la figure V-35-c. Le vecteur de Burgers de ces dislocations 1/2 [110] est indiqué ($\vec{b}$). Tous les plans contenant les boucles et portions de boucle étudiées (tracés en pointillés noirs) ne passent pas le vecteur de burgers, ce qui signifie que le mécanisme ici activé n'est pas du glissement. Les pôles de ces plans sont aussi éloignés du plan (220) qui est le plan de montée pure. Il en résulte que ces dislocations se sont déplacées par montée mixte, comme déjà observé dans la phase γ des alliages TiAl [17].

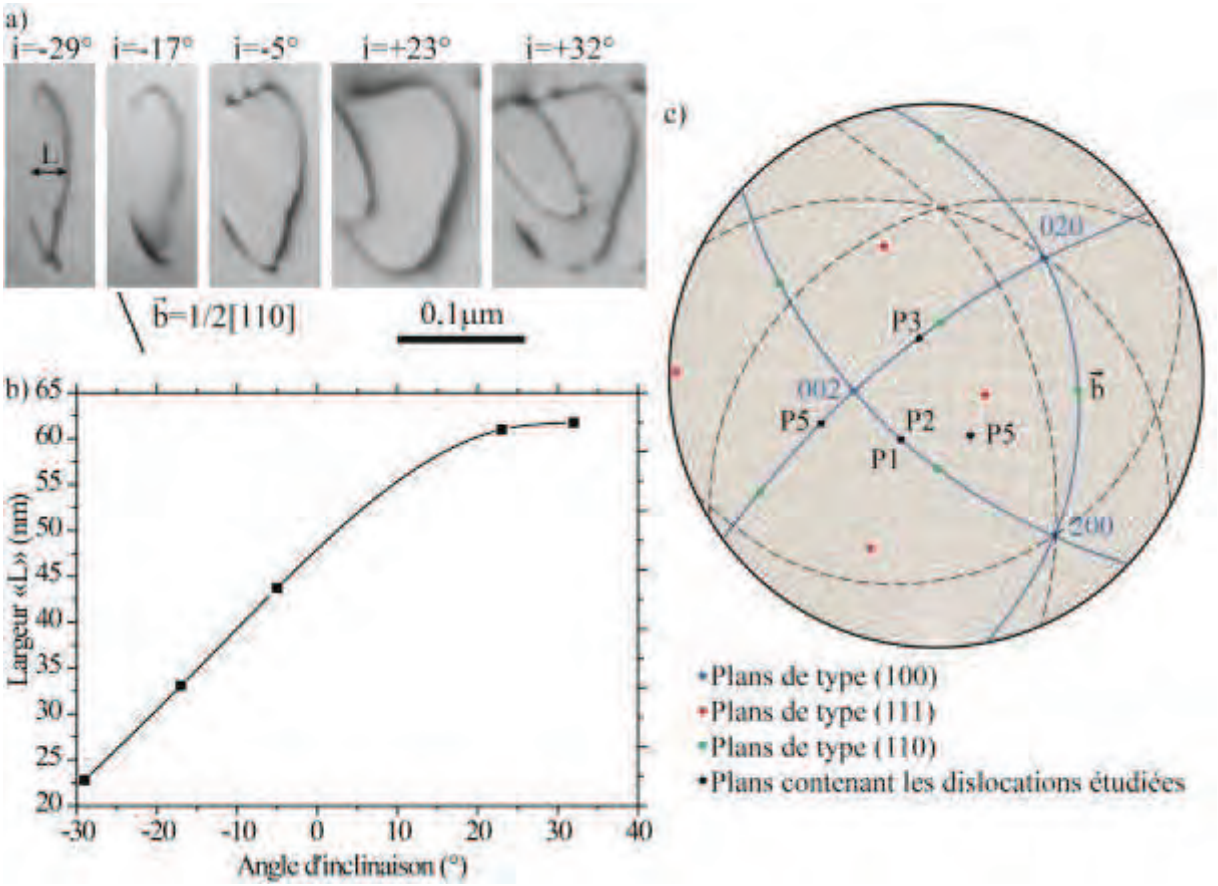


Figure V-35 : Expérience d'inclinaison sur les boucles et portions de boucles repérées sur la figure V-34. a) Exemple de mesures de la largeur effectuées à différentes inclinaisons de la portion de boucle 1. b) Évolution de cette largeur avec l'angle d'inclinaison. c) Repérage des plans (PX), trouvés grâce aux expériences d'inclinaison, sur la projection stéréographique.

Un travail identique a été effectué dans l'échantillon flué à 2% de déformation de l'alliage TNM. Nous pouvons voir comme exemple l'étude d'une portion de boucle sur la figure V-36. Les mesures effectuées à différentes inclinaisons (fig. V-36-a) ont permis d'identifier le plan contenant la portion de boucle (fig. V-36-b). Le pôle de ce plan P a été reporté sur la projection stéréographique (fig. V-36-c). Ce dernier est éloigné des pôles des plans de glissement classique de type <111>. Par contre, ce plan P contient le vecteur de Burgers de la portion de boucle étudiée. Le mécanisme ici activé n'est pas de la montée mais du glissement dans un plan différent de ceux rencontrés dans les échantillons déformés à température ambiante. Sur les cinq expériences d'inclinaison réalisées dans cet alliage, nous n'avons identifié qu'une seule boucle due à de la montée. Il semble que le glissement de dislocations dans des plans non conventionnels, qui pourrait résulter du glissement dévié intensif entre les plans (111), soit le mécanisme de déformation majoritaire des grains γ des liserés de l'alliage TNM.

Notons que, dans les deux alliages, le maclage dans les grains γ est très minoritaire voire quasi absent. Les rares grains déformés par maclage ont leur orientation par rapport à la contrainte macroscopique très favorable, comme l'illustre le cas de la figure V-37 où le FS des macles présentes est de 0,49. Il semble que l'addition d'une contrainte interne soit aussi nécessaire pour activer ces macles car d'autres grains γ dont les orientations étaient tout aussi favorables ne présentent aucune macle.

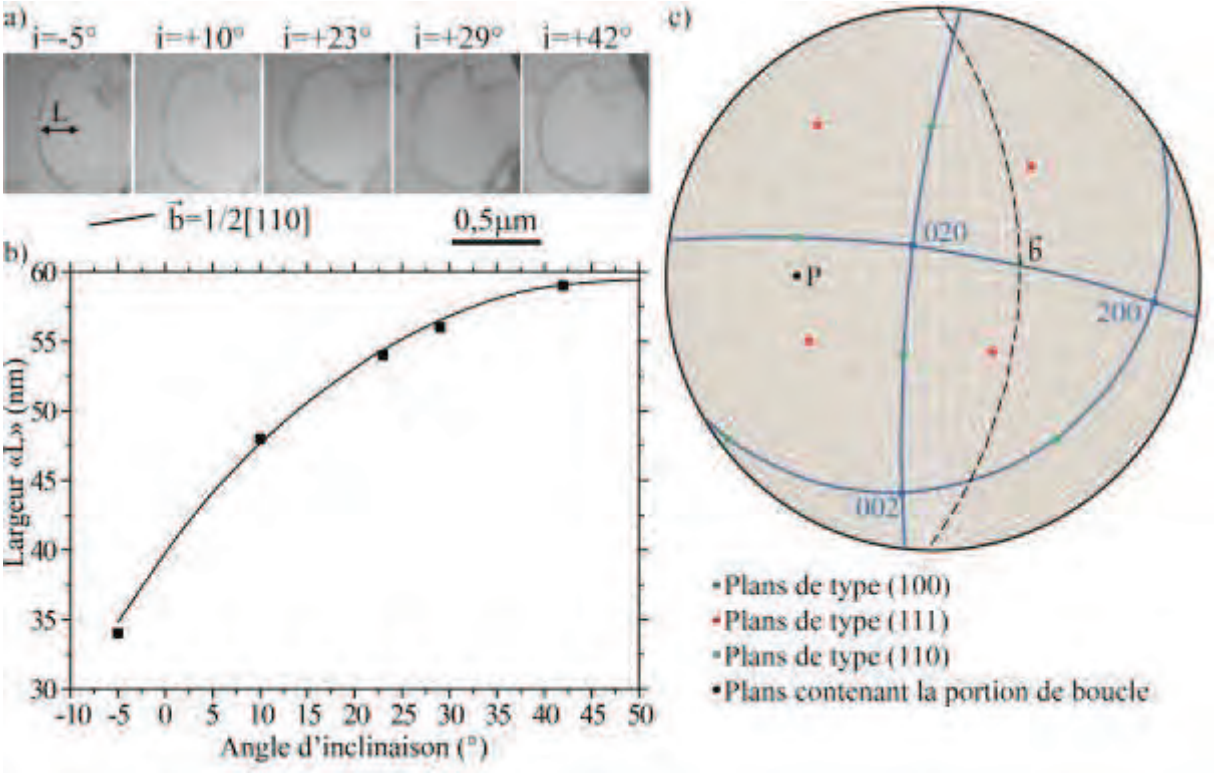


Figure V-36 : Expérience d'inclinaison réalisée sur une portion de boucle dans un grain γ d'un liseré de l'alliage TNM. a) Mesures de la largeur effectuées à différentes inclinaisons de la portion de boucle. b) Évolution de cette largeur avec l'angle d'inclinaison. c) Repérage du plan P, trouvé grâce à l'expérience d'inclinaison, sur la projection stéréographique.

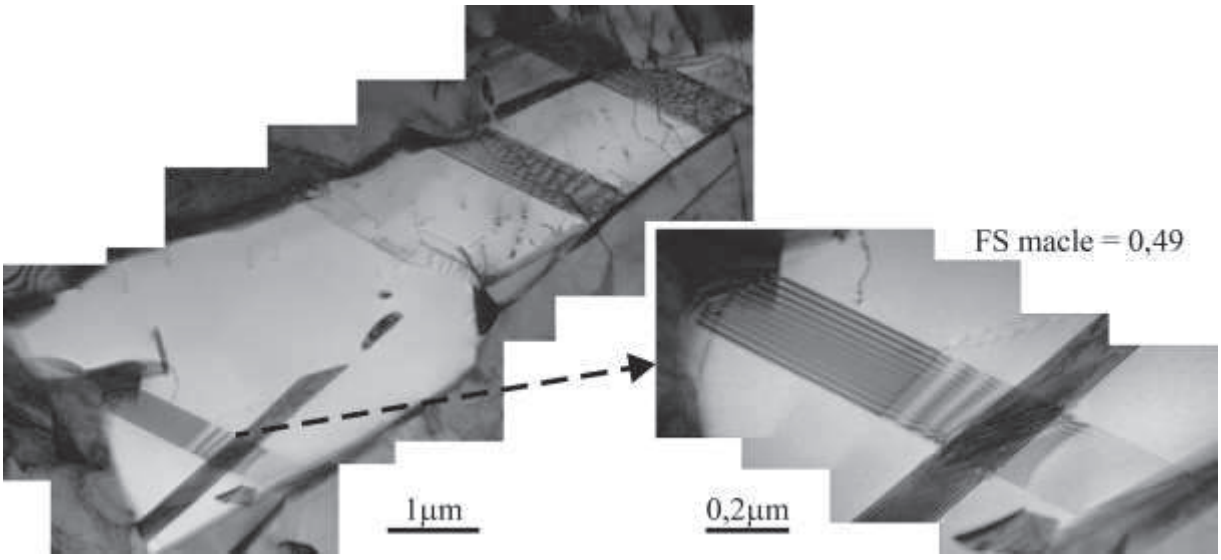


Figure V-37 : Macle dans un grain γ d'un liseré de l'alliage IRIS.

Sur la figure V-38-a, nous étudions les liserés bordant un grain lamellaire de l'alliage IRIS. Les trois agrandissements illustrent l'évolution de la déformation avec l'orientation des grains repérés en (a). Une fois encore, la loi de Schmid semble s'appliquer. Le grain le plus déformé (fig. V-38-c) est celui qui offre la meilleure combinaison entre glissement de dislocations ordinaire et montée pure. Rappelons que pour la montée, le FS maximum de 1 correspond à la configuration où la normale au plan contenant la dislocation est parallèle au vecteur de burgers.

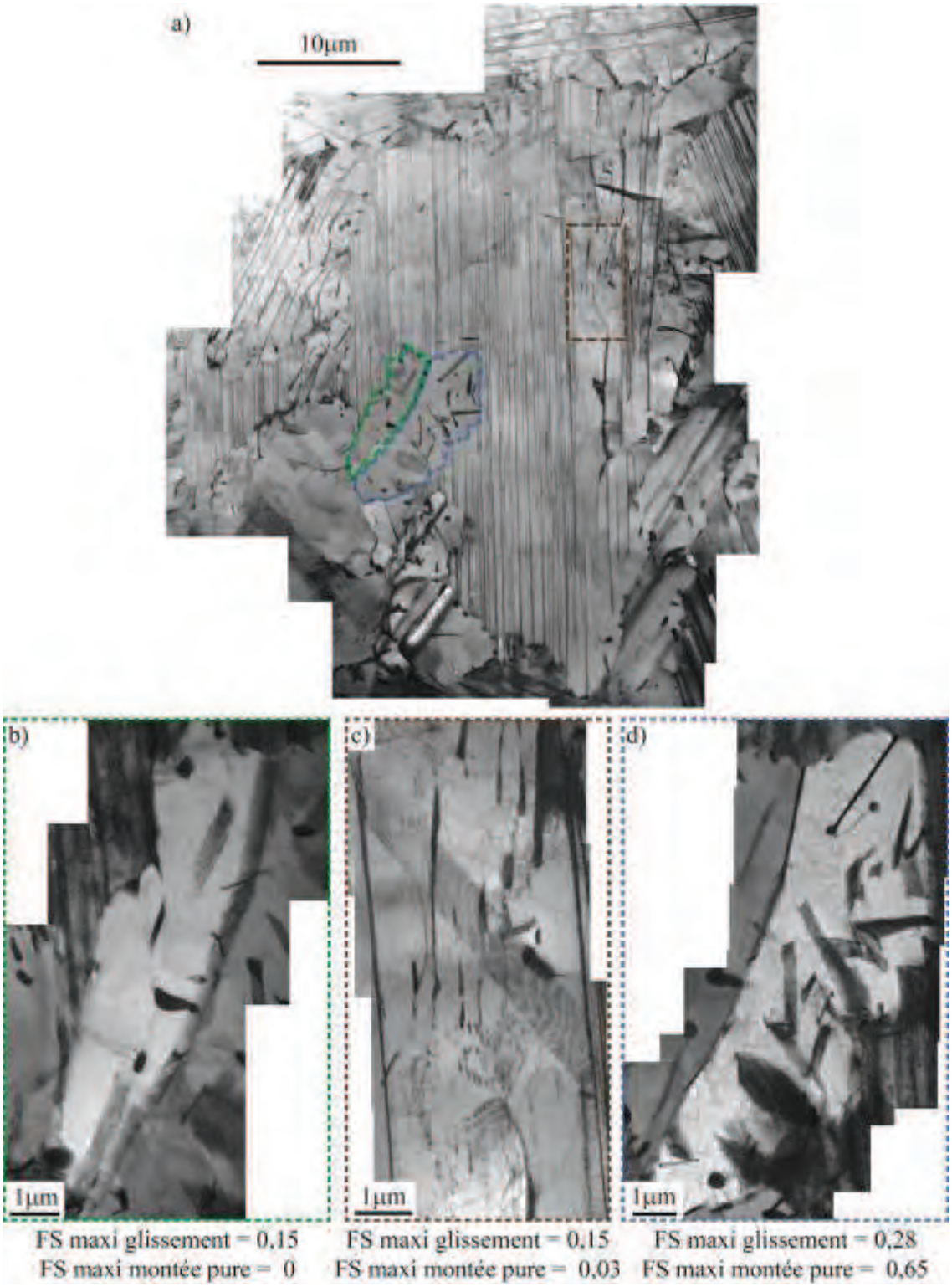


Figure V38 : Déformation des grains γ des liserés de l'alliage IRIS. a) Zone proche lamellaire. b) Agrandissement de la zone entourée en vert. c) Agrandissement de la zone entourée en marron. d) Agrandissement de la zone entourée en bleu.

Dans l'alliage IRIS, nous avons aussi observé des zones, peu nombreuses, contenant plusieurs grains γ déformés par le glissement de superdislocations de type ½[112] dans des plans de type (111) comme illustré sur la figure V-39. Dans cet exemple, deux systèmes sont activés, repérés chacun par une flèche de couleur. Tout comme pour le maclage, ils sont activés grâce à une orientation très favorable du grain par rapport à la contrainte macroscopique ainsi qu'à la présence de contraintes internes.

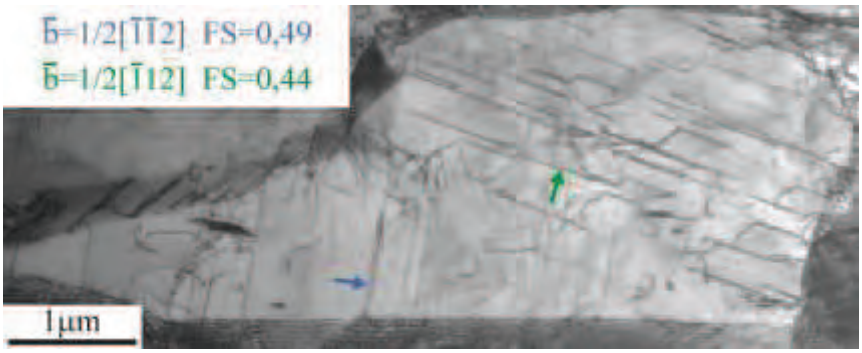


Figure V-39 : Superdislocations de type ½[112] dans un grain γ d'un liseré de l'alliage IRIS.

Comme dans le cas des échantillons déformés à température ambiante, les grains β_0 des liserés de l'alliage TNM apparaissent déformés. Nous pouvons voir un exemple sur la figure V-40. Le grain β_0 étudié, repéré sur la figure V-40-a, contient des dislocations visibles sur les agrandissements en champ clair et en champ sombre (fig. V-40-b et c). Elles ne sont pas concentrées sur des bandes mais semblent avoir des directions d'allongement privilégiées.

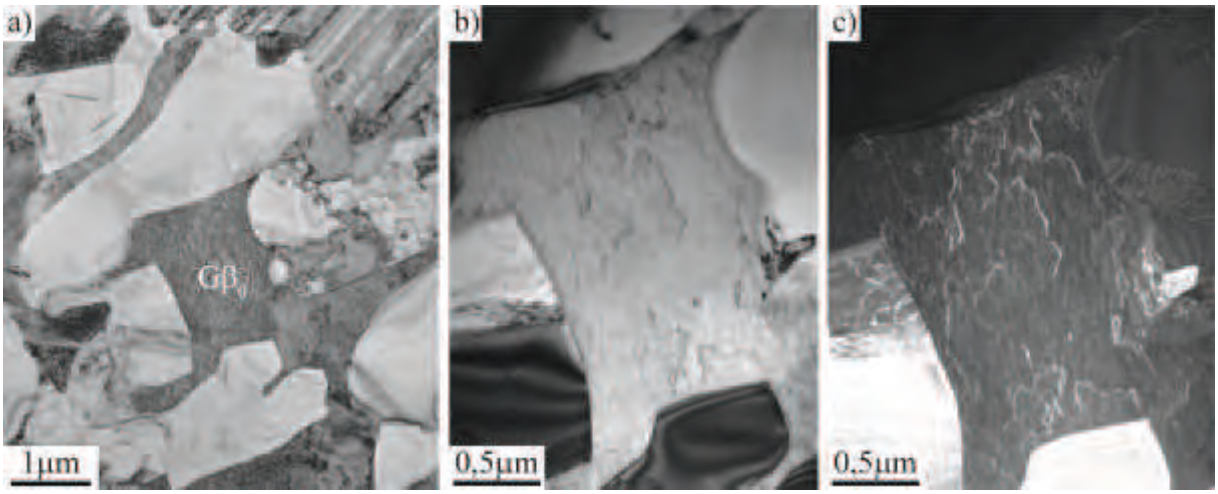


Figure V-40 : Déformation des grains β_0 des liserés de l'alliage TNM. a) Localisation du grain β_0 dans le liseré. b) Champ clair du grain β_0 étudié. c) Champ sombre du grain β_0 étudié.

V.3.2.3. Déformation des grains lamellaires

Comme nous pouvons le voir sur la figures V-41 et 42, les grains lamellaires des alliages TNM et IRIS proches lamellaires sont peu déformés en fluage. Sur ces images, les interfaces sont debout. Nous pouvons observer quelques dislocations ordinaires ancrées sur les interfaces. Si nous comparons la densité de dislocations présentes dans le grain lamellaire de l'alliage IRIS (fig. 42-a et b) déformé en fluage à celle trouvée dans le même alliage avant déformation (fig. 42-c), nous pouvons supposer que cette déformation est simplement due au processus SPS et non au fluage.

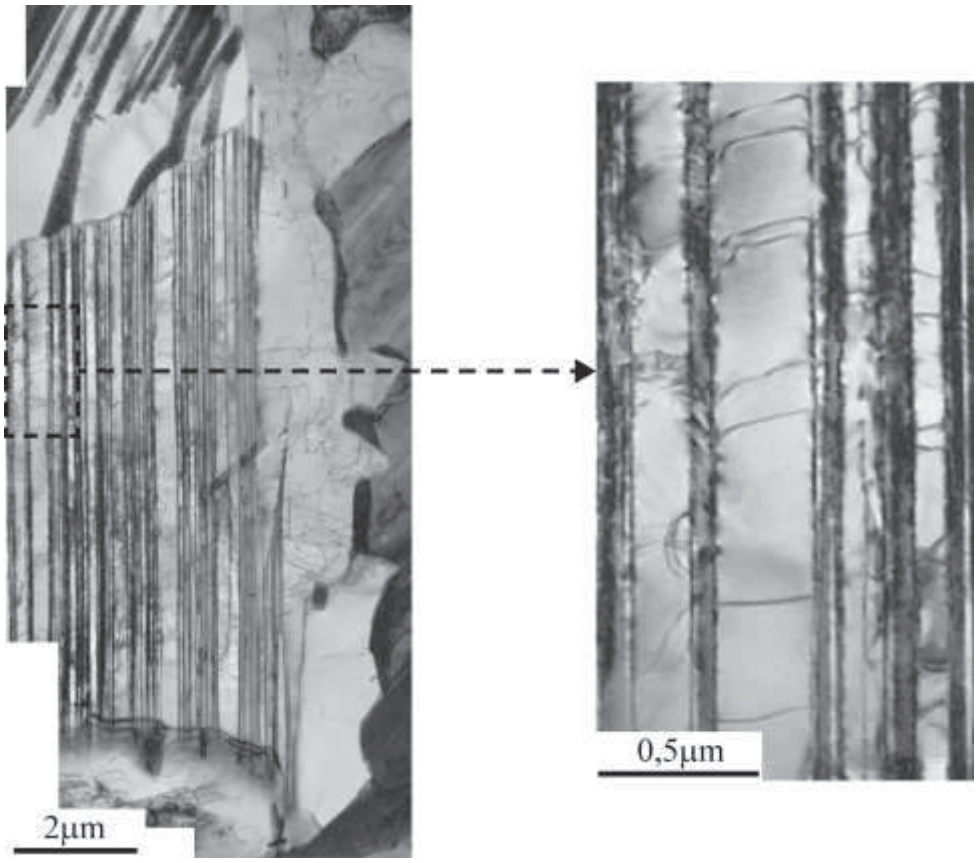


Figure V-41 : Grains lamellaire de l'alliage TNM très peu déformé après l'essai de fluage interrompu.

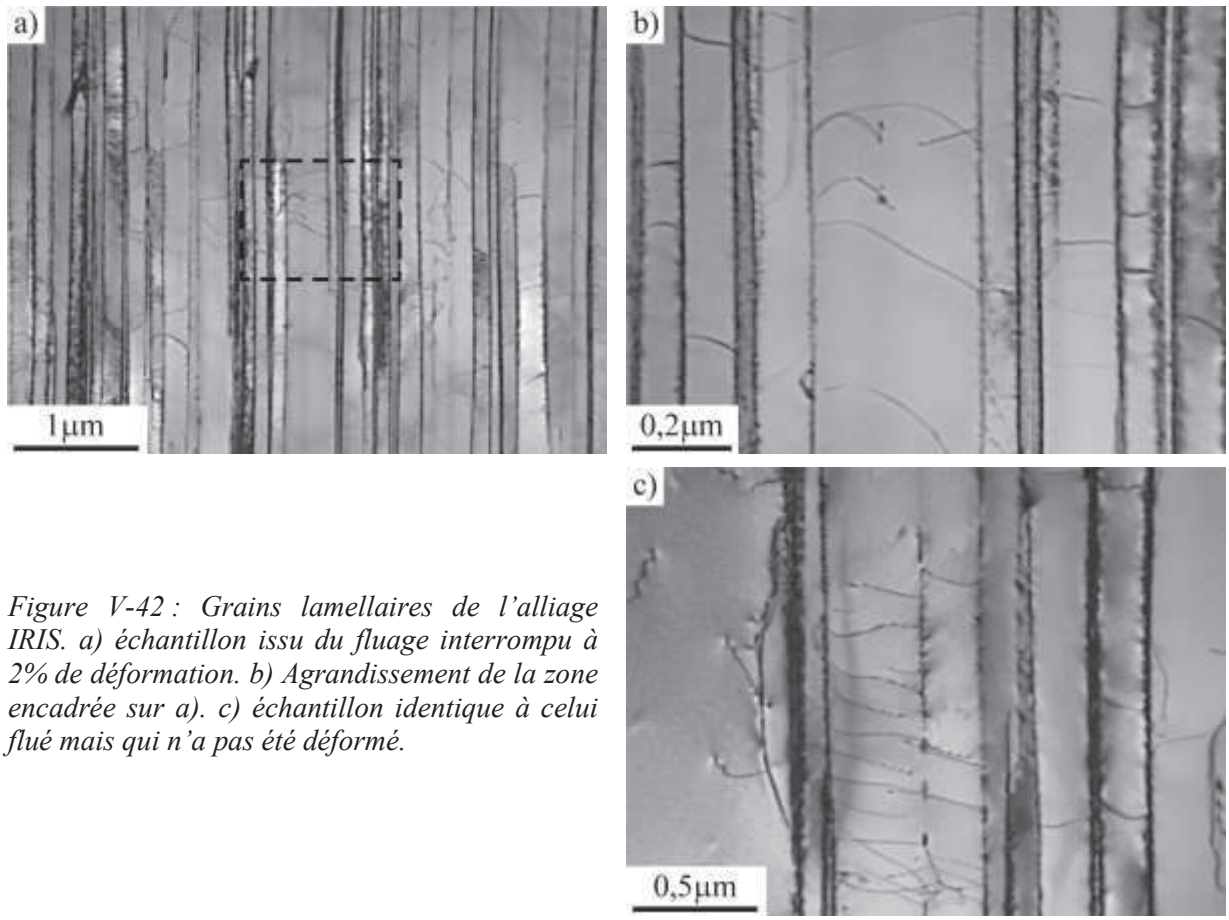


Figure V-42 : Grains lamellaires de l'alliage IRIS. a) échantillon issu du fluage interrompu à 2% de déformation. b) Agrandissement de la zone encadrée sur a). c) échantillon identique à celui flué mais qui n'a pas été déformé.

