



HAL
open science

Effet d'éléments d'alliage en substitution et en insertion sur les mécanismes de déformation et sur la tenue mécanique d'intermétalliques TiAl à haute température

Benjamin Galy

► **To cite this version:**

Benjamin Galy. Effet d'éléments d'alliage en substitution et en insertion sur les mécanismes de déformation et sur la tenue mécanique d'intermétalliques TiAl à haute température. Matériaux. Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2023. Français. NNT : 2023TOU30029 . tel-04081879v2

HAL Id: tel-04081879

<https://hal.science/tel-04081879v2>

Submitted on 19 Jul 2023

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 Fédérale



Toulouse Midi-Pyrénées

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

Benjamin GALY

Le 11 janvier 2023

**Effet d'éléments d'alliage en substitution et en insertion sur les
mécanismes de déformation et sur la tenue mécanique
d'intermétalliques TiAl à haute température**

Ecole doctorale : **SDM - SCIENCES DE LA MATIERE - Toulouse**

Spécialité : **Physique de la Matière**

Unité de recherche :

CEMES – Centre d'Elaboration de Matériaux et d'Etudes Structurales

Thèse dirigée par

Jean-Philippe MONCHOUX et Muriel HANTCHERLI

Jury

M. Bernard VIGUIER, Président du jury

M. José Maria SAN JUAN, Rapporteur

M. Jean-Philippe COUZINIE, Rapporteur

M. Emmanuel BOUZY, Examineur

Mme Florence PETTINARI, Examinatrice

M. Jean Philippe MONCHOUX, Directeur de Thèse

Mme Muriel HANTCHERLI, Co-Directrice de Thèse

M. Alain COURET, Invité

Remerciements

J'aimerais tout d'abord remercier l'ensemble des membres du jury qui ont pris leur temps d'évaluer mon travail de thèse. Merci à Bernard VIGUIER d'avoir présidé le jury et pour les remarques pertinentes sur le manuscrit. Merci aux rapporteurs Jean-Philippe COUZINIE pour les retours sur le manuscrit et José Maria SAN JUAN d'avoir fait l'effort de rendre un rapport en français, dans lequel j'ai appris que le Tungstène s'appelle aussi Wolfram. Enfin merci aux examinateurs Emmanuel BOUZY et Florence PETTINARI pour les discussions qui ont suivi la présentation. Plus particulièrement, merci à Florence de m'avoir initié et donné la curiosité de la métallurgie en cours de master.

Merci à mes encadrants officiels Jean-Philippe MONCHOUX et Muriel HANTCHERLI de m'avoir donné l'opportunité de travailler dans le domaine de la métallurgie dès le stage de master, la concurrence était rude paraît-il. C'était un plaisir de découvrir TiAl et les dislocations avec vous. Merci pour les discussions scientifiques, vos explications, notamment concernant le sujet piquant qu'est la projection stéréographique, mais aussi pour vos qualités humaines. Vous avez été de bons conseils lors de la rédaction et de la soutenance orale. Petite remarque et boutade qui me vient à l'esprit concernant la microscopie. Est-ce qu'avant la première séance de JEOL avec l'étudiant, vous pourriez vous mettre d'accord sur comment noter les micrographies ? Juste histoire de ne pas commencer le travail d'équipe par une scène de ménage. Merci à mes encadrants officieux, Alain COURET et Guy MOLENAT d'avoir enrichi les discussions TiAl avec nos connaissances et expériences. Merci plus particulièrement à Alain pour nous avoir montré avec succès comment réaliser des expérimentations in situ.

Merci à nos partenaires de l'ONERA, Louise TOUALBI et Marc THOMAS, notamment pour la réalisation d'une bonne partie des essais mécaniques, mais aussi pour leurs remarques constructives lors des nombreuses réunions zoom.

Danke an Österreich, Michael MUSI, Helmut CLEMENS, Petra SPÖRK-ERDELY, Svea MEYER pour tous nos échanges. C'était particulièrement intéressant de voir d'autres types d'expérimentations que celles dont nous avons l'habitude au CEMES, d'apporter une contribution à d'autres travaux. Merci notamment à Michael pour l'accueil à Leoben malgré le virus fou, de m'avoir fait découvrir la sonde atomique, la gastronomie autrichienne et surtout « Essenszeit ». Petra, j'espère que le voyage en Andorre vous plaira. Helmut, joyeuse retraite et j'attends encore pour le restaurant italien.

Je profite de ces derniers remerciements pour remercier le labex NanoX pour nous avoir attribué une bourse de déplacement permettant à Michael de venir à Toulouse pendant un mois et qui m'a ensuite permis de partir un mois à Leoben. Au passage, je remercie la Covid19 pour avoir provoqué un confinement de l'Autriche pendant mon séjour. Avoir tous les bars, restaurants de fermés au bout d'une semaine quand on arrive dans un nouvel endroit, c'est toujours agréable à vivre.

La thèse a bénéficié de l'aide et de l'apport de plusieurs personnes. Merci à Geoffroy CHEVALIER de la plateforme PNF2 pour les élaborations SPS. Merci pour ta bonne humeur, pour ton rétroprojecteur permettant de suivre le Tour de France entre deux pastilles et surtout merci pour ta force herculéenne qui a sauvé quelques pastilles au démoulage. Merci au service prépa du CEMES, plus particulièrement à Dominique LAMIRAULT pour les échantillons

MET. Tu m'as retiré une bonne épine du pied vu que j'ai uniquement réussi à faire disparaître (presque) tous les échantillons à ma seule tentative de prépa. Merci à Robin COURS pour la formation MEB EDX et pour avoir supporté la Pheonix4000 pendant de nombreuses heures. Merci à Sébastien JOULIÉ pour la formation JEOL. Avec le recul, ce n'était peut-être pas une si bonne idée que de me former à ce microscope. Merci à Christophe DESHAYES pour ton humour, ta curiosité, les nombreuses heures au MEB et ton aide dans la réalisation des essais mécaniques.

Merci aux permanents PPM que je n'ai pas encore eu l'occasion de citer. Daniel CAILLARD pour nous avoir initié à l'in situ avec l'astuce incroyable qui consiste à brancher le fil noir sur le bouton rouge et brancher le fil rouge sur le bouton noir pour que la manip marche. Qui l'aurait cru ? Joël DOUIN pour ta souplesse et ton aide administrative. Marc LEGROS, comme beaucoup, je retiendrai tes mails et merci pour le tableau blanc. Frédéric MOMPIOU pour avoir mis au point « Stéréo Proj », c'est quand même plus joli, plus rapide et moins dangereux que de faire les projections à la main. Enfin Lise DURAND pour les discussions philosophiques, humaines et les astuces sudoku.

Merci à Élodie de l'accueil. Déjà pour tous les colis DHL, un sans-faute. Merci d'avoir utilisé tes « privilèges » pour que les manuscrits des rapporteurs partent bien le dernier jour de mon contrat, ça s'est joué à très peu. Bien évidemment merci de me servir de badge d'accès depuis la fin du contrat, je dois avoir remplis 10% du cahier à moi tout seul. Merci pour les discussions de personnes âgées, Dragon Ball c'était bien mieux avant.

Merci Bertrand pour les visites de l'atelier mécanique. C'est toujours un plaisir de sortir de sa bulle et de voir d'autres horizons. Merci pour tes conseils sportifs sur le lancer de boules de bowling mais aussi sur le tir à l'arc, je me suis découvert un petit talent grâce à toi. Sans doute le plus important, merci d'avoir assuré les BBQ ! La nourriture c'est sacré, et à ce propos, on n'a pas fait les comptes mais c'est moi qui mange le plus, du moins, qui assume de trop commander. Avec mon départ tu es le dernier ou la dernière (comme tu voudras) BG du labo, portes ce titre avec fierté.

Merci Rémi d'arrêter de râler, vraiment arrêtes. Véritable guide spirituel de la dénonciation qui trouve toujours le mot pour ri ... piquer mais pour rire aussi. Ta polyvalence humoristique facilite grandement les sujets de rigolade. Y compris quand une personne est en plein délit de fuite alors qu'un camion brûle ! Incendie que tu es tout à fait capable d'éteindre autour d'un Subway.

Merci Lucas (Issou) pour l'accueil au bureau après avoir été (volontairement) délogé du mien, clairement meilleur co-bureau. Tu m'en as fait voir de toutes les couleurs avec tes graphiques Python. Ça a toujours été un plaisir de valider tes nouveautés et d'en proposer parfois. Ton assiduité au labo à grandement facilité le retour post-confinement avec toutes ces restrictions de présence au bureau. Quelle surprise d'avoir réveillé de vieux souvenirs d'Age of Empires II chez toi. Aujourd'hui, c'est avec beaucoup d'émotions que je te vois devenir petit à petit un joueur (chômeur) professionnel de ce jeu, au service de la France. Merci pour Serge, on a vraiment passé de bons moments avec lui.

Merci Serge pour ta présence au labo qui a apporté son lot de bonne humeur. Je suis vraiment désolé pour ton décès prématuré, tu étais dans la fleur de l'âge. Cependant, tel le phénix que tu

es devenu aujourd'hui, tu as su renaître de tes cendres pour un apéro chez Lucas. Tu es entre de bonnes mains avec tonton Rémi mais ne bois pas trop d'aquavit.

Merci aux anciens doctorants / post doctorants, David (incarnation de la sagesse), Laureen, Toufa, Mia, Melvyn, Romain, Daniela, Silvia, Julien, Nicolas, ... pour l'accueil, les nombreuses pauses café à la porte du bureau, c'est original de suivre les derniers commérages tout en travaillant. Plus particulièrement, merci à toi Julien pour tes conseils de thèse, les discussions Pokémons et le débat politique avec Sarah, c'était un véritable spectacle. Nicolas, merci beaucoup pour les dépannages Word. Ça enlève une bonne dose de stress en fin de rédaction.

Merci à ma génération, Sarah ... sans débat on pourrait écrire un roman mais je n'ai pas le temps-là. Néanmoins, petite pensée pour la poignée de ton bureau qui doit être aussi contente que toi que tu arrives à la fin de ta vraie thèse ! Clément, mon haut-parleur préféré. Mes oreilles se souviennent encore quand tu as prévenu Saouzelong et Ranguel qu'on passait à table à un BBQ. Cécilia alias « pffffff ça va pas » merci d'avoir revu ton jugement sur moi et de m'avoir fait progressivement passer de ta blacklist à ta whitelist, et ce, malgré un surnom peu valeureux. Kilian, je retiendrai qu'après quelques bières, quelques rhums et un mal entendu, on peut facilement obtenir des informations croustillantes de ta part, on a rarement été aussi concentré. Camille, on a commencé en même temps à travailler sur TiAl. Toi pour comprendre l'effet de l'oxygène et moi pour comprendre l'effet du tungstène ... on pourra dire qu'on a essayé, qu'on a fait ce que l'on a pu. L'important c'est de participer comme disent les loose... sportifs. Un grand merci pour le coup de main sur la paperasse ADUM ! Rachma, merci d'avoir dit que tu préfères Toulouse à Paris. Un peu de chauvinisme ne fait pas de mal.

Merci à ceux qui ne vont plus tarder à se demander pourquoi ils ont fait une thèse. Si ce n'est pas déjà fait. Martin ou Soumsoum pour les intimes, à deux doigts de devenir un thon. Au plaisir de reparler de pêche avec toi. Respect pour l'investissement dont tu as fait preuve au CEMES, notamment la création de BDSM. J'ai cru comprendre que ton ami Vatsyayana t'avait inspiré l'acronyme. Paul, mon Bébou. Tu m'as fait découvrir la beauté, la sagesse de la neutralité. Ne jamais se mouiller est une clef pour des relations saines et apaisées. À côté de toi, un Suisse pourrait passer pour une personne extrême dans ses propos. En revanche, il te faut travailler sur ton côté territorial. N'hésite pas à sortir de temps en temps de ton bureau pour découvrir ton environnement. Elio, Estefania, un grand merci d'avoir assuré la relève au CL. Ce fut un geste vraiment apprécié à a veille de commencer la rédaction. Intan, tu as réussi à succéder à la place de David. Ce n'était pas une tâche facile mais ta bonne humeur a apporté un plus à l'ambiance du bureau, on a bien rigolé. Merci pour les schokobons !

Merci à ceux qui croient (encore) qu'ils ont du temps devant eux. Aurélien et ta peur de la lumière du jour. Je suis content pour toi que tu aies pu changer d'ordinateur. Faire une thèse avec le bruit d'une tondeuse à gazon aurait été difficile. Je serais prêt à parier que même toi, tu te serais énervé. Loïc, je garderai le moment, dans le bureau de ton chef, où tu agitais les bras dans le vide ... avec ton casque VR, magnifique. Marine, meilleure co-bureau (tu es contente ?) avec ta musique absolument pas forte. Chaud chaud de devoir envoyer un mail pour que tu entendes « baisses le son stp ». Agathe, merci d'avoir apporté un peu de Normandie avec toi. Paul a du mal à vendre votre pays natal.

À défaut d'avoir fait de l'enseignement, j'ai eu des stagiaires sous la main. Merci à Alice, Maude, Quentin et Louis. Plus particulièrement merci à Quentin et Louis de m'avoir mâché une partie du travail. Quentin tu seras content d'apprendre que ton polissage était une réussite parce que Louis a fait des folies avec ta procédure des poudres. Louis, même si ton équipe a chuté en finale, tu resteras un champion pour moi.

Merci Jimmy pour avoir pimenté les repas du midi. Toujours avec subtilité, tu as su mettre en avant des sujets de discussions que seules peu de personnes maîtrisent à ce point. Tes mails vont sans aucun doute me manquer à l'avenir. Ils étaient un moment d'émerveillement dans mes journées.

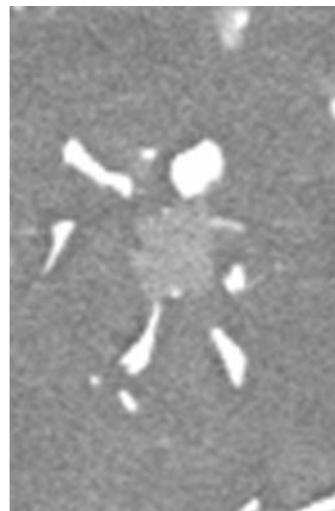
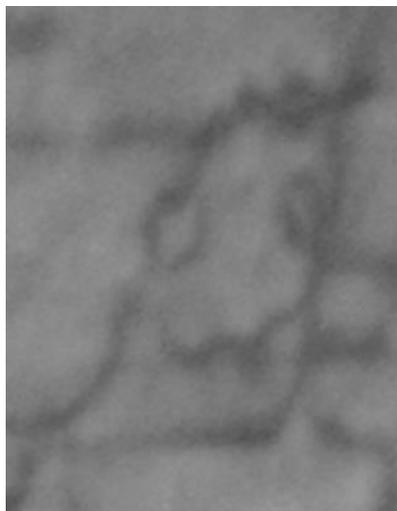
Merci Vincent pour ta présence à la soutenance et ton soutien ces trois dernières années. Il faut dire que depuis l'école primaire on est rodé. Je regrette juste de ne pas t'avoir convaincu de poursuivre en thèse.

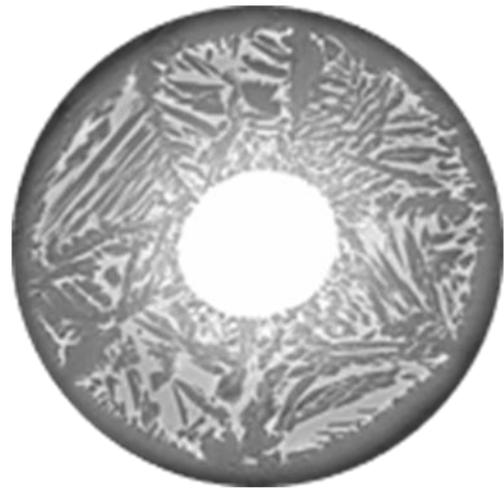
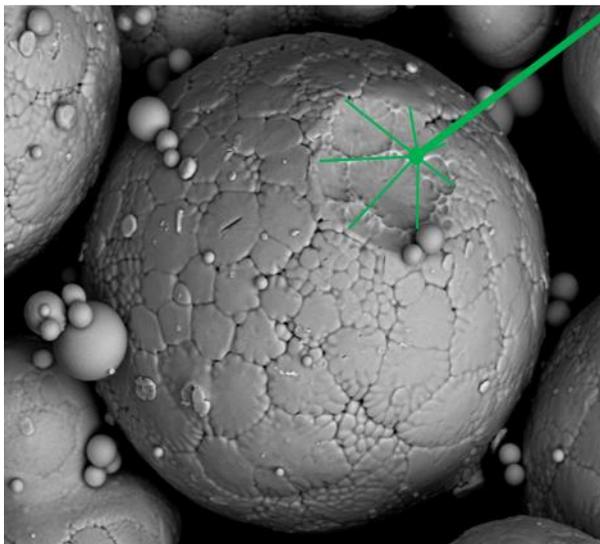
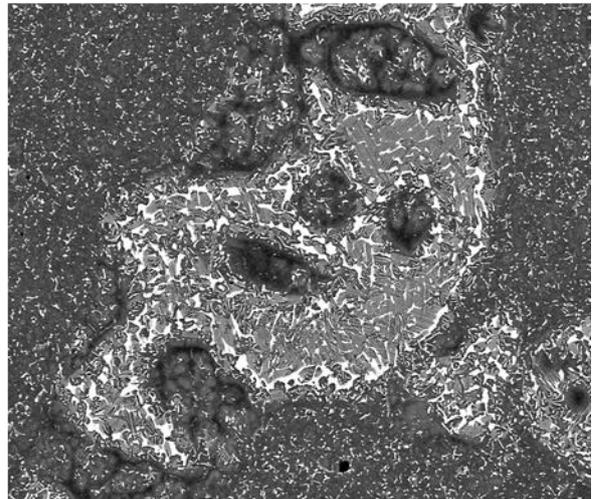
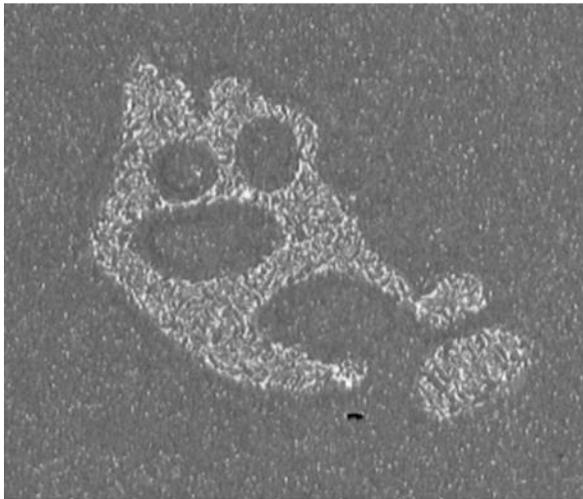
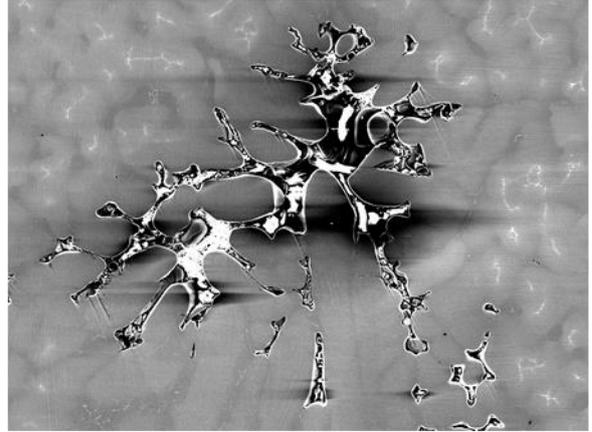
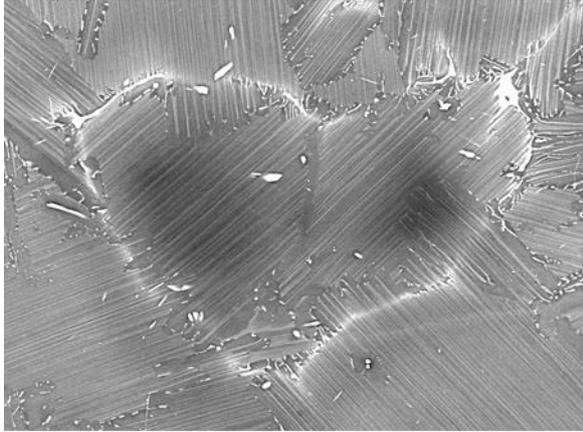
Merci Robin pour les encouragements à la soutenance. Je suis plutôt fier d'avoir réussi à te faire passer d'une situation posée, stable de professeur à celle de doctorant. Bon courage, dans trois ans c'est fini. Tu as échappé à Paris, c'est l'essentiel.

Merci Sébastien pour ta présence zoom à la soutenance. Je ne suis toujours pas remis qu'on soit passé à une bourse UPS d'être dans le même groupe ! et en plus tu as dû t'expatrier en Allemagne. Au moins, je me dis que là-bas, tu n'as pas à faire les courses, la cuisine, la vaisselle, le ménage et la lessive pour deux.

Merci aux membres de ma famille pour leur soutien dans ce travail, leur intérêt plus ou moins grand en fonction de leur courage. Merci d'avoir été si nombreux à venir m'encourager le jour de la soutenance

Thèse de microscopie oblige, je voulais terminer ces remerciements par les microscopes. Merci en premier lieu au MET JEOL. On n'a pas toujours eu une relation simple toi et moi. Pour preuve, elle a fini comme elle a commencé, par une panne de plusieurs mois. La seconde fois, tu remarqueras que tu as été pile en panne pour le début de ma rédaction et que tu as été remis en service pile quand j'ai rendu le manuscrit. J'écris ça, je n'écris rien. Cher MEB JEOL, je suis honoré d'avoir été le dernier ou l'un de tes derniers utilisateurs. Enfin à tous les deux, je vous remercie pour les nombreux tests de Rorschach :





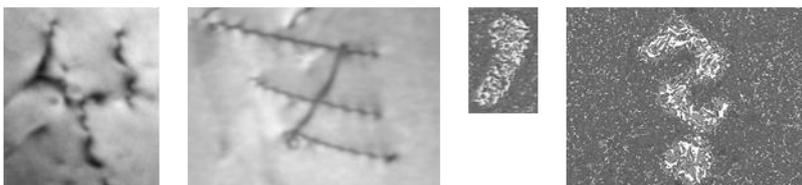
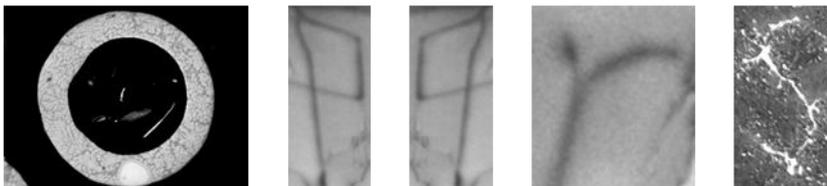
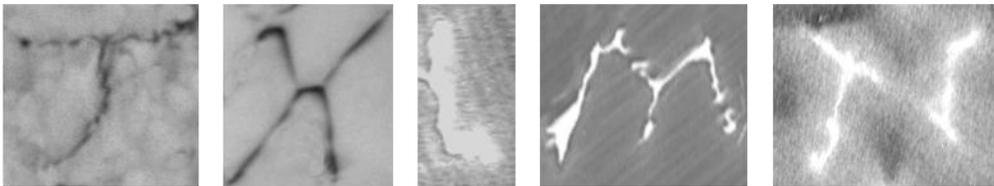
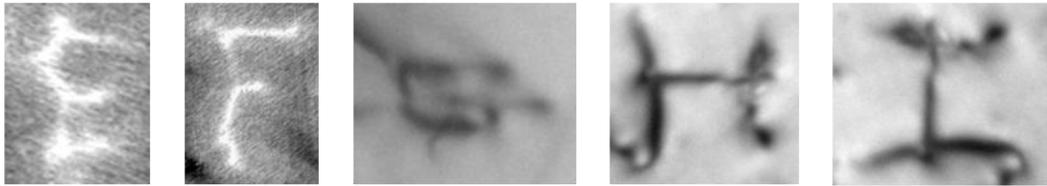
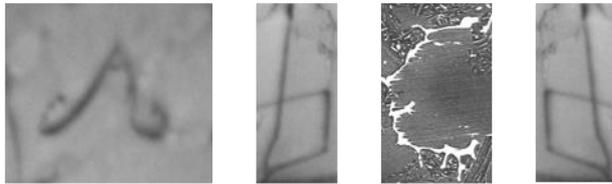
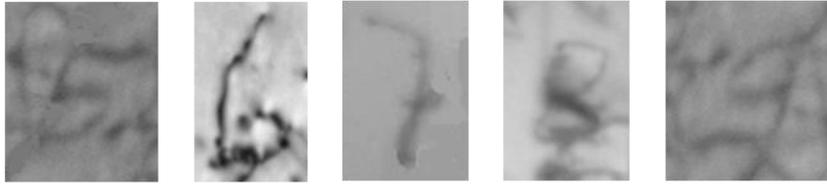
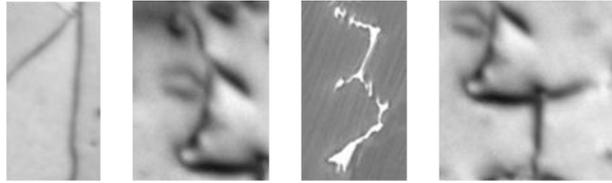


Table des matières

Introduction générale.....	1
Chapitre I : Bibliographie	3
I. Introduction.....	5
II. Généralités sur les alliages TiAl	5
II.1. Intérêts des alliages	5
II.2. Structure cristallographique	6
II.3. Diagramme de phase.....	7
II.4. Microstructures	7
III. Procédés d'élaboration	10
III.1. Fonderie et forgeage	10
III.2. Métallurgie des poudres.....	11
III.2.a. Atomisation : procédés PIGA et EIGA	12
III.2.b. EBM et HIP	13
III.2.c. SPS	13
IV. Comportement mécanique	15
IV.1. Traction ambiante	15
IV.2. Traction à chaud	17
IV.3. Fluage.....	18
IV.4. Conclusion sur le comportement mécanique.....	19
V. Mécanismes de déformation.....	20
V.1. Mode de déformation de la phase γ	20
V.1.a. Température ambiante.....	20
V.1.b. Haute température	23
V.2. Mode de déformation de la phase α_2	25
V.2.a. Température ambiante.....	25
V.2.b. Haute température	25
V.3. Mode de déformation de la phase β_0	25
V.4. Déformation de la microstructure lamellaire à température ambiante	26
V.5. Conclusion sur les mécanismes de déformation	27
VI. Effet des éléments d'alliage	27
VI.1. Effet des éléments en insertion ou en substitution.....	28
VI.2. Alliage IRIS.....	29
VI.3. Alliages TNM et TNM+.....	31
VII. Conclusions et objectifs de l'étude	33
Chapitre II : Techniques expérimentales.....	35
I. Introduction.....	37
II. Élaboration des matériaux	37
II.1. Machine SPS	37
II.2. Outillage SPS	38
II.3. Cycle SPS d'une pastille Ø36h8mm.....	38
III. Caractérisation du comportement macroscopique.....	39
III.1. Éprouvettes	40
III.2. Essais de traction à température ambiante	40
III.3. Essais de traction à hautes températures.....	41
III.4. Essais de fluage	41
III.5. Correction des courbes expérimentales	42
IV. Caractérisations microstructurales	42
IV.1. Microscopie électronique à balayage (MEB)	42

IV.2. Microscopie électronique en transmission (MET)	43
IV.2.a. Préparation des échantillons	43
IV.2.b. Investigations <i>post mortem</i>	43
IV.2.c. Investigations <i>in situ</i>	50
V. Sonde atomique	54
Chapitre III : Élaboration des matériaux	59
I. Introduction.....	61
II. Composition chimique des poudres pré-alliées	62
III. Observation et caractérisation des hétérogénéités dans GFE2	63
III.1. Présence d'hétérogénéités dans le matériau densifié	63
III.2. Observation des microstructures à chaque étape du procédé.....	64
III.2.a. Microstructure de l'électrode avant atomisation	64
III.2.b. Microstructure des particules de poudres.....	65
III.2.c. Microstructure des matériaux densifiés à partir des différents lots de poudres.....	67
III.3. Analyses chimiques locales	69
III.4. Discussion sur l'origine des hétérogénéités.....	72
IV. Contrôle de la quantité d'hétérogénéités au sein des poudres du projet.....	74
IV.1. Influence de la granulométrie des poudres	75
IV.2. Analyse de la composition chimique des poudres tamisées	77
IV.3. Synthèse et choix de la gamme de tamisage.....	79
V. Élaboration des microstructures de l'étude.....	80
V.1. Détermination des températures de densification SPS.....	81
V.2. Microstructures lamellaires et proche gamma élaborées	82
VI. Conclusion	88
Chapitre IV : Essais mécaniques	91
I. Introduction.....	93
II. Essais mécaniques sur la microstructure γ	93
II.1. Essais de traction à température ambiante	93
II.2. Essais de traction à haute température	94
II.3. Déformation en fluage	97
II.4. Essais de compression avec sauts de vitesse.....	98
II.4.a. Résultats des essais.....	99
II.4.b. Détermination des paramètres d'activation	102
III. Essais mécaniques sur la microstructure lamellaire	104
III.1. Essais de traction à température ambiante	104
III.2. Essais de traction à haute température	105
III.3. Essais de fluage	106
IV. Discussion	107
IV.1. Effet des éléments lourds dans une microstructure gamma	108
IV.2. Effet des éléments d'addition dans une microstructure lamellaire	109
V. Conclusion.....	111
Chapitre V : Mécanismes de déformation de la phase γ de l'alliage binaire Ti48Al....	113
I. Introduction.....	115
II. Étude des mécanismes de déformation de l'alliage binaire Ti48Al.....	115
II.1. Investigations <i>post mortem</i>	115
II.1.a. Mécanisme de glissement.....	115
II.1.b. Mécanisme de montée.....	118
II.2. Investigations par MET <i>in situ</i>	120
II.2.a. Investigations par MET <i>in situ</i> avec chauffage	120
II.2.b. Investigations <i>in situ</i> avec traction à chaud.....	125
II.3. Expérience de tomographie sur une dislocation de type a [001].....	126
II.3.a. Indexation de dislocations de type a [001] en contraste résiduel.....	127

II.3.b. Méthodologie de reconstruction en 3D par tomographie électronique.....	128
II.3.c. Résultats	132
II.4. Récapitulatif des observations MET dans l'alliage Ti48Al	136
III. Bilan des mécanismes dans Ti48Al – Discussion	136
III.1. Observations par MET <i>post mortem</i>	137
III.2. Observations par MET <i>in situ</i>	137
III.3. Observations par tomographie électronique	138
IV. Conclusions.....	139
Chapitre VI : Mécanismes de déformation de la phase γ de l'alliage Ti46Al-W	141
I. Introduction.....	143
II. Investigations <i>post mortem</i>	143
II.1. Mécanisme de glissement	143
II.2. Mécanisme de montée.....	145
III. Investigations <i>in situ</i>	146
IV. Bilan des mécanismes dans Ti46Al-W - Discussion.....	148
V. Investigations par sonde atomique	149
V.1. Investigation sur un joint de grain α_2/γ	150
V.2. Investigation sur un joint de grain γ/γ	151
V.3. Investigation de dislocations formées à température ambiante.....	153
V.4. Investigation de dislocations obtenues à haute température	155
V.5. Interprétations	156
VI. Discussion	156
VII. Conclusion	158
Conclusion générale et perspectives	159
Références bibliographiques	163
Liens vers les vidéos <i>in situ</i>.....	173

Introduction générale

Dans une démarche visant à réduire la consommation de carburant des moteurs d'avion et ainsi réduire les émissions de gaz à effet de serre, l'industrie aéronautique a besoin de développer de nouveaux matériaux fonctionnels à haute température. Au cours des dernières années, les alliages intermétalliques TiAl ont montré qu'ils ont le potentiel pour répondre aux nouvelles exigences de l'industrie et par conséquent, ils ont connu un développement important.

Pour des températures allant de 600°C jusqu'à environ 700°C, ces alliages présentent une bonne résistance à l'oxydation, une bonne tenue au feu, et ils possèdent une tenue mécanique comparable à celle des superalliages base nickel, actuellement utilisés dans les moteurs, mais pour une densité volumique deux fois plus faible. Ces propriétés ont conduit à un premier emploi de ces alliages en 2011 par le constructeur General Electric, qui a introduit des aubes de turbines en Ti-Al₄₈-Cr₂-Nb₂ (alliage GE) dans les parties basse pression du moteur GEnX pour le constructeur Boeing. Par comparaison avec la génération de moteurs précédente, ce nouveau moteur a permis une réduction de 20% de la consommation de carburant, de 80% des émissions d'oxydes d'azote (NO_x) et a diminué les émissions sonores. En 2016, SAFRAN Aircraft Engines a aussi incorporé des aubes de turbine en Ti-Al₄₈-Cr₂-Nb₂ dans le moteur LEAP qui équipe les avions Airbus A320neo. Par ailleurs, au cours de la même année, des aubes de turbines en TNM (Ti-Al_{43.5}-Nb₄-Mo₁-B_{0.1}) ont été incorporées dans le moteur PW1100G. Les aubes de turbines composées de l'alliage GE, de microstructure duplex, sont élaborées dans les deux cas par un procédé de fonderie. Il s'agit cependant d'un procédé qui présente l'inconvénient majeur d'engendrer des microstructures hétérogènes, ce qui impose la mise en œuvre de traitements thermiques et mécaniques visant à rendre les microstructures plus homogènes. Par ailleurs, les alliages TiAl étant difficiles à usiner, la mise en forme de pièces de fonderie par usinage est plutôt complexe.

De plus, les alliages de 2^e génération comme l'alliage GE sont limités à une température d'utilisation de l'ordre de 700°C. Or, du fait du potentiel de ces intermétalliques, il semble possible de les optimiser pour envisager leur utilisation en service jusqu'à des températures proches de 800°C, ce qui permettrait d'aller plus loin dans la substitution des superalliages base nickel dans les prochaines générations de moteurs aéronautiques. Pour cela, il est en premier lieu nécessaire de contrôler la microstructure de ces alliages, qui doit être constituée de colonies lamellaires de faible taille d'après la bibliographie. Ceci a donné lieu, notamment, à l'alliage TNM, développé par l'Université de Leoben en utilisant l'élaboration par forgeage, et à l'alliage IRIS (Ti-Al₄₈-W₂-B_{0.08}), breveté conjointement par le CEMES et l'ONERA, et élaboré par voie métallurgie des poudres et frittage flash (spark plasma sintering, SPS).

Une fois les microstructures contrôlées, une seconde voie pour l'amélioration des propriétés mécaniques réside dans l'ajout d'éléments d'addition. Ainsi, l'alliage IRIS, de composition Ti_{49.92}-Al₄₈-W₂-B_{0.08}, contient l'élément lourd tungstène. L'association d'une microstructure lamellaire et l'ajout de tungstène confèrent à la nuance IRIS des propriétés exceptionnelles, qui dépassent les spécifications industrielles. Les caractérisations de cet alliage, qui ont fait l'objet de deux thèses, démontrent une bonne tenue de l'alliage à haute température, que ce soit en fluage, en traction ou en fatigue. En parallèle, le développement de cet alliage a démontré le potentiel remarquable de la voie SPS pour l'élaboration de matériaux. En effet, ce procédé

permet de produire des pièces à géométrie complexe avec une microstructure homogène, sans traitement thermique supplémentaire. L'alliage TNM, de composition $Ti_{51.4}-Al_{43.5}-Nb_4-Mo_1-Bo_{0.1}$, contient pour sa part l'élément lourd molybdène. Cet élément a pour principal intérêt de stabiliser la phase β , malléable à haute température, ce qui facilite le forgeage de l'alliage. De plus, cet alliage possède de bonnes propriétés mécaniques, améliorées par la suite avec l'alliage TNM+, de composition $Ti_{50.8}-Al_{43.5}-Nb_4-Mo_1-C_{0.3}-Si_{0.3}-Bo_{0.1}$, et qui contient donc les éléments légers carbone et silicium, donnant principalement lieu à une amélioration de la tenue de l'alliage en fluage à haute température.

Le développement de ces nuances a ainsi abouti à l'obtention de nouveaux alliages prometteurs en vue d'une augmentation des températures visées industriellement. Les bonnes propriétés mécaniques de ces alliages ont donc été permises par l'optimisation des microstructures et par l'ajout de quatre éléments : le tungstène, le molybdène, le carbone et le silicium. Cependant, l'amélioration des propriétés résultant de l'incorporation de ces éléments n'est pas encore bien comprise, et la sélection des éléments se fait de façon plutôt empirique.

L'objectif de ma thèse est donc d'évaluer l'influence de ces éléments d'alliage sur les propriétés mécaniques et sur les mécanismes de déformation à 800°C d'alliages TiAl, de manière à mieux comprendre le rôle de ces éléments et à proposer des matériaux optimisés. Des essais mécaniques en traction et en fluage à 800°C, ainsi que des essais de traction à température ambiante, ont donc été réalisés, sur des alliages de microstructures lamellaires contenant ces éléments d'addition. L'étude à l'échelle microscopique s'est concentrée quant à elle sur l'effet du tungstène, afin d'identifier le rôle de cet élément sur les mécanismes de déformation de la phase γ , notamment le glissement et la montée des dislocations, ainsi que sur la cinétique de ces phénomènes. Ce travail s'est inscrit dans le cadre du projet ANR-FWF Franco-Autrichien HiTiAl, regroupant le CEMES, l'ONERA Châtillon et l'université de Leoben en Autriche, centré sur la problématique de l'addition d'éléments d'alliages dans les alliages TiAl de microstructures lamellaires.

Ce manuscrit se compose de six chapitres. Un premier chapitre fera l'objet d'une revue bibliographique de l'état de l'art. Nous aborderons des connaissances générales sur les alliages TiAl avant de voir les différents procédés d'élaboration, le comportement mécanique et les mécanismes de déformation de ces alliages. Nous présenterons également plus en détail les propriétés des alliages IRIS, TNM et TNM+, et le rôle des éléments d'alliage. Un second chapitre exposera l'ensemble des techniques expérimentales mise en œuvre au cours de cette thèse. Dans le troisième chapitre, nous ferons d'abord une étude sur le procédé de métallurgie des poudres utilisé, avant de détailler l'élaboration des matériaux de la thèse à partir des différentes nuances étudiées. Le chapitre quatre sera dédié à la présentation des essais mécaniques effectués sur les différentes nuances d'alliages et à leur interprétation. Dans les chapitres cinq et six, nous présenterons les résultats d'études par MET de la plasticité en fluage à 800°C de la phase γ d'un alliage TiAl contenant du tungstène, en comparaison avec une nuance binaire. Pour cela, des alliages modèles contenant presque exclusivement de la phase γ ont été élaborés. Enfin, une conclusion générale fera le bilan des propriétés mécaniques des alliages lamellaires contenant les quatre éléments chimiques du projet (W, Mo, C et Si), et synthétisera les principaux résultats concernant l'effet du tungstène sur les mécanismes microscopiques de déformation. Ces résultats nous permettront alors de proposer un alliage présentant des propriétés mécaniques optimisées.

Chapitre I :

Bibliographie

I. Introduction.....	5
II. Généralités sur les alliages TiAl.....	5
II.1. Intérêts des alliages.....	5
II.2. Structure cristallographique.....	6
II.3. Diagramme de phase.....	7
II.4. Microstructures.....	7
III. Procédés d'élaboration.....	10
III.1. Fonderie et forgeage.....	10
III.2. Métallurgie des poudres.....	11
III.2.a. Atomisation : procédés PIGA et EIGA.....	12
III.2.b. EBM et HIP.....	13
III.2.c. SPS.....	13
IV. Comportement mécanique.....	15
IV.1. Traction ambiante.....	15
IV.2. Traction à chaud.....	17
IV.3. Fluage.....	18
IV.4. Conclusion sur le comportement mécanique.....	19
V. Mécanismes de déformation.....	20
V.1. Mode de déformation de la phase γ	20
V.1.a. Température ambiante.....	20
V.1.b. Haute température.....	23
V.2. Mode de déformation de la phase α_2	25
V.2.a. Température ambiante.....	25
V.2.b. Haute température.....	25
V.3. Mode de déformation de la phase β_0	25
V.4. Déformation de la microstructure lamellaire à température ambiante.....	26
V.5. Conclusion sur les mécanismes de déformation.....	27
VI. Effet des éléments d'alliage.....	27
VI.1. Effet des éléments en insertion ou en substitution.....	28
VI.2. Alliage IRIS.....	29
VI.3. Alliages TNM et TNM+.....	31
VII. Conclusions et objectifs de l'étude.....	33

I. Introduction

Ce chapitre présente une revue bibliographique concernant les alliages TiAl ainsi que leurs propriétés. Dans un premier temps, nous verrons une présentation générale des alliages TiAl avant de nous intéresser aux différents procédés d'élaboration de ces alliages. Ensuite, nous aborderons les propriétés mécaniques des alliages TiAl, à température ambiante et à haute température, via leur comportement mécanique en fluage et en traction, ainsi qu'à travers les différents mécanismes de déformation. Enfin, nous terminerons sur les effets d'éléments d'alliages dans TiAl.

II. Généralités sur les alliages TiAl

II.1. Intérêts des alliages

Les alliages TiAl sont des intermétalliques. Leur structure cristallographique diffère de celles des métaux qui les composent et est ordonnée à longue distance ce qui limite les modes de déformations. Les liaisons interatomiques ne sont plus seulement métalliques mais aussi covalentes, ce qui augmente la résistance du matériau mais au détriment de la ductilité et de la ténacité [1]. Le principal atout de ces alliages réside dans le fait qu'ils possèdent une faible densité volumique : 4 g.cm^{-3} contre 8 g.cm^{-3} pour les superalliages base nickel, associée à une bonne résistance mécanique à haute température, ainsi qu'une bonne résistance à l'oxydation comme présenté dans le tableau 1 ci-dessous [2].

Ces propriétés donnent aux alliages TiAl le potentiel d'être utilisés pour des applications industrielles à haute température comme dans le secteur aéronautique. En 2006, GE a commercialisé le premier moteur d'avion contenant des aubes de turbines, faites-en TiAl 48-2-2 et situées dans la partie basse pression du moteur [3]. Aujourd'hui on souhaite se rapprocher de la partie haute pression des moteurs, ce qui implique d'employer les alliages à de plus hautes températures, jusqu'à 800°C .

	Near- α Ti	Ni based	γ TiAl
Density	+	-	++
Specific tensile strength	+	-	+/-
High-temperature Young's modulus	+/-	+	++
Room-temperature ductility	+	+	-
Formability	+	+	-
Creep	-	++	++
Room-temperature fracture toughness	+	++	-
Room-temperature crack growth	+	+	-
Specific fatigue strength	+	-	+/-
Oxidation	-	++	++
High-temperature embrittlement	-	+	+/-

Tableau 1 : Comparaison de propriétés des alliages Ti, des superalliages et des alliages TiAl [2]

II.2. Structure cristallographique

Les caractéristiques des structures cristallographiques des différentes phases rencontrées dans les alliages TiAl sont récapitulées dans le tableau 2. Une représentation 3D de ces structures cristallines est montrée sur la figure 1. Pour plus de détails, on pourra se référer à des thèses antérieures [4]-[6].

	Structure	Groupe d'espace	Paramètres de maille
α	Hexagonale (A3 désordonnée)	$P6_3/mmc$	$a_\alpha = 0,290 \text{ nm}$ $c_\alpha = 0,460 \text{ nm}$
α_2	Hexagonale (DO_{19})	$P6_3/mmc$	$a_{\alpha_2} = 0,564\text{-}0,5783 \text{ nm}$ $c_{\alpha_2} = 0,4619\text{-}0,4760 \text{ nm}$
γ	Quadratique ($L1_0$)	$P4/mmm$	$a_\gamma = 0,397\text{-}0,401 \text{ nm}$ $c_\gamma = 0,404\text{-}0,408 \text{ nm}$
β	Cubique centrée (A2 désordonnée)	$Im\bar{3}m$	$a_\beta = 0,320 \text{ nm}$
β_0	Cubique (B2)	$Pm\bar{3}m$	$a_{\beta_0} = 0,315 \text{ nm}$

Tableau 2 : Caractéristiques des différentes phases rencontrées dans TiAl

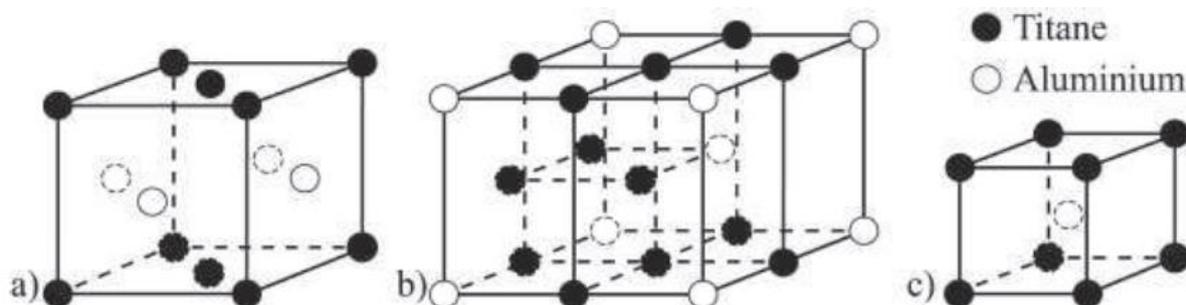


Figure 1 : Structures cristallines des phases a) γ TiAl b) α_2 Ti_3Al c) β_0 TiAl

Bien que de structure quadratique ($L1_0$), la phase γ est généralement traitée comme une structure cubique à car le rapport c/a est très proche de 1. Par ailleurs, du fait de l'ordre chimique, nous utiliserons les notations introduites par Hug et al. [7] : les directions sont notées $\langle uvw \rangle$ et les plans $\{ijk\}$. Cette notation signifie que les deux premiers indices sont permutable.

La phase α_2 , de structure hexagonale (DO_{19}), provient d'une mise en ordre de la phase α qui se produit à une température qui se situe aux environs de 1100°C et qui varie en fonction de la composition des alliages. Les paramètres de mailles de ces deux phases ont les relations suivantes : $a_{\alpha_2} = 2a_\alpha$ et $c_{\alpha_2} = c_\alpha$.

Enfin la phase β_0 , de structure cubique (B2), est issue de la mise en ordre de la phase β . Elle est observée dans des alliages à faible teneur en aluminium ou contenant des éléments lourds β -gènes.

II.3. Diagramme de phase

Le diagramme de phase montre l'évolution des phases en fonction de la température et du pourcentage atomique d'aluminium. Pour TiAl, une première version du diagramme de phase a été établie par Murray et al. en 1987 [8] (figure 2.a) avant que McCullough et al. ne précisent la partie centrale en 1989 [9] pour des teneurs en aluminium comprises entre 20% et 70%. Le diagramme présenté ci-dessous, a été établi pour l'alliage binaire TiAl. Chaque alliage TiAl aura son diagramme propre à cause de l'ajout d'éléments d'alliages qui rendent les alliages plus complexes et par conséquent entraînent une modification plus ou moins importante de ce diagramme, comme la limite des différents domaines.

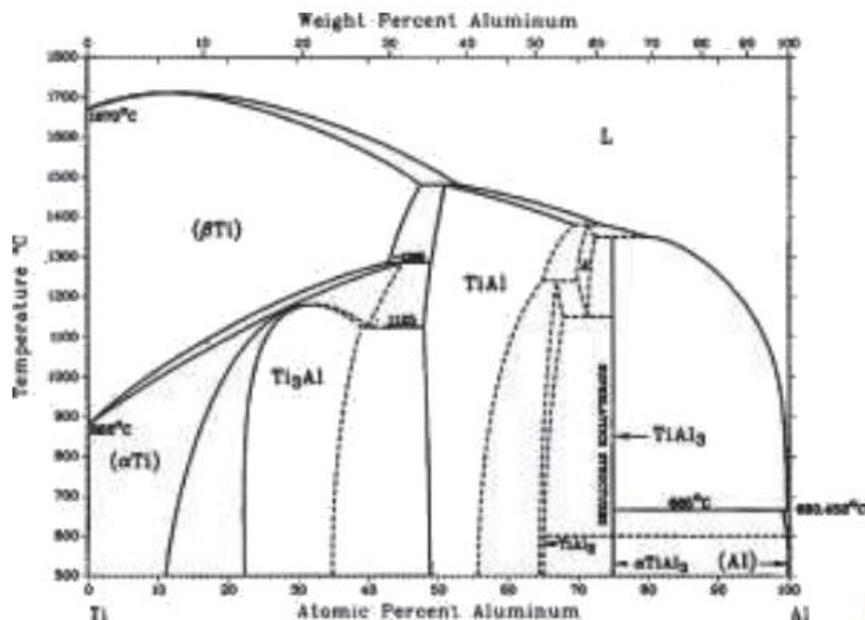


Figure 2 : Diagramme de phase de l'alliage binaire TiAl établi par Murray et al. en 1987 [8]

II.4. Microstructures

L'obtention d'une microstructure dépend de la température d'élaboration du matériau. Sur la figure 3, on retrouve la partie centrale du diagramme de phase binaire TiAl avec les microstructures de l'alliage GE. On s'intéresse ici aux microstructures obtenues avec un taux d'aluminium proche de 48%at. Pour ce taux l'aluminium, sur la gamme de température qui nous intéresse, au-dessus du palier eutectoïde, on voit que l'on traverse deux domaines : un domaine $\alpha+\gamma$ et un domaine α .

Une élaboration de matériau dans la partie basse du domaine $\alpha+\gamma$ nous donne une microstructure dite proche gamma ou biphasée. Elle est en grande partie constituée de grains γ et contient une faible proportion de grains α_2 . Dans le haut du même domaine, on obtient une microstructure dite duplex. Cette microstructure est composée de grains γ qui coexistent avec des grains lamellaires constitués de lamelles de phases γ et α_2 . Si l'on se rapproche maintenant

du domaine α , les grains γ deviennent minoritaires et les grains lamellaires constituent la majeure partie de la microstructure qui est dite proche lamellaire.

À présent, une élaboration dans le domaine α donne une microstructure dite lamellaire, uniquement constituée de grains lamellaires. N'étant plus épinglés par des grains γ , la croissance des grains lamellaires est rapide et peut donner lieu à des grains de très grande taille, plusieurs centaines de μm .

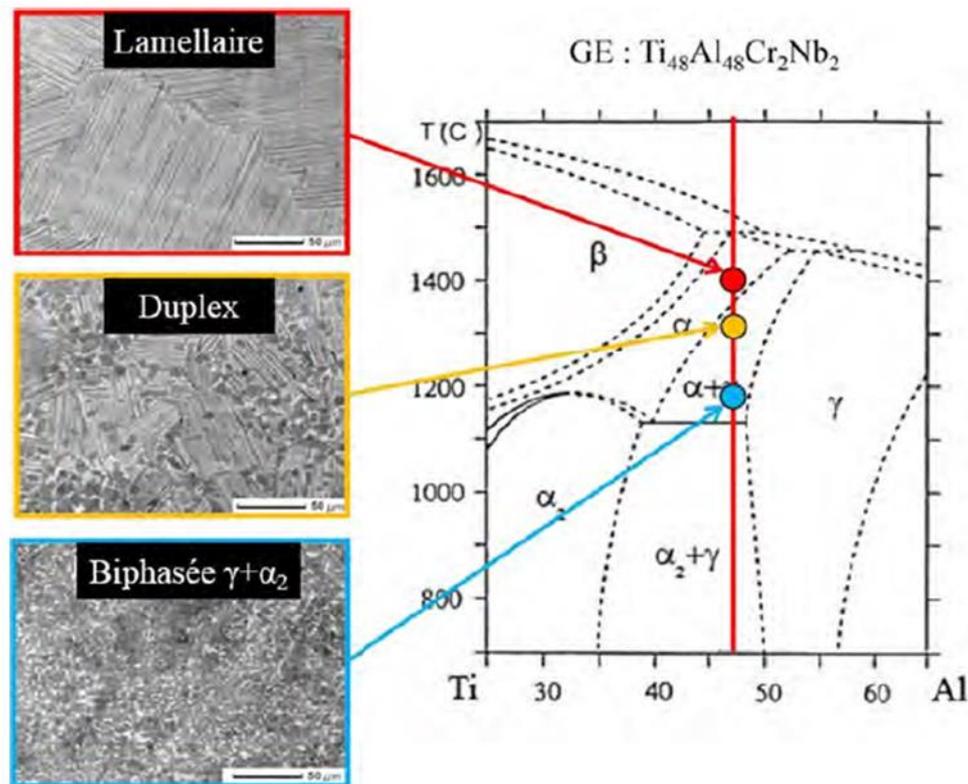


Figure 3 : Partie centrale du diagramme de phase de l'alliage TiAl et microstructures de l'alliage GE correspondantes.

La formation de la microstructure lamellaire se produit donc aux plus hautes températures, dans le domaine α . À ces températures, la microstructure est composée de grains α de structure hexagonale désordonnée. La formation proprement dite des grains lamellaires va avoir lieu lors du refroidissement. À partir de grains γ dits, allotriomorphes, que l'on trouve au niveau de joints de grains α/α [10, 11], des lamelles γ se développent dans la matrice α (figure 4). Cette formation, influencée par la vitesse de refroidissement selon les travaux de Dey et al. [12], a notamment été décrite par Zghal et al [13].

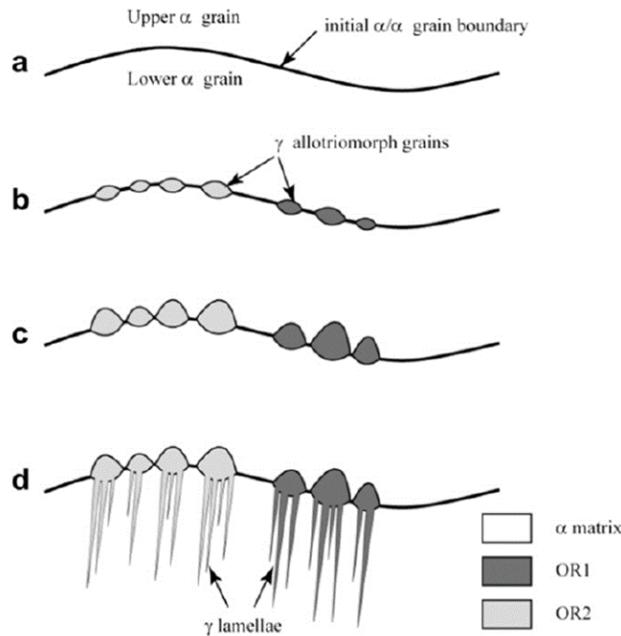


Figure 4 : Germination de lamelles γ à partir de grains allotriomorphes [13].

La formation des lamelles γ dans la phase α induit des relations cristallographiques spécifiques entre les lamelles γ et α_2 : $(111)\gamma \parallel (0001)\alpha_2$ avec $\langle 110 \rangle \gamma \parallel \langle 1120 \rangle \alpha_2$ [14-16]. Les trois directions $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ du plan basal de la phase α_2 étant équivalentes alors que les directions $\langle 01\bar{1} \rangle$ et la direction $[1\bar{1}0]$ du plan (111) de la phase γ ne le sont pas, on a six types de domaines d'ordre pour la phase γ dans la structure lamellaire γ / α_2 . Les six orientations de la direction $[1\bar{1}0]$ possibles sont détaillées dans les travaux de S. Zghal et H. Inui [14, 15]. En résulte deux séquences d'empilement possible pour les lamelles γ : ABCABC ou CBACBA.

Lors de la formation des lamelles γ , il est possible que des lamelles γ se retrouvent accolées. Les six orientations de la direction $[1\bar{1}0]$ mentionnées dans le paragraphe précédent vont induire quatre types de relations entre deux lamelles γ :

- Relation de macle : les lamelles γ sont en symétrie par rapport au plan d'interface qui est un plan $\{111\}$ commun.
- Relation de pseudo-macle : les lamelles γ sont à nouveau en symétrie par rapport à un plan $\{111\}$ mais dans ce cas, on retrouve une faute d'ordre dans ce plan.
- La paroi d'antiphase : les lamelles γ ont la même orientation mais une lamelle est décalée d'un vecteur $\frac{1}{2}[101]$ ou $\frac{1}{2}[011]$ par rapport à l'autre.
- Le domaine d'ordre : les lamelles γ ont la même orientation mais on trouve une faute dans l'ordre à longue distance.

Il est également possible que deux orientations différentes coexistent au sein de la même lamelle γ . Dans ce cas, elles sont séparées par une paroi de domaine d'ordre et il en résulte des changements de relations le long d'une même interface. [17]

III. Procédés d'élaboration

Les alliages TiAl peuvent être élaborés et mis en forme aux moyens de divers procédés. Nous allons maintenant présenter ces différentes techniques d'élaboration qui sont la déformation à chaud, la fonderie et la métallurgie des poudres. Chaque méthode présentant ses avantages et ses inconvénients, aucune ne s'est véritablement imposée à l'échelle industrielle. Cependant, le choix de la technique utilisée est important parce qu'elle va avoir un impact sur la microstructure et la texture de l'alliage. Dans la plupart des cas, des traitements thermiques sont nécessaires pour obtenir les propriétés souhaitées [18].

III.1. Fonderie et forgeage

Le principe général de la fonderie est de porter à température de fusion un barreau d'alliage puis de couler le tout dans un moule. Une fois que l'alliage a refroidi, on peut ouvrir le moule et récupérer la pièce. Les différentes étapes de fabrication d'une soupape d'injection sont présentées dans la figure 5. Pour des géométries de pièces plus complexes, la technique de fonderie centrifuge peut être employée. Elle consiste à mettre le moule en rotation selon un axe vertical ou horizontal [19,20] ce qui aide le métal en fusion à bien remplir le moule jusqu'à sa solidification complète, on obtient ainsi des pièces de meilleure qualité. La fonderie est le procédé employé par General Electric pour la fabrication de ses aubes de turbine [21] et représenterait le meilleur rapport qualité / prix [21-23].

Cependant, cette technique génère des porosités et des fissures au sein des pièces. Un post traitement par compaction isostatique à chaud (CIC) est souvent nécessaire pour refermer ces différents défauts [24]. La microstructure lamellaire obtenue est hétérogène du fait que le refroidissement s'effectue du moule vers l'intérieur de la pièce. En bord de moule, on retrouve de gros grains lamellaires dont la taille va progressivement décroître en se rapprochant du centre de la pièce où les grains possèdent une morphologie équiaxe [25]. D'autres traitements thermiques sont alors nécessaires pour homogénéiser le tout.

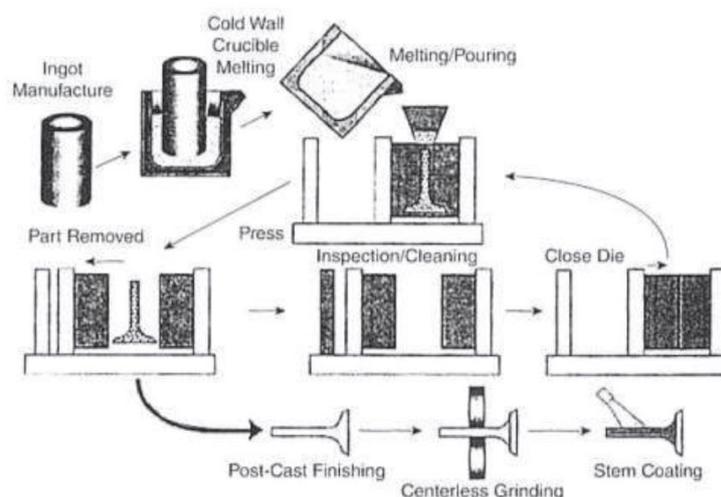


Figure 5 : Processus de fabrication d'une soupape d'injection par fonderie [20]

Le forgeage fait partie d'une famille plus générale de procédés de fabrication, la déformation à chaud. Il est un des rares procédés de cette famille à avoir eu un débouché industriel en ce qui concerne les alliages TiAl. Il consiste à déformer le matériau à haute température dans le domaine α ou le domaine $\alpha+\gamma$ en lui faisant prendre la forme souhaitée [26]. Cependant, ce procédé reste difficile à mettre en œuvre à cause de la mauvaise déformabilité du matériau. De plus, à cause de ségrégations chimiques présentes dans les lingots, on trouve des hétérogénéités microstructurales dans les pièces forgées. Néanmoins, ce procédé est utilisé par Thyssen, GfE, Leitzitz pour fabriquer des aubes de compresseur de moteur Rolls-Royce [27,28], dont on pourra voir les différentes étapes sur la figure 6 [20]. Afin de réduire les problèmes de déformation à haute température, l'alliage TNM a été développé. Cet alliage présente une meilleure déformabilité à chaud en raison de sa forte proportion de phase β qui est stabilisée, favorisée par la présence de Mo et de Nb au sein de l'alliage [29-31].

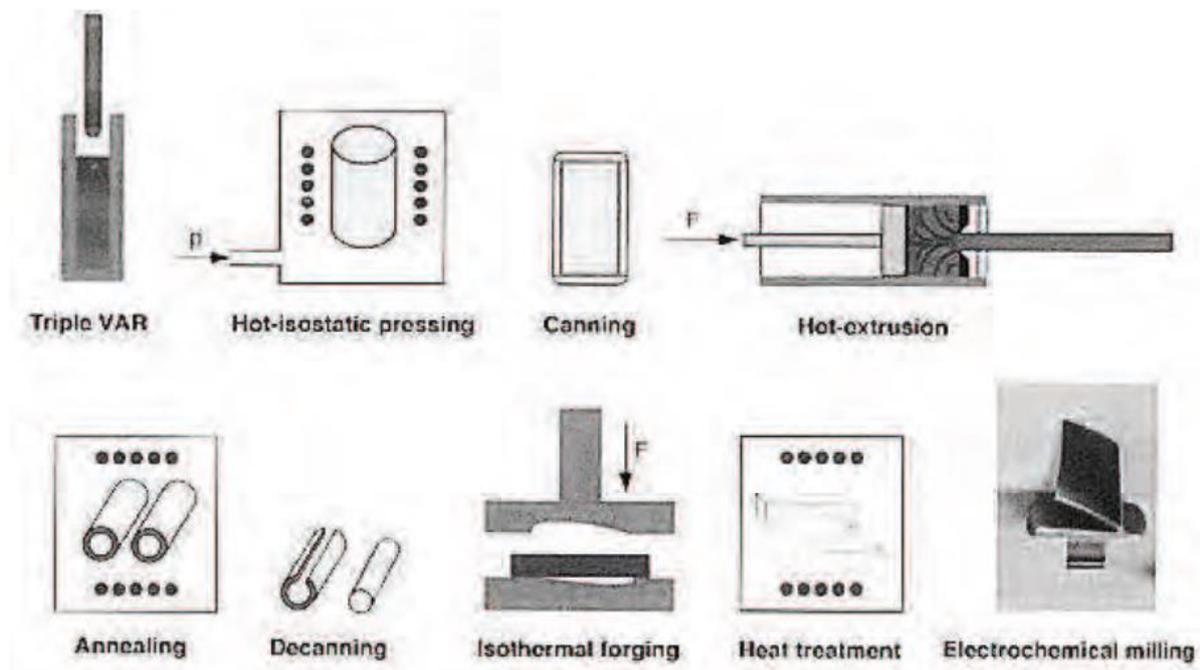


Figure 6 : Processus de fabrication par forgeage d'aubes de compresseur [20]

III.2. Métallurgie des poudres

La métallurgie des poudres est une technique qui nécessite deux étapes. Dans un premier temps, des barreaux obtenus par procédé de fonderie sont réduits en poudre par un processus d'atomisation. Ensuite, les poudres vont être densifiées par un procédé de frittage qui permet l'obtention de microstructures homogènes en comparaison des procédés de fonderie et de forgeage. Les matériaux obtenus ont des propriétés mécaniques qui sont alors également plus homogènes [32,33]. Nous présenterons dans la suite deux techniques d'atomisation des poudres et trois techniques de densification des poudres. La densification SPS abordée dans ce chapitre sera plus approfondie d'un point de vue expérimental dans le prochain chapitre.

III.2.a. Atomisation : procédés PIGA et EIGA

Le procédé Plasma Inert Gas Atomization (PIGA) utilise une torche à plasma qui liquéfie le matériau dans un creuset en cuivre refroidi à l'eau, le tout sous une atmosphère protectrice d'hélium ou d'argon [20,34]. Une fois que le matériau est fondu, une conduite qui se situe au fond du creuset est ouverte par induction. Le liquide s'écoule jusqu'à une buse de gaz où l'atomisation va avoir lieu (figure 7.a). Le point fort de cette technique réside dans le fait qu'une fois le matériau fondu, on obtient un liquide chimiquement homogène qui va servir à l'atomisation [35].

La technique Electrode Induction Melting Gas Atomization (EIGA) a été brevetée en 1991 par Leybold. Elle consiste à mettre en rotation un lingot et à faire fondre son extrémité par induction à l'aide d'une bobine en forme de cône. La rotation lente du lingot permet une fusion plus symétrique. Une fois fondue, la matière s'accumule à l'extrémité en forme de pointe du lingot en rotation, puis s'écoule dans la tour d'atomisation où elle sera refroidie à l'aide d'un gaz (figure 7.b) [20]. Cette technique a l'avantage d'utiliser peu d'énergie pour fondre le lingot contrairement à PIGA. Cependant, comme le lingot n'est pas intégralement fondu avant que le liquide ne s'écoule, des ségrégations chimiques le long du lingot peuvent mener à la présence d'hétérogénéités chimiques dans les particules de poudre [35].

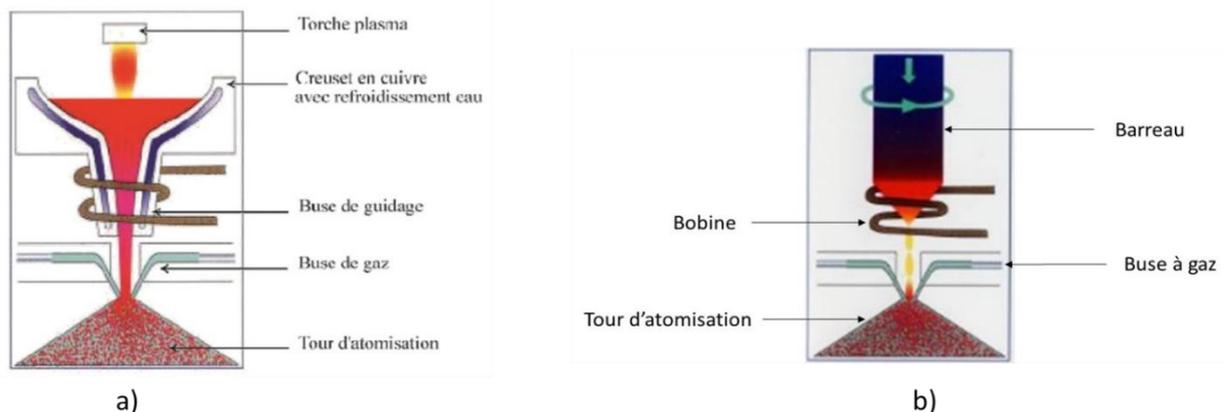


Figure 7 : Schéma simplifié du procédé a) PIGA, b) EIGA [35]

Pour les deux techniques, le matériau en fusion est rapidement refroidi à $10^4 - 10^5 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ [35,36] par des jets d'argon sous forte pression qui donne des particules de poudre de la forme de sphères ou de gouttelettes de plusieurs dizaines de micromètres de diamètre. En raison de la vitesse de refroidissement élevée, les particules présentent une forte proportion de phase α hors-équilibre [35,37]. Des analyses aux rayons X ont montré que dans le cas de la poudre G4, de composition $\text{Ti-Al}_{47}\text{-Re}_1\text{-W}_1\text{-Si}_{0,2}$, cette proportion de phase α atteint 65% du volume alors que la proportion des phases à l'équilibre devrait être environ 90% $\gamma - 10\% \alpha_2$. Au sein de la microstructure dendritique des particules (figure 8), on retrouve cette phase α dans les dendrites alors que les zones interdendritiques seront constituées par de la phase γ . Un retour à l'équilibre s'effectue rapidement avec une montée en température de $100^\circ\text{C}/\text{minute}$ [37] comme lors de l'élaboration SPS.

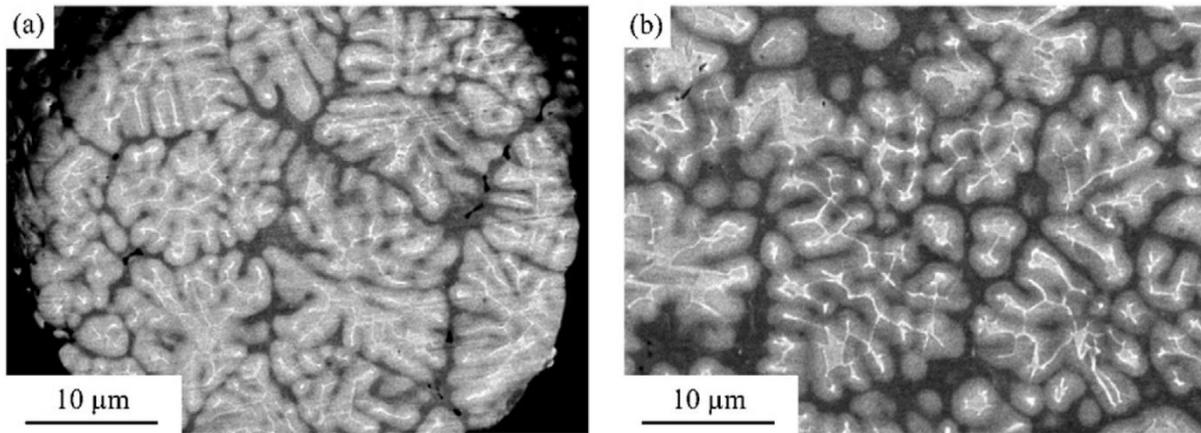


Figure 8 : Microstructure au même grandissement a) d'une petite particule, b) d'une grosse particule

III.2.b. EBM et HIP

L'Electron Beam Melting (EBM) est une technique de fabrication additive qui a connu un essor important ces dernières années. Elle consiste à utiliser un faisceau d'électrons pour faire fondre localement la poudre qui va ensuite se solidifier et constituer une couche. En répétant le procédé, on peut élaborer couche après couche une pièce complexe tout en limitant la teneur en impuretés à l'intérieur du matériau, l'opération se faisant sous vide. Les résultats de différentes études montrent le potentiel de cette technique pour des applications dans l'aéronautique ou l'automobile. Des prototypes de turbines de turbocompresseurs ont déjà été produites par cette technique [38-40].

Une autre méthode de densification des poudres est le Hot Isostatic Pressing (HIP). Ici, la poudre est au préalable enfermée dans un tube de titane avant d'être positionnée dans un four sous une atmosphère d'argon. Le gaz est mis sous pression entre 180 MPa et 200 MPa pour compacter uniformément la poudre [35,41,42].

III.2.c. SPS

La densification par Spark Plasma Sintering (SPS) a été la technique employée pour l'élaboration des matériaux au cours de cette thèse. Cette technique originaire du Japon a fait ses preuves sur les alliages TiAl dès la fin des années 90 [43].

Pour cette technique, la poudre est introduite dans un moule fait d'un matériau conducteur. La majeure partie du temps, il s'agit de moules en graphite. La poudre se retrouve dans un cylindre et est enfermée grâce à deux pistons qui vont transmettre une pression uniaxiale et un courant électrique lors de la densification. Pour permettre une bonne étanchéité de la poudre et faciliter le démoulage de l'échantillon, une feuille de graphite est au préalable placée à l'intérieur du cylindre et deux autres feuilles sont placées entre la poudre et les deux pistons. Les élaborations sont réalisées dans une enceinte maintenue sous vide, la pression appliquée sur les pistons est

apportée par une presse hydraulique. L'originalité du SPS se trouve dans le système de chauffage de l'échantillon. Le passage d'un intense courant électrique dans le moule et la poudre, si elle est conductrice, va chauffer l'ensemble par effet Joule. Cette façon de chauffer l'échantillon permet typiquement une montée rapide en température de l'ordre de $100^{\circ}\text{C}/\text{min}$, voire plus. Il est difficile de mesurer la température réelle de l'échantillon parce que le chauffage par effet Joule n'est pas homogène et que la mesure de température se fait généralement sur la paroi externe de la matrice. Il en résulte un décalage entre la température mesurée et la température réelle de l'échantillon, ce qui induit la nécessité de calibrer la mesure. Des calibrations ont été effectuées sur le transus α de TiAl [44] et sont venues confirmer des calibrations théoriques obtenues par simulation thermoélectrique des champs de température [45]. En fonction de la taille du moule utilisé, le refroidissement qui vient après la fin de la densification aura une vitesse de l'ordre de 50 à $500^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Ces rapides montées en température et refroidissement font que l'élaboration d'un échantillon demande entre 30 minutes et 1 heure [33]. L'élaboration d'aubes de turbine pour l'aéronautique à partir d'une densification SPS a été explorée dans la thèse de T. Voisin [46].

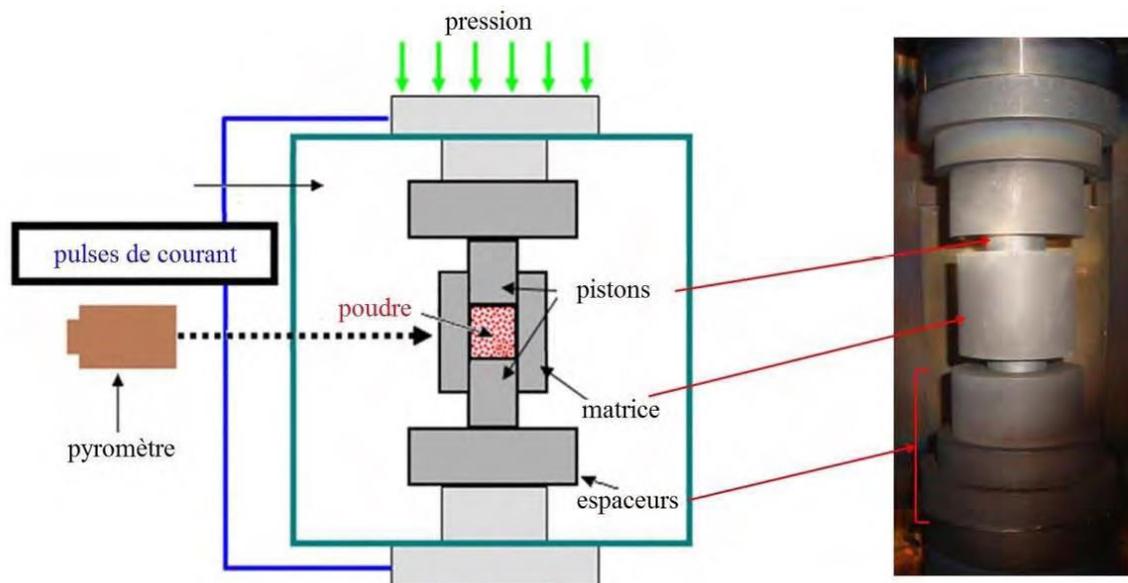


Figure 9 : Schéma du fonctionnement du SPS [46]

Aujourd'hui, les mécanismes mis en jeu lors de la densification par SPS ne sont pas encore bien définis et la discussion est toujours en cours, notamment sur l'effet du courant pulsé. Les premiers mécanismes proposés sont liés à la formation d'arcs électriques entre les particules qui vont porter à fusion la surface des particules, et faciliter leur densification [47]. Cependant cette hypothèse a été écartée car, de fait de la pression, la surface de contact entre les particules augmente ce qui réduit fortement la probabilité de formation d'arcs électriques [48]. D'autres travaux parlent d'un phénomène de claquage des couches d'oxydes des particules en contact [49] ou encore d'une concentration des lignes de courant au niveau des jonctions entre les particules ce qui provoquerait une surchauffe locale et conduirait à une fusion locale [50]. Plus récemment, les travaux de thèse de Z. Trzaska concluent sur le fait que la densification des particules est dû à une déformation plastique selon une loi de type Norton [51].

IV. Comportement mécanique

Le comportement mécanique des alliages TiAl est influencé par différents paramètres tels que la microstructure de l'alliage ou sa composition chimique. De façon générale, ces alliages sont connus pour avoir une faible ductilité à température ambiante ce qui rend difficile leur emploi dans cette gamme de température, d'où l'importance de connaître le comportement d'une nuance en traction à température ambiante. Dans le cadre d'une application industrielle, ces alliages sont sollicités à de hautes températures, plusieurs centaines de degrés, avec notamment des sollicitations de type fluage. Il convient donc de caractériser leur comportement à haute température avant leur emploi. Nous proposons ici de faire une revue du comportement général des alliages TiAl à température ambiante et haute température concernant les essais mécaniques de traction et de fluage, mis en œuvre au cours du travail de thèse.

IV.1. Traction ambiante

Nous avons précisé au paragraphe II-4 qu'il est possible d'obtenir plusieurs types de microstructures pour une même nuance de TiAl, en fonction des températures d'élaboration choisies. Or, le comportement de TiAl en traction est influencé par la microstructure de l'alliage comme on peut le voir sur la figure 10. Les courbes ont été réalisées à partir d'échantillons d'un alliage Ti-Al₄₇-Cr₁-V₁-Nb_{2.5}. Si l'on compare plus attentivement les courbes obtenues sur des microstructures de même type, on peut également observer des différences de propriétés tant en ductilité qu'en limite élastique, ce qui indique que les propriétés sont influencées par d'autres facteurs que la seule microstructure [52]. Notons que quelle que soit la microstructure, l'alliage TiAl a une faible ductilité à température ambiante.

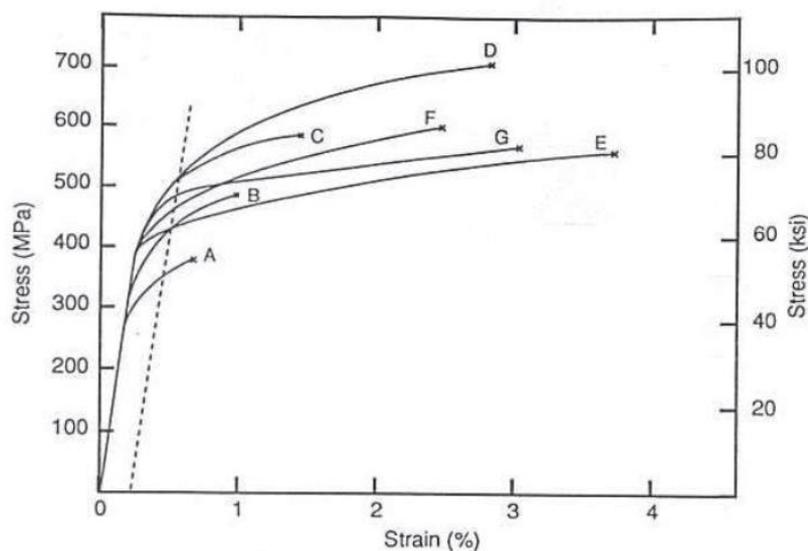


Figure 10 : Propriétés en traction en fonction de la microstructure [52].

Courbes A,B et C, microstructure lamellaire Courbes D, microstructure proche lamellaire

Courbes E et F, microstructure duplex Courbe G, microstructure γ

Au cours de cette thèse, on s'intéresse aux microstructures gamma et lamellaire. Afin d'obtenir les meilleures propriétés mécaniques, un paramètre important à prendre en compte dans les microstructures est la taille des grains. Dans une microstructure gamma, les propriétés mécaniques sont fortement influencées en accord avec la loi de Hall-Petch. La limite élastique peut fortement varier, et atteindre des valeurs de l'ordre de 1000 MPa [53-55]. Toutefois, une limite élastique élevée s'accompagne d'une réduction de la ductilité du matériau. L'influence de la taille de grains est représentée dans le graphique de la figure 11.

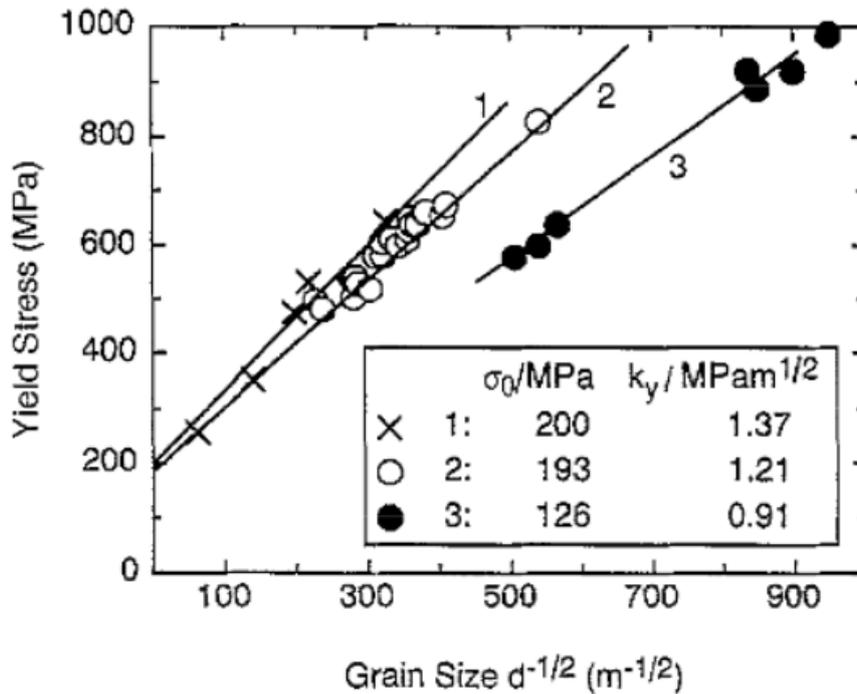


Figure 11 : Influence de la contrainte à la limite élastique en fonction de la taille de grains pour une microstructure γ dans un alliage Ti-Al₄₇-Cr₁-V₁-Nb_{2.5} (courbe 1) [55], un alliage Ti-Al₄₈-Cr₂ (courbe 2) [54] et un alliage binaire TiAl (courbe 3) [53].

La taille des grains aura aussi une influence sur les propriétés mécaniques d'un matériau de microstructure lamellaire [56,57]. Cette influence est représentée sur la figure 12.a qui présente des courbes contrainte – déformation obtenues pour différentes tailles de grains. Au sein des grains, la largeur des lamelles a également une influence sur les propriétés de TiAl où une petite largeur de lamelle donne les meilleures propriétés [58]. Enfin, la résistance de la microstructure lamellaire dépend fortement de l'orientation des grains par rapport à l'axe de traction. Cette dépendance a été mise en évidence grâce à des essais de traction réalisés sur des alliages ayant subi une solidification dirigée [59]. Sur la figure 12.b, on peut voir sur différentes nuances TiAl, que pour des angles de sollicitation compris entre 30° et 70° les grains se déforment à beaucoup plus faible contrainte (mode mou) que pour un angle de 90°, où la contrainte est maximale. Des études sur la combinaison des facteurs taille de grains et taille de lamelles montrent que pour optimiser les propriétés mécaniques d'une microstructure lamellaire, il faut réussir à obtenir une microstructure avec de petits grains et des lamelles fines [58,60].

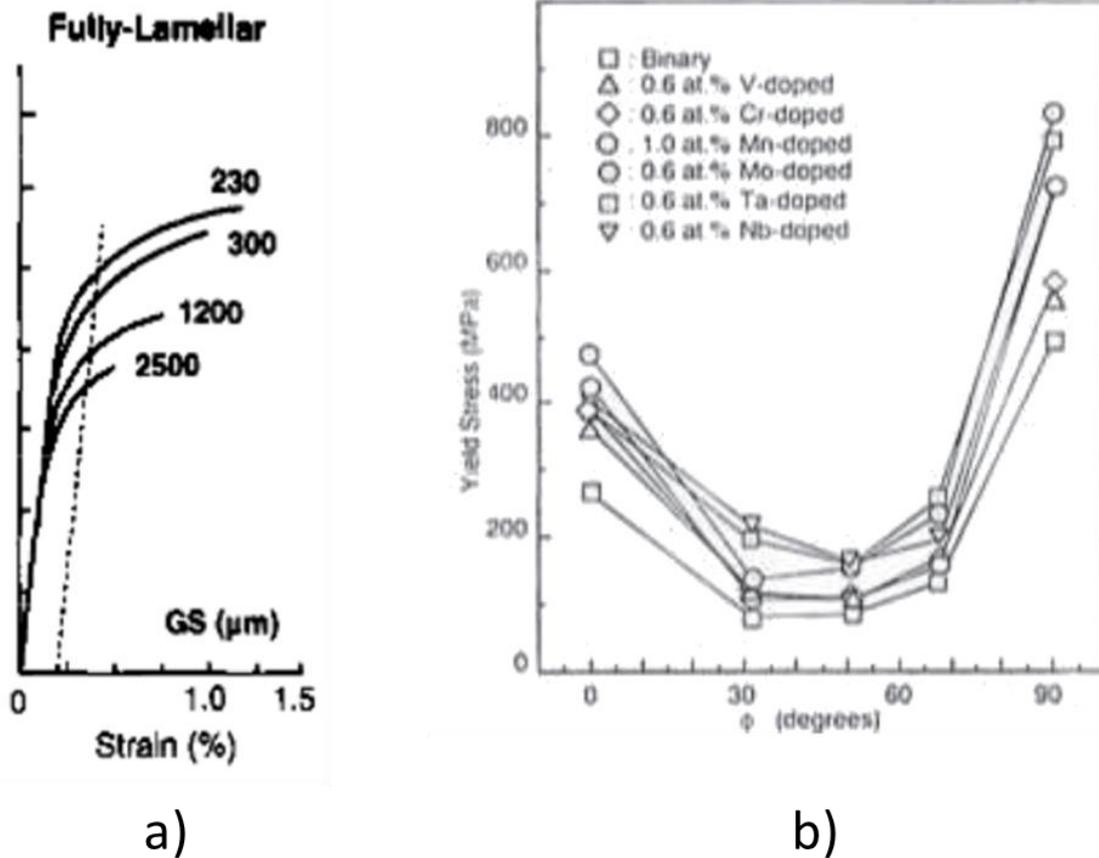


Figure 12 : Influence a) de la taille des grains [57], b) de l'orientation de la sollicitation [59] sur les propriétés mécaniques

IV.2. Traction à chaud

En traction à haute température, les alliages TiAl présentent un comportement superplastique à partir d'environ 800°C. Ce comportement se définit par le fait que les alliages peuvent avoir une déformation plastique de plusieurs voire de milliers de % [61] si plusieurs conditions sont réunies : une microstructure avec des grains de petites tailles, des vitesses de déformations de l'ordre de 10^{-4} s^{-1} , des joints de grains mobiles. Différentes études font état de ce comportement pour des températures comprises entre 800°C et 1100°C, pour des vitesses de déformation autour de 10^{-4} s^{-1} [62-64]. La superplasticité serait due à du glissement aux joints de grains, produit par diffusion intergranulaire et ferait intervenir des mécanismes d'accommodement par glissement ou montée de dislocations. L'intervention du glissement aux joints de grains dans TiAl est d'ailleurs supposée dans plusieurs études [62,63,65,66]. Une autre explication de la superplasticité serait l'affinement des grains au cours de la déformation [67,68], provoquant un adoucissement du matériau [69]. Au cours de la déformation à haute température de nouveaux grains se formeraient au sein d'une microstructure déformée, seraient déformés à leur tour, et ainsi de suite. Il s'agit simplement d'un phénomène de recristallisation dynamique [67-69].

IV.3. Fluage

Un essai de fluage évalue la capacité d'un matériau à supporter une contrainte constante dans le temps à haute température. Il s'agit d'un phénomène thermiquement activé à partir du moment où la température excède 0,2 fois la température de fusion du matériau [70]. Au cours d'un essai de fluage, on observe trois domaines distincts que l'on peut voir sur la figure 13 :

- Fluage primaire : la vitesse de déformation diminue avec le temps
- Fluage secondaire : la vitesse de déformation est (quasiment) constante
- Fluage tertiaire : la vitesse de déformation augmente avec le temps jusqu'à la rupture de l'échantillon

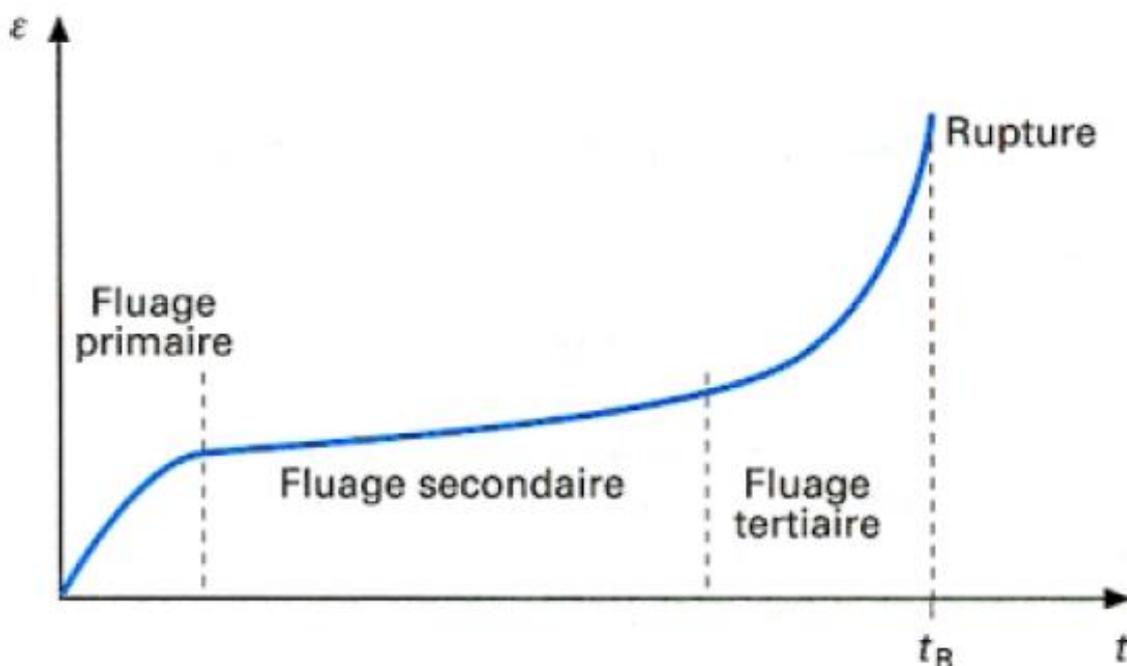


Figure 13 : Courbe typique d'un essai de fluage [70]

Le fluage secondaire est particulier pour les alliages TiAl parce que la vitesse n'est pas constante et on parle plutôt de vitesse minimum dans ce domaine [71,72]. Cette vitesse en fluage secondaire est généralement décrite par une loi de puissance [73] :

$$\dot{\epsilon} = A_0 \sigma^n e^{-\frac{Q}{kT}}$$

Avec $\dot{\epsilon}$ la vitesse de déformation lors du fluage secondaire, A_0 une constante dépendante du matériau, σ la contrainte appliquée, n exposant de contrainte, Q l'énergie d'activation, k la constante de Boltzmann et T la température de l'essai de fluage.

Divers mécanismes dont la nature nous est théoriquement indiquée par la valeur de l'exposant de la contrainte n peuvent causer la déformation lors d'un essai de fluage. On parle de fluage par diffusion pour une valeur d'exposant égale à 1. Dans ce cas deux modèles sont proposés dans la littérature pour expliquer la déformation. Les modèles de Nabarro-Herring [74] où la déformation est due à de la diffusion en volume et celui de Coble [75] où la déformation est due à de la diffusion aux joints de grains. Ces deux mécanismes de fluage ont été proposés pour des faibles contraintes et de hautes températures. Pour des valeurs d'exposant comprises entre 1 et 2, la déformation s'opère par glissement aux joints de grains. Ce modèle explique que la déformation d'un polycristal doit être accommodée par le glissement de dislocations sinon des cavités ou des fissures intergranulaires apparaissent et conduisent à une chute de la ductilité [76,77]. Enfin, la déformation s'opère par mouvement de dislocations par glissement ou par montée pour des valeurs de n supérieures à 3.

Il a été montré que les grains γ résistent moins en fluage que les grains lamellaires [1,27,71], la microstructure γ est donc moins résistante que la microstructure lamellaire. Cette microstructure se déforme grâce à des mécanismes impliquant les dislocations ordinaires et du maillage [53,78,79]. Cependant, le mécanisme de maillage ne serait plus activé à partir d'une température de transition [79] en raison de la forte mobilité des dislocations ordinaires et à l'apparition de dislocations $\langle 100 \rangle$ qui rendraient le maillage énergétiquement peu favorable. Cette température de transition a été identifiée dans un alliage où le maillage semble laisser place à des superdislocations $\langle 101 \rangle$ [80] à partir d'une température de 800°C.

La déformation de la microstructure lamellaire ne fait pas intervenir les mêmes mécanismes en fluage primaire et secondaire. Cela a été mis en évidence grâce à une étude MET sur un alliage Ti-Al₄₇-Cr₂-Nb₂ [81]. En fluage primaire, la déformation s'opère par les grains en mode mou où les dislocations ordinaires glissent aux interfaces. Les obstacles étant les joints de grains, des grains de petites tailles sont favorables à une meilleure résistance. Au cours du fluage secondaire, du maillage aurait lieu en plus de l'activation des dislocations ordinaires. Cependant, certaines études mettent en avant le fait que la déformation s'effectue principalement grâce au glissement et à la montée des dislocations ordinaires, et le maillage n'est plus observé [71, 82]. Malgré tout, il a été mis en évidence que des tailles de grains trop petites augmentent la vitesse de fluage secondaire [83-85], mais on peut compenser ce problème avec de fines lamelles au sein des grains [58].

IV.4. Conclusion sur le comportement mécanique

En traction, les alliages TiAl ont une faible ductilité à température ambiante mais elle devient importante à haute température. Quelle que soit la microstructure de l'alliage, il a été mis en évidence qu'une faible taille de grain améliore la limite élastique du matériau mais au prix d'une réduction de sa ductilité. Plus particulièrement, pour la microstructure lamellaire, un faible espacement des lamelles améliore également la limite élastique du matériau.

En fluage, la microstructure lamellaire offre les meilleures propriétés, mais il faut trouver un compromis entre la taille des grains et l'espacement des lamelles pour obtenir des propriétés optimales. Ce compromis est en partie à l'origine de l'élaboration de l'alliage IRIS que l'on présentera plus tard dans ce chapitre.

V. Mécanismes de déformation

À présent que nous avons vu le comportement mécanique des alliages TiAl, nous allons aborder les mécanismes microscopiques à l'origine de ce comportement dans les différentes phases puis plus spécifiquement dans la microstructure lamellaire.

V.1. Mode de déformation de la phase γ

Il a été établi que la déformation de la phase γ s'effectue la majorité du temps dans des plans denses $\{111\}$ par glissement des dislocations ordinaires, par maclage et plus rarement par glissement de superdislocations [15,53, 86-91]. Dans une microstructure biphasée $\gamma + \alpha_2$, c'est la phase γ qui va être responsable de la déformation du matériau [20].

V.1.a. Température ambiante

Les dislocations ordinaires sont des dislocations classiques que l'on retrouve au sein d'un cristal cubique à face centré. Comme introduit en début de chapitre, le rapport c/a de la phase γ n'étant pas égal à 1, à cause du rayon atomique de Ti plus grand que celui de Al, le vecteur de Burgers de type $\frac{1}{2} \langle 110 \rangle$ le plus court est parallèle à une rangée d'atomes de Ti. Ceci nous donne deux possibilités de vecteurs de Burgers qui appartiennent chacun à deux plans cristallographiques denses, les plans $\{111\}$ où s'effectue le glissement. Nous avons donc quatre systèmes de glissement possible pour ce type de dislocation (figure 14) :

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

Le schéma de dissociation associé à ce type de dislocation est le suivant :

$$\frac{1}{2} [\bar{1}10] = \frac{1}{6} [\bar{2}11] + \text{CSF} + \frac{1}{6} [\bar{1}2\bar{1}] \text{ avec CSF, une faute d'empilement complexe.}$$

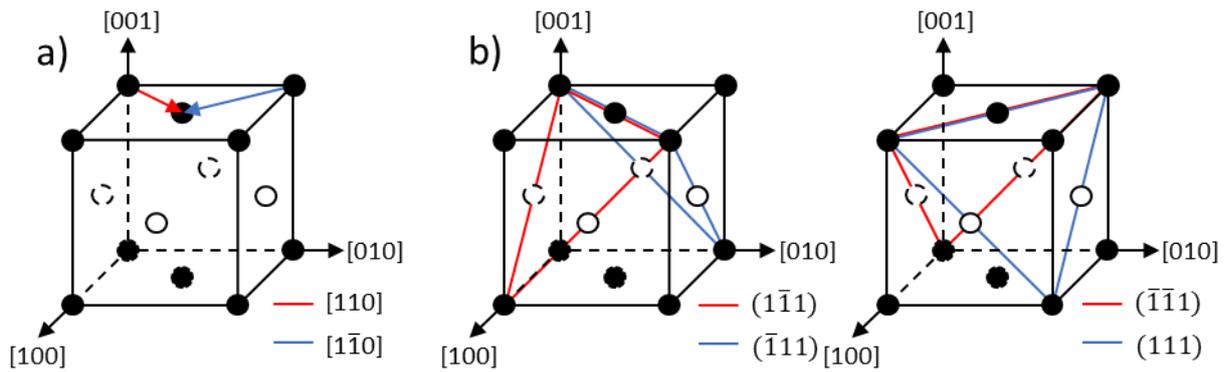


Figure 14 : Systèmes de déformation de la phase γ par les dislocations ordinaires, a) vecteurs de Burgers, b) plans denses associés

À température ambiante, le déplacement des dislocations va provoquer la formation de boucles que l'on peut diviser en deux groupes. Les boucles dites de glissement où le vecteur de Burgers est compris dans le plan de la boucle et les boucles prismatiques où le vecteur de Burgers n'est pas compris dans le plan de la boucle [92]. Ces boucles se forment selon différents mécanismes. Le mécanisme d'Orowan où une dislocation ordinaire va contourner un obstacle par glissement, la boucle ainsi formée va être contenue dans le même plan et avoir le même vecteur de Burgers que la dislocation originelle. Un mécanisme de glissement dévié des dislocations qui engendre des boucles prismatiques qui gardent le même vecteur de Burgers mais ne sont plus comprises dans les plans de glissement. Enfin, un mécanisme de dissociation de dislocations va être à l'origine de la formation de boucles qui vont être incluses dans un plan de glissement mais dont les vecteurs de Burgers seront différents de ceux des dislocations d'origine [93].

En microscopie électronique, on observe beaucoup plus fréquemment des segments rectilignes allongés selon la direction du vecteur de Burgers [88,94,95] qui vont être souvent ancrés sur de nombreux points d'épinglages (figure 15). Ces segments de caractère vis sont plus observés à cause de la plus grande mobilité des portions à caractère coin des boucles.

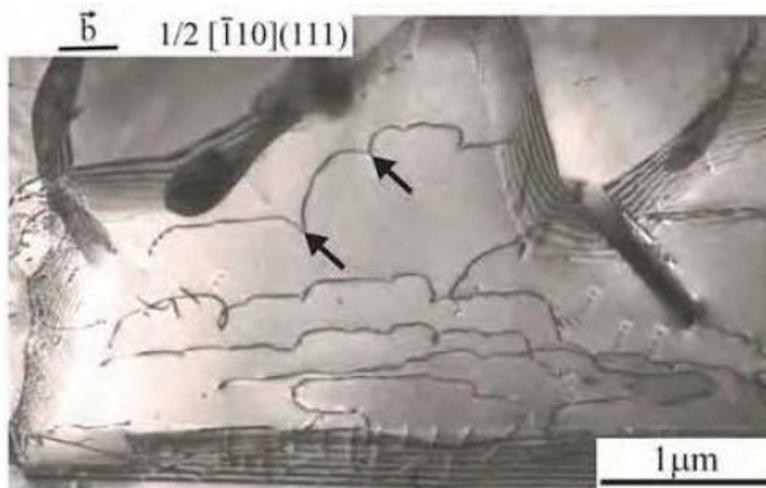


Figure 15 : Dislocations ordinaires ancrées sur plusieurs points d'épinglage (flèches noires) [46]

Un autre mode de déformation de la phase γ à température ambiante est le maclage. Il a été montré que le maclage est dû au glissement de dislocations partielles de Shockley de type $\frac{1}{6}\langle 112 \rangle$ sur des plans (111) adjacents (figure 16). Les macles s'activent dans le respect de la loi de Schmid appliquée aux dislocations partielles de Shockley [91,96], soit au sein d'un grain γ , aux joints de grain ou aux interfaces [17,91,97]. En réponse à une sollicitation, la propagation des macles serait contrôlée par des interactions entre les dislocations de Shockley et les précipités [91,96,98]. Différentes interactions peuvent ensuite avoir lieu entre différentes macles ou avec des dislocations ordinaires [96,98-100]. Ce mécanisme existe toujours à plus hautes températures mais semble ne plus être activé à partir d'une température de transition qui dépend de la composition de l'alliage [79].

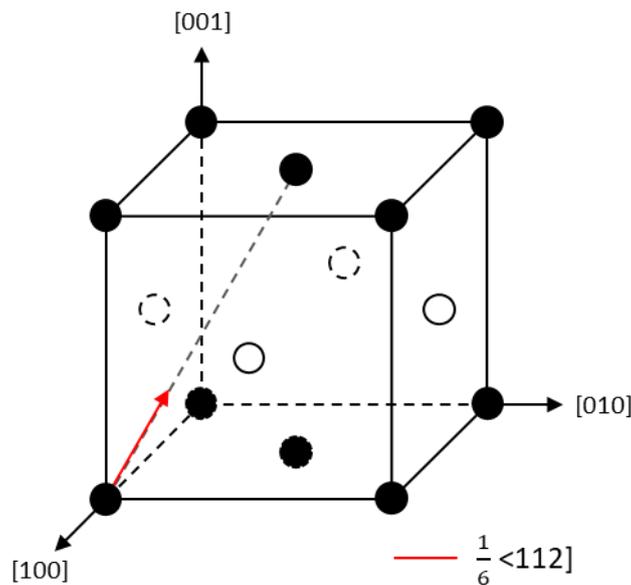


Figure 16 : Vecteur de Burgers d'une dislocation partielle de Shockley à l'origine du maclage dans la phase γ

Enfin la phase γ peut se déformer par mouvement de superdislocations à température ambiante ou à plus hautes températures. Ce sont des dislocations du super réseau chimique qui glissent dans les plans denses $\{111\}$. Leur densité dans le matériau est beaucoup plus faible que celles des dislocations ordinaires. Il existe deux types de superdislocations avec des vecteurs de Burgers différents (figure 17) :

- $\vec{b} = a\langle 011 \rangle$ ou $a\langle 101 \rangle$

Ces superdislocations ont tendance à s'allonger selon leurs directions vis avec l'augmentation de la température et ne seraient plus visibles pour des températures supérieures à 800°C [101,102].

- $\vec{b} = \frac{a}{2}\langle 112 \rangle$

D'après la littérature, ce type de superdislocations seraient observées lorsque l'orientation de la contrainte est très favorable [102] ou lors de la décomposition de superdislocations $a\langle 011 \rangle$ [103].

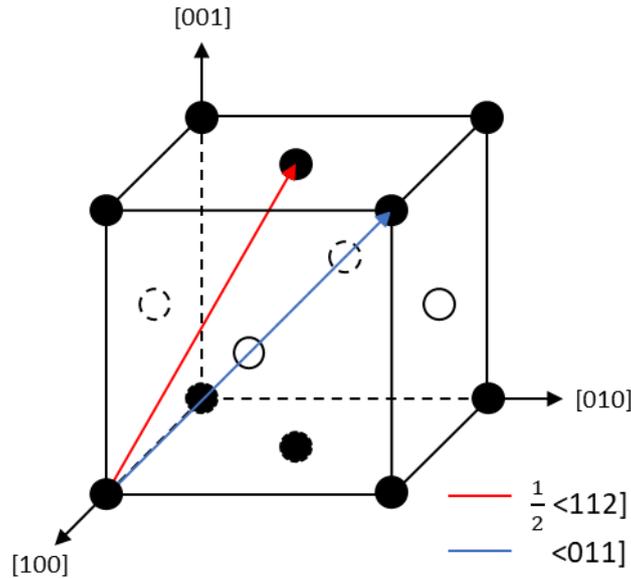


Figure 17 : Vecteurs de Burgers des superdislocations

V.1.b. Haute température

À haute température, les dislocations ordinaires ont un comportement différent de celui adopté à température ambiante, et ce comportement dépend de la température à laquelle le matériau est sollicité. Pour des températures comprises entre 300°C et 600°C, la déformation est toujours principalement due au déplacement de dislocations vis mais la densité des points d'épinglements augmente [88]. À partir de 600°C, les dislocations qui se déplacent par glissement ne sont plus épinglées et perdent leur caractère vis puisqu'elles ne sont plus alignées selon leurs vecteurs de Burgers [88,101]. De plus, le mécanisme de montée des dislocations s'active à ces températures et participe à la déformation [94,104].

Dans le cas de la montée, le mouvement des dislocations se produit dans un plan perpendiculaire au vecteur Burgers. L'hypothèse de l'activation de la montée a été étudiée en compression à 900°C pour différentes vitesses de déformation [95]. Pour une haute vitesse de déformation, 10^{-2} s^{-1} , les dislocations ordinaires vont plutôt s'aligner selon leurs directions vis et les plans activés sont ceux prédits par la loi de Schmid. Cependant, il est possible qu'une portion de dislocation se retrouve courbée et présente ainsi un caractère coin [95,105]. À des vitesses de déformation plus faibles, inférieures à 10^{-2} s^{-1} , la déformation est principalement due à des dislocations ordinaires courbées qui n'ont pas de caractère marqué. D'autres boucles dont le plan d'habitat n'est pas un plan de glissement ont été observées (figure 18). Ces observations s'expliqueraient par la montée des dislocations selon les auteurs. Ils concluent que dans les conditions de l'expérience, la déformation s'effectue par une combinaison de glissement et de montée des dislocations, le glissement générerait en début de déformation des dislocations appropriées à un déplacement par montée [95].

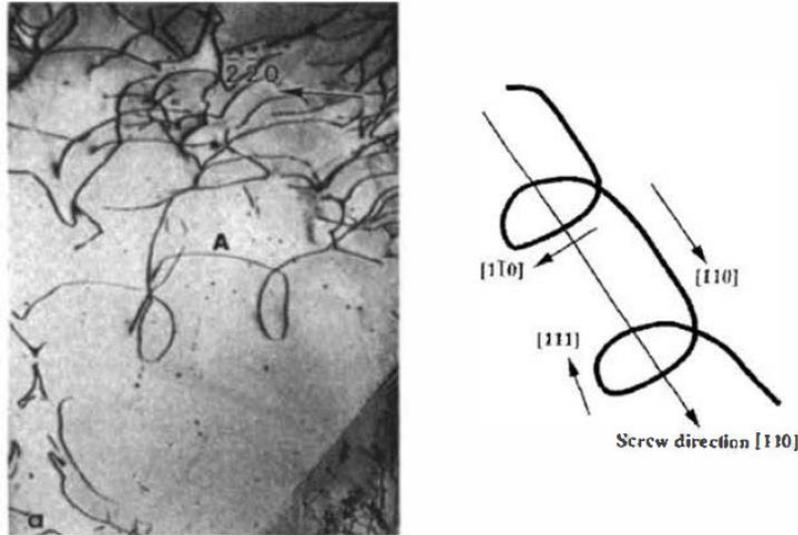


Figure 18 : Grain γ déformé. Dislocation ordinaire A avec deux boucles et schéma montrant les différentes directions de la ligne de la dislocation [95]

Le mécanisme de montée a été également observé lors d'investigation in situ à 750°C dans un échantillon de $\text{Ti}_{48}\text{Al}_{48}\text{Cr}_2\text{Nb}_2$ préalablement déformé par fluage. De la montée dite mixte a également été observée dans ces conditions [106]. Ce mécanisme de montée mixte se caractérise par le mouvement des dislocations dans un plan qui n'est ni un plan de glissement, ni un plan de montée. Des dislocations qui se déplacent par glissement s'échapperaient alors de la force de friction qui s'exerce sur les segments vis lorsqu'ils se trouvent dans les plans $\{111\}$. Le mécanisme de montée mixte a également été observé dans $\text{Ti}_{49.92}\text{Al}_{48}\text{W}_2\text{B}_{0.08}$ [107].

Récemment, un nouveau type de mécanisme a été montré dans un alliage TiAl flué à 850°C . Il s'agit d'un mécanisme de montée impliquant des dislocations de type C, de vecteur de Burgers $[001]$ [108]. Les investigations montrent une dislocation dont la propagation se produit dans un plan (001) et dont les directions des différents segments correspondent à des directions particulières $\langle 110 \rangle$ et $\langle 100 \rangle$ (figure 19). Les dislocations de type C avaient déjà été observées dans TiAl mais elles correspondaient à un mécanisme de glissement [109].

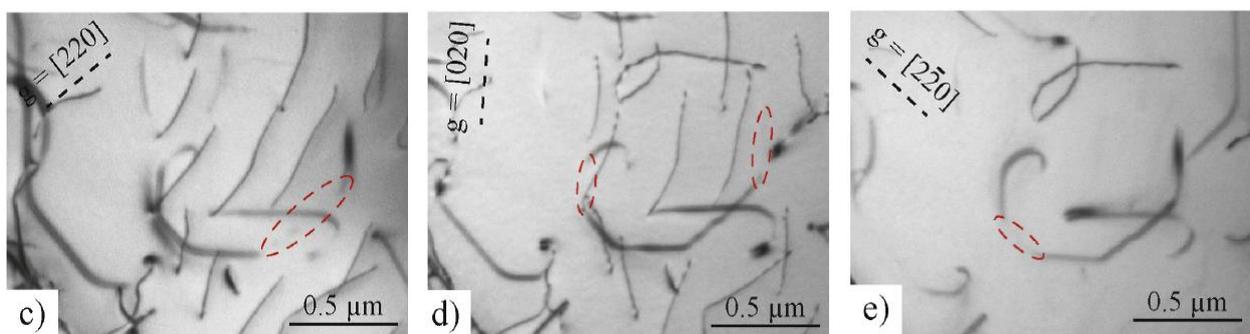


Figure 19 : Expériences d'extinction mettant en évidence les directions des différents segments de la dislocation de type C [108]

V.2. Mode de déformation de la phase α_2

V.2.a. Température ambiante

La déformation de la phase α_2 a été étudiée dans un alliage monophasé. Elle se fait principalement par glissement de paires de dislocations de vecteurs de Burgers $\vec{b} = \frac{1}{6}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ dans le plan prismatique de type $\{10\bar{1}0\}$ mais aussi par glissement de paires de dislocations de vecteur de Burgers $\vec{b} = \frac{1}{6}\langle 11\bar{2}6 \rangle$ dans le plan pyramidal de type $\{10\bar{2}\bar{1}\}$ [110]. Cette phase est peu ductile du fait de l'impossibilité des dislocations de type $\vec{b} = \frac{1}{6}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ de glisser sur des plans autres que les plans $\{10\bar{1}0\}$ et de la faible mobilité des dislocations de type $\vec{b} = \frac{1}{6}\langle 11\bar{2}6 \rangle$. Toutefois, il est possible d'améliorer la ductilité de cette phase par l'ajout de niobium [106]. D'après des investigations in situ, le niobium pourrait être à l'origine d'une meilleure homogénéité du glissement dans le plan de base et participerait ainsi à l'amélioration de la ductilité [111].

V.2.b. Haute température

Au-delà de 650°C, le système de déformation principal de la phase α_2 reste le glissement de paires de dislocations $\vec{b} = \frac{1}{6}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ dans le plan prismatique de type $\{10\bar{1}0\}$. Cependant, à ces températures, on observe en plus l'activation de rangées de boucles le long de la direction [0001] qui met en évidence de la montée de dislocations ayant un vecteur de Burgers parallèle à la direction $\langle 11\bar{2}0 \rangle$. Également, la montée en température augmente l'activation des dislocations de type $\vec{b} = \frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ dans le plan (0001) mais leur influence est limitée [110].

V.3. Mode de déformation de la phase β_0

D'après la littérature [20], la phase β_0 est généralement considérée à température ambiante comme peu déformable. Néanmoins, il a été mis en évidence que cette phase de structure cubique centrée, se déforme par glissement de superdislocations vis de vecteur de Burgers $\langle 111 \rangle$ dans les plans (110), (112) et (123) [111,112] (figure 20). La déformation de précipités de phase β_0 a notamment été mise en évidence dans l'alliage TNM [113]. De façon générale, cette phase se déforme de manière hétérogène avec une concentration de la déformation dans des bandes de glissement [114]. Actuellement, les mécanismes de déformation de la phase β_0 font l'objet d'une étude plus approfondie. Il a notamment été montré que la présence de nanoprecipités de phase ω_0 conduisaient à la formation d'empilements de superdislocations $\langle 111 \rangle$, ce qui favorisait le durcissement de cette phase, ainsi que l'apparition de concentrations de contraintes, qui conduirait à une plus grande fragilité du matériau. [115]

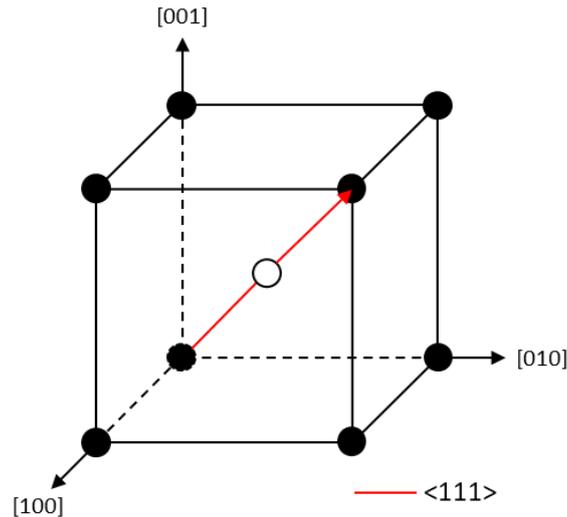


Figure 20 : Vecteur de Burgers d'une superdislocation de type $\langle 111 \rangle$ dans la phase β_0

V.4. Déformation de la microstructure lamellaire à température ambiante

La microstructure lamellaire étant composée de lamelles γ et α_2 , le comportement mécanique du matériau va dépendre du mécanisme de transmission de la déformation entre les différentes lamelles aux interfaces γ/γ et γ/α_2 .

La transmission de la déformation d'une lamelle γ à une autre lamelle γ va être notamment gouvernée par la réaction énergétiquement la plus favorable en fonction de plusieurs critères [116,117] :

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

La transmission de la déformation va fortement dépendre de la nature des dislocations incidentes : dislocations ordinaires ou macles. Une étude in situ a montré que dans le cas des dislocations ordinaires, la transmission est difficile sauf si les dislocations ordinaires s'organisent en empilement à une interface. Pour les macles, la transmission sera expliquée par une réaction à l'interface impliquant les dislocations incidentes et les dislocations transmises [116].

Le franchissement des interfaces γ/α_2 peut se produire de deux façons différentes : un franchissement par effet élastique ou un franchissement par déformation plastique de la lamelle α_2 . Le cas du mécanisme par effet élastique est souvent observé quand les lamelles α_2 sont fines et entourées de lamelles γ qui possèdent la même orientation. La figure 21.a montre un cas où une macle bloquée dans une première lamelle, va générer une source de dislocation dans une seconde lamelle. Dans le cas de la déformation plastique de la lamelle α_2 , la transmission de la déformation va avoir lieu grâce au glissement de dislocations de type $\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle \{1\bar{1}00\}$ dans la

lamelle α_2 , généré par l'accumulation de partielles de Shockley de type $\frac{1}{6}\langle 112 \rangle (111)$ à l'interface de la première lamelle γ (figure 21.b) [118]. Du fait de la faible plasticité de la phase α_2 ce cas est peu observé.

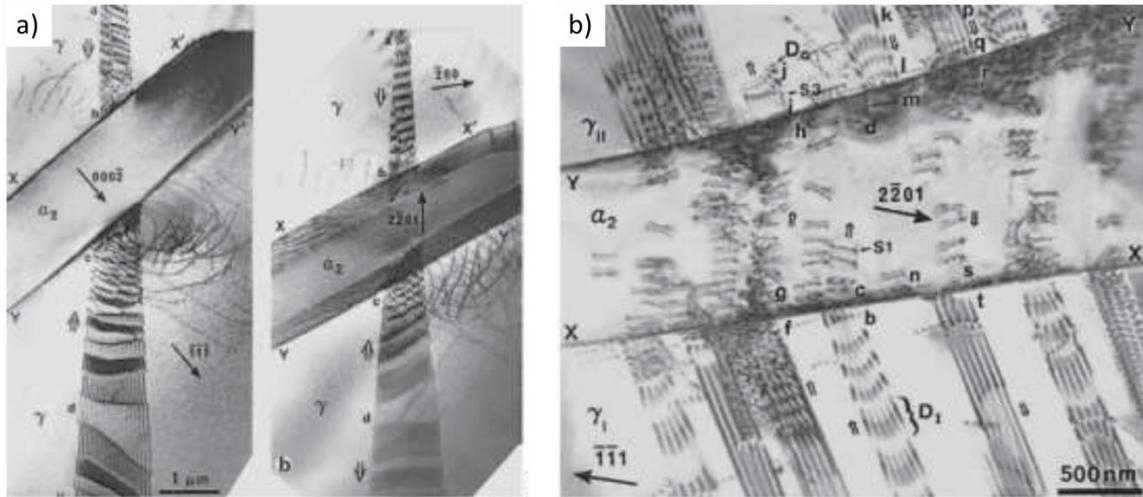


Figure 21 : Transmission de la déformation à travers des lamelles α_2 , a) transmission élastique, b) transmission par déformation de la lamelle α_2 [118]

V.5. Conclusion sur les mécanismes de déformation

La déformation des alliages TiAl s'effectue principalement dans les grains et les lamelles γ . Les mécanismes de déformation activés dans ces alliages à température ambiante sont majoritairement le glissement des dislocations vis ordinaires et le maclage. À plus haute température, les dislocations ordinaires qui se déplacent par glissement peuvent perdre leur caractère vis. L'activation des mécanismes de montée des dislocations est également observée et ces mécanismes contribuent à la déformation de ces alliages. Concernant la microstructure lamellaire, la transmission de la déformation aux interfaces n'est pas systématique et demande des contraintes élevées.

Néanmoins, l'influence d'éléments d'alliage sur les mécanismes de déformation de la phase γ à haute température n'a pas été étudiée. Ceci est surprenant, car l'amélioration des propriétés mécaniques des alliages TiAl résulte souvent de l'ajout d'éléments chimiques de substitution (Mo, W, Re...) ou d'insertion (C, Si...), comme nous allons le voir à présent.

VI. Effet des éléments d'alliage

L'ajout d'éléments d'alliage au sein des alliages est un élément important à prendre en compte pour l'amélioration des propriétés mécaniques. Les éléments d'addition peuvent, par exemple, modifier les équilibres entre phases, en renforçant la stabilité de certaines d'entre elles. Ils peuvent également être utilisés pour limiter la croissance des grains ou l'épaississement des lamelles. Dans la suite de ce chapitre, nous décrirons les effets de plusieurs éléments d'addition souvent rencontrés dans les alliages TiAl, puis nous nous intéresserons plus particulièrement

aux éléments dont le rôle a été étudié au cours de cette thèse : le tungstène, le molybdène, le silicium et le carbone. Enfin, nous présenterons les alliages IRIS, TNM et TNM+, qui contiennent ces éléments d'alliages.

VI.1. Effet des éléments en insertion ou en substitution

L'ajout des éléments en insertion ou en substitution améliore les propriétés des alliages en fonction de la répartition de ces éléments dans la matrice métallique. On peut les retrouver sous la forme de solutés, ou sous forme de précipités avec une structure cristallographique propre. Dans la littérature, de nombreuses études sont dédiées à la compréhension de l'influence de ces différents éléments d'addition. Le tableau 3 présente une compilation des principaux effets connus à ce jour [119].

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 décroît 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.

Tableau 3 : Influence des éléments d'alliages. Les proportions sont exprimées en % atomiques. [119]

En tant qu'éléments de substitution, le tungstène et le molybdène vont venir prendre la place d'un autre atome dans la matrice. Dans les phases γ et α_2 , les éléments lourds préfèrent les sites d'atomes de titane tandis que dans la phase β_0 , ils vont préférer les sites d'aluminium [120-122]. En raison de leur présence en substitution dans le réseau cristallin, leur diffusion est lente, ce qui conduit à une diminution de la vitesse de montée des dislocations, et ce qui contribue au

renforcement de la solution solide, d'après les interprétations données dans les références [123,124]. Néanmoins, ces interprétations restent à préciser. Ainsi, l'influence de ces éléments sur l'activation des mécanismes de glissement et de montée, ou sur la cinétique des dislocations, n'a pas été mise en évidence. De plus, aucune étude ne s'est concentrée spécifiquement sur la déformation de la phase γ , qui contrôle le comportement mécanique de ces alliages.

Le tungstène et le molybdène sont également connus pour améliorer la résistance à l'oxydation [125] et pour stabiliser les phases β et β_0 avec un effet plus marqué de la part du tungstène [126,127]. Ces deux éléments ségrègent aux interfaces γ/γ et γ/α_2 [120, 128,129]. Lors d'un fluage ou d'un recuit à haute température, les zones enrichies en tungstène ou en molybdène conduisent à la précipitation de fines particules β_0 qui entravent le mouvement des dislocations et améliorent ainsi la résistance des matériaux [130,131].

Le silicium et le carbone, en solution solide dans la matrice, sont des éléments également utilisés pour améliorer les propriétés de TiAl à haute température. L'ajout de silicium vise à améliorer la résistance en fluage grâce à la formation de siliciures [132] et à augmenter ainsi la résistance à l'oxydation [133]. Si la teneur en silicium est supérieure à la limite de solubilité, des siliciures ζ vont se former soit par une réaction eutectique dans les régions interdendritiques, soit par une réaction eutectoïde ($\alpha_2 \rightarrow \gamma + \zeta$) dans des colonies lamellaires. Dans ce deuxième cas, les siliciures seront typiquement alignés le long des interfaces lamellaires, stabilisant la microstructure et entravant le mouvement des dislocations [134]. Lorsque l'on ajoute du carbone en interstitiel, deux effets sont possiblement observés : le carbone peut conduire à la formation de carbures mais il peut aussi servir à durcir la solution solide [94].

Dissout, le carbone est un élément stabilisateur des phases α et α_2 . Il ralentit le mouvement des dislocations mais limite également la migration des interfaces en ségrégant au niveau de ces interfaces [135,136] et ainsi, renforce la microstructure en fluage [135,137-139]. Au cours du fluage ou d'un traitement thermique, le carbone finit par former des carbures à l'intérieur de la phase γ [140].

Un dernier élément chimique important dans la composition d'un alliage est le bore. Il va agir en réduisant la taille des grains en précipitant sous forme de borures qui ralentissent la croissance des grains en épinglant les joints de grains [141,142]. Le bore est généralement ajouté à de très faibles concentrations (< 1 at.%), car au-delà, les borures entraînent la rupture prématurée du matériau [143].

VI.2. Alliage IRIS

L'alliage IRIS a été développé dans le cadre de l'ANR IRIS, dans la thèse de Thomas VOISIN [46]. Lors de cette thèse, l'étude de la microstructure du futur alliage et l'ajout de bore dans la composition ont l'objet d'un point particulier. Le comportement mécanique en fluage et en traction a été caractérisé. En complément, le comportement d'IRIS en fatigue et l'influence du vieillissement sur ses propriétés mécaniques ont fait l'objet de la thèse de Soumaya NAANANI [144]. Son développement avait pour but d'obtenir un alliage TiAl respectant un cahier des charges industriel strict pour des applications à haute température. Aujourd'hui, dans le cadre d'un Fond Unique Interministériel (FUI) dirigé par SAFRAN, cet alliage est en voie d'industrialisation.

Cette nuance a été développée avec l'objectif d'obtenir un alliage présentant une microstructure lamellaire à colonies fines ($<50\mu\text{m}$), pour favoriser une plus grande ductilité, et contenant des éléments lourds, connus pour améliorer les propriétés mécaniques à hautes températures, comme présentée dans la partie IV. L'ajout d'éléments lourds a été exploré en amont dans la thèse d'Houria JABBAR [5]. Une conclusion de la thèse était que l'ajout de tungstène ou de rhénium en solution solide dans TiAl améliore la tenue en fluage de l'alliage. Le tungstène a finalement été retenu pour l'élaboration d'IRIS en raison de son plus faible coût. Par ailleurs, afin d'affiner la microstructure, du bore a été ajouté dans la composition chimique de l'alliage. Ceci a abouti à la nuance IRIS de composition $\text{Ti}_{49,92}\text{-Al}_{48}\text{-W}_2\text{-B}_{0,08}$.

Après élaboration par SPS, l'alliage IRIS présente une microstructure lamellaire fine, avec des tailles de colonies comprises entre $30\mu\text{m}$ et $50\mu\text{m}$, entourées de liserés de phase γ d'une largeur de 5 à $10\mu\text{m}$ qui contiennent des précipités β_0 (figure 22.a).

L'alliage IRIS possède de bonnes propriétés mécaniques. Il possède une bonne ductilité pour un alliage TiAl puisqu'elle atteint $1,6\%$ à température ambiante (figure 22.b). La résistance en fluage est remarquable puisque dans les conditions expérimentales (700°C , 300MPa), la durée de vie de l'alliage atteint les 4000h (figure 22.c) contre 140h pour un alliage GE biphasé. La limite d'élasticité de l'alliage IRIS est supérieure à celle de plusieurs alliages TiAl au-dessus de 800°C (figure 22.d) [46]. On observe également de bonnes performances en fatigue oligocyclique autour de 800°C , où la durée de vie d'IRIS est supérieure à celle d'autres alliages TiAl [144]. Enfin, la stabilité d'IRIS en vieillissement a été explorée. Suite à un vieillissement à 750°C pendant 8000h , on note un enrichissement en tungstène de la phase β_0 s'accompagnant d'un appauvrissement au niveau des joints de liserés γ / colonies lamellaires. Au sein des grains lamellaires, une précipitation de β_0 aux interfaces entre lamelles a également été mise en évidence. La microstructure globale n'est toutefois pas déstabilisée lors d'un tel vieillissement. Des essais de traction ont également montré que ce vieillissement a peu d'effet sur les propriétés d'IRIS [144].

Des investigations des mécanismes de déformations ont été effectuées [46,107,108,144]. À température ambiante, les grains lamellaires se déforment, ce qui améliore la ductilité du matériau. La déformation de la phase γ se produit par des mécanismes de maclages, de glissement des dislocations ordinaires vis, avec un phénomène d'épinglage de segments non vis. À haute température, en fluage, la grande résistance du matériau peut s'expliquer par le fait que la déformation est localisée dans les liserés γ alors que les zones lamellaires ne se déforment pas. Des expériences d'inclinaisons du porte-objet, ont mis en évidence le mécanisme de montée mixte des dislocations ordinaires [107], mais également un mécanisme de montée de dislocations de type C [108]. En fatigue à 800°C , les investigations post-mortem ont montré que la microstructure se caractérise principalement par des dislocations ordinaires vis, des boucles et des débris. Le mécanisme de maclage est toujours présent mais en faible proportion [144].

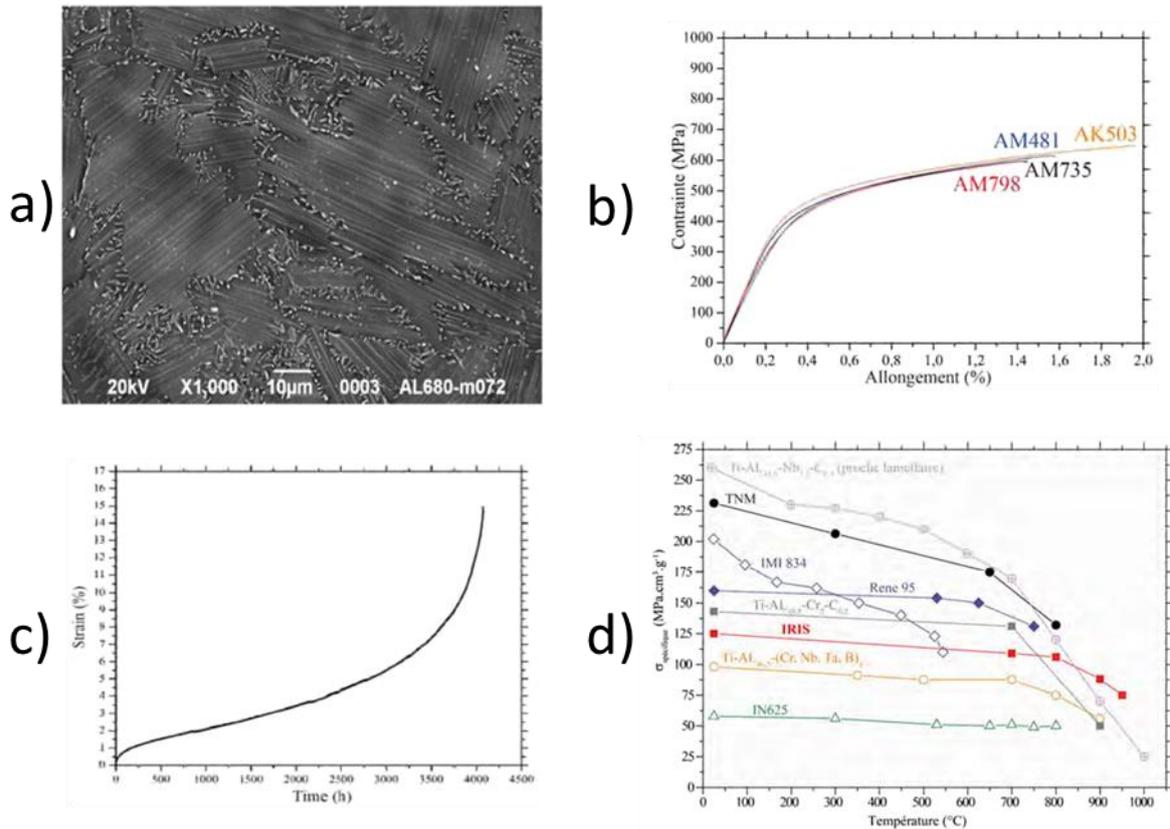


Figure 22 : a) Image MEB de la microstructure lamellaire d'IRIS, b) Courbes de traction à température ambiante pour des matériaux élaborés à des températures échantillons comprises entre 1355°C et 1430°C, c) Courbe de fluage, 700°C – 300 MPa, de l'échantillon à 1355°C, d) Évolution de la limite d'élasticité d'IRIS en fonction de la température, comparée à celle d'autres alliages TiAl. [46]

VI.3. Alliages TNM et TNM+

Les alliages TNM ont été développés par le groupe d'Helmut Clemens. Les alliages TNM couvrent toute une gamme de composition : Ti-Al(42-45)-Nb(3-5)-Mo(0,1-2)-B(0,1-0,2) [145].

Le choix d'ajouter les éléments niobium et molybdène a notamment été fait dans le but d'apporter des éléments stabilisateurs de la phase β , qui améliore l'aptitude du matériau à être élaboré par forgeage. De plus, ces deux éléments d'alliages ralentissent le processus de diffusion dans les phases α_2 et γ , et le niobium améliore la résistance à l'oxydation. Comme pour la nuance IRIS, le bore a été sélectionné pour limiter la taille des grains [146]. L'alliage TNM est un alliage à solidification β , c'est-à-dire que l'on amène l'alliage dans un domaine β monophasé. En raison de sa forte proportion de phase β à haute température, TNM est plus facile à forger comparé à d'autres alliages TiAl. Cependant, en refroidissant, la phase β va s'ordonner et se transformer en phase β_0 , néfaste pour les propriétés mécaniques à température ambiante. Des traitements thermiques sont donc nécessaires pour obtenir une microstructure optimale. De nombreux traitements thermiques ont été réalisés et leurs impacts sur la microstructure de TNM ont été étudiés dans les références [145-149]. Ces travaux ont conduit à proposer un traitement thermique en deux étapes pour l'optimisation des propriétés mécaniques. Un premier traitement d'homogénéisation est effectué dans le domaine ($\beta+\alpha+\gamma$)

entre 1230°C et 1240°C, en-dessous du transus α . Cette étape va avoir un impact sur la future taille des grains et sur la fraction volumique finale de la phase β . Ensuite, un deuxième traitement de stabilisation va permettre de diminuer la fraction volumique de la phase β [145,150]. Les figures 23.a et 23.b montrent les microstructures de TNM de composition Ti-Al_{43,5}-Nb₄-Mo₁-B_{0,1} après deux traitements thermiques (HT) différents. Dans les deux cas, la première étape a consisté à chauffer le matériau à 1230°C pendant une heure, puis de le refroidir à l'air. Ensuite, le matériau a été porté à 850°C pour HT#2, 950°C pour HT#3 pendant six heures, suivi d'un refroidissement dans le four sous atmosphère d'argon [150]. Les deux microstructures sont composées de grains lamellaires ($\alpha_2+\gamma$) ainsi que de grains γ et β_0 . Les propriétés mécaniques associées à ces microstructures sont montrées sur les figures 23.c et 23.d qui montrent respectivement les propriétés en traction et fluage à 800°C – 300 MPa. L'alliage TNM présente donc de très bonnes propriétés en traction à température ambiante, mais moins bonnes à hautes températures.

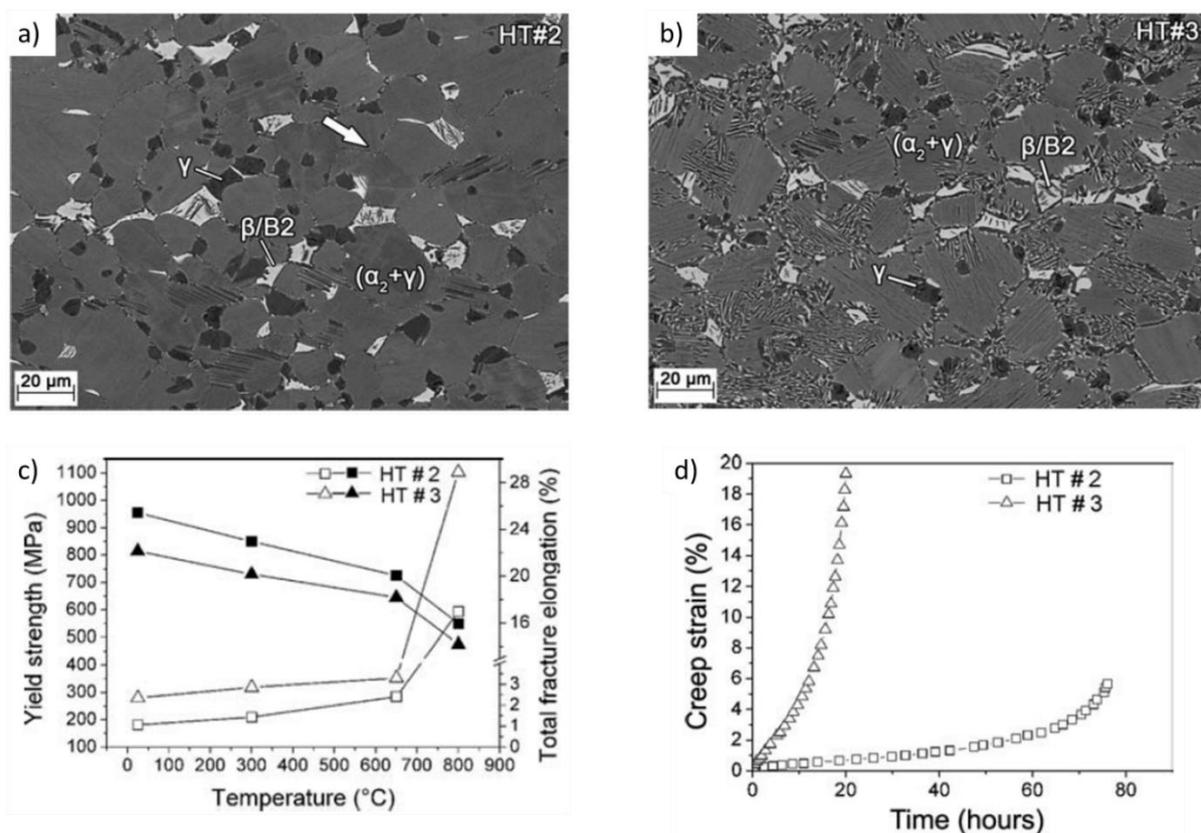


Figure 23 : a) Microstructure TNM après HT#2, b) Microstructure de TNM après HT#3, c) contrainte à 0,2% de déformation plastique (marqueurs noirs) et allongement à la rupture (marqueurs blancs), d) courbes de fluage à 800°C – 300 MPa [149]

La température de service de la nuance TNM est limitée à environ 750°C à cause de sa faible résistance en fluage à cette température et au-delà. C'est dans le but d'améliorer les propriétés en fluage de l'alliage TNM que l'ajout de carbone et de silicium a été envisagé. De nouveaux traitements thermiques ont également été explorés afin d'améliorer la microstructure. C'est ainsi que l'alliage TNM+ a été élaboré [151].

Une étude faite à l'aide d'un alliage base TNM auquel du carbone a été ajouté montre que le carbone dans TNM stabilise la phase α_2 par sa concentration importante en solution solide dans cette phase. Du carbone est également trouvé en moindre quantité dans la phase γ de l'alliage et la phase β_0 est dépourvue de carbone. Des essais par nanoindentation montrent que le carbone renforce les deux phases dans lesquelles il est présent [136]. Le silicium a tendance à enrichir la phase α_2 au détriment de la phase γ au cours des traitements thermiques mais il ne précipite pas au niveau des interfaces de lamelles α_2/γ . Cependant, on trouve des précipités de siliciures ζ dans la phase β_0 qui sont enrichis en niobium et en aluminium [152]. La microstructure a quant à elle été étudiée par Kasthuber et al. [151]. Sur cette nuance TNM+, un premier traitement thermique à 1290°C pendant trente minutes avec un refroidissement à l'air, suivi d'un traitement à 900°C pendant trois heures, conduisent à la formation d'une microstructure lamellaire visible sur la figure 24.a. Sur la figure 24.b, une comparaison des propriétés en fluage à 800°C sous 170 MPa des nuances TNM et TNM+ révèle que l'alliage TNM+ possède bien des propriétés en fluage supérieure à la nuance TNM, ce qui permet de l'envisager comme candidat pour des applications à haute température.