Dans les échantillons flués, le maclage est très minoritaire. Le peu de macles observées, comme illustré par la figure V-43 dans le cas de l'alliage IRIS, était, encore une fois, toujours dû à une orientation très favorable du grain par rapport à la contrainte macroscopique. Grâce à la finesse des lamelles α_2 et à la présence d'une orientation très majoritaire des lamelles γ, la transmission de la déformation est rendue possible, mais seulement dans le cas des macles.

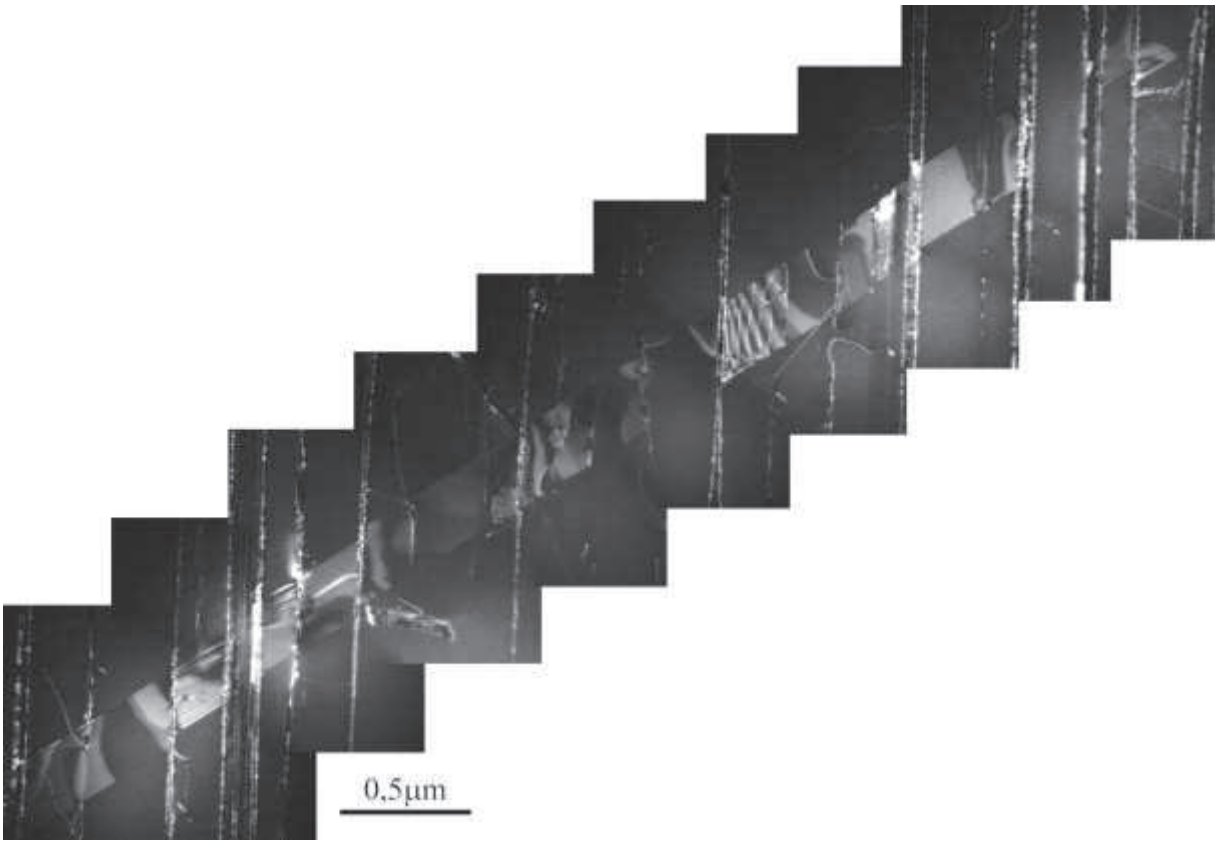


Figure V-43 : Traversée, par une macle, d'interfaces d'un grain lamellaire de l'alliage IRIS. Les images ont été réalisées en champs sombre.

V.4. DISCUSSION

Les essais de traction à température ambiante ont globalement mis en évidence une bonne résistance mécanique des alliages IRIS et TNM densifiés par SPS et une ductilité plus variable selon les microstructures. Les microstructures majoritairement γ à petits grains sont les plus résistantes et les moins ductiles tandis que les microstructures proches lamellaires sont moins résistantes mais plus ductiles. Plusieurs facteurs semblent influencer la ductilité. Une limite d'élasticité plus faible permet en règle générale un allongement plus important. Les alliages densifiés à basse température apparaissent plus fragiles, ce qui peut s'interpréter par la présence de grains α_2 étendus mais également par celle de défauts de densification ou d'inclusions. Les microstructures formées de grains lamellaires étendus sont également fragiles, probablement en raison de la forte déformation parallèlement aux interfaces dans les grains orientés en mode mou. Malgré ces quelques tendances, il est difficile d'expliquer les ductilités de certains alliages. C'est par exemple le cas pour la microstructure duplex obtenue pour l'alliage IRIS (AM480) qui a admis un allongement plus faible qu'une microstructure biphasée densifiée à plus basse température (AK662) et qu'une microstructure proche lamellaire densifiée à plus haute température (AK503), alors que des microstructures duplex obtenues après traitement thermique dans les alliages G4 et TNB possèdent une ductilité intéressante [12, 16]. Nous pensons que la rupture est liée à des phénomènes locaux, comme une contrainte interne due à un empilement agissant sur un point faible de la microstructure, ce qui rend complexe son interprétation.

Il n'en reste pas moins que les microstructures lamellaires à petits grains s'avèrent les plus ductiles. Comme elles offrent une bonne résistance, nous avons décidé de leur consacrer la plus grande partie de cette étude. Nous avons tout d'abord mesuré leurs propriétés en fluage dans les conditions de 700°C et 300MPa et nous avons obtenu une résistance exceptionnelle, avec des vitesses de l'ordre de $3{,}5.10^{-9}$ s^{-1} et des durées de vie de 4 000 heures. Soulignons que nous avons gagné deux ordres de grandeur sur la vitesse de fluage par rapport aux premiers alliages densifiés dans notre équipe par SPS [27] et un ordre de grandeur par rapport à celles mesurées dans les alliages G4 et TNB, enrichis en élément lourds et niobium et ayant subi des traitements thermiques [11,12]. Dans le cas de l'alliage IRIS, nous avons étendu la gamme des essais de fluage à 750°C et mesuré la résistance en traction jusqu'à 950°C. Ces essais nous confirment que la tenue de cet alliage IRIS à haute température est remarquable. La figure V-44 illustre cela en comparant la résistance spécifique de l'alliage IRIS avec celles des alliages TiAl et des superalliages les plus résistants [17, 28]. Nous constatons que pour des températures supérieures à 850°C, la résistance de l'alliage IRIS est la plus élevée. Même l'alliage TNB (Ti-$Al_{45,6}$-$Nb_{7,7}$-$C_{0,2}$) à microstructure proche lamellaire qui est l'un des alliages TiAl les plus résistants à haute température [17] n'est pas aussi performant.

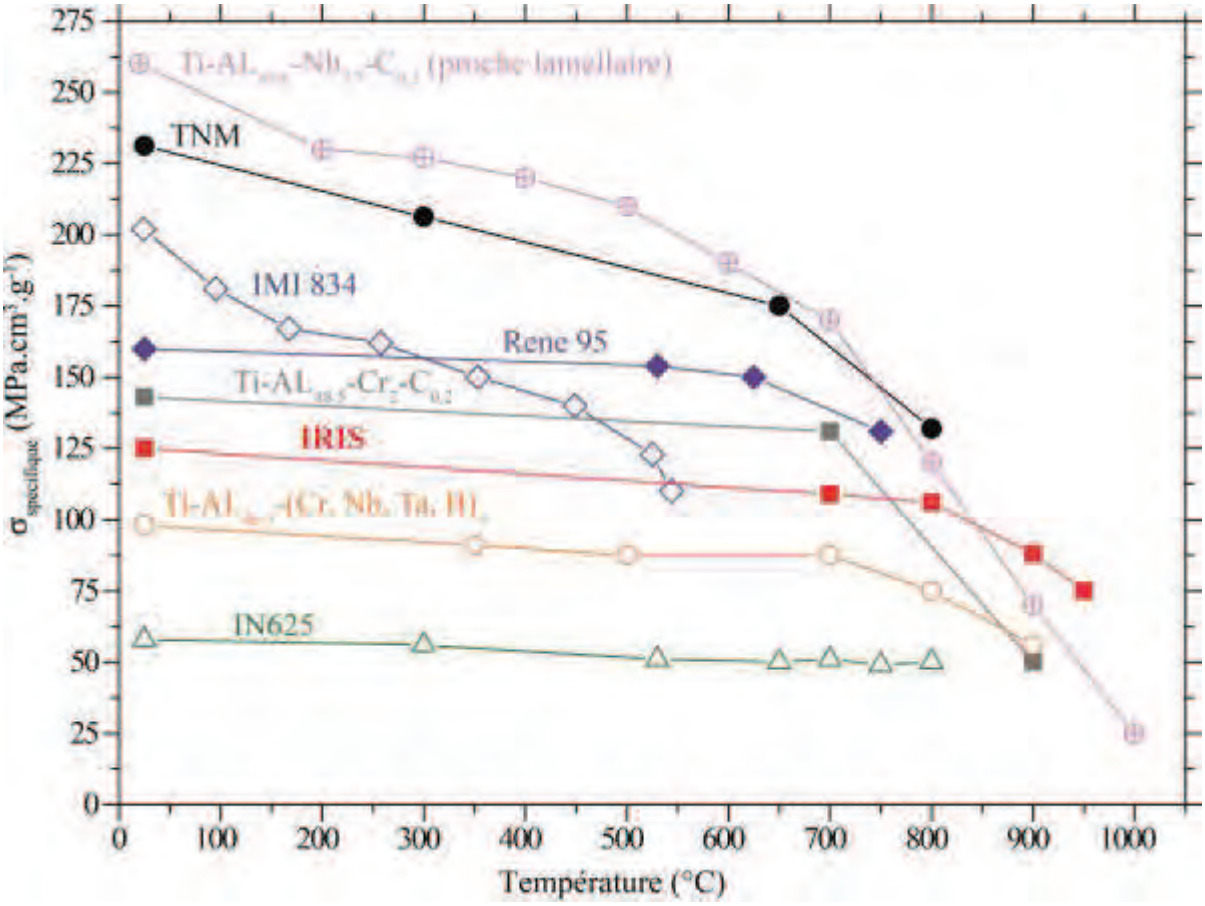


Figure V-44 : Comparaison de la résistance spécifique (limite d'élasticité divisée par la masse volumique) de l'alliage IRIS (en rouge) avec celles d'autres alliages TiAl et celles de superalliages [17, 28].

Les études de plasticité des microstructures proches lamellaires ont mis en évidence des modes et mécanismes de déformation classiques pour la phase γ des alliages TiAl, mettant en jeu les dislocations ordinaires et les macles. Aucune particularité n'a été détectée dans le cas du maclage. Pour les dislocations ordinaires, présentes à la température ambiante, qui sont allongées selon leur direction vis et ancrées en de nombreux points, d'une part, nous avons évalué que la contrainte nécessaire à leur déplacement est plus importante dans l'alliage TNM (195 MPa) que dans l'alliage IRIS (145 MPa). D'autre part, les segments coins de ces

dislocations apparaissent plus ancrés sur les points d'épinglages que dans un alliage classique [14, 29-32] ou G4 densifié par SPS [11]. Cet effet sur les segments coins semble plus fort dans l'alliage IRIS que dans l'alliage TNM. De plus, nos mesures par EDX confirment bien que la phase γ contient les éléments d'addition Nb, Mo (TNM) et W (IRIS). Ces résultats semblent indiquer une forte tendance du tungstène à ségréger dans des microprécipités faisant office de points d'épinglage, et du niobium et du molybdène à rester en substitution. Rappelons que des travaux antérieurs dans notre équipe ont établi que c'est la force de friction qui contrôle le glissement des dislocations ordinaires, en raison d'une densité de points d'épinglage trop faible [30]. Cette propriété a été retrouvée dans nos alliages, où l'on observe clairement des segments vis rectilignes entre les ancrages (fig. V-15 et 16). En plus de la résistance intrinsèque des dislocations, un autre facteur, la taille des grains, joue un rôle important sur la résistance mécanique des alliages. Aussi, un effet de taille a clairement été mesuré dans la phase γ des alliages TiAl [33] qui se traduit par une résistance plus élevée des alliages à petits grains. Pour nos deux alliages, les grains γ des liserés s'avèrent de taille plus réduite dans l'alliage TNM. L'observation de l'importance des mécanismes de transmission aux joints de grains dans la sélection des systèmes de déformation activés va dans le sens de l'effet de taille. Quoi qu'il en soit, une résistance intrinsèque plus importante de la phase γ et une taille de grains inférieure, favorisent une résistance plus élevée de l'alliage TNM, comme mesuré à la température ambiante.

En ce qui concerne le comportement en fluage des dislocations ordinaires, nous avons également détecté une différence entre nos deux alliages, avec l'activation de la montée mixte pour l'alliage IRIS, comme observé par différents auteurs [17, 26], et un glissement dans des plans non conventionnels pour le TNM. Le premier mécanisme permet à la dislocation d'échapper à la force de friction, dès lors que la diffusion est opérante [30]. Le second est thermiquement activé, donc facilité à haute température, mais ne nécessite pas de diffusion. Là encore, il est tentant de rechercher l'explication de ces différences dans des effets individuels à l'échelle atomique des différents éléments d'addition, que seules des simulations à l'échelle atomique en température permettraient de comprendre.

Le glissement des dislocations ordinaires ne produit qu'un cisaillement dans le plan (001) de la structure $L1_0$. La tridimensionnalité de ce cisaillement, nécessaire pour les fortes déformations, est assurée par le maclage en traction à la température ambiante et par la montée et le glissement de superdislocations en fluage.

Dans l'alliage IRIS déformé à la température ambiante, nous avons observé que la déformation associée aux dislocations ordinaires et aux macles traverse les lamelles α_2, ce qui conduit à une déformation homogène des zones lamellaires. Il est probable que les contraintes élastiques dues à l'empilement des dislocations aux interfaces jouent un rôle sur ces mécanismes de traversée comme proposé par Singh et al. [34]. Dans l'alliage TNM, nous n'avons pas observé de déformation dans les grains lamellaires, certainement en raison d'une proportion trop importante de phase α_2, sous la forme de lamelles à la fois plus nombreuses et plus larges. En fluage, ces zones lamellaires ne sont pas déformées à 2% de déformation, que ce soit dans l'alliage TNM ou dans l'alliage IRIS.

À partir des études des microstructures (Chapitre IV) et de celles des mécanismes de déformation, nous pouvons proposer une explication des propriétés mécaniques des alliages IRIS et TNM à microstructure proche lamellaire. La résistance plus élevée à température ambiante de l'alliage TNM provient de la faible dimension des liserés, de la résistance de la structure lamellaire qui ne se déforme pas et de la résistance intrinsèque des grains γ du liseré. Ainsi, le traitement subi par l'échantillon AM451 qui a fortement augmenté la fraction volumique de phase γ dans les liserés a entrainé une chute de sa résistance mécanique. En revanche, pour ce même échantillon nous n'avons pas constaté d'augmentation de l'allongement à rupture malgré l'augmentation de la proportion de la phase γ ductile. La

fragilité ne provient pas de la quantité de zone lamellaire mais de la forte proportion de phase α_2 qu'elle contient. Comme les zones lamellaires ne se déforment pas, elles n'accommodent pas les contraintes internes qu'elles subissent et il est probable que la rupture se produit dans les lamelles α_2 ou aux interfaces les bordant. On comprend alors pourquoi une augmentation de la proportion de phase γ dans les liserés ne rend pas l'alliage plus ductile. Il s'en suit que la faible ductilité des microstructures proches lamellaires de l'alliage TNM résulte directement de sa faible teneur en aluminium et sera difficilement améliorable, comme nous avons pu le constater lorsque nous avons mis en œuvre des traitements thermiques. Pour sa part, dans l'alliage IRIS proche lamellaire, les zones lamellaires se déforment, ce qui a permis d'atteindre un allongement à rupture de 1,6% dans le cas le plus favorable. Nous avons observé que les précipités β_0 contenus dans les liserés peuvent se déformer et accommoder des contraintes internes. Nous avons également observé qu'une augmentation de la taille de grains dans l'alliage sans bore diminue de 25% l'allongement à rupture en raison de l'augmentation de la taille des grains lamellaires.
En ce qui concerne le fluage, il est étonnant que les deux alliages IRIS AK503 et TNM AK746 aient des propriétés si proches alors que celles en traction sont relativement différentes. Cela provient sans doute en partie de ce que seuls les liserés se déforment en fluage. De plus, comme la déformation se produit principalement par dislocations ordinaires se déplaçant par montée ou glissement, les mécanismes d'annihilation de ces dislocations se déplaçant de façon individuelles sont faciles et permettent d'éviter un durcissement dans les deux cas. Il reste que nous avons mis en évidence de la montée mixte pour l'alliage IRIS et du glissement dans des plans non conventionnels pour le TNM. Pour l'alliage TNM, nous constatons que les trois microstructures proches lamellaires donnent des comportements en fluage assez différents, même si elles sont toutes fortement résistantes. Globalement, la haute résistance en fluage des alliages IRIS et TNM proches lamellaires résulte de la non-déformation des zones lamellaires et de la présence des éléments d'addition dans la phase γ des liserés.

V.5. Conclusion

Les essais de traction et de fluage ont montré que les microstructures proches lamellaires à petits grains, obtenues pour les alliages IRIS et TNM, possèdent des propriétés intéressantes vis-à-vis du compromis entre ductilité à température ambiante et résistance au fluage. Toutefois, l'alliage TNM s'avère moins ductile que l'alliage IRIS. Sa trop faible teneur en aluminium lui impose une trop grande quantité de phase α_2 rédhibitoire à température ambiante car elle génère des grains lamellaires quasi-indéformables qui fragilisent la structure. Contrairement à ce qui était attendu, la présence de phase β_0 ne semble pas problématique. Elle se déforme en traction et en fluage pour accommoder les contraintes internes. Les différences et similarités de propriétés mécaniques, en traction à température ambiante et en fluage à 700°C sous 300MPa, mises en évidence entre les échantillons à microstructure proche lamellaire des deux alliages, ont été expliquées par la localisation de la déformation et par les caractéristiques des modes de déformations activés.
Dans les conditions précisées par le cahier des charges industriel pour l'application aube de turbine, malgré plusieurs tentatives d'amélioration des propriétés de l'alliage TNM, la microstructure proche lamellaire de l'alliage IRIS est restée le meilleur candidat. Cet alliage IRIS combine plusieurs avantages :

- Une température d'élaboration suffisamment haute pour effacer les hétérogénéités chimiques.
- Des propriétés mécaniques reproductibles sur une gamme de température d'au moins 80°C, permettant un gradient de température important dans les pièces réalisées.

- Une ductilité dépassant 1% et atteignant 1,6% dans le meilleur cas permettant un usinage et une mise en forme dans des conditions acceptables.
- Une résistance en traction supérieure aux alliages existants jusqu'à une température de 1000°C, ouvrant la voie à des applications à plus hautes températures.
- Une résistance en fluage exceptionnelle.

Les tableaux V-4 et V-5 comparent respectivement les propriétés en traction et en fluage de la microstructure proche lamellaire de l'alliage IRIS avec le cahier des charges (CdC).

Tableau V-4 : Comparaison des propriétés en traction de l'alliage IRIS avec le cahier des charges.

Température (°C)	$\sigma_{e0.2\%}$ (MPa)		σ_r (MPa)		A (%)	
	CdC	IRIS	CdC	IRIS	CdC	IRIS
20	390	490	460	613	1,5	1,6
700	330	432	450	614	2	2,7

Tableau V-5 : Comparaison des propriétés en fluage de l'alliage IRIS avec le cahier des charges.

Conditions	V mini (s^{-1})		Durée de vie (h)		$t_{1\%}$ (h)	
	CdC	IRIS	CdC	IRIS	CdC	IRIS
700°C/300MPa	$7,5x10^{-8}$	$3,5x10^{-9}$	410	4076	--	--
750°C/200MPa	--	--	400	> 8200	--	--
750°C/120MPa	--	--	--	--	350	1350

Un constat général s'impose : le cahier des charges est respecté en traction et très largement en fluage. Suite à ces travaux, l'alliage IRIS, de composition Ti-Al_{48}-W_2-$B_{0,08}$ a fait l'objet d'un dépôt de brevet. Nous pouvons considérer la nuance IRIS densifiée par SPS comme faisant partie de la nouvelle génération d'alliages TiAl dédiée à des applications de haute température. Au-delà de l'application aube de turbine, une option de licence de ce brevet a été vendue et un programme de maturation est en cours pour une application haute température dans le secteur automobile.

Références bibliographiques

[1] M. A. Morris, Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 68 (1993) 259.
[2] W. Wallgram, T. Schmolzer, L. M. Cha, G. Das, V. Guther, and H. Clemens, International Journal of Materials Research 100 (2009) 1021.
[3] E. Schwaighofer, H. Clemens, S. Mayer, J. Lindemann, J. Klose, W. Smarsly, and V. Guther, Intermetallics (2013)
[4] H. Clemens, W. Wallgram, S. Kremmer, V. Guther, A. Otto, and A. Bartels, Advanced Engineering Materials 10 (2008) 707.
[5] O. Bertheaux, Vol. PhD Thesis, Université de Poitiers, Poitiers, 2005.
[6] S. Yokoshima and M. Yamaguchi, Acta Materialia 44 (1996) 873.
[7] Y.-W. Kim, Materials Science and Engineering: A 192–193, Part 2 (1995) 519.
[8] N. J. Rogers, P. D. Crofts, I. P. Jones, and P. Bowen, Materials Science and Engineering: A 192–193, Part 1 (1995) 379.
[9] Y. W. Kim, Intermetallics 6 (1998) 623.
[10] H. F. Chladil, H. Clemens, H. Leitner, A. Bartels, R. Gerling, F. P. Schimansky, and S. Kremmer, Intermetallics 14 (2006) 1194.
[11] H. Jabbar, J. P. Monchoux, M. Thomas, and A. Couret, Acta Materialia 59 (2011) 7574.
[12] H. Jabbar, J. P. Monchoux, F. Houdellier, M. Dolle, F. P. Schimansky, F. Pyczak, M. Thomas, and A. Couret, Intermetallics 18 (2010) 2312.
[13] A. Couret, Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 79 (1999) 1977.
[14] S. Zghal, A. Menand, and A. Couret, Acta Materialia 46 (1998) 5899.
[15] S. Zghal and A. Couret, Materials Science and Engineering: A 234–236 (1997) 668.
[16] H. Jabbar, Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier, Toulouse, 2010.
[17] F. Appel, J. D. H. Paul, and M. Oehring, Gamma titanium aluminide alloys, Weinheim, Germany, 2011.
[18] S. Zghal, M. Thomas, S. Naka, and A. Couret, Philosophical Magazine Letters 81 (2001) 537.
[19] S. Zghal, A. Coujou, and A. Couret, Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 81 (2001) 345.
[20] G. Hug, A. Loiseau, and A. Lasalmonie, Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 54 (1986) 47.
[21] S. Farenc, Paul Sabatier, 1992.
[22] A. Couret, S. Farenc, D. Caillard, and A. Coujou, in Twinning in Advanced Materials (M. H. Yoo and M. Wuttig, eds.), TMS, Pittsburgh, 1994, p. 361.
[23] S. Farenc, A. Coujou, and A. Couret, Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 67 (1993) 127.
[24] S. Farenc, A. Coujou, and A. Couret, Materials Science and Engineering: A 164 (1993) 438.
[25] P. Belaygue, Thèse de Doctorat, ONERA, Paris 13, Paris, 1999.
[26] F. Appel, J. D. H. Paul, M. Oehring, U. Fröbel, and U. Lorenz, Metallurgical and Materials Transactions A 34 (2003) 2149.
[27] A. Couret, G. Molenat, J. Galy, and M. Thomas, Intermetallics 16 (2008) 1134.
[28] H. Clemens, T. Schmoelzer, M. Schloffer, E. Schwaighofer, S. Mayer, and G. Dehm, MRS Online Proceedings Library 1295 (2011) null.
[29] D. Caillard and A. Couret, Materials Science and Engineering: A 322 (2002) 108.
[30] A. Couret, Intermetallics 9 (2001) 899.

[31] B. Viguier, K. J. Hemker, J. Bonneville, F. Louchet, and J. L. Martin, Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties 71 (1995) 1295.
[32] S. Sriram, V. K. Vasudevan, and D. M. Dimiduk, Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 192 (1995) 217.
[33] A. Couret, en cours de publication (2014)
[34] J. B. Singh, G. Molenat, M. Sundararaman, S. Banerjee, G. Saada, P. Veyssiere, and A. Couret, Philosophical Magazine Letters 86 (2006) 47.

PARTIE B

DENSIFICATION DE PIÈCES DE FORME COMPLEXE

Grâce aux travaux présentés dans la partie précédente, nous avons obtenu un alliage TiAl aux propriétés mécaniques en traction et en fluage satisfaisant le cahier des charges industriel. Rappelons que le procédé SPS a permis d'obtenir ce matériau en un seul cycle de moins d'environ 45min (refroidissement compris). Il n'a pas été nécessaire de réaliser des traitements thermiques, ce qui permet un gain économique non négligeable.

Pour que le SPS devienne un procédé de production compétitif, il faut pouvoir densifier des échantillons de forme complexe s'approchant au plus près des cotes finales de la pièce désirée. L'usinage des alliages TiAl étant compliqué et coûteux, il est impératif de le réduire au maximum lors de l'étape de finition.

Pour cela, nous avons dû maitriser les champs de température dans l'outillage et l'influence de la géométrie de l'outillage sur la densification. Les résultats obtenus dans ce cadre sont présentés dans le chapitre VI.
Ensuite, nous avons développé des outillages permettant de réaliser des préformes d'aubes de turbine de turboréacteur d'avion. Nous présenterons, dans le chapitre VII, la méthode et les différentes étapes qui ont permis de faire évoluer les outillages jusqu'à l'obtention de ces préformes.

CHAPITRE VI
MAITRISE DU PROCÉDÉ SPS

Matrice et pistons en graphite chauffés à plus de 1300°C dans l'enceinte du SPS.

CHAPITRE VI : MAITRISE DU PROCÉDÉ SPS

Ce chapitre est dédié à la compréhension et au contrôle des deux points qui devront être maitrisés lorsqu'il s'agira de densifier des formes complexes par SPS : les champs de température dans l'échantillon et la densification. Nous détaillerons, dans un premier temps, les procédures expérimentales et numériques mises en place pour connaitre la température de l'échantillon en l'absence de mesure directe. Nous analyserons, dans un second temps, l'évolution de la répartition des porosités dans différents types d'échantillons en fonction de la température lors du cycle SPS.