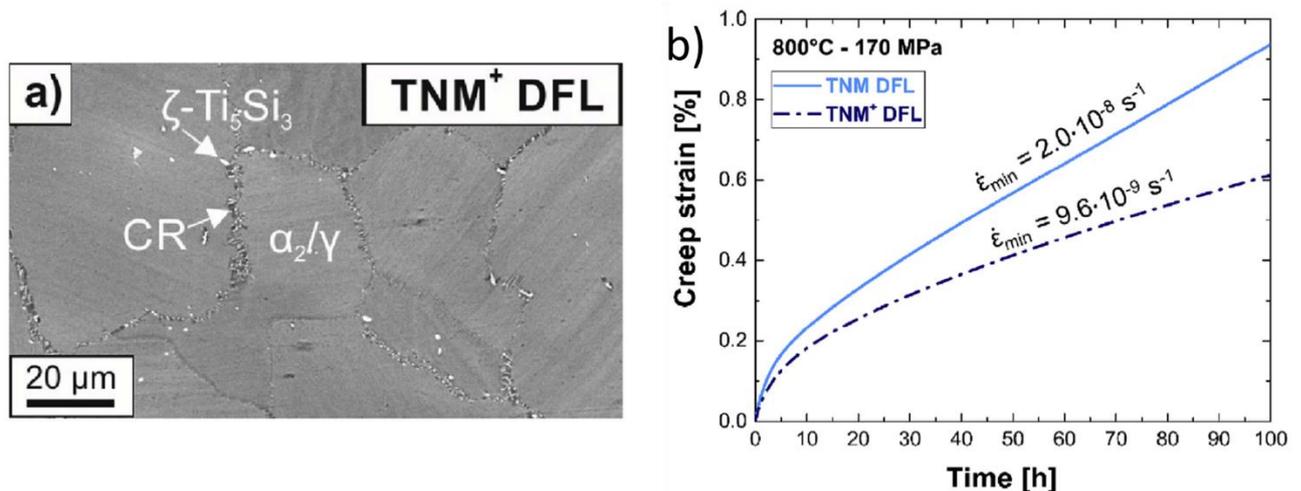


Figure 24 : a) Image MEB de la microstructure TNM+, b) Comparaison de la vitesse minimum de fluage entre TNM et TNM+ pour une microstructure lamellaire [151]

VII. Conclusions et objectifs de l'étude

Au travers de ce chapitre, nous avons pu voir que les alliages TiAl présentent un fort potentiel pour des applications à haute température dans l'aéronautique et sont déjà employés sur certains moteurs d'avion. Le comportement mécanique de ces alliages a fait l'objet de nombreuses études et les mécanismes microscopiques de déformation ont largement été investigués. Il en ressort qu'en fonction de la température de sollicitation, des mécanismes différents vont être activés. À température ambiante, la déformation va globalement avoir lieu par glissement de dislocations ordinaires dans des plans denses, alors qu'à haute température, le phénomène de montée est activé et joue un rôle important dans la déformation des alliages. Afin de pousser plus loin les températures de services des alliages TiAl, il est apparu que les microstructures

lamellaires fines permettaient d'atteindre le meilleur compromis entre ductilité à température ambiante, et résistance à haute température. De plus, un effort de recherche conséquent s'est porté sur l'influence des éléments d'alliages, afin d'améliorer encore les propriétés mécaniques de ces matériaux. Il a été ainsi montré dans certains cas des effets très bénéfiques de ces éléments d'alliages sur les diagrammes de phases, le raffinement des microstructures, les mécanismes impliquant les dislocations, etc. L'optimisation des microstructures et le choix judicieux d'éléments d'alliage ont notamment conduit à l'élaboration des alliages IRIS et TNM, qui présentent chacun une microstructure lamellaire fine, et qui contiennent l'un et l'autre des éléments de substitution lourds, le tungstène et le molybdène. Par la suite, L'alliage TNM a fait l'objet d'une amélioration par l'incorporation d'éléments d'insertion légers, du carbone et du silicium, afin d'améliorer la tenue mécanique en fluage à haute température et a donné le nouvel alliage TNM+.

Cependant, l'amélioration des propriétés mécaniques par l'ajout des éléments d'alliages n'est pas réellement bien comprise, et en général, le choix des éléments d'alliage se fait sur la base d'approches empiriques, contrôlées par des mesures de propriétés mécaniques, sans souci d'interprétation physique. C'est dans ce contexte qu'intervient cette thèse. Son objectif est en effet d'apporter une meilleure compréhension de l'influence du tungstène, du molybdène, du carbone et du silicium sur les propriétés mécaniques de TiAl pour des températures avoisinant les 800°C, une attention plus particulière étant portée sur l'effet du tungstène.

Pour ce faire, nous souhaitons isoler les effets des éléments d'alliage en élaborant des matériaux modèles, présentant des microstructures aussi semblables que possible. Nous élaborerons nos matériaux à partir de 5 nuances de poudres que nous densifierons par un procédé SPS. En amont, nous effectuerons un travail sur la qualité de particules de poudre obtenues par procédé d'atomisation EIGA afin d'obtenir des matériaux à la microstructure la plus homogène possible. À partir des 5 nuances de poudres, nous allons densifier des échantillons à différentes températures afin de déterminer nos températures d'élaboration et de sélectionner les microstructures de l'étude. Dans ces matériaux densifiés, des éprouvettes de traction et de fluage seront usinées afin que l'on puisse caractériser le comportement mécanique des alliages à température ambiante, mais surtout, à haute température, dans des microstructures gamma et lamellaire. Comme introduit dans la partie comportement mécanique, dans une application industrielle à haute température, les alliages sont soumis à des sollicitations de type fluage. C'est pourquoi à partir d'éprouvettes déformées plastiquement en fluage, nous effectuerons des investigations en MET *post mortem* afin de caractériser les mécanismes de déformation des nuances TiAl et TiAl-W dans le but d'observer un effet du tungstène. En parallèle, nous observerons la cinétique de ces mécanismes grâce à des investigations en MET *in situ*. Pour terminer, l'effet du tungstène sur les propriétés mécaniques sera étudié à plus petite échelle grâce à des investigations par sonde atomique.

Chapitre II :

Techniques expérimentales

I. Introduction.....	37
II. Élaboration des matériaux	37
II.1. Machine SPS.....	37
II.2. Outillage SPS.....	38
II.3. Cycle SPS d'une pastille Ø36h8mm.....	38
III. Caractérisation du comportement macroscopique	39
III.1. Éprouvettes	40
III.2. Essais de traction à température ambiante.....	40
III.3. Essais de traction à hautes températures.....	41
III.4. Essais de fluage	41
III.5. Correction des courbes expérimentales	42
IV. Caractérisations microstructurales.....	42
IV.1. Microscopie électronique à balayage (MEB)	42
IV.2. Microscopie électronique en transmission (MET)	43
IV.2.a. Préparation des échantillons	43
IV.2.b. Investigations <i>post mortem</i>	43
IV.2.c. Investigations <i>in situ</i>	50
V. Sonde atomique	54

I. Introduction

Ce chapitre présente les différentes techniques expérimentales utilisées au cours de ce travail de thèse. En complément de la bibliographie, l'élaboration des matériaux via la technique SPS sera présentée ici d'un point de vue pratique. Le matériel et les conditions des essais mécaniques utilisés seront précisés. Les différentes techniques employées en microscopie seront présentées, suivies de la technique de sonde atomique utilisée pour pousser plus loin l'investigation de certains échantillons.

II. Élaboration des matériaux

II.1. Machine SPS

La machine utilisée pour l'élaboration des échantillons se situe à la plateforme de frittage flash PNF2, cogérée par le CEMES et le CIRIMAT, sur le site de l'Université Paul Sabatier de Toulouse. Il s'agit d'une machine de type Sumitomo 2080, fabriquée par l'entreprise japonaise SPS SYNTEX Inc. Elle permet de concevoir des échantillons d'un diamètre maximum de 50mm en fournissant une température maximale de 2000°C et une force de 200kN.



Figure 1 : Machine SPS Syntex 2080 de Toulouse

II.2. Outillage SPS

Les échantillons densifiés au SPS ont généralement une géométrie cylindrique mais peuvent avoir une géométrie plus complexe. Dans le cadre de la thèse, nous avons principalement densifié des pastilles cylindriques de 36mm de diamètre pour une hauteur de 8mm ($\text{Ø}36\text{h}8\text{mm}$). Ces dimensions permettent un contrôle de la microstructure en fonction de la température d'élaboration et l'usinage, par pastille, de trois éprouvettes de traction pour les essais mécaniques. Quelques pastilles de diamètre, et de hauteur 8 mm ont été également élaborées pour contrôler la microstructure tout en utilisant une quantité de poudre plus faible.

La poudre est encapsulée dans un outillage constitué d'un moule et de deux pistons en graphite. La surface interne du moule ainsi que la zone de contact poudre – piston est recouverte d'une feuille en graphite. Cela facilite le démoulage en empêchant la poudre d'adhérer au moule et facilite le passage du courant. La surface externe du moule est quant à elle recouverte d'un feutre en carbone qui vise à limiter la perte de chaleur par rayonnement. Afin de suivre la montée en température des échantillons, on mesure la température au niveau de la surface externe du moule à l'aide d'un pyromètre. Pour cela, une ouverture est faite dans le papier feutre et un petit cylindre est usiné dans le moule à mi-hauteur afin de servir de point de repère pour le pyromètre. Un schéma du système d'encapsulation pour un échantillon $\text{Ø}36\text{h}8\text{mm}$ ainsi qu'un schéma du système de mesure de température sont représentés sur la figure 2.

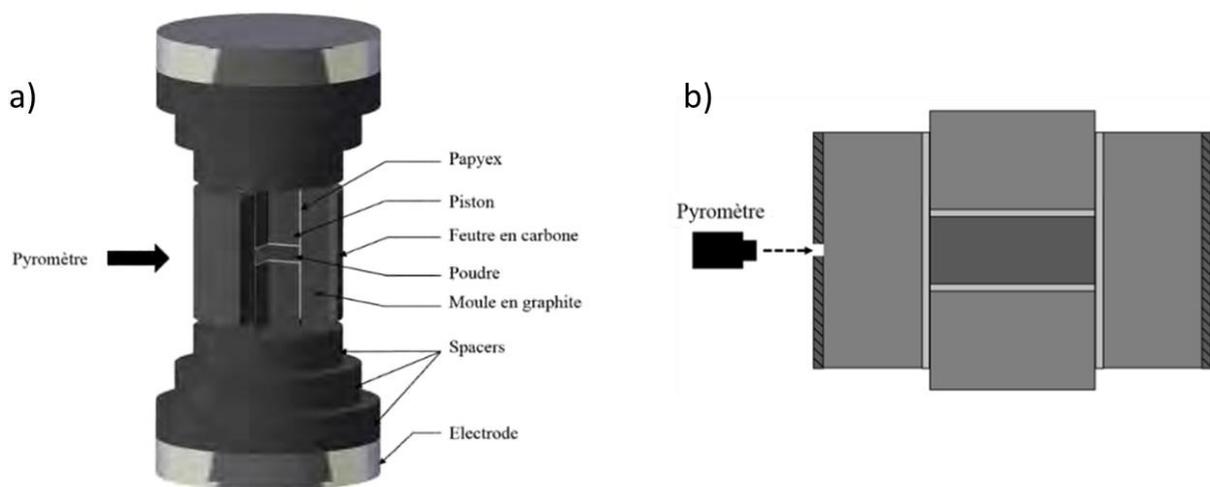


Figure 2 : a) Système d'encapsulation de la poudre et b) Mesure de la température, dans une machine Syntex 2080. [142]

II.3. Cycle SPS d'une pastille $\text{Ø}36\text{h}8\text{mm}$

Les consignes données à la machine pour la densification des poudres sont la température mesurée à la surface du moule en graphite et la force appliquée sur les pistons. La machine délivrera par la suite le courant nécessaire pour respecter la température de consigne. L'élaboration se fait sous vide moyen (10 – 20 Pa).

La figure 3 montre l'évolution classique de la température, de la pression et du déplacement des pistons en fonction du temps pendant la densification d'un échantillon Ø36h8mm. Le pyromètre utilisé ne détectant pas la température en dessous d'une valeur de 570°C, il n'y a pas de mesure de température lors des premières minutes de l'élaboration, le temps d'atteindre cette température. Par la suite, la montée en température se fait à une vitesse de 100°C/minute. À 75°C en dessous de la température maximale de consigne, on réduit la montée en température à 25°C/minute pour éviter un dépassement important de la température de consigne. Une fois cette température atteinte, on la maintient pour une durée de 2 minutes. Ce qui porte la durée totale de l'élaboration à environ 15 minutes. Durant toute cette période, on applique une force de 50,9 kN, ce qui correspond à une contrainte de 50 MPa sur les pistons. S'ensuit la coupure du courant provoquant le refroidissement de l'échantillon et la coupure de la pression.

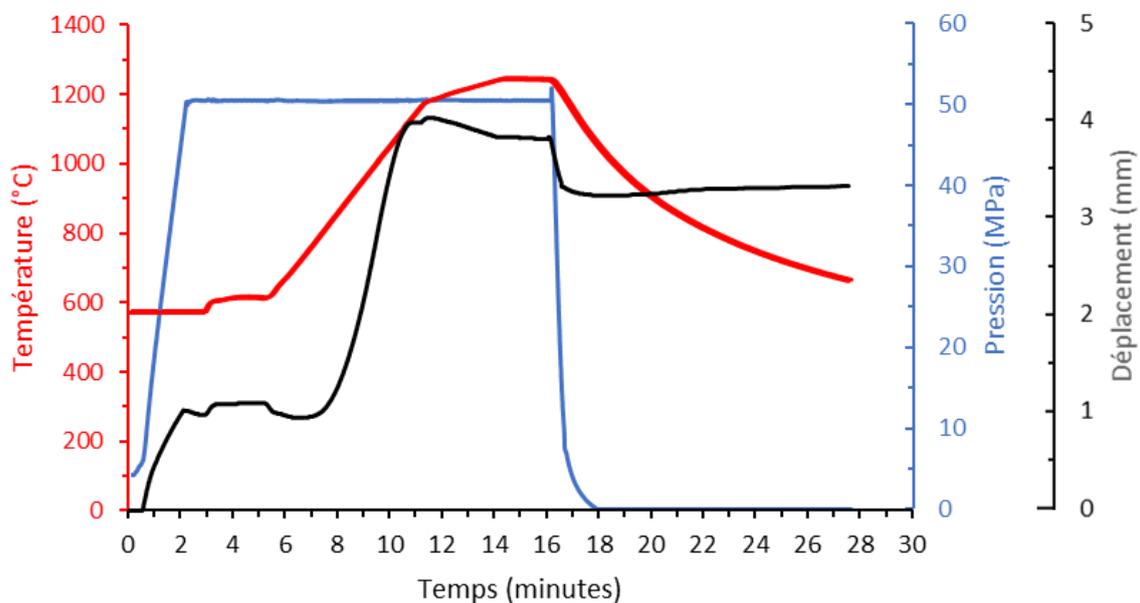


Figure 3 : Évolution des paramètres SPS en fonction du temps pour une pastille Ø36h8mm

III. Caractérisation du comportement macroscopique

Afin d'étudier le comportement macroscopique des différents alliages, nous avons procédé à des essais mécaniques de fluage et de traction sur l'ensemble des nuances étudiées au cours de ce projet, puis de compression sur deux d'entre elles. La morphologie des éprouvettes utilisées, et les conditions expérimentales des différents essais sont détaillées dans la suite.

III.1. Éprouvettes

Pour les essais de fluage et de traction, nous avons utilisé le même type d'éprouvette. Elles sont de géométrie cylindrique et d'une longueur de 28 mm. La partie utile a quant à elle un diamètre de 2,2 mm et une longueur de 10 mm (figure 4.c). Elles sont obtenues par carottage (figure 4.b) des pastilles Ø36h8mm (figure 4.a) suivi d'usinage. Ces éprouvettes ont été réalisées par l'entreprise SAFIM à Argenteuil. Pour les éprouvettes de compression (figure 4.d), des parallélépipèdes de dimension 3*3*7 mm sont découpés par électroérosion sur des chutes de carottage au CEMES.

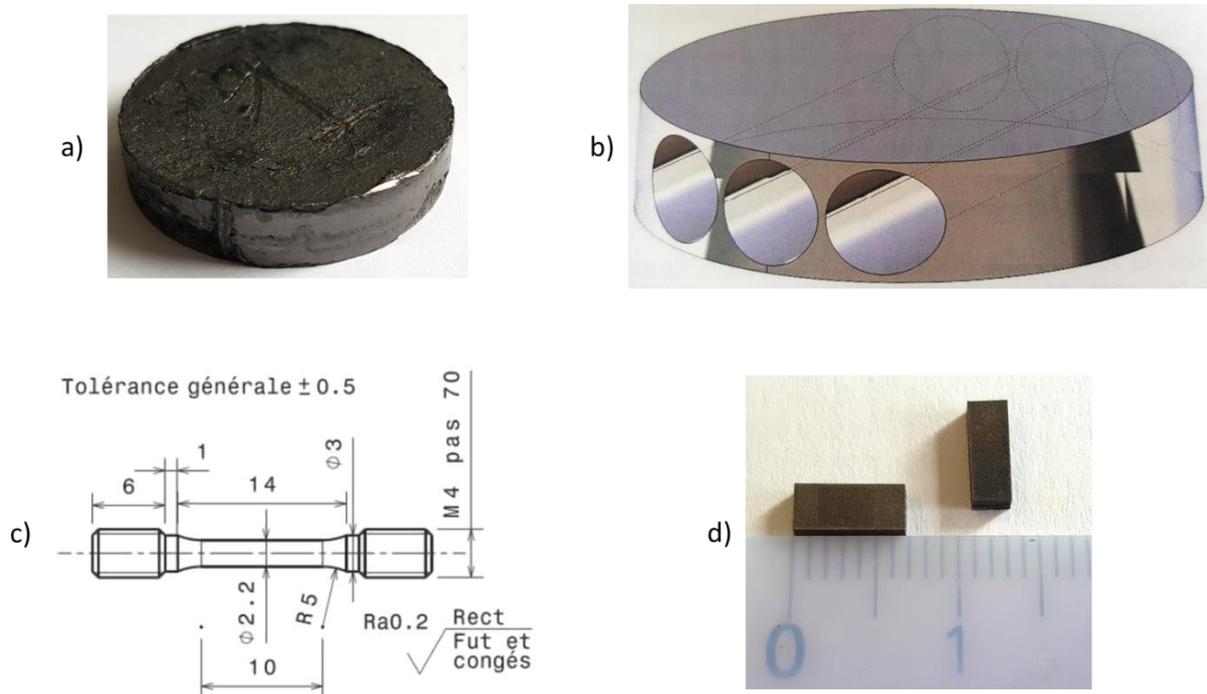


Figure 4 : a) Pastille SPS Ø36h8mm, b) Carottage de trois cylindres pour l'usinage des éprouvettes de traction / fluage [142], c) Dimensions d'une éprouvette de traction / fluage [142], d) Éprouvettes de compression

III.2. Essais de traction à température ambiante

Des essais de traction ont été réalisés à température ambiante ainsi qu'à haute température. Les essais à température ambiante ont été réalisés sur une machine Zwick Roell Z030 installée au CEMES. Les essais ont été conduits avec une vitesse de déformation de 10^{-4} s^{-1} , l'allongement des matériaux étant mesuré à l'aide d'un extensomètre à couteaux (figure 5).



Figure 5 : Système de traction de la machine Zwick Roell Z030

III.3. Essais de traction à hautes températures

Les essais de traction à haute température, réalisés à une vitesse de déformation de 10^{-4}s^{-1} pour des températures de 700°C , 800°C et 900°C , ainsi que les essais de compression, réalisés à des vitesses de déformations de 10^{-4}s^{-1} , 10^{-3}s^{-1} et 10^{-2}s^{-1} pour des températures de 800°C , 850°C et 900°C , ont été fait à l'ONERA Châtillon sur une machine Instron 5582. Ces essais mécaniques ont été effectués sur une machine peu rigide, ce qui apporte une contribution à la déformation mesurée, par le déplacement de la traverse de la machine, au cours des essais. Ainsi les courbes intègrent la déformation des échantillons et la déformation de la machine. Cette dernière contribution n'étant pas connue, elle n'a pas été soustraite des courbes. Par conséquent, la déformation est légèrement surestimée par rapport à la déformation réelle des éprouvettes.

III.4. Essais de fluage

Des essais de fluage ont été réalisés au CEMES et à l'ONERA sur des machines fonctionnant sur le même principe. La machine du CEMES est du type ADAMEL. L'électronique de cette machine datant des années 2000, elle a dû subir une importante rénovation, qui a été effectuée durant les premiers mois de la thèse.

Cette rénovation a consisté à revoir le protocole de mise en charge des échantillons. Des problèmes d'asservissement de la contrainte ayant été constatés, le système électronique a été

remplacé par un système mécanique. En particulier, la charge appliquée a été ré-étalonnée à l'aide d'un capteur de force. Par ailleurs, le système d'acquisition des données a été reprogrammé sous Python par le service électronique du CEMES.

Les essais de courtes durées sur les matériaux de microstructure gamma ont été réalisés au CEMES à une température de 800°C et une contrainte de 36 MPa. Les essais sur des matériaux de microstructure lamellaire, de plus longues durées, ont été effectués à l'ONERA, sur une machine de conception similaire à la nôtre. Pour ces essais, une température de 800°C et une contrainte de 200 MPa ont été appliquées.

III.5. Correction des courbes expérimentales

Sur l'ensemble des courbes des essais de traction, de fluage et de compression qui seront présentées dans le chapitre IV, des corrections qui prennent en compte l'évolution de la section des éprouvettes au cours de la déformation ont été effectuées à l'aide des expressions suivantes :

$$\sigma_{\text{vraie}} = \frac{F}{S_0} \left(1 + \frac{\Delta l}{l_0}\right) \text{ et } \varepsilon_{\text{vraie}} = \ln \left(1 + \frac{\Delta l}{l_0}\right)$$

Avec F, la force appliquée sur l'éprouvette, S₀, la section initiale, l₀, la longueur initiale, et Δl > 0 en traction, en fluage, et Δl < 0 en compression. On parlera ainsi de contrainte vraie et d'allongement vrai pour les différents essais.

IV. Caractérisations microstructurales

IV.1. Microscopie électronique à balayage (MEB)

Le premier microscope utilisé pour les investigations MEB est un Jeol 6490 avec un filament W qui a servi au contrôle des microstructures des alliages. Nous avons travaillé à des tensions comprises entre 10 et 20 keV, et les observations ont été effectuées avec les électrons rétrodiffusés.

Le deuxième microscope est un MEB FEG Thermofisher HELIOS. Ce microscope est équipé d'un détecteur de rayons X ce qui nous a permis d'utiliser la technique d'Energy Dispersive X-ray (EDX) pour analyser la composition chimique des différents alliages et des phases présentes après élaboration des matériaux. Des investigations par EBSD ont également été entreprises pour l'analyse des tailles de grains.

Pour les investigations par MEB, les échantillons doivent présenter un état de surface poli-miroirs. Le polissage s'effectue à l'aide d'une polisseuse Phoenix 4000 de Buehler. La première étape du polissage se fait avec du papier abrasif SiC d'une granulométrie 80 (200µm) à 2400 (10µm). Le papier SiC 80 permet de retirer la couche de papier graphite qui a adhéré à l'échantillon lors de l'élaboration SPS. Dans un deuxième temps, on affine le polissage avec des tapis de feutre et du spray diamanté, avec des particules de 6 µm à 1 µm.

IV.2. Microscopie électronique en transmission (MET)

L'ensemble des investigations MET ont été réalisées sur un Jeol 2010 à filament LaB6 avec une tension de 200 kV. Pour les différents besoins expérimentaux de cette thèse, nous avons utilisé plusieurs porte-objets. Un porte-objet simple tilt et un porte-objet qui permet la rotation des échantillons ont été utilisés lors des observations en MET *post mortem*. Un porte-objet double tilt chauffant et un porte-objet chauffant avec traction ont servi pour la réalisation des essais *in situ*.

IV.2.a. Préparation des échantillons

Les échantillons MET ont été prélevés dans la zone utile des éprouvettes de fluage des essais réalisés au CEMES. Le prélèvement s'est fait dans le sens de la longueur des éprouvettes qui correspond à l'axe de traction des éprouvettes (figure 6). Dans une éprouvette, une dizaine de parallélépipèdes peuvent être découpés par électroérosion. Ces parallélépipèdes sont ensuite affinés mécaniquement jusqu'à une épaisseur de 20 μm avec du papier abrasif SiC. L'étape finale se fait par polissage électrolytique dans une solution de type Struers A3. On obtient ainsi des échantillons MET de dimension 2,8 * 1 mm qui conviennent à tous nos porte-objets.

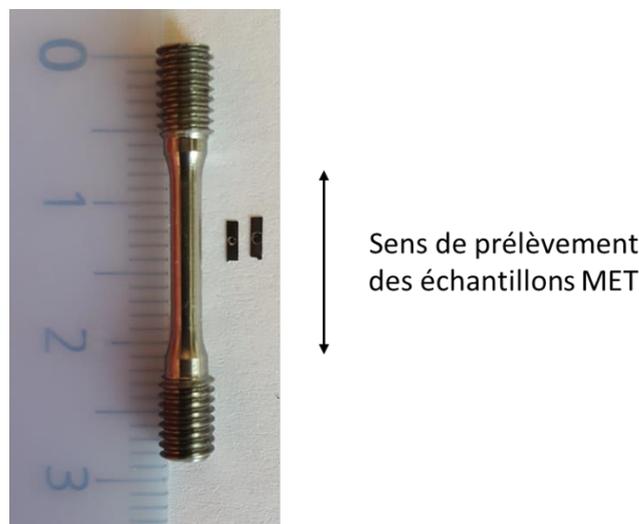


Figure 6 : Éprouvette de fluage / traction avec deux échantillons MET et le sens de prélèvement

IV.2.b. Investigations *post mortem*

En MET conventionnelle, nous réalisons des observations *post mortem* afin d'étudier la microstructure et les mécanismes de déformation. Ces études demandent de connaître l'orientation des grains, de déterminer le vecteur de Burgers des dislocations et de déterminer le plan d'habitat des dislocations.

- Orientation cristallographique des zones analysées :
 - Nous commençons par orienter le grain d'intérêt. L'orientation se fait en prenant des clichés de diffraction comme présentés sur les figures 7 a-c. À chaque cliché, on relève le tilt du microscope. Ensuite on mesure l'angle d'inclinaison entre une ligne verticale, en pointillés sur les figures 7a-d, qui représente l'axe Nord – Sud de la projection stéréographique, figure 7d, et la ligne de spots, représentée par un trait plein sur les figures 7 a-c. Si le tilt du microscope est positif, on mesure une inclinaison positive vers la droite, et inversement quand le tilt est négatif.
On détermine ensuite de quel type de direction sont issus les spots de diffraction. Pour cela on mesure la distance entre deux spots sur chaque cliché de diffraction et on fait le rapport des longueurs. Les valeurs obtenues sont ensuite comparées aux rapports théoriques entre distances interréticulaires, ce qui nous permet de déterminer les directions des différents clichés.

En exemple, si l'on prend la distance entre spots de deux clichés de diffraction que l'on nommera R_1 et R_2 . On fait le rapport de ces longueurs et l'on obtient une valeur X :

$$\frac{R_1}{R_2} = X$$

À présent, on compare la valeur X aux rapports de différentes distances interréticulaires :

$$\frac{d_{hkl}}{d_{h'k'l'}} = \frac{\sqrt{h'^2 + k'^2 + l'^2}}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} = X$$

La comparaison nous indique que le cliché de diffraction donnant la distance R_1 correspond à une direction de type hkl et le cliché donnant R_2 correspond à une direction de type $h'k'l'$.

Avec cette méthode nous avons déterminé que les spots des clichés de diffractions des figures 7 a-c correspondent respectivement à une direction de type $[100]$, à une direction $[110]$ et la direction $[001]$. Les deux derniers cas sont particuliers car il s'agit de clichés contenant des surstructures. Aux spots principaux s'ajoutent des spots secondaires à mi-distance entre deux spots principaux. Ils sont dûs à l'ordre chimique et correspondent à des directions particulières de la phase γ -TiAl. On cherchera à avoir au moins une surstructure pour fixer une direction.

- Pour tracer les projections stéréographiques, nous utiliserons le logiciel « Stereoproj ». Pour l'orientation des grains, nous indiquons au logiciel une direction, le tilt et l'inclinaison correspondante.

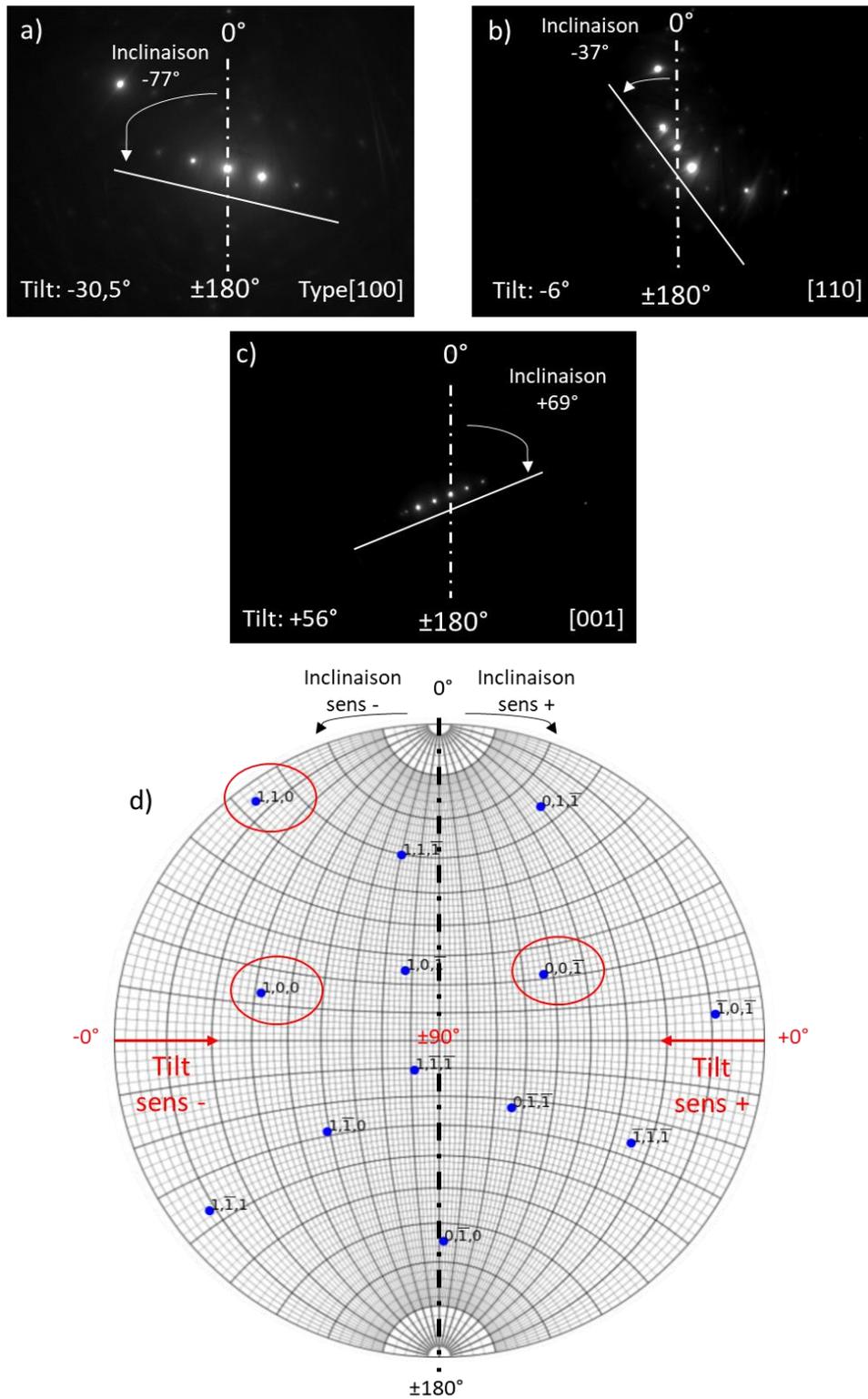


Figure 7 : a-c) Clichés de diffraction pour différents angles d'inclinaisons du microscope, d) Projection stéréographique correspondante aux clichés de diffraction. Les directions préalablement identifiées sont entourées en rouge

- Indexation des dislocations :

Le vecteur de Burgers des dislocations se détermine grâce au critère d'extinction :

$$\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$$

avec \vec{g} un vecteur de diffraction et \vec{b} le vecteur de Burgers.

Ce critère induit que lorsqu'on observe des dislocations avec un vecteur de diffraction \vec{g} perpendiculaire au vecteur de Burgers \vec{b} , les dislocations sont éteintes. Au microscope, on prendra alors des images des dislocations d'intérêt avec différents vecteurs de diffraction dont au moins deux, \vec{g}_1 et \vec{g}_2 , éteignent les dislocations. Sachant à la fois que \vec{b} est perpendiculaire à \vec{g}_1 et \vec{g}_2 , on peut déterminer \vec{b} .

Dans l'exemple illustré sur la figure 8, les dislocations notées A-D sont visibles sur le micrographe a) mais sont éteintes sur les micrographes b) et c), pour les directions $[1\bar{1}1]$ et $[00\bar{1}]$. Dans « Streoproj », on trace les plans $(1\bar{1}1)$ et $(00\bar{1})$, courbes rouge et bleu sur la projection stéréographique, figure 8.d. Ces deux plans s'intersectent pour la direction $[110]$ qui donne donc le vecteur de Burgers des dislocations A-D. Ainsi, ces dislocations sont des dislocations ordinaires $\vec{b} = \frac{a}{2} [110]$.

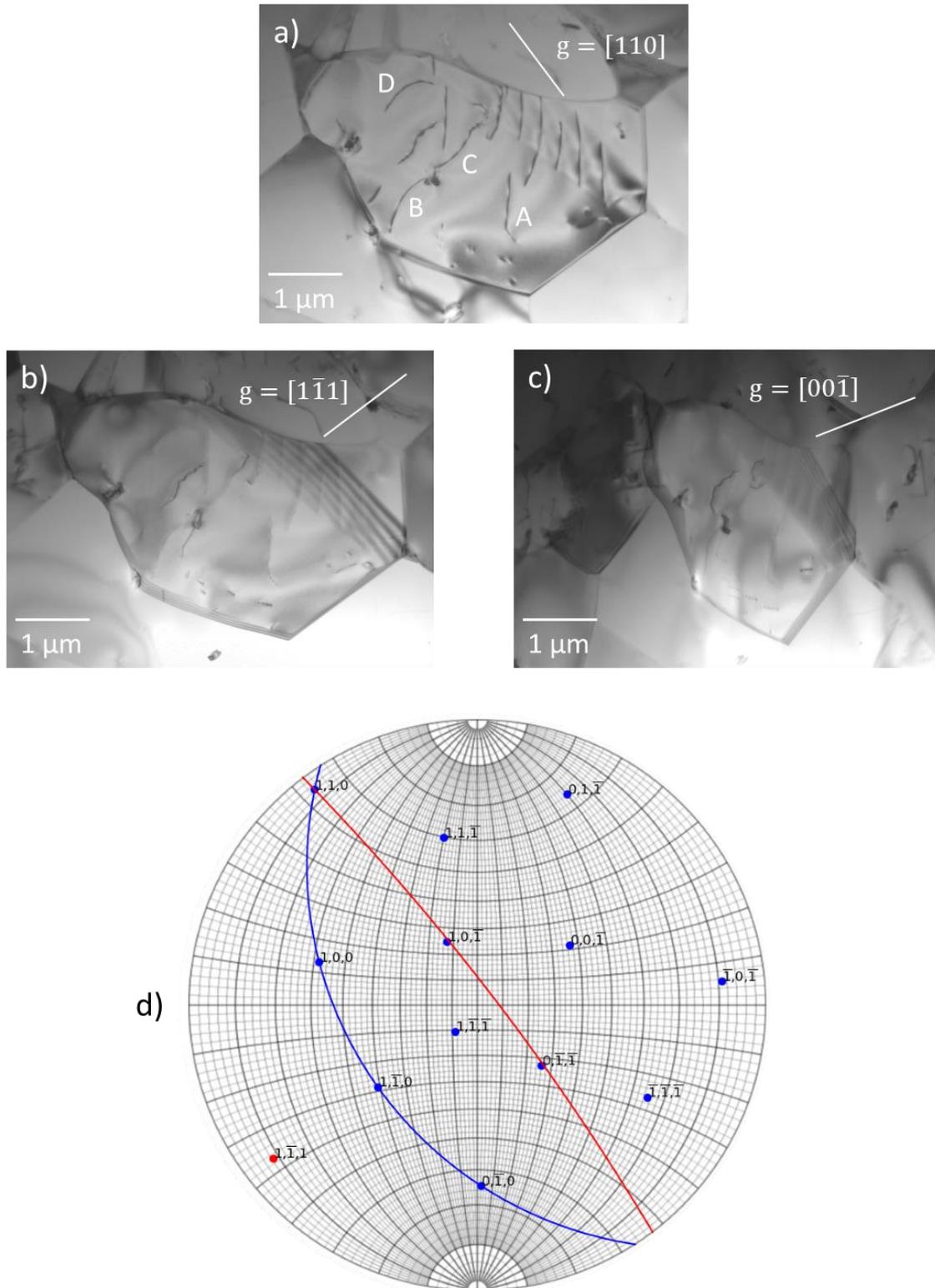


Figure 8 : Micrographie par MET d'un grain TiAl pour différents vecteurs de diffraction montrant les dislocations A-D en contraste (a) et éteintes (b-c). d) Projection stéréographique dans laquelle les plans $(1\bar{1}1)$ et $(00\bar{1})$ sont reportés, ce qui permet d'identifier le vecteur de Burgers $\vec{b} = \frac{a}{2} [110]$ à leur intersection

- Détermination des plans d'habitat des dislocations :

Dans le cas où la ligne d'une dislocation donnée se présente sous forme d'un segment de courbe, le plan contenant ce segment est celui dans lequel cette dislocation s'est déplacée. Il s'agit donc du plan d'habitat de cette dislocation.

Pour déterminer ce plan, deux méthodes sont possibles. La première consiste à incliner la lame mince jusqu'à ce que la ligne de la dislocation apparaisse rectiligne pour une certaine valeur d'angle de tilt (angle T_3 dans le cas représenté figure 9.a). Dans ce cas, le plan d'habitat est vu debout et il suffit alors de tracer le plan qui correspond à l'orientation du segment rectiligne, dans la projection stéréographique inclinée de l'angle de tilt obtenu.

La deuxième méthode repose sur le suivi de l'évolution de la largeur apparente de la ligne à différents angles de tilt. Pour cela, il est nécessaire que les points d'émergence de la ligne de dislocation soient situés sur la même face de la lame mince. À l'aide d'un porte-objet tilt rotation, les points d'émergence sont tout d'abord alignés avec l'axe de tilt du porte-objet (figure 9.b). Puis, la valeur w de la largeur projetée du segment de courbe est mesurée pour différents angles de tilt (figure 9.c). On peut montrer géométriquement que w suit la relation suivante :

$$w = w_0 * \cos (T+T_0)$$

avec w_0 largeur maximale, et T_0 tilt pour lequel le plan d'habitat est parallèle au plan de l'image. L'angle T_0 permet ainsi de reporter l'orientation du plan d'habitat sur la projection stéréographique.

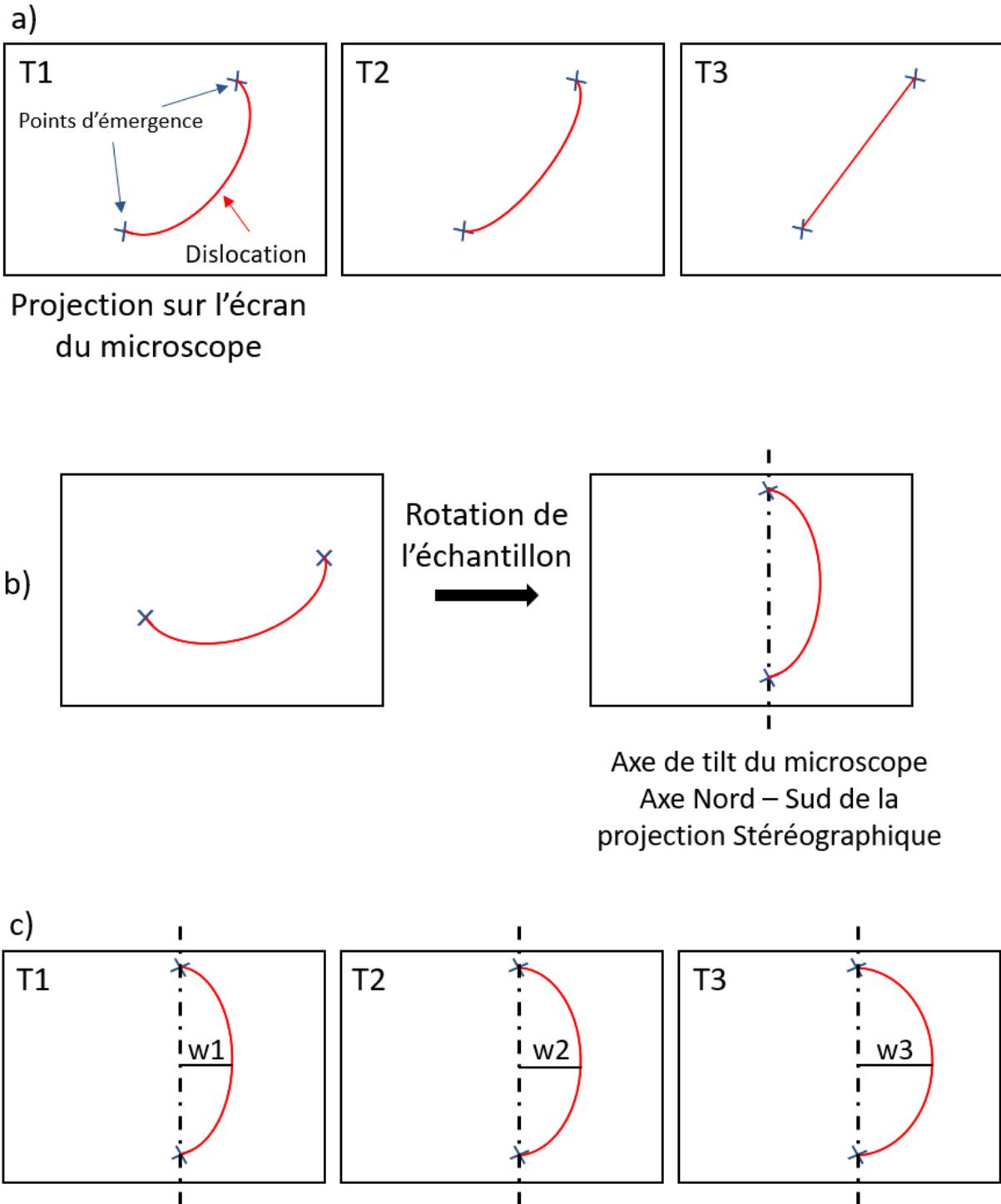


Figure 9 : a) Méthode d'inclinaison de la lame mince jusqu'à ce que la dislocation apparaisse rectiligne pour l'angle T3. b) Rotation de l'échantillon pour aligner les points d'émergences sur l'axe de tilt. c) Mesure de la largeur $w(i)$ pour un angle de tilt $T(i)$

IV.2.c. Investigations *in situ*

Dans le cadre de cette étude nous avons effectué des essais de chauffage et des essais de traction plus chauffage à l'aide des deux méthodologies suivantes.

- Expériences de chauffage *in situ* :

Ces expériences ont été réalisées à l'aide d'un porte-objet double tilt chauffant GATAN (figure 10). L'échantillon est vissé sur la nacelle du porte-objet (figure 11.a), entre deux rondelles de tantale de protection (figure 11.b). Notons qu'aux températures utilisées dans cette étude (700 – 900°C), la dégradation des lames minces est très rapide, ce qui limite le temps d'observation à une période de 5 à 10 minutes. De manière à ralentir cet effet de dégradation, on utilise un piège refroidi à l'azote liquide pour limiter la contamination.

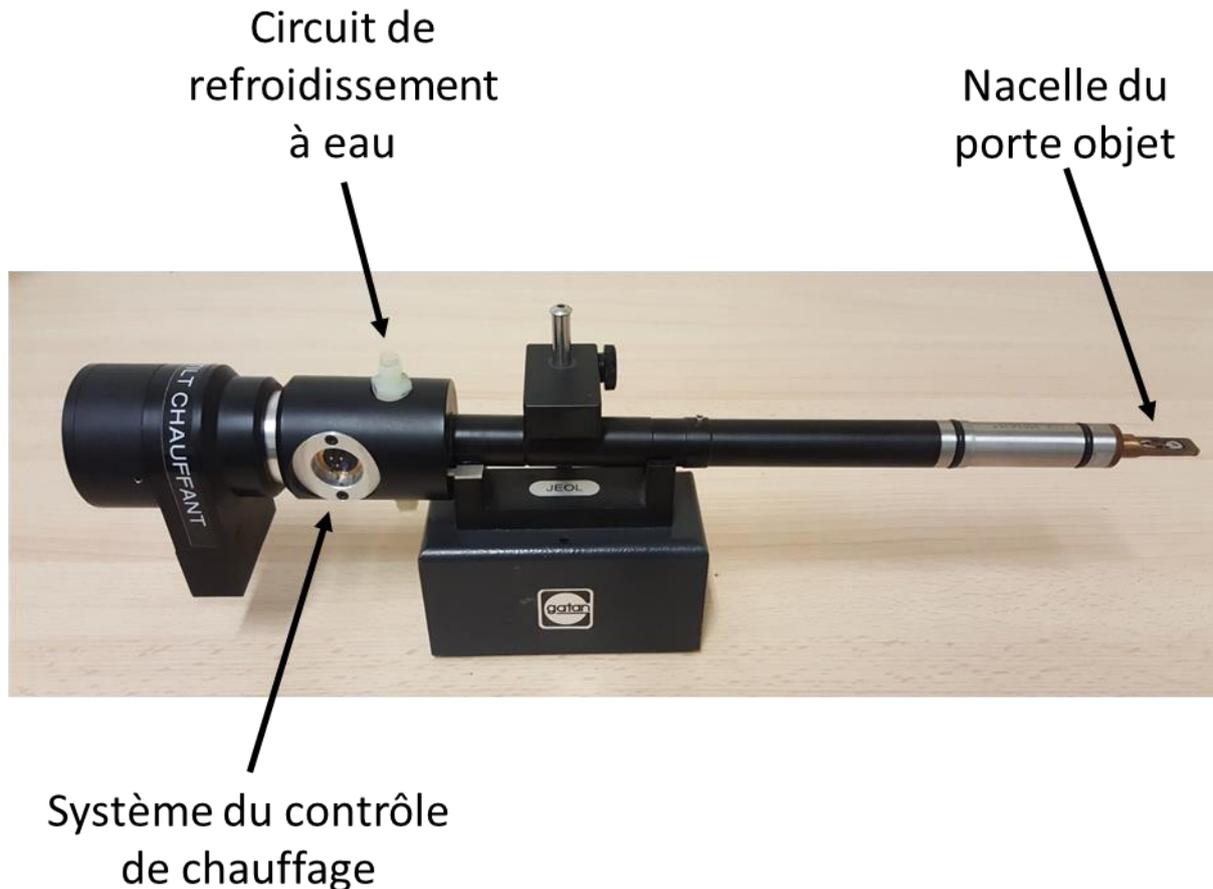


Figure 10 : Porte-objet double tilt chauffant GATAN

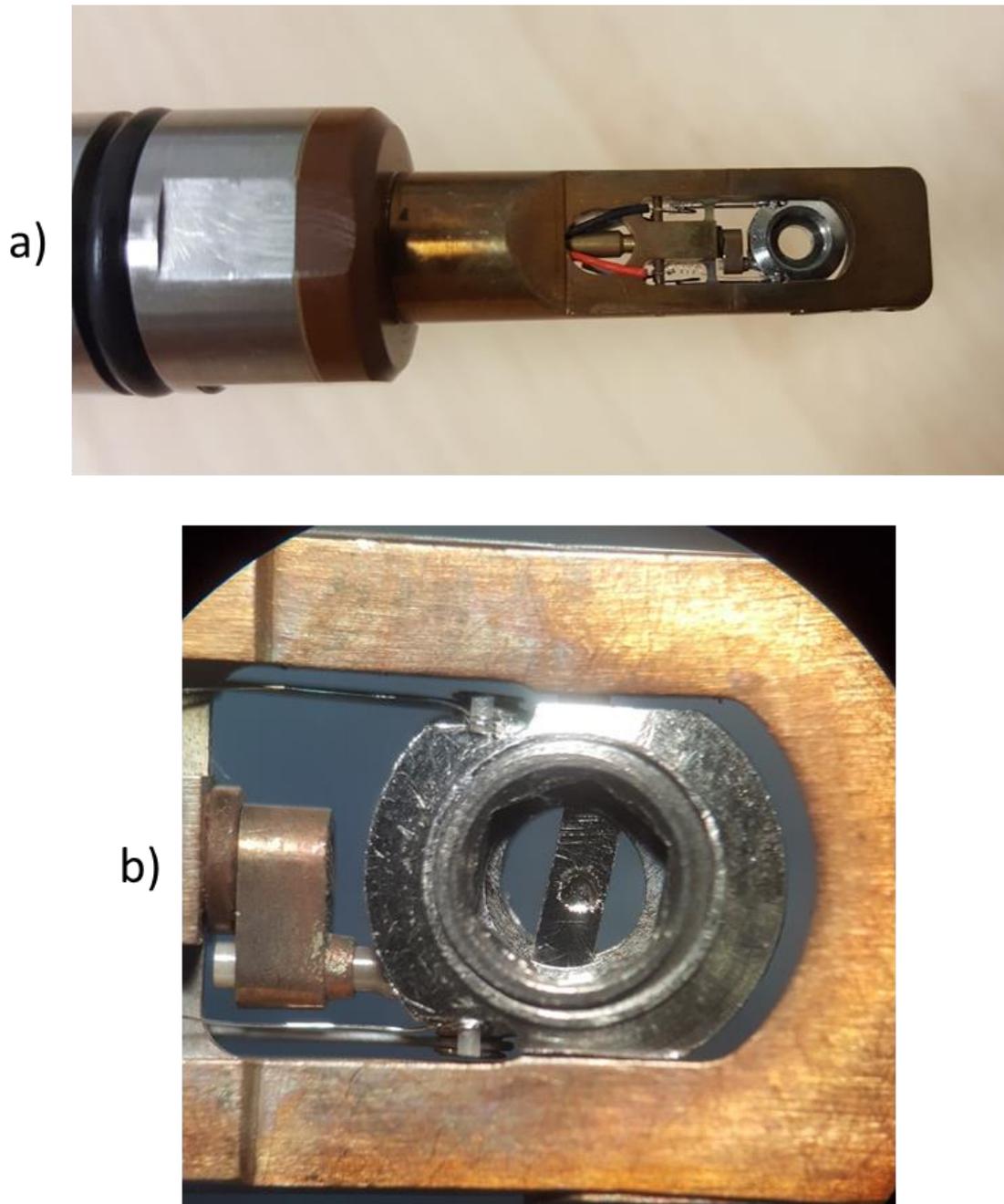


Figure 11 : a) Nacelle du porte-objet double tilt chauffant, b) échantillon vissé sur la nacelle

- Expérience de traction plus chauffage :

Dans ce cas nous avons utilisé une méthodologie et un porte-objet développés au CEMES. Les lames minces sont tout d'abord collées à l'aide d'un ciment réfractaire dans deux rondelles présentant une partie évidée dans l'épaisseur (figures 12.a-c).

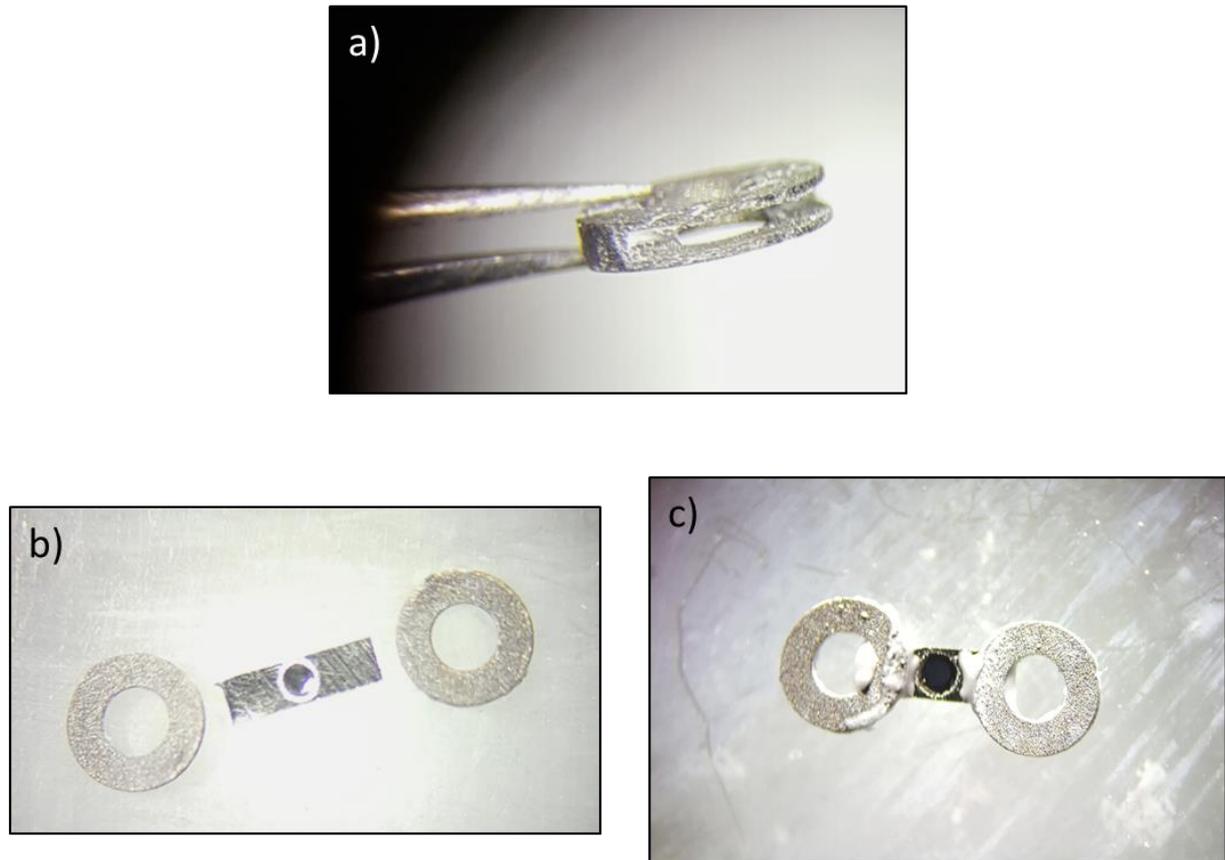


Figure 12 : a) Rondelle utilisée pour la préparation de l'échantillon, présentant sa partie évidée. lame mince avant (b) et après (c) collage dans les rondelles

Les échantillons sont ensuite fixés dans le porte-objet (figure 13.a) à l'aide de deux mors dont l'un est mobile et l'autre fixe (figure 13.b). L'ensemble est recouvert par une feuille de protection en tantale (figure 13.c). Le chauffage est réalisé à l'aide d'un fil de tungstène, inséré dans des céramiques de protection (figure 13.b), et parcouru par un courant. La traction est transmise à l'échantillon par le mors mobile à l'aide d'un système contrôlé par un moteur électrique (figure 13.a). Il est nécessaire de rattraper les jeux mécaniques avant de débiter le chauffage de l'échantillon, pour ne pas perdre trop de temps quand l'échantillon est à haute température. La température est fonction de la puissance électrique fournie au fil de tungstène, et a été étalonnée à l'aide de points de fusion de différents métaux.

Ces expérimentations sont délicates à mettre en œuvre. En effet, deux problèmes principaux peuvent se produire : le décollement de l'échantillon et la fissuration loin de la zone d'observation. Par ailleurs, la nécessité de rattraper rapidement les jeux à haute température est une contrainte expérimentale supplémentaire.

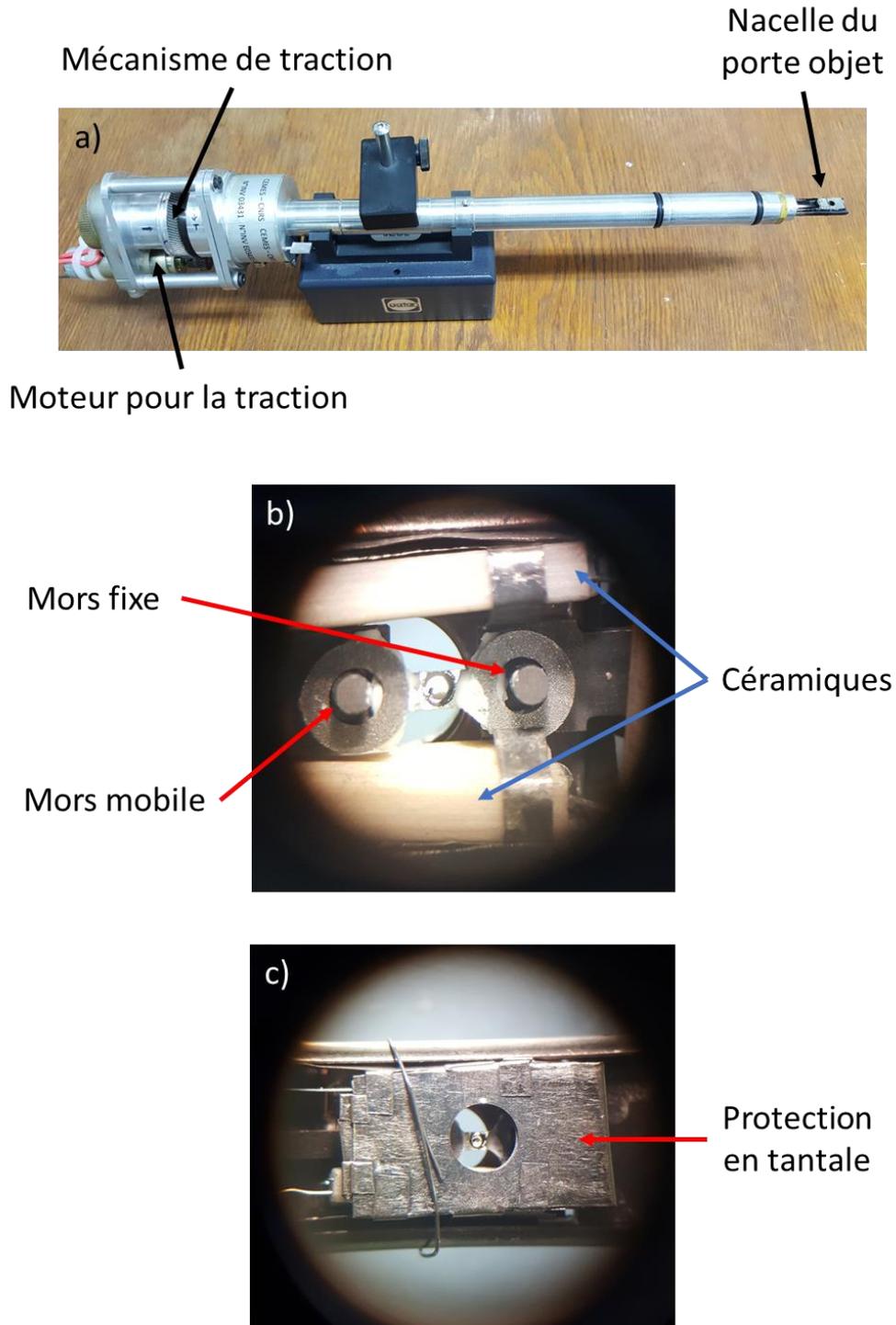


Figure 13 : a) Porte-objet traction chauffant, b) échantillon inséré dans les mors du porte objet, c) protection en tantale placée au-dessus de l'échantillon

V. Sonde atomique

Dans le cadre du projet HiTiAl, un échange a été organisé entre le CEMES et l'université de Leoben. L'objectif était d'étudier, au niveau atomique, l'influence du tungstène en solution solide sur le mouvement des dislocations par montée et par glissement. Pour cela nous avons identifié au préalable ces mécanismes par MET au CEMES dans plusieurs zones. Puis, des analyses par sonde atomique sur des pointes prélevées par FIB sur les zones repérées par MET, ont été effectuées par M. Musi à Leoben. Cet échange a bénéficié d'une subvention par le labex NanoX. Nous présentons succinctement ci-dessous les principales étapes de cette méthodologie.

La figure 14 donne un exemple de repérage de dislocations effectué par MET au CEMES, ainsi qu'une image de la même zone vue au FIB à Leoben. Le FIB utilisé est un Thermofisher Versa 3D.

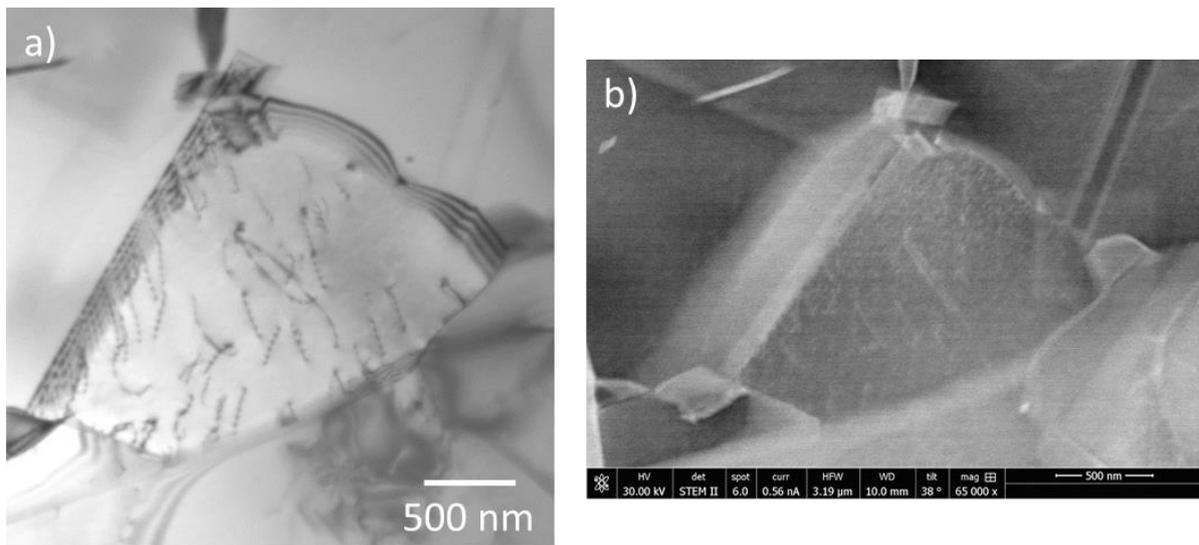


Figure 14 : a) Micrographie de repérage de dislocations par MET à Toulouse, b) micrographie de la même zone en FIB à Leoben

Les principales étapes de préparation de pointes pour analyse par sonde atomique sont les suivantes.

Tout d'abord, avant la préparation des échantillons au FIB, des grilles FIB doivent subir une préparation spécifique, visant à affiner en pointe l'extrémité des piliers (figure 15) par une procédure de polissage électrolytique.

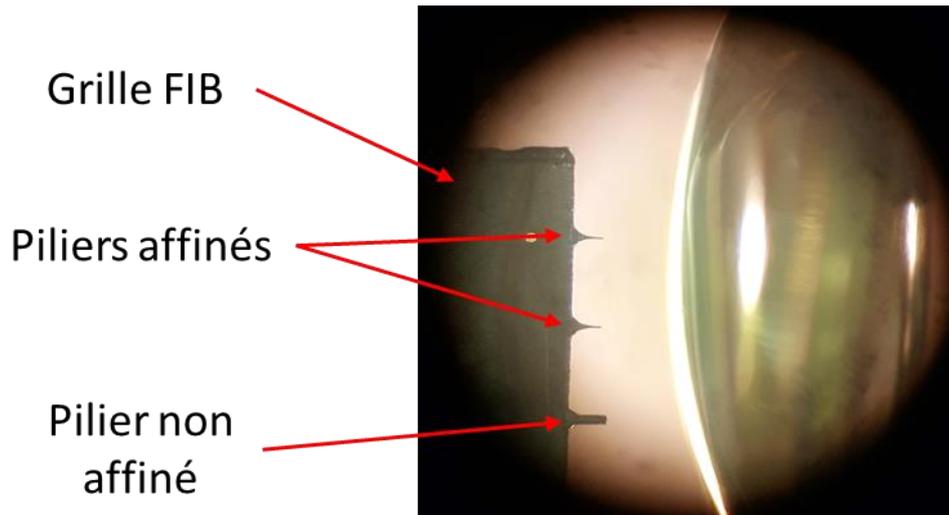


Figure 15 : Préparation d'une grille FIB en vue des expériences de sonde atomique

Puis, lors de la préparation par FIB d'une zone préalablement repérée par MET, un dépôt de platine est déposé afin de protéger cette zone du faisceau d'ions (figure 16.a), et une portion de la lame mince de MET est extraite à l'aide de l'omniprobe (figure 16.b).

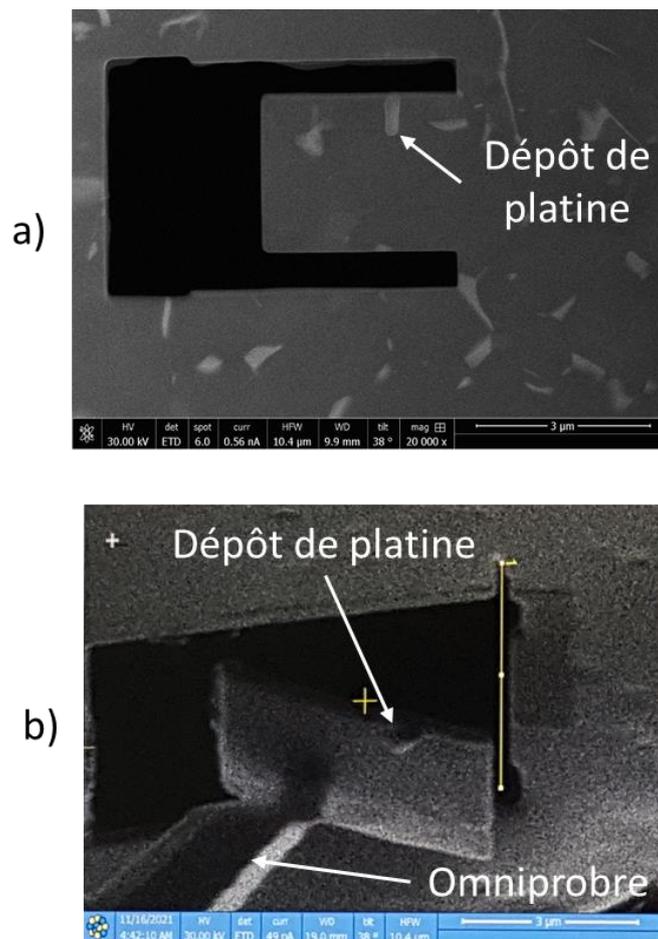


Figure 16 : a) Dépôt de la couche de platine et pré découpage de la zone repérée. b) Extraction de la zone à l'aide de l'omniprobe

Cette portion de la lame mince est ensuite collée à l'extrémité affinée d'un pilier de la grille de FIB (figure 17.a), et est finalement taillée en pointe dans les étapes de finition (figure 17.b).

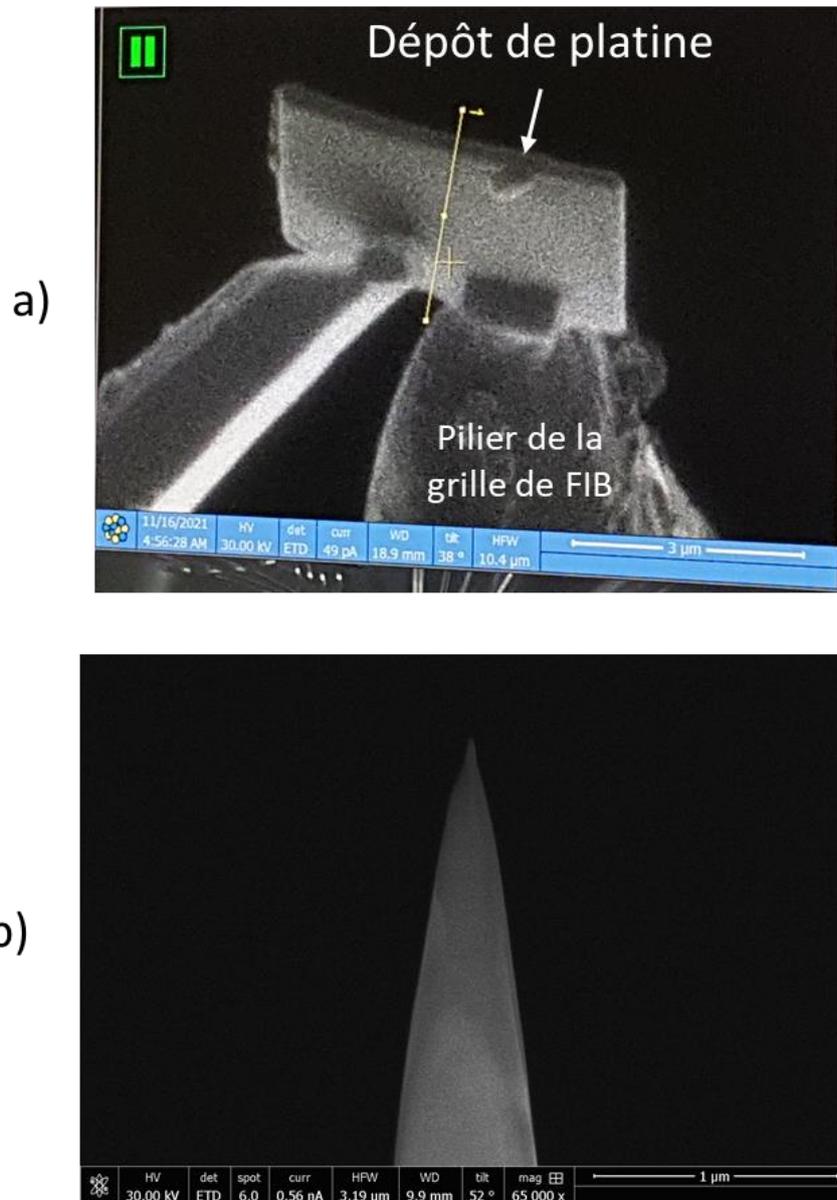


Figure 17 : a) Étape de collage de la zone d'intérêt sur un pilier d'une grille FIB. b) Micrographie MEB d'une pointe de sonde atomique finalisée

La pointe obtenue est ensuite observée par MET, de manière à contrôler la présence de dislocation dans la zone prélevée (figure 18). Enfin, l'échantillon est introduit dans l'appareillage de sonde atomique. La procédure d'analyse par sonde atomique, permettant d'obtenir un volume reconstruit tel que celui représenté figure 19, relativement complexe, ne sera pas détaillée ici. La durée typique d'acquisition de ce type de volume est d'environ 10 à 12 heures.