VI.1. CONTRÔLE DE LA TEMPÉRATURE

Le but du travail présenté dans cette section est de contrôler l'homogénéité thermique, avec l'appui de simulations numériques, d'échantillons de différentes tailles densifiés avec les trois machines SPS présentées dans le chapitre II (Techniques Expérimentales).
Nous présenterons d'abord une étude visant à déterminer le gradient de température entre le point de la surface extérieure de la matrice où s'effectue la mesure de température et le centre de l'échantillon. À partir de là, nous nous attacherons à mesurer et limiter le gradient de température présent dans les échantillons Ø36h8mm de manière à densifier des échantillons à microstructures identiques avec les trois machines. Un changement d'échelle sera ensuite réalisé avec la machine SYNTEX 9.40 pour réaliser des échantillons de taille plus importante. Nous finirons par utiliser tous ces résultats pour contrôler expérimentalement et par simulation la température au sein d'un échantillon de forme complexe.

VI.1.1. Expérience

VI.1.1.1. Détails expérimentaux

Les trois machines utilisées dans le cadre de cette étude ont été introduites dans le chapitre II (Techniques Expérimentales). Leurs caractéristiques sont récapitulées dans le tableau VI-1. Elles ont des capacités différentes basées sur leur aptitude à densifier des échantillons d'un diamètre plus ou moins important. Les paramètres importants sont la longueur disponible entre les deux électrodes qui va limiter la hauteur de l'outillage, la force maximum applicable et l'intensité de courant disponible qui limitera le volume de l'outillage à chauffer.

Tableau VI-1 : Caractéristiques des trois machines SPS utilisées. $Ø_{max}$ est le diamètre maximum de l'échantillon. L_{max} est la longueur maximum disponible entre les deux électrodes. F_{max} est la force maximum applicable. I_{max} est l'intensité de courant maximum disponible.

Localisation	PNF^2 Toulouse	ICB Dijon	Mécachrome Vibraye
Marque	SYNTEX 2080	FCT HPD-125	SYNTEX 9.40
$Ø_{max}$ (mm)	50	150	300
L_{max} (mm)	150	200	600
F_{max} (kN)	200	1250	3000
I_{max} (kA)	8	24	20

Dans les trois machines, la température est mesurée par un pyromètre radial extérieur visant un point situé sur la surface externe de la matrice à mi-hauteur de l'échantillon comme expliqué sur la figure II-2 du chapitre II. Notons qu'un pyromètre axial est disponible sur la machine FCT HPD-125. Il permet de mesurer la température au plus près de l'échantillon. Néanmoins, nous ne l'avons pas utilisé car nous souhaitions réaliser des essais dans les mêmes conditions avec les trois machines. Dans ce même chapitre II, le lecteur pourra trouver toutes les informations concernant le cycle SPS. Dans chaque expérience réalisée dans le cadre de cette étude, une pression de 100MPa a été appliquée et un feutre carbone a été disposé tout autour de la matrice. La poudre utilisée est la nuance GE B482 de composition

chimique Ti-Al_{48}-Cr_2-Nb_2 fabriquée par Crucible. Les expériences ont toutes été menées dans un vide moyen d'environ 10Pa.

Dans cette étude, nous utiliserons les notations suivantes pour désigner les températures expérimentales, simulées ou mesurées en différents points de l'outillage ou de l'échantillon :

- T_p^{cons} est la température de consigne au point visé par le pyromètre.
- T_p^{max} est la température maximale mesurée au point visé par le pyromètre.
- $T_p^{exp}(\alpha)$ est la température expérimentale mesurée au point visé par le pyromètre correspondant au passage du transus α à cœur de l'échantillon.
- T(α) est la température du transus α déterminée expérimentalement.
- T_p^{sim} est la température simulée au point visé par le pyromètre.

VI.1.1.2. Évaluation de la température

Il n'est pas possible de positionner un thermocouple directement dans l'échantillon pour en mesurer la température. Nous nous sommes donc servis d'un moyen de contrôle différent. Comme expliqué dans le chapitre I (Bibliographie), le franchissement du transus α dans un alliage classique, tel que celui que nous utilisons, conduit à la formation d'une microstructure entièrement lamellaire à gros grains. Nous avons alors utilisé ce changement microstructural comme un marqueur de la température. Les échantillons chauffés en dessous du transus ont, quant à eux, une microstructure duplex.

Il a d'abord fallu déterminer la valeur de T(α) expérimentalement pour notre nuance TiAl. Pour cela, nous avons réalisé des traitements thermiques de 4h au four sur des échantillons densifiés préalablement par SPS. Un traitement à 1340°C a permis de franchir le transus α (fig. VI-1-c) tandis qu'un traitement réalisé 10°C en-dessous a conduit à l'obtention d'une microstructure duplex (fig. VI-1-b). La valeur de T(α), déterminée expérimentalement, est donc de 1335°C ±5°C.

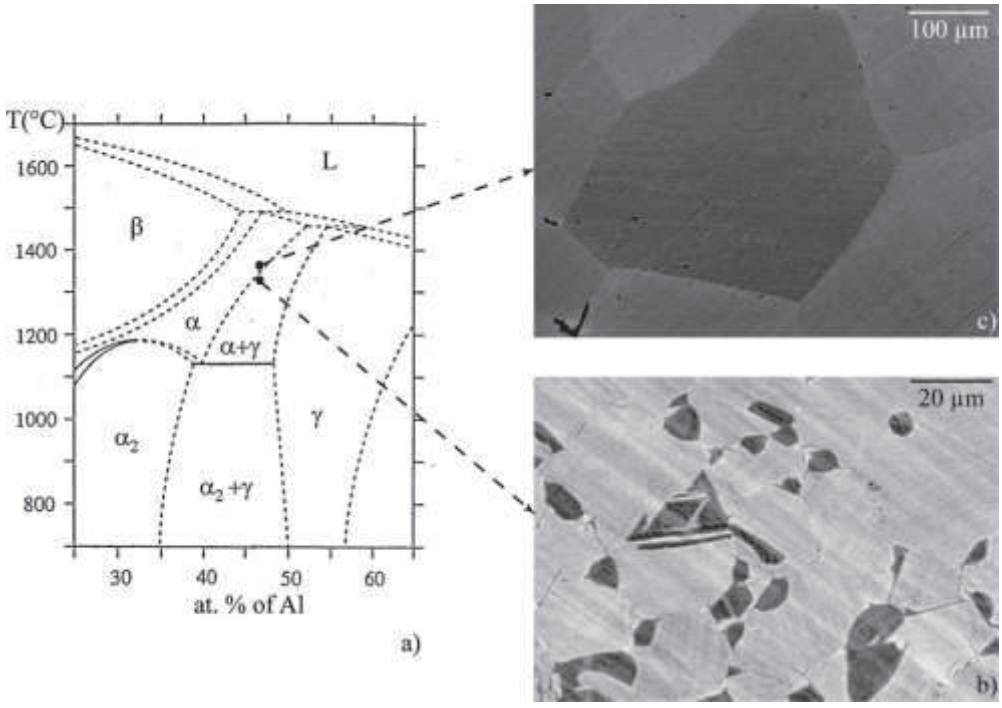


Figure VI-1 : a) Diagramme de phase de l'alliage binaire TiAl [1] et microstructures obtenue après des traitements thermiques effectués à b) 1330°C et c) 1340°C.

Comme mentionné précédemment, des simulations numériques basées sur la méthode des éléments finis ont été développées dans l'équipe [2] dans le but de connaitre la température en chaque point de l'outillage et de l'échantillon. Les calculs sont faits étape par étape jusqu'à l'obtention d'un état stationnaire. La figure VI-2 présente un exemple de calcul réalisé sur un échantillon Ø36h8mm densifié avec la machine SPS de Toulouse sans utilisation d'un feutre carbone. Chaque pas de la figure VI-2-a correspond à un incrément de temps qui prend en compte le pas précédent ainsi que les variations des caractéristiques thermiques et électriques des matériaux avec la température pour réaliser un nouveau calcul dans la nouvelle configuration. Nous sélectionnons ensuite le pas qui donne la même température au point visé par le pyromètre entre la simulation et l'expérience (fig. VI-2-b), soit $T_p^{max} = T_p^{sim}$. Nous connaissons alors l'ensemble des champs de température dans l'outillage et notamment le gradient de température entre le point visé par le pyromètre et le centre de l'échantillon comme présenté sur la figure VI-2-b. Dans ce cas, le gradient est de plus de 100°C. Les résultats de ces simulations ont été comparés avec succès à ceux obtenus par un code 3D développé avec la librairie CIMLib [3]. Les modélisations réalisées dans le cadre de cette étude prennent toutes en compte l'ajout d'un feutre carbone positionné autour de la matrice en apportant les modifications présentées dans la section II.1.3. du chapitre II (Techniques Expérimentales).

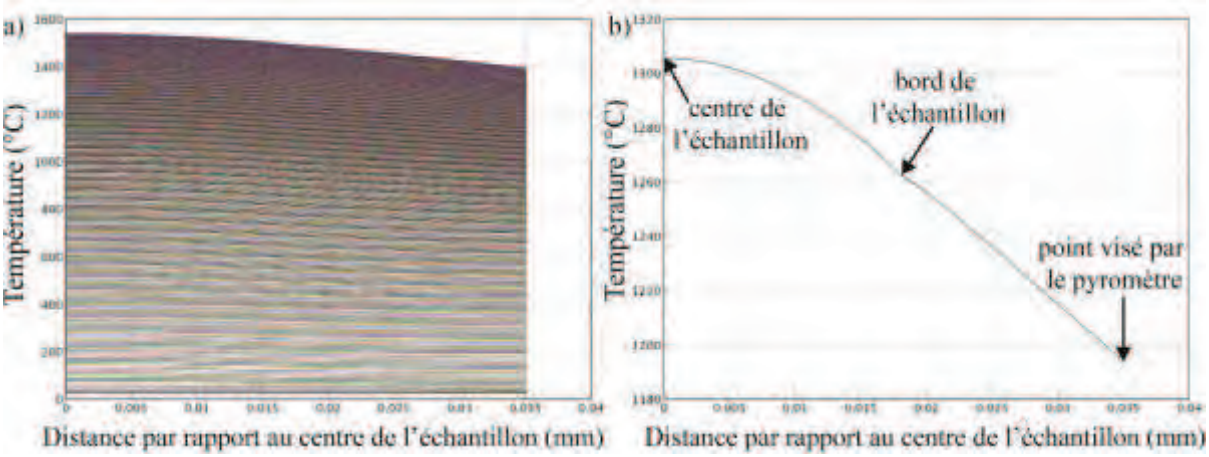


Figure VI-2 : Exemple d'évolution de la température entre le centre de l'échantillon et le point visé par le pyromètre. a) Ensemble des étapes de calcul menant à un état stationnaire. b) Étape sélectionnée correspondant à la température expérimentale.

VI.1.2. Résultats

VI.1.2.1. Contrôle de la température dans l'échantillon

Dans cette section, le but est de densifier via les trois machines SPS présentées précédemment, un échantillon duplex et un échantillon lamellaire afin d'identifier la T_p^{max} correspondant à T(α) au centre de l'échantillon. De cette manière, nous pouvons déterminer le gradient de température présent entre le point de la surface extérieure de la matrice où s'effectue le contrôle de la température, et le centre de l'échantillon pour chaque appareil. Dans cette étude, des échantillons Ø36h8mm ont été densifiés en utilisant le système de matriçage présenté sur la figure II-1du chapitre II. Plusieurs essais ont été nécessaires avant d'entourer le transus par deux échantillons densifiés avec environ 25°C de différence. La figure VI-3 présente les micrographies réalisées par MEB et MO du centre des échantillons densifiés en-dessous et au-dessus du transus α dans chaque machine. Les données de ces essais sont résumées dans le tableau VI-2. La machine SYNTEX 9.40 de Mecachrome offre le gradient de température entre le point de mesure et le centre de l'échantillon le plus faible. Le gradient le plus élevé a été observé avec la machine FCT HPD-125 de L'ICB.

Tableau VI-2 : Données des essais sous- et sur-transus réalisés dans les trois machines SPS.

Machine	Microstructure	Tension (V)	Intensité (A)	Puissance (W)	T_p^{cons} (°C)	T_p^{max} (°C)	$T_p^{exp}(\alpha)$ (°C)	Gradient
SYNTEX 2080	Duplex	3,65	2611	9530	1250	1267	1275	60
	Lamellaire	3,64	2626	9559	1275	1282		
FCT HPD-125	Duplex	4,87	2883	14039	1225	1231	1243	92
	Lamellaire	5,08	3184	16187	1250	1255		
SYNTEX 9.40	Duplex	2,83	4052	11466	1275	1278	1289	46
	Lamellaire	2,90	4204	12192	1300	1300		

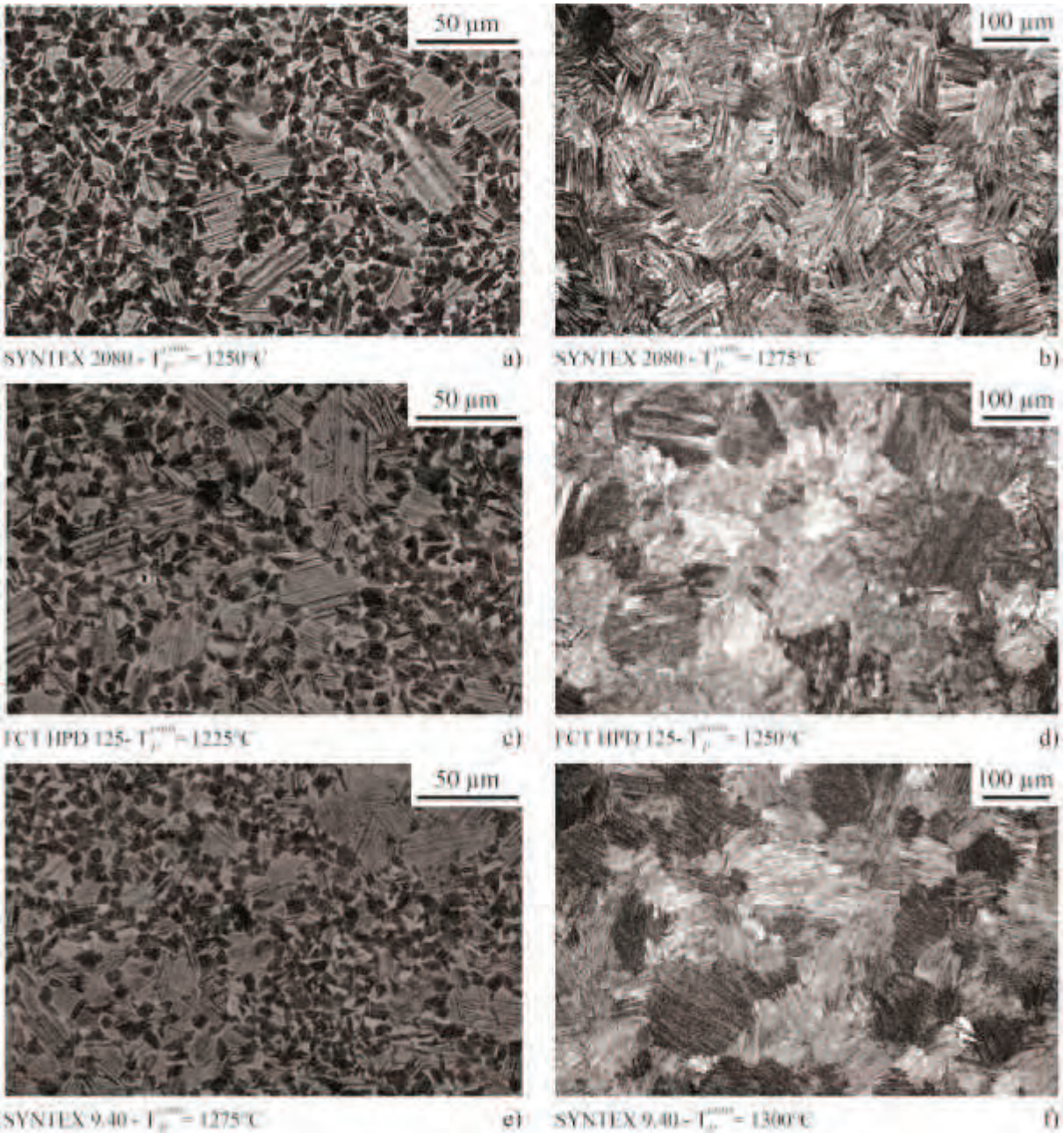


Figure VI-3 : Microstructures au centre des échantillons densifiés sous et sur transus α dans les trois machines SPS servant à l'étude. a), c) et e) Images obtenues par MEB en mode électrons rétrodiffusés. b), d) et f) Images obtenues par MO.

VI.1.2.2. Gradient de température

Nous contrôlons systématiquement les microstructures au centre des échantillons car c'est, selon l'expérience et les simulations, l'endroit le plus chaud de l'échantillon. Cela signifie que la température, et donc la microstructure, ne sont pas toujours homogènes dans l'échantillon. Pour évaluer le gradient de température dans l'échantillon, nous avons également contrôlé la microstructure au bord de l'échantillon. Si nous prenons l'exemple des échantillons densifiés avec la machine SYNTEX 2080, nous pouvons voir (fig. VI-4) que, pour ces deux échantillons, les microstructures au centre et bord sont différentes. Comme mis en évidence sur la figure VI-3, une diminution de la température d'élaboration de 25 °C entraine un changement significatif de microstructure au centre de l'échantillon en passant d'une microstructure lamellaire à duplex. Dans l'échantillon densifié à une température de consigne de 1275°C, nous retrouvons cette variation de microstructure entre le centre et le bord (fig. VI-4-a et b). De même, dans l'échantillon densifié 25°C en-dessous, la microstructure passe de duplex à biphasée (fig. VI-4-c et d). Les microstructures duplex des deux échantillons présentent les mêmes caractéristiques en termes de taille de grains et de fractions surfaciques de phase ce qui indique qu'elles ont été obtenues à des températures très proches. Nous pouvons donc en déduire que le gradient de température entre le centre et le bord d'un échantillon Ø36h8mm densifié sur la machine SYNTEX 2080 est d'environ 25°C. La courbe issue de la simulation numérique (fig. VI-4-e) donne une température de 1307°C au bord de l'échantillon et de 1335°C au centre. Ce gradient de température de 28°C est totalement en accord avec les données expérimentales.

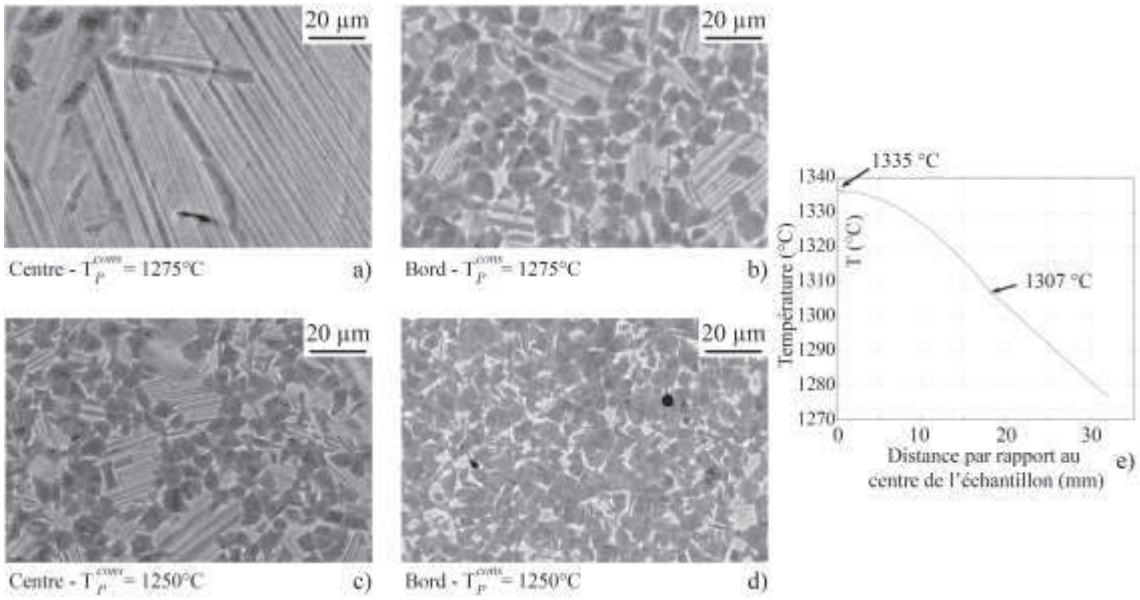


Figure VI-4 : Microstructures au centre et au bord des échantillons densifiés de part et d'autre du transus α avec la machine SYNTEX 2080 à a) et b) 1275°C et c) et d) 1250°C. e) Étape de la simulation correspondant au passage du transus α.

La figure VI-5 présente plus précisément l'évolution de la microstructure entre le centre et le bord de l'échantillon densifié à T_p^{cons}=1275°C avec la machine SYNTEX 2080. Nous pouvons voir que le changement de microstructure se fait progressivement avec une diminution continue du nombre et de la taille des grains lamellaires en faveur des grains γ.

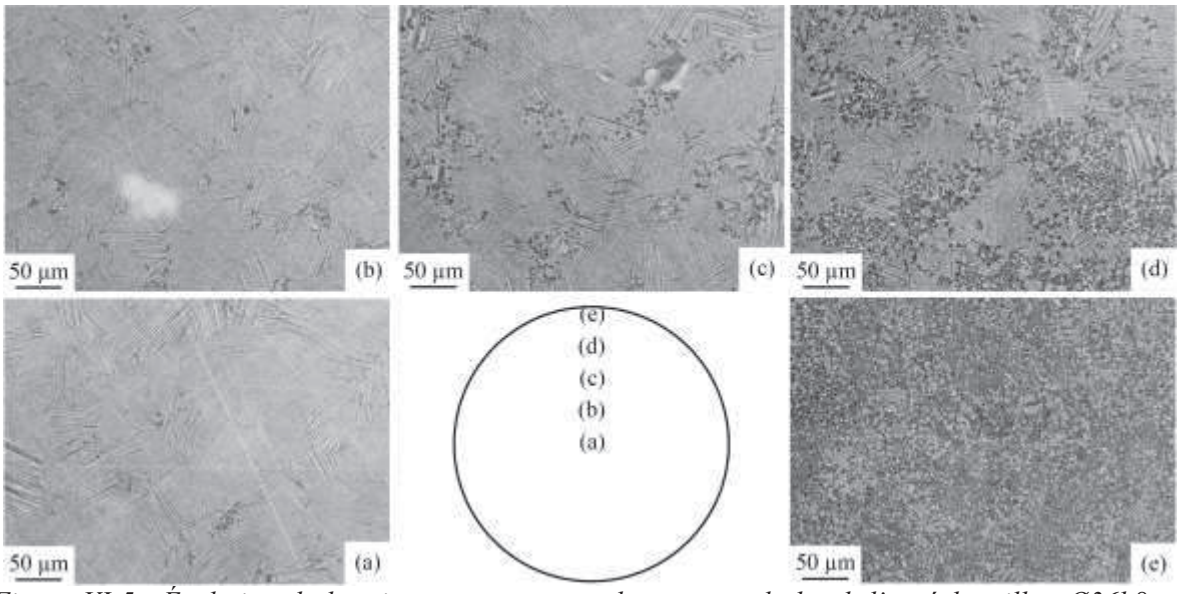


Figure VI-5 : Évolution de la microstructure entre le centre et le bord d'un échantillon Ø36h8mm densifié avec la machine SPS SYNTEX 2080 à $T_p^{cons} = 1275°C$.

Notons que les échantillons densifiés au-dessus du transus α avec les machines FCT HPD 125 (fig. VI-6 a) et SYNTEX 9.40 (fig. VI-6 c) présentent des microstructures similaires au centre et au bord bien que les simulations (fig. VI-6-b) et d)) donnent un gradient de température supérieur à celui trouvé dans l'échantillon densifié avec la SYNTEX 2080.

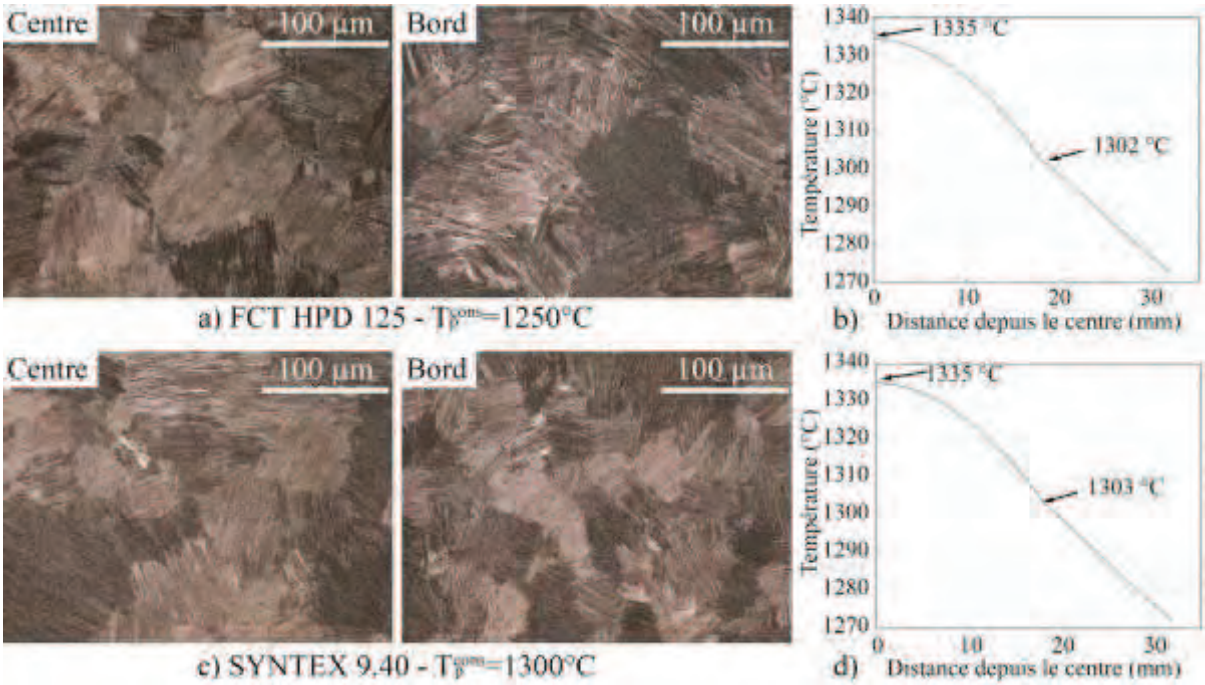


Figure VI-6 : Microstructures au centre et au bord des échantillons densifiés au-dessus du transus α avec les machines a) FCT HPD 125 et c) SYNTEX 9.40. b) et d) Gradients de température dans les échantillons déterminés par la simulation numérique.

Afin de diminuer ce gradient de température au sein de l'échantillon, nous avons réalisé une expérience équivalente à celle correspondant à $T_p^{cons} = 1275°C$ avec la machine SYNTEX 2080 en plaçant des disques d'alumine entre les pistons et l'échantillon. De cette manière, le passage du courant à travers l'échantillon est très fortement réduit et l'échantillon est alors chauffé principalement par conduction. Les microstructures obtenues au centre et au bord de cet échantillon sont présentées sur la figure VI-7. Les deux sont duplex, avec une variation des tailles et des fractions surfaciques des grains nous situant entre les microstructures duplex

c et e présentées sur la figure VI-5. Le gradient de température est donc fortement réduit comme déjà observé lors de la densification de pastilles de nickel par Minier *et al.* [4].

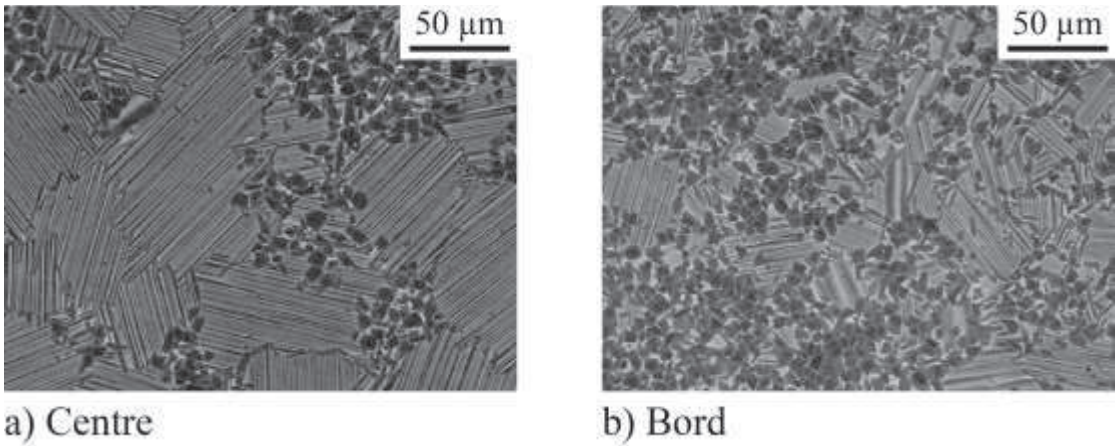


Figure VI-7 : Microstructures au centre (a) et au bord (b) de l'échantillon densifié à $T_p^{cons} = 1275°C$ *avec la machine SYNTEX 2080 avec l'addition de disques d'alumine entre les pistons et l'échantillon.*

VI.1.2.3. Changement d'échelle

Une deuxième partie de ce travail a pour but de contrôler la température au sein d'échantillons de taille industrielle en étudiant l'influence de la géométrie de l'outillage utilisé. Pour cela, nous avons réalisé des changements d'échelles radialement et axialement en utilisant la machine SYNTEX 9.40. En d'autres termes, nous avons densifié des échantillons de diamètre Ø100mm et de hauteur 8mm (Ø100h8mm) et des échantillons de 10mm de diamètre et de 60mm de hauteur (Ø10h60mm).

Concernant les échantillons Ø100h8mm, le premier essai a consisté à utiliser un outillage homothétique par rapport à celui qui a servi à densifier des échantillons Ø36h8mm en utilisant des spacers habituels. Un gradient important de 125°C entre le centre de l'échantillon et le point de la matrice visé par le pyromètre était prédit par la simulation (fig. 8-a). Il est dû au changement soudain de diamètre entre le plus petit spacer et le piston, générant une forte résistance électrique et donc une surchauffe à cet endroit. Nous pouvons voir sur la figure VI-8-a que cette surchauffe au niveau des pistons entraine un fort gradient matérialisé par les lignes d'iso-température et également une forte hétérogénéité de la température dans l'échantillon. Les analyses MEB *post mortem* confirment la simulation. Le centre de l'échantillon a une microstructure duplex (fig. VI-8b) tandis que le bord de l'échantillon, de microstructure dendritique, n'est pas totalement consolidé (fig. VI-8c) à cause d'une température trop basse.
Nous avons alors conçu un nouvel outillage avec l'appui des simulations. La figure VI-8-d montre l'outillage qui a permis de limiter au maximum ce gradient. Pour atteindre une température de 1335°C au point le plus chaud de l'échantillon, la simulation annonce une T_p^{cons} de 1244°C avec un gradient entre le centre et le bord de l'échantillon de 30°C. Les microstructures de ces deux endroits de l'échantillon sont montrées sur les figures VI-8-e et f. Elles sont toutes deux duplex avec une légère différence de caractéristiques (tailles et fractions volumiques des grains γ) pouvant tout à fait correspondre à un gradient de 30°C comme prédit par la simulation. Notons néanmoins qu'avec un tel outillage la température est plus difficile à réguler du fait d'un volume de graphite plus important, entrainant une forte inertie thermique.

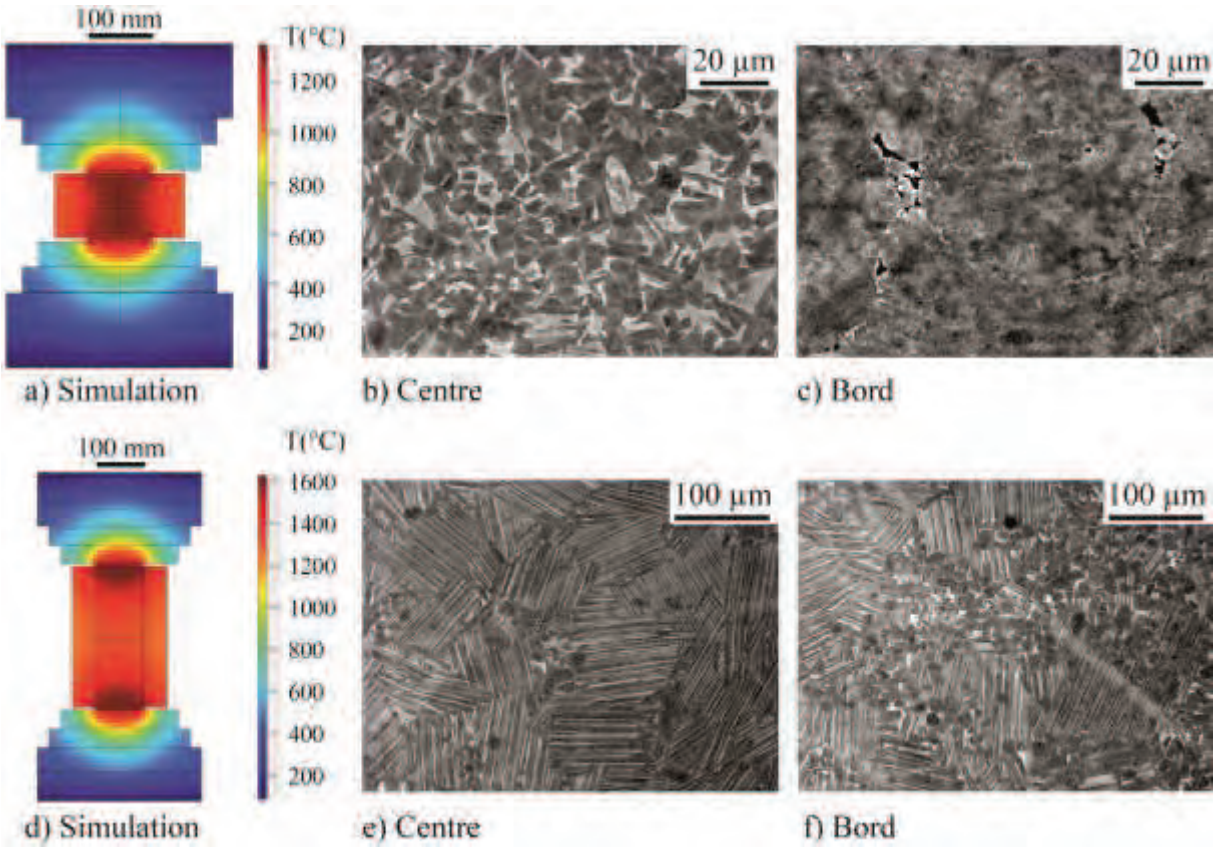


Figure VI-8 : Deux essais de densification d'échantillons Ø100h8mm avec la machine SYNTEX 9.40 avec un outillage classique (a-c) et avec un outillage réduisant le gradient de température (d-f).

Pour réaliser le changement d'échelle vertical, nous avons densifié des échantillons Ø10h60mm. En utilisant un outillage classique seulement dimensionné pour résister à la contrainte et non pas optimisé pour diminuer les hétérogénéités thermiques, nous avons obtenu un échantillon homogène avec une microstructure biphasée aux tailles de grains γ et α_2 similaires comme en témoigne la figure VI-9.

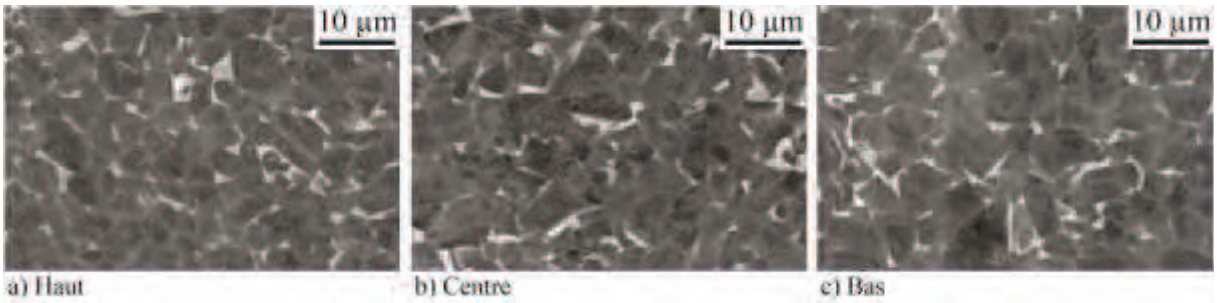


Figure VI-9 : Microstructures (MEB) aux extrémités et au centre de l'échantillon Ø10h60mm densifié avec la machine SYNTEX 9.40.

VI.1.2.3. Forme complexe

Grâce aux travaux effectués précédemment, nous avons pu confirmer le bon accord entre les simulations et les données expérimentales. Nous avons alors utilisé les simulations pour concevoir un outillage permettant de densifier une forme complexe avec un faible gradient de température. De manière à pouvoir contrôler expérimentalement le champ de température dans la pièce, nous avons déterminé, grâce aux simulations, une T_p^{cons} permettant de dépasser le transus α au point le plus chaud de la pièce. Ainsi, le reste de la pièce, plus froid, présentera des microstructures duplex ou biphasées plus sensibles à la variation de température et donc, jouant au mieux le rôle de marqueur de la température.

Les résultats de la simulation et de l'expérience sont présentés sur la figure VI-10. Nous pouvons voir que le transus α a été franchi pour une température annoncée par la simulation de 1320°C (fig. VI-10-e). Cette température est inférieure de 15°C à la température de transus déterminée par des traitements thermiques au four. Les microstructures obtenues au point le plus froid (biphasée - fig. VI-10-d) et à un point de température intermédiaire (duplex - fig. VI-10-f) sont en parfait accord avec les gradients annoncés par la simulation.

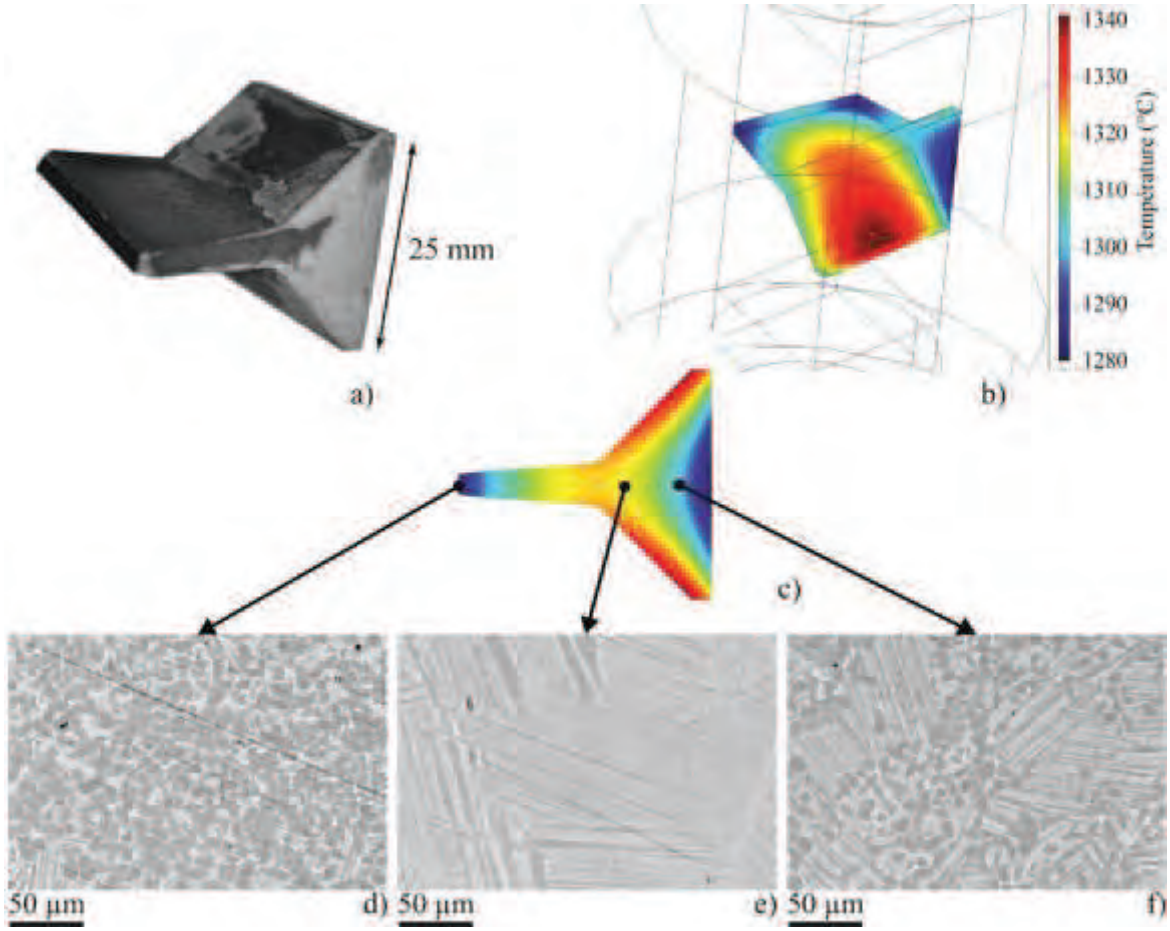


Figure VI-10 : Forme complexe densifiée dur la machine SYNTEX 2080. a) Pièce obtenue. b) et c) Résultats de la simulation. d), e) et f) Microstructures à différents endroits de la pièce.

VI.2. CONTRÔLE DE LA DENSIFICATION

Après le contrôle de la température dans l'échantillon, l'étape suivante a été de mettre en évidence l'influence de l'outillage sur la densification comme, par exemple, l'influence du frottement de la poudre sur le papyex qui tapisse la surface intérieure de la matrice. Les températures données dans cette section sont celles mesurées par le pyromètre sur la surface extérieure de la matrice à mi-hauteur de l'échantillon.

VI.2.1. Courbes de densification

En utilisant le cycle SPS classique présenté dans la section II.1.1.2. du chapitre II, nous avons densifié trois types d'échantillons ayant des élongations différentes : des échantillons classiques Ø36h8mm, des échantillons plus allongés d'un diamètre de 8mm et d'une hauteur de 14mm (Ø8h14mm) et des échantillons moins allongés de 36mm de diamètre et de 3mm de hauteur (Ø36h3mm). Nous pouvons alors tracer les courbes de l'évolution du taux de compaction (calculé comme expliqué dans la section II.1.1.2. du chapitre II) en fonction de la température. Le taux de compaction représente le pourcentage de matériau dense dans l'échantillon. Ainsi, par exemple, un taux de compaction de 80% signifie qu'il reste 20% de

vide à combler. Les courbes de densification des trois échantillons sont tracées sur la figure VI-11. Ces courbes sont corrigées de la dilatation des différents composants de l'outillage. Pour cela, après avoir réalisé l'essai SPS, nous refaisons un cycle sans sortir l'outillage de l'enceinte. L'échantillon est alors dense et la courbe de déplacement enregistrée correspond aux dilatations et déformations de l'outillage et de l'échantillon. Nous retranchons alors ces données à celles du déplacement enregistrées lors du premier cycle où l'échantillon a été densifié. Cette méthode n'est pas parfaite car les dilatations du matériau dense ne correspondent pas exactement aux dilations du matériau poreux mais elle permet d'obtenir une courbe de densification beaucoup plus précise.

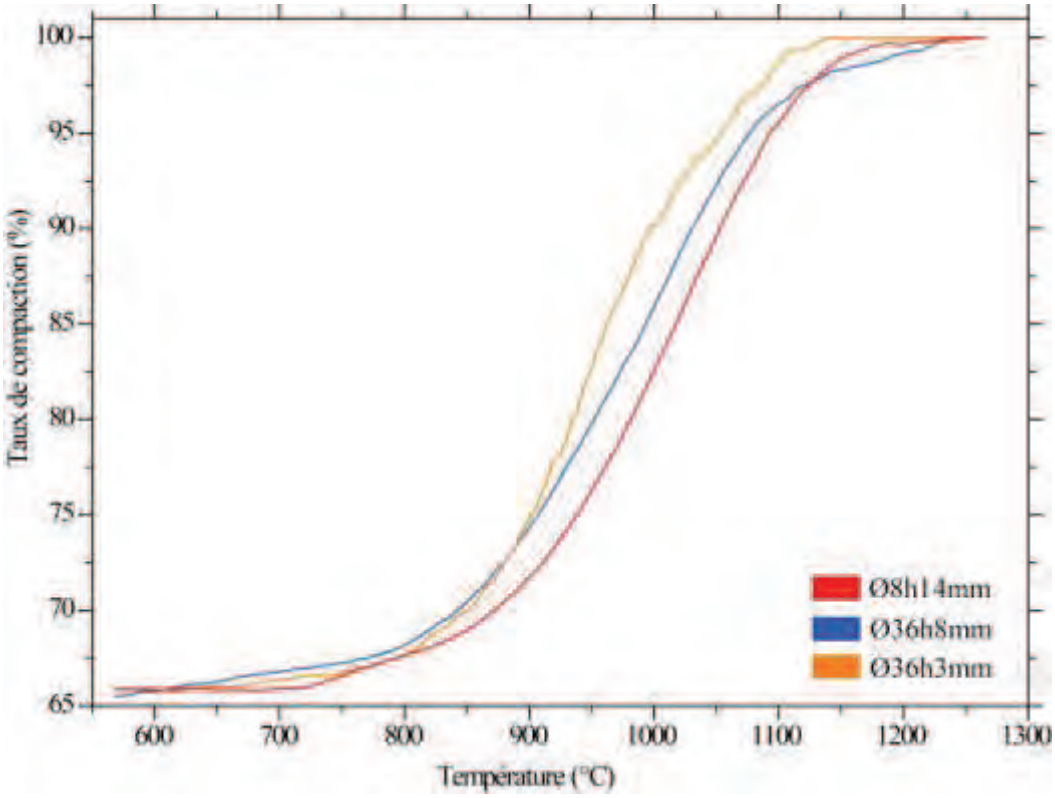


Figure VI-11 : Courbes de densification d'échantillons de géométries différentes densifiés avec la machine SPS SYNTEX 2080. Les températures sont celles mesurées par le pyromètre.

Nous pouvons voir que, quel que soit le type d'échantillon, le taux de compaction au début du cycle SPS est le même (≈65%). Les températures de fin de compaction (température à laquelle les courbes atteignent 100%) sont différentes, elles sont de 1180°C pour l'échantillon Ø36h3mm, de 1240°C pour l'échantillon Ø36h8mm et de 1255°C pour l'échantillon Ø8h14mm. Concernant la température de début de densification, il est plus difficile d'en connaître la valeur exacte car en début de cycle, l'échantillon est le plus poreux et donc c'est le moment où la correction des dilatations des différents composants en graphite est la moins efficace. Les courbes sont alors plus perturbées et la température de départ est moins précise.

VI.2.2. Cartographies de densification

VI.2.2.1. Cartographie d'échantillons cylindriques

À la suite des travaux effectués précédemment, nous avons réalisé des essais interrompus à différents taux de compaction sur les trois types d'échantillons afin d'analyser au MEB la répartition des pores. Pour cela, nous avons découpé dans les échantillons sous-densifiés des lames verticales dont une des surfaces correspond au plan central de l'échantillon (fig. VI-12-a). Nous avons ensuite regardé cette surface au MEB et l'avons reconstituée en assemblant les images prises comme illustré sur la figure VI-12-b où, après binarisation, chaque point noir

correspond à une porosité. Cette reconstitution a ensuite été découpée en plusieurs carrés élémentaires (fig.VI-12-c) pour lesquels nous avons calculé le pourcentage de porosité. Nous connaissons alors la répartition des pores sur la surface verticale et centrale de l'échantillon en traçant un graphique à partir de la matrice obtenue (fig. VI-12-d). Nous supposons alors que cet aperçu 2D est représentatif de l'ensemble de l'échantillon.

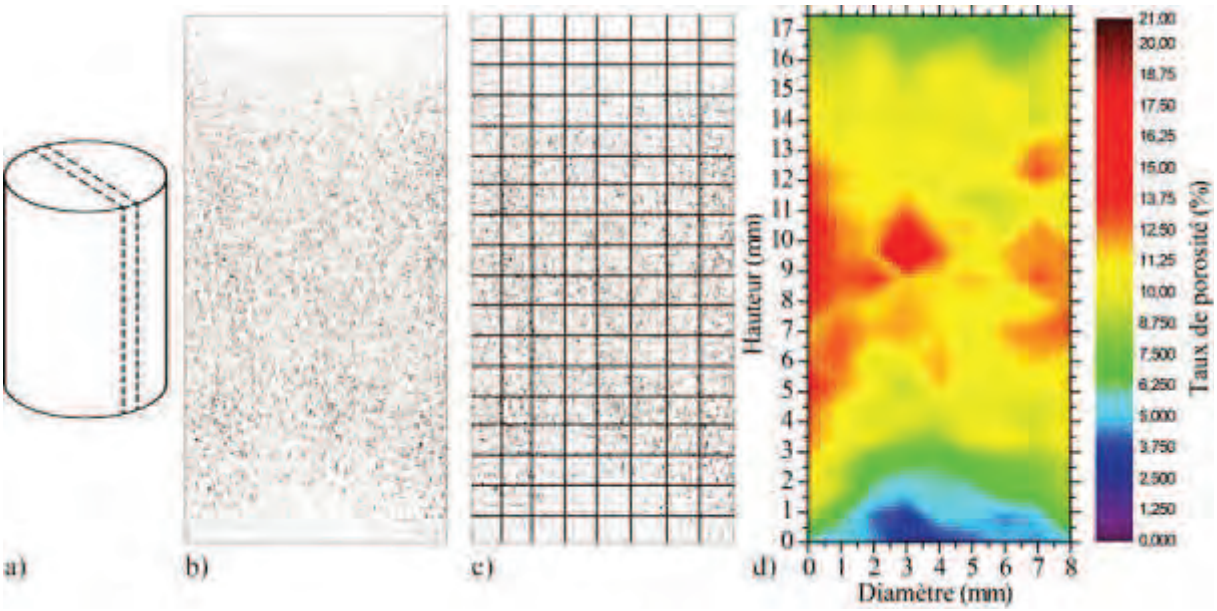


Figure VI-12 : Procédure d'analyse de la répartition des pores dans les échantillons issus d'essais interrompus. Exemple d'un échantillon Ø8h14mm interrompu à un taux de compaction de 80%.

Nous avons alors appliqué cette procédure à différent échantillons de chaque type de géométrie. Trois échantillons Ø8h14mm ont été densifiés à 80%, 85% et 90% (fig. VI-13). Il est clair que les zones situées sous les pistons sont les premières à se densifier. Au contraire, les zones situées proche des parois verticales de la matrice sont les plus difficiles à compacter. Notons une certaine asymétrie entre le haut et le bas de l'échantillon densifiés à 80% qui a vite été compensée dans les échantillons densifiés à des taux de compaction plus élevés.

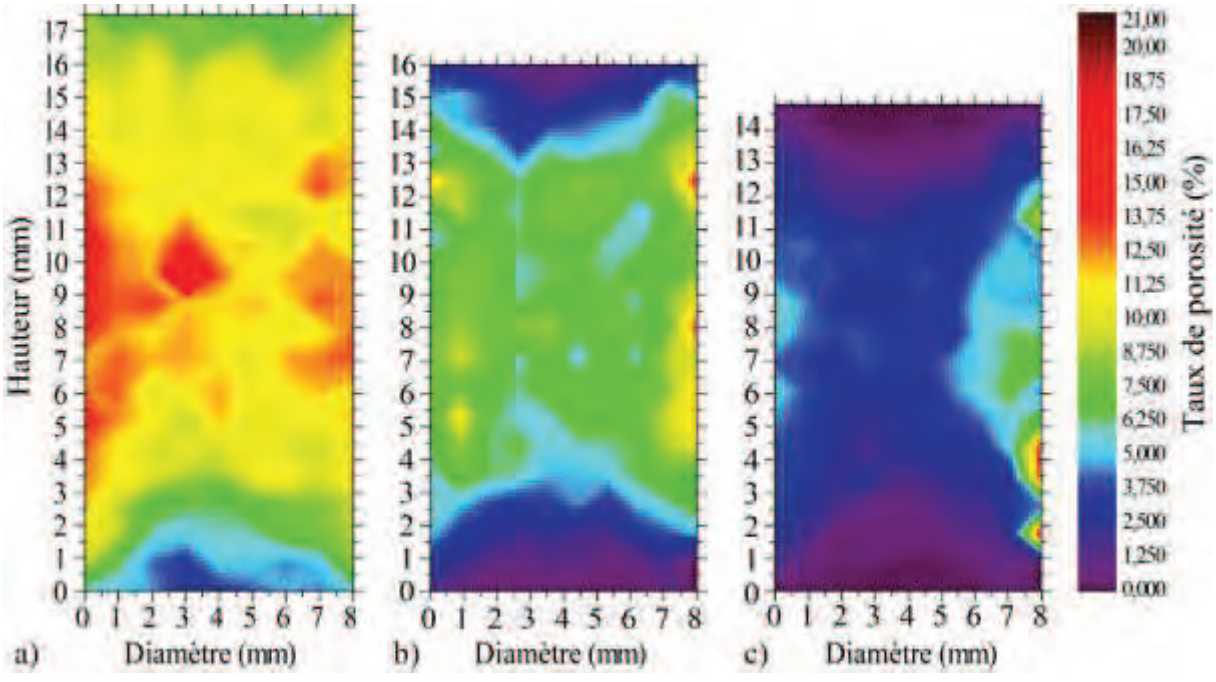


Figure VI-13 : Analyse de la répartition des pores dans trois échantillons Ø8h14mm densifiés à différents taux de compaction. a) 80%, b) 85% et c) 90%.