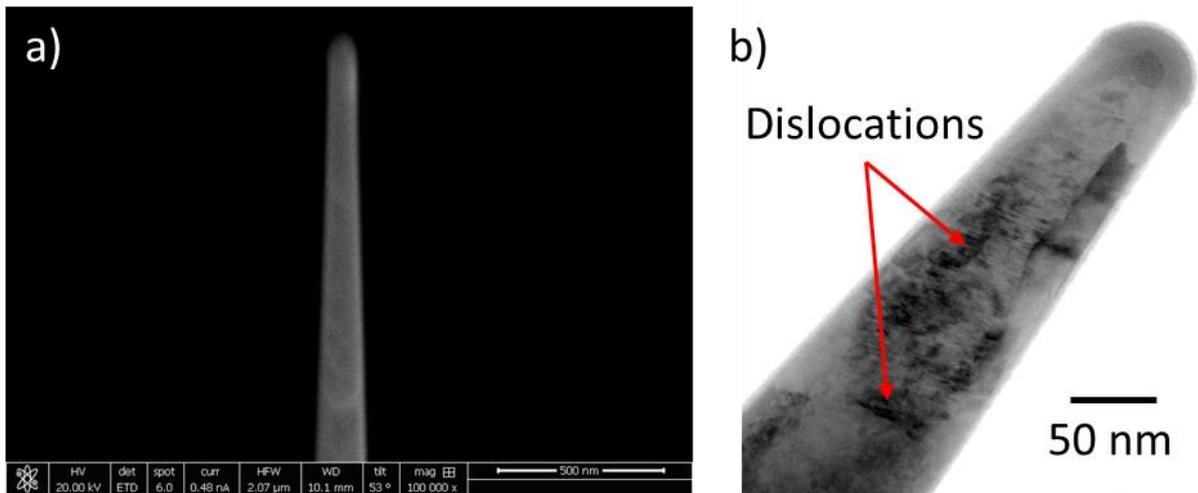


Figure 18 : a) Micrographe MEB d'une pointe de sonde atomique. b) Micrographie MET de la pointe. La présence de dislocations est confirmée au niveau des flèches rouges

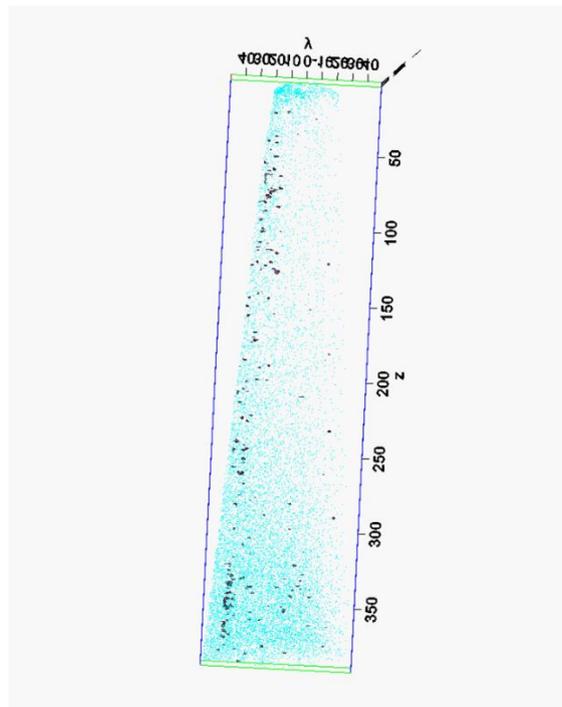


Figure 19 : Volume reconstruit d'une pointe de sonde atomique

Chapitre III :

Élaboration des matériaux

I. Introduction.....	61
II. Composition chimique des poudres pré-alliées	62
III. Observation et caractérisation des hétérogénéités dans GFE2	63
III.1. Présence d'hétérogénéités dans le matériau densifié.....	63
III.2. Observation des microstructures à chaque étape du procédé	64
III.2.a. Microstructure de l'électrode avant atomisation.....	64
III.2.b. Microstructure des particules de poudres	65
III.2.c. Microstructure des matériaux densifiés à partir des différents lots de poudres.....	67
III.3. Analyses chimiques locales.....	69
III.4. Discussion sur l'origine des hétérogénéités.....	72
IV. Contrôle de la quantité d'hétérogénéités au sein des poudres du projet.....	74
IV.1. Influence de la granulométrie des poudres.....	75
IV.2. Analyse de la composition chimique des poudres tamisées.....	77
IV.3. Synthèse et choix de la gamme de tamisage	79
V. Élaboration des microstructures de l'étude.....	80
V.1. Détermination des températures de densification SPS	81
V.2. Microstructures lamellaires et proche gamma élaborées	82
VI. Conclusion	88

I. Introduction

Lors des deux dernières décennies, de nombreuses études ont démontré l'intérêt des voies innovantes de la métallurgie des poudres, telles que le SPS ou la fabrication additive pour la production d'alliages TiAl de haute qualité. De tels procédés d'élaboration permettent en effet d'obtenir des microstructures présentant un affinement de la taille des grains par rapport aux alliages obtenus par des procédés conventionnels. Cet affinement est responsable d'un renforcement significatif des alliages. L'utilisation de la métallurgie des poudres s'accompagne également d'un effort sur le développement de nouvelles nuances pour l'optimisation des propriétés mécaniques aux températures de service. L'ajout d'éléments réfractaires, en substitution dans l'alliage, tels que le molybdène ou le tungstène, s'est imposée comme un moyen indispensable pour l'amélioration de la tenue à plus haute température des alliages TiAl, du fait de leur influence sur le renforcement de la solution solide.

Un des objectifs de cette thèse est d'obtenir une meilleure compréhension de l'effet du tungstène et du molybdène sur les propriétés des alliages TiAl, mais également de s'intéresser au rôle d'éléments plus légers, tels le silicium et le carbone, en insertion dans ces alliages. Ainsi, cinq alliages différents ont été élaborés par SPS au cours de ce projet : le premier alliage, qui sert de référence, est un alliage binaire TiAl. Ensuite, des alliages contenant du tungstène et du molybdène, notés respectivement TiAl-W et TiAl-Mo ont également été étudiés. Enfin, des nuances au tungstène contenant du silicium ou du carbone ont été élaborées : TiAl-WSi et TiAl-WC. Toutes les nuances élaborées contiennent également du bore, pour ses effets bénéfiques sur l'affinement des microstructures.

L'élaboration de ces nuances au SPS se fait par densification de poudres pré-alliées qui présentent la composition attendue de l'alliage. Ces poudres ont préalablement été obtenues par l'atomisation d'électrodes de compositions chimiques similaires à la composition des nuances désirées. Les électrodes et leur atomisation par le procédé sans creuset EIGA ont été réalisées par l'entreprise allemande GfE-GmbH. Toutefois, une étude préalable menée sur un lot de poudre de la nuance TiAlW-IRIS, obtenu dans le cadre d'un projet antérieur, a permis de mettre en évidence la présence d'hétérogénéités chimiques dans les matériaux densifiés à partir de poudre pré-alliées obtenues par le procédé d'atomisation EIGA, qui n'apparaissent pas avec d'autres procédés d'atomisation. Une attention particulière a donc été portée à la compréhension de la présence de ces hétérogénéités dans les alliages densifiés.

En attendant la livraison des poudres pré-alliées nécessaires à l'élaboration des nuances caractérisées au cours de cette thèse, une recherche poussée de l'origine des hétérogénéités tout au long du procédé de fabrication a été réalisée. Ainsi une caractérisation des microstructures et des compositions chimiques obtenues à l'issue de chaque étape du processus d'élaboration a été menée sur cette nuance TiAlW-IRIS. La première partie de ce chapitre est consacrée à la présentation des résultats obtenus lors de cette étude et propose une explication à la présence des hétérogénéités lors de l'utilisation du procédé EIGA pour l'atomisation des électrodes. Dans la suite du chapitre, la démarche expérimentale choisie pour limiter l'introduction de ces hétérogénéités dans les matériaux densifiés utilisés au cours de cette thèse est présentée. Enfin, les différentes microstructures obtenues pour l'ensemble des nuances caractérisées au cours de ce projet sont détaillées.

II. Composition chimique des poudres pré-alliées

Comme précisé précédemment, les nuances caractérisées dans cette étude ont été élaborées par un procédé en trois étapes successives : une coulée centrifuge des électrodes, une atomisation des poudres par le procédé EIGA et une étape de densification par SPS. Les électrodes ont par ailleurs été produites chez GfE-GmbH [153] et se présentent sous la forme de cylindre de 50 mm de diamètre. Une attention particulière est portée au contrôle de la chimie de l'alliage, y compris le niveau d'impureté, ainsi qu'à l'homogénéité du lingot.

Le tableau 1 présente les compositions chimiques spécifiées pour les cinq nuances d'alliages élaborées au cours de cette thèse. Ces compositions sont comparées à celles réellement obtenues pour l'ensemble des poudres après le procédé d'atomisation EIGA. La détermination de ces compositions a été réalisée par spectroscopie de fluorescence X et par ICP. Il apparaît que les compositions des poudres des nuances TiAl et TiAl-Mo sont très proches des spécifications attendues. En ce qui concerne les alliages au tungstène, les trois poudres présentent un taux d'aluminium proche de 46 %at. au lieu des 48 %at. attendus. Cet écart provient d'une difficulté inhérente aux atomisations d'alliage TiAl pour lesquels une évaporation préférentielle de l'aluminium, difficile à maîtriser, peut être observée. Néanmoins, en raison de la lourdeur des élaborations par atomisation, nous avons choisi de conserver ces lots de poudre en dépit de ces fluctuations non négligeables. En ce qui concerne les éléments d'alliages dont nous souhaitons étudier l'influence (Mo, W, C, Si), les teneurs mesurées sont proches des spécifications du projet. Une teneur en tungstène et en molybdène de l'ordre de 2%at. a été visée pour ce projet : un tel taux permet de profiter des propriétés de ces éléments sur le durcissement de la solution solide, tout en évitant une trop grande précipitation de la phase β_0 susceptible de fragiliser les alliages TiAl. Nous notons cependant un écart significatif de la teneur en bore sur la nuance binaire TiAl, mais sa concentration reste conforme à la valeur attendue pour les autres alliages.

Référence	TiAl	TiAl-Mo	TiAl-W	TiAl-WSi	TiAl-WC
Composition chimique demandée (%at.)	Ti-48Al-0.2B	Ti-48Al-2Mo-0.2B	Ti-48Al-2W-0.2B	Ti-48Al-2W-0.3Si-0.2B	Ti-48Al-2W-0.15C-0.2B
Composition chimique obtenue (%at.)	Ti-48.4Al-0.1B	Ti-48.7Al-2.1Mo-0.2B	Ti-46.3Al-2.2W-0.2B	Ti-46.3Al-2.2W-0.3Si-0.2B	Ti-46.5Al-1.9W-0.2C-0.3B

Tableau 1 : Comparaison entre les compositions chimiques spécifiées pour les différentes nuances du projet et les compositions obtenues pour l'ensemble des poudres livrées.

Les poudres de compositions chimiques désirées n'ont pas été disponibles tout de suite au début de la thèse, mais une étude préliminaire sur une nuance de poudre TiAlW-IRIS (que nous noterons GFE2), obtenue par le procédé d'atomisation EIGA et qui présente une composition nominale identique à la nuance TiAl-W du projet, a permis de révéler la présence d'hétérogénéités chimiques après densification SPS. Ce lot de poudre a été obtenu après atomisation d'une électrode GFE2 dont la composition chimique est précisée dans le tableau 2. L'atomisation de cette électrode par le procédé EIGA a été réalisée à Geesthacht en Allemagne

par l'entreprise Helmholtz-Zentrum. Par la suite, nous détaillons l'observation de ces hétérogénéités dans la nuance GFE2 et l'analyse qui a été réalisée dans le but de comprendre leur origine.

	Ti	Al	W	B		Nb	Cu	Ni	Cr	Fe	Si	C	O	H	N
	% atomique												ppm		
GFE2	48.46	48.50	1.79	0.07		0.73	0.01	0.01	0.01	0.04	0.27	0.11	1200	120	10

Tableau 2 : Composition chimique de l'électrode GFE2

III. Observation et caractérisation des hétérogénéités dans GFE2

III.1. Présence d'hétérogénéités dans le matériau densifié

La figure 1 compare les microstructures obtenues après densification à 1350°C de lots de poudre TGA et GFE2. Dans le cas du lot GFE2 (figure 1.b) de nombreuses zones d'apparences plus claires sont visibles et correspondent à la présence d'hétérogénéités chimiques et microstructurales. En comparaison, la figure 1.a présente une microstructure densifiée à 1350°C dans les mêmes conditions SPS à partir d'une poudre de composition proche de la nuance GFE2 mais qui a été obtenue par un procédé d'atomisation TGA (Titanium Gaz Atomisation) par la société CRUCIBLE/ATI à Pittsburg. Ces observations montrent que la microstructure densifiée à partir de la poudre TGA ne présentent pas les mêmes hétérogénéités que l'on peut observer sur la microstructure densifiée à partir de la poudre EIGA.

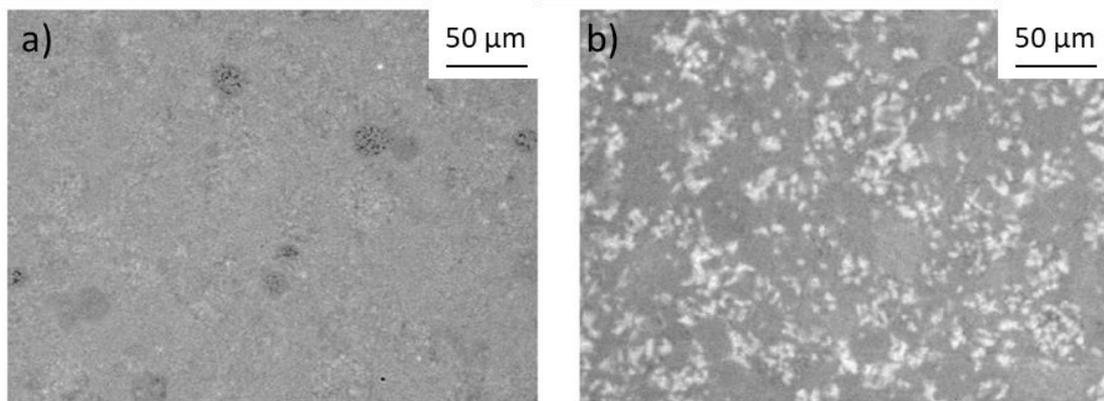


Figure 1 : a) EIGA Microstructure de l'alliage densifié à partir de la poudre TGA. b) Microstructure de l'alliage densifié à partir de la poudre GFE2. La densification des deux alliages et les observations ont été réalisées dans les mêmes conditions expérimentales

La présence de ces hétérogénéités chimiques peut être un paramètre limitant pour le contrôle de la microstructure des matériaux densifiés. Il nous a donc semblé important d'identifier leur origine afin de limiter leur impact. Dans cette optique, nous avons observé le matériau à chacune des étapes du procédé d'élaboration : l'électrode avant atomisation, la poudre obtenue par EIGA, et le matériau densifié.

III.2. Observation des microstructures à chaque étape du procédé

III.2.a. Microstructure de l'électrode avant atomisation

Pour analyser l'origine de ces hétérogénéités une atomisation contrôlée de l'électrode GFE2 a été réalisée. La figure 2 présente l'électrode GFE2 avant atomisation. Six lots de poudres différents ont été obtenus à partir de cette électrode. Ces lots de poudres diffèrent par leur emplacement dans le barreau (L1 à L6) ainsi que par la vitesse d'alimentation choisie au cours du procédé EIGA (16 kg/h pour les emplacements L1, L3 et L5 et 45 kg/h pour L2, L4 et L6). Les lots de poudres correspondants sont dénommés BL1, BR2, BL3, BR4, BL5 à BR6 par la suite (les lettres L et R désignent respectivement une atomisation lente ou une atomisation rapide de l'électrode).

La macrostructure de l'électrode visible sur la figure 2.a révèle la présence de grains colonnaires présentant une croissance radiale à partir de la surface en contact avec le moule froid. La zone centrale de l'électrode possède quant à elle une microstructure équiaxe dont la taille tend à augmenter avec la distance à la pointe de l'électrode. Une telle microstructure est typique des alliages TiAl coulés, aussi bien pour les alliages péritectiques [153] que pour les alliages β -solidifiés [128]. Les figures 2.b à 2.e montrent quant à elles les variations de microstructure du centre de l'électrode vers la surface. Que la microstructure soit équiaxe ou colonnaire, une microstructure dendritique est observée. De plus, il apparaît que cette microstructure dendritique est de plus en plus fine à mesure que l'on se rapproche de la surface de l'électrode, avec une diminution progressive de la taille des dendrites. La composition chimique à ces quatre emplacements a été mesurée par MEB-EDX. Les résultats de ces analyses sont reportés sur le tableau 3. Il apparaît que la teneur en tungstène ne varie pas le long de l'axe radial de l'électrode alors qu'un léger appauvrissement en titane vers la surface de l'électrode est mis en évidence.

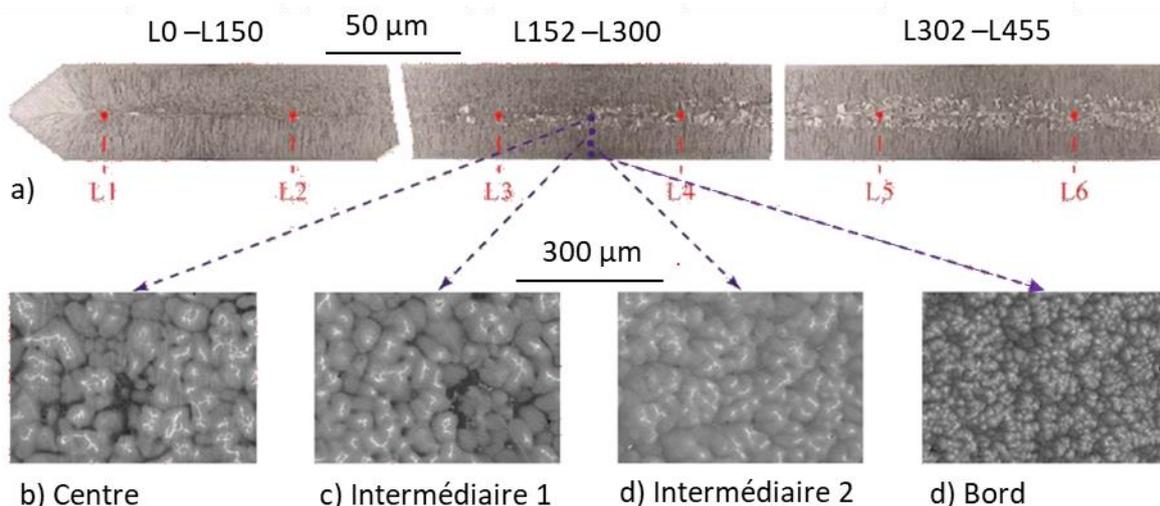


Figure 2 : a) Macrostructure de l'électrode le long du cylindre. Les différentes zones L1 à L6 dont sont issus des différents lots de poudres indiqués. b-e) Évolution de la microstructure le long de l'axe radial de l'électrode

	Ti	Al	W
Localisation (b) – Centre	48.6	48.6	2.0
Localisation (c) – Intermédiaire 1	48.6	48.7	1.9
Localisation (d) – Intermédiaire 2	48.5	48.8	1.9
Localisation (e) – Bord	47.6	49.6	1.9

Tableau 3 : Évolution de la composition chimique (% at.) à différentes localisations le long de l'axe radial. Les différentes positions sont les mêmes que celles repérées sur la figure 2b) à 2e).

Afin de contrôler l'homogénéité de la composition chimique de l'électrode avant le procédé d'atomisation, la composition chimique des zones L1 à L6 a été mesurée par ICP et IGA. Les résultats obtenus, présentés sur la figure 3, indiquent que la composition chimique ne varie pas sur toute la longueur de l'électrode.

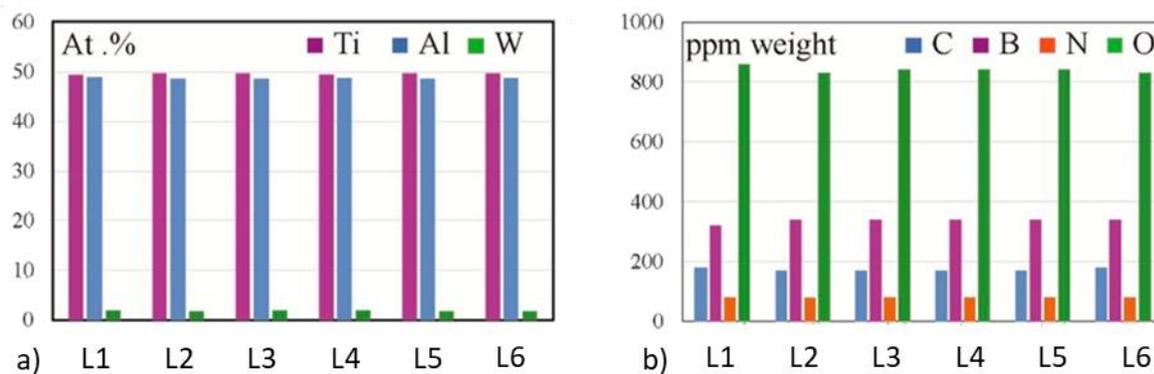


Figure 3 : Composition chimique des zones labellisées L1 à L6 de l'électrode GFE2

III.2.b. Microstructure des particules de poudres

Dans la suite de cette étude, une observation des particules de poudres obtenues après atomisation EIGA de l'électrode GFE2 a été réalisée. Afin d'observer ces particules au MEB, il est nécessaire de les enrober au préalable dans de la résine conductrice puis de les polir mécaniquement.

La figure 4 montre les observations réalisées sur les poudres issues des lots BR2 et BL5, avec une vitesse d'alimentation de 45 kg/h et 16 kg/h respectivement. Dans les deux cas, les particules de poudre obtenues présentent majoritairement une forme sphérique (figure 4.a et 4.b). Leur microstructure est constituée d'une microstructure dendritique bien mise en évidence sur les figures 4.c et 4.d. Une telle microstructure dendritique est conforme à celle couramment observée dans les poudres de TiAl atomisées au gaz et contient une grande fraction de phase hors équilibre α/α_2 [35,154,155]. Sur les figures 4.a et 4.c, la microstructure des particules observées présente des zones claires dont la taille est d'environ 20 μm . Ces zones claires ont des contours bien définis qui sont souvent bordés d'une bande grise (indiquée par une flèche sur la figure 4.c). Il est toutefois important de souligner que de telles zones claires ne sont pas présentes dans toutes les particules. En revanche, lorsqu'une particule de poudre contient des zones claires, elles sont généralement nombreuses au sein de la particule.

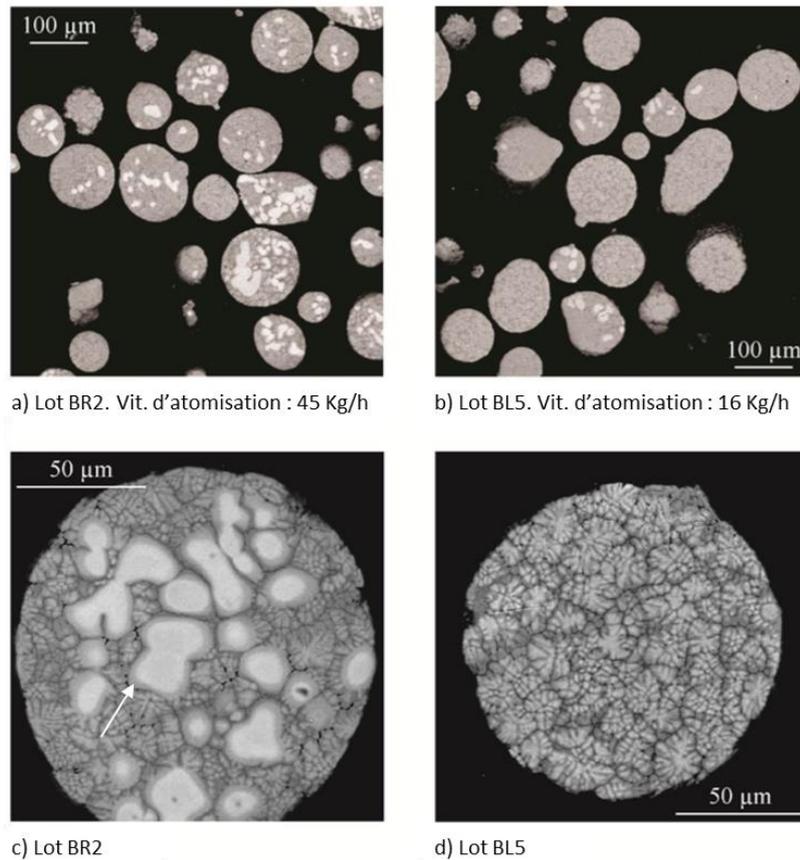


Figure 4 : Observations MEB des particules de poudres a) et b) à faible grandissement pour les lots BR2 et BL5 respectivement et c) et d) à fort grandissement pour les lots BR2 et BL5 respectivement.

Lorsque l'on compare les micrographies observées sur les poudres issues du lot BR2 et sur le lot BL5, il apparaît que le nombre de zones claires est plus élevé dans la poudre BR2 atomisée à plus haute vitesse. Afin de quantifier cette différence, une méthode de post-traitement d'analyse d'image a été mise au point et appliquée à l'aide du logiciel ImageJ. Cette démarche est illustrée sur la figure 5 avec les particules de poudre de la figure 5.a : les particules sont délimitées par seuillage d'image (figure 5.b) et celles contenant des zones claires sont isolées manuellement (figure 5.c). La fraction surfacique des zones claires est alors mesurée par seuillage et comptage des pixels noirs (figure 5.d).

Les résultats obtenus pour les lots BR2 et BL5 sont donnés dans le tableau 4. Cette analyse, effectuée sur ces deux lots de poudre, confirme de manière quantitative qu'à la fois le nombre mais aussi la fraction surfacique des zones claires sont environ deux fois plus élevés dans la poudre BR2 atomisée à vitesse élevée que dans la poudre BL5 atomisée plus lentement.

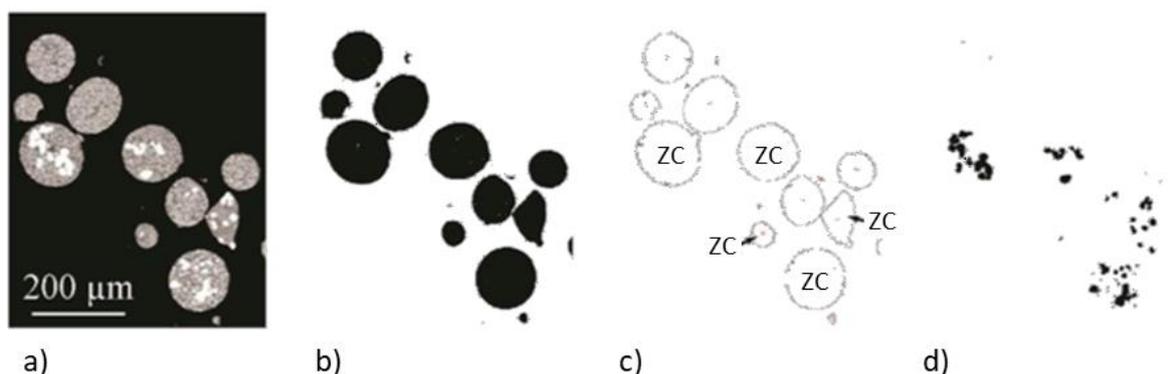


Figure 5 : Illustration de la méthode de seuillage utilisée à l'aide du logiciel ImageJ pour la détermination de la fraction surfacique d'hétérogénéités présentes dans les particules de poudres.

	Nombre de particules (%)	Fraction surfacique (%)
BL5 – Vit. d'atomisation: 16 Kg/h	35	5.4
BR2 - Vit. d'atomisation: 45 Kg/h	65	11

Tableau 4 : Résultats des mesures quantitatives sur la proportion de zone claires dans les lots de poudre BR2 et BL5

III.2.c. Microstructure des matériaux densifiés à partir des différents lots de poudres

Grace à nos observations, nous avons pu mettre en évidence la présence de zones claires dans les particules de poudre obtenues après un procédé d'atomisation EIGA. La distribution et la fraction surfacique de ces zones est dépendante de la vitesse d'alimentation choisie lors du procédé d'atomisation. Nous nous sommes alors attachés à observer les matériaux densifiés à partir de ces poudres, afin de déterminer l'influence de ces différences de répartition sur le matériau final. La température de densification au SPS a été choisie de manière à obtenir une microstructure lamellaire.

La figure 6 présente la microstructure des échantillons densifiés au SPS à partir des différents lots de poudre BL3, BL5 (16 kg/h) et BR2, BR4, BR6 (45 kg/h). Ces observations MEB révèlent une densité plus élevée de zones brillantes dans les matériaux densifiés à partir de poudres atomisées à haute vitesse d'alimentation. Ainsi, il apparaît clairement que la vitesse d'alimentation influe à la fois sur la quantité de zones claires dans les poudres et dans les matériaux densifiés à partir de ces poudres.

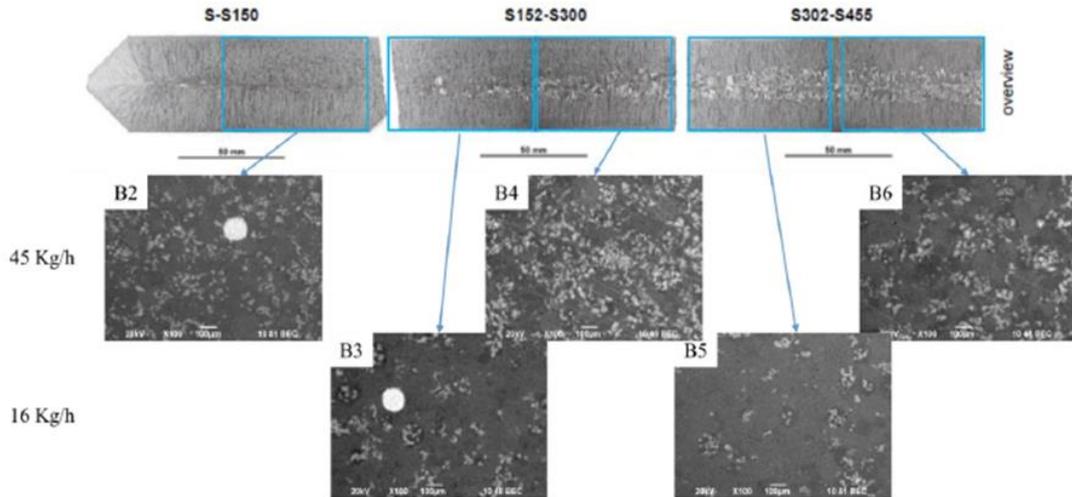


Figure 6 : Microstructures des matériaux densifiés à partir de l’atomisation de cinq parties de l’électrode GFE2. Les images B2, B4 et B6 proviennent de zones du barreau atomisées à une vitesse de 45 kg/h. Les images B3 et B5 proviennent de zones atomisées à 16 kg/h.

Une évaluation quantitative de ces observations à une nouvelle fois été réalisée par le biais de traitements d’images avec le logiciel ImageJ et une démarche similaire à celle présentée pour l’étude des particules de poudre. La fraction surfacique de ces zones claires a ainsi pu être mesurée sur les matériaux densifiés. Pour chaque échantillon étudié, les mesures de fractions surfaciques ont été réalisées à cinq positions différentes : au centre de la pastille SPS et à quatre positions à mi-rayon à 90° l'une de l'autre. Les résultats obtenus pour l’ensemble des lots de poudres sont résumés dans le tableau 5 et confirment une densité de zones claires environ trois fois plus élevée dans les échantillons densifiés à partir la poudre atomisée à haute vitesse d'alimentation. La valeur relativement faible de l'écart type indique quant à elle une répartition homogène de ces zones claires dans le matériau densifié.

Lot de poudre	BL1	BR2	BL3	BR4	BL5	BR6
Fraction surfacique (%)	1.2	13.8	4.6	16.7	6.1	11.2
Ecart type	0.54	0.94	0.34	1.54	0.42	1.14

Tableau 5 : Résultats des mesures quantitatives de fraction surfaciques de zones claires dans les lots de poudre BL12 à BR6.

Par ailleurs, la figure 7 présente à plus fort grandissement certaines hétérogénéités dans le matériau SPS obtenu après densification des poudres du lot BL5 (16 kg/h). Il apparaît que plusieurs zones brillantes sont concentrées dans des zones plutôt circulaires, ce qui témoigne du fait qu’elles pourraient être issues d’anciennes particules de poudre. Les bordures de ces zones sont plutôt diffuses et semblent être connectées lorsqu’elles proviennent de la même particule initiale de poudre. La microstructure est donc composée de zones claires issues de certaines particules anciennes qui sont immergées dans une microstructure quasi lamellaire homogène.

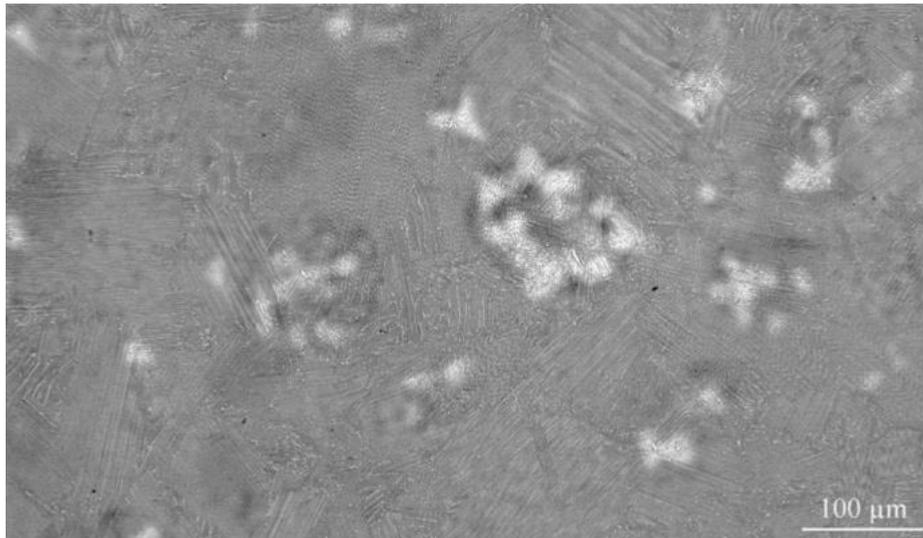


Figure 7 : Observation MEB du matériau densifié à partir de la poudre BL5. Des zones claires concentrées en zones circulaires sont visibles au sein de la microstructure.

III.3. Analyses chimiques locales

Les observations MEB réalisées sur les électrodes, sur les particules de poudres et sur les matériaux densifiés ont permis de mettre en évidence la présence d'hétérogénéités à chaque étape du procédé utilisé pour l'élaboration de nos matériaux. Ces observations ont été accompagnées d'une caractérisation chimique locale au niveau de ces hétérogénéités, afin de déterminer l'importance des variations de composition au sein de ces zones.

La figure 8 présente à fort grandissement les microstructures des électrodes, des particules de poudre et du matériau densifié. Sur ces micrographies, les zones choisies pour les mesures de chimie locale sont repérées en couleur. Les résultats des analyses réalisées sont renseignés directement sur la figure, en accord avec le code couleur utilisé.

Sur la figure 8.a, on observe la microstructure de l'électrode constituée de cœurs de dendrites entourés de zones interdendritiques. Cette microstructure est similaire à celle déjà observées par Grange et al. dans des alliages TiAl contenant du tungstène et du rhénium et élaborés par une voie classique de fonderie [128]. Sur la partie gauche de cette micrographie, des noyaux dendritiques qui contiennent des squelettes de phase β surlignés en blanc sont visibles. Une analyse chimique locale (en marron sur la figure 8.a) révèle une élévation significative de la teneur en W qui approche les 8 %at dans cette zone. La présence de cet élément, connu pour son rôle stabilisateur sur la phase β , pourrait expliquer la persistance de ce réseau de cœur de dendrites à la température ambiante. Dans les parties plus éloignées des cœurs de dendrites et dans les canaux interdendritiques, les analyses chimiques révèlent une teneur en W de l'ordre de 1,2 % at. et 0,8 %at. respectivement.

Dans les particules de poudre (figure 8.b), une microstructure dendritique hors d'équilibre avec une grande quantité de phase α/α_2 est observée comme habituellement dans les poudres de TiAl obtenue par un procédé d'atomisation EIGA [37]. Sur l'encart EBSD de la figure 8.b, on

observe que les zones les plus brillantes (en jaune) sont des phases β/β_0 qui sont enrichies en W, avec une teneur proche des 3 %at. Les zones périphériques les moins lumineuses sont composées de phase α_2 , et ne présentent quant à elles aucun enrichissement en tungstène. Enfin, dans le matériau densifié par SPS (figure 8.c), les zones claires semblent localisées dans n'importe quelle partie de la microstructure. En effet ces zones sont présentes à la fois dans des colonies lamellaires ou dans les liserés de phase γ qui bordent ces colonies.

Une analyse chimique locale réalisée à l'échelle d'une zone claire (environ 20 μm – en rouge figure 8.c) montre un enrichissement en tungstène, avec une teneur proche de 3 %at., comme nous avons pu le relever plus tôt dans les particules de poudre (en rouge figure 8.b). Nous avons également réalisé une analyse chimique à la même échelle sur l'électrode, en sondant une zone large de 20 μm autour d'un squelette de dendrite (en rouge sur la figure 8.a) : une teneur proche des 3 %at. a également été mise en évidence dans cette zone. Ainsi, à cette échelle, des correspondances assez nettes peuvent être relevées sur ces zones claires. Par ailleurs, lorsque nous réalisons des analyses chimiques locales à l'échelle de la particule de poudre (cercles orange et vert sur les figures 8.b et 8.c) la teneur en W mesurée est de l'ordre de 2 %at.. La légère augmentation de W (2,2 at. % - zone verte – figure 8.c) dans l'échantillon densifié par SPS est imputée à notre incertitude expérimentale.

Enfin, les analyses réalisées entre les zones claires dans la structure dendritique des particules et dans les colonies lamellaires de l'échantillon densifié par SPS révèlent une teneur en W proche de 2,0 %at. dans les deux cas (données en violet - figure 8.b et 8.c). Ces résultats soulignent que lorsque les hétérogénéités microstructurales ne sont pas présentes, un teneur en W comparable et de l'ordre de 2%at., est mesurée.

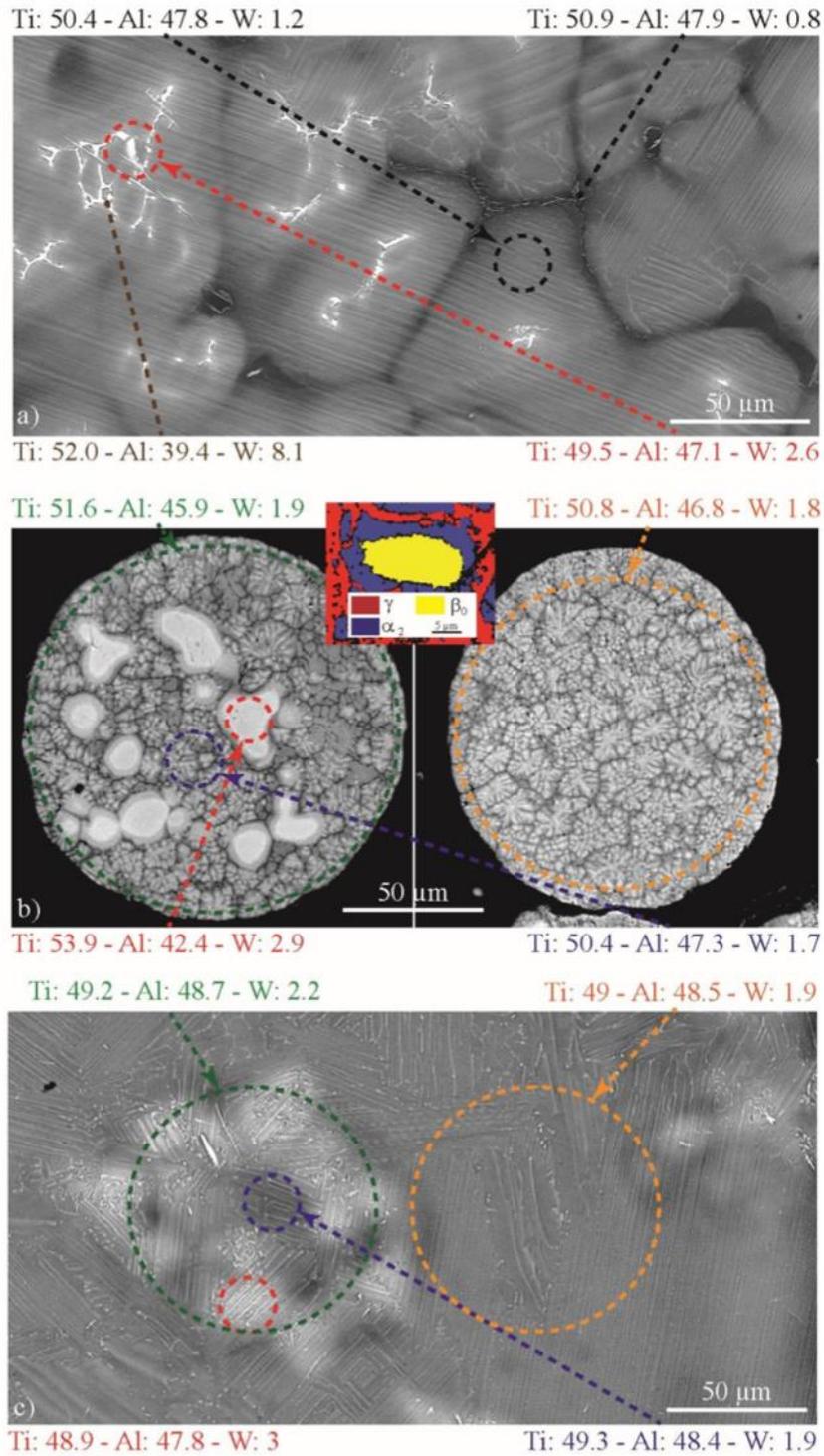


Figure 8 : Analyses chimiques locales par MEB-EDX réalisées sur a) l'électrode, b) les particules de poudres et c) le matériau densifié. La cartographie EBSD a été réalisée sur une zone claire.

III.4. Discussion sur l'origine des hétérogénéités

Dans ce qui précède, un intérêt particulier a été porté à l'observation des microstructures et à la détermination des compositions chimiques locales de l'alliage GFE2 après les trois étapes successives (coulée, atomisation et densification SPS) du procédé d'élaboration. Des zones claires ont été mises en évidence à chaque étape et nous avons pu montrer qu'elles correspondent à des enrichissements locaux en W. Dans le barreau atomisé, la fusion apparaît comme insuffisante pour homogénéiser de telles concentrations de W. Aussi, lors de l'étape d'atomisation par le procédé EIGA, les hétérogénéités restent présentes dans certaines particules de poudres. De plus, les zones claires observées dans la poudre après atomisation et dans le matériau SPS après densification présentent plusieurs similitudes :

- leur teneur moyenne en W est proche de 3 % at.,
- leur dimension caractéristique est d'environ 20 μm ,
- en général, lorsqu'elles sont présentes, ces zones sont proches les unes des autres.

De telles similitudes peuvent être étendues aux cœurs de dendrite de l'électrode qui présentent une taille similaire. Ces observations permettent d'avancer que les zones claires des échantillons SPS proviennent des zones claires des particules de poudre, elles-mêmes issues des ségrégations observées dans les cœurs de dendrite de l'électrode.

Une tentative d'explication du mécanisme associé à la formation de ces zones brillantes est donnée ci-dessous. Comme cela a déjà pu être décrit dans la littérature pour un alliage G4 contenant du W et du Re [128] solidifié à partir de la phase β , le cœur des dendrites contient une forte proportion de phase β riche en éléments lourds (le tungstène pour GFE2), du fait de la solidification à partir de la phase liquide d'une phase primaire β retenue à température ambiante. Notons que dans ces squelettes de phase β , la teneur en aluminium est très faible, ce qui confirme qu'ils sont issus des premières phases solidifiées. De plus, leur présence semble inévitable même à très faible vitesse de solidification et ils forment des réseaux interconnectés.

Lors de l'atomisation EIGA, il est donc possible que les zones interdendritiques riches en aluminium et pauvres en tungstène fondent rapidement alors que les cœurs de dendrites, riches en titane et en tungstène n'ont pas le temps de subir une fusion complète. Ces cœurs de dendrites non fondus se retrouvent alors dans la poudre, et sont à l'origine de la présence dans les particules de ces zones claires interconnectées. Dans ces zones correspondant aux cœurs dendritiques, au cours du procédé d'atomisation EIGA, la croissance de la phase β s'accompagne d'une homogénéisation locale de la teneur en W. La périphérie de ces zones est alors constituée de phase α possédant une teneur en W plus faible.

Les observations menées ici révèlent une augmentation de la quantité de zones claires lorsque l'on augmente la vitesse d'alimentation du procédé d'atomisation EIGA. Or, l'augmentation de cette vitesse implique une diminution du temps disponible pour la dissolution des dendrites lors de l'atomisation, ce qui semble en accord avec l'hypothèse formulée. Une simulation par la

méthode des éléments finis de l'électrode lors de la fusion a été réalisée par SAFRAN à l'aide du logiciel Freefem++. Le modèle a été simplifié en un problème axisymétrique et seul l'équilibre thermique a été calculé. Les conditions aux limites imposées pour la modélisation sont les suivantes :

- Une condition de Neumann sur toute la surface libre modélisant l'échange de chaleur sous Argon dans la tour d'atomisation. La température extérieure a été fixée à 250°C et un coefficient de transfert de chaleur de 200 W/(m²*K) a été utilisé.
- Une condition de Dirichlet a été appliquée sur la surface conique fondue de l'électrode, représentant le couplage avec la bobine d'induction. Une température constante de 1800°C a été appliquée.

Les vitesses de 16 kg/h et de 45 kg/h ont été simulées. La figure 9 représente le champ de température sur l'électrode pour les deux vitesses d'alimentation étudiées. La modélisation confirme que plus la vitesse d'alimentation est élevée, plus la zone fondue est limitée. Le profil de température en fonction du temps d'une fraction solide située au centre de l'électrode est présentée figure 9.c.

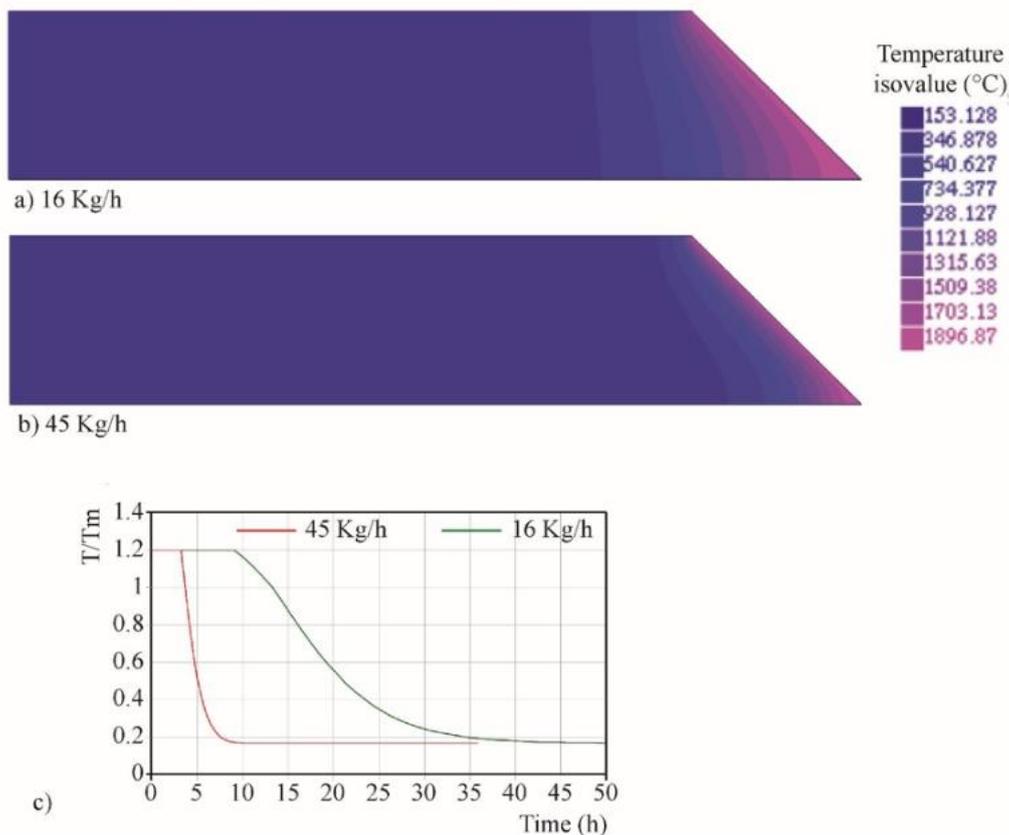


Figure 9 : Modélisation par la méthode des éléments finis de la température de l'électrode lors du procédé d'atomisation pour une vitesse d'alimentation de a) 16 kg/h et b) 45 kg/h. c) Évolution de la température d'une fraction solide située au centre de l'électrode en fonction du temps.

IV. Contrôle de la quantité d'hétérogénéités au sein des poudres du projet

Avec l'étude préliminaire que nous avons réalisée sur la nuance GFE2, nous avons pu mettre en évidence la présence d'hétérogénéités dans le matériau densifié, et nous avons pu proposer une explication de leur origine, liée essentiellement à l'utilisation du procédé EIGA lors de l'atomisation.

Sans surprise, lorsque nous avons commencé à élaborer des échantillons au SPS à partir des différents lots de poudre du projet (TiAl, TiAl-W, TiAl-Mo, TiAl-WC et TiAl-WSi), qui ont également été obtenus par le même procédé d'atomisation EIGA, de nombreuses hétérogénéités ont été observées au sein des microstructures densifiées au SPS, et ce pour l'ensemble des nuances. La Figure 10 illustre, à titre d'exemple, la présence d'hétérogénéités dans la nuance TiAl et dans la nuance au molybdène TiAl-Mo.

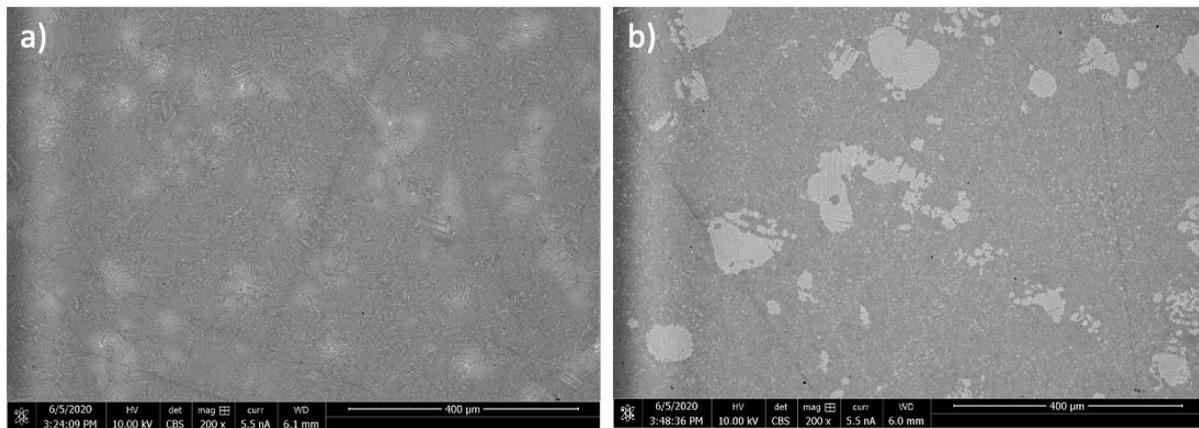


Figure 10 : Observation MEB de la microstructure après densification par SPS des alliages a) TiAl et b) TiAl-Mo. Dans les deux cas, des hétérogénéités sont visibles sur les micrographies

L'objectif majeur de cette thèse est de mieux comprendre l'influence de certains éléments d'addition sur le comportement des alliages TiAl. Une telle approche nécessite l'élaboration de microstructures comparables pour l'ensemble des nuances modèles choisies afin de pouvoir isoler les effets potentiels des différents éléments. Des différences éventuelles dans les comportements mécaniques seraient dès lors imputables uniquement aux éléments d'addition, et non à une différence de microstructure. Pour chacune des cinq nuances d'alliage du projet, nous avons choisi d'élaborer deux types de microstructures : une microstructure proche gamma et une microstructure lamellaire. Le procédé SPS est un atout dans cette démarche, puisqu'il permet une maîtrise précise des microstructures obtenues grâce au contrôle de la température de densification. Cependant, la présence d'hétérogénéités chimiques peut être un problème majeur pour l'obtention de ces microstructures homogènes, et il apparaît alors nécessaire d'essayer de réduire leur impact lors de l'élaboration. L'approche que nous avons adoptée pour répondre à ce besoin est décrite dans la suite de ce chapitre.

IV.1. Influence de la granulométrie des poudres

En collaboration avec le Department of Materials Science de Leoben en Autriche, nous nous sommes intéressés à l'influence de la taille des particules de poudres sur la quantité d'hétérogénéités présente dans le matériau après la densification au SPS. Des observations MEB sur des particules de poudres de la nuance TiAl-W et de granulométries différentes ont été réalisées. Les micrographies obtenues sont présentées sur la figure 11.

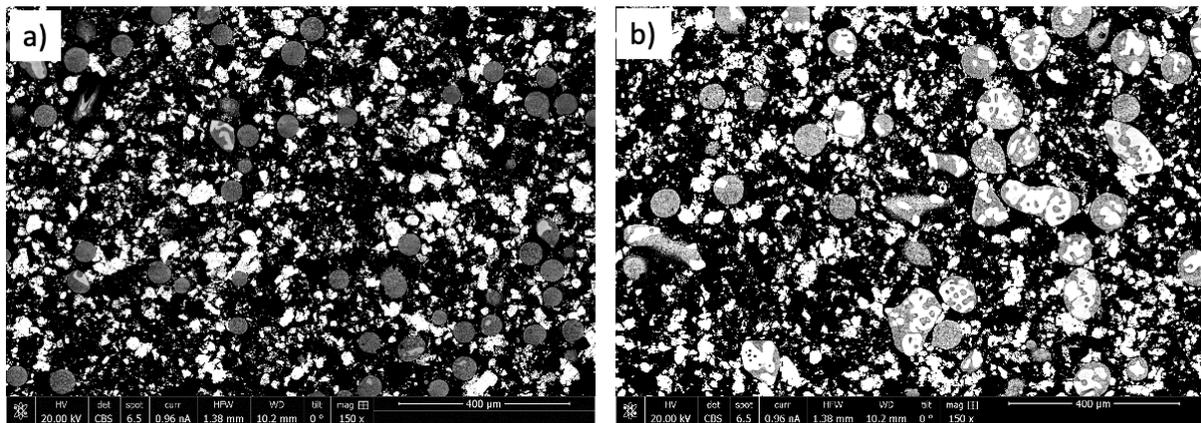


Figure 11 : Observations MEB des particules de poudres de différentes granulométries de la nuance TiAl-W, a) 50-75 μm , b) 75-100 μm

Ces observations permettent de mettre en évidence que la proportion d'hétérogénéités dans une particule poudre dépend de son diamètre : plus la particule est grande, plus la quantité d'hétérogénéités semble importante, les particules de poudre de tailles 75-100 μm contenant davantage d'hétérogénéités que celles de tailles comprises entre 50 et 75 μm . Ces analyses suggèrent qu'avec une étape de tamisage des poudres, il serait possible de limiter la quantité d'hétérogénéités dans les poudres, et par conséquent, dans les matériaux densifiés.

Afin de vérifier cette hypothèse, les poudres obtenues après atomisation ont été tamisées par l'entreprise allemande Nanoval sur plusieurs gammes (25-36 μm , 36-50 μm et 50-75 μm) et des échantillons SPS de 8 mm de diamètre ont ensuite été élaborés à partir de ces poudres de différentes granulométries. Les échantillons densifiés ont alors été contrôlés au MEB. À titre d'exemple, les observations effectuées sur les nuances TiAl-W et TiAl-WSi sont présentés sur les figures 12 et 13 respectivement. Sur ces micrographies, il apparaît clairement que plus la taille des particules de poudres utilisées est élevée, plus la quantité d'hétérogénéités présentes dans le matériau final est importante, ce qui confirme notre hypothèse initiale. De plus, lorsque l'on s'intéresse plus particulièrement aux résultats présentés sur la figure 12 pour la nuance TiAl-W, il semblerait qu'une transition plus marquée soit observée pour des particules dont la taille dépasse les 50 μm . En effet, peu d'hétérogénéités sont visibles sur l'échantillon densifié

avec des particules de taille 25-50 μm , alors que leur proportion est élevée avec la poudre 50-75 μm et la poudre non tamisée. Les résultats obtenus sont comparables pour l'ensemble des nuances.

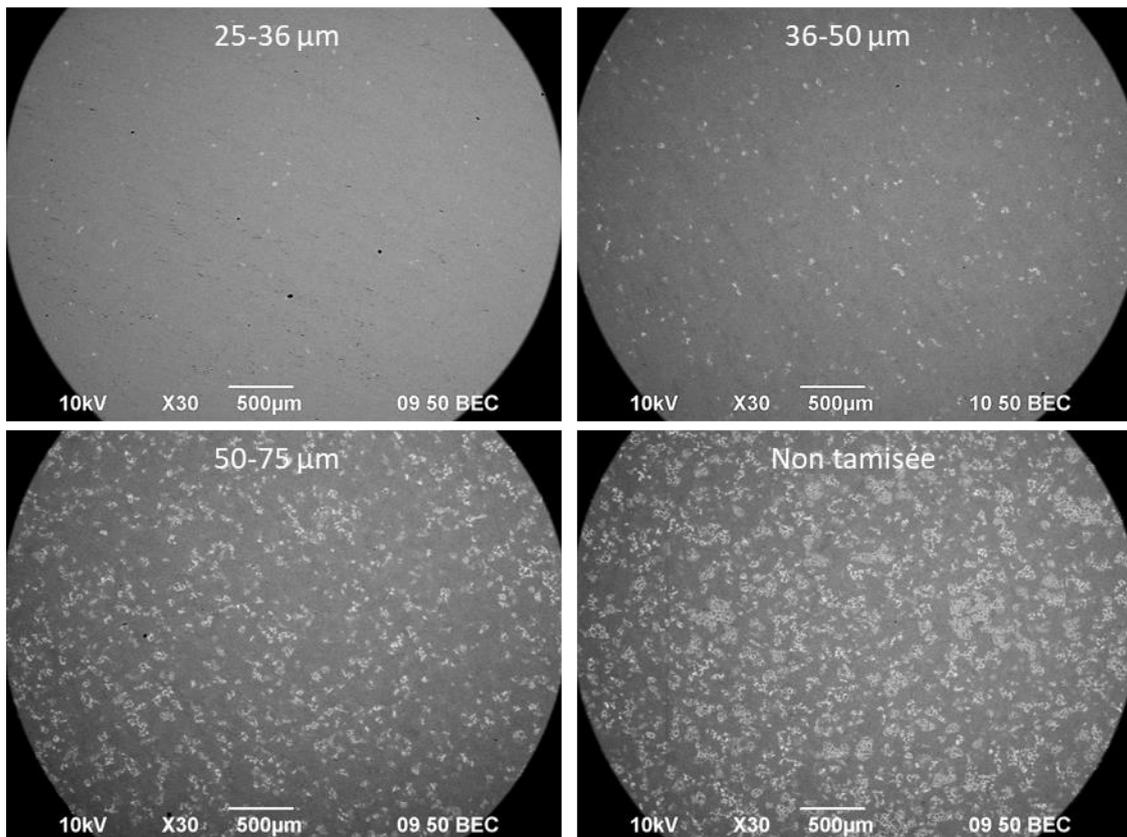


Figure 12 : Observations MEB des alliages TiAl-W densifiés au SPS à partir de particules de poudres de différentes granulométries. Les granulométries respectives utilisées sont indiquées sur chaque micrographie.

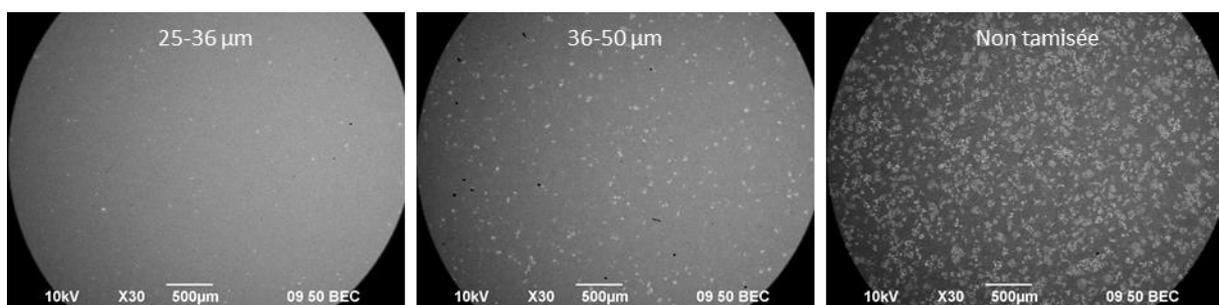


Figure 13 : Observations MEB des alliages TiAl-WSi densifiés au SPS à partir de particules de poudres de différentes granulométries. Les granulométries respectives utilisées sont indiquées sur chaque micrographie.

Dans l'optique de mieux quantifier ces évolutions, la fraction surfacique des hétérogénéités a été proprement mesurée à l'aide du logiciel ImageJ suivant la même méthode de seuillage décrite plus tôt dans ce chapitre. Les analyses effectuées sur la nuance TiAl-W, dont les

micrographies ont été présentées figure 12, sont présentés dans le tableau 6. Ces données appuient les impressions issues des observations MEB, et confirment quantitativement qu'on observe une augmentation conséquente de la teneur en hétérogénéités dans le matériau densifié dès que l'on utilise des tailles de particules supérieures à 50 μm : la fraction surfacique devient alors supérieure à 10% alors qu'elle restait inférieure à 1% pour des granulométries plus faibles. En conclusion, la teneur en hétérogénéité du matériau densifié est fortement dépendante de la granulométrie de la poudre utilisée pour la densification, et l'utilisation de particules de tailles inférieures à 50 μm est préconisée pour l'obtention d'une microstructure finale homogène.

Gamme de tamisage	25-36 μm	36-50 μm	50-75 μm	Non tamisée
Fraction surfacique des hétérogénéités	0,07 %	0,54 %	10,24 %	17,41 %

Tableau 6 : Mesures des fractions surfaciques d'hétérogénéités dans les alliages TiAl-W densifiés à partir de poudres de granulométries différentes.

IV.2. Analyse de la composition chimique des poudres tamisées

Les observations précédentes suggèrent l'utilisation de poudre de granulométries inférieures à 50 μm pour l'élaboration de nos matériaux au SPS. Cependant, le tamisage des poudres peut conduire à une modification de composition chimique des poudres et donc du matériau densifié, puisqu'une partie de la matière est écartée lors du procédé de tamisage. Notamment, le taux d'oxygène pourrait augmenter sur les particules de petits diamètres, et une telle modification pourrait engendrer des conséquences sur les propriétés mécaniques des alliages. Un contrôle de teneur en oxygène a donc systématiquement été effectué sur des échantillons de 8 mm de diamètre, densifiés à partir des différentes poudres tamisées. Une nouvelle fois, les résultats obtenus sur la nuance TiAl-W sont présentés par la suite.

Le tableau 7 présente les taux d'oxygène obtenus pour les échantillons élaborés à partir des poudres de granulométrie 25-36 μm , 36-50 μm et 50-75 μm . Ces analyses ont été réalisées par l'entreprise toulousaine EAG. Elles révèlent que le taux d'oxygène est compris entre 710 ppm et 990 ppm massique sur la gamme de granulométrie étudiée avec une valeur plus grande pour le matériau densifié à partir des particules de plus petites dimensions. Les spécifications requièrent un taux d'oxygène inférieur à 1000 ppm. Le tamisage des poudres reste donc envisageable, puisqu'il n'altère pas trop fortement le taux d'oxygène présent dans le matériau final.

Gamme de tamisage	25-36 μm	36-50 μm	50-75 μm
Taux d'oxygène	990 ppm	800 ppm	710 ppm

Tableau 7 : Taux d'oxygène mesuré sur les échantillons TiAl-W densifiés à partir de particules de poudres de différentes granulométries. Les taux indiqués sont en ppm massique.

Avant de valider l'utilisation d'un procédé de tamisage sur nos poudres, il reste à s'assurer que la composition chimique globale des alliages n'est pas impactée lors du tamisage. Des analyses MEB-EDX ont alors été réalisées sur un échantillon TiAl-W densifié à partir d'une poudre de granulométrie 25-50 μm . Ces analyses ont été réalisées sur des larges zones de l'échantillon afin d'estimer la composition globale de l'alliage. La microstructure de la zone étudiée est présentée sur la figure 14. Les résultats de l'analyse chimique sont quant à eux résumés dans le tableau 8 et sont comparés à la composition de la poudre non tamisée. Notons que la teneur en bore n'est pas mentionnée, ce dernier étant un élément trop léger pour que la mesure de sa teneur par la technique EDX soit possible. À la lumière de ces résultats, nous pouvons conclure que la composition du matériau densifié après tamisage de la poudre reste très proche de la composition initiale de la poudre non tamisée, bien qu'une légère baisse de 1%at. de la teneur en Al est observée. Le tamisage des poudres des nuances modèles n'a donc que peu d'impact sur la composition finale des matériaux élaborés.

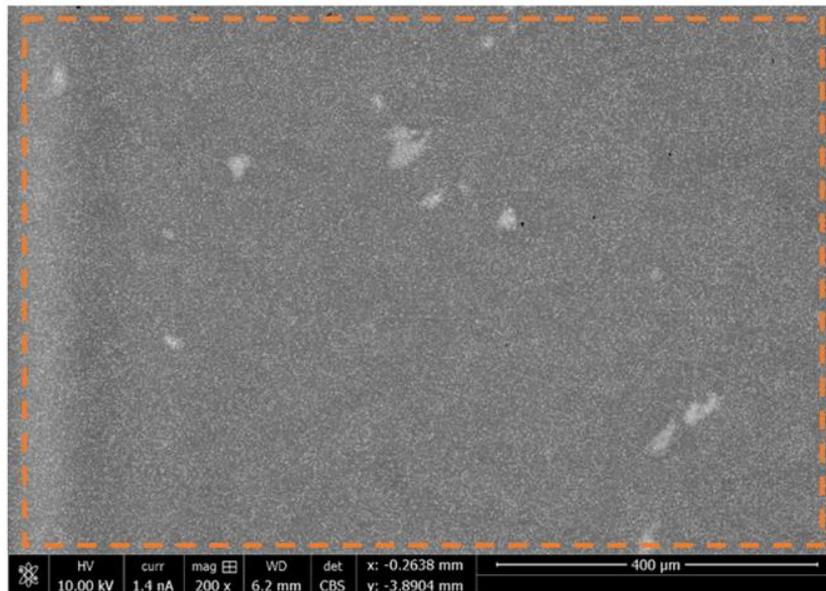


Figure 14 : Microstructure de la nuance TiAl-W densifiée à partir d'une poudre de granulométrie 25-50 μm . La zone utilisée pour l'analyse MEB-EDX présentée dans le tableau 8 est entourée du cadre orange en pointillé.

	Al (%at.)	Ti (%at.)	W (%at.)
Figure 14 : Zone entière	47.3	50.6	2.1
Poudre TiAl-W non tamisée	46.3	51.3	2.2

Tableau 8 : Résultats des analyses chimiques MEB-EDX effectuées sur le matériau TiAl-W densifié à partir de la poudre de granulométrie 25-50 μm . Les résultats obtenus sont comparés à la composition chimique de la poudre de la nuance non tamisée.

IV.3. Synthèse et choix de la gamme de tamisage

Les premières observations MEB réalisées sur des particules de poudres de tailles différentes ont permis d'établir un lien entre la taille des particules de poudres et la présence d'hétérogénéités. Une démarche expérimentale basée sur la caractérisation de matériaux obtenus à partir de poudres de granulométries différentes a été proposée. Ces poudres ont été obtenues par tamisage des poudres initiales.

Trois gammes de tamisage ont été plus particulièrement étudiées pour l'ensemble des nuances : 25-36 μm , 36-50 μm et 50-75 μm . Les observations et les analyses quantitatives réalisées sur les matériaux élaborés à partir de ces poudres tamisées ont permis de mettre en évidence plusieurs résultats importants :

- Plus la taille des particules de poudres est importante, plus la fraction surfacique d'hétérogénéités est élevée dans le matériau densifié.
- Pour des matériaux élaborés à partir de particules de poudre dont la taille est supérieure à 50 μm , on observe une augmentation brutale de la quantité d'hétérogénéité dans la microstructure finale.
- Le tamisage ne modifie pas significativement la teneur en oxygène qui reste inférieure à la spécification de 1000 ppm massique quelques soient les tailles de particules choisies.
- La composition chimique globale de l'alliage n'est pas altérée par le tamisage, le matériau densifié à partir des poudres tamisées présentant la même composition globale que la composition initiale de la poudre non tamisée.

Il faut cependant garder à l'esprit que le tamisage de la poudre entraîne une perte conséquente de matière puisque les grosses particules de poudres sont alors écartées. La quantité de poudre restante après tamisage peut être estimée au moyen de diagrammes qui présentent la distribution cumulée des particules de poudre en fonction de leur diamètre. La figure 15 présente les diagrammes établis par nos partenaires à Leoben pour les nuances TiAl et TiAl-Mo. À la lecture de ces diagrammes, il apparaît qu'un choix de particules dans la gamme 25-36 μm n'est pas

judicieux : la quantité de matière perdue serait alors trop conséquente. Dans le cas de l'alliage TiAl-Mo, moins de 15% de la poudre serait alors disponible, ce qui ne laisserait pas suffisamment de quantité pour pouvoir réaliser tous les échantillons nécessaires à la conduite de ce projet.

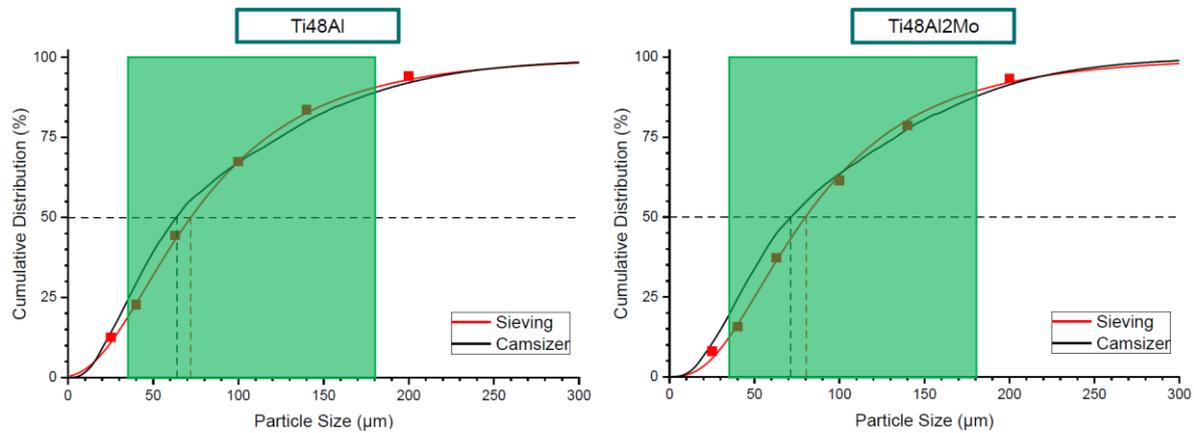


Figure 15 : Distribution cumulative de la taille des particules pour les nuances TiAl et TiAl-Mo

Afin de pouvoir réaliser les objectifs liés à cette étude, nous avons donc choisi de tamiser l'ensemble des poudres dans la gamme 25-50 µm. Cette gamme de granulométrie permet d'obtenir à la fois des échantillons qui présentent une quantité raisonnable d'hétérogénéités, paramètre indispensable à l'obtention de nos microstructures modèles, mais également une quantité de poudre suffisante (environ 20-25%, soit 600g de poudre environ) pour pouvoir élaborer l'ensemble des échantillons qui seront utilisés pour la caractérisation des propriétés mécaniques et les caractérisations microstructurales de nos cinq nuances.

V. Élaboration des microstructures de l'étude

Dans le cadre de ce projet, nous avons fait le choix d'étudier deux types de microstructures pour les cinq nuances élaborées. Différentes microstructures sont en effet obtenues suivant la température d'élaboration par rapport à la température de transus α , qui sépare le domaine biphasé $\alpha+\gamma$ du domaine monophasé α à haute température, ainsi qu'indiqué dans la bibliographie. Nous avons donc élaboré ici des échantillons présentant des microstructures proches γ d'une part, composée d'une majorité de grains gamma et d'une plus faible quantité de grains α_2 voire β_0 , et lamellaires d'autre part, constituées de grains de colonies γ/α_2 et de quelques grains γ en bordure des colonies. Notons que les microstructures proches gamma, bien qu'éloignées des microstructures lamellaires recherchées pour leurs bonnes propriétés en

service, présentent néanmoins l'intérêt de faciliter les observations de l'effet de chacun des solutés (W, Mo, Si, C) sur les propriétés mécaniques et sur les mécanismes microscopiques de déformation.

V.1. Détermination des températures de densification SPS

Pour rappel, les cinq nuances étudiées ont des compositions différentes, choisies pour mettre en évidence l'influence de certains éléments d'additions sur les propriétés mécaniques et les mécanismes de déformation des alliages TiAl. Ces variations de compositions modifient les diagrammes d'équilibre des nuances étudiées, et donc les températures de transus. Dans un premier temps, il s'est donc avéré nécessaire de déterminer les températures d'élaboration à appliquer pour obtenir les microstructures proches gamma et lamellaire propres à chaque alliage du projet. La démarche expérimentale a consisté à élaborer plusieurs échantillons au SPS à des températures différentes dans une gamme proche du transus, par pas de 25°C. Chaque échantillon a ensuite fait l'objet d'observation MEB pour caractériser les microstructures obtenues. Cette démarche est illustrée sur la figure 16 dans le cas de la nuance TiAl.

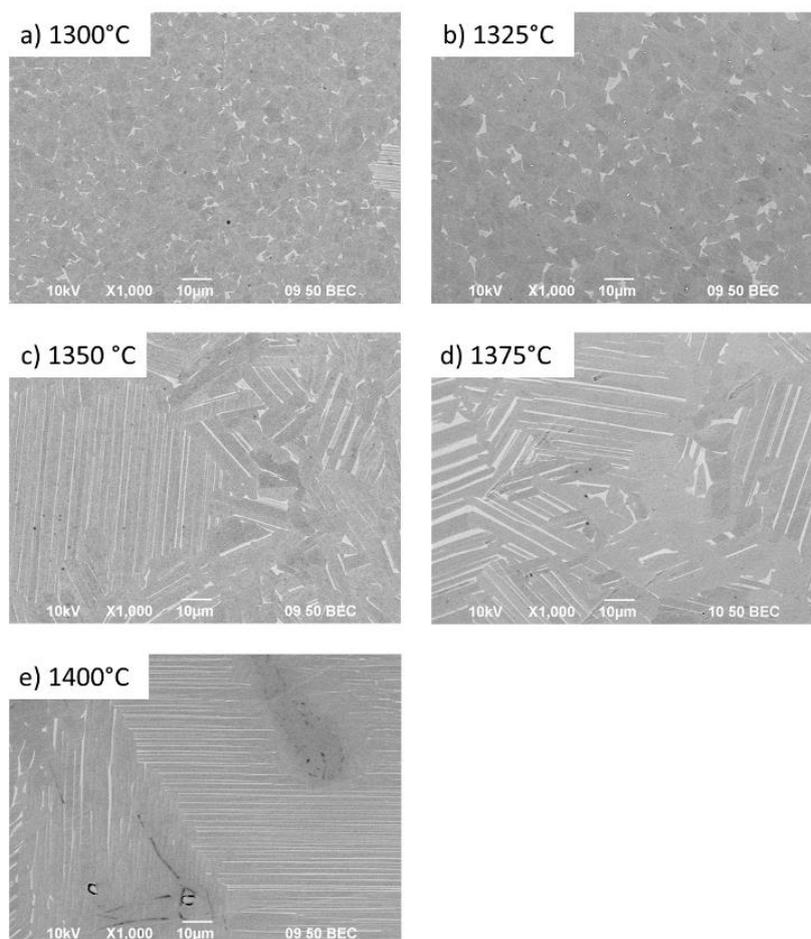


Figure 16 : Observations MEB de l'évolution de la microstructure de la nuance TiAl en fonction de la température de densification appliquée au cours du procédé SPS.

À la vue de ces micrographies, on remarque qu'en ce qui concerne la nuance TiAl, la microstructure obtenue après densification est proche gamma pour des températures de 1300°C et 1325°C alors qu'elle est lamellaire pour des températures supérieures à 1350°C. Ces observations permettent également de mettre en évidence que pour une température de 1400°C, la microstructure lamellaire présente un grossissement important de la taille des grains. On peut supposer qu'à cette température, les borures ne sont plus suffisants pour limiter la croissance des grains lors du procédé SPS. En conclusion, pour la nuance TiAl, les températures d'élaborations choisies pour obtenir la microstructure proche gamma et la microstructure lamellaire sont respectivement de 1300°C et 1375°C. Avec une démarche comparable, les températures d'élaboration de l'ensemble des microstructures ont été déterminées et sont renseignées dans le tableau 9.

Alliage	TiAl	TiAl-Mo	TiAl-W	TiAl-WC	TiAl-WSi
Microstructure gamma	1300°C	1300°C	1260°C	1225°C	1260°C
Microstructure lamellaire	1375°C	1375°C	1350°C	1325°C	1300°C

Tableau 9 : Températures d'élaborations choisies pour l'obtention des microstructures proche gamma et lamellaire pour l'ensemble des cinq nuances.

V.2. Microstructures lamellaires et proche gamma élaborées

Les températures d'élaboration ayant été déterminées pour les cinq nuances TiAl, TiAl-W, TiAl-Mo, TiAl-WSi et TiAl-WC, les figures 17 et 18 présentent respectivement les microstructures proche gamma et lamellaires de chaque alliage. C'est donc à partir de ces microstructures que les études fondamentales qui sont détaillées dans la suite de cette thèse ont été réalisées. Conformément à ce que nous souhaitons, ces microstructures sont relativement homogènes, bien que quelques hétérogénéités subsistent. Dans l'ensemble les microstructures d'un même type sont comparables entre elle. Ces observations, réalisées au même grandissement pour les cinq alliages, soulignent cependant que dans les nuances TiAl-Mo et TiAl, les tailles de grains sont plus élevées que dans les trois nuances au tungstène, et ce, à la fois dans les microstructures lamellaires et dans les microstructures proches gamma.

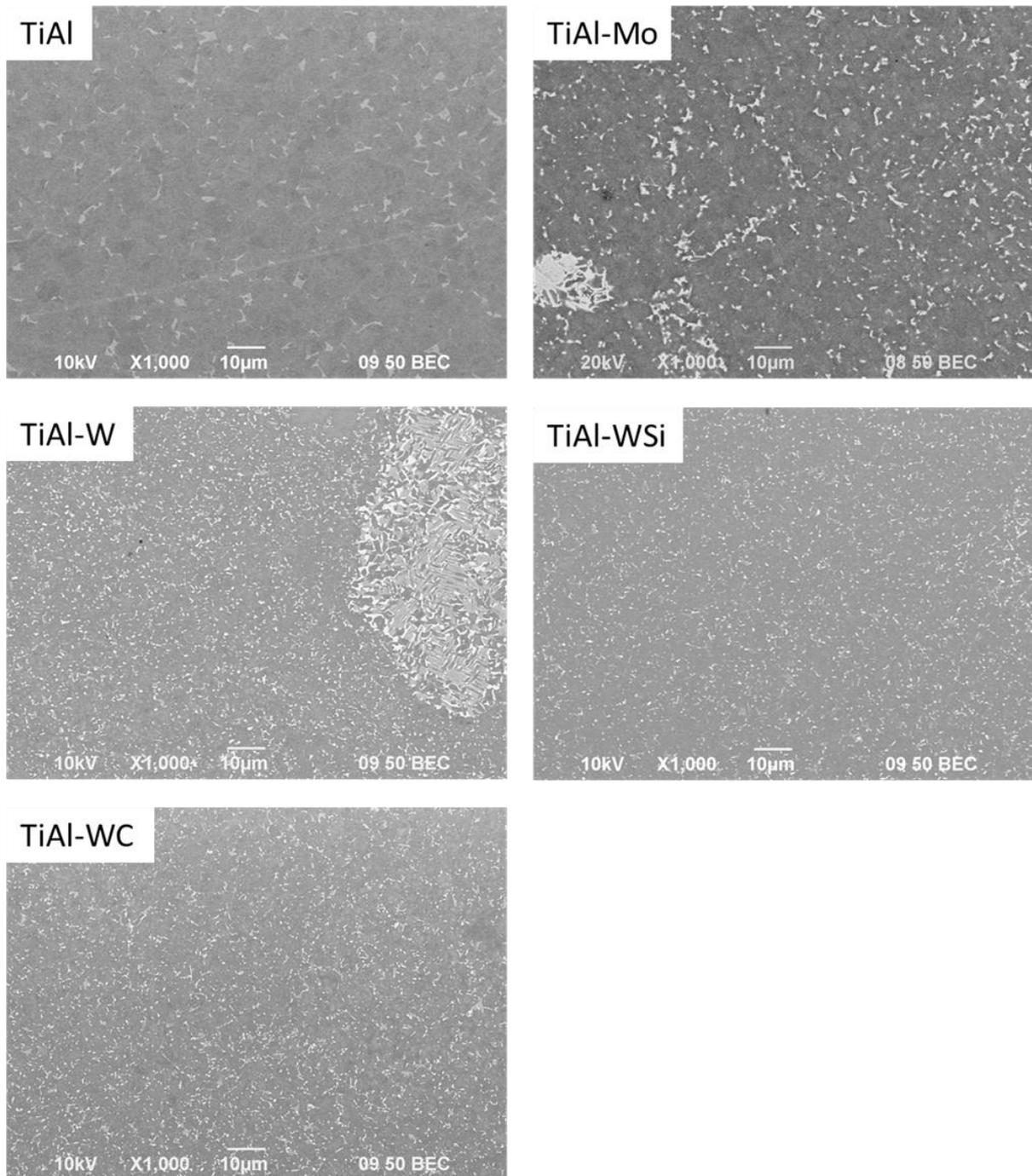


Figure 17 : Observations MEB des microstructures proche gamma des cinq nuances du projet

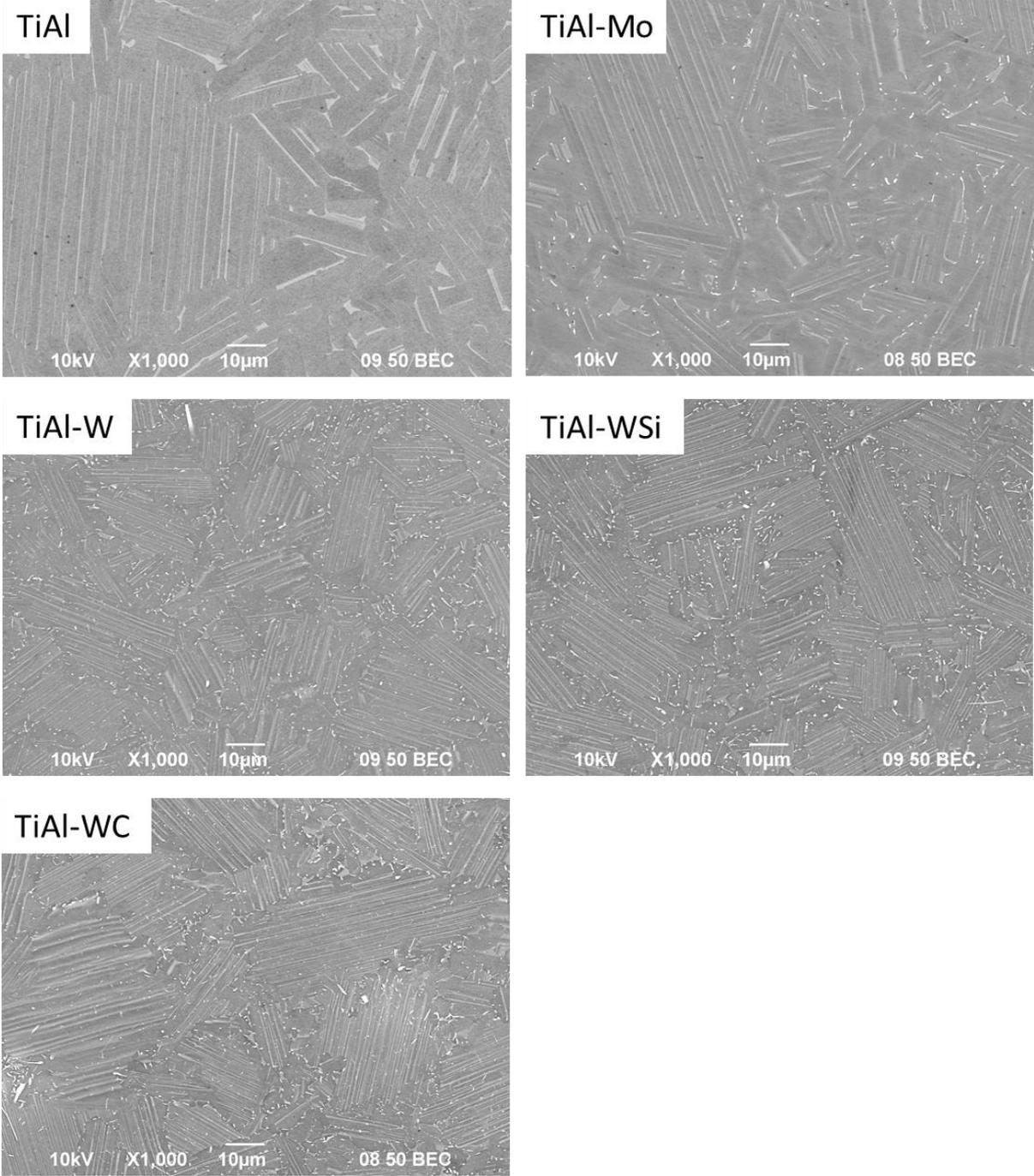


Figure 18 : Observations MEB des microstructures lamellaires des cinq nuances du projet

Les microstructures que nous venons de présenter sont celles qui ont été utilisées pour la réalisation de tous les essais mécaniques qui seront présentés dans le chapitre IV. Toutefois, la caractérisation des mécanismes de déformation à l'échelle de la dislocation nécessite des observations poussées au MET qui sont souvent longues. Nous avons donc choisi de focaliser les études MET sur deux microstructures seulement : les microstructures gamma des alliages TiAl et TiAl-W. Par ces observations, nous souhaitons mieux identifier le rôle du tungstène présent en solution solide dans la phase γ , et notamment son interaction avec les dislocations lors de la déformation de l'alliage.

Un intérêt particulier a donc été porté à une caractérisation plus fine de la microstructure gamma de ces deux nuances, grâce notamment à des mesures EBSD qui ont permis la détermination des tailles de grains et de fraction volumique de phase α_2 . La figure 19 expose la microstructure en contraste de bande et les cartographies EBSD obtenues pour les deux nuances TiAl et TiAl-W. Les pixels noirs sont associés aux zones qui n'ont pas pu être indexées en EBSD : cette technique nécessite en effet une préparation d'échantillon délicate puisqu'elle est très sensible aux défauts de surface. Les figures 19.c et 19.d confirment que comme attendu, la grande majorité des grains présents sont de phase gamma, mais la présence de grains de phase α_2 est visible dans les deux nuances TiAl et TiAl-W. Dans cette dernière, les observations révèlent également la présence de certains grains de phase β_0 ordonnée B_2 dans la microstructure (en jaune), du fait de la présence de tungstène connu pour stabiliser la phase β . En ce qui concerne les tailles de grains des deux microstructures, les figures 19.e et 19.f permettent de mettre en évidence la présence de grains de plus petites dimensions dans la nuance au tungstène. Ces observations ont été complétées par une analyse quantitative statistique de la taille de grains des deux nuances à partir des données EBSD obtenues, en écartant les grains tronqués en bord d'image. Des histogrammes de la répartition des tailles de grains ont ainsi été établis et sont présentés figure 20.

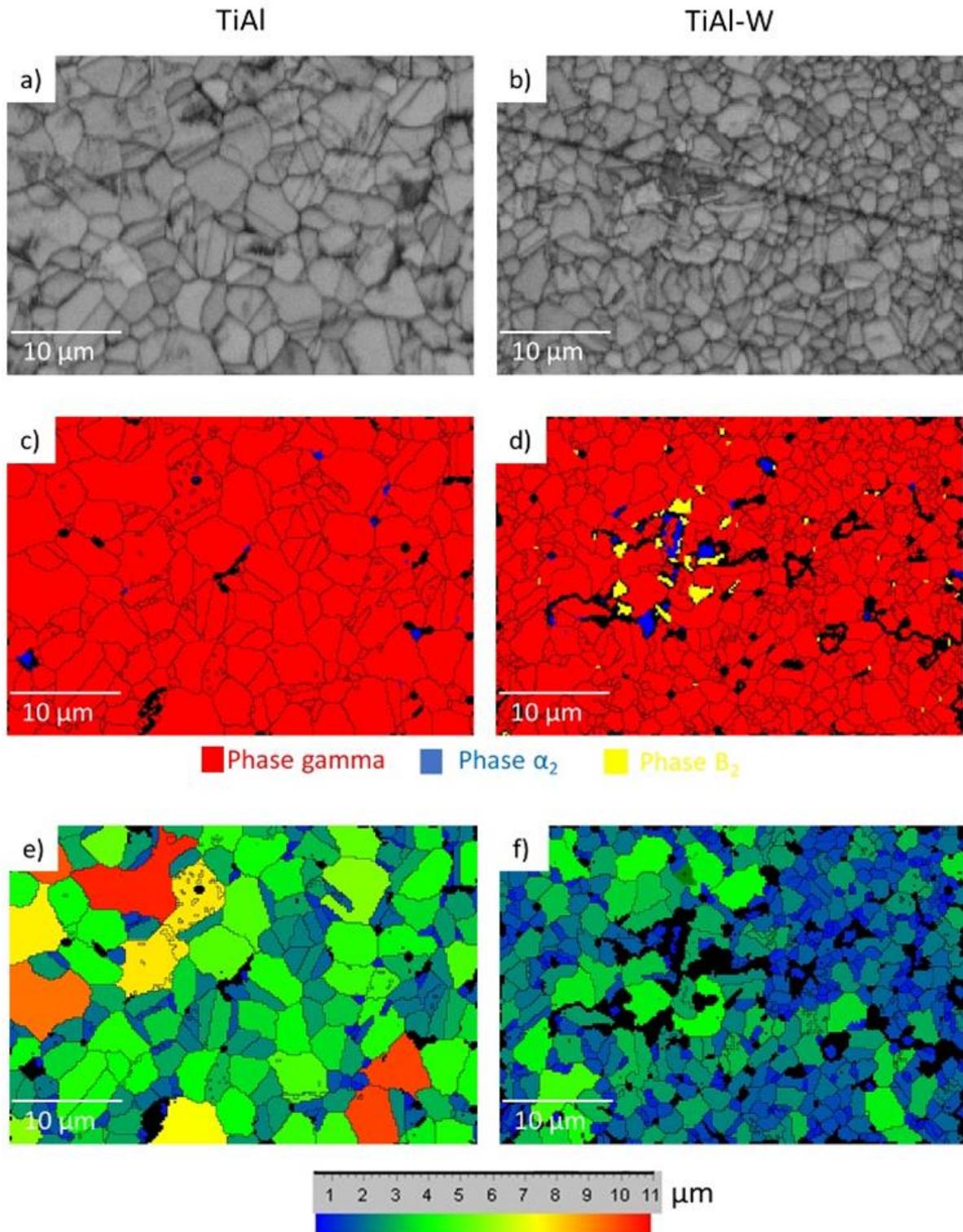


Figure 19 : Cartographies EBSD de phases et de tailles de grains dans les microstructures gamma de TiAl et TiAl-W a) Microstructure en contraste de bande de TiAl. b) Microstructure en contraste de bande de TiAl-W. c) Cartographie des phases dans TiAl. d) Cartographie des phases dans TiAl-W. e) Cartographie de la taille de grains dans TiAl. f) Cartographie de la taille de grains dans TiAl-W.

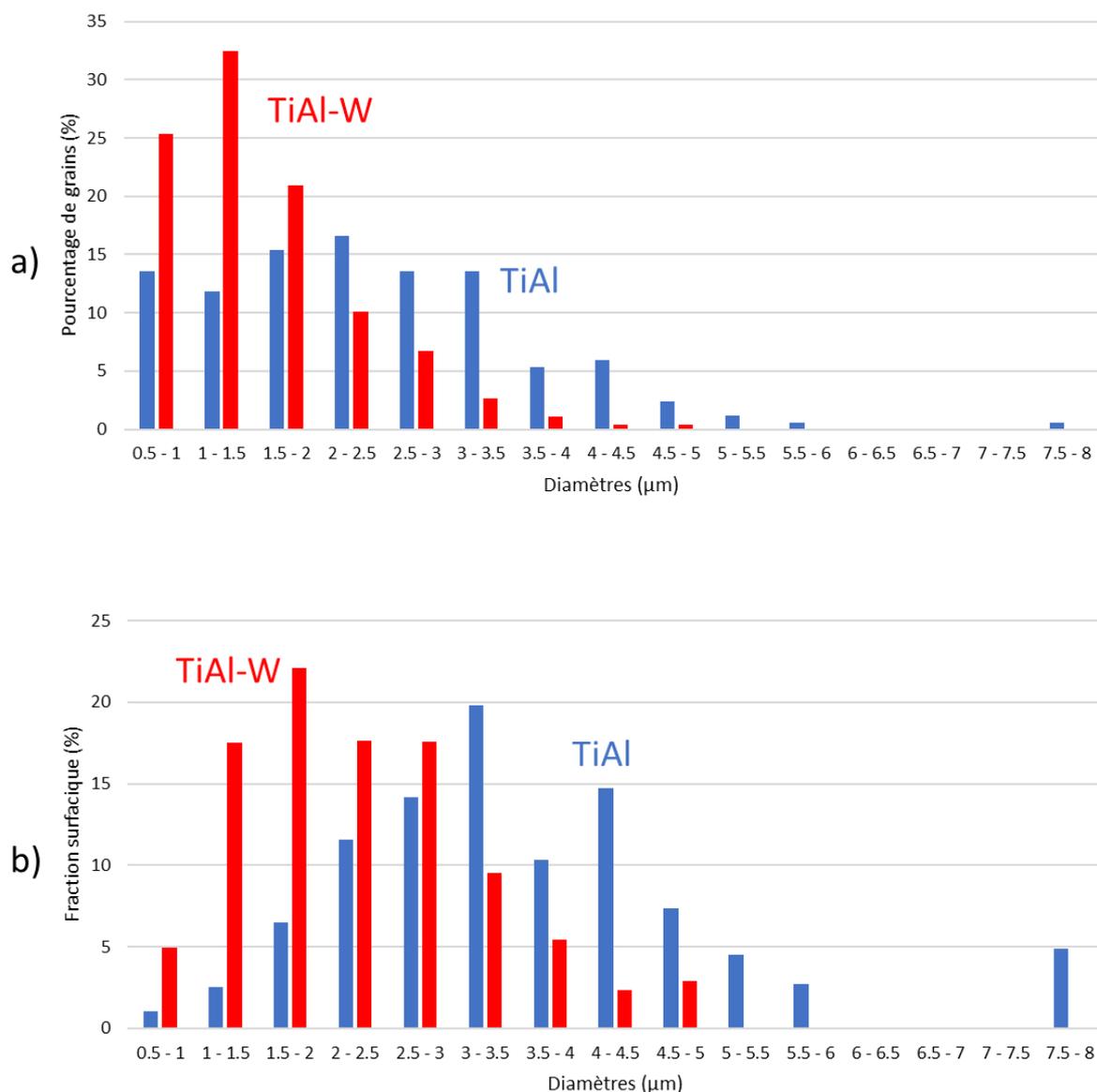


Figure 20 : Histogrammes obtenus pour les nuances TiAl et TiAl-W de a) répartition de taille de grains et b) fraction surfacique par classe de taille de grains

Les mesures ci-dessus permettent de déterminer les tailles moyennes de grains des nuances TiAl et TiAl-W. Elles sont proches respectivement de 2,3 μm pour TiAl et de 1,5 μm pour TiAl-W, ce qui confirme une structure plus fine dans la nuance au tungstène. Les répartitions de grains sont cependant différentes dans les deux alliages : on observe en effet une répartition assez homogène des grains dans TiAl pour des tailles de grains comprises entre 0,5 et 3,5 μm alors que dans le cas de l'alliage TiAl-W, l'histogramme est plus resserré autour de la valeur moyenne avec une distribution moins étalée.

En résumé, grâce à un choix pertinent des températures de densification, nous avons pu élaborer par SPS des microstructures proche gamma et lamellaire pour les cinq nuances étudiées dans le cadre de cette thèse. Des analyses EBSD sur les alliages TiAl et TiAl-W de microstructure gamma ont montré celle-ci est bien composée majoritairement de grains de phase gamma, avec quelques grains de phase α_2 . La présence de quelques grains de phase β_0 ordonnée B_2 a également été mise en évidence dans TiAl-W uniquement. La taille de grains est proche dans les deux alliages bien que la structure TiAl présente une taille de grain légèrement supérieure.

VI. Conclusion

Dans le but d'étudier l'effet d'éléments d'alliages sur les propriétés mécaniques des alliages TiAl à haute température, cinq alliages ont été produits par métallurgie des poudres : TiAl, TiAl-Mo, TiAl-W, TiAl-WSi et TiAl-WC. Une étude préliminaire réalisée sur un lot de poudre différent (noté GFE2) de composition nominale identique à celle de l'alliage TiAl-W de ce projet a permis de mettre en évidence la présence d'hétérogénéités dans les matériaux densifiés à partir de poudres obtenues par atomisation EIGA. Nous avons choisi de nous intéresser à l'origine de ces hétérogénéités qui peuvent nuire fortement à l'obtention de microstructures contrôlées au SPS. En observant l'alliage GFE2 à chaque étape du procédé (électrode, poudres, matériau densifié), nous avons pu identifier que ces hétérogénéités chimiques sont déjà présentes dans l'électrode, et que le procédé EIGA, contrairement à d'autres procédés d'atomisation, ne permet pas une fusion complète des cœurs de dendrites riches en tungstène qui se retrouvent alors dans les particules de poudres, puis dans le matériau densifié.

Néanmoins, nous avons pu établir une démarche permettant de réduire la teneur en hétérogénéités des matériaux élaborés par SPS. En effet, sur les lots de poudres du projet, nous avons pu montrer que les particules de plus petites dimensions contenaient moins d'hétérogénéités que les particules plus grosses, et que le matériau final obtenu à partir de poudre dont la taille de particule est inférieure à 50 μm présente une microstructure suffisamment homogène. Bien que cette étape supplémentaire soit à l'origine d'une réduction de la quantité de poudre disponible pour mener à bien notre étude, nous avons donc choisi de tamiser nos différentes poudres, en s'assurant au préalable que la composition chimique du matériau élaboré n'était pas affectée par ce tamisage.

À partir de ces poudres tamisées, nous avons élaboré au SPS deux types de microstructures, proche gamma et lamellaire, pour chacune des nuances. La microstructure lamellaire est celle qui propose le meilleur compromis entre ductilité à l'ambiante et tenue en fluage à haute température, mais la microstructure proche gamma présente l'intérêt de pouvoir étudier le comportement individuel de la phase gamma.

Sur ces microstructures homogènes nous avons pu réaliser les essais mécaniques qui seront décrits dans le chapitre suivant, afin de comparer le comportement macroscopique des différentes nuances, de déterminer les paramètres d'activation, et d'isoler le rôle des éléments d'addition. De plus, les microstructure proche gamma des nuances TiAl et TiAl-W ont fait l'objet d'observations au MET dans le but de caractériser les mécanismes responsables de la déformation à haute température à l'échelle de la dislocation. Ces observations sont détaillées dans les chapitres V et VI.

Chapitre IV :

Essais mécaniques

I. Introduction.....	93
II. Essais mécaniques sur la microstructure γ	93
II.1. Essais de traction à température ambiante	93
II.2. Essais de traction à haute température	94
II.3. Déformation en fluage	97
II.4. Essais de compression avec sauts de vitesse.....	98
II.4.a. Résultats des essais	99
II.4.b. Détermination des paramètres d'activation.....	102
III. Essais mécaniques sur la microstructure lamellaire	104
III.1. Essais de traction à température ambiante.....	104
III.2. Essais de traction à haute température.....	105
III.3. Essais de fluage	106
IV. Discussion	107
IV.1. Effet des éléments lourds dans une microstructure gamma	108
IV.2. Effet des éléments d'addition dans une microstructure lamellaire	109
V. Conclusion.....	111

I. Introduction

Au cours de ce chapitre nous étudierons les effets des éléments d'alliages sur le comportement macroscopique d'alliages TiAl densifiés par SPS. Dans une première partie, nous présenterons des résultats d'essais de traction, de fluage et de compression, sur des alliages de composition Ti-48.4Al-0.1B, Ti-46.3Al-2.2W-0.2B, et Ti-48.7Al-2.1Mo-0.2B, de microstructure gamma. Ces essais ont été réalisés dans le but de quantifier l'effet de l'ajout d'éléments lourds, notamment le tungstène, sur les propriétés mécaniques et sur les paramètres d'activation. Par ailleurs, ces essais ont eu également pour objectif d'obtenir des éprouvettes déformées plastiquement, pour des investigations de mécanismes de déformation par MET, qui seront présentées dans les chapitres suivants.

Dans une deuxième partie, nous verrons les résultats d'essais de traction et de fluage sur les 5 alliages du projet HiTiAl : Ti-48.4Al-0.1B, Ti-46.3Al-2.2W-0.2B, Ti-46.3Al-2.2W-0.3Si-0.2B, Ti-46.5Al-1.9W-0.2C-0.3B et Ti-48.7Al-2.1Mo-0.2B, présentant une microstructure lamellaire. C'est en effet cette microstructure qui réalise le meilleur compromis entre résistance en fluage et ductilité à température ambiante, dans le cas de matériaux élaborés par SPS. Ainsi, dans l'optique d'une utilisation d'alliages TiAl à 800°C, à l'échelle industrielle, nous avons sélectionné ce type de microstructure optimisée, afin de déterminer quels éléments apportent les améliorations les plus fortes à ces matériaux.

Cependant, comme présenté dans le chapitre précédent, l'ensemble des résultats qui seront présentés dans ce chapitre seront à nuancer à cause de la composition en aluminium qui diffère entre les alliages. Pour rappel, Ti48Al et Ti48Al-Mo contiennent 48%at. d'aluminium alors que les trois alliages contenant du tungstène Ti46Al-W, Ti46Al-WSi et Ti46Al-WC ne contiennent que 46%at. d'aluminium.

Pour rappel, les essais de traction à température ambiante ainsi que les essais de fluage sur la microstructure gamma présentés dans ce chapitre ont été réalisés au CEMES. Les essais à haute température, en traction, en compression et les essais de fluage sur la microstructure lamellaire, ont été effectués à l'ONERA Châtillon.

II. Essais mécaniques sur la microstructure γ

II.1. Essais de traction à température ambiante

La figure 1 montre les résultats obtenus pour les essais de traction à température ambiante sur les alliages Ti48Al et Ti46Al-W, pour une vitesse de déformation de 10^{-4} s^{-1} . Le tableau 1 donne les propriétés mécaniques des deux alliages. Il apparaît que la nuance Ti46Al-W présente une limite élastique plus élevée que la binaire Ti48Al, avec un écart de 300 MPa en faveur de la nuance au tungstène. Cependant, cet alliage est moins ductile, puisqu'il rompt rapidement une fois le domaine plastique atteint, alors que l'alliage binaire Ti48Al atteint une ductilité proche de 1% avant la rupture.

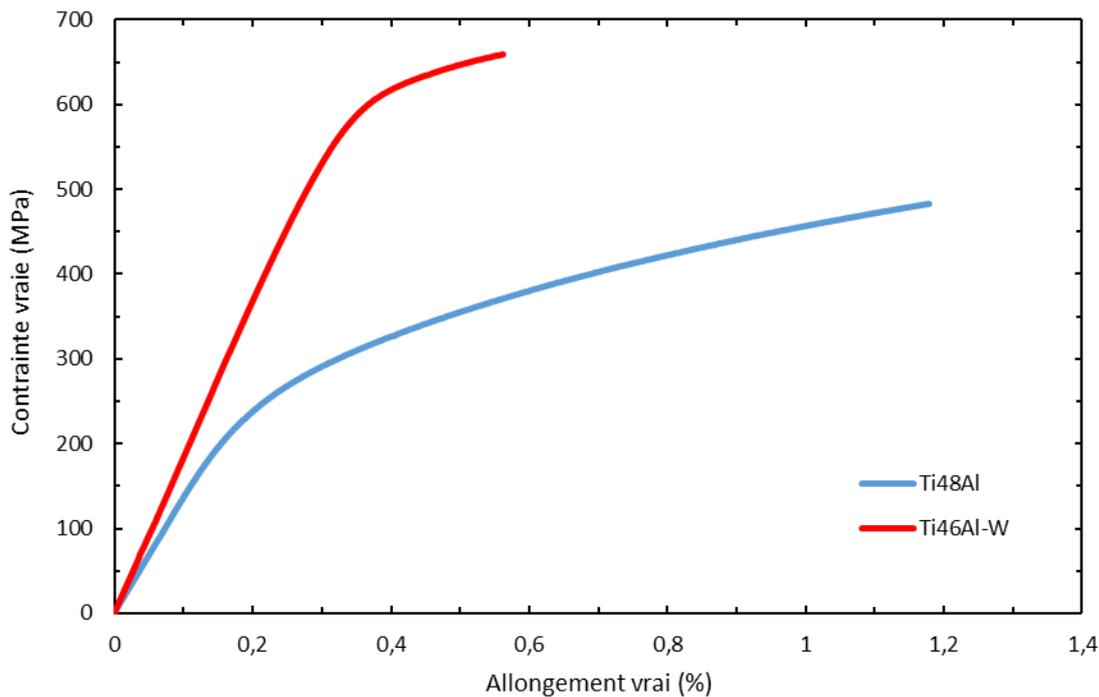


Figure 1 : Courbes de traction à température ambiante des nuances Ti48Al et Ti46Al-W

Référence	Alliage	$\sigma_{e\ 0,2\%}$ (MPa)	σ_m (MPa)	A (%)
AY580	Ti48Al	358	483	1,02
AY287	Ti46Al-W	654	659	0,21

Tableau 1 : Tableau récapitulatif des propriétés mécaniques des essais de traction à température ambiante

II.2. Essais de traction à haute température

À haute température, deux séries de tests ont été réalisées.

La première série d'essais, dont les résultats sont donnés figure 2 et dans le tableau 2, a consisté à déformer les alliages Ti48Al et Ti46Al-W à 800°C, avec une vitesse de déformation de 10^{-4} s⁻¹ jusqu'à la rupture des éprouvettes. Comme attendu, les limites élastiques des deux alliages sont plus faibles qu'à température ambiante d'une part, et les matériaux sont beaucoup plus ductiles d'autre part. L'alliage Ti46Al-W a une limite élastique 130 MPa plus élevée que Ti48Al, mais une ductilité deux fois plus faible.

Pour la deuxième série d'essais de traction, les éprouvettes des deux alliages ont été déformées à 5% de déformation plastique, avec une vitesse de déformation de 10^{-4} s⁻¹ à des températures de 700°C, 800°C et 900°C. Les courbes obtenus et présentés sur la figure 3, montrent à la fois

la déformation élastique et plastique des échantillons ce qui donne des déformations totales supérieure à 5% de déformation. Le tableau 3 donne les propriétés mécaniques des différents essais. Il apparaît qu'à 700°C, l'éprouvette de l'alliage Ti46Al-W a rompu, avant d'atteindre la déformation souhaitée. Ces essais, en complément des essais à température ambiante ont permis de déterminer l'évolution de la limite élastique en fonction de la température. Les essais de traction à haute température montrent clairement une diminution de la limite élastique avec l'augmentation de la température dans les deux alliages. L'écart de la limite élastique entre les deux alliages diminue également avec l'augmentation de la température jusqu'à 900°C, où la limite élastique de Ti46Al-W devient plus faible que celle de Ti48Al.

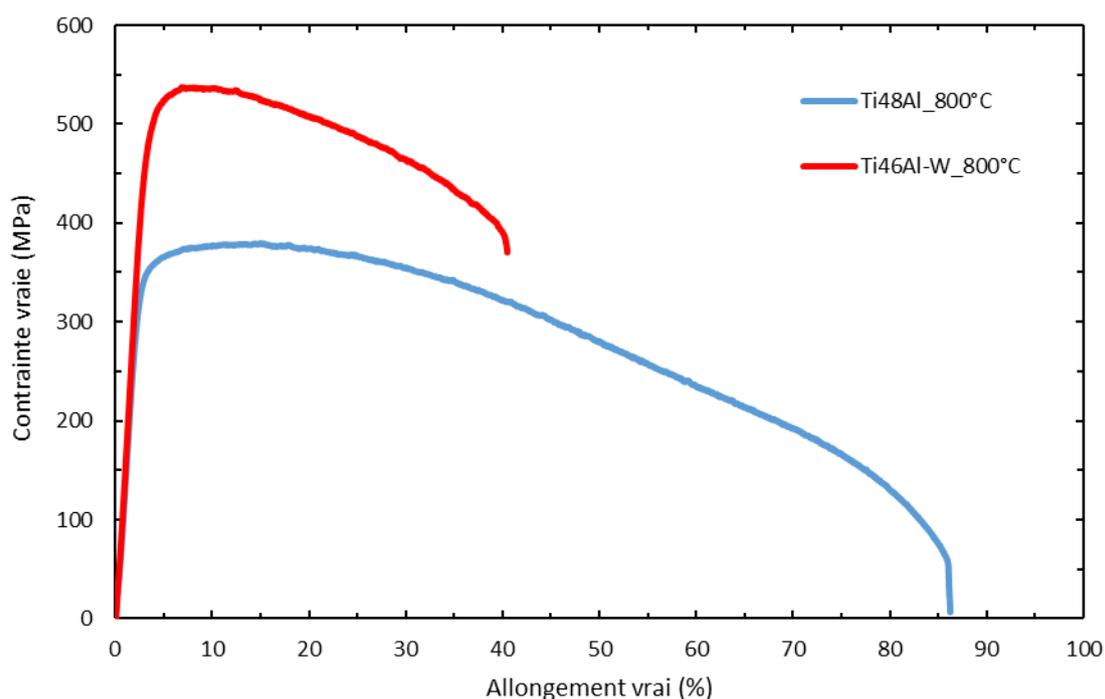


Figure 2 : Courbes de traction à rupture, à 800°C pour les nuances Ti48Al et Ti46Al-W

Référence	Alliage	$\sigma_{e 0,2\%}$ (MPa)	σ_m (MPa)	A (%)
AY244	Ti48Al	318	377	84,4
AY288	Ti46Al-W	454	535	37,6

Tableau 2 : Tableau récapitulatif des propriétés mécaniques des essais de traction à rupture, à 800°C

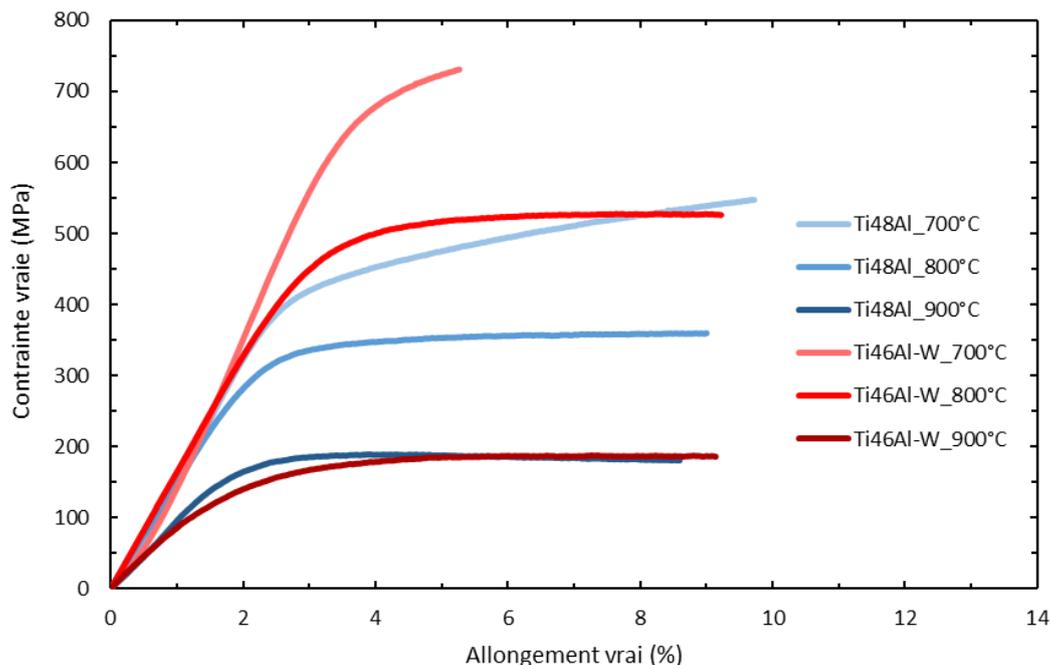


Figure 3 : Essais de traction à haute température, interrompus à 5% de déformation plastique dans les nuances Ti48Al et Ti46Al-W

Référence	Alliage	$\sigma_{e\ 0,2\%}$ (MPa)	σ_m (MPa)
AY286	Ti48Al	400	XX
AY244	Ti48Al	318	XX
AY286	Ti48Al	138	XX
AY287	Ti46Al-W	600	731
AY288	Ti46Al-W	454	XX
AY287	Ti46Al-W	114	XX

Tableau 3 : Tableau récapitulatif des propriétés des essais de traction conduits à 700°C, 800°C, 900°C et interrompus à 5% de déformation plastique

Les limites élastiques mesurées grâce à l'ensemble des essais de traction précédemment présentés sont reportées sur la figure 4. On peut voir que les deux alliages n'ont pas tout à fait le même comportement, cependant, pour les deux nuances, on peut remarquer deux parties distinctes. Dans la première partie, entre la température ambiante et 700°C, on peut voir une légère diminution de la limite élastique dans Ti46Al-W puisqu'elle diminue de 54 MPa. Pour Ti48Al, on observe l'effet inverse puisque la limite d'élasticité augmente de 42 MPa, passant de 358 MPa à 400 MPa. Dans une deuxième partie, à partir de 700°C, dans les deux alliages, on observe une chute de la limite élastique sur la gamme de température étudiée. Cet effet déjà marqué dans Ti48Al, puisque la limite d'élasticité passe de 400 MPa à 138 MPa, l'est encore plus dans Ti46Al-W puisqu'ici la valeur chute de 600 MPa à 114 MPa. La diminution est donc plus prononcée dans l'alliage au tungstène et cette chute conduit à une limite d'élasticité, à 900°C, plus faible que pour l'alliage Ti48Al.

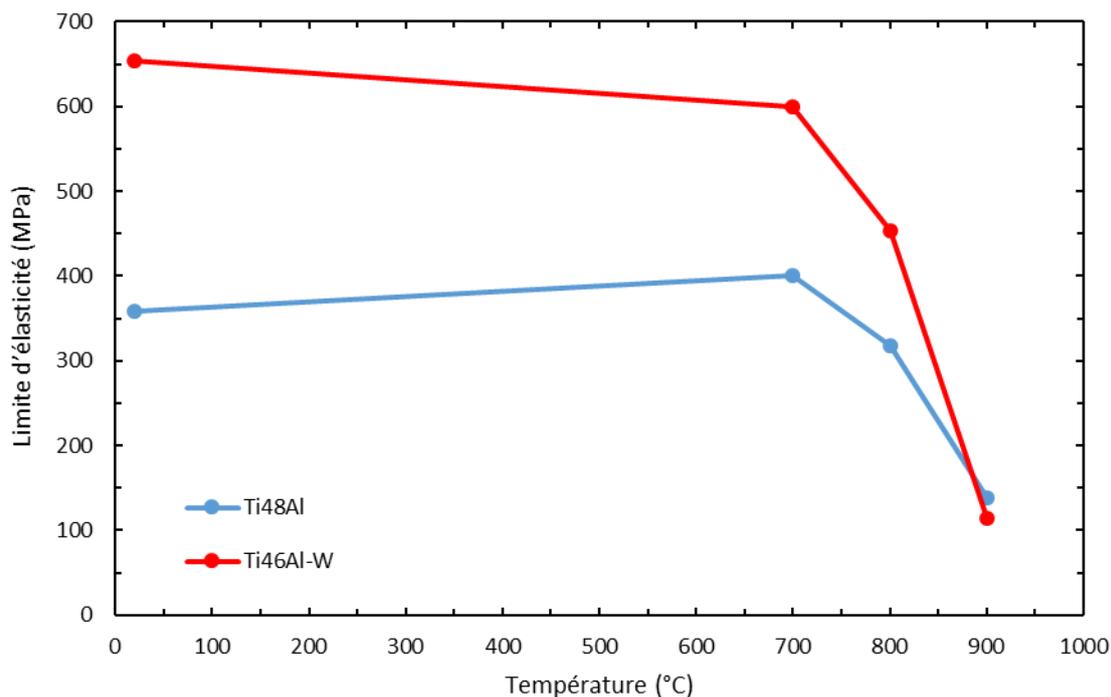


Figure 4 : Évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température dans Ti48Al et Ti46Al-W de microstructure γ

II.3. Déformation en fluage

Nous avons également testé les effets des éléments lourds en fluage. Les courbes correspondantes sont données figure 5 et les propriétés mécaniques sont indiquées dans le tableau 4. Les essais ont été réalisés à une température de 800°C avec une contrainte de 36 MPa et ont été interrompus à 3% de déformation plastique sauf pour une éprouvette Ti46Al-W, interrompue à 5% de déformation plastique. Sans ajout d'éléments d'alliage, Ti48Al a une vitesse secondaire de déformation en fluage de $3 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ contre $2,03 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ pour la nuance contenant du molybdène et $1,37 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ en moyenne pour la nuance au tungstène. Ces essais montrent donc un effet des éléments lourds qui semble plus marqué en présence de tungstène qu'avec du molybdène. Néanmoins, si ces résultats indiquent un effet du tungstène et du molybdène, il faut également tenir compte d'effets provenant potentiellement de la différence de teneur en aluminium entre les deux nuances. On notera également la reproductibilité des essais avec l'alliage Ti46Al-W, car des courbes proches sont obtenues lorsque l'essai est reproduit.

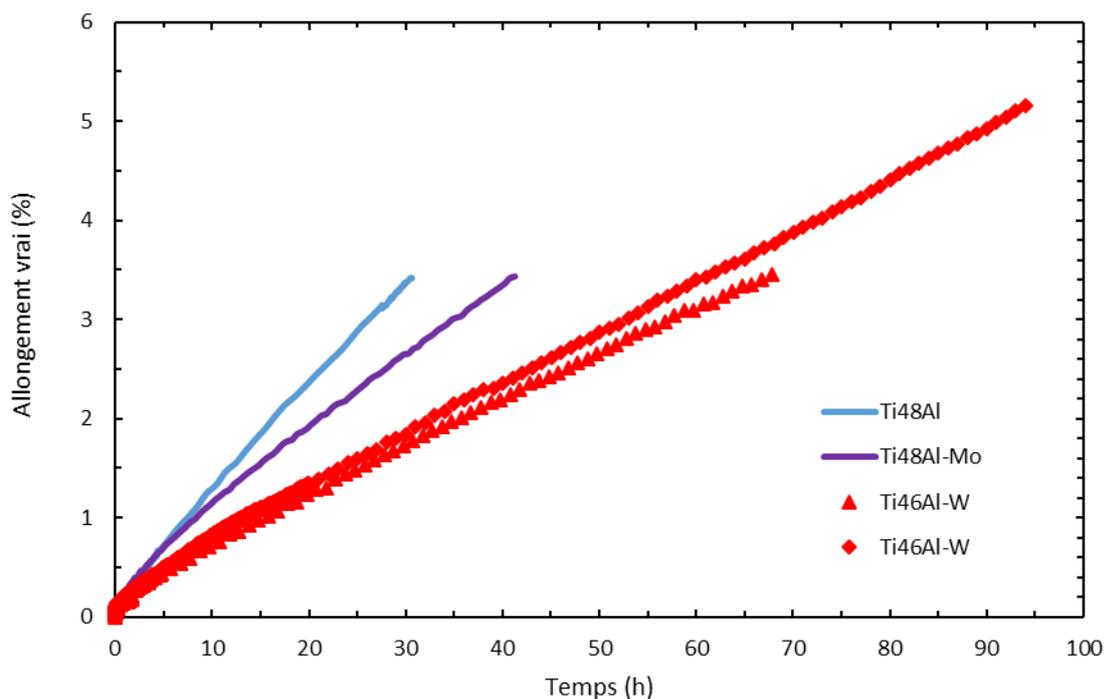


Figure 5 : Essais de fluage interrompus sur les nuances Ti48Al, Ti46Al-W et Ti48Al-Mo de microstructure gamma

Référence	Alliage	Déformation plastique (%)	Vitesse secondaire (s^{-1})
AY244	Ti48Al	3	3,00E-07
AY173	Ti46Al-W	3	1,30E-07
AY288	Ti46Al-W	5	1,43E-07
AZ736	Ti48Al-Mo	3	2,03E-07

Tableau 4 : Tableau récapitulatif des propriétés des essais de fluage sous une contrainte de 36 MPa et 800°C

II.4. Essais de compression avec sauts de vitesse

En complément des essais mécaniques de traction et de fluage, des essais de compression avec sauts de vitesse ont été réalisés sur les alliages Ti48Al et Ti46Al-W, afin de déterminer les paramètres cinétiques de déformation : l'exposant de contrainte n , et l'énergie d'activation Q .

Dans le chapitre bibliographie, vous avons abordé le fait que les alliages TiAl peuvent avoir un comportement dont la cinétique de déformation peut être approximée par une loi de comportement de Norton [67] :

$$\dot{\varepsilon} = A\sigma^n \quad (1)$$

Avec $\dot{\varepsilon}$: vitesse de déformation (s^{-1}), σ : contrainte appliquée (MPa), n : coefficient de contrainte et A : constante du matériau.

Cette loi traduit la variation de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte. Pour que cette relation décrive correctement le comportement du matériau, il est nécessaire que la contrainte soit stationnaire au cours de la déformation, ou que la contrainte atteigne un maximum, avant de décroître, la contrainte étant alors considérée comme stationnaire dans un intervalle de déformation autour de ce maximum. Dans notre cas, nous utiliserons plutôt le second critère.

En ce qui concerne la variation de la vitesse de déformation en fonction de la température, nous utiliserons l'expression suivante :

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 e^{\frac{-Q}{RT}} \quad (2)$$

Avec $\dot{\varepsilon}_0$ un paramètre de dimensionnement (s^{-1}), Q : énergie d'activation ($J.mol^{-1}$), R : constante des gaz parfaits ($J.mol^{-1}.K^{-1}$) et T : température (K). Cette expression indique que le comportement est un phénomène thermiquement activé et suit une loi d'Arrhenius.

Ainsi, afin de déterminer le paramètre n , à une température donnée, l'approche expérimentale consiste à faire varier la vitesse de déformation de l'échantillon. Pour la détermination de l'énergie d'activation Q , il faut faire varier la température des essais pour une vitesse de déformation donnée. Soulignons que l'application de ces méthodes avec l'obtention d'une contrainte stationnaire implique que la microstructure des éprouvettes de compression reste stable au cours des essais.

II.4.a. Résultats des essais

En amont des résultats présentés dans cette partie, des essais préliminaires ont été entrepris pour déterminer les températures à utiliser pour notre étude. L'idée initiale était de faire les essais de sauts de vitesse aux mêmes températures que les essais de traction : 700°C, 800°C et 900°C. Cependant, les essais à 700°C ont donné des courbes où aucun état stationnaire de la contrainte n'était atteint aux différentes vitesses de déformation. Ceci nous a amené à choisir des températures de 800°C, 850°C et 900°C pour cette série d'essais. Les vitesses de déformation sélectionnées ont été $10^{-4} s^{-1}$, $10^{-3} s^{-1}$ puis $10^{-2} s^{-1}$. À la fin de plusieurs essais, un retour à une vitesse de déformation de $10^{-4} s^{-1}$ était programmé, pour s'assurer que la contrainte revenait à une valeur proche de celle du premier palier, de manière à vérifier l'indépendance de la contrainte à la valeur de la déformation.

La figure 6.a et le tableau 6 montrent les résultats des essais obtenus sur l'alliage Ti48Al. Les résultats obtenus à 800°C montrent que l'on atteint un palier pour une vitesse de $10^{-4} s^{-1}$ alors qu'aux deux autres vitesses, la contrainte continue d'augmenter. Nous voulions refaire cet essai à 800°C en poursuivant la compression aux vitesses $10^{-3} s^{-1}$ et $10^{-2} s^{-1}$ afin d'obtenir un maximum de contrainte mais une panne de la machine ne nous a pas permis de réaliser ce second essai. Ainsi les valeurs de contraintes données dans le tableau 5, à 800°C pour des vitesses de $10^{-3} s^{-1}$ et $10^{-2} s^{-1}$ sont extrapolées et données à titre indicatif. À 850°C, un palier est

atteint pour une vitesse de 10^{-3} s^{-1} . Pour une vitesse plus faible le matériau présente un adoucissement après avoir atteint une contrainte maximale, comme pour l'ensemble des paliers de l'essai à 900°C . À plus haute vitesse de déformation, le matériau semble être toujours dans un stade d'écrouissage mais nous ferons l'approximation d'un maximum de contrainte en fin de palier. Les retours à une vitesse de 10^{-4} s^{-1} pour les différentes températures montrent un décalage avec le palier initial, ce qui indique que la contrainte n'est pas strictement indépendante de la déformation. Nous considérerons donc que l'état stationnaire correspond au maximum de contrainte.

Les résultats de l'alliage Ti46Al-W sont présentés sur la figure 6 et le tableau 6. Au cours de l'essai à 800°C , un palier a été atteint pour chaque vitesse de déformation. En revanche, pour les deux autres températures, on observe un adoucissement du matériau après un maximum de contrainte pour les trois vitesses de déformation. Comme pour les essais sur Ti48Al, les retours à une vitesse de 10^{-4} s^{-1} montrent un léger écart avec le palier initial.

Pour le calcul des paramètres cinétiques, nous avons vu dans le paragraphe II.5 que l'équation (1) nécessite que la contrainte soit au moins stationnaire sur un intervalle. Dans notre cas, nous appliquerons la loi autour du maximum de contrainte (tableau 6) atteint pour chaque vitesse de déformation, à chaque température d'essai pour les deux nuances d'alliage.

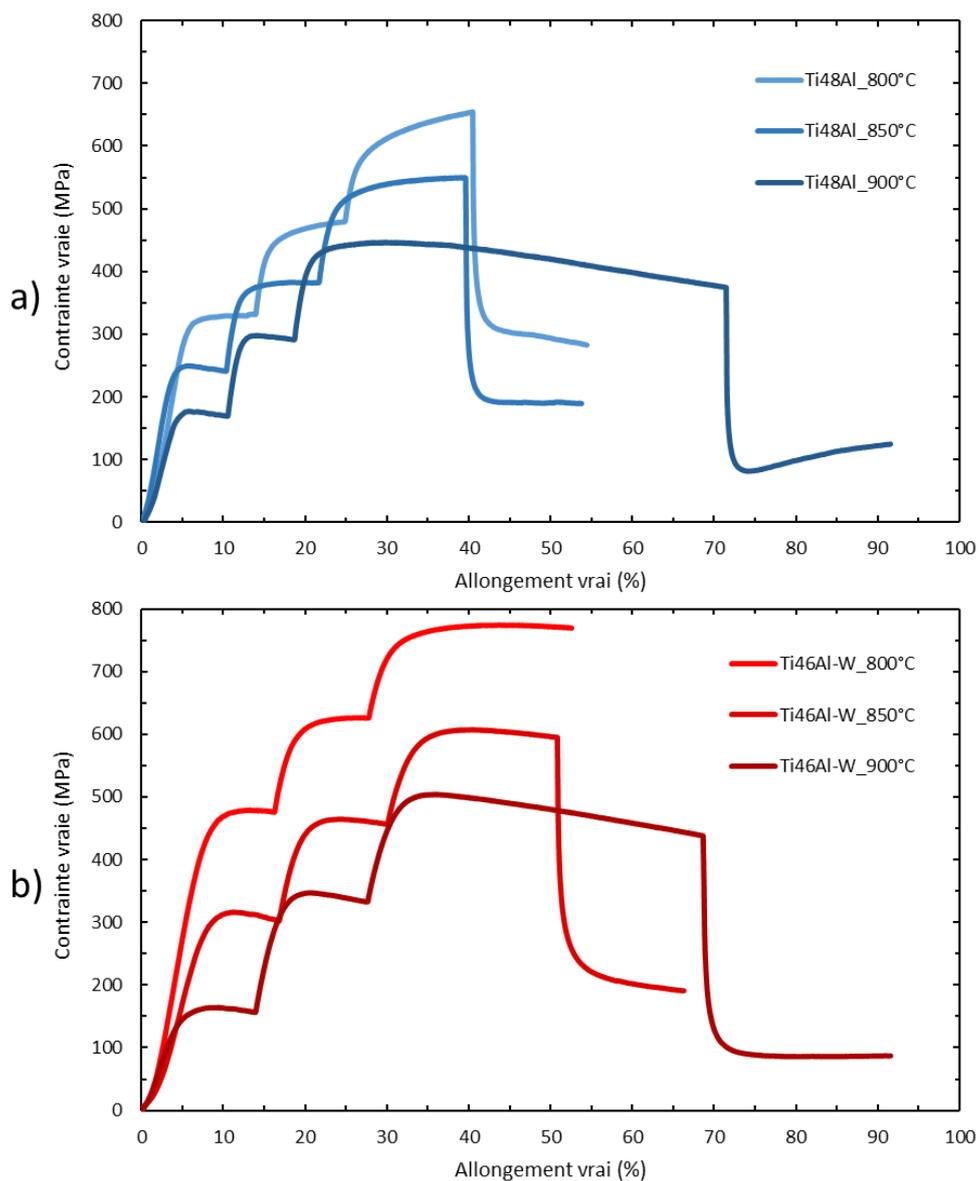


Figure 6 : Essais de compression avec sauts de vitesse dans a) Ti48Al, b) Ti46Al-W

Alliage	Ti48Al			Ti46Al-W		
	800°C	850°C	900°C	800°C	850°C	900°C
Palier 1 (10^{-4} s^{-1})	335 MPa	248 MPa	177 MPa	479 MPa	316 MPa	164 MPa
Palier 2 (10^{-3} s^{-1})	500 MPa	382 MPa	297 MPa	626 MPa	464 MPa	346 MPa
Palier 3 (10^{-2} s^{-1})	720 MPa	548 MPa	447 MPa	775 MPa	607 MPa	504 MPa

Tableau 5 : Récapitulatif des propriétés mécaniques des essais de sauts de vitesse

II.4.b. Détermination des paramètres d'activation

Pour déterminer les exposants de contraintes, on prend le logarithme de l'équation (1) :

$$\ln(\dot{\epsilon}) = \ln(A) + n \ln(\sigma) \quad (3)$$

Sur la courbe $\ln(\dot{\epsilon}) = f(\ln(\sigma))$, le coefficient directeur de la droite obtenue correspond alors au coefficient de contrainte n . Les courbes correspondantes sont données dans le graphique 7, et les valeurs de n associées aux différentes droites sont reportées dans le tableau 6. Les deux alliages suivent la même tendance puisque la valeur du coefficient de contrainte diminue avec l'augmentation de la température. Néanmoins, dans Ti48Al la diminution du coefficient de contrainte avec l'augmentation de la température est beaucoup moins marquée que dans l'alliage Ti46Al-W. De plus, pour une température de 900°C, le coefficient de contrainte de Ti48Al devient plus important que celui de Ti46Al-W.

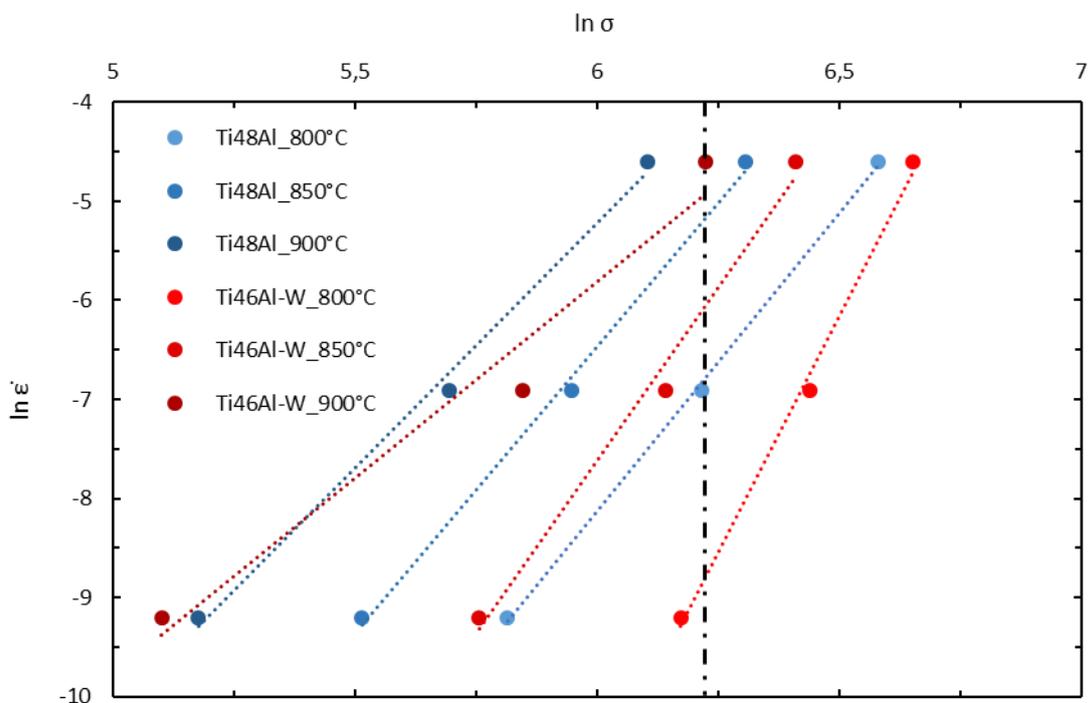


Figure 7 : Courbes $\ln(\dot{\epsilon}) = f(\ln(\sigma))$ pour les deux nuances aux différentes températures. La droite verticale noire correspond à la contrainte 504 MPa, choisie pour la détermination des énergies d'activation.

Alliage	Ti48Al			Ti46Al-W		
Température de l'essai	800°C	850°C	900°C	800°C	850°C	900°C
Coefficient de contrainte	6	5,8	4,9	9,5	7	4

Tableau 6 : Tableau des valeurs des coefficients de contraintes

La détermination de l'énergie d'activation Q , pour une contrainte constante, est effectuée en appliquant un logarithme à l'équation (2), qui devient :

$$\ln(\dot{\epsilon}) = \ln(\dot{\epsilon}_0) - \frac{Q}{RT} \quad (4)$$

En traçant les courbes $\ln(\dot{\epsilon}) = f\left(\frac{1}{T}\right)$ (figure 8), on obtient des droites de coefficient directeur $-\frac{Q}{R}$, ce qui permet de déterminer l'énergie d'activation. La contrainte choisie pour le calcul des énergies d'activation est 504 MPa parce que l'on peut facilement déterminer la déformation associée à cette contrainte pour les deux alliages à partir de la figure 7. Seule la déformation associée à cette contrainte pour une température de 900°C dans Ti48Al a été extrapolée à partir de la courbe Ti48Al_900°C de la figure 7. Les énergies d'activation ainsi déterminées valent environ 280 kJ.mol⁻¹ pour Ti48Al et 480 kJ.mol⁻¹ pour Ti46Al-W (tableau 7).

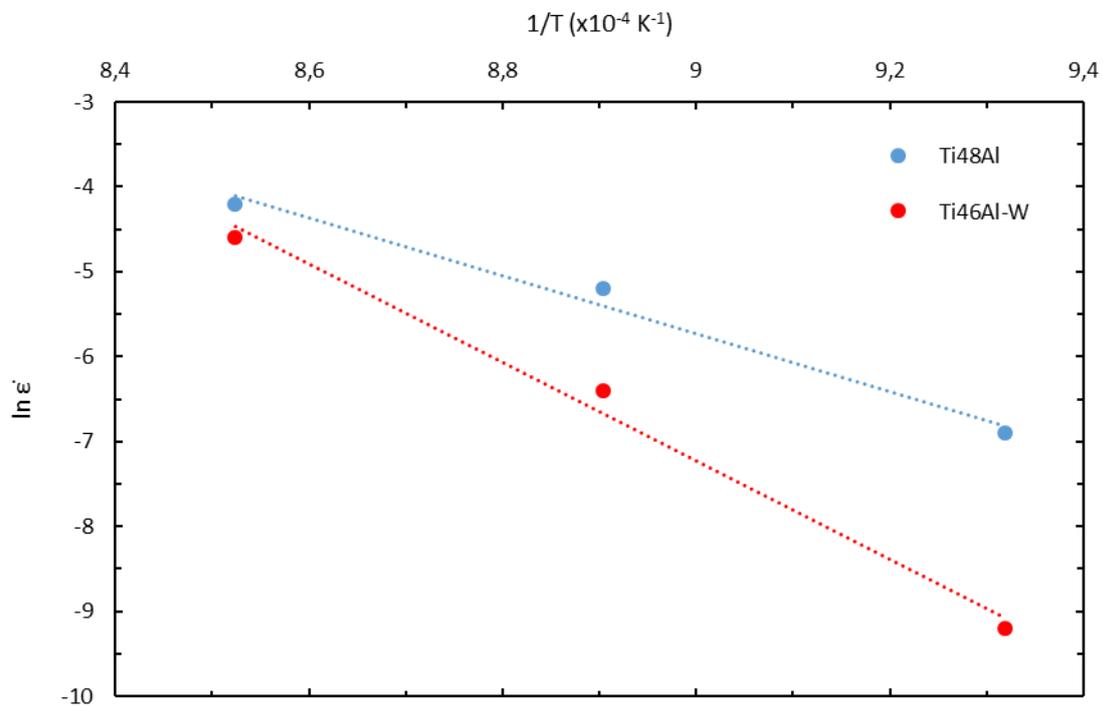


Figure 8 : Courbes d'Arrhenius $\ln(\dot{\epsilon}) = f(1/T)$ permettant de déterminer les valeurs des énergies d'activation pour les nuances Ti48Al et Ti46Al-W

Alliage	Ti48Al	Ti46Al-W
Énergie d'activation (kJ.mol ⁻¹)	283	482

Tableau 7 : Énergies d'activation obtenues pour les alliages Ti48Al et Ti46Al-W

III. Essais mécaniques sur la microstructure lamellaire

Nous abordons à présent le comportement mécanique des cinq nuances avec une microstructure lamellaire. En effet, comme nous l'avons précisé en introduction de ce chapitre, ce sont les microstructures lamellaires qui présentent le meilleur compromis entre ductilité à température ambiante et résistance mécanique à haute température. Ainsi, il semblait nécessaire au cours de cette thèse de s'intéresser à l'influence des éléments lourds et des éléments en insertion, sur le comportement mécanique de ces microstructures lamellaires optimisées. Des essais en traction et en fluage ont donc été réalisés sur l'ensemble des nuances élaborées, dans l'optique de comprendre le rôle de chaque élément sur les propriétés mécaniques.