Des échantillons Ø36h8mm ont aussi été analysés à 85% et 95% de compaction (fig. VI-14). Seul le quart inférieur gauche a été cartographié car la surface totale était trop importante. Nous retrouvons dans l'échantillon compacté à 85% des zones plus denses sous les pistons tandis que les zones proches du bord sont moins compactées. À 95%, la répartition des pores semble beaucoup plus homogène.

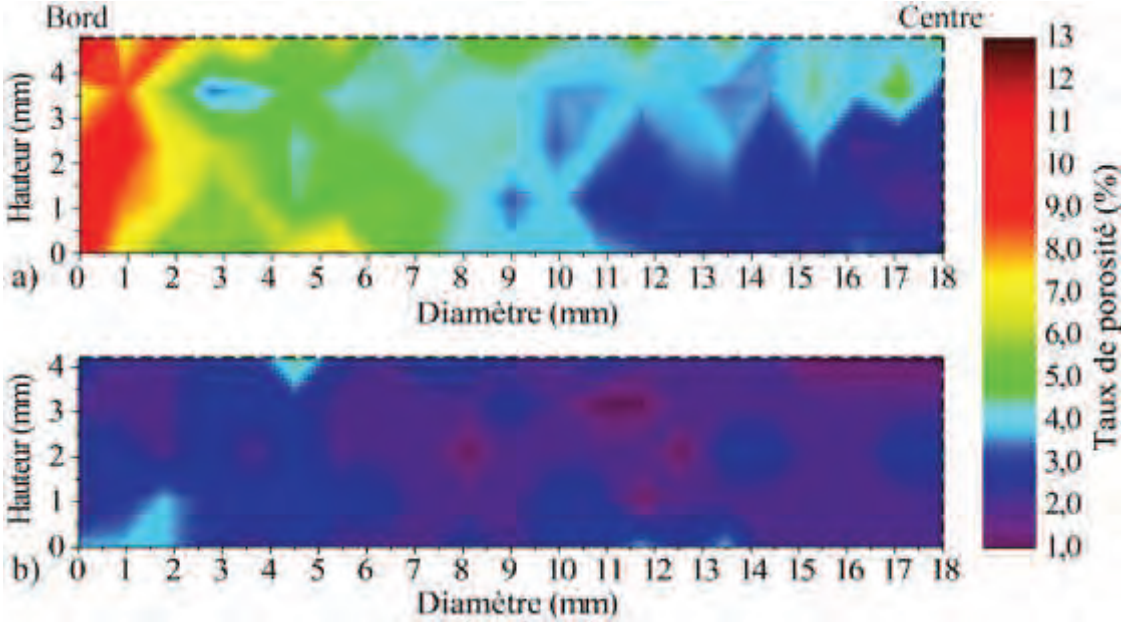


Figure VI-14 : Analyse de la répartition des pores dans deux échantillons Ø36h8mm densifiés à différents taux de compaction. a) 85% et b) 95%. Seuls les quarts inférieurs gauches des échantillons ont été cartographiés.

Les échantillons Ø36h3mm ont été analysés à 90% et 95% de compaction (fig. VI-15). Leur faible hauteur a permis d'analyser entièrement les surfaces prélevées. Nous retrouvons les mêmes tendances que dans les deux études précédentes.

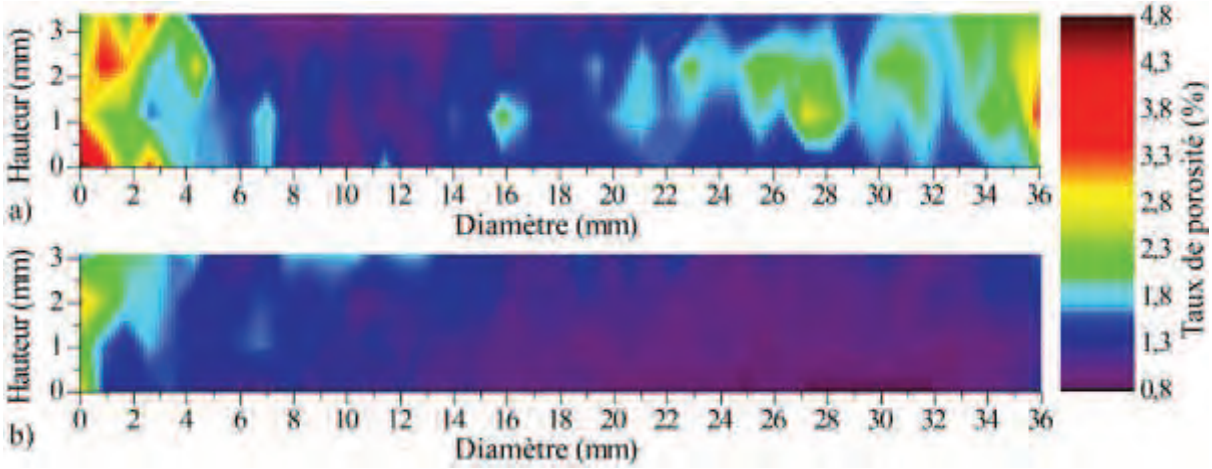


Figure VI-15 : Analyse de la répartition des pores dans deux échantillons Ø36h3mm densifiés à différents taux de compaction. a) 90% et b) 95%.

VI.2.2.2. Cartographie d'une forme complexe

Nous avons ensuite appliqué cette méthode à une forme complexe densifiée dans la position présentée sur la figure VI-16-a où la pression n'est exercée que sur la surface du haut lors du cycle SPS. Les autres surfaces, hormis les surfaces verticales, sont immobiles. Cette configuration n'est pas favorable à une densification optimale de l'échantillon mais elle permet de mettre en évidence l'influence de différents paramètres comme l'effet « entonnoir »

avec une réduction de section de l'échantillon. Les résultats de l'analyse sont présentés sur la figure VI-16-b. Une fois de plus, la zone la plus dense se trouve sous le piston mobile. Par contre, la réduction de la section de la pièce, en allant vers la partie fine inférieure, entraine la densification de la partie massive de la pièce avant la partie fine qui se retrouve de ce fait beaucoup moins dense. Ce phénomène de compaction prématurée de certaines zones de l'échantillon qui empêche la densification d'autres parties, est un point important sur lequel nous reviendrons dans le chapitre suivant. De plus, dans la partie fine de l'échantillon, l'influence du frottement de la poudre sur les parois verticales de l'outillage est beaucoup plus importante du fait de sa forte élongation.

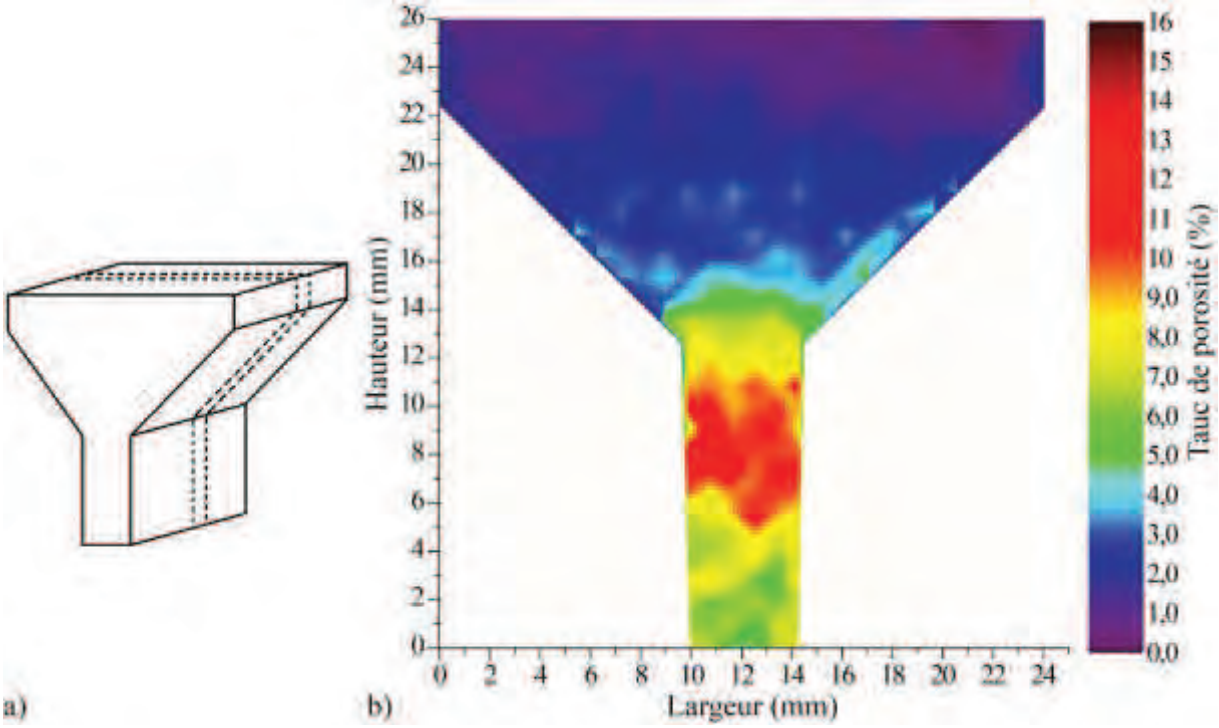


Figure VI-16 : Analyse de la répartition des pores dans une pièce complexe densifiée à 85%. a) Zone de prélèvement de la surface étudiée (pointillés). b) Cartographie des porosités.

VI.3. DISCUSSION

Nous avons pu déterminer les gradients de température entre le centre de l'échantillon et la surface extérieure de la matrice où est effectuée la mesure de la température pour chaque machine SPS utilisée. Pour cela, nous avons comparé les $T_p^{exp}(\alpha)$ de chaque machine à T(α) (1335°C) déterminée expérimentalement par des traitements au four. Pour rappel, $T_p^{exp}(\alpha)$ est la moyenne des températures T_p^{max} correspondant à la formation des microstructures duplex (D) et lamellaire (L), soit $T_p^{exp}(\alpha) = (T_p^{max}(D) + T_p^{max}(L))/2$. C'est donc la température mesurée par le pyromètre au point visé à mi-hauteur de la surface extérieure de la matrice, correspondant au passage du transus α au centre de l'échantillon. Ces gradients sont de 46°C pour la SYNTEX 9.40, 60°C pour la SYNTEX 2080 et de 92°C pour la FCT HPD-125. Ils ne sont bien sûr valables que pour les outillages classiques utilisés pour des échantillons Ø36h8mm. Par contre, il est très probable que les résultats obtenus avec notre alliage TiAl représentent une bonne approximation pour des matériaux métalliques aux propriétés thermiques et électriques similaires.

Si nous comparons les deux machines SYNTEX, le gradient de température est plus important avec la machine la moins puissante (SYNTEX 2080). Nous pouvons penser que c'est dû à un rapport entre taille (et puissance) de la machine et volume de graphite à chauffer plus favorable dans le cas de la SYNTEX 9.40 comme en témoignent les images issues de

simulations présentées sur les figures VI-17-a et c. Par contre, la machine FCT HPD-125 est plus puissante que la SYNTEX 2080 et pourtant le gradient est plus important. Cette particularité de la machine FCT HPD-125 est très certainement due à la nature et la forme différentes des spacers (fig. VI-17-b) intégrant des disques en composite Carbone/Carbone et en nickel. De plus, les électrodes sont faites en acier inoxydables alors qu'elles sont en inconel dans les SYNTEX. Notons que les puissances électriques fournies par les trois machines pour densifier un même échantillon Ø36h8mm sont différentes. En regardant la figure VI-17, nous pouvons largement penser que cette variation de puissance est due aux géométries et propriétés thermoélectriques différentes des spacers et électrodes.

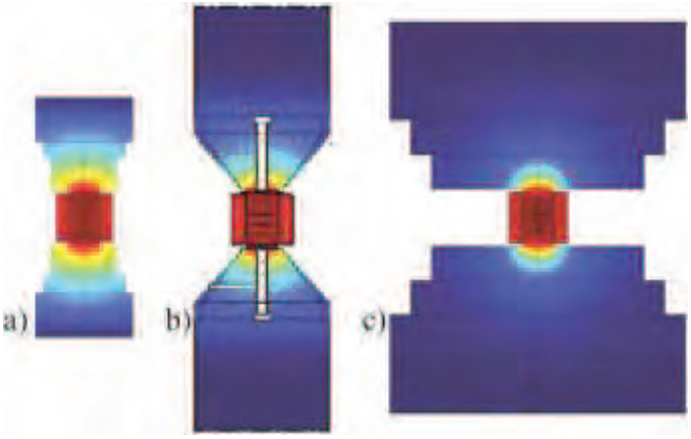


Figure VI-17 : Configurations des trois machines SPS utilisées. a) SYNTEX 2080, b) FCT HPD-125 et c) SYNTEX 9.40. Les trois images sont à la même échelle.

Concernant l'homogénéité de la microstructure dans un échantillon donné, nous avons vu que les gradients internes à l'échantillon peuvent être corrigés soit par l'ajout de disques d'alumine, soit par l'augmentation de la hauteur de la matrice. Dans le premier cas, le courant ne passant presque plus par l'échantillon, ce dernier est chauffé principalement par conduction de manière plus homogène. Dans le deuxième cas, le fait d'augmenter la taille de la matrice éloigne l'échantillon du point de surchauffe généré par la réduction de section entre les spacers et les pistons. Il parait beaucoup plus efficace d'insérer des disques d'alumine plutôt que d'utiliser un outillage beaucoup plus volumineux mais nous verrons dans le prochain chapitre que l'isolation électrique d'échantillons de forme complexe est beaucoup moins évidente qu'avec un échantillon cylindrique. Notons que les simulations des gradients dans les échantillons densifiés Ø36h8mm sont légèrement éloignées des résultats obtenus expérimentalement. En effet, si nous regardons la figure VI-6, nous pouvons voir que les échantillons sont entièrement lamellaires alors que la simulation annonce un gradient d'environ 30°C entre le centre et le bord des échantillons. Les échantillons densifiés 25°C plus bas ont une microstructure duplex (fig. VI-3 c et e) donc selon les simulations, nous aurions dû observer une microstructure duplex sur le bord des échantillons présentés sur la figure VI-6. Ce décalage ente la simulation et l'expérience dans les échantillons densifiés avec les machines SPS SYNTEX 9.40 et FCT HPD-125 vient très certainement du fait que les simulations ont été calibrées et validées sur la machine SPS SYNTEX 2080 ; c'est en outre le cas du coefficient d'émissivité équivalent représentant la présence du feutre carbone sur la surface verticale extérieure de la matrice.

Les études, réalisées par MEB, de la densification de différents types d'échantillons cylindriques nous ont permis de mettre en évidence certaines caractéristiques propres à l'alliage TiAl utilisé mais très certainement généralisables à l'ensemble des alliages TiAl. Les courbes de densification (fig. VI-11) ne permettent pas de déterminer précisément la température de démarrage de la densification. Nous pouvons néanmoins faire l'hypothèse que le début de la compaction est peu influencé par la géométrie de l'outillage car la déformation des particules de poudre commence à une température définie lorsque la limite d'élasticité de la poudre devient inférieure à la pression appliquée. L'échantillon Ø8h14mm a nécessité

l'utilisation de l'outillage le moins volumineux donc sa courbe est celle qui est la moins influencée par les dilatations de l'outillage. Sa courbe est d'ailleurs la seule qui reste constante avant que la densification ne commence (fig. VI-11). Nous pouvons donc supposer que la température de début de densification, tous échantillons confondus, est celle donnée par la courbe de l'échantillon Ø8h14mm. Des essais effectués dans le cadre de la thèse de Jabbar [5] ont mis en évidence un gradient de température entre le point mesuré par le pyromètre et le centre des échantillons de 8mm de diamètre d'environ 30°C. La température de démarrage de la densification des alliages TiAl, dont les tailles des particules de poudre sont proches de la gamme de notre alliage, est donc de 745°C, soit 715°C à laquelle nous ajoutons le gradient de température entre la mesure et l'échantillon de 30°C.
Les températures de fin de densification, au contraire de la température de départ, augmentent avec l'élongation de l'échantillon (fig.VI-11). En effet, pour fermer les dernières porosités, l'influence de l'outillage est beaucoup plus importante comme en témoignent les cartographies de porosités (fig. VI-13, 14 et 15) à cause de deux facteurs importants :

- La forte influence du frottement des particules de poudre sur les parois verticales de la matrice recouvertes de papyex qui rend la densification des bords de l'échantillon plus compliquée.
- La hauteur de l'échantillon ; plus elle est importante, plus il est difficile de densifier le cœur de l'échantillon. Si nous comparons les deux échantillons Ø8h14mm (fig.VI-13-b) et Ø36h8mm (fig. VI-14-a) tous deux densifiés à 85%, plus l'échantillon est allongé, plus son centre est poreux. Dans les deux échantillons, la zone la plus dense sous les pistons s'étend sur une hauteur d'environ 3mm, donc plus l'échantillon est haut, plus ces zones denses sont éloignées du centre.

Notons que plus l'élongation de l'échantillon est faible (fig. VI-15), plus la verticalité des pistons influe sur l'homogénéité de la compaction. Nous pouvons voir sur la figure VI-15-b que l'échantillon Ø36h3mm est plus dense d'un côté que de l'autre. Durant le cycle SPS, un des pistons devait être légèrement incliné ce qui a induit cette asymétrie de la densification.

VI.3. CONCLUSION

Dans ce chapitre, nous avons traité la question du contrôle de la température lors d'un cycle SPS menés sur trois machines SPS de tailles et puissances différentes et analysé les hétérogénéités de la densification de l'alliage TiAl GE B482.

Nous avons utilisé les simulations numériques comme un outil prédictif des champs de température dans l'outillage. Les données expérimentales ont validé les résultats obtenus par la simulation avec une précision de ±20°C.

En s'appuyant sur la transformation de phase obtenue après passage du transus α lors du chauffage, nous avons pu déterminer expérimentalement les différences de températures entre le centre des échantillons Ø36h8mm et le point de la surface extérieure de la matrice où est effectuée la mesure de la température. Ces différences sont de 46, 60 et 92°C pour les machines SYNTEX 9.40, SYNTEX 2080 et FCT HPD-125 respectivement.
Nous nous sommes appuyés sur différentes techniques pour améliorer l'homogénéité de la température dans les échantillons, comme l'insertion de disques d'alumine et l'optimisation de l'outillage.

Les analyses de la densification ont permis de mettre en évidence les influences de la géométrie des échantillons densifiés. L'impact du frottement des particules de poudre sur les parois verticales de la matrice va dépendre de l'élongation de l'échantillon. De ce fait, plus l'élongation de l'échantillon sera importante, plus la température nécessaire pour achever la

densification sera élevée. De plus, Mondalek a pu valider les simulations numériques de la densification d'alliage TiAl par SPS développées au cours de sa thèse [3, 6] en comparant ses résultats aux données expérimentales que nous avons obtenues.

Des échantillons de forme complexe ont pu être compactés jusqu'à une densification complète grâce au contrôle des champs de température et des influences des géométries de l'outillage et de l'échantillon.

Références bibliographiques

[1] C. McCullough, J. J. Valencia, C. G. Levi, and R. Mehrabian, Acta Metallurgica 37 (1989) 1321.
[2] G. Molénat, L. Durand, J. Galy, and A. Couret, Journal of Metallurgy 2010 (2010)
[3] P. Mondalek, L. Silva, and M. Bellet, Advanced Engineering Materials 13 (2011) 587.
[4] L. Minier, S. Le Gallet, Y. Grin, and F. Bernard, Journal of Alloys and Compounds 508 (2010) 412.
[5] H. Jabbar, Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier, Toulouse, 2010.
[6] P. Mondalek, Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, Paris, 2012.

CHAPITRE VII
DENSIFICATION DE PIÈCES DE FORMES COMPLEXES PAR SPS

Aube de turbine de turboréacteur d'avion densifiée par SPS.

CHAPITRE VII : DENSIFICATION DE FORMES COMPLEXES

Dans ce chapitre, nous détaillerons les différentes étapes qui ont conduit à la densification de préformes d'aubes. Une voie que nous n'avons pas pu emprunter dans le cadre de ce travail, mais qui est à prendre en compte pour un développement optimal du procédé, est la modification de la machine SPS. En effet, nous avons travaillé avec des machines commerciales qui n'étaient pas dédiées à notre activité. La contrainte la plus importante a été le déplacement uni-axial du vérin hydraulique.

Nous présenterons d'abord les résultats de densifications de pièces de formes complexes réalisées avec la machine SPS de Toulouse qui ont conduit à la densification de préformes à échelle réduite. Nous verrons ensuite les résultats d'un changement d'échelle, grâce à l'utilisation de la machine SPS de Mecachrome, qui a permis d'obtenir par SPS deux types de préformes d'aubes de turbine de turboréacteur d'avion.

VII.1. FORMES COMPLEXES

Pour densifier une forme complexe par SPS, nous devons adapter l'outillage en graphite pour qu'il puisse donner la forme désirée à la pièce. Pour cela, nous concevons, à l'aide du logiciel CAO CATIA V5, un ensemble de pistons et de demi-lunes qui, une fois assemblés et en fin de cycle, vont définir la géométrie finale de l'échantillon. La conception de l'ensemble des outillages présentés dans ce chapitre a été réalisée en respectant les trois conditions suivantes :

- Intégrer des jeux suffisants entre les différentes pièces en graphite de l'outillage pour assurer un assemblage sans frottement ni serrage tout en évitant la fuite de la poudre.
- Assurer une surface et une pression de contact suffisantes entre les différents composants pour permettre un bon passage du courant afin d'éviter des zones de surchauffe.
- Maitriser la géométrie des différentes pièces pour éviter les concentrations de contraintes qui peuvent entrainer la rupture des composants en graphite de l'outillage.

L'exemple d'un outillage est donné sur la figure VII-1. La vue éclatée (a) permet de voir les différentes pièces. Les demi-lunes définissent les surfaces verticales de l'échantillon tandis que les pistons dessinent les surfaces les plus complexes. Il est important de bien choisir l'orientation de la pièce finale car nous sommes limités par la direction verticale de la force appliquée comme indiqué par la flèche rouge sur la figure VII-1-b. Pour éviter le collage de l'échantillon sur les pièces en graphite, du fait d'une diffusion importante à haute température, nous recouvrons l'ensemble des surfaces de l'outillage en contact avec l'échantillon d'une mince couche de graphite par le biais d'un spray. En effet, les formes étant trop complexes, nous ne pouvons pas mettre de papyex. Notons que le cycle SPS utilisé pour densifier l'ensemble des échantillons présentés dans cette section est le même pour tous, soit une pression de 50MPa et une température de consigne d'environ 1250°C (au point visé par le pyromètre). Les essais présentés dans cette section ont été réalisés avec la machine SPS SYNTEX 2080 de Toulouse.

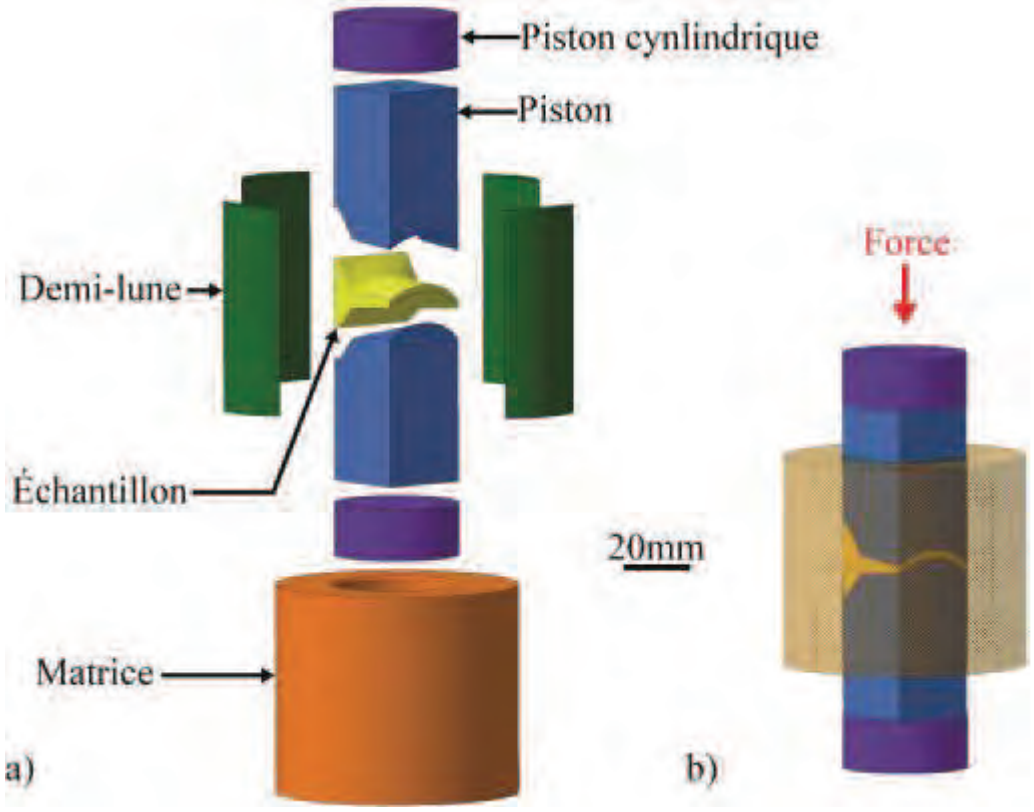


Figure VII-1 : Exemple d'outillage utilisé pour densifier des formes complexes. a) Vue éclatée, b) Outillage en position finale après densification.

VII.1.1. Pièces de complexité évolutive

Il n'existe pas actuellement de logiciel capable de simuler réellement la densification de formes complexes par SPS. La première étape a donc été d'aller, petit à petit, vers des formes de plus en plus complexes (fig. VII-2) pour essayer de distinguer puis dépasser expérimentalement les différentes difficultés liées à la compaction de ce type d'échantillon. Les formes sélectionnées comportent une partie massive représentant le pied d'une aube et une partie fine correspondant à la voilure (fig. VII-2-a). Les analyses de la densification des deux premiers échantillons de la figure VII-2 sont présentées sur la figure VII-3. Les schémas représentant la section de ces échantillons sont positionnés dans la même orientation que celle des échantillons dans la machine SPS. Dans le cas du premier échantillon (fig. VII-3-a), les deux surfaces horizontales de la partie voilure sont censées être parallèles. Nous pouvons voir sur le schéma mais aussi sur la photo de l'échantillon présentée sur la figure VII-2-a que ce n'est pas le cas. Les pistons ont légèrement bougé lors du cycle SPS et un angle de contre-dépouille a été généré, empêchant la bonne circulation du matériau à haute température. La partie voilure s'est alors densifiée en premier et a bloqué le mouvement des pistons empêchant une compaction efficace du pied. Pour éviter ce problème, nous avons intégré un angle de dépouille dans les pistons partant du bout de la voilure et s'élargissant en allant vers le pied comme représenté sur le schéma de la figure VII-3-b. Cette simple modification a permis de densifier entièrement l'échantillon en gardant les mêmes paramètres SPS comme en témoignent les images MEB de la figure VII-3-b. Ces résultats ont mis en évidence que, lors de la densification de formes complexes, la seule application de la pression n'est pas suffisante pour densifier l'échantillon mais qu'il est nécessaire d'intégrer dans l'outillage des formes permettant une bonne circulation du matériau à haute température. Nous avons alors réalisé un autre essai pour densifier un échantillon dont la géométrie de la voilure était plus proche de la forme réelle (fig. VII-2-c), intégrant bien sûr un angle de dépouille. Après analyses MEB, cette pièce s'est avérée être totalement dense.