III.1. Essais de traction à température ambiante

Les résultats des essais de traction sont présentés sur la figure 9 et les propriétés mécaniques associées sont indiquées dans le tableau 8. Tout d'abord, en présence de molybdène, on observe une augmentation de la limite élastique de 50 MPa par rapport à celle de Ti48Al. Néanmoins, ceci s'accompagne d'une très légère diminution de ductilité. Les trois nuances contenant du tungstène présentent les limites d'élasticités les plus élevées. Ti46Al-W et Ti46Al-WSi ont une limite élastique quasi-identique, qui est plus grande que celle de Ti48Al-Mo de 50 MPa. En ce qui concerne Ti46Al-WC, une augmentation de 80 MPa par rapport aux deux autres nuances au tungstène est observée. Les trois nuances au tungstène rompent pratiquement à la même contrainte mais pour des allongements plastiques différents. L'alliage Ti46Al-WC a un allongement plastique plus faible que Ti46Al-W et Ti46Al-WSi. Il est intéressant de noter que Ti46Al-W et Ti46Al-WSi ont des courbes qui se superposent quasiment en tout point, avec une ductilité très légèrement supérieure pour la nuance sans silicium.

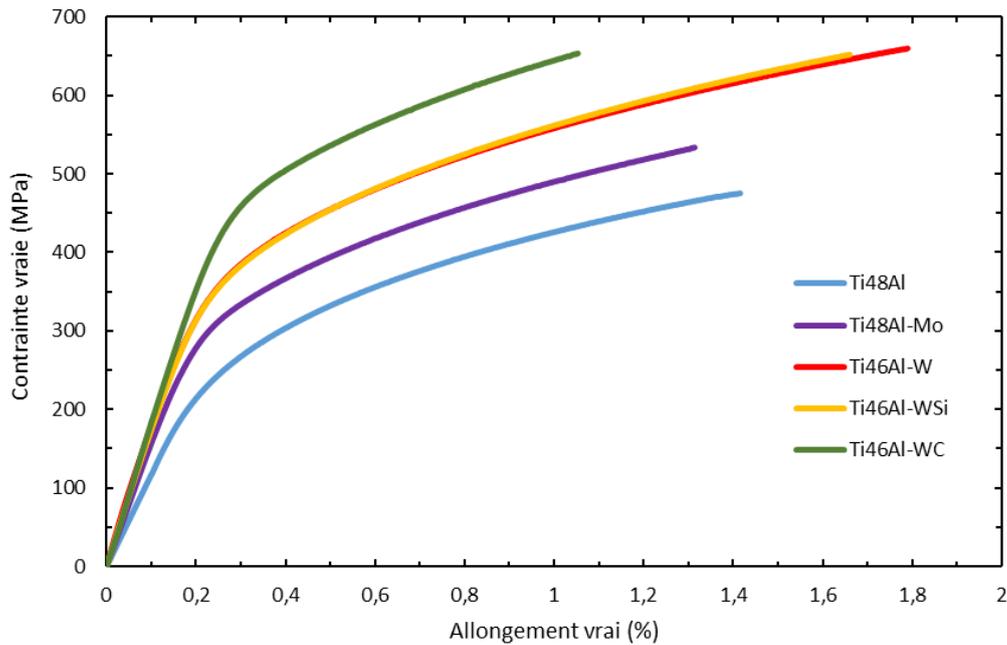


Figure 9 : Courbes des essais de traction à température ambiante sur les cinq nuances d'alliage avec une microstructure lamellaire

Référence	Alliage	$\sigma_{e 0,2\%}$ (MPa)	σ_m (MPa)	A (%)
AY706	Ti48Al	349	475	1,18
AY576	Ti46Al-W	452	659	1,37
AZ252	Ti46Al-WC	533	653	0,77
AZ255	Ti46Al-WSi	449	650	1,27
AZ167	Ti48Al-Mo	394	533	0,89

Tableau 8 : Tableau récapitulatif des propriétés mécaniques des essais de traction à température ambiante sur les alliages de microstructure lamellaire.

III.2. Essais de traction à haute température

Les résultats des essais de traction à 800°C ainsi que les propriétés mécaniques sont respectivement indiqués sur la figure 10 et dans le tableau 9. L'essai sur la nuance contenant du molybdène n'a pas pu être réalisé à cause d'une panne de la machine de traction. Les alliages contenant du tungstène Ti46Al-W, Ti46Al-WC et Ti46Al-WSi présentent des limites d'élasticité plus importantes que l'alliage binaire Ti48Al. Ainsi, les limites élastiques de Ti46Al-W et Ti46Al-WSi sont à nouveau quasi-identiques, et supérieures d'environ 125 MPa à celle de Ti48Al. L'alliage contenant du carbone présente à nouveau la meilleure limite élastique, avec une valeur supérieure de 40 MPa à celles de Ti46Al-W et Ti46Al-WSi. De plus, cette nuance au carbone est celle qui présente la résistance maximale à la traction.

Enfin, on peut une nouvelle fois remarquer que les alliages Ti46Al-W et Ti46Al-WSi présentent des comportements mécaniques très proches.

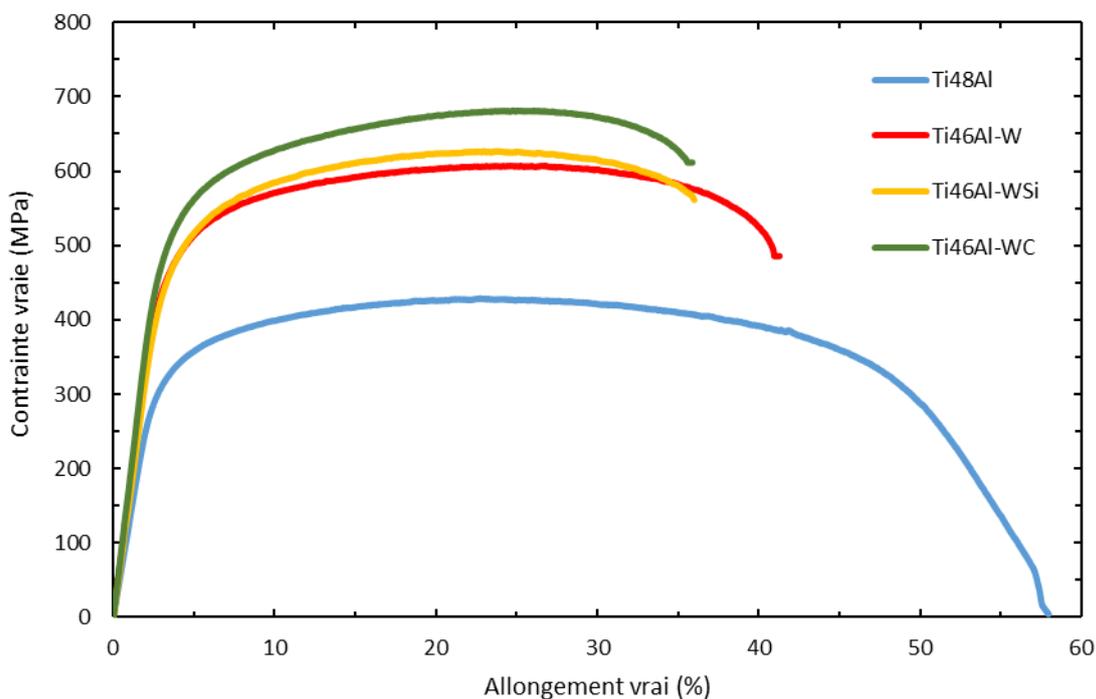


Figure 10 : Courbes des essais de traction à 800°C sur les cinq alliages lamellaires

Référence	Alliage	$\sigma_{e\ 0,2\%}$ (MPa)	σ_m (MPa)	A (%)
AY706	Ti48Al	270	428	55,7
AY576	Ti46Al-W	398	606	38,4
AZ030	Ti46Al-WC	433	680	33,1
AZ255	Ti46Al-WSi	393	626	33,3

Tableau 9 : Tableau récapitulatif des propriétés mécaniques des cinq alliages de microstructure lamellaire en traction à haute température

III.3. Essais de fluage

Les essais de fluage ont été effectués à une température de 800°C, sous une contrainte de 200 MPa, jusqu'à la rupture des éprouvettes. L'ensemble des résultats sont donnés sur la figure 11 et dans le tableau 10. Dans ces conditions, l'alliage Ti48Al a une faible durée de vie puisque l'éprouvette rompt au bout de 19 heures de fluage. Cette durée de vie augmente avec l'ajout de molybdène, pour atteindre 49 heures. Tout comme pour les essais de traction, les trois alliages contenant du tungstène ont la résistance la plus élevée des alliages testés. Néanmoins, on observe ici un effet marqué des éléments en insertion puisque Ti46Al-WC et Ti46Al-WSi ont respectivement des durées de vie supérieure de 93 heures et 84 heures à Ti46Al-W.

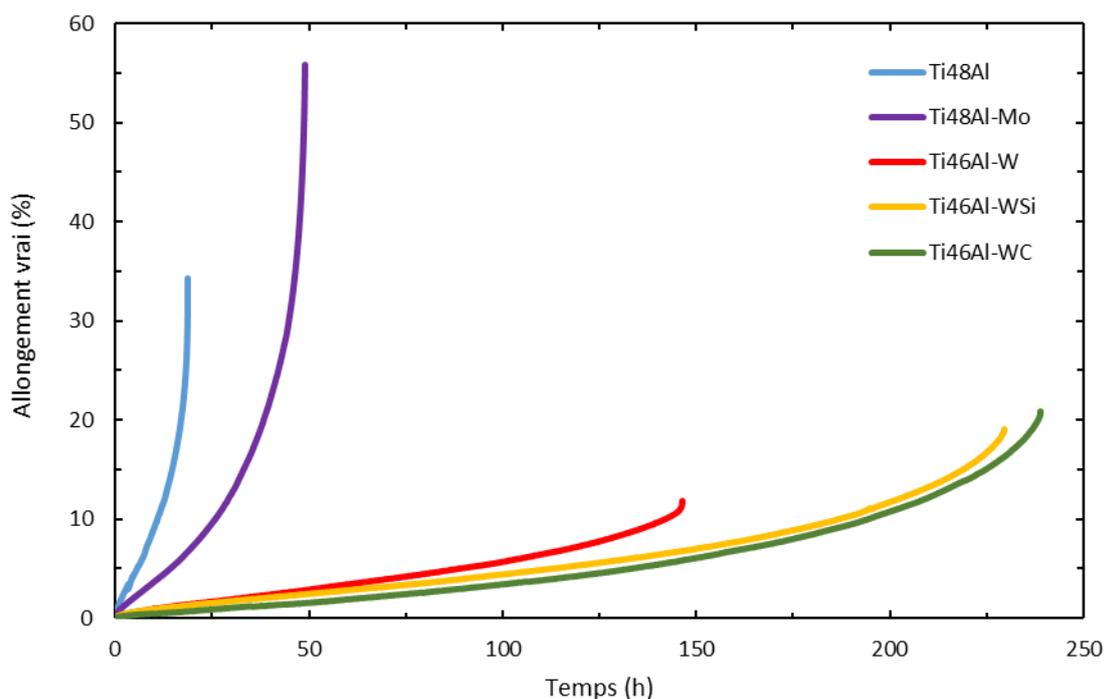


Figure 11 : Courbes de fluage sur les cinq nuances d'alliage de microstructure lamellaire

Référence	Alliage	Vitesse secondaire (s^{-1})	Durée de vie (h)
AY706	TiAl	2,55E-06	19
AY576	TiAl-W	1,40E-07	146
AZ030	TiAl-WC	1,11E-07	239
AZ255	TiAl-WSi	1,24E-07	230
AZ164	TiAl-Mo	8,81E-07	49

Tableau 10 : Tableau récapitulatif des propriétés mécaniques des cinq alliages de microstructure lamellaire en fluage

IV. Discussion

Au cours de ce chapitre, nous avons étudié le comportement mécanique de nos cinq nuances d'alliage. L'effet plus particulier des éléments lourds a été étudié dans des alliages de microstructure gamma via des sollicitations en fluage, en traction et en compression. Ensuite, des essais de fluage et de traction ont été entrepris sur l'ensemble des nuances avec une microstructure lamellaire, afin d'observer l'impact des éléments d'alliage sur une microstructure raffinée. À présent, nous allons proposer une interprétation des effets des éléments d'alliages de l'étude dans les deux microstructures.

IV.1. Effet des éléments lourds dans une microstructure gamma

Au sein des alliages de microstructure gamma, les essais de fluage interrompus à 3% de déformation plastique ont permis de déterminer une vitesse secondaire de 3.10^{-7} s^{-1} dans Ti48Al, $2,03.10^{-7} \text{ s}^{-1}$ dans Ti48Al-Mo et $1,3.10^{-7} \text{ s}^{-1}$ pour Ti46Al-W. Les éléments lourds réduisent respectivement la vitesse secondaire d'un facteur 1,5 et 2,3 par rapport à Ti48Al. On aurait donc un effet du tungstène plus important que celui du molybdène sur la tenue de TiAl. Dans les conditions de nos essais de fluage, haute température et faible contrainte, la vitesse de déformation des éprouvettes est faible et favoriserait une déformation à l'aide du mécanisme de montée des dislocations. Dans cette optique, pour améliorer la tenue de TiAl en fluage, les deux éléments lourds doivent agir sur ce mécanisme, avec un effet plus marqué de la part du tungstène.

En traction, l'ajout du tungstène améliore la tenue mécanique de TiAl. Les résultats obtenus montrent en effet des limites élastiques supérieures dans Ti46Al-W comparé à Ti48Al sauf à une température de 900°C où les limites élastiques s'inversent et où la nuance Ti48Al présente une meilleure résistance. De façon classique, on observe une chute de la limite élastique dans les deux alliages à partir de 700°C. Cette chute, plus importante dans Ti46Al-W, s'accélère à partir de 800°C ce qui semble suggérer que l'on aurait une transition fragile ductile des deux alliages qui s'opère aux alentours de cette température. De la température ambiante à 700°C, pour améliorer la tenue mécanique de l'alliage, il est possible que le tungstène agisse sur le mécanisme de glissement des dislocations en diminuant leur mobilité par une augmentation de la barrière de Peierls. Toujours dans cette gamme de température, et plus particulièrement à température ambiante, des travaux antérieurs [156] ont montré une forte influence de la taille de grains sur la limite élastique dans un alliage $\text{Ti}_{49}\text{Al}_{47}\text{Cr}_2\text{Nb}_2$ de microstructure gamma. Un écart de 0.8 μm sur la taille de grain, écart entre nos deux nuances, donne un écart de 200 MPa sur la limite élastique en faveur de l'échantillon avec une petite taille de grain. Ce qui est cohérent avec l'écart important de 300 MPa en faveur de Ti46Al-W. Ainsi l'écart observé de limite élastique entre nos deux nuances peut être en partie imputé à cet effet. Au-delà de 700°C, nous interprétons la chute de limite d'élasticité par l'activation du mécanisme de montée des dislocations, comme proposé classiquement dans la bibliographie. F.Appel explique qu'à des températures comprises entre 700°C et 800°C, la déformation d'un alliage lamellaire se produit principalement dans la phase gamma. Elle s'effectue via des modes de glissements, identiques à ceux observés à température ambiante, et par la montée de dislocations [20]. Cependant, la chute plus forte observée dans Ti46Al-W, appelle une autre interprétation. Nous avons avancé précédemment que lors du fluage, le tungstène retarde la déformation en agissant sur le mécanisme de montée. Bien que l'on puisse supposer une diminution de cet effet avec l'augmentation de la température, la chute observée ne devrait pas être aussi brutale. Une interprétation est possible si l'on s'intéresse à la différence de taille de grain des deux nuances. En effet, des mécanismes impliquant les joints de grains pourraient être activés, comme le mécanisme de Coble (déformation à haute température par transport de matière dans les joints de grains [75]), ou encore le glissement aux joints de grains. Ainsi, l'alliage Ti46Al-W composé de grains plus petits que Ti48Al, serait plus sensible à ce type de mécanisme, ce qui expliquerait sa chute de résistance plus marquée avec l'élévation de la température. Néanmoins, on ne peut pas écarter que la chute brutale de la limite élastique dans Ti46Al-W, en comparaison de Ti48Al, peut être influencée par la différence de teneur en aluminium entre les deux nuances.

Lors des essais de compression, l'ajout de tungstène apporte une amélioration des propriétés puisque l'on obtient des contraintes maximales plus importantes pour la nuance Ti46Al-W en comparaison de Ti48Al, et ce, pour les trois températures d'essai et les trois vitesses de déformation choisies. Ces essais nous ont permis de déterminer des valeurs d'exposant de contrainte compris entre 4,9 et 6 pour la nuance Ti48Al et, entre 4 et 10 pour Ti46Al-W. Il apparaît que les exposants de contrainte estimés sont plus grands dans la nuance au tungstène sauf à 900°C où une inversion se produit, l'exposant de contrainte de Ti48Al étant alors plus élevé que celui mesuré pour la nuance Ti46Al-W. On note également que pour les deux nuances, la valeur de n diminue avec l'augmentation de la température dans la gamme 800°C-900°C. Cette diminution de n avec la température a déjà été observée dans la bibliographie dans les travaux de R.K Gupta et al. [157] ou la thèse de Zofia Trzaska [51]. À partir de ces essais, l'énergie d'activation des deux alliages a également été déterminée. Les valeurs estimées sont d'environ 280 kJ.mol⁻¹ pour Ti48Al et 480 kJ.mol⁻¹ pour Ti46Al-W. Dans des travaux antérieurs, Zofia Trzaska [51], a évalué à 300 kJ.mol⁻¹ l'énergie d'activation d'un alliage GE Ti₄₈Al₄₈Cr₂Nb₂ présentant une microstructure proche de notre nuance Ti48Al, ce qui est comparable à notre résultat. Notons toutefois que l'énergie d'activation est légèrement plus faible dans l'alliage Ti48Al de notre étude que dans l'alliage GE, probablement en raison de la présence des éléments Nb et Cr en solution solide dans ce dernier cas. Pour discuter de la valeur de l'énergie d'activation de Ti46Al-W, nous manquons ici de données bibliographiques comme point de comparaison, mais nous retiendrons qu'elle est plus élevée que l'énergie de la nuance Ti48Al. Les valeurs des exposants de contraintes obtenues étant toutes supérieures à 4, elles indiquent que les deux alliages se déforment majoritairement via des mécanismes impliquant le mouvement de dislocations par glissement et / ou par montée. Cependant, comme nous obtenons des valeurs de plus en plus faibles avec l'augmentation de la température, il est probable que des mécanismes impliquant la diffusion soient de plus en plus actifs. L'inversion des exposants de contraintes observée à 900°C pourrait suggérer des différences au niveau des mécanismes de déformation entre les deux alliages, que l'on pourrait attribuer à la présence de tungstène dans le matériau.

IV.2. Effet des éléments d'addition dans une microstructure lamellaire

Nous allons maintenant aborder la question de l'effet des différents éléments d'alliage dans une microstructure lamellaire. Les essais de traction à température ambiante sur l'ensemble des nuances montrent une amélioration de la limite élastique pour les alliages contenant des éléments lourds par rapport au binaire Ti48Al. De plus, Ti46Al-W présentera une ductilité légèrement plus importante que Ti48Al et Ti48Al-Mo alors qu'en règle générale, une augmentation de la limite élastique s'accompagne d'une diminution de la ductilité du matériau. Lors des essais à température ambiante, les éléments légers se sont aussi distingués par leurs effets respectifs. Le carbone va grandement améliorer la limite élastique de Ti46Al-W au prix d'une réduction importante de la ductilité du matériau. De son côté, la courbe Ti46Al-WSi se superposant parfaitement à la courbe Ti46Al-W, le silicium ne montre pas d'effet particulier. Lors des essais en traction à 800°C, le tungstène apporte une grande amélioration de la limite d'élasticité comparé à l'alliage binaire. Les éléments légers vont avoir le même type d'effet qu'à température ambiante. Ainsi, la courbe Ti46Al-WSi se superposant à nouveau à la courbe Ti46Al-W, nous ne notons pas d'effet particulier du silicium. En revanche, l'alliage contenant

du carbone offre la meilleure limite élastique. Comme abordée dans la bibliographie, la déformation de TiAl s'effectue principalement dans la phase γ et beaucoup moins dans la phase α_2 [20]. Nous avons vu dans la partie sur la microstructure gamma que le tungstène améliore plus efficacement la tenue mécanique de la phase. Il semble donc normal que, dans le cas des microstructures lamellaires à température ambiante, Ti46Al-W présente également de meilleures propriétés que Ti48Al-Mo. Au sujet de l'effet du carbone qui améliore grandement la limite élastique au détriment de la ductilité, en accord avec la bibliographie, cet effet peut être dû au fait que le carbone stabilise la phase α [135, 136], ce qui induirait une fraction de phase α_2 plus élevée dans Ti46Al-WC. Ceci rendrait le matériau plus résistant, mais également plus fragile, ce qui est effectivement observé. La traction étant un essai mécanique impliquant une déformation rapide du matériau, le glissement des dislocations est alors le mécanisme privilégié. Ainsi, l'absence d'un effet du silicium, lors de ces essais, indique qu'il n'agit pas sur ce type de mécanisme.

En fluage sur ces microstructures lamellaires, les éléments lourds ont un effet notable sur la tenue mécanique, puisque les alliages contenant du tungstène et du molybdène présentent une durée de vie plus élevée que l'alliage Ti48Al, toujours avec un effet plus marqué dans l'alliage au tungstène. Il est intéressant ici de faire une rapide comparaison avec la microstructure gamma. En effet, dans ce cas, des réductions de vitesses de fluage secondaire d'un facteur 1,5 dans Ti48Al-Mo et 2,3 dans Ti46Al-W étaient observées. En revanche, pour les alliages lamellaires, la réduction de vitesse de fluage secondaire atteint des facteurs de l'ordre de 10 – 20 fois. Par ailleurs, les deux éléments légers ont un rôle important puisque leur ajout améliore de façon importante la durée de vie des alliages en comparaison de Ti46Al-W et ce, dans des proportions équivalentes. Néanmoins, on peut noter que l'effet du carbone est légèrement supérieur à celui du silicium. D'après la bibliographie, le comportement mécanique d'un matériau lamellaire va en partie dépendre de la transmission de la déformation au niveau des interfaces lamellaires [116,117] et on aurait une ségrégation des éléments lourds à ces mêmes interfaces [120, 128-129]. Ces deux facteurs réunis pourraient expliquer l'effet plus fort des éléments lourds dans la microstructure lamellaire par rapport à la microstructure gamma. En effet, une ségrégation des éléments lourds au niveau des interfaces γ/γ et γ/α_2 pourrait réduire la mobilité des dislocations à ces interfaces, et la microstructure lamellaire contenant beaucoup plus d'interfaces que la microstructure gamma, la déformation se propagerait beaucoup plus difficilement, amenant les différences de facteurs entre les deux microstructures. Pour le cas du silicium, il est intéressant de noter que pour de hautes vitesses de déformation, qui doivent plutôt impliquer des mécanismes de glissement, on n'observe pas d'effet, alors que pour des vitesses de déformation plus faibles, impliquant plutôt des mécanismes de diffusion, on a un effet fort beaucoup plus marqué. D'après la bibliographie, la formation de siliciures au niveau des interfaces lamellaires est susceptible de réduire la mobilité des dislocations [134], ce qui pourrait augmenter la résistance du matériau en fluage.

V. Conclusion

Les essais mécaniques réalisés sur la microstructure gamma ont mis en évidence que le tungstène améliore les propriétés mécaniques de TiAl. De la température ambiante à 700°C, le tungstène agit en renforçant la solution solide. Pour des températures plus élevées, le tungstène agit sur des mécanismes impliquant un phénomène de diffusion, cette idée étant confortée par l'énergie d'activation de Ti46Al-W qui est plus grande de 200 kJ.mol⁻¹ que celle de Ti48Al. Le comportement en fluage de Ti48Al-Mo montre que le molybdène agit de la même manière que le tungstène sur la tenue mécanique mais dans une proportion moins importante.

La limite élastique ainsi que les exposants de contraintes de Ti46Al-W et de Ti48Al diminuent avec l'augmentation de la température et ce, de façon plus importante dans Ti46Al-W. Cette chute plus drastique indique qu'il peut y avoir d'autres mécanismes de déformation qui entrent en jeu, impliquant la diffusion aux joints de grains, comme le mécanisme de Coble, ou le glissement aux joints de grains.

Au cours des deux chapitres suivants, nous allons étudier plus en détail le rôle du tungstène dans l'amélioration des propriétés mécaniques à l'aide d'investigations MET sur des éprouvettes plastiquement déformées en fluage à 800°C. Nous ferons un bilan des mécanismes mis en jeu et de leur cinétique dans Ti48Al et Ti46Al-W pour essayer de mieux comprendre comment le tungstène améliore la tenue mécanique.

Des essais sur les cinq nuances d'alliage avec une microstructure lamellaire, il ressort que les éléments lourds ont un effet plus marqué que dans la microstructure gamma, toujours avec un effet plus fort du tungstène. Les éléments légers ont des effets différents puisque le carbone induit une amélioration des propriétés dans chaque essai alors qu'une amélioration des propriétés par le silicium n'est pas observée sauf dans le cas du fluage. De façon générale, la nuance Ti46Al-WC conduit aux meilleures propriétés dans les différents essais. En vue d'une application à échelle industrielle, à haute température, c'est donc cette nuance qui a le plus fort potentiel d'utilisation.

Chapitre V :

Mécanismes de déformation de la phase γ de l'alliage binaire Ti48Al

I. Introduction.....	115
II. Étude des mécanismes de déformation de l'alliage binaire Ti48Al.....	115
II.1. Investigations <i>post mortem</i>	115
II.1.a. Mécanisme de glissement	115
II.1.b. Mécanisme de montée.....	118
II.2. Investigations par MET <i>in situ</i>	120
II.2.a. Investigations par MET <i>in situ</i> avec chauffage	120
II.2.b. Investigations <i>in situ</i> avec traction à chaud.....	125
II.3. Expérience de tomographie sur une dislocation de type a [001].....	126
II.3.a. Indexation de dislocations de type a [001] en contraste résiduel	127
II.3.b. Méthodologie de reconstruction en 3D par tomographie électronique	128
II.3.c. Résultats	132
II.4. Récapitulatif des observations MET dans l'alliage Ti48Al	136
III. Bilan des mécanismes dans Ti48Al – Discussion	136
III.1. Observations par MET <i>post mortem</i>	137
III.2. Observations par MET <i>in situ</i>	137
III.3. Observations par tomographie électronique	138
IV. Conclusions.....	139

I. Introduction

Notre objectif est d'identifier les mécanismes de déformation en fluage à 800°C sous 36 MPa dans le cas le plus simple, c'est-à-dire dans un alliage binaire modèle ne contenant aucun élément d'addition. C'est dans cet objectif qu'avait été élaboré l'alliage Ti48Al, ne contenant que du titane et de l'aluminium, si l'on ne tient pas compte de l'ajout de bore, insoluble dans la matrice et qui précipite sous forme de borures.

Nous avons donc, tout d'abord, déterminé les mécanismes de déformation en fluage. Pour cela, nous nous sommes appuyés sur l'identification des dislocations par MET *post mortem*, et nous avons mis en œuvre l'analyse des plans d'habitat par des expériences d'inclinaison du porte objet. Nous avons également utilisé la MET *in situ* en chauffage et en traction plus chauffage, approche pour laquelle le CEMES développe une expertise reconnue. L'objectif étant de déterminer les cinétiques des mécanismes après les avoir identifiés. Ces études serviront de référence quand des comparaisons seront effectuées avec l'alliage contenant du tungstène en solution solide dans la phase γ de Ti46Al-W, pour déterminer d'éventuelles transitions de mécanismes, ou de modifications de la cinétique de ces mécanismes, induites par le tungstène. Au cours de ce travail, une famille de dislocation de type a [001], présentant une morphologie particulièrement complexe, a également été identifiée. Cela nous a conduit à mettre en œuvre une approche d'imagerie en 3 dimensions par tomographie électronique, en cours de développement au CEMES.

II. Étude des mécanismes de déformation de l'alliage binaire Ti48Al

L'étude des mécanismes de déformation dans l'alliage binaire Ti48Al s'articule autour d'expérimentations d'inclinaison du porte-objet, dont un exemple détaillé de chaque mécanisme sera présenté. De même, deux exemples d'investigations *in situ* réalisées à des températures comprises entre 700°C et 800°C seront montrés. La présentation des investigations par tomographie électronique fera l'objet d'une sous partie propre. Enfin, l'ensemble des résultats obtenus seront résumés dans un tableau récapitulatif.

Rappelons que les méthodes d'orientation des grains cristallins à l'aide de clichés de diffraction, d'indexation des dislocations par les critères d'extinction, ainsi que la détermination des plans d'habitat par inclinaison du porte-objet, ont été présentées dans le chapitre II.

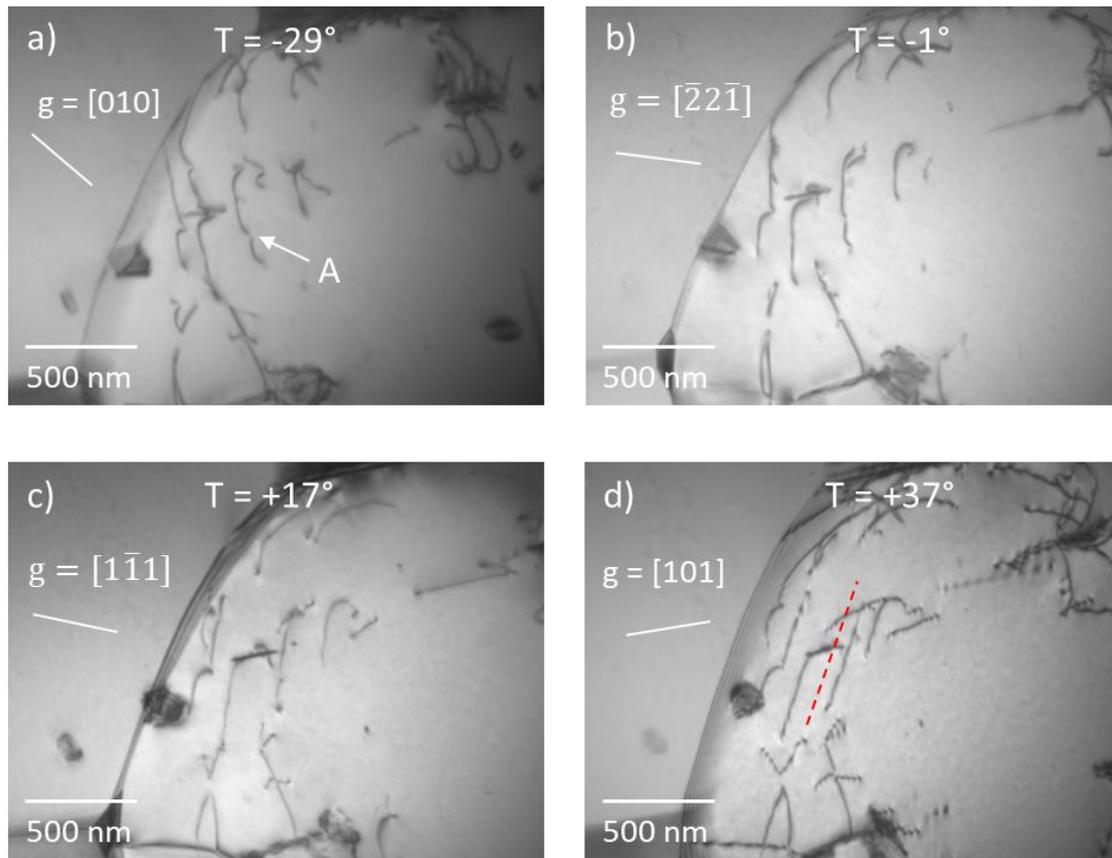
II.1. Investigations *post mortem*

II.1.a. Mécanisme de glissement

Nous montrons sur la figure 1, un exemple de détermination du mécanisme de glissement avec la méthode qui consiste à mettre le plan d'habitat des dislocations debout, ce qui conduit à l'observation d'un segment rectiligne (voir chapitre II). L'extinction préalable de la dislocation

étudiée ici, notée A et indiquée par une flèche blanche, nous indique qu'il s'agit d'une dislocation de vecteur de Burgers de type $\vec{b} = \frac{a}{2} [110]$, reporté par un point vert sur la projection stéréographique (figure 1.e). Les micrographies a-d montrent l'évolution de la ligne de la dislocation pour des angles d'inclinaisons allant de -29° à 37° . Pour un angle de 37° , la ligne de dislocation est vue comme un segment rectiligne ce qui indique que le plan d'habitat est vu debout pour cet angle d'inclinaison. Son orientation est indiquée par la ligne en pointillés rouge sur la micrographie d, et est reportée sur la projection stéréographique inclinée de 37° . Dans ce cas, on voit sur la projection stéréographique que la ligne représentant le plan d'habitat passe par le vecteur de Burgers ce qui signifie que le vecteur Burgers est contenu dans le plan d'habitat, ce qui montre un mécanisme de glissement.

Une autre expérience d'inclinaison du porte objet (non montrée ici), réalisée sur une boucle présente dans le même grain cristallin que précédemment a de nouveau mis en évidence un mécanisme de glissement. Le vecteur de Burgers de cette boucle était, comme précédemment, de type $\vec{b} = \frac{a}{2} [110]$, la boucle de dislocation appartenant ainsi à la même famille que celle de la figure 1. De même, le plan d'habitat a été obtenu en disposant le plan de la boucle debout.



e) Projection stéréographique pour $T = +37^\circ$

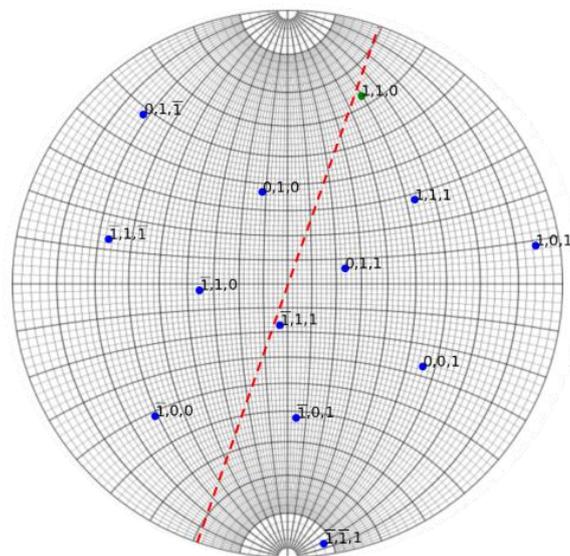


Figure 1 : a-d) Micrographies MET d'une boucle de dislocation marquée A, pour différentes inclinaisons du porte échantillon. Dans la micrographie d), le plan d'habitat de la dislocation est vu debout. e) Projection stéréographique de l'échantillon incliné de 37° , montrant le plan d'habitat des dislocations (ligne rouge) contenant le vecteur de Burgers $\vec{b} = \frac{a}{2} [110]$ (point vert), ce qui indique un mécanisme de glissement.

La détermination du plan d'habitat permet le calcul du facteur de Schmid S , selon la relation :

$$S = \cos(\vec{t}, \vec{b}) \cdot \cos(\vec{t}, \vec{n})$$

avec \vec{b} : vecteur de Burgers, \vec{t} : vecteur parallèle à l'axe de traction, et \vec{n} : normale au plan d'habitat de la dislocation. Les valeurs obtenues dans les plans de glissement et de montée possibles, ainsi que dans le plan d'habitat déterminé expérimentalement dans les deux exemples obtenus dans le même grain cristallin que celui donné figure 1, sont données tableau 1. On constate ainsi que les valeurs de S obtenues dans le plan d'habitat expérimental, 0,34-0,42, est proche de la valeur dans le plan $(1\bar{1}1)$, 0,37. Néanmoins, la valeur dans le plan de montée pure (110) , égale à 0,7, est sensiblement supérieure. Notons que, dans le cas de la montée, le facteur de Schmid peut prendre des valeurs entre 0 et 1, alors que pour le glissement, les valeurs possibles sont entre 0 et 0,5.

Mécanisme observé : glissement				
$\vec{b}=a/2[110]$	Plans de glissement			Plan de montée
Zone analysée	$(\bar{1}11)$	$(1\bar{1}1)$	Plan d'habitat	(110)
Figure 1	0,13	0,37	0,42	0,7
Non-montrée (Grain cristallin identique à celui de la figure 1)	0,13	0,37	0,34	0,7

Tableau 1 : Valeurs du facteur de Schmid S pour les plans de glissement (de type $\{111\}$) et de montée pure (110) , compatibles avec le vecteur de Burgers $[110]$, ainsi que pour le plan d'habitat expérimental déterminé par inclinaison du porte-objet.

II.1.b. Mécanisme de montée

Le mécanisme de montée a été mis en évidence dans deux exemples, mais un seul sera analysé en détail ici. Il s'agit d'un cas particulier, car lorsque nous avons employé la méthode des largeurs projetées, décrite dans le chapitre II, la boucle de dislocation a directement été mise debout. Ceci nous a permis de vérifier que la méthode de mesure des largeurs projetées permet bien de déterminer l'angle d'inclinaison pour lequel le plan de boucle est vu debout. Ainsi, sur les micrographies a-d de la figure 2, on peut voir l'évolution de la ligne de la dislocation pour des angles compris entre -45° et 28° . Pour une inclinaison de -45° , on observe une légère extension de la projection de la ligne vers la droite. Ensuite, la projection de la ligne est vue parfaitement rectiligne à -40° , puis s'étend progressivement vers la gauche pour des inclinaisons allant vers des valeurs positives. Le plan d'habitat de la dislocation est donc vu debout pour un angle de -40° . On peut confronter cette valeur à la méthode des largeurs projetées. Le graphique de la micrographie e montre la largeur projetée w en fonction de l'angle d'inclinaison. Chaque point bleu représente une largeur projetée mesurée expérimentalement et la courbe rouge est le fit de ces points expérimentaux. On voit ici que la méthode est fiable car on retrouve facilement une évolution de la largeur projetée décrite par l'équation :

$w = w_0 \cdot \cos(T+T_0)$ et la courbe montre explicitement que le plan d'habitat est vu debout pour un angle de -40° quand w est égal à 0. Le plan d'habitat ainsi déterminé ne contient pas le vecteur de Burgers $\vec{b} = \frac{a}{2} [110]$, et il est différent également du plan de montée pure (110). Le mécanisme de déplacement correspond alors à de la montée mixte.

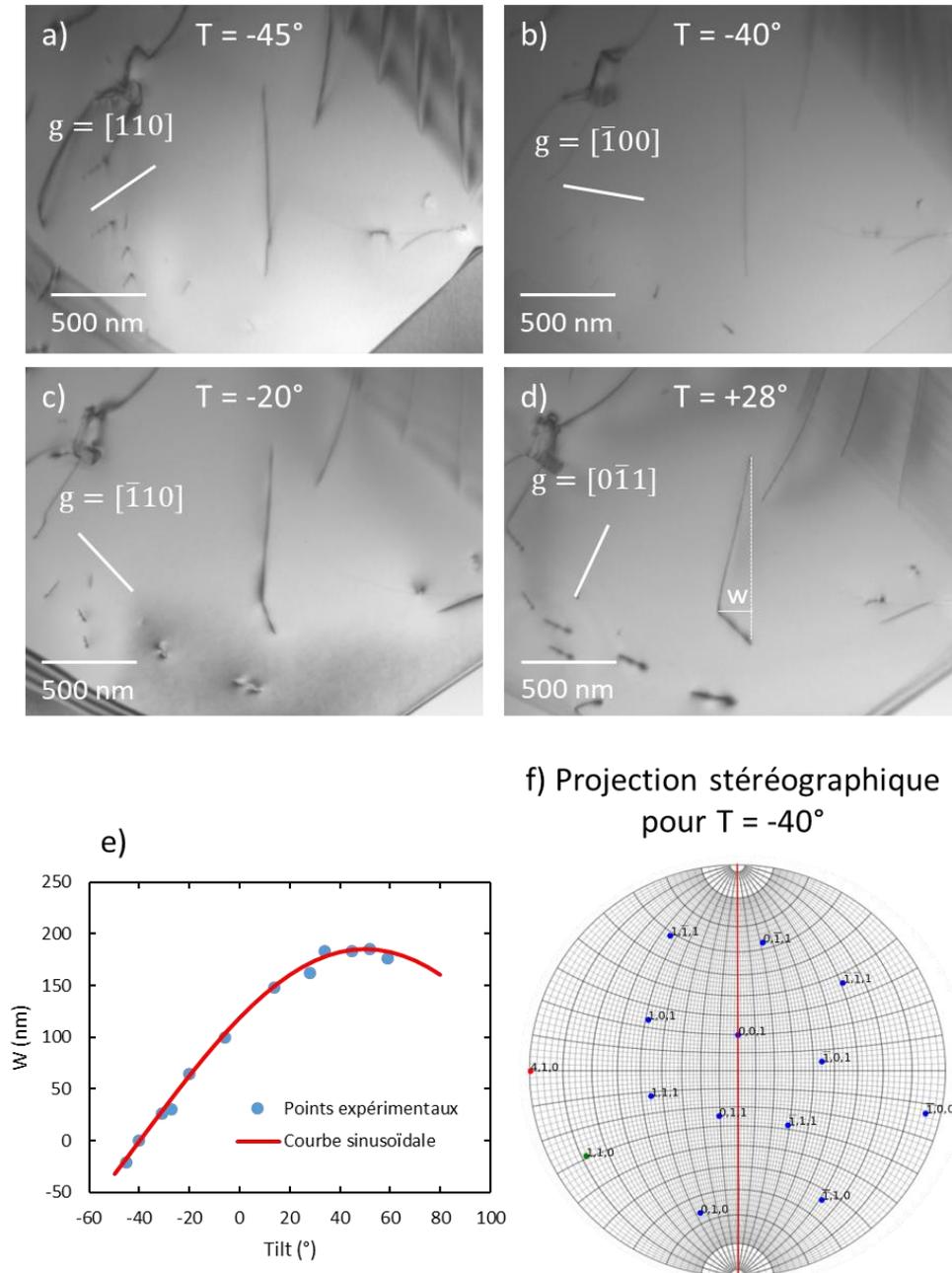


Figure 2 : a-d) Micrographies MET d'une boucle de dislocation, pour différentes inclinaisons du porte échantillon. e) Graphique de la largeur projetée w en fonction de l'angle d'inclinaison du porte-échantillon T , montrant que $w = 0$ (plan d'habitat vu debout) pour $T = -40^\circ$, ce qui est également visible dans la micrographie b). f) Projection stéréographique de l'échantillon incliné de -40° , montrant que le plan d'habitat des dislocations (ligne rouge) ne contient pas le vecteur de Burgers $\vec{b} = \frac{a}{2} [110]$ (point vert), ce qui indique un mécanisme de montée.

Un autre exemple, non détaillé ici, a permis de déterminer, dans un autre échantillon une dislocation de la famille $\vec{b} = \frac{a}{2} [110]$ se déplaçant par montée mixte.

Comme précédemment, les facteurs de Schmid dans les plans de glissement et de montée pure compatibles avec le vecteur de Burgers, ainsi que dans le plan d'habitat expérimental, ont été calculés pour les deux expériences précédentes. Notons que, le vecteur de Burgers ayant été dans les deux cas indexé de manière identique ($\vec{b} = \frac{a}{2} [110]$), les plans de glissement, $(\bar{1}11)$ et $(1\bar{1}1)$, ainsi que le plan de montée pure, (110) , sont également similaires. Les valeurs obtenues sont reportées dans le tableau 2. Les valeurs pour la montée mixte dans le plan d'habitat expérimental sont ainsi de 0,3 et 0,5. Elles sont assez proches des valeurs calculées pour le déplacement dans le plan de montée pure (110) , 0,45, ainsi que dans le plan de glissement $(1\bar{1}1)$, 0,49.

Mécanisme observée : montée mixte				
$\vec{b}=a/2[110]$	Plans de glissement		Plans de montée	
Zone analysée	$(\bar{1}11)$	$(1\bar{1}1)$	(110)	Plan d'habitat
Figure 2	0,09	0,49	0,45	0,5
Non-montrée	0,35	0,49	0,43	0,3

Tableau 2 : Valeurs du facteur de Schmid S pour les plans de glissement (de type $\{111\}$) et de montée pure (110) , compatibles avec le vecteur de Burgers $[110]$, ainsi que pour le plan d'habitat expérimental déterminé par inclinaison du porte objet.

II.2. Investigations par MET *in situ*

Dans cette étude, nous avons mis en œuvre les techniques de MET *in situ* à hautes températures, pour avoir accès à la cinétique des dislocations. Nous avons tout d'abord effectué des investigations par chauffage *in situ*, dans lesquelles le mouvement des dislocations se produit sous l'effet des contraintes d'origine thermique générées dans la lame mince. Une originalité de notre travail a été de coupler les mesures de vitesses des dislocations avec la détermination des mécanismes associés (glissement, montée), à l'aide d'expériences d'inclinaison du porte-objet analogues à celles décrites précédemment. Ce type de démarche n'a en effet pas été mis en œuvre, à notre connaissance, dans le cas d'investigations par MET *in situ* à hautes températures. Par ailleurs, nous avons mis en place une méthodologie délicate d'essais de traction à chaud *in situ*, pour mettre en évidence les mécanismes déclenchés sous de plus fortes contraintes.

II.2.a. Investigations par MET *in situ* avec chauffage

La figure 3 montre les observations effectuées lors d'une expérience à 770°C dont la durée totale était de 90 s. Extraites de la zone encadrée sur la figure 3.a, les figures 3.b-c présentent

deux images d'une séquence vidéo acquise sur la partie droite d'un grain cristallin, montrant les positions successives, à t_0 et $t_0 + 51$ secondes, d'une dislocation au mouvement continu, marquée A, par rapport à un élément de repère indiqué par une flèche. À partir d'une distance mesurée de 59 nm sur laquelle les dislocations se sont déplacées, une vitesse de $1,2 \text{ nm.s}^{-1}$ est obtenue. Notons que les distances mesurées sont des projections sur le plan d'observation des véritables distances parcourues par les dislocations. Le plan d'habitat des dislocations ayant été déterminé (voir ci-dessous), des corrections géométriques ont été appliquées pour obtenir les distances réelles, en utilisant l'inclinaison connue du plan d'habitat par rapport au plan d'image, et en tenant compte de l'angle d'inclinaison auquel les images ont été acquises. Les figures 3.d-e montrent la partie gauche du même grain cristallin, avant et après le chauffage. De nombreuses dislocations se sont déplacées, comme le montrent les traces de glissement visibles sur la figure 3.e. La dislocation marquée B ayant parcourue une distance de 400 nm lors de l'essai, une vitesse de 4.4 nm.s^{-1} est ainsi mesurée.

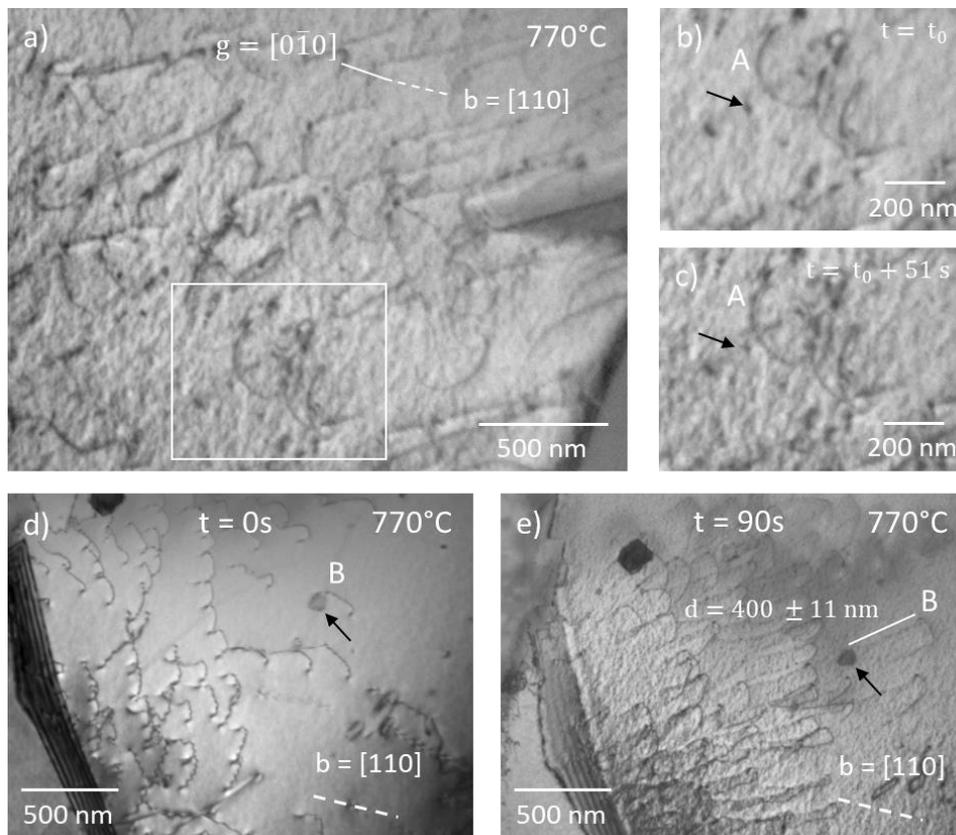


Figure 3 : a) Vue générale de la partie droite d'un grain cristallin. b-c) Micrographies extraites d'une séquence vidéo à $t = t_0$ et $t = t_0 + 51$ s, correspondant à la zone délimitée sur a), montrant les positions de la dislocation marquée A par rapport à un élément indiqué par une flèche. d-e) Micrographies de la partie gauche du même grain cristallin avant et après l'expérimentation *in situ*, montrant le déplacement d'une dislocation marquée B.

En raison du mouvement des dislocations, des traces de glissement parallèles sont laissées sur les deux surfaces de la feuille mince. Par conséquent, en mesurant l'évolution de la largeur projetée entre ces deux traces dans une expérience d'inclinaison du porte objet, le plan d'habitat des dislocations peut être déduit, par analogie avec les expériences présentées précédemment.

Ceci est illustré dans la figure 4, où les traces de glissement ont été alignées avec l'axe d'inclinaison du microscope après les expériences *in situ*. La figure 4.e montre que le plan défini par les traces de glissement parallèles est vu debout pour un angle d'inclinaison de -35° , et la figure 4.f montre que ce plan contient le vecteur de Burgers des dislocations, ce qui correspond donc à un mécanisme de glissement.

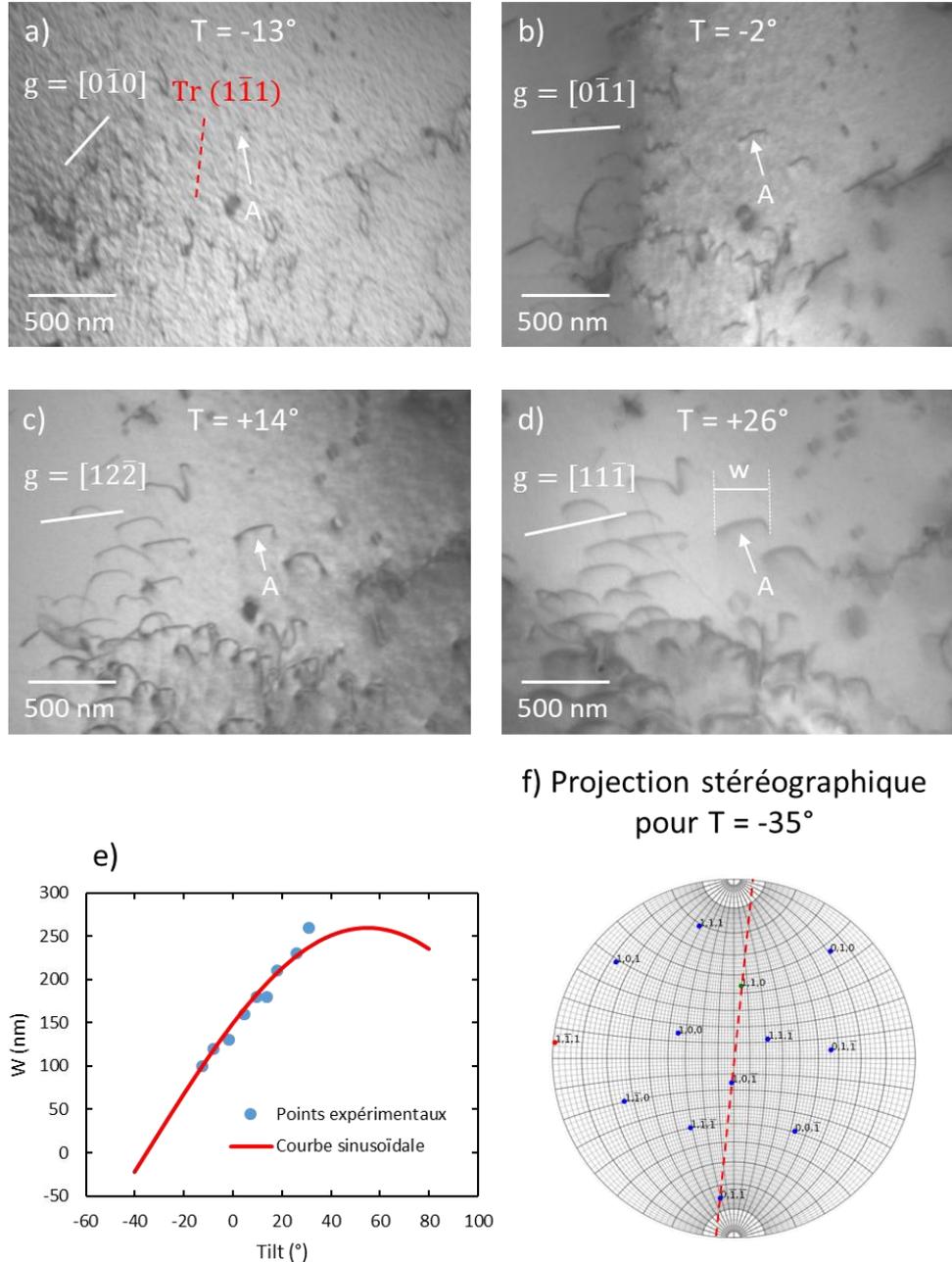


Figure 4 : a-d) Micrographies MET acquises après l'expérience *in-situ* présentée sur la figure 3. Les traces de glissement laissées sur les surfaces de la feuille mince par la dislocation marquée A, ont été orientées parallèlement à l'axe d'inclinaison du porte-échantillon. e) Évolution de la largeur projetée w des traces de glissement en fonction de l'angle d'inclinaison T. f) Projection stéréographique pour $T = -35^\circ$, montrant que le plan d'habitat (ligne rouge) contient le vecteur de Burgers $\vec{b} = \frac{a}{2} [110]$ (point vert), ce qui correspond donc à un mécanisme de glissement.

La figure 5 montre des images extraites d'une autre séquence vidéo, acquise lors d'une expérience de chauffage *in situ* à 790°C. Les figures 5.a-b montrent deux dislocations marquées A et B, dont les positions par rapport aux éléments marqués 1, 2 et 3, ont été déterminées à t_0 et $t_0 + 185$ s. La figure 5.c montre une superposition des micrographies 5.a, pour laquelle les dislocations sont vues en noir, et 5.b, dans laquelle elles sont vues en blanc. Ceci permet de montrer que les deux dislocations A et B se sont déplacé sur 92 nm et 190 nm pendant 185 s, soit des vitesses de $0.5 \text{ nm}\cdot\text{s}^{-1}$ et $1 \text{ nm}\cdot\text{s}^{-1}$, respectivement. Enfin, la mesure des largeurs projetées, figure 6, nous montre que le vecteur de Burgers de ces dislocations n'est pas contenu dans le plan d'habitat, ce qui démontre un mécanisme de montée mixte. Dans ce cas, les dislocations présentant une morphologie en forme approximative de V, nous avons mis un segment de dislocation parallèle à l'axe d'inclinaison et nous avons mesuré la largeur de l'autre segment de dislocation en fonction de l'angle d'inclinaison.

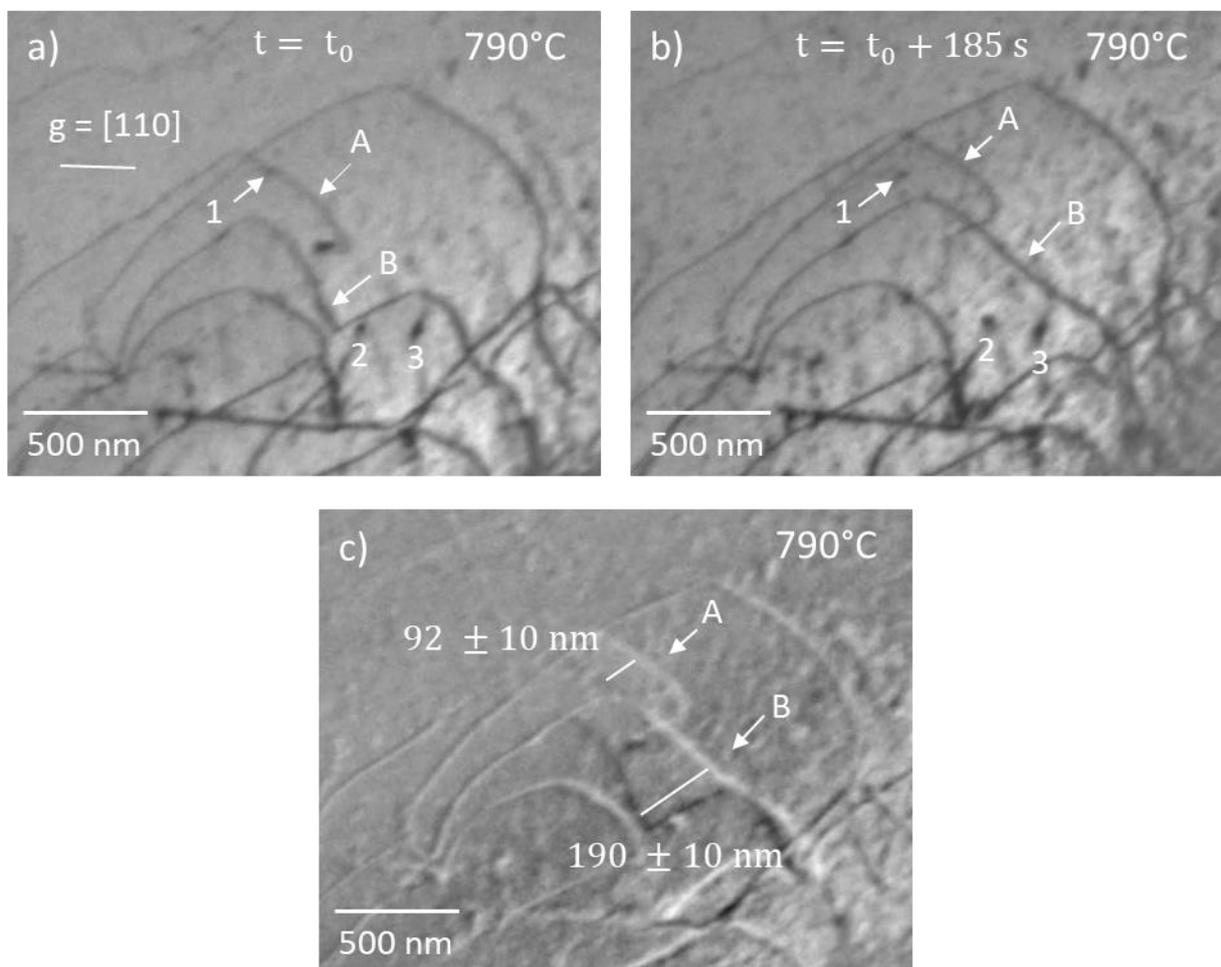


Figure 5 : a-b) Micrographies extraites d'une séquence vidéo à $t = t_0$ et $t = t_0 + 185$ s, montrant les positions de deux dislocations, marquées A et B, par rapport aux éléments marqués 1, 2 et 3. c) Superposition des micrographies a), avec les dislocations en noir, et b) les dislocations apparaissent en blanc.

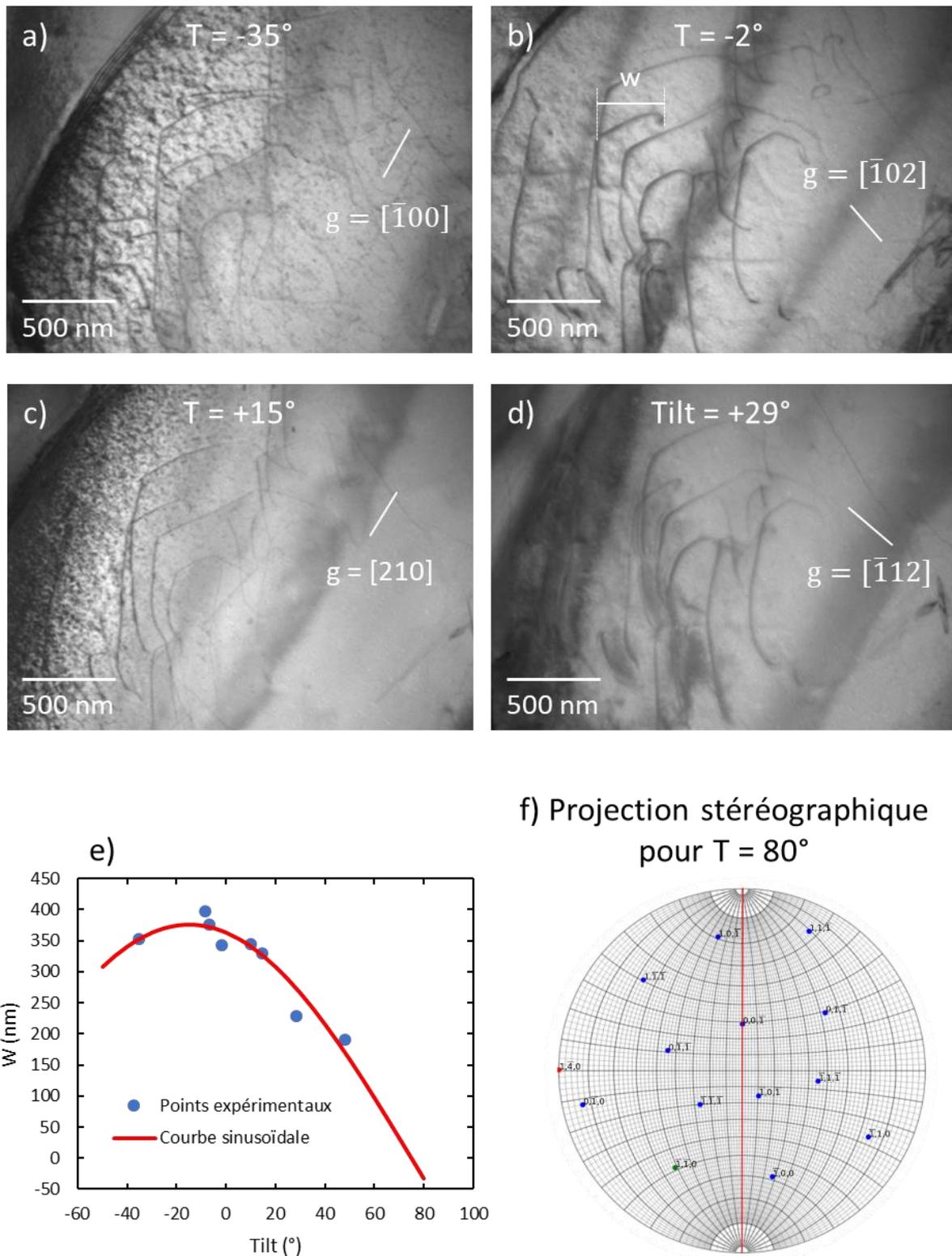


Figure 6 : a-d) Micrographies MET sur la même zone que la figure 5, acquises après l'expérience *in situ*. Un segment des dislocations a été mis parallèle à l'axe d'inclinaison pour mesurer la largeur de l'autre segment de dislocation. e) Évolution de la largeur projetée w du segment de dislocation en fonction de l'angle d'inclinaison T . f) Projection stéréographique pour $T = 80^\circ$, montrant que le plan d'habitat (ligne rouge) ne contient pas le vecteur de Burgers $\vec{b} = \frac{a}{2} [110]$ (point vert), ce qui correspond à un mécanisme de montée des dislocations.

II.2.b. Investigations in situ avec traction à chaud

Les principaux résultats obtenus à 800°C avec la technique de traction à chaud sont illustrés par les figures 7 et 8 ci-dessous. La figure 7 présente la propagation d'une macle au sein d'un grain γ sur un intervalle de temps de 20 secondes. Indiquée par une flèche blanche, la macle trouve sa source au niveau d'un joint de grain, et on peut voir une alternance caractéristique de bandes blanches et noires, parallèles à la direction de propagation. La première dislocation partielle de Shockley, marquée A, va parcourir une distance de 290 nm au cours de l'intervalle de temps de 20 secondes et est suivie de plusieurs autres dislocations partielles.

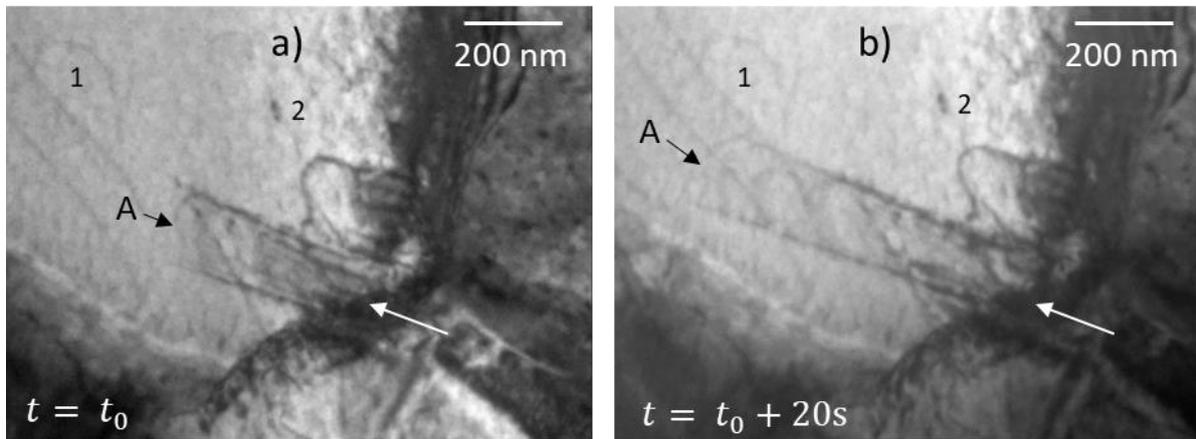


Figure 7 : a-b) Micrographies extraites d'une séquence vidéo à t_0 et $t_0 + 20$ secondes où l'on observe la propagation d'une macle, dont la première dislocation partielle de Shockley est marquée A.

Les micrographies a-d de la figure 8 montrent un exemple du mécanisme de vieillissement dynamique à 800°C. Il a été obtenu lors d'une séquence courte de 7 secondes. Tout d'abord un mouvement brusque des dislocations a lieu entre les temps t_0 et t_0+1s . Si l'on regarde au niveau du repère marqué 1 sur les figures 8.a et 8.b, on constate l'apparition brusque de dislocations. Ce mouvement soudain est suivi de glissement visqueux, comme observé sur les micrographies 8.b-d, avec les dislocations marquées A et B se déplaçant par rapport aux repères 1 et 2.

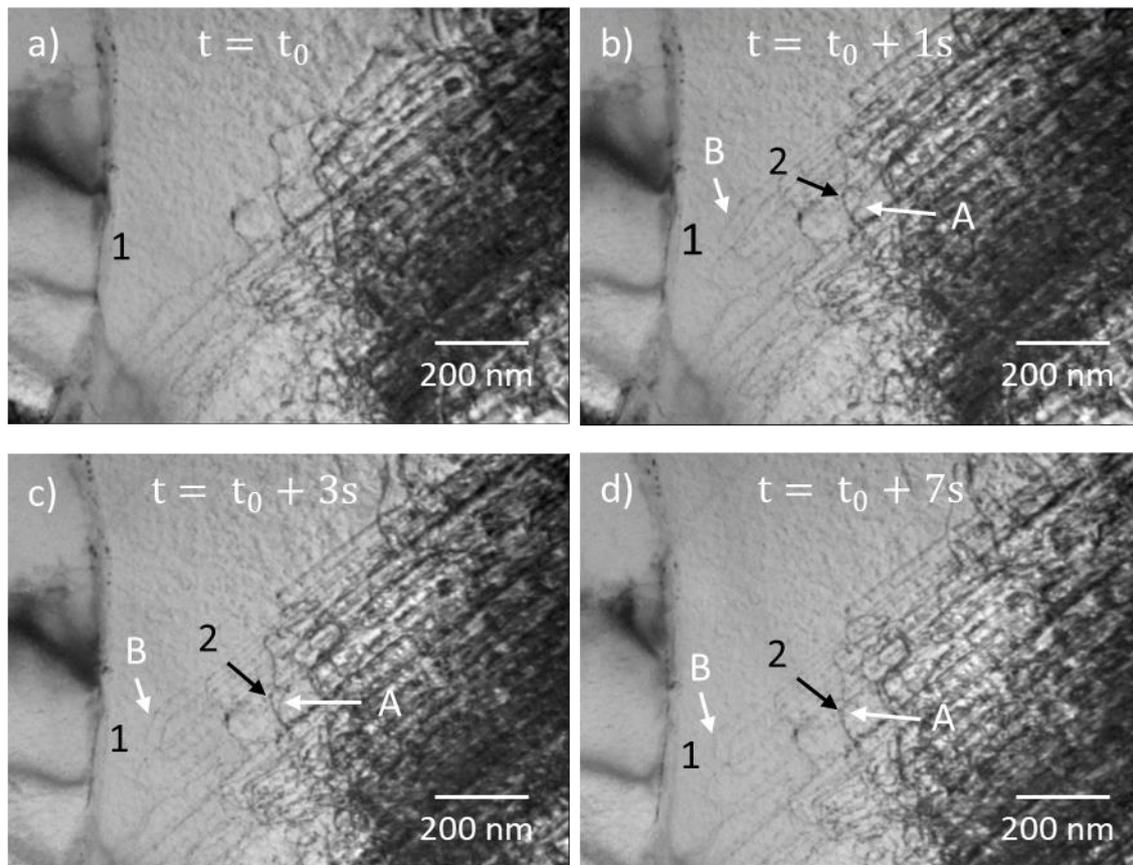


Figure 8 : a-d) Micrographies extraites d'une séquence vidéo à t_0 , $t_0 + 1s$, $t_0 + 3s$ et $t_0 + 7s$, lors d'un essai de déformation et chauffage à 800°C , montrant un mécanisme de vieillissement dynamique. L'apparition soudaine de dislocations repérées par la flèche B à proximité du repère 1 sur la vue a) montre le mouvement brusque de ces dislocations. Les vues b) à d) montrent ensuite le déplacement progressif des dislocations repérées par les flèches A et B par rapport aux repères 1 et 2, ce qui s'apparente à un mouvement par glissement visqueux.

II.3. Expérience de tomographie sur une dislocation de type a [001]

Au cours des investigations MET *post mortem* dans l'alliage Ti48Al, nous avons mis en évidence la présence de dislocations a [001] au sein de l'alliage. Ces dislocations restent cependant beaucoup moins observées que les dislocations ordinaires $\frac{a}{2}\langle 110 \rangle$ de glissement ou de montée mixte. Nous avons néanmoins identifié ce type particulier de dislocations, rarement observées dans la phase γ de TiAl, en mettant notamment en œuvre le critère d'extinction en contraste résiduel.

Il est toutefois apparu que la morphologie de ces dislocations était parfois particulièrement complexe, ce qui aurait rendu très difficile, sinon impossible, leur détermination par la technique d'inclinaison du porte-objet utilisée précédemment dans notre travail. C'est la raison qui nous a conduit à utiliser une méthodologie de reconstruction en 3 dimensions par tomographie électronique. Cette approche est en effet en cours de développement au CEMES, en collaboration avec D. Ferry du CINAM de Marseille, qui nous a formé aux techniques de

tomographie électronique, méthodologie que nous avons adaptée au cas particulier des dislocations. Cette méthodologie s'inspire des travaux sur la reconstruction en 3 dimensions de structures de dislocations par tomographie électronique développés notamment par l'UMET à Lille [158, 159]. Néanmoins, notre approche présente la particularité de mettre en œuvre des techniques poussées d'alignement des images issues des sciences de la vie, ce qui permet un alignement très précis des images, même dans des conditions de faible rapport signal sur bruit, comme c'est le cas quand les dislocations sont observées en contraste résiduel.

II.3.a. Indexation de dislocations de type a [001] en contraste résiduel

Dans plusieurs grains cristallins ont été observées des dislocations présentant une morphologie particulière, caractérisées par de longs segments rectilignes et dont un exemple est présenté figure 9. Lors de l'indexation de ces dislocations, il subsistait toujours un contraste sur certains segments, dans les conditions conduisant à l'extinction des dislocations ordinaires, par exemple $\vec{g} = \langle 110 \rangle$ ou $\vec{g} = [001]$. Par analogie avec une étude précédente [108], nous avons fait l'hypothèse que ces dislocations étaient en réalité de vecteur de Burgers $\vec{b} = a [001]$ (dislocations dites de type C) et qu'elles présentaient un caractère coin marqué. Du fait de ce caractère coin prédominant, certains segments de la dislocation ne sont plus éteints dans les conditions $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$, et apparaissent alors en contraste résiduel. Pour que l'extinction des segments en question soit totale, il est nécessaire qu'une deuxième condition soit remplie :

$$\vec{g} \cdot (\vec{b} \wedge \vec{u}) = 0 \quad (1)$$

\vec{u} étant le vecteur directeur d'un segment de dislocation. Ainsi, quand \vec{g} est colinéaire à \vec{u} , les segments de dislocations correspondants sont éteints. Inversement, quand \vec{g} fait un angle quelconque avec \vec{u} , les segments de dislocation correspondants apparaissent en contraste résiduel.

Sur la figure 9.a, on observe ainsi des dislocations marquées A et B en contraste résiduel pour $\vec{g} = [0\bar{1}0]$, car \vec{g} n'est pas colinéaire à \vec{u} . Sur les figures 9.b-c, les différents segments de vecteur directeur \vec{u} qui composent ces dislocations, parallèles à $[110]$ et $[1\bar{1}0]$ vont être éteints quand on utilise les vecteurs de diffraction $[110]$ (figure 9.b) et $[1\bar{1}0]$ (figure 9.c). Ces observations confirment donc la condition d'extinction des segments en contraste résiduel données par la relation (1), ce qui démontre le caractère coin de ces segments, comme nous en avons émis l'hypothèse.

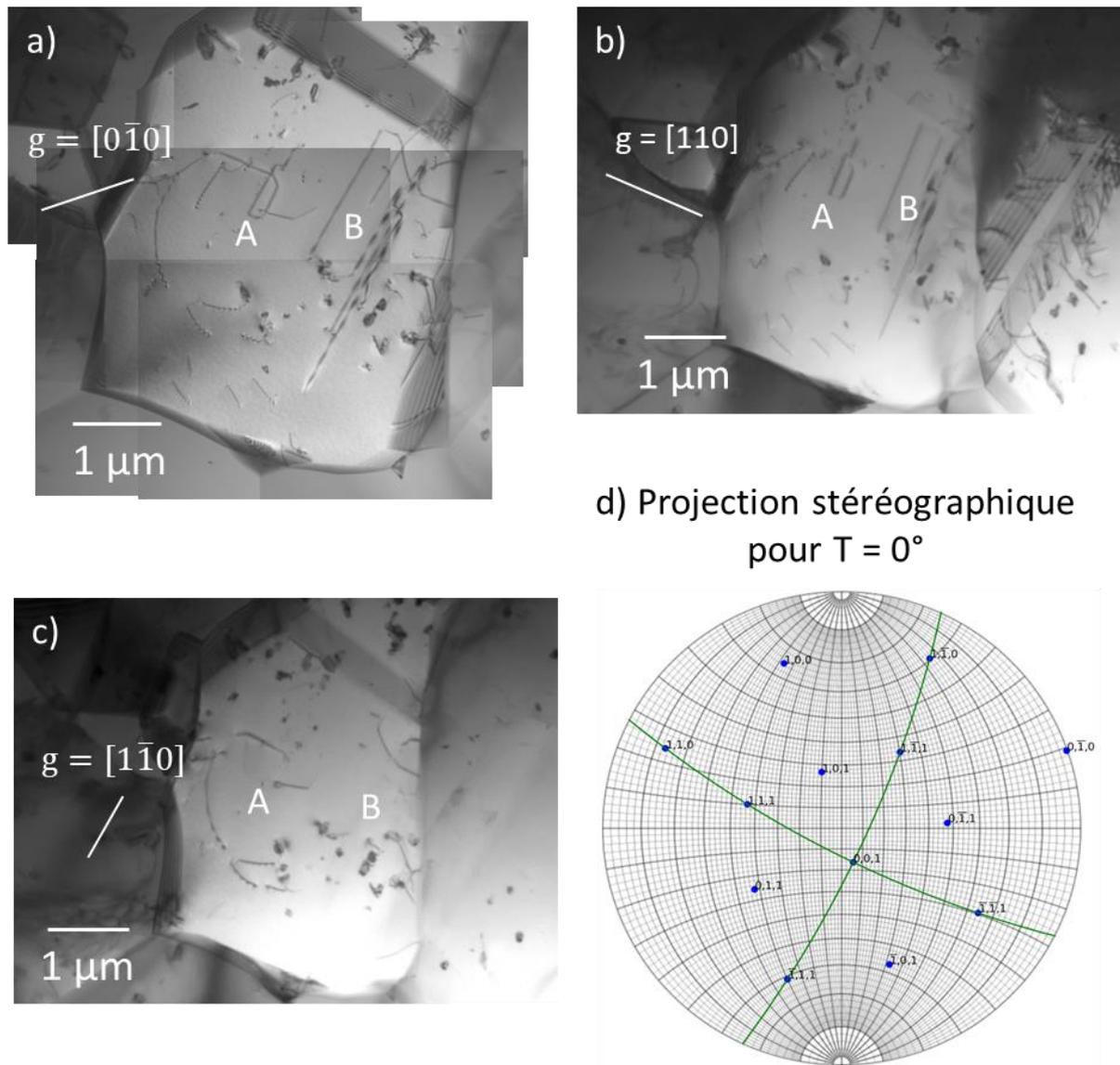


Figure 9 : a-c) Micrographies de la dislocation de type a [001] en contraste résiduel pour différents vecteurs de diffraction. d) Projection stéréographique du grain à plat.

II.3.b. Méthodologie de reconstruction en 3D par tomographie électronique

Comme précisé précédemment, une méthodologie de reconstruction 3D par tomographie électronique a été mise en œuvre pour imager ces dislocations particulières. Elle consiste tout d'abord en l'acquisition d'une série d'images tiltées, puis en la reconstruction en 3 dimensions de cette série à l'aide d'algorithmes d'alignement des images et de reconstruction tomographique. Nous présentons succinctement ci-dessous ces différentes étapes.

- Acquisition d'une série d'images tiltées :

Pour reconstruire une image en 3D par tomographie, le principe est de réaliser au MET une série d'images tiltées sur une amplitude angulaire élevée (de -60° à $+60^\circ$ typiquement). Or, dans le cas général, les dislocations ne seront pas en contraste sur l'ensemble de cette amplitude angulaire. Au contraire, elles ne seront visibles que pour quelques inclinaisons du porte-objet, pour lesquelles un vecteur diffraction \vec{g} est horizontal. Ainsi, pour pouvoir effectuer une série tiltée en gardant les dislocations en contraste, la méthode consiste à placer parallèle à l'axe de tilt un vecteur diffraction \vec{g} , pour lequel les dislocations sont en contraste. Ceci est réalisé en orientant préalablement la zone étudiée (figure 10, à gauche), puis en sélectionnant un vecteur diffraction proche de l'horizontale ($\vec{g} = [0\bar{1}0]$ dans le cas présent). Le porte-objet est alors sorti du microscope, et la lame mince est tournée manuellement pour positionner ce vecteur diffraction parallèlement à l'axe de tilt du microscope (figure 10, à droite). Comme il est très rare qu'il y ait un vecteur \vec{g} adéquat qui soit strictement horizontal, la compensation angulaire est réalisée par le deuxième tilt d'un porte-objet double tilt. Mais il faut que cette compensation n'excède pas $10-15^\circ$, pour que la course du 2^e tilt soit suffisante. Ainsi, dans cette position, pour tous les angles d'inclinaison du microscope, les dislocations seront vues en contraste, ce qui permettra de réaliser la série d'images tiltées.

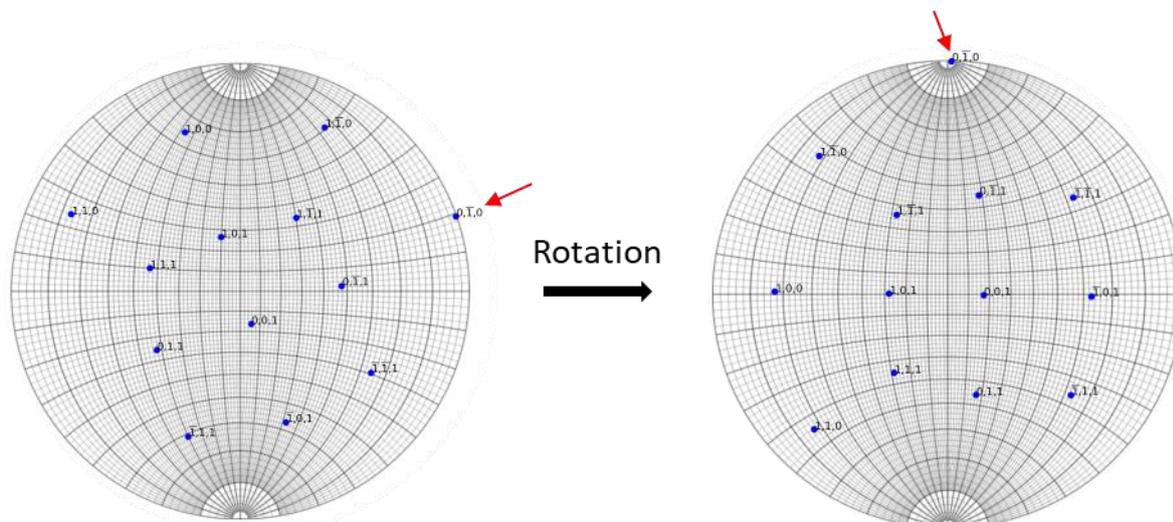


Figure 10 : Projection stéréographique du grain γ contenant les dislocations de type C avant et après rotation de l'échantillon. Le vecteur de diffraction $[0\bar{1}0]$ utilisé pour l'expérience de tomographie est indiqué par une flèche rouge

Pour notre observation, nous avons effectué la prise de micrographies en champ sombre tous les degrés, entre -54° et $+40^\circ$ de tilt (des valeurs plus élevées n'ont pas pu être atteintes en raison d'un phénomène d'ombrage par le porte objet). Ceci a conduit à retenir 84 micrographies. Les images acquises à proximité d'axes de zone ont été éliminées en raison de fortes pertes de contraste. Lors des acquisitions, nous avons veillé à ce que la zone reste bien centrée autour de l'axe de tilt du microscope. Ici, nous avons choisi un point d'émergence indiqué par la flèche blanche comme point de repère. La figure 11 donne trois exemples de micrographies prises au cours de l'expérimentation avec l'axe de tilt représenté en pointillés blancs.

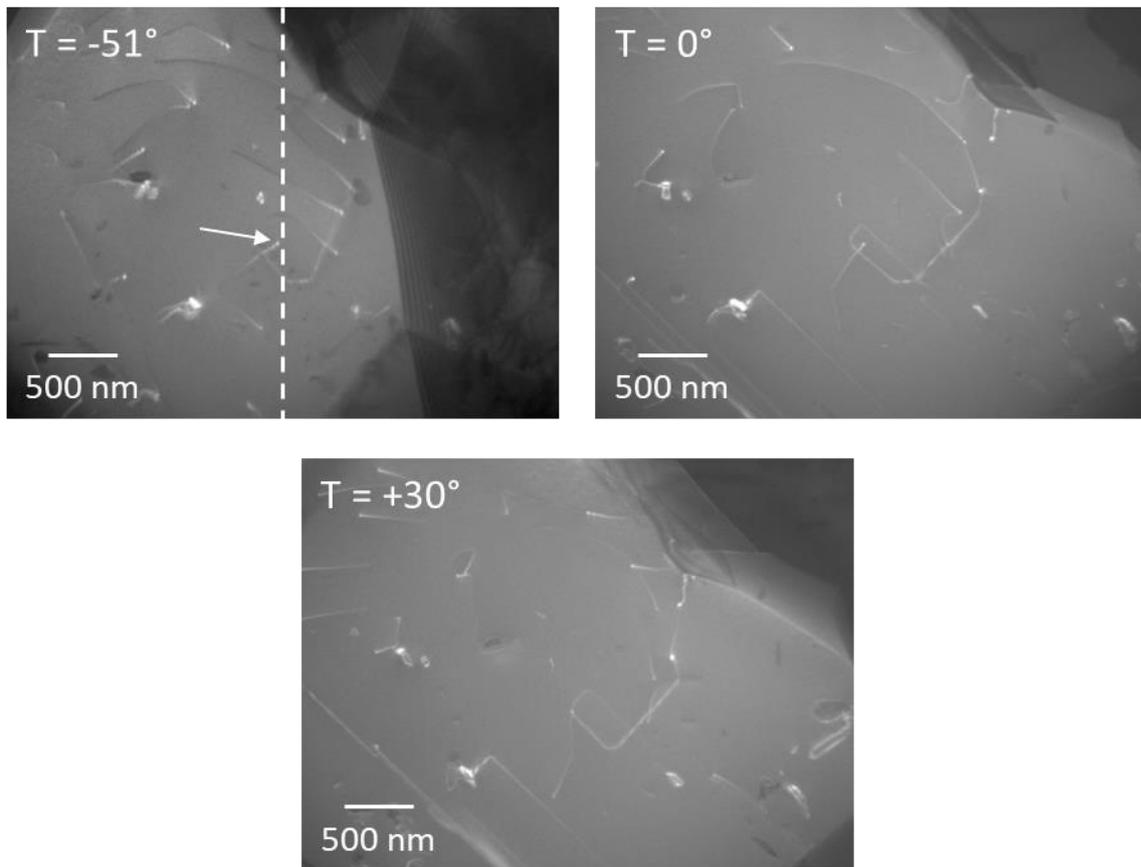


Figure 11 : Micrographies en champ sombre du grain contenant la dislocation de type C pour différentes valeurs d'inclinaison. Les micrographies sont centrées autour de l'axe de tilt disposé au niveau d'un point d'émergence indiqué par la flèche blanche.

- **Alignement des images, et reconstruction en 3D :**

Le traitement commence par l'homogénéisation du contraste et de la brillance des différentes micrographies par l'application d'un filtre passe haut. Un exemple est donné sur la figure 12. Sur la colonne de gauche, deux micrographies MET sont disposées, et dans la colonne de droite, on peut voir ces mêmes micrographies après l'application du filtre. Les micrographies ont à présent un fond uniforme sombre et les dislocations apparaissent avec un contraste plus clair. Ce type de filtrage permet de mieux faire ressortir les lignes de dislocations, ce qui facilite grandement les procédures de définition de points de repères pour l'alignement des images, comme détaillé par la suite.

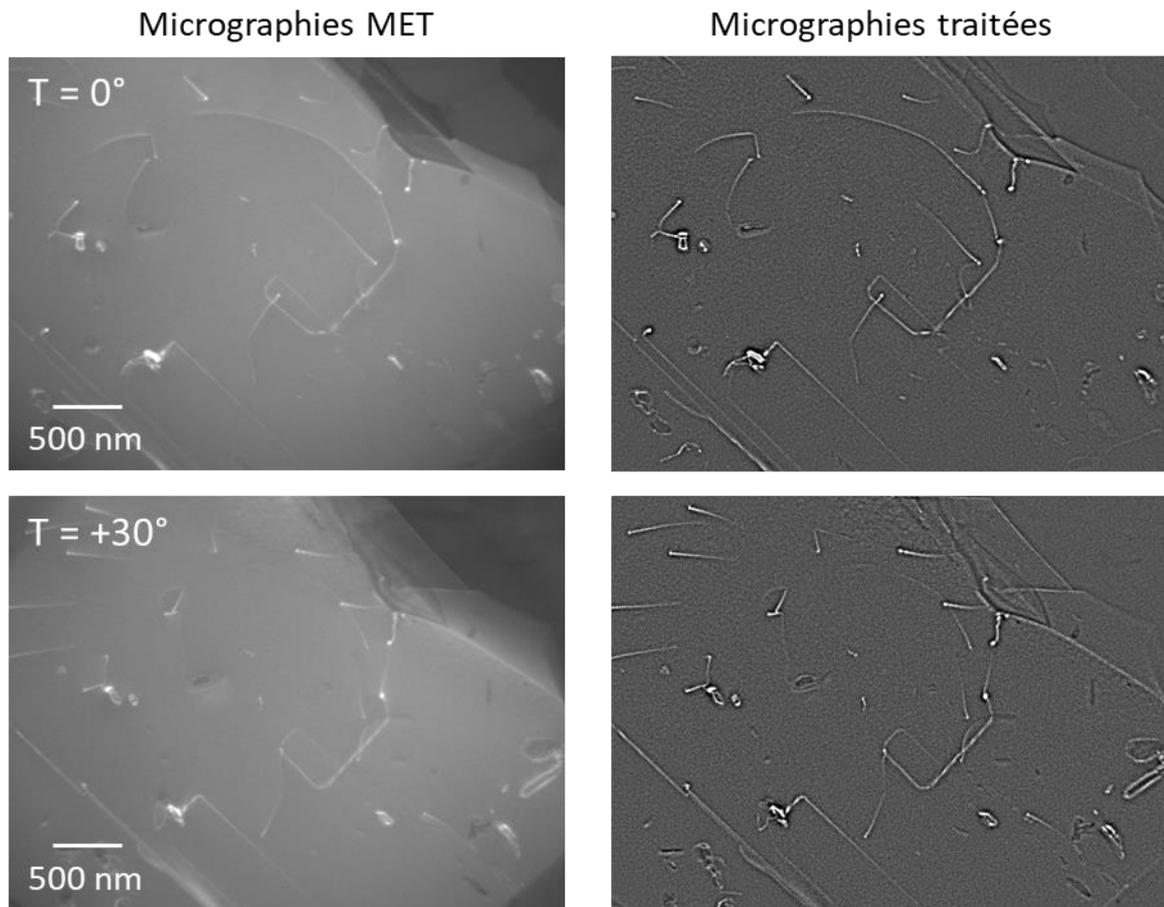


Figure 12 : Exemple de résultat de l'application d'un filtre passe haut sur deux micrographies de la figure 11.

Une fois homogénéisées, les micrographies de la série tiltée doivent être alignées entre elles, pour compenser les décalages en translation et en rotation provenant de la dérive de la platine goniométrique du microscope. Les techniques classiques de corrélation d'image n'étant pas adaptées, l'alignement des images est souvent réalisé manuellement [158]. Ici, nous avons mis en œuvre une approche d'alignement particulièrement robuste, développée dans les sciences de la vie, basée sur la génération de points de repères (« landmarks ») dans l'ensemble de la série tiltée [160, 161]. Cette méthodologie est implémentée dans le plugin TomoJ du logiciel ImageJ.

Cette approche suit une procédure itérative, consistant à générer des points de repère dans chaque micrographie, correspondant à des points particuliers comme des pic d'intensité lumineuse ou encore des singularités géométriques. Ces points de repères sont ensuite progressivement alignés les uns avec les autres, par corrélation croisée, micrographie après micrographie, en considérant que les chaînes correspondant à un point de repère particulier dessinent dans l'espace un arc de cercle centré sur l'axe de tilt du porte-objet. Ainsi, une fois un premier alignement effectué, de nouveaux points de repère sont générés. L'alignement des images ayant été amélioré, les chaînes de points de repère s'allongent dans la série tiltée. La procédure implique donc de 10 à 20 itérations, ce qui nécessite plusieurs heures voire plusieurs jours.

Après l'alignement des micrographies, qui doit être particulièrement soigné, la série tiltée est reconstruite à l'aide d'un algorithme de type OS-SART [162]. Le volume reconstruit est alors débruité à l'aide d'un algorithme de type NLMD (non-local means denoising) [163,164], et visualisé à l'aide du logiciel libre Tomviz [165].

II.3.c. Résultats

La figure 13 présente la reconstruction 3D de la zone de la dislocation de type C vue sous différents angles. Comme on peut le constater, la morphologie de cette dislocation est hélicoïdale, donc assez complexe. Par la suite, nous avons cherché à identifier les directions des différents segments de la dislocation, pour déterminer les plans d'habitat de ces segments, et en déduire ainsi les mécanismes de déplacement associés.

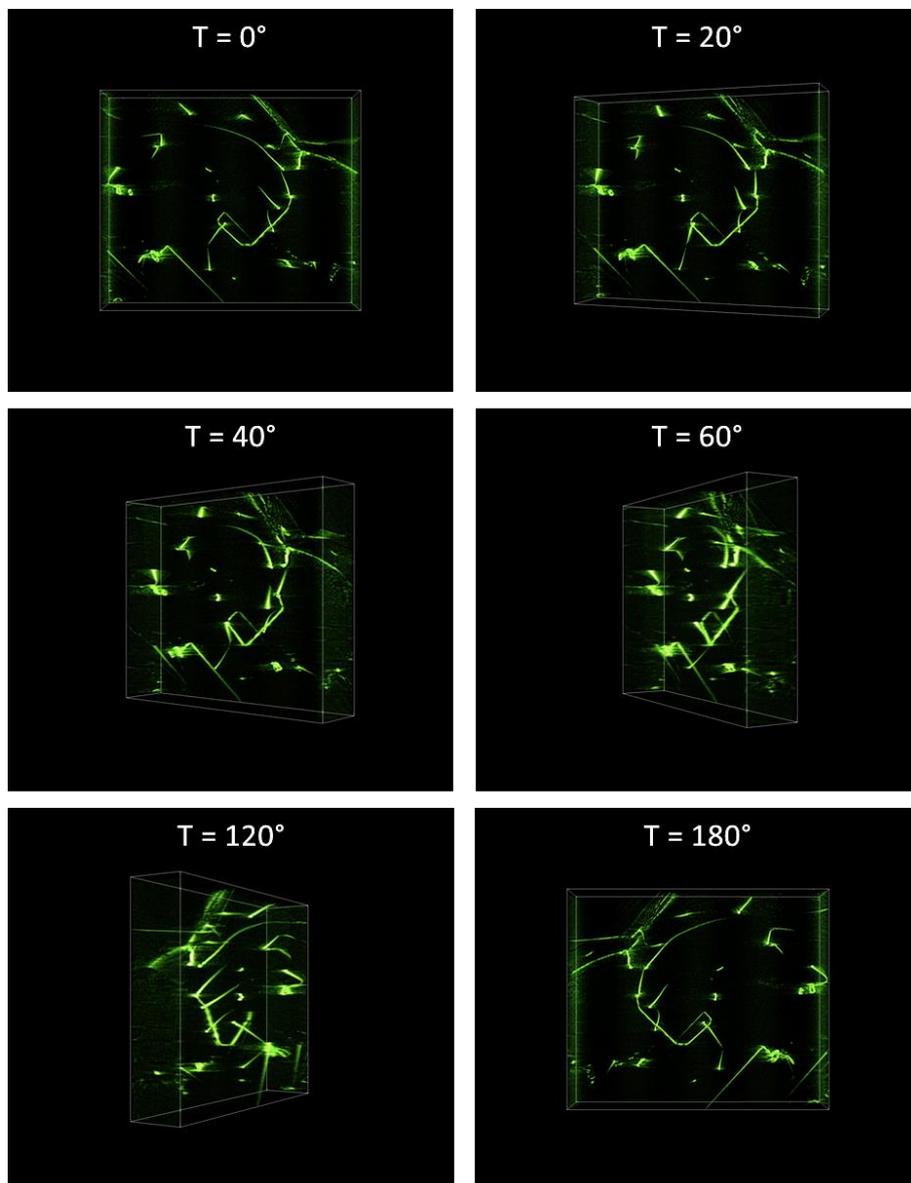


Figure 13 : Reconstruction 3D de la dislocation de type C et de son environnement, vue sous différents angles, avec le logiciel Tomviz

Dans l'exemple de la figure 14, nous avons cherché à déterminer la direction du segment indiqué par la flèche. Pour commencer, nous avons effectué une rotation de la reconstruction jusqu'à ce que le segment choisi apparaisse parallèlement à l'axe de rotation du microscope ce qui correspond à un angle de tilt de -77° (figure 14.b). Ceci permet de repérer avec précision le plan contenant à la fois ce segment et l'axe de tilt du porte objet, en visualisant ce plan en position verticale. On cherche ensuite l'angle d'inclinaison du microscope pour lequel le même segment se trouve en position horizontale (parallèlement au plan de l'image), afin de reporter son pôle dans la projection stéréographique. Pour cela, on part de la position précédente, et on effectue une rotation de 90° de la reconstruction, qui est vue cette fois ci sous un angle d'inclinaison de $-77^\circ + 90^\circ = +13^\circ$ (figure 14.c). Enfin, dans cette configuration à plat, on reporte l'angle entre une droite horizontale et la direction du segment de dislocation sur la projection stéréographique (figure 14.d), tiltée de -13° . De cette manière, on détermine le pôle de ce segment sur la projection stéréographique, qui se trouve être proche d'une direction $[110]$.

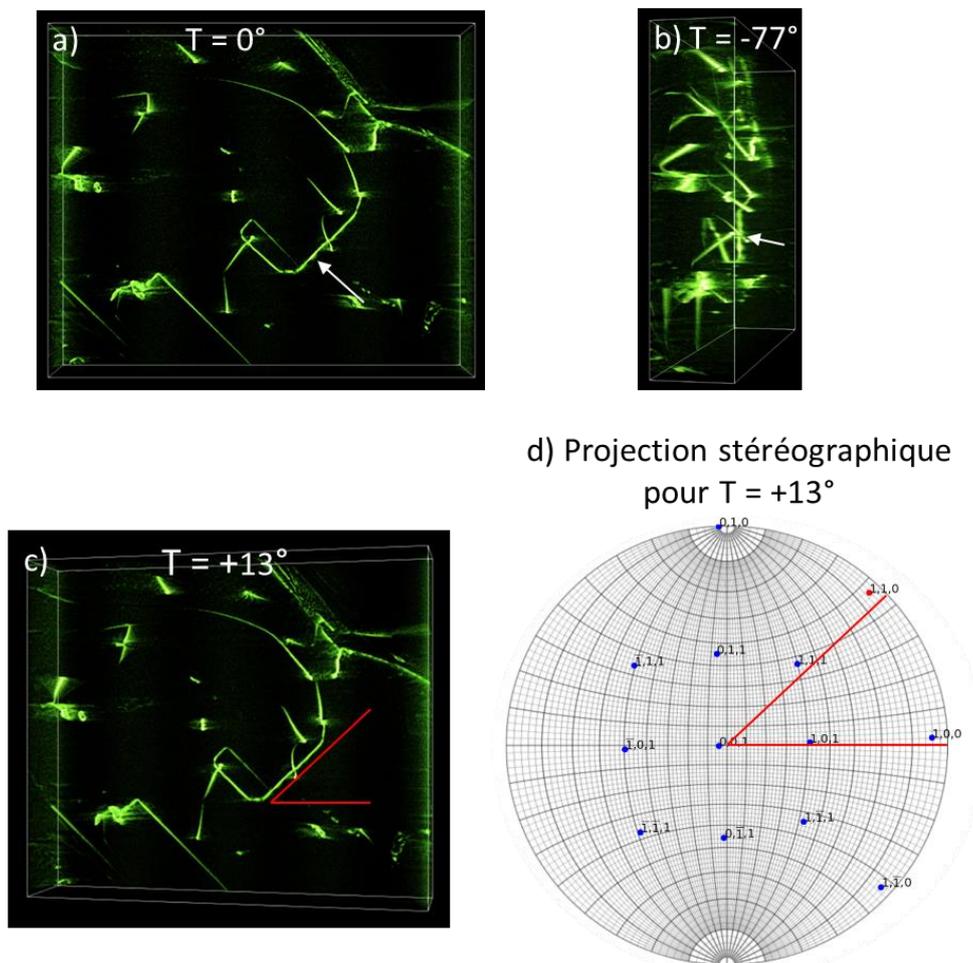


Figure 14 : a) Vue de la reconstruction pour un angle de 0° , la flèche blanche indique le segment de dislocation dont on cherche la direction. b) Vue de la reconstruction pour un angle de -77° , quand le plan contenant le segment, indiqué par la flèche, et l'axe de tilt (vertical), est vu en position debout. c) Reconstruction vue sous un angle de $+13^\circ$, quand le plan contenant le segment et l'axe de tilt est contenu dans le plan de la feuille. L'angle que fait le segment avec l'horizontale est indiqué en rouge. d) Projection stéréographique du grain pour un angle de $+13^\circ$. L'angle de la micrographie c) est reporté en rouge. Le pôle de la direction obtenue, proche de $[110]$, est indiqué en rouge.

En employant la même procédure sur les différents segments de la ligne de dislocation, on arrive aux résultats présentés sur la figure 15. Ainsi, les segments $[221]$ et $[1\bar{1}0]$ définissent par exemple un plan $(11\bar{4})$, qui ne contient pas le vecteur de Burgers a $[001]$. Ces deux segments se sont donc développés dans le plan $(11\bar{4})$ par un mécanisme de montée mixte. On peut de la même manière démontrer que les autres segments de la dislocation identifiés, $[110]$, $[\bar{1}01]$ et $[2\bar{2}\bar{1}]$, se sont également développés dans des plans de montée mixte.

Par ailleurs, on a pu montrer que la dislocation A était une dislocation ordinaire $\frac{a}{2} [1\bar{1}0]$. La reconstruction tomographique montre que ses points d'émergence se situent du même côté de la lame mince. Son plan d'habitat déterminé par la reconstruction, fait un angle quelconque avec le vecteur de Burgers, ce qui démontre un mécanisme de montée mixte, résultat qui aurait pu être obtenu par une expérience d'inclinaison du porte-objet. À l'inverse, les points d'émergence des dislocations B et C se situent de part et d'autre de la lame mince, ce qui exclut donc la détermination du plan d'habitat par la technique d'inclinaison du porte-objet. En utilisant la tomographie électronique, il a été possible de déterminer que B et C s'étaient formées par montée mixte. Enfin, une analyse plus précise de la dislocation notée D, de vecteur de Burgers $\vec{b} = \frac{a}{2} [110]$, a montré que son plan d'habitat est perpendiculaire à \vec{b} , ce qui démontre un mécanisme de montée pure. La démarche de reconstruction en 3 dimensions permet, comme on le voit, de déterminer le mécanisme de déplacement de nombreux segments de dislocations dans une zone donnée, mais également de déterminer ces mécanismes quand la méthode conventionnelle d'inclinaison du porte-objet devient insuffisante.

II.4. Récapitulatif des observations MET dans l'alliage Ti48Al

Précédemment nous avons présenté chaque mécanisme observé en MET *post mortem* et la cinétique associée déterminée avec les expérimentations par MET *in situ* au travers d'un exemple détaillé. Dans les tableaux 3 et 4 ci-dessous, nous présentons l'ensemble des observations réalisées dans l'alliage binaire Ti48Al.

Investigations en MET <i>post mortem</i>			
Mécanisme	Glissement	Montée mixte	Montée
Nombre d'exemple	2 avec l'inclinaison du porte-objet	Dislocations ordinaires : 2 avec l'inclinaison du porte-objet. 3 en tomographie Dislocation de Type C : 1 en tomographie	1 en tomographie

Tableau 3 : Tableau récapitulatif des observations en MET *post mortem* dans l'alliage Ti48Al

Investigations en MET <i>in situ</i>		
Température (°C)	700 -750	750-800
Vitesses (nm.s ⁻¹)	4,0 - 9,0	Glissement : 1,2 - 4,4 Montée mixte : 0,5 - 1 et 11 - 16

Tableau 4 : Tableau récapitulatif des observations en MET *in situ* dans l'alliage Ti48Al

III. Bilan des mécanismes dans Ti48Al – Discussion

Avec l'alliage binaire Ti48Al, nous avons identifié les mécanismes actifs par des observations en MET *post mortem* d'échantillons flués à 800°C sous 36 MPa. Les mécanismes ont été identifiés en déterminant les plans d'habitat, à l'aide d'expériences d'inclinaison du porte-objet, mais également en mettant en œuvre une méthodologie de tomographie électronique en cours de développement. Parallèlement, la cinétique des mécanismes de glissement et de montée mixte a pu être déterminée par des expériences de chauffage *in situ*, avec ou sans déformation appliquée. Nous présentons ici le bilan de ces observations, ainsi que leur interprétation.

III.1. Observations par MET *post mortem*

Les investigations par MET *post mortem* et par tomographie ont mis en évidence que la déformation par fluage à 800°C sous 36 MPa se produit principalement par mouvement de dislocations ordinaires. Les mécanismes impliqués sont le glissement et la montée mixte. Néanmoins, la complexité liée à la détermination des plans d'habitats (expériences d'inclinaison du porte objet), ne permet pas de multiplier les expériences et nous empêche d'affirmer si un mécanisme est prédominant par rapport à l'autre. Néanmoins, nous avons constaté qu'aucun de ces deux mécanismes n'était rare. Nous considérons donc ici que ces mécanismes coexistent en proportions comparables.

La détermination des facteurs de Schmid pour les plans d'habitat expérimentaux (tableaux 1 et 2) montre que les valeurs obtenues pour la montée mixte, 0,3 et 0,5, sont proches de celles observées pour le glissement, 0,34 et 0,42. En d'autres termes, le glissement et la montée ont été déclenchés pour des valeurs similaires de contrainte résolue critique dans ces deux exemples. De plus, même pour un facteur de Schmid théorique de montée assez élevé, 0,7, le mécanisme réellement observé peut être le glissement, comme indiqué dans le tableau 1. Ces résultats ne permettent donc pas de montrer que l'un ou l'autre des mécanismes de glissement ou de montée est favorisé, sur la base du facteur de Schmid.

Ces observations montrent que les mécanismes de glissement et de montée coexistent, dans les conditions de sollicitation du fluage à 800°C sous 36 MPa. La coexistence de ces deux mécanismes a également été observée dans l'alliage TiAl IRIS (contenant du W et du B) sollicité dans des conditions proches (fluage à 850°C sous 150 MPa) [107]. Cette étude montrait une tendance à la montée des dislocations dans les plans compacts perpendiculaires à l'axe de traction. Cette étude montrait aussi que les facteurs de Schmid déterminés sur les plans de montée étaient globalement supérieurs à ceux calculés sur les plans de glissement, tendance qui ne semble pas être reproduite ici.

III.2. Observations par MET *in situ*

Lors de nos investigations par MET *in situ*, nous avons développé le couplage avec la détermination du plan d'habitat par la méthode d'inclinaison du porte-objet, ce qui n'a pas été reporté dans la bibliographie, à notre connaissance.

Ceci nous a permis de mettre en évidence sans ambiguïté des mécanismes de montée mixte (figure 6) et de glissement pur (figure 4), et de déterminer leur cinétique respective, pour des températures entre 770°C et 790°C. Ainsi, nous avons mesuré des vitesses de montée mixte de 0,5 nm.s⁻¹ à 1 nm.s⁻¹, et des vitesses de glissement pur de 1,2 nm.s⁻¹ à 4,4 nm.s⁻¹. Il semble donc que les vitesses observées soient du même ordre de grandeur pour les deux mécanismes. Néanmoins, rappelons que l'état de contrainte dans les lames minces provenant de dilatations thermiques, comme c'est le cas dans les investigations de chauffage *in situ* (sans déformation appliquée), n'est pas connu. Il est possible, dans certains cas très favorables (ex : Zr), de remonter à la contrainte appliquée localement sur la dislocation, en calculant la tension de ligne par le biais de la courbure de la ligne de la dislocation [166]. Ceci n'a pas été possible ici, car

la morphologie des dislocations évolue toujours de manière à favoriser le développement de segments rectilignes, et à faire disparaître les segments courbes.

Néanmoins, on peut effectuer l'hypothèse qu'au début de leur mouvement, la contrainte qui s'applique sur les dislocations est égale à la contrainte résolue critique sur le plan de déplacement (plan d'habitat). Or, les expériences post-mortem indiquent que les facteurs de Schmid pour la montée mixte (0,3 et 0,5) sont proches de deux du glissement (0,34 et 0,42). Ceci montre que, lors des essais de fluage à 800°C sous 36 MPa, les contraintes résolues pour le glissement et la montée étaient proches. On peut donc émettre l'hypothèse que, au début du mouvement de montée mixte et de glissement dans les expériences *in situ*, les contraintes appliquées sur les dislocations étaient également dans le même ordre de grandeur. Ainsi, nos résultats tendent à montrer qu'autour de 800°C, les mobilités des dislocations (vitesse divisée par contrainte résolue) se déplaçant par glissement et par montée sont du même ordre de grandeur. Ceci donnerait une interprétation à la coexistence de ces deux populations, comme observé dans notre étude, mais comme observé également dans une étude antérieure [107].

Notons que la vitesse des dislocations est généralement considérée plus faible pour la montée que pour le glissement, car la montée est contrôlée par des mécanismes de diffusion [167,168]. Ici, nos observations montrent que les vitesses de glissement et de montée peuvent être comparables. Il semble donc que les conditions de sollicitation mécaniques de cette étude (fluage à 800°C sous 36 MPa), corresponde à une transition de mécanismes entre le glissement et la montée. Ainsi, avec l'élévation de la température, la vitesse des dislocations en montée augmenterait jusqu'à se rapprocher de la vitesse de glissement.

Par ailleurs, les observations sous chauffage et déformation *in situ* ont montré la formation de macles (figure 7). Le maclage dans les alliages TiAl étant généralement activé pour des contraintes supérieures à celles du glissement [20], il n'est pas surprenant de l'observer dans les expériences de chauffage et déformation *in situ*, dans lesquelles les contraintes sont qualitativement plus élevées. Mais, ces expérimentations ont également mis en évidence la brusque génération de dislocations, suivie par des mouvements beaucoup plus lents et réguliers de ces mêmes dislocations (figure 8), à 800°C. La génération soudaine de nombreuses dislocations s'apparente au phénomène de vieillissement dynamique, qui se produit dans les alliages TiAl vers 400-600°C [169,170]. Il s'agit du blocage de la ligne des dislocations par ségrégation d'interstitiels, par exemple l'oxygène. Ainsi, ce phénomène continuerait à se produire à plus hautes températures. Les mouvements plus réguliers s'interprètent quant à eux par du glissement visqueux, dans lequel le glissement des dislocations est contrôlé par la diffusion des interstitiels ségrégés dans le cœur des dislocations. Par exemple, l'oxygène acquiert davantage de mobilité quand la température augmente, ce qui lui permet de suivre la ligne de dislocation dans son mouvement. Ce phénomène a été mis en évidence, par exemple, dans le zirconium [166].

III.3. Observations par tomographie électronique

Les observations par MET *post mortem* ont également mis en évidence la présence de dislocations de type a [001], ou dislocations de type C. Ce sont des dislocations rarement observées dans les alliages TiAl, la seule mention de ces dislocations datant à notre

connaissance de 2018 [108]. Nous nous sommes donc appuyés sur la méthodologie exposée dans cette étude pour réaliser leur indexation, basée sur l'extinction de segments en contraste résiduel. Par ailleurs, pour décrire en détail leur morphologie hélicoïdale particulièrement complexe, nous avons mis en œuvre la tomographie électronique.

Dans nos observations, la fréquence de ces dislocations était sensiblement moins élevée que celle des dislocations de montée mixte ou de glissement. Il s'agit donc probablement d'un mode de déformation secondaire. L'analyse des plans de déplacement des différents segments fait apparaître la montée mixte comme mode de déformation majoritaire. Néanmoins, certains segments de dislocations ordinaires $\frac{a}{2}$ [110] (celui noté D par exemple) se sont développés par montée pure. Par ailleurs, aucun des segments analysés ne montrait un mécanisme de glissement.

Globalement, l'orientation du grain contenant ces dislocations était telle que les mécanismes de montée pure et montée mixte étaient favorisés. La projection stéréographique de cette zone (figure 15.b) montre que cette orientation correspond à un axe de sollicitation en fluage presque perpendiculaire à la direction [001], ce qui signifie, en d'autres termes que l'axe de sollicitation est approximativement contenu dans le plan (001). Dans l'étude de 2018, en revanche, l'axe de sollicitation était presque perpendiculaire au plan (001), qui était le plan d'habitat. Ceci montrait que ces dislocations, de type a [001], se formaient par montée pure. Ici, nous montrons que de telles dislocation de type C peuvent également être activées quand l'axe de sollicitation est contenu dans le plan (001), et par un mécanisme de montée mixte.

IV. Conclusions

Les travaux présentés dans ce chapitre ont permis de préciser les mécanismes de déformation en fluage à 800°C sous 36 MPa de la phase γ l'alliage binaire Ti48Al. Pour cela, nous avons mis en œuvre la MET *post mortem*, le chauffage et la déformation plus chauffage *in situ* au MET, ainsi qu'une méthode de tomographie électronique.

Ainsi, les observations par MET *post mortem*, mettant en œuvre la technique d'inclinaison du porte-objet, ont permis de déterminer les plans d'habitat des dislocations, et de mettre ainsi en évidence deux mécanismes principaux de déformation par dislocations ordinaires $\frac{a}{2}$ $\langle 110 \rangle$, à savoir le glissement et la montée mixte. Ces deux populations semblaient être en proportions similaires dans la microstructure. Nous avons également observé, plus rarement, le développement de dislocations a [001]. Leur morphologie, complexe, a été identifiée à l'aide de reconstructions en 3 dimensions par tomographie électronique comme étant hélicoïdale. L'analyse des volumes reconstruits a montré que le mécanisme associé était un mécanisme de montée mixte. Dans la même région, un exemple de montée pure de dislocations ordinaires $\frac{a}{2}$ $\langle 110 \rangle$ a été observé.

Les observations par chauffage *in situ* au MET ont permis de préciser la cinétique des mécanismes de glissement et de montée mixte précédemment identifiés par MET *post mortem*. Pour ces investigations, nous avons développé une méthodologie originale consistant à coupler des observation *in situ* avec la détermination des plans d'habitat par la méthode d'inclinaison

du porte-objet. Nous avons ainsi montré que le glissement se produisait par mouvement régulier, phénomène identifié dans la bibliographie sous le terme de glissement visqueux. Ces observations ont également permis de montrer que les vitesses des dislocations associées au glissement visqueux et à la montée mixte étaient d'ordres de grandeur comparables, au début du mouvement des dislocations. De plus, l'évaluation des facteurs de Schmid dans les observations *post mortem* indiquaient que les contraintes résolues sur les plans d'habitat de glissement et de montée mixte étaient du même ordre de grandeur. Ainsi, dans les observations par chauffage *in situ*, la mobilité des dislocations (vitesse divisée par contrainte résolue) était similaire pour le glissement visqueux et la montée, tout du moins au début du mouvement des dislocations. La similitude des mobilités observées pour ces deux familles de dislocations permettait d'interpréter leur coexistence en proportions semblables dans les observations *post mortem*.

Les observations par déformation et chauffage *in situ* ont montré, quant à elles, la formation de macles, déclenchées par les plus fortes contraintes atteintes dans ces expériences par rapport aux contraintes d'origine thermique créées dans les expériences de chauffage seul. Par ailleurs, la formation soudaine de dislocations suivie de mouvement plus lents par glissement visqueux a permis d'identifier un phénomène de vieillissement dynamique.

En résumé, les mécanismes de déformation dominants en fluage à 800°C sous 36 MPa de l'alliage Ti48Al sont le glissement visqueux et la montée mixte. Leur coexistence dans la microstructure indique probablement que cette température marque une transition entre ces deux mécanismes. Dans le glissement visqueux, le mouvement régulier de la dislocation provient, d'après la bibliographie, de l'entraînement de solutés d'insertion (notamment l'oxygène) qui suivent le mouvement de la ligne par diffusion. Dans le chapitre suivant, nous allons explorer l'effet d'un élément en substitution, le tungstène, sur ces mécanismes. Il s'agira notamment de voir si le tungstène induit une transition entre les mécanismes de glissement visqueux et de montée mixte, mais également de déterminer si cet élément conduit à une modification de la cinétique de ces mécanismes, par exemple en ségrégeant sur la ligne des dislocations.

Chapitre VI :

Mécanismes de déformation de la phase γ de l'alliage Ti46Al-W

I. Introduction.....	143
II. Investigations <i>post mortem</i>.....	143
II.1. Mécanisme de glissement	143
II.2. Mécanisme de montée	145
III. Investigations <i>in situ</i>	146
IV. Bilan des mécanismes dans Ti46Al-W - Discussion.....	148
V. Investigations par sonde atomique	149
V.1. Investigation sur un joint de grain α_2/γ	150
V.2. Investigation sur un joint de grain γ/γ	151
V.3. Investigation de dislocations formées à température ambiante	153
V.4. Investigation de dislocations obtenues à haute température	155
V.5. Interprétations.....	156
VI. Discussion	156
VII. Conclusion.....	158

I. Introduction

Dans le chapitre IV, nous avons étudié l'effet d'éléments d'addition de substitution (W, Mo) et d'insertion (C, Si) sur les propriétés en traction à haute température et en fluage d'alliages de microstructures proche γ et lamellaire. Dans ce chapitre, nous allons nous concentrer sur les mécanismes de déformation intervenant dans la phase γ , et plus particulièrement sur l'effet du tungstène. Cet élément a été choisi, car c'est celui qui, par rapport à l'autre élément substitutionnel testé, le molybdène, présente l'influence la plus marquée en fluage. Par ailleurs, des travaux antérieurs ont montrés que l'alliage IRIS, développé au CEMES, présente une résistance mécanique à haute température très élevée, effet attribué au tungstène [46,144], mais par des mécanismes qui restent encore obscurs.

Nous avons choisi de focaliser notre étude sur les mécanismes en fluage, dans les conditions 800°C – 36 MPa. Après avoir analysé en détail ces mécanismes dans l'alliage binaire Ti48Al, nous avons reproduit les mêmes méthodologies dans le cas de l'alliage Ti46Al-W : identification des mécanismes par observations *post mortem*, et détermination de leur cinétique par investigations *in situ*.

Nous avons également poussé nos investigations jusqu'à l'échelle atomique, afin de mettre en évidence une éventuelle interaction de la ligne des dislocations avec les atomes de tungstène en solution solide. Des analyses par sonde atomique tomographique de lames minces de MET de Ti46Al-W déformé en fluage à 800°C ont été réalisées dans cette optique. Ce travail a ainsi donné lieu à une collaboration entre le CEMES et l'université de Leoben, qui s'est notamment concrétisée par un séjour d'un mois à Leoben dans le cadre de cette thèse, pour effectuer des expérimentations par sonde atomique. De même, le doctorant de l'université de Leoben, Michael Musi, est venu au CEMES pendant un mois pour repérer par MET les zones à étudier par sonde atomique, et notamment repérer des dislocations qui se sont déplacées par des mouvements de glissement et de montée.

II. Investigations *post mortem*

II.1. Mécanisme de glissement

La figure 1 donne un exemple de mécanisme de glissement dans Ti46Al-W. Une expérimentation de mesure des largeurs projetées entreprise sur la dislocation de vecteur de Burgers $\vec{b} = \frac{a}{2} [\bar{1}10]$, nous indique que le plan d'habitat est debout pour un angle de tilt de -62°. Le report du plan sur la projection stéréographique tiltée de -62° montre que le plan d'habitat contient le vecteur de Burgers de la dislocation ce qui indique bien un exemple de mécanisme de glissement des dislocations.

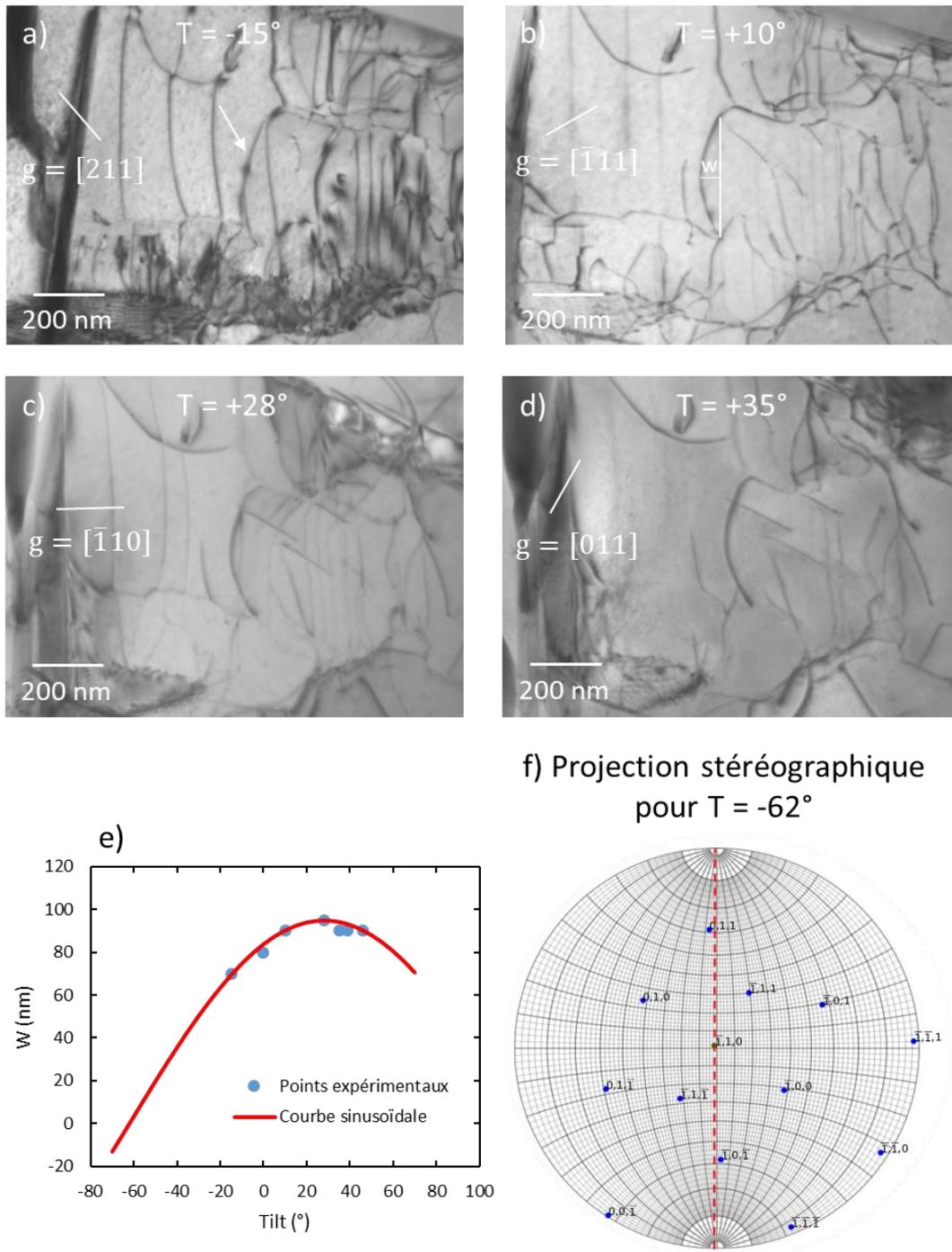


Figure 1 : a-d) Micrographies MET d'une boucle de dislocation, pour différentes inclinaisons du porte échantillon. e) Graphique de la largeur projetée w en fonction de l'angle d'inclinaison du porte-échantillon T , montrant que $w = 0$ (plan d'habitat vu debout) pour $T = -62^\circ$. f) Projection stéréographique de l'échantillon incliné de -62° , montrant que le plan d'habitat des dislocations (ligne rouge) contient le vecteur de Burgers $\vec{b} = \frac{a}{2} [\bar{1}10]$ ce qui indique un mécanisme de glissement.

Par ailleurs, plusieurs autres exemples de populations de dislocations allongées selon leur direction vis et se déplaçant par mécanisme de glissement ont été observés. Comme ce mode de déformation est classique dans TiAl déformé dans ce domaine de température, nous ne reproduisons pas ici ces observations.

II.2. Mécanisme de montée

L'alliage Ti46Al-W peut également se déformer par un mécanisme de montée des dislocations dont un exemple est donné sur la figure 2. L'expérimentation des largeurs projetées a été menée sur une dislocation ordinaire de vecteur de Burgers $\vec{b} = \frac{a}{2} [110]$. Le fit des points expérimentaux, figure 2.e, montre que le plan d'habitat de la dislocation est vu debout pour un angle de $+52^\circ$ et le report du plan sur la projection stéréographique, figure 2.f, montre que le vecteur de Burgers n'est pas contenu dans le plan d'habitat de la dislocation, confirmant bien l'activation d'un mécanisme de montée.

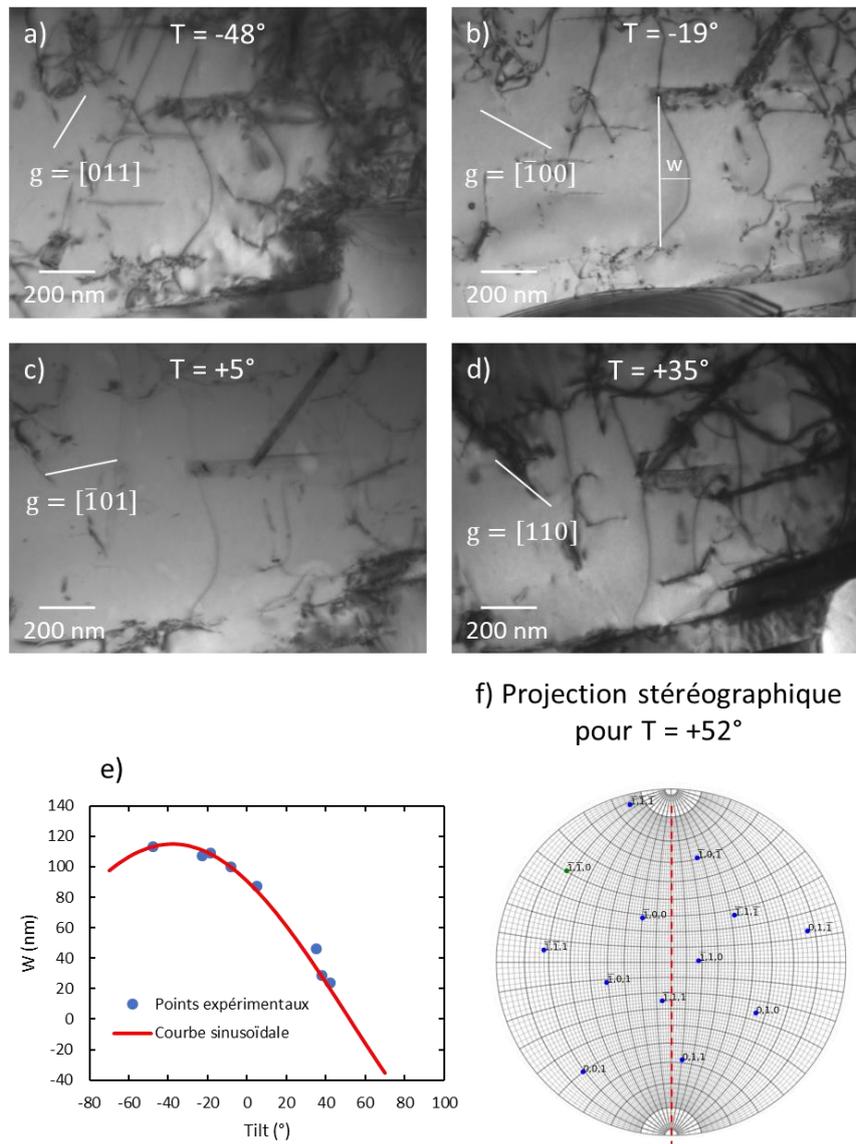


Figure 2 : a-d) Micrographies MET d'une boucle de dislocation, pour différentes inclinaisons du porte échantillon. e) Graphique de la largeur projetée w en fonction de l'angle d'inclinaison du porte-échantillon T , montrant que $w = 0$ (plan d'habitat vu debout) pour $T = +52^\circ$. f) Projection stéréographique de l'échantillon incliné de $+52^\circ$, montrant que le plan d'habitat des dislocations (ligne rouge) ne contient pas le vecteur de Burgers $\vec{b} = \frac{a}{2} [110]$, ce qui indique un mécanisme de montée mixte.

Notons ici, en comparant les figures 1 et 2 que, quand les dislocations se présentent sous forme de boucles à la courbure régulière, rien ne permet de distinguer *a priori* les mécanismes de glissement et de montée l'un de l'autre. Dans ce cas, la détermination du mécanisme ne peut s'effectuer autrement que par la détermination du plan d'habitat, par la technique d'inclinaison du porte objet.

Par ailleurs, des dislocations de montée mixte ont été observées dans 7 zones. Ici aussi, nous ne reproduisons pas l'ensemble des observations.

III. Investigations *in situ*

Les investigations par chauffage *in situ*, 4 au total, effectuées entre 750°C et 900°C, ont mis uniquement en évidence la montée mixte. La figure 3 montre un exemple d'observation de ce mécanisme, dans une expérimentation d'une durée totale de 75 secondes réalisée avec l'alliage Ti46Al-W à 800°C sans déformation appliquée. Les micrographies 3.a et 3.b montrent deux instants de la séquence vidéo acquise pour des temps t_0 et $t_0 + 30$ secondes, où on peut observer la position d'une dislocation marquée A. La micrographie 3.c est une superposition des micrographies 3.a-b. L'état initial (t_0) de la dislocation apparaît en noir et l'état final ($t_0 + 30s$) apparaît en blanc. À partir de cette superposition, une distance parcourue de 152 nm est mesurée et nous donne ainsi une vitesse de déplacement de 5,1 nm s⁻¹. À noter, que dans ce cas, la distance mesurée a une nouvelle fois été corrigée géométriquement grâce à la connaissance du plan de déplacement.

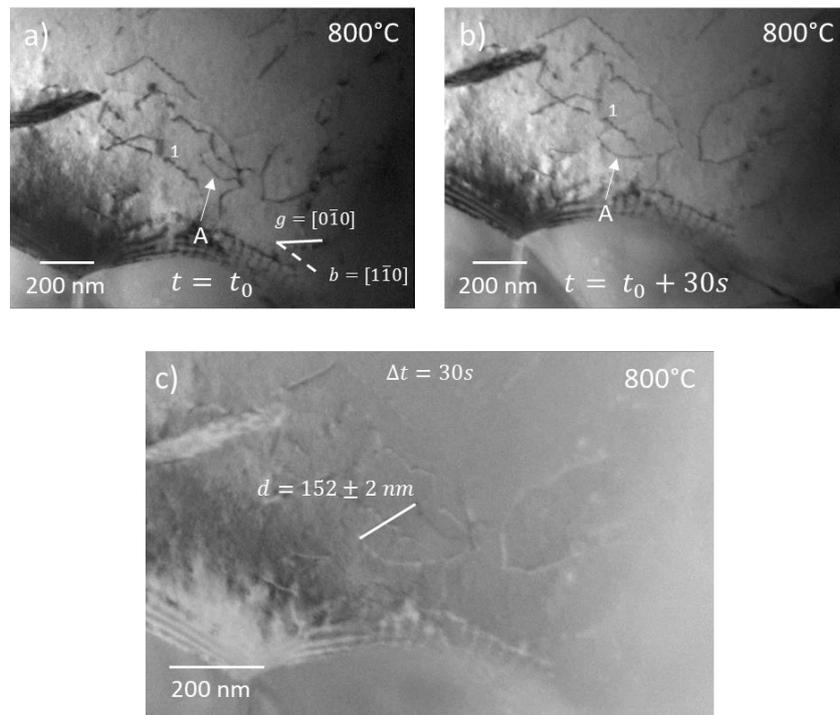
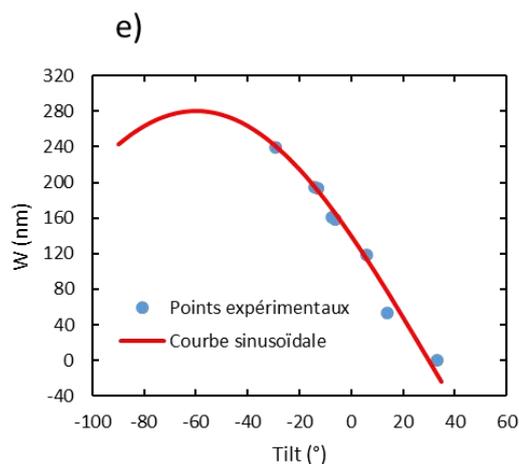
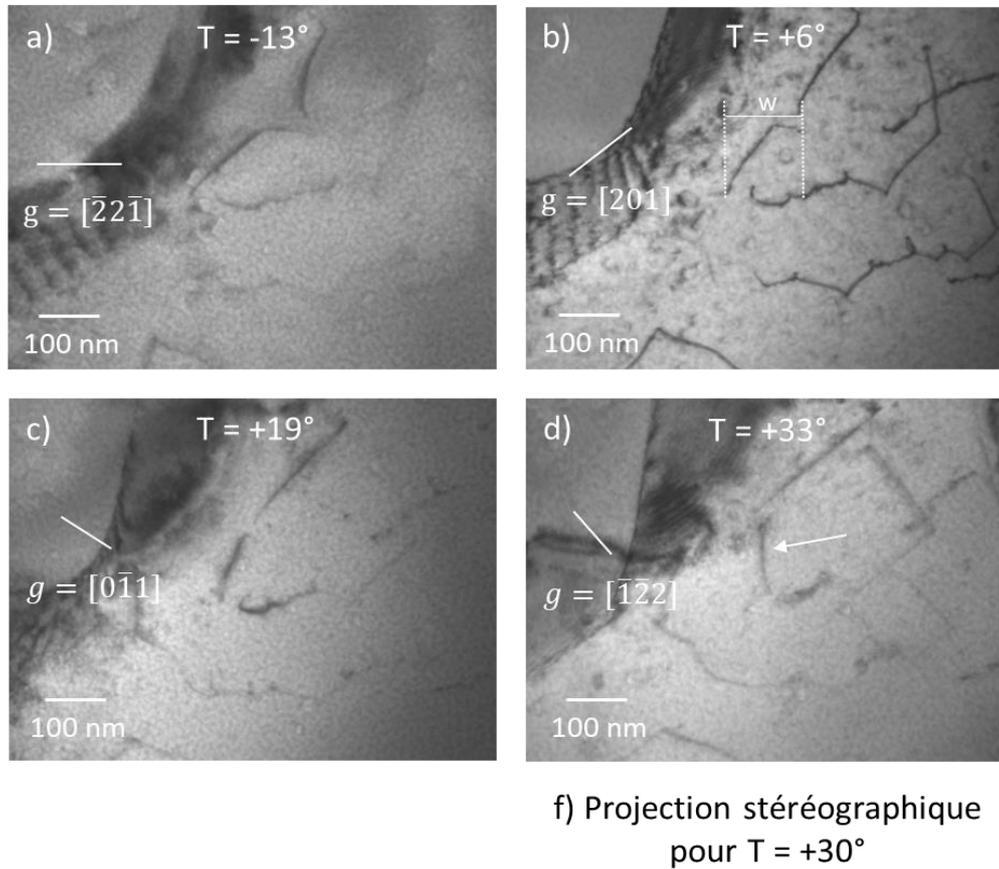


Figure 3 : a-b) Micrographies extraites d'une séquence vidéo à $t = t_0$ et $t = t_0 + 30$ s, montrant les positions d'une dislocation, marquées A, par rapport à une dislocation marquée 1. c) Superposition des micrographies a), avec les dislocations en noir, et b) les dislocations apparaissent en blanc.

À l'issue de cette expérimentation, une expérience d'inclinaison du porte-objet a été effectuée (figure 4). Il a été possible de déterminer l'orientation du plan d'habitat en mettant directement la dislocation en position debout, selon la méthode indiquée dans le chapitre précédent. Le plan identifié ne contenant pas le vecteur de Burgers et n'étant pas perpendiculaire à celui-ci, le mécanisme alors observé est un mécanisme de montée mixte.



f) Projection stéréographique pour $T = +30^\circ$

Figure 4 : a-d) Micrographies MET d'une boucle de dislocation, pour différentes inclinaisons du porte échantillon. e) Graphique de la largeur projetée w en fonction de l'angle d'inclinaison du porte-échantillon T , montrant que $w = 0$ (plan d'habitat vu debout) pour $T = +30^\circ$. f) Projection stéréographique de l'échantillon incliné de $+30^\circ$, montrant que le plan d'habitat des dislocations (ligne rouge) ne contient pas le vecteur de Burgers $\vec{b} = \frac{a}{2} [\bar{1}10]$, ce qui indique un mécanisme de montée mixte.

IV. Bilan des mécanismes dans Ti46Al-W - Discussion

Les investigations MET *post mortem* effectuées dans l'alliage Ti46Al-W montrent que cet alliage se déforme par mécanisme de glissement et de montée des dislocations ordinaires. Les résultats de notre étude statistique (tableau 1) semblent indiquer un équilibre entre les deux mécanismes. En MET *in situ*, seul le mécanisme de montée des dislocations a pu être identifié à différentes températures. Les vitesses de mouvement de dislocations ont cependant pu être mesurées (tableau 2).

Investigations MET <i>post mortem</i>			
Mécanisme	Glissement	Montée mixte	Montée
Nombre d'exemple	5	7	0

Tableau 1 : Tableau récapitulatif de l'ensemble des résultats obtenus sur les mécanismes de déformation dans Ti46Al-W

Investigations MET <i>in situ</i>			
Température (°C)	700 -750	750-800	850-900
Vitesses (nm.s ⁻¹)	5,0 - 15,0	2,9 - 9,3 1 mesure : 34	11 - 66

Tableau 2 : Tableau récapitulatif des observations en MET *in situ* dans l'alliage Ti46Al-W

Globalement, les mécanismes observés, glissement et montée mixte, sont identiques à ceux observés dans l'alliage binaire Ti48Al. La présence de tungstène ne semble donc pas induire de transition entre ces phénomènes.