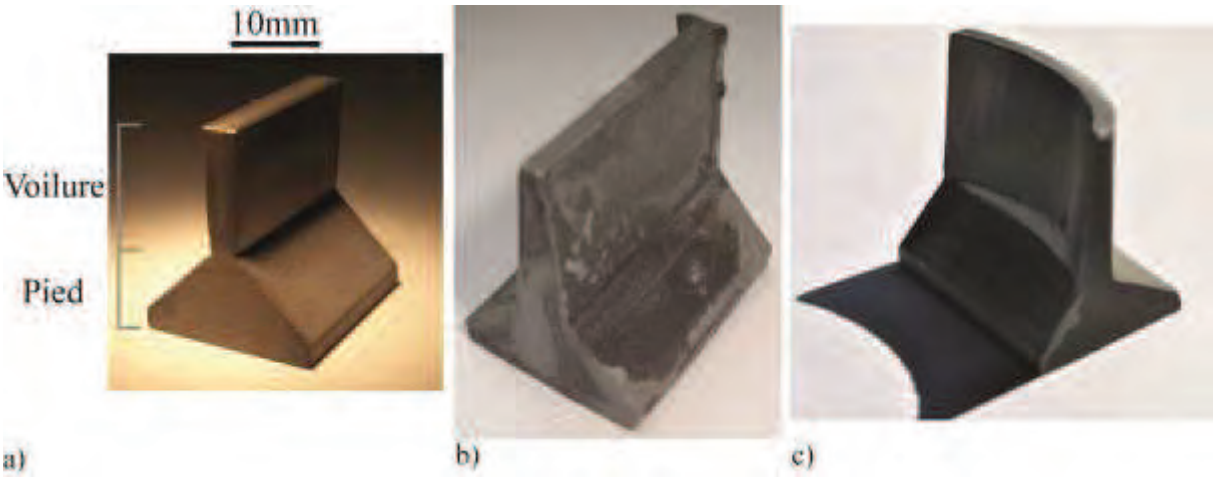


Figure VII-2 : Échantillons de formes complexes densifiés successivement.

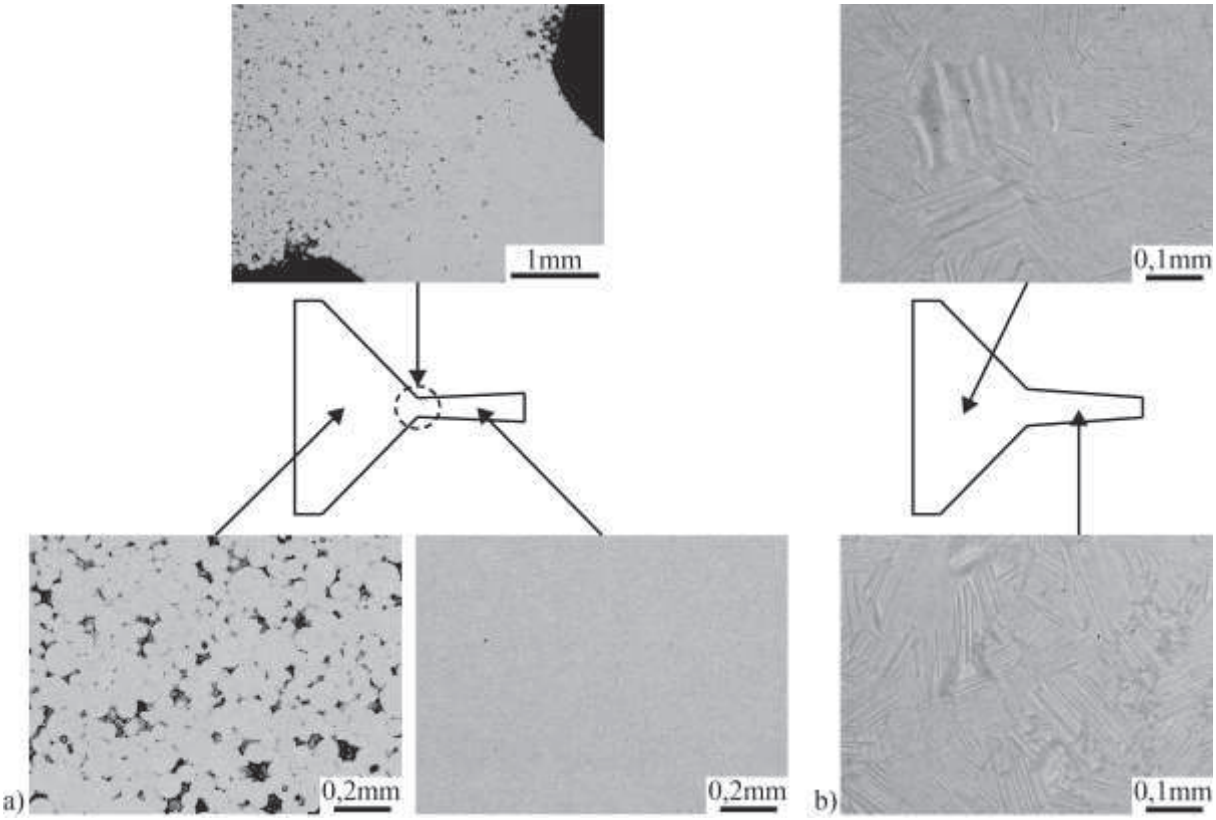


Figure VII-3 : Analyse de la densité des deux échantillons de formes complexes présentés sur les figures VII-2-a) et b) respectivement.

VII.1.2. Préformes d'aube

Nous avons ensuite évolué vers une géométrie plus complexe représentant une préforme d'aube à échelle réduite (fig. VII-4). À ce moment du projet, le fichier 3D de l'aube réelle n'était pas accessible pour des raisons de confidentialité. Nous avons donc conçu une préforme ayant l'allure générale d'une aube classique. L'outillage utilisé (fig. VII-4 a et b) reprend le principe décrit précédemment. Nous nous sommes servis des demi-lunes pour venir creuser le pied. La pièce obtenue (fig. VII-4-d) est dense et très proche des cotes théoriques avec une tolérance dimensionnelle générale de ± 0,1mm. Cet essai a validé la possibilité de réaliser des formes complexes par SPS de type « préforme d'aube ». Par contre, il a mis en évidence certaines zones de fragilité des pistons (en rouge sur la figure VII-5) où ont eu lieu des concentrations de contraintes. Elles sont dues à la géométrie des pistons.

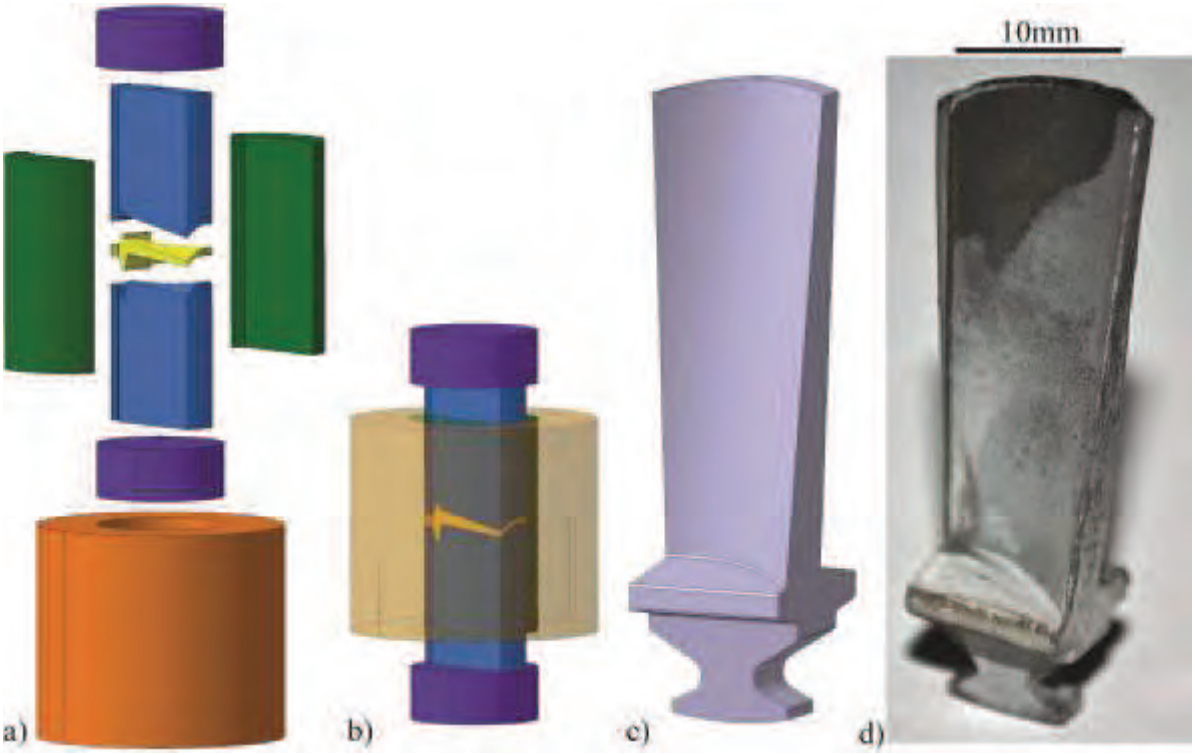


Figure VII-4 : Densification d'une préforme d'aube à échelle réduite. a) Vue éclatée de l'outillage utilisé. b) Outillage en position finale après densification. c) Représentation numérique 3D de l'échantillon souhaité. d) Échantillon obtenu juste après le cycle SPS.

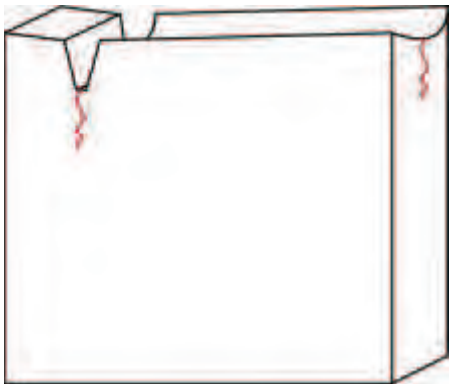


Figure VII-5 : Schéma simplifié du piston supérieur de l'outillage utilisé pour densifier la préforme d'aube présentée sur la figure VII-4. En rouge, zones de fissuration du piston.

L'itération suivante a intégré des solutions pour supprimer la fissuration du piston au niveau du pied. Dans le même temps, nous avons décidé de travailler avec une géométrie du pied dite « en pied de sapin » caractéristique des pièces industrielles comme présenté sur la figure VII-6. Nous avons, dans un premier temps, travaillé avec un demi-échantillon avec une voilure plate. Pour éviter la fissuration au niveau du pied, nous avons découplé les fonctions du piston. Pour cela, nous avons donné plusieurs degrés de liberté aux parties donnant la forme du pied et la forme de la voilure en les séparant du piston (fig. VII-6-a). Cela a permis d'obtenir une pièce dense sans dégradation de l'outillage (fig. VII-6-c). Un deuxième avantage a été de simplifier la fabrication de ces pièces et donc, de les rendre moins coûteuses.

Nous avons alors ensuite densifié une préforme comportant une voilure en utilisant le principe précédent (fig. VII-7). Notons que le composant de l'outillage donnant la forme de l'extrados de la voilure a été séparé en deux pièces, notées sur la figure VII-7-a « Voilures inférieures 1 et 2 ». Cela a permis d'éviter la concentration de contraintes mise en évidence par la fissuration du piton utilisé précédemment (fig. VII-5) au niveau de la partie voilure.

Ces essais ont permis de densifier des préformes d'aube à échelle réduite en maitrisant la densification et la dégradation de l'outillage.

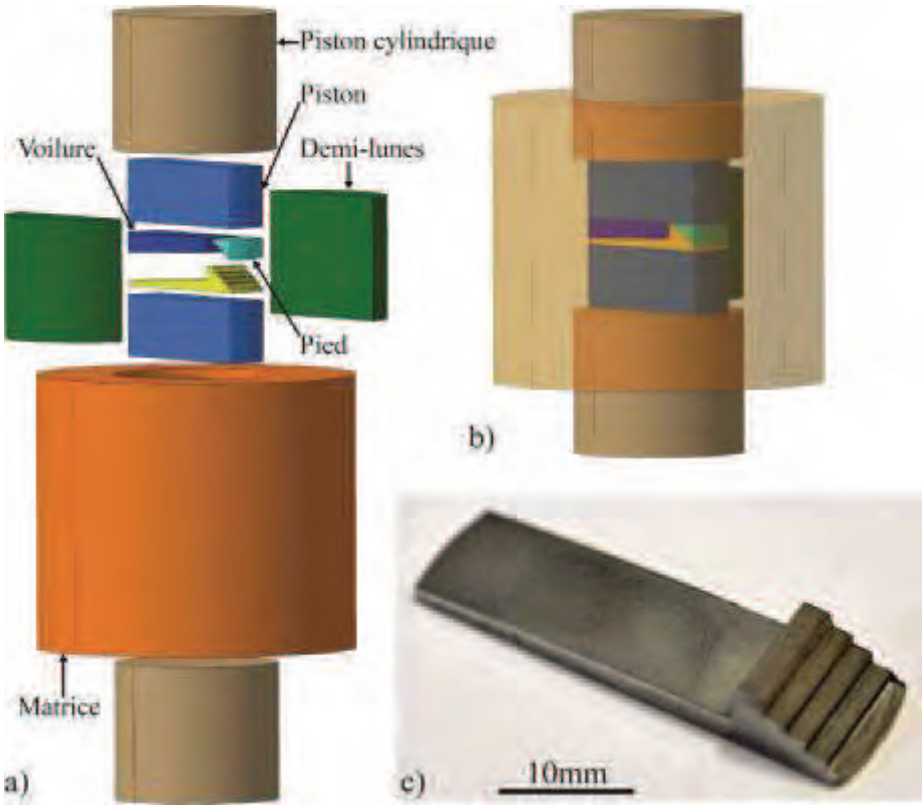


Figure VII-6 : Densification d'une préforme d'aube simplifiée avec un pied de sapin. a) Vue éclatée de l'outillage utilisé. b) Outillage en position finale après densification. c) Échantillon obtenu.

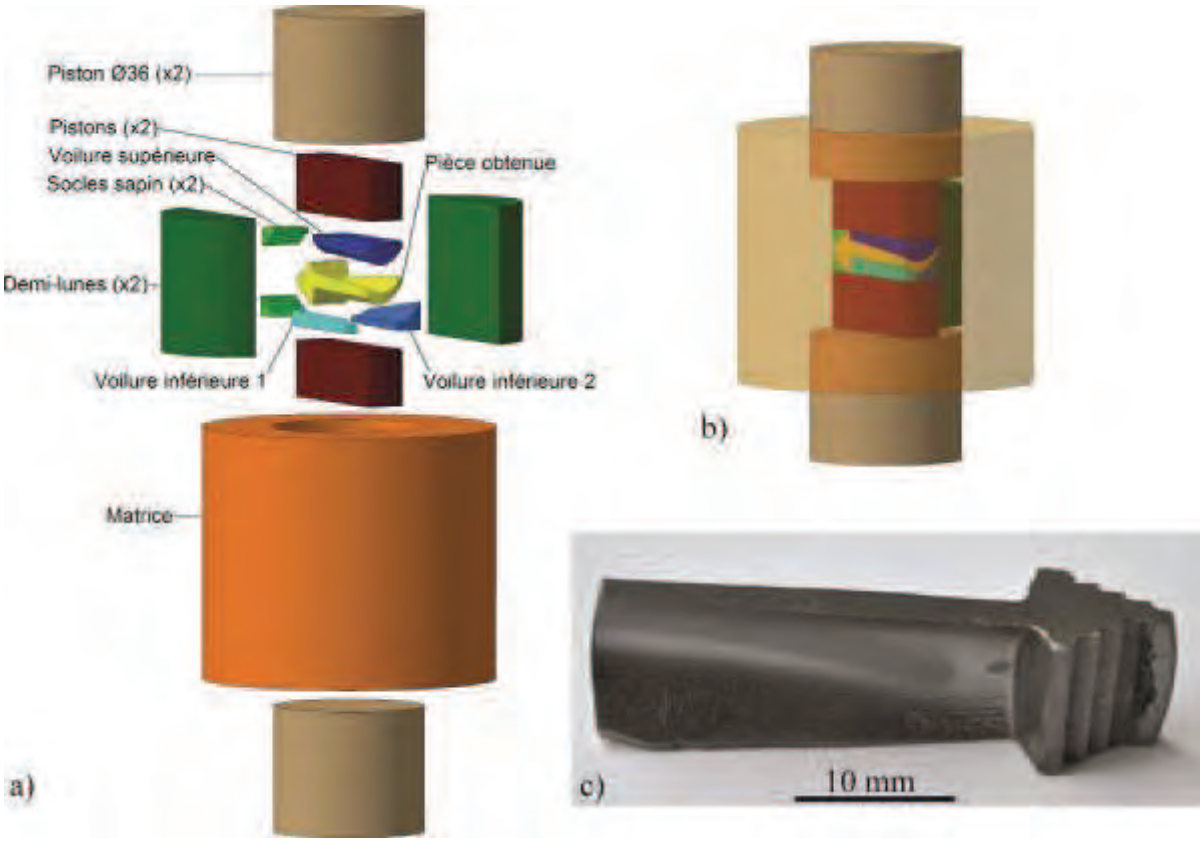


Figure VI-7 : Densification d'une préforme d'aube avec un pied de sapin. a) Vue éclatée de l'outillage utilisé. b) Outillage en position finale après densification. c) Échantillon obtenu.

VII.2. CHANGEMENT D'ÉCHELLE : PRÉFORMES D'AUBE

Les dimensions des aubes de turbine dont nous souhaitons réaliser les préformes sont supérieures au diamètre maximum admissible dans notre machine. Nous avons donc procédé à un changement d'échelle en utilisant la machine SPS SYNTEX 9.40 installée dans l'entreprise Mecachrome. Nous visons deux types d'aubes de turboréacteur d'avion. La première est celle de la turbine haute pression (fig. VII-8-a) qui reprend la forme globale des préformes à échelle réduite présentées dans la section précédente. Elle est constituée d'un pied et d'une voilure. La seconde est une aube de la turbine basse pression (fig. VII-8-b) constituée d'un pied, d'un talon et d'une voilure dont l'allongement est beaucoup plus important que celle du premier type d'aube.

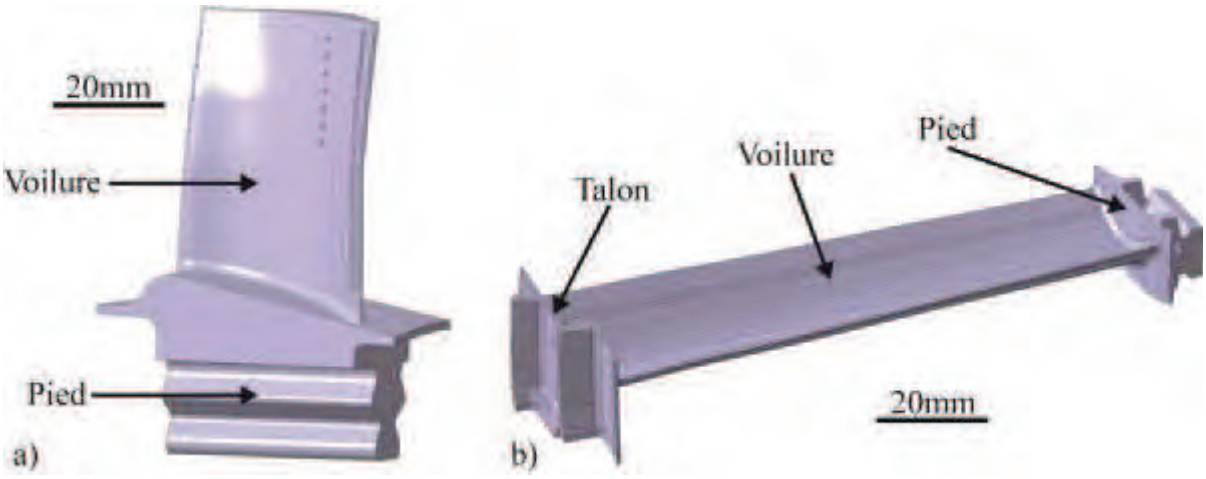


Figure VII-8 : Aubes de turbines de turboréacteur d'avion dont nous réalisons les préformes. a) Aube de la turbine haute pression. b) Aube de la turbine basse pression.

VII.2.2. Préforme d'aube de turbine haute pression

Nous avons d'abord testé la possibilité de densifier une pièce avec un tel rapport entre les épaisseurs du pied et de la voilure. Dans la préforme à échelle réduite présentée sur la figure VII-7-c, ce rapport était bien inférieur. Nous avons donc réalisé un outillage (fig. VII-9) reprenant le principe de l'outillage présenté sur la figure VII-7-a. La partie voilure est représentée par un simple parallélépipède très fin par rapport au pied, intégrant un angle de dépouille de 5° pour faciliter la circulation du matériau à haute température de la voilure vers le pied (fig.VII-9-c).

Les résultats du premier essai sont présentés sur la figure VII-10. Nous avons appliqué une pression de 50MPa calculée sur la surface de contact entre les pistons cylindriques marron et les deux pistons bleus. Cette pression ne correspond évidemment pas à la pression présente dans l'échantillon mais elle représente un point de repère. La pièce obtenue suite à cet essai était cassée en deux (fig. VII-10-a et b) avec une zone d'amorce de la rupture qui semblait se situer à l'interface entre la voilure et le pied. En effet, la voilure s'est densifiée entièrement (fig. VII-10-c), bloquant alors la progression des pistons. Le pied, qui n'a pas pu être compacté correctement (fig. VII-d), n'a pas supporté les contraintes générées lors de la rétractation de la pièce pendant le refroidissement.

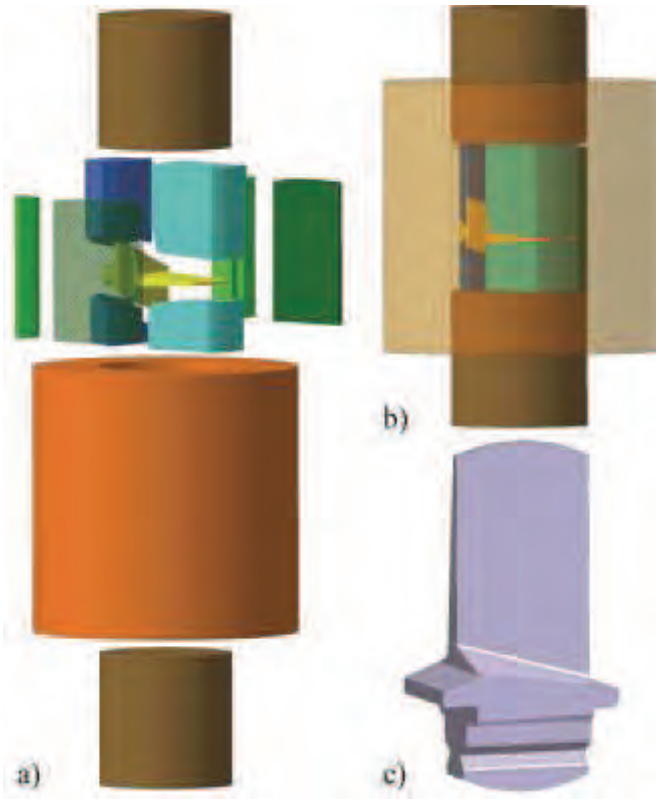


Figure VII-9 : Densification d'une préforme simplifiée d'aube de turbine haute pression. a)Vue éclatée de l'outillage. b) Outillage en position finale après densification. c) Préforme.

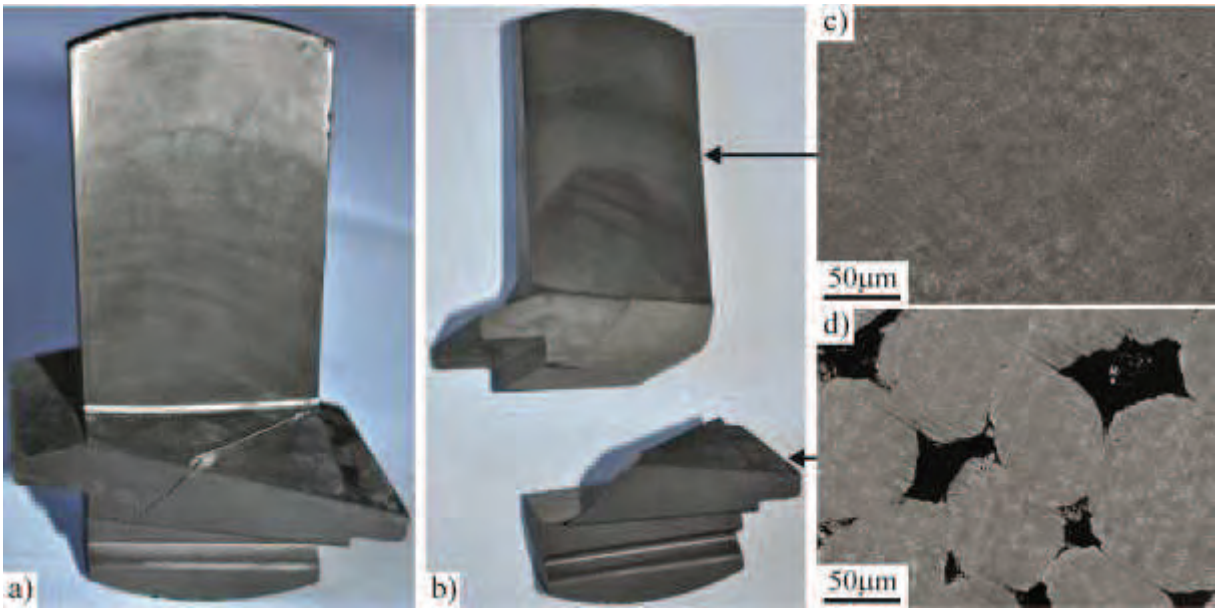


Figure VII-10 : 1er essai de densification d'une préforme d'aube de turbine haute pression en utilisant l'outillage présenté sur la figure VII-9. a) Pièce obtenue. b) Illustration de la rupture. c) Image MEB de la voilure. d) Image MEB du pied.

Pour l'essai suivant, nous avons doublé la pression appliquée pour forcer le matériau à se répartir, à haute température, dans l'ensemble de l'outillage. Les résultats sont présentés sur la figure VII-11. La pièce obtenue (fig. VII-11-a) ne présente plus de rupture au niveau du pied mais en bout de voilure. Une fois de plus, la voilure s'est densifiée en premier car elle nécessite, du fait de sa finesse, un déplacement des pistons moins important que pour le pied. La pression appliquée s'est alors retrouvée seulement transmise à travers le piston « voilure » (bleu clair sur la figure VII-9-a) et non à travers les deux pistons « voilure » et « pied ». La contrainte subie par les pistons « voilure » est alors devenue très importante et le bout d'un des deux pistons a cédé, expliquant le bout de voilure absent sur la figure VII-11-a. Notons

que l'augmentation de la pression a permis une légère circulation du matériau à haute température. Si nous regardons la photo de la zone prélevée dans la pièce (fig. VII-c), nous pouvons voir un retrait du matériau au niveau de l'interface entre voilure et pied (flèches noires). Ce retrait est dû à la circulation du matériau de la voilure vers le pied entrainant un retroussement de l'interface voilure/pied. L'étude de la répartition des porosités (fig. VII-d) confirme ce phénomène. Le matériau est totalement dense dans la voilure et dans la zone du pied où a eu lieu le retrait. La conclusion est que l'augmentation de la contrainte n'est pas suffisante pour améliorer la densification car les alliages TiAl ne sont pas assez malléables à haute température (et à l'état solide) pour bien se répartir dans l'outillage. Notons néanmoins que la microstructure est assez homogène dans l'échantillon comme en témoigne la figure VII-12 où l'ensemble des zones analysées par MEB présente une microstructure biphasée aux caractéristiques (taille de grains et fraction volumique des phases) assez similaires.

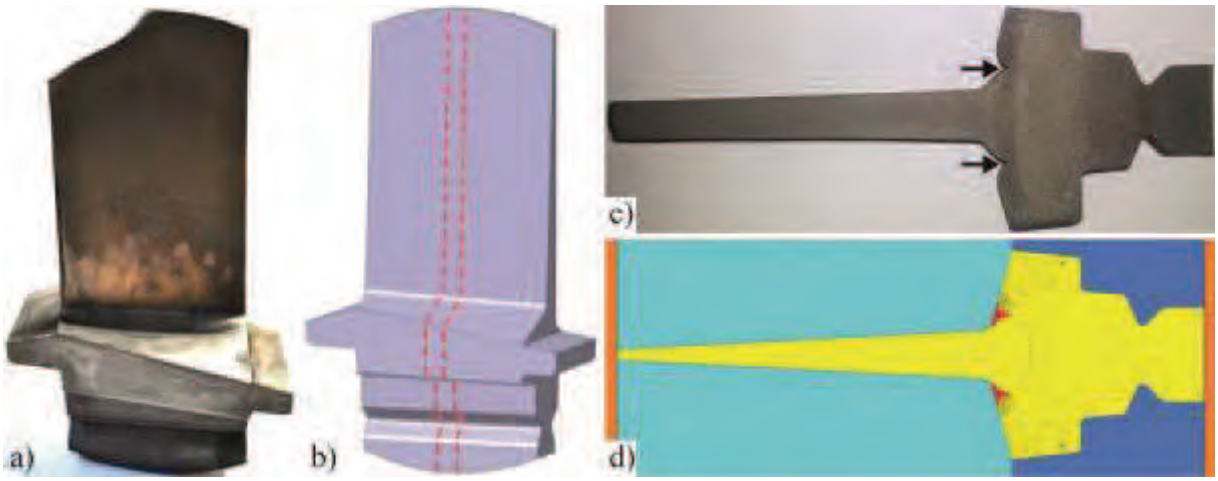


Figure VII-11 : 2ème essai de densification d'une préforme d'aube de turbine haute pression en utilisant l'outillage présenté sur la figure VII-9. a) Pièce obtenue. b) Zone de prélèvement pour l'étude de la densification. d) Schéma représentant la répartition hétérogène des porosités.

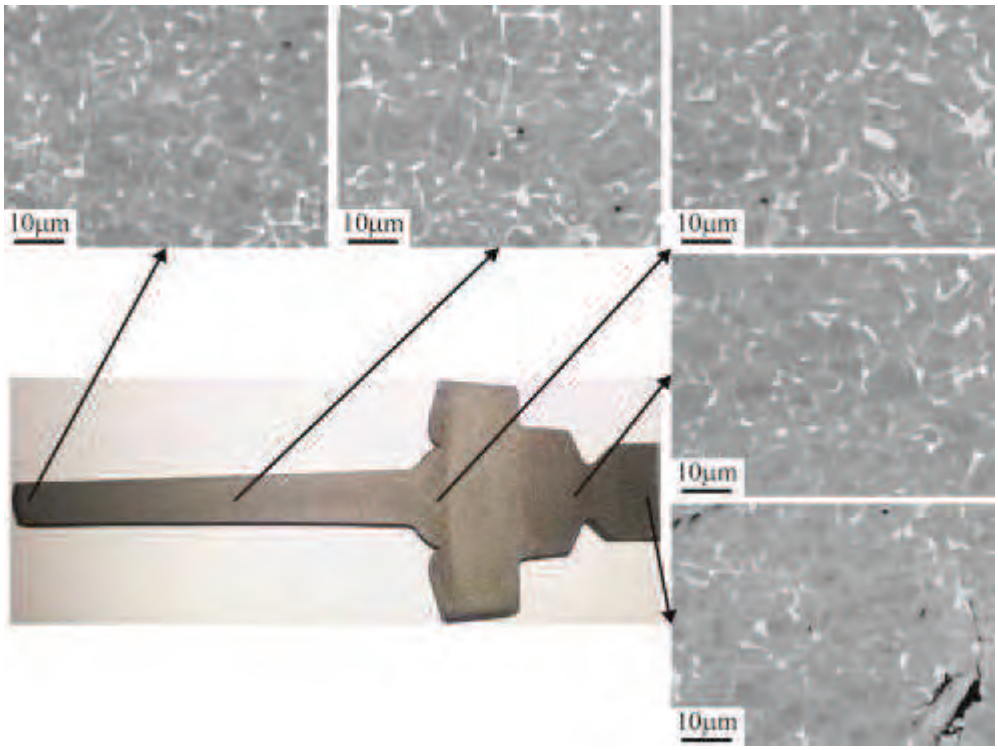


Figure VII-12 : Analyse MEB de la microstructure le long de la partie prélevée dans la préforme obtenue lors du 2ème essai.

Nous venons de voir qu'il n'est pas possible de densifier une telle préforme avec cet outillage car le matériau n'est pas assez malléable et que la densification du pied demande un déplacement des pistons plus important que pour la densification de la voilure. Les deux pistons « voilure » et « pied » ont la même course car ils sont tous deux en contact avec le piston cylindrique. Il nous a donc fallu adapter les courses des pistons en réalisant un montage qui permettrait de rendre leurs mouvements indépendants les uns des autres. Pour cela, nous avons conçu un outillage similaire au précédent sauf que les pistons « pied » sont plus longs comme présenté sur les vues en coupe de la figure VII-13. Cela permet de réaliser la densification en deux étapes. La première (fig. VII-13-a et b), où seuls les pistons « pied » bougent en pré-compactant le pied jusqu'à ce que les pistons cylindriques marron entrent en contact avec les pistons « voilure ». Et la seconde (fig. VII-13-b et c), où l'ensemble est compacté jusqu'à une densification complète de l'échantillon. Ce montage nécessite un remplissage de la poudre rigoureux pour que celle-ci soit bien répartie entre les parties voilure et pied lorsque l'outillage est en position initiale (fig. VII-13-a).

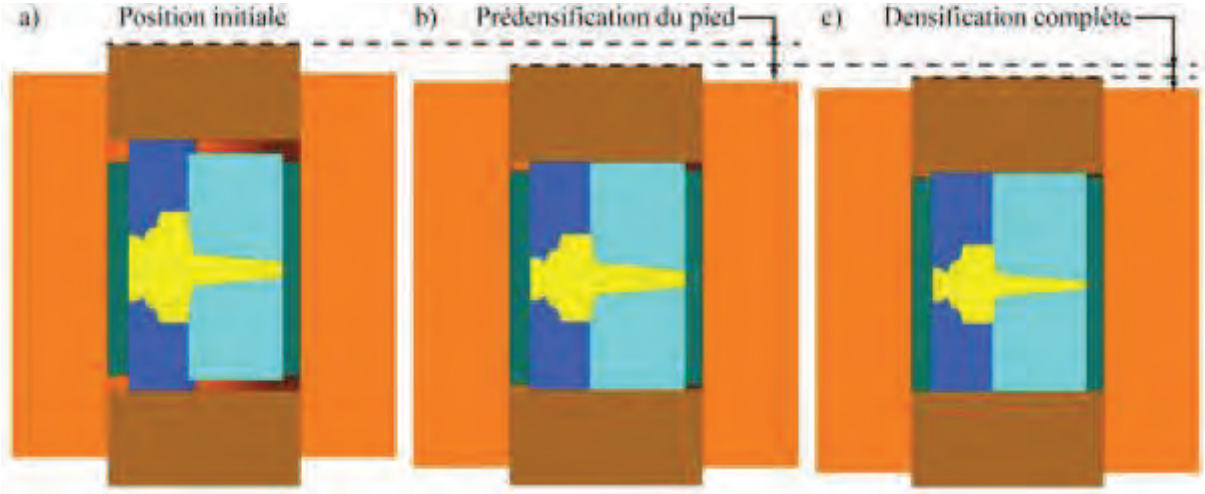


Figure VII-13 : Séquences de densification avec l'outillage optimisé.

Nous avons densifié plusieurs échantillons avec cette configuration d'outillage. Tout d'abord des échantillons TiAl, comme présenté sur la figure VII-14 où la préforme obtenue (b et c) est comparée à la maquette numérique de la pièce finale (a). Des mesures réalisées en comparant le poids de la pièce dans l'air et dans l'eau donnent une masse volumique de la préforme de 3,8g.cm^{-3}. La masse volumique théorique de l'alliage TiAl utilisé est de 3,9g.cm^{-3}, la préforme est donc dense à 98%. Cette mesure comporte certaines approximations dont la plus importante est la valeur de la masse volumique théorique de l'alliage, ce qui entraine une tolérance importante à la densité calculée : la préforme est très certainement totalement dense. Notons que le champ de température dans la pièce a été modélisé en utilisant les paramètres détaillés dans le chapitre précédent (fig. VII-15). Le gradient théorique de température dans la préforme est de moins de 80°C ce qui rentre dans la gamme acceptable de température pour obtenir une pièce homogène à microstructure proche lamellaire avec l'alliage IRIS.

Par la suite, nous avons densifié une préforme en utilisant une poudre pré-alliée de siliciures de niobium (NbSi). La composition chimique est Nb-Ti-Hf-Cr-Al-Si. En utilisant le même type d'outillage, nous avons obtenu la préforme présentée sur la figure VII-16. Sa géométrie est identique à celle réalisée en TiAl. Notons que cet alliage NbSi nécessite une température de consigne de plus de 1500°C pour assurer une densification complète. La transposition d'un alliage TiAl à un alliage NbSi n'a nécessité aucune adaptation de l'outillage, seule la température de consigne a été modifiée.

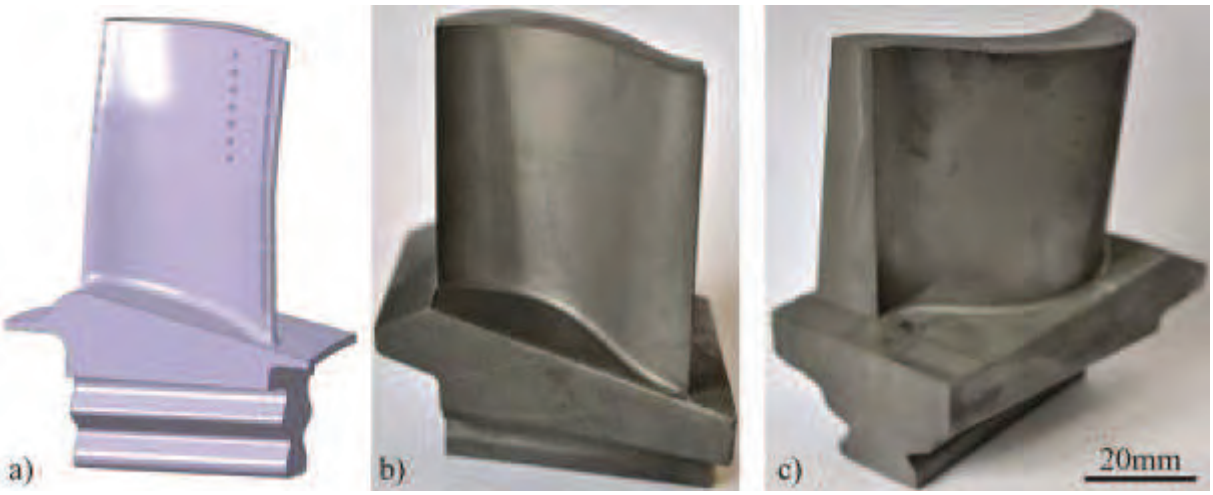


Figure VII-14 : Préforme réelle d'aube de turbine haute pression en TiAl. a) Maquette numérique de la pièce finale. b) Vue de face de la préforme. c) Vue de dos de la préforme.

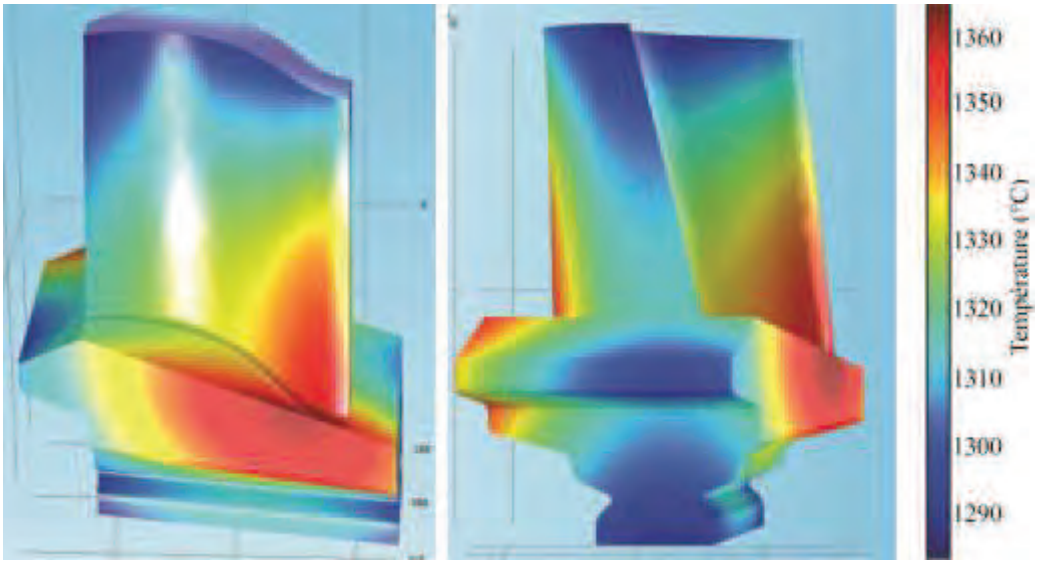


Figure VII-15 : Simulations numériques des champs de température dans la préforme en TiAl.

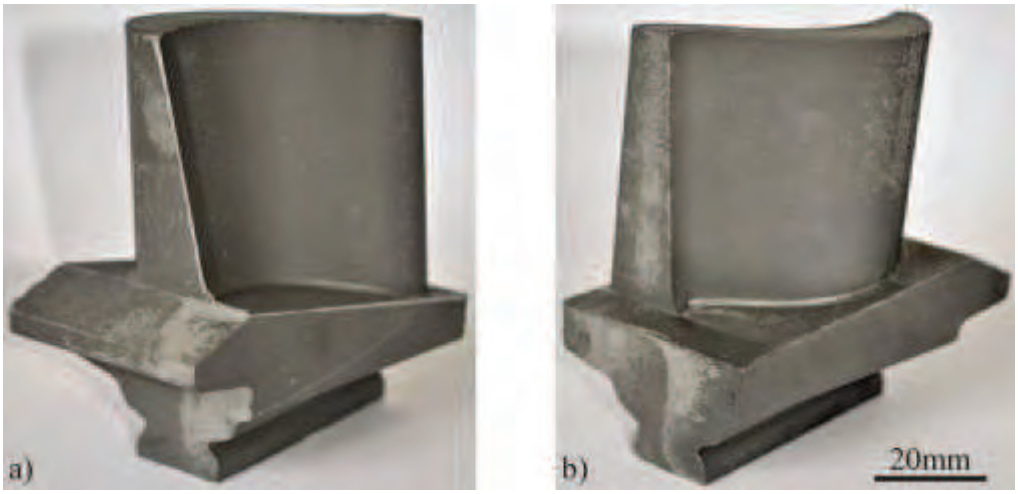


Figure VII-16 : Préforme réelle d'aube de turbine haute pression en siliciure de niobium. a) Vue de face. b) Vue de dos.

VII.2.3. Préformes d'aube de turbine basse pression

La présence d'un talon dans cette préforme apporte de nouvelles difficultés par rapport à celles densifiées auparavant. La différence de coefficient de dilatation entre le graphite et les alliages TiAl est importante. Lorsque la préforme se rétracte durant le refroidissement, le graphite, lui, ne se rétracte que très peu. Des contraintes très importantes sont alors générées dans la préforme pouvant mener à sa rupture. Une autre difficulté est l'élongation importante de la voilure avec un profil très courbé et très évolutif entre le pied et le talon. Bien que la longueur de la pièce finale soit d'environ 160mm, nous avons travaillé avec une préforme de 100mm de long afin de réutiliser la matrice qui a servi aux essais de densification de la préforme d'aubes de turbine haute pression. Toutes les autres dimensions ont été ajustées de manière homothétique.

VII.2.3.1. Densification en une étape

Tout comme dans le cas de la préforme d'aube de turbine basse pression, il y a une forte différence d'épaisseur entre les pied et talon et la voilure. Nous avons donc conçu un outillage permettant de pré-densifier les pied et talon avant de densifier simultanément l'ensemble (fig. VII-17). Les pistons du pied et du talon sont les premiers à se déplacer avant de rejoindre les pistons de la voilure. La préforme obtenue (fig. VII-17-d) est conforme à la maquette numérique (fig. VII-17-c) mais trois zones de rupture sont présentes au niveau de la voilure (flèches noires).

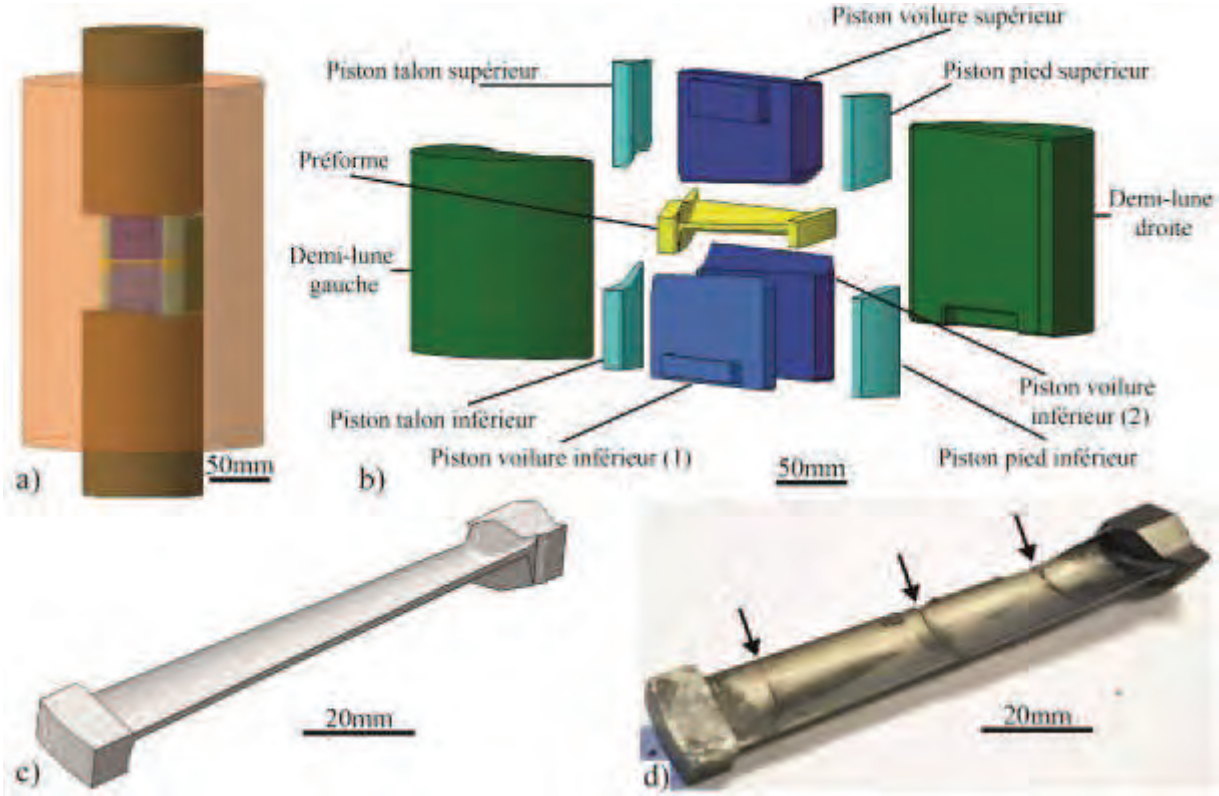


Figure VII-17 : Densification d'une préforme d'aube de turbine d'avion. a) Outillage en position finale après densification d'utilisation. b) Vue éclatée de la partie utile. c) Maquette numérique de la préforme. d) Préforme. Les flèches noires indiquent les zones de rupture.

La figure VII-18 présente des analyses microscopiques réalisées aux MEB dans les trois zones de rupture et dans le pied et le talon. Bien que la voilure soit entièrement dense, les contraintes engendrées par le retrait de la préforme sur les pistons de la voilure ont quand même conduit à sa rupture. Seul le talon est poreux comme en témoigne la figure VII-18-e. Cette porosité est due, une fois de plus, à la différence de hauteur entre le pied et le talon. La

voilure et le pied se sont densifiés en premier, empêchant la densification complète du talon. La solution serait de réaliser la densification non plus en deux mais en trois étapes en commençant à précompacter le talon, puis le pied et enfin densifier l'ensemble de la préforme. Ce n'a pas été possible avec la machine SPS SYNTEX 9.40 utilisée. En effet, une force minimum est requise pour assurer une pression de contact minimale entre les différentes pièces de l'outillage pour assurer un bon passage du courant électrique. Du fait d'une différence de taille très importante entre les spacers et le piston du talon, la pression de contact minimale entre les spacers conduit à une pression supérieure à la contrainte admissible du graphite dans les pistons du talon. Notons que la microstructure semble assez homogène dans l'ensemble de la préforme. La taille des grains γ varie peu et des grains lamellaires sont présents à chaque endroit analysé avec une fraction surfacique qui semble plus importante au centre de la voilure (fig. VII-18-d). En accord avec les travaux menés dans le chapitre précédent, il parait raisonnable d'annoncer un gradient de température d'environ 30°C.

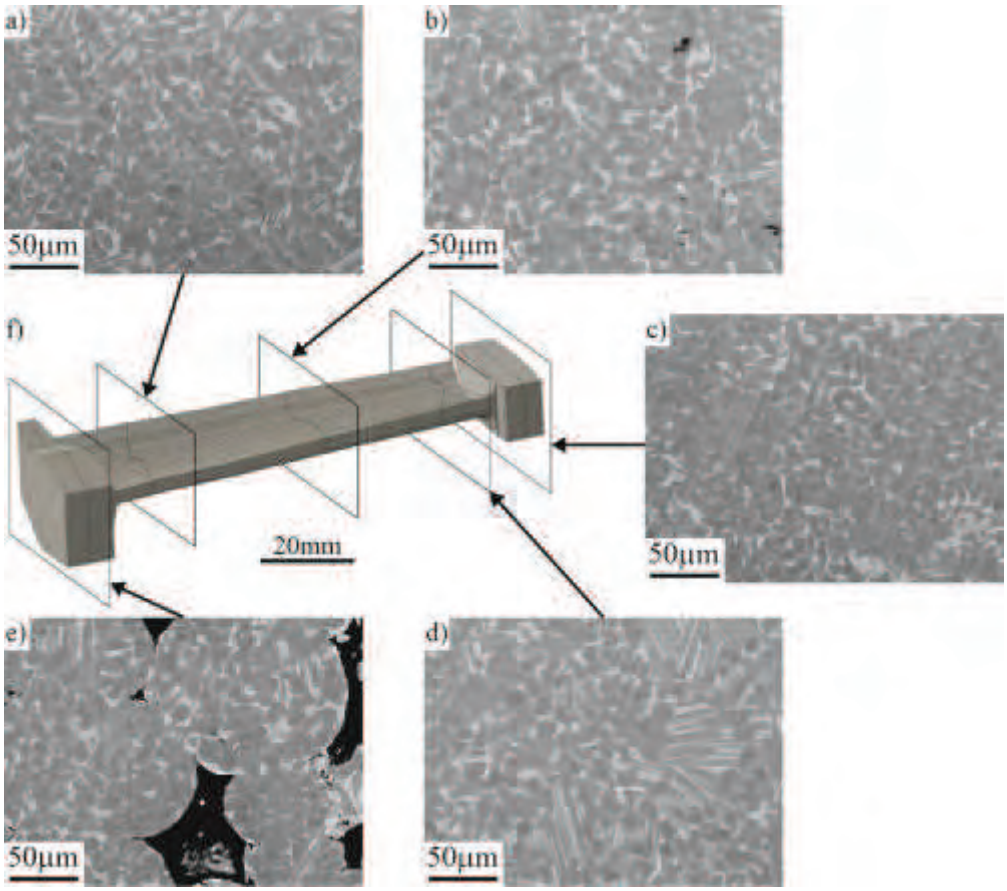


Figure VII-18 : Analyses MEB des zones de rupture et du pied et du talon de la préforme d'aube de turbine de moteur d'avion.

Suite à cet essai, deux problèmes sont à résoudre : la compaction inachevée du talon et la casse de la préforme lors du refroidissement. Nous avons résolu le premier problème par la mise en place d'une solution adaptée que, pour des raisons de confidentialité, je ne détaillerai pas dans ce mémoire. Concernant le deuxième problème, nous avons pu tester une solution en concevant un nouvel outillage (fig. VII-19). La pièce à densifier est un modèle de préforme simplifié qui reprend la forme générale de la pièce finale avec deux parties massives (représentant les pied et talon) de part et d'autre d'une partie élancée (représentant la voilure). La solution mise en place pour éviter la casse de la préforme lors du refroidissement est détaillée sur la figure VII-19-b. Lors de la rétraction de la préforme, les deux pistons de la voilure vont coulisser l'un sur l'autre en opposant un minimum de résistance à la pièce. Nous avons intégré des angles de dépouilles dans la voilure et dans les parties massives. En

appliquant une pression de 100MPa (calculée sur la surface horizontale supérieure du piston voilure (1)), nous avons obtenu une pièce intacte et dense à près de 99% (fig. VII-19-d). Notons que, pour cet essai, nous n'avons pas utilisé le système de compaction en deux étapes où les pistons du pied et du talon se déplacent en premier lieu pour pré-densifier ces deux zones car la géométrie de la préforme simplifiée ne le nécessitait pas. De plus, nous ne cherchions pas à obtenir une pièce entièrement dense, mais juste à tester la solution évitant la casse de la préforme.

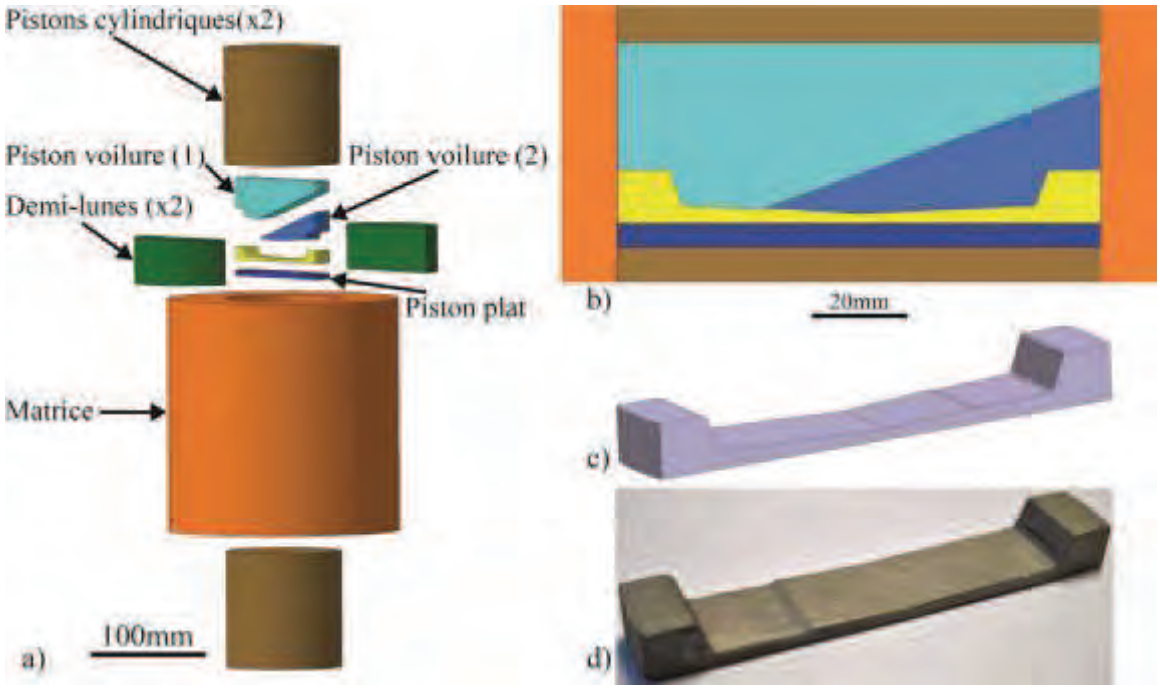


Figure VII-19 : Densification d'une préforme simplifiée d'aube de turbine d'avion. a) Vue éclatée de l'outillage. b) Vue en coupe de la partie utile en position finale après densification. c) Maquette numérique de la préforme. d) Préforme.

En combinant les systèmes qui ont permis la résolution des deux problèmes posés par la géométrie de ce type de préforme, nous avons conçu un nouvel outillage (fig. VII-20-a et b). Il intègre notamment la solution de pistons qui coulissent pour accommoder le retrait de la préforme lors du refroidissement. La préforme obtenue suite à l'essai SPS (fig. VII-20-c) est entièrement dense et intacte.

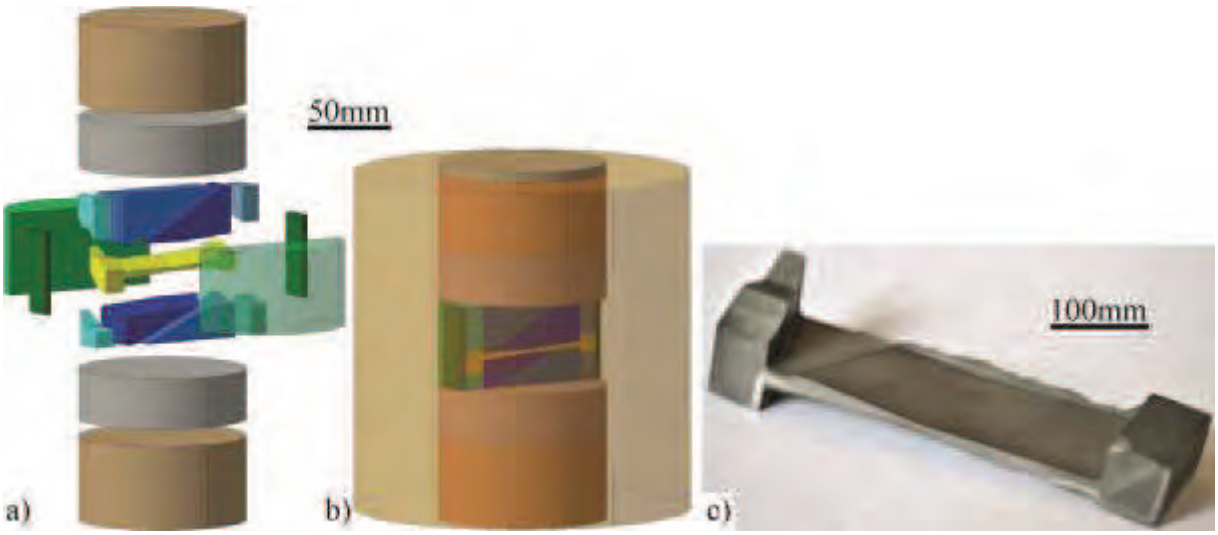


Figure VII-20 : Densification d'une préforme simplifiée d'aube de turbine d'avion en deux étapes. a) Vue éclatée de l'outillage. b) Outillage en position finale après densification. c) Préforme.

Au vu des résultats positifs apportés par l'essai précédent, nous avons conservé les solutions mises en place pour le prochain essai (fig. VII-21-a et b) qui sera réalisé après la rédaction de ce mémoire. Nous utiliserons donc la même procédure, la seule différence sera l'intégration d'une voilure réelle dans la préforme (fig. VII-21-c). Nous réaliserons aussi les bords d'attaques et de fuite (fig. VII-22) en gardant sur l'ensemble de la préforme une surcote minimum de 1mm. Nous pouvons voir sur la vue en coupe présentée sur la figure VII-22 comment les pistons « voilure » donnent la forme de la voilure de la préforme.

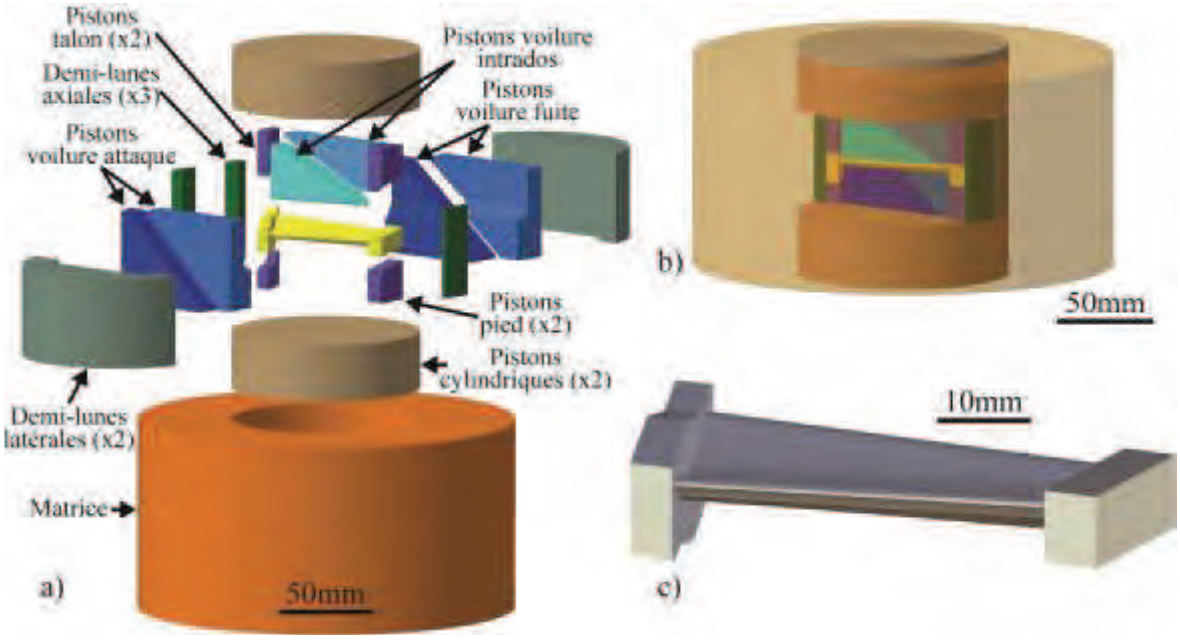


Figure VII-21 : Densification d'une préforme d'aube de turbine de moteur d'avion. a) Vue éclatée de l'outillage. b) Outillage en position finale après densification. c) Préforme.

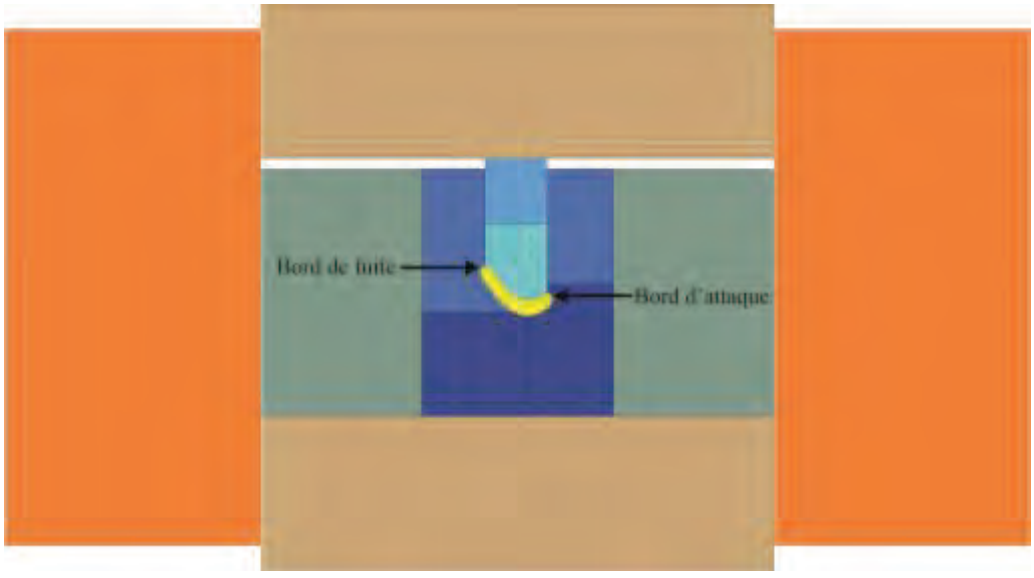


Figure VII-22 : Vue en coupe perpendiculaire à la direction d'allongement de la préforme.

Notons que la densification en une seule étape nous semble tout à fait possible sur une machine SPS adaptée, c'est-à-dire de taille suffisante et qui permettrait l'application d'une force assez faible pour respecter les contraintes admissibles par les plus petits composants en graphite. Ainsi, nous pourrions aisément utiliser un outillage intégrant diverses courses de pistons pour densifier dans l'ordre le talon, le pied et la voilure. Rajoutons que la densification d'une voilure de longueur importante et de profil très courbé ne représente pas une étape difficile selon nos diverses expériences.

VII.3. CONCLUSION

À travers les résultats présentés dans ce chapitre, nous avons mis en évidence des points importants à considérer pour densifier par SPS des pièces de formes complexes en TiAl de type aubes de turbine :

- La très mauvaise circulation du matériau dans l'outillage à haute température qui, malgré la présence d'angles de dépouille, nécessite d'adapter la course des pistons en fonction de l'épaisseur de la zone à densifier.
- La nécessité de donner de la mobilité à certains composants pour accommoder les différences de coefficients de dilatation entre les différentes pièces de l'outillage.

Nous avons prouvé la faisabilité de densifier par SPS des préformes d'aubes de turbine avec différents matériaux et un gradient de température maitrisé. Suite à ces résultats, ces travaux ont fait l'objet d'un dépôt de brevet (WO2012131625 A2).

De plus, d'autres travaux soumis à confidentialité n'ont pas été présentés dans ce mémoire. Nous avons aussi démontré la possibilité de réaliser par SPS des paliers lisses intégrant un lubrifiant solide et également de déposer un revêtement uniforme sur la voilure d'aubes de turbine en composites.

Références bibliographiques

[1] A. Rahmel, W. J. Quadakkers, and M. Schutze, Werkstoffe Und Korrosion-Materials and Corrosion 46 (1995) 271.

CONCLUSION GÉNÉRALE

Dans le cadre de l'ANR IRIS, l'objectif du travail effectué au cours de cette thèse était d'évaluer le SPS comme voie de fabrication de pièces industrielles. Plus particulièrement, nous avons travaillé sur l'application aube de turbine en alliage TiAl. Ainsi, ce travail s'est articulé autour de deux axes principaux :

- Le développement d'un alliage TiAl performant par SPS, répondant au cahier des charges industriel de l'application aube de turbine (partie A).
- La fabrication par SPS de deux types de préformes d'aubes de turbines de turboréacteur d'avion (partie B).

Concernant la première partie, nous avons commencé par étudier l'effet de l'addition de bore (chapitre III) en comparant deux alliages GE dont un en contenait. Cet élément, connu pour précipiter sous forme de borures, permet de raffiner la taille des grains en freinant leur croissance par épinglage des joints de grains. Des études par microscopie à balayage et en transmission nous ont permis de confirmer que le bore joue bien ce rôle dans les alliages TiAl densifiés par SPS. Des essais de traction à température ambiante menés dans les deux alliages ont montré une plus haute limite d'élasticité de l'alliage à microstructure fine.
Dans un second temps, en s'appuyant sur les résultats de l'étude de l'effet du bore, mais aussi sur l'étude de l'effet de l'addition d'éléments lourds réalisée dans la thèse de Houria Jabbar, nous avons développé l'alliage IRIS de composition chimique Ti-Al_{48}-W_2-$B_{0,08}$. Nous avons également travaillé avec l'alliage TNM (Ti-$Al_{43,9}$-Nb_4-$Mo_{0,95}$-$B_{0,1}$) qui fait partie des nuances les plus prometteuses de la nouvelle génération d'alliages TiAl. Ces deux alliages ont été densifiés à des températures allant de 1200 à plus de 1400°C (chapitre IV) où nous avons obtenu quatre types de microstructure : dendritique, biphasée + β_0, duplex + β_0 et proche lamellaire. La présence de phase β à haute température participe aussi au raffinement de la microstructure proche lamellaire dans les deux alliages. Cette phase entoure les grains α à haute température et freine leur croissance. Lors du refroidissement, elle génère la présence d'un liseré majoritairement γ qui augmente la ductilité du matériau. Nous avons étudié et analysé les deux mécanismes différents, en fonction de l'alliage, qui permettent la formation de ce liseré.
Nous avons ensuite caractérisé les propriétés mécaniques de ces deux alliages par des essais de traction et de fluage (chapitre V) en lien avec une étude de plasticité. Les microstructures biphasées présentent une meilleure résistance à la traction à température ambiante mais sont très peu ductiles et peu résistantes au fluage. Le meilleur compromis entre résistance et ductilité à température ambiante et résistance en fluage à la température de service a été obtenu avec les microstructures proches lamellaires à petits grains. Bien que celle de l'alliage TNM soit très performante, c'est la microstructure proche lamellaire de l'alliage IRIS qui a donné les meilleurs résultats. Elle offre une ductilité de 1,6% à température ambiante et une vitesse minimum de fluage à 700°C sous 300MPa de $3{,}5.10^{-9}s^{-1}$. De plus, des essais de traction à chaud ont mis en évidence une résistance exceptionnelle en traction jusqu'à 950°C. Des études de plasticité ont permis d'expliquer les différences de propriété des microstructures proches lamellaires des deux alliages. À température ambiante, les modes de déformation activés sont les mêmes dans les deux alliages. Il s'agit du glissement de dislocations ordinaires dans les plans denses et du maclage. La fragilité de l'alliage TNM a été expliquée par sa trop faible teneur en aluminium. En effet, la phase α_2 présente en trop grande quantité rend les grains lamellaires quasiment indéformables. L'étude des échantillons flués a montré que le la phase γ de l'alliage TNM se déforme principalement par glissement

de dislocations ordinaires dans des plans non denses alors que la montée mixte est le mode de déformation majoritaire de la phase γ de l'alliage IRIS.
En conclusion sur notre activité de développement de matériaux, il apparait que des alliages se solidifiant à partir de la phase β sont particulièrement adaptés à la densification par SPS. En effet, la formation de cette phase à haute température, combinée à la présence de bore, limite la croissance des grains. Il est alors possible de porter ces alliages à haute température, lors de leur élaboration, afin de bien les homogénéiser et déclencher largement la transformation lamellaire sans qu'il y ait grossissement des grains. L'alliage TNM est limité en ductilité car trop pauvre en aluminium tandis que l'alliage IRIS offre un très bon compromis entre divers éléments, ce qui lui confère des propriétés exceptionnelles.

La seconde partie de cette thèse a porté sur la densification de préformes d'aubes. Pour cela, un travail en amont sur le procédé SPS a été nécessaire (chapitre VI). Par l'application de différentes procédures expérimentales développées dans le cadre de ce travail, le gradient de température à l'intérieur des échantillons densifiés a pu être déterminé. Les informations obtenues ont confirmé les résultats des simulations numériques développées dans l'équipe. Ce travail a permis de maitriser la température de l'échantillon au cours du cycle SPS. De même, il a été nécessaire d'analyser et de comprendre la densification d'un matériau poreux. Des analyses par microscopie à balayage d'échantillons poreux, dont le cycle SPS avait été interrompu à différents taux de compaction, ont permis de dresser des cartographies de répartition des pores. Nous avons pu mettre en évidence expérimentalement le frottement important des particules de poudre sur les parois verticales de la matrice gênant la densification. Nous avons aussi confirmé l'influence du rapport entre diamètre et hauteur des échantillons. Plus ce rapport sera faible, plus une température et une pression importantes seront nécessaires pour fermer les derniers pores.
Suite à ces travaux, nous avons travaillé sur la forme des échantillons densifiés (chapitre VII). Différents outillages ont été conçus pour obtenir des pièces de forme complexe avec la machine SPS SYNTEX 2080 de Toulouse. En faisant évoluer ces formes au cours des différents essais, les différentes informations obtenues ont permis de densifier une préforme d'aube à échelle réduite. Un changement d'échelle a ensuite eu lieu avec l'utilisation de la machine SPS SYNTEX 9.40, de taille industrielle, située dans l'entreprise Mecachrome à Vibraye. Un premier type de préforme d'aube de turbine basse pression de turboréacteur d'avion, comportant un pied de sapin et une voilure, a pu être densifié. Nous avons aussi travaillé sur un second type de préforme constitué en plus d'un talon, prévu pour les turbines de moteurs d'avions. Une préforme composée d'un pied, d'un talon et d'une voilure plate a été densifiée avec succès. La dernière étape consistant à intégrer une voilure au profil réel, a été planifiée après la rédaction de ce mémoire. L'exploration de la voie assemblage a aussi permis de densifier des pièces à gradient de microstructure.
En conclusion sur la fabrication de formes complexes par SPS, notre travail a permis de valider notre méthode qui consiste à donner sa forme à la pièce par l'outillage qui assure aussi la densification. Ainsi, toute la difficulté réside en la conception de cet outillage et en la maitrise du procédé SPS. De plus, cette approche permet d'obtenir dans le même temps le matériau avec les microstructures et propriétés optimisées, sans qu'il soit nécessaire d'appliquer des traitements thermiques forcément couteux, requis dans la plupart des autres procédés de fabrication.

Trois conclusions générales ont émergé du travail réalisé au cours de cette thèse :

- La microstructure proche lamellaire à petits grains de l'alliage IRIS a été obtenue avec succès par SPS avec un seul cycle de moins de 45min (refroidissement compris). Aucun traitement thermique supplémentaire n'a été nécessaire.
- Le cahier des charges industriel a été rempli et largement dépassé concernant le fluage ce qui fait de la nuance IRIS un des alliages TiAl les plus performants à haute

température, ouvrant alors la voie à des applications dont la température de service dépasserait 900°C.
- Nous avons prouvé qu'il est possible de densifier avec une machine SPS commerciale, des pièces de forme complexe de type aube de turbine par SPS en maitrisant le procédé et l'outillage.

Suite à ce travail, diverses perspectives se dégagent. Tout d'abord, des questions de nature fondamentale sur le frittage par SPS et sur les matériaux TiAl ont été soulevées. Leur traitement permettrait de progresser dans la compréhension et dans le développement de la filière SPS. Les mécanismes de densification, encore peu connus, sont étudiés dans le cadre de l'ANR MF2 (Mécanismes de Frittage Flash), coordonnée par notre équipe. Pour les aspects matériaux, citons quelques points qui mériteraient d'être approfondis :

- Les mécanismes de formation des microstructures proches lamellaires avec, en particulier, la formation des liserés.
- Le rôle du bore sur la transformation lamellaire dans les alliages TNM et IRIS.
- Les interactions entre dislocations et atomes de solutés et leurs influences sur les mécanismes de plasticité.
- Les mécanismes de déformation et de fluage à haute température.

Pour le développement de matériaux, la prochaine étape devrait porter sur l'optimisation de la composition chimique de l'alliage IRIS et du cycle SPS. Par un travail sur les teneurs en tungstène, aluminium et bore, l'objectif serait de modifier la fraction volumique de liseré afin d'améliorer encore la ductilité sans perdre en résistance à haute température, de durcir la phase γ sans diminuer la ductilité et de diminuer encore la taille des grains lamellaires pour augmenter la résistance en traction. Il est aussi nécessaire d'étudier d'autres propriétés de l'alliage IRIS comme sa tenue à la fatigue ou sa résistance à l'oxydation et à la corrosion. Enfin, une étude du dépôt d'un revêtement protecteur par SPS sur notre alliage devrait être lancée en collaboration avec l'ONERA.

Concernant la fabrication de pièces complexes, les voies d'amélioration devraient se concentrer sur la robustesse du procédé et l'obtention de pièces plus proches des cotes finales. Ce travail nécessiterait l'utilisation d'une machine dédiée dont les caractéristiques comme la taille de la chambre ou la force minimale, seraient adaptées. Une voie ambitieuse serait de concevoir une machine qui permettrait d'appliquer une pression multidirectionnelle, d'intégrer une chambre de refroidissement et de réaliser plusieurs préformes à la fois.

Pour conclure en une phrase, nous espérons avoir démontré par ce travail que le procédé SPS peut désormais être sérieusement envisagé comme une voie de fabrication économique pour la production de pièces métalliques de géométrie complexe près des cotes finales, aux propriétés mécaniques optimisées.

Exploration de la voie SPS pour la fabrication d'aubes de turbine pour l'aéronautique : Développement d'un alliage TiAl performant et densification de préformes

Dans le but de réduire la consommation de carburant, le bruit et les émissions de gaz à effet de serre, les aluminures de titane (TiAl) font partie des meilleurs candidats pour la fabrication d'aubes de turbine des étages basse pression des moteurs d'avion. Les alliages TiAl combinent une haute résistance mécanique aux températures de service et une excellente résistance à l'oxydation. Après 30 ans de développement, des aubes de turbines en TiAl ont été intégrées aux nouvelles générations de moteurs par différents motoristes comme GENERAL ELECTRIC et SNECMA-SAFRAN. Cependant, ces alliages souffrent toujours d'une faible ductilité à température ambiante, d'une résistance au fluage limitée et d'un procédé de fabrication difficile et couteux.

C'est dans ce contexte que notre travail visait à explorer et valider le SPS comme voie de fabrication de préformes d'aubes de turbine. Pour cela, nous avons travaillé sur la maitrise de ce procédé, développé un alliage performant remplissant le cahier des charges industriel et fabriqué des préformes d'aube. Le Spark Plasma Sintering (SPS) est un procédé de métallurgie des poudres où la densification a lieu grâce à l'application simultanée d'un courant électrique pulsé de forte intensité et d'une pression uni-axiale.

Premièrement, après une étude de l'effet du bore dans les alliages TiAl frittés, deux alliages ont été densifiés par SPS et étudiés. Des observations MEB, des essais de traction et de fluage et des études de plasticité, par des observations MET conventionnelles et des essais de traction *in situ,* ont permis d'optimiser les microstructures afin d'obtenir les meilleures propriétés mécaniques. Finalement, ces travaux ont conduit à l'obtention d'un alliage aux propriétés mécaniques remarquables dépassant largement le cahier des charges, ouvrant alors la voie à des applications à encore plus haute température. Cet alliage de composition chimique $Ti\text{-}Al_{48}\text{-}W_2\text{-}B_{0.08}$ a fait l'objet d'un dépôt de brevet.

Le deuxième objectif portait sur la réalisation de préformes d'aubes de turbine par SPS. De manière à comprendre les processus de densification et optimiser la méthode et l'outillage utilisés, des pièces de formes de plus en plus complexes ont été densifiées jusqu'à l'obtention d'une préforme de taille réduite. Ensuite, un changement d'échelle rendu possible par l'utilisation d'une machine SPS de taille industrielle a conduit à la réalisation de deux types de préforme d'aube. Ces résultats ont conduit au dépôt d'un second brevet.

Exploration of the SPS route to produce turbine blades for aeronautical applications: Development of an efficient TiAl alloy and densification of near-net shapes

With the aim of reducing fuel consumption, noise, and greenhouse gas emissions, titanium aluminides (TiAl) are of great interests to be used in the turbine blades of low pressure stage of airplane engines. TiAl alloys offer a high strength at both room and working temperatures combined with an exceptional resistance to oxidation. After thirty years of development, TiAl turbine blades were implemented in the new generations of engine by several motorists as GENERAL ELECTRIC or SNECMA-SAFRAN. However, these alloys still suffer from a low ductility at room temperature, a limited creep resistance and a difficult and expensive manufacturing process.

It is within this context that the SPS process has been investigated as a new way to produce near-net shape turbine blades. This has required working on the mastering of the process, on the development of an efficient TiAl alloy fulfilling the industrial requirements and on the fabrication of near-net shape blades. Spark Plasma Sintering (SPS) is a powder metallurgy technique where the densification occurs thanks to the simultaneous application of a pulsed direct current and of a uniaxial pressure.

Firstly, after a study of the effect of boron incorporation in sintered TiAl alloys, two TiAl alloys processed by SPS have been investigated. SEM observations, tensile and creep tests and plasticity studies by conventional TEM as well as by *in-situ* straining experiments have been performed to optimize the microstructure in order to obtain the best mechanical properties. Finally, a TiAl alloy exhibiting outstanding mechanical properties at both room and high temperatures has been obtained, exceeding the industrial specifications and opening the route to higher temperature applications. This alloy, with a chemical composition $Ti\text{-}Al_{48}\text{-}W_2\text{-}B_{0.08}$, has been patented.

Secondly, investigations have focused on the processing of near-net shape blades by SPS. In order to understand the densification mechanisms and to optimize the method and tools, several pieces with an incremental shape complexity have been densified until getting a small-scale near-net shape blade. Then, an up-scaling using a bigger SPS apparatus has led to the production of two kinds of near-net shape blades. These results have also led to a patenting.