Nous avons donc cherché à déterminer si la présence de tungstène pouvait modifier la cinétique de l'un ou l'autre de ces phénomènes. Pour cela, nous avons effectué des mesures de vitesses de dislocations dans des expériences de chauffage *in situ* au MET sur des échantillons de la nuance Ti46Al-W. Dans nos observations, seule la montée mixte a été détectée. Par ailleurs, pour ce mécanisme, la vitesse des dislocations est du même ordre de grandeur que dans le cas de l'alliage sans tungstène Ti48Al. Il semble donc que le tungstène n'a pas d'effet, ou pas d'effet suffisamment marqué pour être mesuré, sur la vitesse des dislocations de montée mixte. Cette constatation doit toutefois être nuancée par le fait que la contrainte résolue critique sur les plans de montée mixte est certainement différente dans le cas de Ti46Al-W et Ti48Al, car les limites d'élasticité en traction à 800°C sous une vitesse de déformation de 10⁻⁴ s⁻¹ de ces deux nuances sont sensiblement différentes. Ainsi, le tableau 2 du chapitre IV indique des limites d'élasticité de 318 MPa et 454 MPa pour Ti48Al et Ti46Al-W, respectivement. Il est

donc possible que, dans le cas de l'alliage contenant du tungstène, les dislocations de montée mixte aient une mobilité moindre que dans l'alliage binaire. Néanmoins, comme discuté dans le chapitre précédent, nous n'avons pas eu accès à une mesure directe de la contrainte s'appliquant sur la dislocation basée sur la détermination de la courbure de la ligne. Ceci nous empêche donc d'interpréter l'effet du tungstène sur la limite d'élasticité à 800°C en analysant au niveau microscopique la mobilité des dislocations.

Enfin, l'absence d'observation de mouvement de glissement dans l'alliage Ti48Al-W lors des observations par MET in situ pourrait indiquer une tendance à une limitation de ce mécanisme par le tungstène en solution solide. Néanmoins, nous ne pensons pas que nos observations peuvent étayer cette interprétation, principalement en raison du nombre insuffisant d'expériences. De plus, les mouvements de montée observés sont toujours de la montée mixte, ce qui signifie qu'il existe toujours une contribution du glissement au mouvement des dislocations. En effet, la montée mixte consiste au développement de boucles de dislocation par glissement de segments vis présentant des décrochements [171]. Dans ce cas, si les décrochements peuvent se déplacer par montée, les portions vis ne peuvent se déplacer que par glissement, la vitesse globale du segment étant contrôlée par le mécanisme le plus lent. Ceci montre que le glissement des segments vis est nécessairement suffisant pour permettre les mouvements par montée mixte.

Néanmoins, pour interpréter plus finement l'effet potentiel du tungstène en solution solide sur la mobilité des dislocations se déplaçant par glissement et par montée, nous nous sommes tournés vers des investigations à l'échelle atomique au voisinage de la ligne des dislocations, en nous appuyant sur des caractérisations par sonde atomique. Cette approche est présentée dans la section suivante.

V. Investigations par sonde atomique

Nous présentons ici les caractérisations par sonde atomique effectuées en collaboration avec M. Musi à Leoben, sur des pointes prélevées dans des lames minces de MET d'échantillons de Ti46Al-W déformés en fluage à 800°C sous 36 MPa. L'objectif était de caractériser la concentration en tungstène, à l'échelle atomique, au voisinage des dislocations se déplaçant par des mécanismes de montée ou de glissement. Cette étude a ainsi donné lieu à un échange d'un mois dans le cadre du projet ANR-FWF HITIAL dans chacun des deux laboratoires partenaires (l'Université de Leoben et le CEMES à Toulouse). Cette collaboration étroite s'est étalée sur toute la durée de la thèse, le partage des actions étant le suivant : les observations par MET des mécanismes de déformation étaient effectuées au CEMES, et les observations par sonde atomique étaient réalisées à Leoben.

L'hypothèse que nous avons voulu vérifier est que le tungstène ségrège au niveau des lignes de dislocations, probablement de manière plus marquée dans le cas des dislocations de montée. Ainsi, nous avons entrepris des investigations de dislocations dans des matériaux déformés à température ambiante et à haute température, afin de pouvoir faire une comparaison entre ces deux états et observer un possible comportement différent en présence de tungstène. Mais, nous avons également effectué des investigations au niveau de joints de grains γ/γ et α_2/γ afin de

mettre en évidence une éventuelle ségrégation de tungstène aux interfaces et aux interphases, probablement plus aisée à détecter que dans les lignes de dislocations.

L'ensemble des résultats que nous avons pu obtenir au cours de nos caractérisation par sonde atomique sont présentés par la suite. Nous commencerons par présenter les résultats au voisinage d'un joint de grain puis nous présenterons les observations réalisées au voisinage des dislocations après déformation à température ambiante et à haute température. La méthodologie suivie était semblable à celle exposée succinctement dans le chapitre II.

V.1. Investigation sur un joint de grain α_2/γ

Le joint de grain fléché sur la micrographie 5.a a tout d'abord été sélectionné. Au niveau du joint de grain, les profils de la concentration de différents éléments chimiques ont été établis, le long du cylindre dans le sens de la flèche sur la figure 5.b. Les profils obtenus sont donnés figure 5.c. Le profil commence dans le grain α_2 et se poursuit dans la direction du grain γ . Sur les profils, on peut voir que le taux de titane est environ deux fois plus important que celui de l'aluminium avant le joint de grain. Ces taux sont stables malgré une légère diminution du taux d'aluminium à proximité du joint de grain. Après le joint de grain, la concentration du titane diminue et celle de l'aluminium augmente, jusqu'à ce que ces deux concentrations deviennent presque équivalentes. La concentration de tungstène diminue progressivement de 2 at.% à 0,5 at% au niveau du joint de grain, puis augmente à nouveau, et se stabilise autour de 1 at%. On peut donc noter une déplétion de tungstène au niveau de l'interface. L'oxygène contenu dans le grain α_2 a un taux important puisqu'on le retrouve à des taux supérieurs à ceux du tungstène. À proximité de l'interface, le taux d'oxygène augmente avant de chuter fortement une fois l'interface franchi.

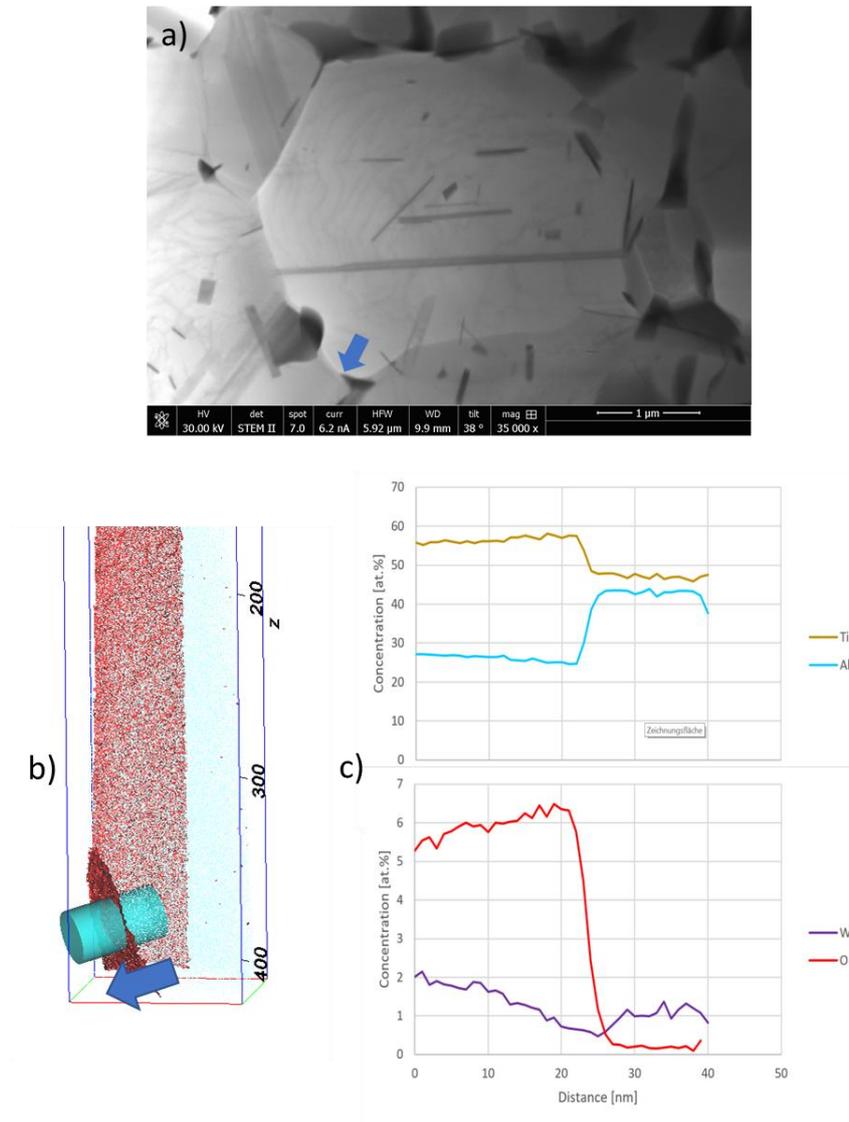


Figure 5 : a) Micrographie MEB de la zone investiguée. L'interface analysée est indiquée par une flèche. b) Reconstitution d'une partie de la pointe de sonde atomique. L'interface α_2/γ se trouve au niveau de la partie rouge foncé. Le cylindre représente le volume dans lequel les profils chimiques ont été effectués, et la flèche indique la direction des analyses. c) Profils d'éléments chimiques le long du cylindre de la figure b).

V.2. Investigation sur un joint de grain γ/γ

Un joint de grain γ/γ a fait l'objet d'une analyse par sonde atomique dans la zone indiquée par la flèche sur la figure 6.a. Une fois la pointe de sonde atomique finalisée, une analyse par EBDS a été effectuée sur celle-ci, figure 6.b. À l'aide des lignes de Kikuchi, nous avons vérifié la présence du joint de grain au sein de la pointe. En effet, on peut observer des lignes de Kikuchi différentes dans la partie supérieure et la partie inférieure de la pointe, ce qui indique la présence de deux grains différents, et donc que le joint de grain γ/γ se trouve bien dans la pointe. La reconstruction de la pointe après l'expérimentation de sonde atomique est montrée sur la figure 6.c pour le titane, l'aluminium et le tungstène. On peut observer que le titane et l'aluminium

ont une répartition homogène au sein de la pointe, ce qui était attendu car la pointe ne contient que deux grains γ . Pour le tungstène, on constate une concentration homogène sauf au niveau d'une zone de déplétion qui correspond au joint de grain γ/γ , et, indiquée par la flèche rouge, on note également la présence d'une concentration plus importante le long d'une ligne, au milieu de la pointe dans la partie inférieure, indiquée par une flèche bleue.

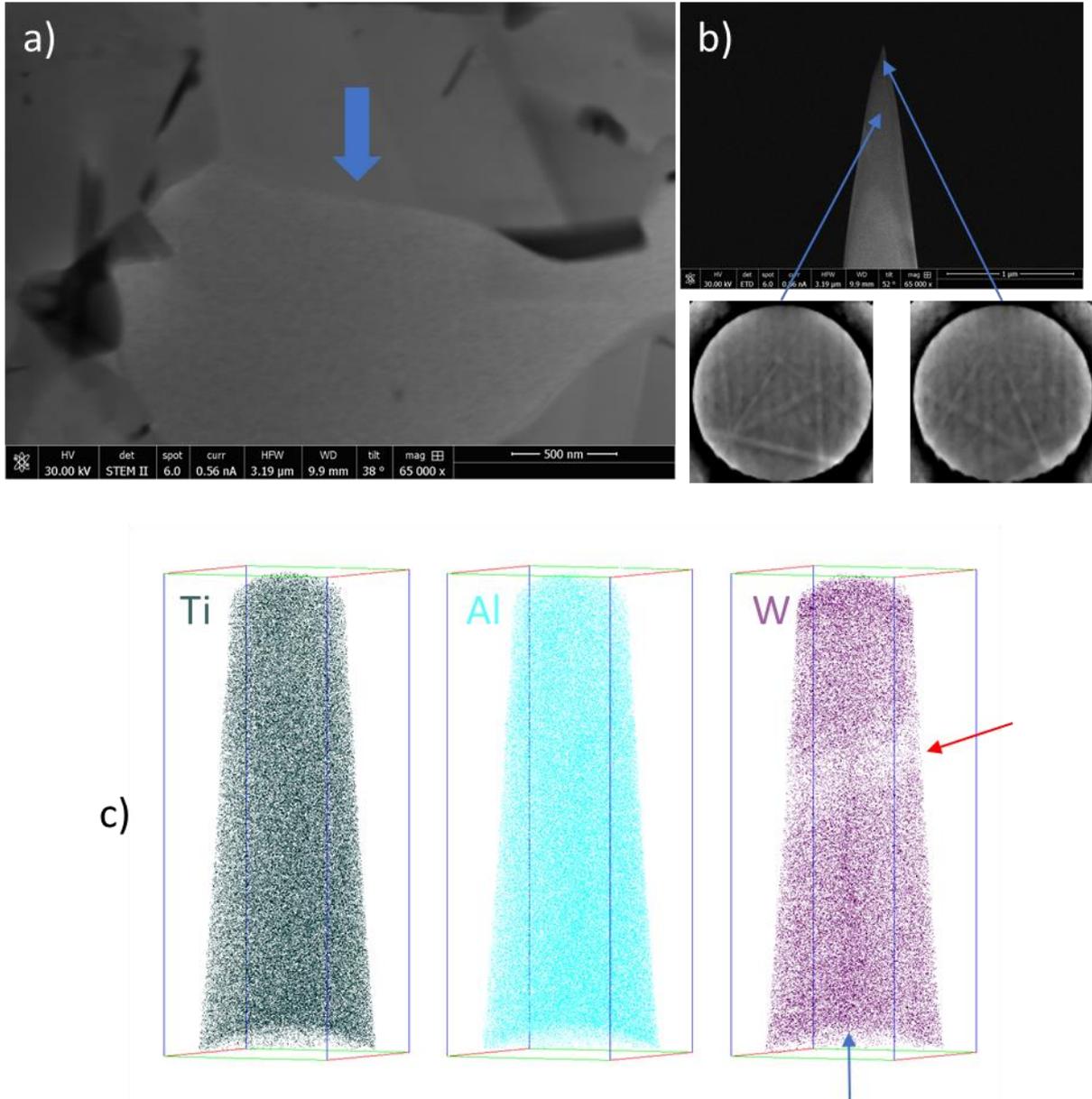


Figure 6 : a) Micrographie MEB du joint de grain étudié, la zone est indiquée par une flèche. b) Micrographie MEB de la pointe de sonde atomique finalisée. Les aires analysées par EBSD, ainsi que les lignes de Kikuchi obtenues sont indiquées par les flèches. c) Reconstitution de la pointe avec les éléments titane, aluminium et tungstène. Sur la reconstitution au tungstène, le joint de grain est indiqué par la flèche rouge et la zone contenant une ségrégation de tungstène est indiqué par la flèche bleue.

V.3. Investigation de dislocations formées à température ambiante

L'exemple suivant illustre une expérimentation de sonde atomique réalisée directement sur des dislocations. Les figures 7.a et 7.b sont respectivement des micrographies MEB et MET de la zone d'intérêt pour l'expérimentation de sonde atomique. Sur la micrographie MEB, on peut voir le dépôt de platine réalisé sur la zone de prélèvement. Cette zone, représentée par un rectangle rouge sur la micrographie MET, contient bien des dislocations pour l'expérimentation par sonde atomique. Afin de vérifier la présence des dislocations dans la pointe finalisée, des observations de la pointe par MET ont été entreprises (figure 7.c). Ainsi, des dislocations ont bien été détectées, et sont indiquées par des flèches. Les résultats de la sonde atomique sont présentés sur la figure 7.d. Sur les reconstructions du titane et de l'aluminium, un trait vertical en pointillés est tracé au niveau d'une zone de décalage. En effet, suite à un incident, la pointe a été endommagée et a subi un décalage au niveau de la zone indiquée. Les résultats indiquent que le titane et l'aluminium ont une répartition homogène dans la pointe. En revanche, la reconstruction du tungstène montre une ligne quasi-horizontale où la concentration en tungstène est plus importante. Cependant, on ne note pas de concentration en tungstène plus importante au voisinage des dislocations.

Le fait qu'on n'observe pas de décalage sur la ligne à fort signal en tungstène suggère donc la présence d'un artefact. Par ailleurs, de telles lignes à plus fort signal en tungstène ont été observées à plusieurs reprises, et toujours dans l'axe des pointes. Cette autre constatation nous renforce dans l'idée que ces lignes sont bien des artefacts. Néanmoins, leur cause expérimentale n'a pas été identifiée.

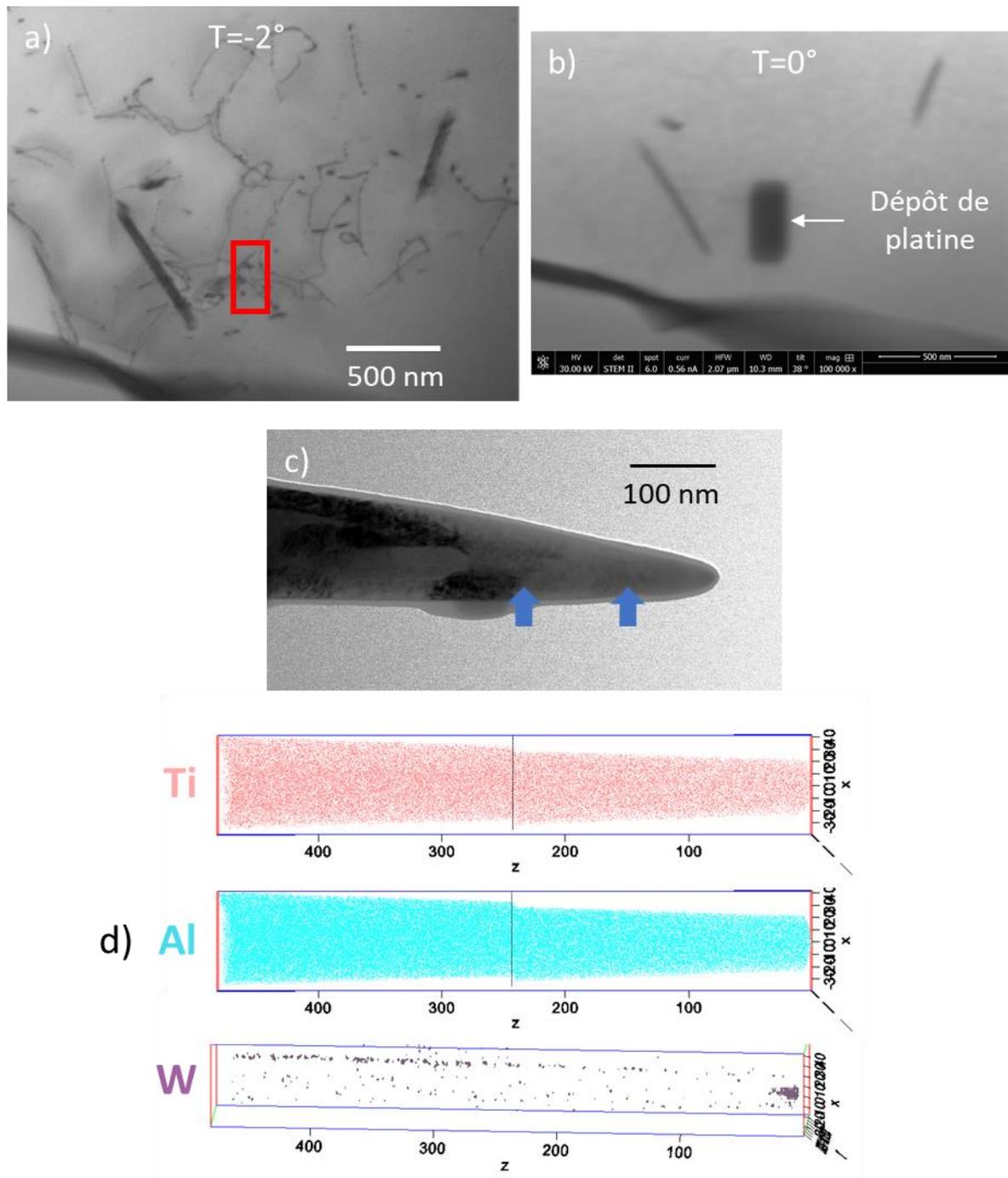


Figure 7 : a) Micrographie MET des dislocations sélectionnées par les investigations de sonde atomique. L'aire précisée analysée est schématisée par le rectangle rouge. b) Micrographie MEB du grain contenant les dislocations. c) Micrographie MET de la pointe finalisée. Des dislocations sont indiquées au niveau des flèches. d) Reconstitution de la pointe avec les éléments titane, aluminium et tungstène. Sur les reconstitutions du titane et de l'aluminium, un trait noir indique le décalage intervenu pendant l'analyse.

V.4. Investigation de dislocations obtenues à haute température

La dernière investigation présentée a été réalisée sur des dislocations formées à haute température. Dans le cas présenté ici, la zone analysée par sonde atomique n'avait pas été préalablement analysée en détail par MET, de manière à déterminer le type de mouvement des dislocations (glissement ou montée mixte). La zone contenant les dislocations est montrée sur les figures 8.a et 8.b. L'investigation par MET (effectuée sur un microscope à Leoben), figure 8.c, révèle que la pointe de sonde atomique contient au moins deux dislocations à environ 160 nm et 270 nm du bout de la pointe. La figure 8.d, montre uniquement la répartition du tungstène. Tout d'abord, on observe une forte zone de déplétion en tungstène entre 100 nm et 160 nm. Ensuite, on observe une ligne de tungstène non loin de la surface de la pointe dans la partie inférieure de la figure. Enfin, si l'on regarde plus attentivement au niveau des cercles rouge et orange, qui correspondent à l'emplacement des dislocations dans la pointe, nous n'observons pas de ségrégations particulières en tungstène.

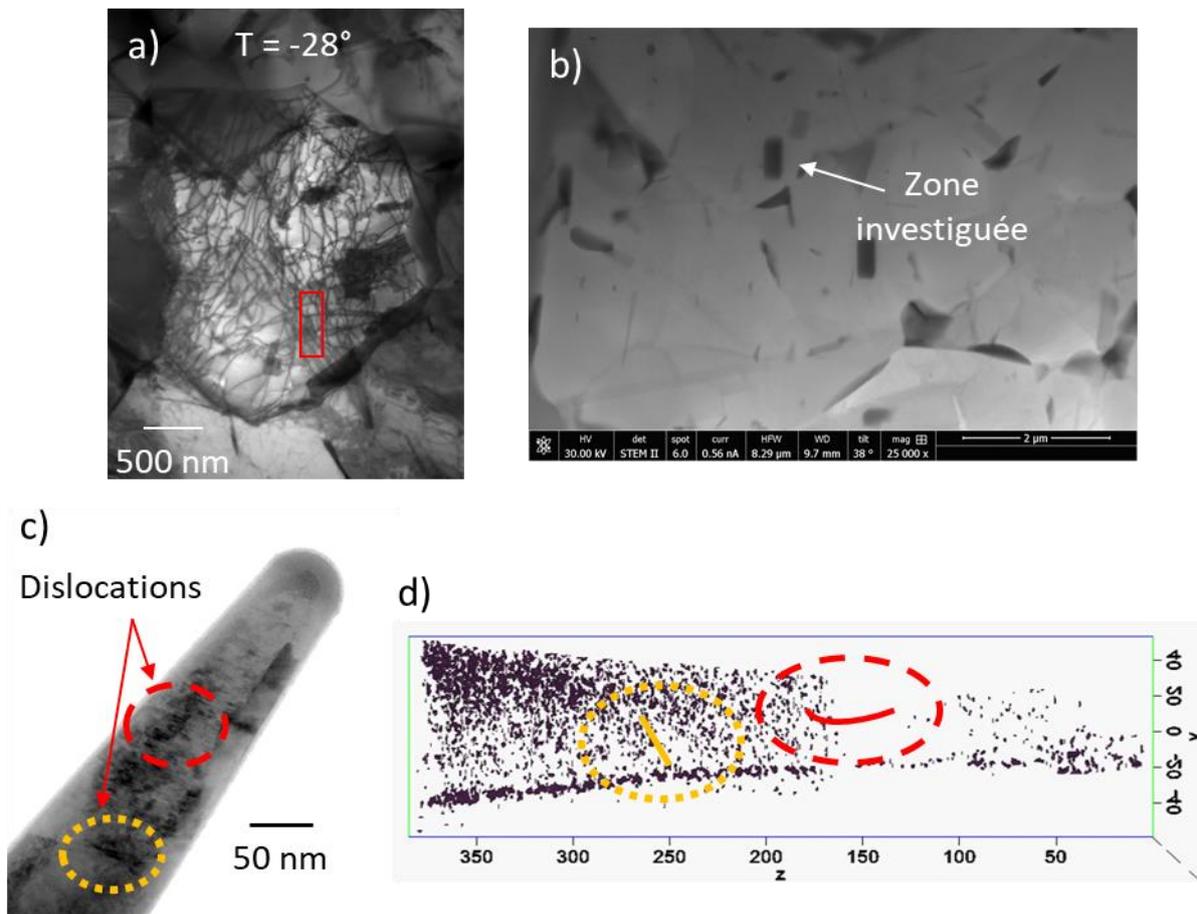


Figure 8 : a) Micrographie MET de la zone investiguée. Le dépôt de platine s'est effectué au niveau du cadre rouge. b) Micrographie MEB de la zone investiguée avec le dépôt de platine. c) Micrographie MET de la pointe finalisée, contenant des dislocations. d) Reconstitution de la pointe avec l'élément tungstène. L'emplacement des dislocations est indiqué par les deux cercles.

V.5. Interprétations

Les analyses à l'interphase α_2/γ (figure 5) et γ/γ (figure 6) montrent, dans les deux cas, un gradient de concentration ou une déplétion en tungstène dans la phase γ . Ceci semble indiquer que, lors de la déformation par fluage à 800°C, le tungstène s'est redistribué dans ces régions. Une interprétation qui pourrait être proposée serait que le tungstène diffuse en volume dans la phase γ , puis à l'interphase α_2/γ ou à l'interface γ/γ . Dans ce cas, des puits potentiels pour les atomes de tungstène diffusant pourraient être les précipités B2 présents aux joints de grains et aux joints triples. En effet, il a été montré dans la bibliographie qu'un vieillissement à 800°C de l'alliage TiAl IRIS conduit à la formation de zones appauvries en tungstène le long des joints de grains γ/γ , s'accompagnant d'une précipitation de phase B2 dans la phase γ et aux interphases α_2/γ [172]. Néanmoins, ces phénomènes se produisaient après un vieillissement de 500 h à 800°C. Ce que nous observons ici, qui s'est donc produit après environ 70 h de fluage à 800°C (voir chapitre IV, figure 5), marquerait donc le début de ce processus de vieillissement.

Concernant l'appauvrissement en tungstène dans une zone contenant des dislocations (figure 8), plusieurs interprétations sont possibles. La première est que le phénomène de déplétion en tungstène à proximité des interphases et interface se reproduit avec les dislocations, cet élément diffusant en volume dans la phase γ vers la ligne de la dislocation, puis diffusant dans le cœur de la dislocation vers un joint de grains, et enfin vers un précipité B2. Mais, la zone de déplétion en tungstène semblant excentrée par rapport à la position de la dislocation (repérée par un cercle rouge figure 8), il est possible également que la dislocation ait balayé cette zone, entraînant le tungstène avec elle. Enfin, on ne peut pas exclure non plus la présence à proximité de cette zone de précipités B2, ou de borures, qui nous auraient échappé lors des observations par MET, et vers lesquels les atomes de tungstène diffuseraient. Par ailleurs, précisons qu'il s'agit de résultats préliminaires d'expérimentations particulièrement complexe. Il convient donc de considérer ces résultats et leur interprétation avec prudence.

VI. Discussion

Avec l'alliage Ti46Al-W, nous avons effectué les mêmes expérimentations qu'avec l'alliage Ti48Al, dans l'objectif de comparer les deux alliages et ainsi isoler un possible effet du tungstène sur les mécanismes de déformation, ainsi que sur leur cinétique. Comme dans le cas du binaire Ti48Al, l'alliage avait été déformé à 800°C sous une contrainte de 36 MPa. Les modes de déformation identifiés pour la nuance au tungstène sont similaires à ceux observés sur la nuance binaire, puisque nous avons pu mettre en évidence à la fois du glissement et de la montée mixte des dislocations ordinaires.

Les résultats ainsi obtenus montrent qu'à 800°C, les deux mécanismes sont présents dans les deux alliages, et on ne peut pas affirmer ici que le tungstène favorise un mécanisme par rapport à l'autre. En effet, les études statistiques sont difficiles à réaliser. Ainsi, la nécessité que les dislocations émergent sur la même face de la lame mince dans les expériences d'inclinaison du porte objet, est un facteur limitant dans nos observations puisqu'il entraîne la mise à l'écart d'environ la moitié des observations. Par ailleurs, avec l'échantillonnage faible permis par ce

type d'expérimentations, particulièrement lourdes, nous n'avons pas obtenu de différence flagrante entre les deux alliages.

Dans les expériences de chauffage par *in situ*, les vitesses projetées des dislocations aux différentes températures présentent les mêmes ordres de grandeur dans les deux alliages. Ces essais ne permettent donc pas de mettre en évidence un effet du tungstène sur la cinétique des mécanismes de déformation. Toutefois, il ne nous a pas été possible de déterminer pour quelles contraintes les dislocations sont mises en mouvement dans chaque cas, en utilisant la courbure de la ligne. Déterminer la contrainte appliquée sur les dislocations en mouvement permettrait de pouvoir faire une véritable comparaison, en déterminant le paramètre mobilité (vitesse divisée par la contrainte s'appliquant sur la ligne), qui est une donnée intrinsèque des alliages. Pour cela, nous suivrions la démarche décrite dans l'article de Daniel Caillard [166], qui se base sur la mesure du rayon de courbure, idéalement, d'une boucle de dislocation dont les dimensions évoluent dans le temps à une température donnée.

En complément à ces déterminations de mécanismes et de cinétiques à l'échelle microscopique, nous avons souhaité avoir une vision directe des interactions de la ligne des dislocations avec les atomes de tungstène en solution solide dans le réseau. C'est pourquoi, nous avons développé, en collaboration avec l'université de Leoben, une approche originale visant à extraire des pointes de sonde atomique dans des lames minces préalablement observées par MET. L'objectif était de déterminer la répartition du tungstène autour des dislocations, à l'échelle atomique, pour détecter une éventuelle ségrégation de cet élément sur la ligne des dislocations. Ceci a donc nécessité le couplage entre l'observation de zones par MET au CEMES et l'investigation par sonde atomique de ces mêmes zones à Leoben. Sur le plan technique, cela a requis un repérage précis des zones en question, et leur identification dans des appareils de caractérisation différents. Par ailleurs, un artefact a été détecté dans les expérimentations par sonde atomique, sous la forme de lignes où le signal en tungstène est plus élevé, dans la longueur des pointes. L'origine de cet artefact n'a pas été déterminé.

Les résultats en sonde atomique semblent indiquer une déplétion en tungstène au niveau des joints de grain γ/γ et des interphases α_2/γ , qui pourrait s'interpréter par une diffusion en volume du tungstène dans la phase γ , puis par une diffusion aux interfaces et aux interphases, comme observé lors de traitement de vieillissement à 800°C pendant 500 h dans l'alliage IRIS [172]. Une observation semble montrer également une déplétion en tungstène à proximité d'une dislocation, ce qui pourrait s'interpréter comme un phénomène analogue au précédent, à ceci près que la diffusion du tungstène s'effectuerait dans ce cas dans le cœur de la dislocation. Ainsi, contrairement à nos hypothèses de départ, le tungstène ne ségrégerait pas dans le cœur des dislocations. Au contraire, la présence de la dislocation contribuerait à appauvrir en tungstène l'environnement de la ligne, ce qui, à terme, pourrait induire une diminution de l'effet du tungstène, et à une diminution de la résistance mécanique de l'alliage en fluage. Mais, la zone appauvrie en tungstène pourrait également résulter d'un mouvement de la dislocation, qui entrainerait le tungstène dans son déplacement. Ce phénomène, à l'inverse, pourrait induire un ralentissement des dislocations, ce qui provoquerait une augmentation de la résistance en fluage. Mais on ne peut exclure l'influence de précipités (borures ou B2), présents dans cette zone mais non détectés par MET, vers lesquels le tungstène diffuserait. Par ailleurs, il s'agit de résultats préliminaires d'expérimentations complexes, qu'il convient donc de considérer avec prudence.

Ces premiers résultats sont néanmoins encourageants parce qu'ils montrent que l'on peut coupler des investigations MET, de la préparation FIB, et des expérimentations de sonde atomique. En effet, au cours des investigations MET, des dislocations précises ont été sélectionnées à Toulouse, pour des analyses par sonde atomique. Ces dislocations ont été retrouvées au FIB, par un autre expérimentateur à Leoben, et ont fait l'objet d'une préparation FIB complexe de pointe de sonde atomique, pour ensuite être employées dans des expérimentations de sonde atomique.

VII. Conclusion

En conclusion, l'effet du tungstène sur l'amélioration des propriétés mécaniques des alliages TiAl à haute température a été investigué. Les observations *post mortem* à 800°C montrent que les mécanismes de glissement et de montée des dislocations sont présents dans les deux alliages sans que le tungstène ne semble favoriser un mécanisme par rapport à l'autre. Lors des expérimentations *in situ*, les mêmes mécanismes ont été observés et des vitesses projetées de dislocations ont été déterminées à différentes températures. Les vitesses sont du même ordre de grandeur dans les deux alliages, on ne peut donc pas mettre en évidence un effet du tungstène sur la cinétique des dislocations. Pour aller plus loin et compléter ces investigations, la détermination de la contrainte appliquée sur les dislocations, et le calcul de la mobilité, sont à envisager pour conclure sur la cinétique dans les deux alliages. En collaboration avec l'université de Leoben, nous avons développé une méthodologie complexe, couplant des investigations par MET et par sonde atomique. Ces investigations tendent à montrer, comme résultat préliminaire, une déplétion de tungstène aux interfaces γ/γ et γ/α_2 , ainsi que, semble-t-il, autour du cœur de dislocations. Ces premiers résultats, à prendre néanmoins avec prudence, indiqueraient soit un appauvrissement de l'environnement de la dislocation par diffusion du tungstène dans son cœur, soit un entrainement du tungstène par la dislocation en mouvement.

Conclusion générale et perspectives

Le travail de cette thèse était motivé par les bonnes propriétés mécaniques des alliages IRIS, TNM et TNM+. L'ajout des éléments d'alliages tungstène, molybdène, carbone et silicium au sein de leur composition a fait de ces alliages, des alliages prometteurs pour de futures applications industrielles à haute température. Leurs bonnes tenues mécaniques grâce à l'ajout des éléments restent cependant mal comprises. Le but principal de ce travail est donc d'apporter une meilleure compréhension quant aux rôles que jouent chacun des éléments cités dans l'amélioration des propriétés mécaniques des alliages TiAl à haute température, avec une attention particulière à l'effet du tungstène. En parallèle, nous avons voulu déterminer quels éléments apportent les plus fortes améliorations aux tenues mécaniques dans la perspective de nouveaux alliages pour de futures applications industrielles.

Nous avons donc entrepris ce travail autour de trois axes principaux :

- Élaborer des nuances d'alliages permettant d'isoler les effets des éléments de l'étude
- Tester mécaniquement les différentes nuances de microstructures gamma et lamellaire
- Étudier les mécanismes de déformation des nuances TiAl et TiAl-W, de microstructure gamma en fluage à 800°C

La première partie du travail a consisté à élaborer des alliages isolant les effets des différents éléments (chapitre III). En amont de l'élaboration des matériaux de l'étude, nous avons travaillé sur le procédé d'atomisation EIGA. Une rapide comparaison entre les microstructures d'un alliage IRIS atomisé par TGA et un atomisé par EIGA, montre que le second contient de nombreuses hétérogénéités au sein de sa microstructure. Avec l'objectif de déterminer l'origine de ces hétérogénéités, nous avons entrepris des investigations par MEB EDX sur lesdites hétérogénéités aux différentes étapes de l'élaboration du matériau : matériau densifié, particules de poudre et électrode. Nous avons pu montrer que les hétérogénéités présentes dans les matériaux densifiés viennent des cœurs de dendritiques d'une électrode qui n'ont pas le temps de fondre au cours de l'atomisation EIGA. Ainsi, la présence des hétérogénéités dans les matériaux est directement liée au procédé d'atomisation.

Pour l'élaboration des matériaux de l'étude, nous avons travaillé sur cinq nuances de poudres différentes : TiAl (Ti-48Al-0.2B), TiAl-Mo (Ti-48Al-2Mo-0.2B), TiAl-W (Ti-48Al-2W-0.2B), TiAl-WSi (Ti-48Al-2W-0.3Si-0.2B) et TiAl-WC (Ti-48Al-2W-0.15C-0.2B). Ces nuances ont été obtenues via un procédé d'atomisation EIGA et présentent, comme dans le cas précédemment, des hétérogénéités. De plus, les trois nuances au tungstène n'ont que 46%at. d'aluminium au lieu des 48%at. demandés. Cet écart est à prendre en compte lors des futures comparaisons des propriétés mécaniques. Néanmoins, nous avons réussi à atténuer le problème des hétérogénéités dans les particules de poudre grâce à un tamisage des poudres. Les particules de poudres de plus faibles dimensions contenant peu d'hétérogénéités, nous avons donc uniquement conservé les particules d'une granulométrie comprise entre 25 μm et 50 μm . Cette gamme représente en effet le meilleur compromis entre la quantité d'hétérogénéités présentes dans les poudres / matériaux densifiés et la quantité de poudre restante après le tamisage. À l'issue du tamisage, les températures d'élaborations des microstructures gamma et lamellaire ont été déterminées pour chaque nuance. Les investigations effectuées sur les premiers

matériaux densifiés ont également montré un taux d'oxygène acceptable dans les matériaux et la composition chimique globale des matériaux ne semble pas perturbée par le tamisage. Aussi les microstructures gamma de Ti48Al et Ti46Al-W présentent des tailles de grains proches mais légèrement plus grandes dans Ti48Al. L'élaboration des matériaux a donc été réussie.

Les essais mécaniques (chapitre IV) se distinguent en deux catégories. Tout d'abord, nous avons effectué des essais sur des microstructures gamma pour quantifier l'effet du tungstène et en partie celui du molybdène. Ensuite, nous avons effectué des essais sur les cinq nuances avec une microstructure lamellaire raffinée pour voir quelle nuance a le plus grand potentiel d'utilisation à haute température. Sur les microstructures gamma, les essais de traction à température ambiante et à hautes températures conduits avec une vitesse de déformation de 10^{-4} s^{-1} sur les nuances Ti48Al et Ti46Al-W montrent dans les deux cas une chute de la limite élastique à partir de 700°C . Cette chute s'accroît à partir de 800°C , une transition de mécanismes semble s'effectuer autour de cette température dans les deux alliages. Le fluage à 800°C , 36 MPa, avec une déformation plastique de 3% sur les nuances binaire Ti48Al, Ti48Al-Mo et Ti46Al-W, donne respectivement des vitesses secondaires de déformation de 3.10^{-7} s^{-1} , $2,03.10^{-7} \text{ s}^{-1}$ et $1,37.10^{-7} \text{ s}^{-1}$. Le tungstène a donc un effet plus fort que le molybdène sur les propriétés mécaniques. Enfin, les essais de compression avec sauts de vitesse dans les nuances Ti48Al et Ti46Al-W ont conduit à la détermination d'exposants de contraintes dans les deux nuances à des températures de 800°C , 850°C et 900°C pour des taux de déformations de 10^{-4} s^{-1} , 10^{-3} s^{-1} et 10^{-2} s^{-1} . Dans les deux cas, nous avons obtenu des valeurs supérieures à 4, ce qui indique une déformation des matériaux provoquée par le mouvement de dislocations. En complément, l'énergie d'activation a été calculée. Elle est d'une valeur de 280 kJ.mol^{-1} pour Ti48Al et 480 kJ.mol^{-1} pour Ti46Al-W.

Concernant les essais sur les microstructures lamellaires, les cinq nuances ont été testées en traction à température ambiante et à 800°C , sauf la nuance Ti48Al-Mo, avec un taux de déformation de 10^{-4} s^{-1} . Ces essais ont montré que le tungstène a toujours un effet plus fort que celui du molybdène. Parmi les éléments légers, l'ajout de carbone accroît les propriétés de l'alliage au tungstène, alors que le silicium n'apporte pas ou peu d'amélioration à la nuance. En fluage à 800°C avec une contrainte de 200 MPa, les essais montrent que le tungstène a toujours un effet plus important que celui du molybdène. Cet effet des éléments lourds est d'ailleurs plus important dans la microstructure lamellaire que dans la microstructure gamma. Chez les éléments légers, le silicium a cette fois un effet marqué sur l'amélioration des propriétés mécaniques. Ceci indique qu'il agit plutôt sur des mécanismes de type diffusion. Cependant, l'effet du silicium en fluage reste inférieur à l'effet du carbone. La nuance Ti46Al-WC de microstructure lamellaire a donc obtenu les meilleures propriétés dans l'ensemble des essais ce qui en fait la nuance au plus grand potentiel pour de futures applications industrielles à haute température.

Directement prélevées dans les éprouvettes fluées à 800°C sous 36 MPa, des échantillons MET ont été élaborés dans les nuances Ti48Al et Ti46Al-W pour l'investigation des mécanismes de déformation. Dans la nuance binaire Ti48Al (chapitre V), des investigations *post mortem* ont été entreprises pour déterminer les plans d'habitats de différentes dislocations grâce à des expérimentations d'inclinaison du porte-objet. Ces expérimentations ont mis en évidence des mécanismes de glissement et de montée mixte des dislocations ordinaires $\frac{a}{2} \langle 110 \rangle$ et ce, dans des proportions similaires. Lors des investigations, un autre type de dislocation rare a été mis en évidence. Il s'agit de dislocation de type C avec un vecteur de Burgers $\vec{b} = a [001]$. Devant la morphologie hélicoïdale complexe de cette dislocation, nous avons utilisé une méthodologie de reconstruction en 3 dimensions par tomographie électronique. Cette reconstruction nous a permis de mettre en évidence que les différents segments qui composent la ligne de dislocation

ont tous évolué dans des plans de montée mixte. Ainsi, à notre connaissance, il s'agit du premier exemple de dislocation de type C avec un mécanisme de montée mixte. En complément des investigations *post mortem*, nous avons effectué des investigations *in situ*. Ces investigations se partagent en deux types d'expérimentations. Le premier type d'expérimentation consiste simplement à chauffer les échantillons MET. Quand cela était possible, nous avons couplé ces expérimentations avec une expérimentation d'inclinaison du porte-objet pour déterminer les mécanismes activés en *in situ*. Ainsi, nous avons observé des dislocations ordinaires qui se sont déplacées par glissement et montée mixte. Les vitesses mesurées de ces dislocations montrent des vitesses proches pour les deux mécanismes. Le second type d'expérimentation consiste à chauffer et à appliquer une contrainte sur les échantillons. Les faits majeurs de ces expérimentations sont l'observation de la formation et de la propagation d'une macule, ainsi que l'observation d'un mécanisme de vieillissement dynamique caractérisé par une apparition brusque de dislocations suivit d'un glissement visqueux des dislocations.

Enfin, les investigations *post mortem* et *in situ* effectuées dans Ti48Al ont été reconduites dans la nuance Ti46Al-W (chapitre VI). Les mécanismes de glissement et de montée mixte des dislocations ordinaires $\frac{a}{2} \langle 110 \rangle$ ont à nouveau été mis en évidence sans qu'aucun des deux mécanismes ne semble favorisé par rapport à l'autre avec la présence du tungstène. Au cours des investigations *in situ*, où nous avons juste chauffé les échantillons MET, seul le mécanisme de montée mixte a été identifié et les vitesses de dislocations mesurées sont du même ordre de grandeur que celles mesurées dans Ti48Al. En complément de ces investigations, en collaboration avec l'université de Leoben, nous avons réussi à coupler nos investigations par MET avec des investigations par sonde atomique. Tout d'abord, une interface γ/γ et une interface γ/α_2 ont fait l'objet d'investigations. Dans les deux cas, on relève une zone de déplétion en tungstène au niveau des deux interfaces dont l'origine peut être due à l'enrichissement en tungstène de précipités β_0 proches. Ensuite, des pointes contenant des dislocations obtenues à température ambiante et à haute température ont été utilisées pour des expérimentations de sonde atomique. Pour les dislocations à température ambiante, le tungstène est réparti de façon homogène dans la pointe. Les dislocations de haute température, dont le mécanisme n'a pas été identifié, semblent présenter un appauvrissement en tungstène dans leur environnement. Cependant, il s'agit de premiers résultats qui doivent être confirmés.

En résumé, après avoir réussi l'élaboration de nos matériaux à partir de cinq nuances de poudre, les essais mécaniques ont montré que le tungstène apporte les meilleures améliorations des propriétés mécaniques entre les deux éléments lourds. Parmi les éléments légers, c'est le carbone qui obtient les meilleurs résultats. Aussi, l'association de ces deux éléments donne une nuance d'alliage qui a un fort potentiel pour des applications à haute température. Les investigations par MET dans Ti48Al et Ti46Al-W, ainsi que les investigations par sonde atomique dans la dernière nuance, apportent une meilleure compréhension des mécanismes de déformation dans ces alliages à haute température. Malheureusement, elles ne nous permettent pas de trancher de façon claire sur le rôle du tungstène dans l'amélioration des propriétés mécaniques.

En perspective, nous pourrions tout d'abord envisager de compléter les essais mécaniques dans les microstructures gamma. Afin de mieux quantifier les effets des éléments d'alliage les essais de traction pourraient être effectués sur les nuances Ti48Al-Mo et Ti46Al-WC. Le silicium n'ayant pas révélé d'influence au cours de ce type d'essai avec les microstructures lamellaires, des essais dans la microstructure gamma devraient donner des résultats proches de la nuance Ti46Al-W. En revanche, des essais de fluage sur les deux nuances aux éléments légers pourraient être intéressants car, d'après nos essais sur les microstructures lamellaires, chaque

élément apporte un renforcement de l'alliage. De plus, pour les éléments lourds, on observe une différence entre la microstructure gamma et la microstructure lamellaire que l'on pourrait retrouver dans les nuances contenant les éléments légers. Les essais de compression avec sauts de vitesse sur les nuances au molybdène, au carbone et au silicium pourraient permettre de mieux voir l'effet de ces éléments sur l'énergie d'activation et de les comparer à celui du tungstène seul. Pour les microstructures lamellaires, aux vues des résultats obtenus en fluage et en traction à température ambiante, on peut supposer que la traction à 800°C sur la nuance Ti48Al-Mo donnerait une courbe comprise entre celle de l'alliage binaire et celle de la nuance au tungstène ce qui n'apporterait pas de résultat pertinent à l'étude.

Au sujet des investigations MET, d'autres exemples de détermination des mécanismes *en post mortem* peuvent être apporté dans les deux nuances pour voir si l'on réussit à obtenir une tendance. Cependant, devant le nombre de dislocations, une statistique véritablement satisfaisante et significative serait difficile à obtenir. Les améliorations les plus intéressantes seraient à apporter aux investigations *in situ*. Coupler de façon plus systématique *in situ* et inclinaison du porte-objet pour avoir les vitesses réelles des dislocations et non plus simplement des vitesses projetées. Aussi, la détermination de la contrainte ressentie par les dislocations est un point important. Connaître la contrainte dans les alliages pourrait permettre de trancher de façon claire si le tungstène a un effet sur la cinétique des dislocations ou non. En effet, dans nos expérimentations nous avons des vitesses projetées similaires entre les deux alliages mais nous ne connaissons pas les contraintes. Si les contraintes dans la nuance Ti46Al-W sont supérieures à celles de la nuance Ti48Al pour des vitesses équivalentes alors le tungstène ralentit le mouvement des dislocations. Connaître la contrainte permettrait également de calculer la mobilité des dislocations dans ces nuances et on pourrait également déterminer l'énergie d'activation via une deuxième méthode.

Un dernier point porte sur la sonde atomique. Les premiers résultats obtenus sont encourageants pour la faisabilité du couplage investigations MET et investigations par sonde atomique. Cependant, ces premiers résultats ne nous permettent pas d'interpréter de façon claire un possible effet du tungstène. C'est pourquoi de nouvelles dislocations à haute température, dont les mécanismes sont déterminés, sont en cours d'investigation au MET pour avoir plus d'exemples en sonde atomique et voir si l'on obtient une différence entre des dislocations de glissement et de montée.

Références bibliographiques

- [1] K. Kothari, R. Radhakrishnan, and N. M. Wereley, *Progress in Aerospace Sciences* 55
- [2] C. Leyens and M. Peters, *Titanium and Titanium alloys: fundamentals and applications*. Wiley VCH, 2005.
- [3] B. Bewlay, M. Weimer, T. Kelly, A. Suzuki, and P. Subramanian, *Symp. JJ – Intermet. Alloy. Technol. Appl.*, vol. 1516, pp. 49–58, 2013.
- [4] S. Zghal, *Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier*, 1997.
- [5] H. Jabbar, *Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier*, 2010.
- [6] Verstraete, *Thèse de doctorat, Université Paris XI Orsay*, 1998
- [7] G. Hug, A. Loiseau, and P. Veyssiere, *Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties* 57 (1988) 499.
- [8] J. L. Murray, *ASM International* (1987)
- [9] C. McCullough, J. J. Valencia, C. G. Levi, and R. Mehrabian, *Acta Metallurgica* 37 (1989) 1321.
- [10] K. Nakai, T. Ono, H. Ohtsubo, and Y. Ohmori, *Materials Transactions Jim* 37 (1996) 813.
- [11] A. Denquin and S. Naka, *Acta Materialia* 44 (1996) 343.
- [12] S. R. Dey, A. Hazotte, and E. Bouzy, *Intermetallics*, vol. 17, no. 12, pp. 1052–1064, 2009.
- [13] S. Zghal, M. Thomas, and A. Couret, *Intermetallics*, vol. 19, no. 10, pp. 1627–1629, 2011.
- [14] S. Zghal, S. Naka, and A. Couret, *Acta Mater.*, vol. 45, no. 7, pp. 3005–3015, 1997.
- [15] H. Inui, M. H. Oh, A. Nakamura, and M. Yamaguchi, *Philos. Mag. A Phys. Condens. Matter, Struct. Defects Mech. Prop.*, vol. 66, no. 4, pp. 539–555, 1992.
- [16] Y. W. Kim and D. M. Dimiduk, *Jom-Journal of the Minerals Metals & Materials Society* 43 (1991) 40.
- [17] S. Zghal, M. Thomas, S. Naka, and A. Couret, *Philosophical Magazine Letters* 81 (2001) 537.
- [18] M. Thomas, *MRS Online Proceedings Library* 1295 (2011).
- [19] Royer, A., and Vasseur, S. (1988) *Casting, Metals Handbook*, vol. 15, 9th edn (ed. [chairman] D.M. Stefanescu), ASM International , Metals Park, OH , p. 296

- [20] F. Appel, J. D. H. Paul, and M. Oehring, *Gamma titanium aluminide alloys*, eds. Wiley-VCH, Weinheim, Germany, 2011.
- [21] B. P. Bewlay, M. Weimer, T. Kelly, A. Suzuki, and P. R. Subramanian, *MRS Online Proceedings Library* 1516 (2013) 49.
- [22] M. Weimer, B. P. Bewlay, and T. Schubert, in *4th International Workshop on Titanium Aluminides*, Nuremberg, Germany, 2011.
- [23] R. A. Harding, *Kovove Materialy-Metallic Materials* 42 (2004) 225.
- [24] J. B. Singh, E. Tuval, I. Weiss, and R. Srinivasan (Y. W. Kim, R. Wagner, and M. Yamaguchi, eds.), Warrendale, PA, 1995, p. 547.
- [25] M. Thomas, J. L. Raviart, and F. Popoff, *Intermetallics* 13 (2005) 944.
- [26] F. Appel et al., *Adv. Eng. Mater.*, vol. 2, no. 11, pp. 699–720, 2000.
- [27] X. Wu, *Intermetallics* 14 (2006) 1114.
- [28] F. Appel, H. Clemens, and M. Oehring, *MRS Online Proceedings Library* 646 (2000).
- [29] H. Clemens, S. Mayer, *Advanced Engineering Materials* 15 (2013) 191
- [30] W. Wallgram, T. Schmolzer, L. M. Cha, G. Das, V. Guthier, and H. Clemens, *International Journal of Materials Research* 100 (2009) 1021.
- [31] H. Clemens, W. Wallgram, S. Kremmer, V. Guthier, A. Otto, and A. Bartels, *Advanced Engineering Materials* 10 (2008) 707.
- [32] G. Das, Y. W. Kim, and A. H. Rosenberger, in *3rd International Workshop on Gamma TiAl Technologies*, Bamberg, Germany, 2006.
- [33] A. Couret, G. Molenat, J. Galy, and M. Thomas, *Intermetallics* 16 (2008) 1134.
- [34] Gerling, R., Schimansky and Wagner, R. (1993) *Titanium' 92 Science and Technology* (eds F.H. Froes and I.L. Caplan), TMS, Warrendale, PA, p. 1025.
- [35] R. Gerling, H. Clemens, and F. Schimansky, *Adv. Mater. Process.*, vol. 6, pp. 23–26, 2004.
- [36] D. Laipple et al., *MRS Advances* (2017)
- [37] H. Jabbar, A. Couret, L. Durand, J.P. Monchoux, *Journal of Alloys and Compounds* 509 (2011) 9826-9835.
- [38] G. Baudana et al., *Intermetallics*, vol. 73, pp. 43–49, 2016.
- [39] L. E. Murr et al., *Acta Mater.*, vol. 58, no. 5, pp. 1887–1894, 2010.
- [40] S. Biamino et al., *Intermetallics*, vol. 19, no. 6, pp. 776–781, 2011.

- [41] B. W. Choi, Y. G. Deng, C. McCullough, B. Paden, and R. Mehrabian, *Acta Metall. Mater.*, vol. 38, no. 11, pp. 2225–2243, 1990.
- [42] R. Gerling, A. Bartels, H. Clemens, H. Kestler, and F. P. Schimansky, *Intermetallics*, vol. 12, no. 3, pp. 275–280, 2004.
- [43] K. Matsugi, T. Hatayama, and O. Yanagisawa, *Intermetallics* 7 (1999) 1049.
- [44] T. Voisin, L. Durand, N. Karnatak, S. Le Gallet, M. Thomas, Y. Le Berre, J.F. Castagné, A. Couret, *Journal of Materials Processing Technology* 213 (2013) 269-278.
- [45] G. Molénat, L. Durand, J. Galy, A. Couret. *Journal of Metallurgy* (2010) ID 145431.
- [46] T. Voisin, Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier, 2014.
- [47] M. Tokita, *Materials Science Forum* 308-311 (1999) 83-88.
- [48] Z.A. Munir, U. Anselmi-Tamburini, M. Ohyanagi, *Journal of Materials Science* 41 (2006) 763-777.
- [49] J.R. Groza, A. Zavaliangos, *Materials Science and Engineering A287* (2000) 171-177.
- [50] T. Grosdidier, G. Ji, F. Bernard, E. Gaffet, Z.A. Munir, S. Launois, *Intermetallics* 14 (2006) 1208-1213.
- [51] Z. Trzaska, Thèse de doctorat, Paul Sabatier Toulouse 3, 2015
- [52] Y. W. (Y W.). Kim, *Acta Metall. Mater.*, vol. 40, no. 6, pp. 1121–1134, 1992.
- [53] F. Appel and R. Wagner, *Materials Science and Engineering: R: Reports* 22 (1998) 187.
- [54] C. Koeppé, A. Bartels, J. Seeger, and H. Mecking, *Metallurgical Transactions a- Physical Metallurgy and Materials Science* 24 (1993) 1795.
- [55] S. C. Huang and D. S. Shih (Y. W. Kim and R. R. Boyer, eds.), TMS, Warrendale, PA, 1990, p. 105.
- [56] M. Yamaguchi, D. R. Johnson, H. N. Lee, and H. Inui, *Intermetallics*, vol. 8, pp. 511–517, 2000.
- [57] Y.-W. Kim, *Intermetallics*, vol. 6, no. 7–8, pp. 623–628, 1998.
- [58] C. T. Liu and P. J. Maziasz, *Intermetallics* 6 (1998) 653
- [59] M. Yamaguchi and H. Inui, *Journal of materials science and technology* 10 (1994) 193.
- [60] Y. Q. Sun, *Materials Science and Engineering: A* 239–240 (1997) 131.
- [61] O.D. Sherby, J. Wadsworth, *Progress in Materials Science* 33 (1989) 169-221.

- [62] S.C. Cheng, J. Wolfenstine, O.D. Sherby, *Metallurgical Transactions A* 23 (1992) 1509-1513.
- [63] V.M. Imayev, G.A. Salshchev, M.R. Shagiev, A.V. Kuznetsov, R.M. Imayev, O.N. Senkov and F.H. Froes, *Scripta Materialia* 40 (1999) 183-190.
- [64] J. Sun, J.S. Wu; Y.H. He. *J. Materials Science* 35 (2000) 4919-4922.
- [65] J.A. Jimenez, M. Carsia, G. Frommeyer, S. Knippscher, J. Wittig, O.A. Ruano, *Intermetallics* 13 (2005) 1021-1029.
- [66] J.N. Wang, Yong Wang, *International Journal of Plasticity* 22 (2006) 1530-1548.
- [67] D. Lin, F. Sun, *Intermetallics* 12 (2004) 875–883.
- [68] R.K. Gupta, S.V.S. Narayana Murty, Bhanu Pant, Vijaya Agarwala, P.P. Sinha, *Materials Science and Engineering A* 551 (2012) 169– 186.
- [69] K.P. Rao, Y.V.R.K. Prasad, K. Suresh, *Materials and Design* 32 (2011) 4874-4881.
- [70] S.-A. François, *Techniques de l'ingénieur Essais mécaniques sur les métaux et alliages base documentaire : TIB531DUO* (1995)
- [71] M. Essouni, A. Bartels, and R. Wagner, *Acta Metallurgica Et Materialia* 43 (1995) 153.
- [72] D. A. Wheeler, B. London, and D. E. Larsen, *Scripta Metallurgica Et Materialia* 26 (1992) 939.
- [73] A. K. Mukherjee, J. E. Bird, and J. E. Dorn, *Trans. ASM* 62 (1969) 155.
- [74] C. Herring, *Journal of Applied Physics* 30 (1950) 259.
- [75] R. L. Coble, *Journal of Applied Physics* 34 (1963) 1679.
- [76] F. W. Crossman and M. F. Ashby, *Acta Metallurgica* 23 (1975) 425.
- [77] W. R. Cannon, *Philosophical Magazine* 25 (1972) 1489.
- [78] J. Malaplate, D. Caillard, and A. Couret, *Philosophical Magazine* 84 (2004) 3671.
- [79] Z. Jin and T. R. Bieler, *Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties* 71 (1992) 925.
- [80] A. Loiseau and A. Lasalmonie, *Materials Science and Engineering* 67 (1984) 163.
- [81] L. M. Hsiung and T. G. Nieh, *Materials Science and Engineering: A* 239–240 (1997) 438.
- [82] J. S. Huang and Y. W. Kim, *Scripta Metallurgica Et Materialia* 25 (1991) 1901.

- [83] K. Maruyama, R. Yamamoto, H. Nakakuki, and N. Fujitsuna, *Materials Science and Engineering: A* 239–240 (1997) 419.
- [84] J.A. Wert and M.F. Bartholomeusz: *Metall. Mater. Trans. A*, 1996, vol. 27A, pp. 127-34.
- [85] K. Maruyama, T. Takahashi, and H. Oikawa, *Materials Science and Engineering a- Structural Materials Properties Microstructure and Processing* 153 (1992) 433.
- [86] M. Yamaguchi and Y. Umakoshi, *Progress in Materials Science* 34 (1990) 1.
- [87] W. T. Marketz, F. D. Fischer, and H. Clemens, *International Journal of Plasticity* 19 (2003) 281.
- [88] 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.
- [89] A. Couret, *Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties* 79 (1999) 1977.
- [90] A. Couret, *Intermetallics* 9 (2001) 899.
- [91] A. Couret, S. Farenc, D. Caillard, and A. Coujou, (M.H. Yoo and M. Wuttig, eds.), TMS, Pittsburgh, 1994, p. 361.
- [92] F. KROUPA, *Le J. Phys.*, vol. 27, no. C3, pp. C3-154, 1966.
- [93] D. Caillard, M. Legros, and A. Couret, *Philos. Mag.*, vol. 93, no. 1–3, pp. 203–221, 2013.
- [94] F. Appel, U. Lorenz, M. Oehring, U. Sparka, and R. Wagner, *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 233, pp. 1–14, 1997.
- [95] B. K. Kad and H. L. Fraser, *Philos. Mag. A Phys. Condens. Matter, Struct. Defects Mech. Prop.*, vol. 69, no. 4, pp. 689–699, 1994.
- [96] S. Farenc, A. Coujou, and A. Couret, *Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties* 67 (1993) 127.
- [97] S. Zghal, A. Coujou, and A. Couret, *Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties* 81 (2001) 345.
- [98] S. Farenc, A. Coujou, and A. Couret, *Materials Science and Engineering: A* 164 (1993) 438.
- [99] 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.
- [100] Y. G. Zhang and M. C. Chaturvedi, *Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties* 68 (1993) 915.

- [101] 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.
- [102] 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.
- [103] F. Gregori and P. Veyssiere, *Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties* 80 (2000) 2913.
- [104] J. Malaplate, M. Thomas, P. Belaygue, M. Grange, and A. Couret, *Acta Materialia* 54 (2006) 601.
- [105] S. A. Court, V. K. Vasudevan, H. L. Fraser, S. A. Court, V. K. Vasudevan, and H. L. Fraser, *Philos. Mag. A Phys. Condens. Matter, Struct. Defects Mech. Prop.*, vol. 61, no. 1, pp. 141–158, 1990.
- [106] J. Malaplate, D. Caillard, A. Couret. *Philosophical Magazine* 84 (2004) 3671-3687.
- [107] Alain Couret, Jean-Philippe Monchoux, Daniel Caillard. *Acta Materialia*, Elsevier, 2019, 181, pp.331-341.
- [108] Naanani, Soumaya and Monchoux, Jean-Philippe and Mabru, Catherine and Couret, Alain. (2018) *Scripta Materialia*, 149, p 53-57
- [109] S. Jiao, N. Bird, P. B. Hirsch, and G. Taylor, *Philos. Mag. A Phys. Condens. Matter, Struct. Defects Mech. Prop.*, vol. 78, no. 3, pp. 777–802, 1998.
- [110] 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.
- [111] M. Legros, D. Caillard, and A. Couret, *Intermetallics* 4 (1996) 387.
- [112] A. Gysler, G. Lütjering, and V. Gerold, *Acta Metallurgica* 22 (1974) 901.
- [113] T. Voisin, J.P. Monchoux, M. Hantcherli, S. Mayer, H. Clemens, A. Couret. *Acta Materialia* 73 (2014) 107-115]
- [114] D. Banerjee, A. K. Gogia, and T. K. Nandy, *Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science* 21 (1990) 627.
- [115] G. Molénat, B. Galy, M. Musi, L. Toulbi, M. Thomas, H. Clemens, JP. Monchoux, A. Couret, *Intermetallics* 151 (2022)
- [116] S. Zghal and A. Couret, *Materials Science and Engineering: A* 234–236 (1997) 668.
- [117] D. Hu and M. H. Loretto, *Intermetallics* 7 (1999) 1299.
- [118] C. T. Forwood and M. A. Gibson, *Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties* 80 (2000) 2785.

- [119] 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, Pennsylvania, 1993.
- [120] Y. L. Hao, D. S. Xu, Y. Y. Cui, R. Yang, and D. Li, *Acta Mater.* 47, 1129-1139 (1999).
- [121] D. Holec, R. K. Reddy, T. Klein, and H. Clemens, *J. Appl. Phys.* 119, 205104 (2016).
- [122] Y. Song, R. Yang, D. Li, Z. Q. Hu, and Z. X. Guo, *Intermetallics* 8, 563-568 (2000).
- [123] V. Imayev, T. Oleneva, R. Imayev, H. J. Christ, and H. J. Fecht, *Intermetallics* 26, 91-97 (2012).
- [124] Y. Mishin and C. Herzig, *Diffusion in the Ti–Al system*, *Acta Mater.* 48, 589-623 (2000).
- [125] Y. Shida and H. Anada, *Oxid. Met.* 45, 197-219 (1996).
- [126] R. Kainuma, Y. Fujita, H. Mitsui, I. Ohnuma, and K. Ishida, *Intermetallics* 8, 855-867 (2000).
- [127] F. Appel, M. Oehring, and R. Wagner, *Intermetallics* 8, 1283-1312 (2000).
- [128] M. Grange, J. L. Raviart, and M. Thomas, *Metall. Mater. Trans. A* 35, 2087-2102 (2004).
- [129] D. Larson, C. T. Liu, and M. Miller, *Mater. Sci. Eng. A* 239-240, 220-228 (1997).
- [130] W. Chen, L. Zhao, and J. Beddoes, *Scripta Mater.* 41, 597-603 (1999).
- [131] H. Zhu, D. Y. Seo, K. Maruyama, and P. Au, *Scripta Mater.* 54, 425-430 (2006).
- [132] T. Noda, M. Okabe, S. Isobe, and M. Sayashi, *Mater. Sci. Eng. A* 192-193, 774-779 (1995).
- [133] S. Taniguchi, K. Uesaki, Y.-C. Zhu, Y. Matsumoto, and T. Shibata, *Mater. Sci. Eng. A* 266, 267-275 (1999).
- [134] Y-W. Kim, S. L. Kim, *Intermetallics* 53, 92-101 (2014).
- [135] C. Scheu, E. Stergar, M. Schober, L. Cha, H. Clemens, A. Bartels, F.-P. Schimansky, and A. Cerezo, *Acta Mater.* 57, 1504-1511 (2009).
- [136] T. Klein, M. Schachermayer, F. Mendez-Martin, T. Schöberl, B. Rashkova, H. Clemens, and S. Mayer, *Acta Mater.* 94, 205-215 (2015).
- [137] E. Schwaighofer, B. Rashkova, H. Clemens, A. Stark, and S. Mayer, *Intermetallics* 46, 173-184 (2014).
- [138] B. D. Worth, W. J. Jones, and J. E. Allison, , *Metall. Mater. Trans. A* 26, 2961-2972 (1995).

- [139] A. Stark, A. Bartels, R. Gerling, F.-P. Schimansky, and H. Clemens, , *Adv. Eng. Mater.* 8, 1101-1108 (2006).
- [140] E. Schwaighofer, P. Staron, B. Rashkova, A. Stark, N. Schell, H. Clemens, and S. Mayer, *Acta Mater.* 77, 360-369 (2014).
- [141] J. S. Luo, T. Voisin, J. P. Monchoux, and A. Couret, *Intermetallics* 36 (2013) 12.
- [142] M. Oehring, A. Stark, J. D. H. Paul, T. Lippmann, and F. Pyczak, *Intermetallics* 32 (2013) 12.
- [143] D. Hu, *Intermetallics* 10 (2002) 851
- [144] S. Naanani, Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier, 2018.
- [145] L. Cha, H. Clemens, G. Dehm, *International Journal of Materials Research*, 2011, vol.6, 102
- [146] H. Clemens et al., *Advanced Engineering Materials*, 2008, vol.8, p707
- [147] H. Clemens et al. ,*Intermetallics*, 2008, vol.16, 827
- [148] T. Schmoelzer et al., *Intermetallics*, 2010, vol.18, 1544
- [149] M. Schloffer et al., *Intermetallics*, 2012, vol.22, 231
- [150] W. Wallgram et al., *International Journal of Materials Research*, 2009, vol.8, 1021
- [151] M. Kasthuber, T. Klein, H. Clemens, S. Mayer, *Intermetallics*, 2018, vol.97, 27
- [152] T. Klein et al., *Acta Materialia*, 2016, vol.110, 236
- [153] V. Güther, M. Allen, J. Klose, H. Clemens, *Intermetallics*, 103 (2018) 12-22.
- [154] U. Habel, C.F. Yolton, J.H. Moll, *Gamma Titanium Aluminides*, TMS, Warrendale, (1999) 301-308
- [155] H. Jabbar, J.P. Monchoux, M. Thomas, A. Couret, *Acta Materialia* 59 (2011) 7574-7585
- [156] JP. Monchoux et al., *Materials Science and Engineering A* 2017, vol.679, 123-132
- [157] R.K. Gupta et al., *Materials Science and Engineering A* 2012, vol. 551, 169
- [158] A. Mussi, P. Cordier, S. Demouchy. *Philosophical Magazine* 95 (2015) 335-345
- [159] A. Mussi, P. Carrez, K. Gouriet, B. Hue, P. Cordier. *Comptes Rendus. Physique*, 22 (2021) 67-81
- [160] C.O.S. Sorzano, C. Messaoudi, M. Eibauer, J.R. Bilbao-Castro, R. Hegerl, S. Nickell, S. Marco, J.M. Carazo. *BMC Bioinformatics* 10 (2009) 124

- [161] C.O.S. Sorzano, F. de Isidro-Gómez, E. Fernández-Giménez, D. Herreros, S. Marco, J.M. Carazo, C. Messaoudi. *Journal of Structural Biology*: X 4 (2020) 100037
- [162] C. Messaoudi, T. Boudier, C.O.S. Sorzano, S. Marco. *BMC Bioinformatics* 8 (2007) 288
- [163] Buades, A., Coll, B., & Morel, J.-M. (2011). Non-Local Means Denoising. *Image Processing On Line*, 1, 208–212
- [164] Darbon, J., Cunha, A., Chan, T. F., Osher, S., & Jensen, G. J. (2008). In 2008 5th IEEE International Symposium on Biomedical Imaging: From Nano to Macro. IEEE.
- [165] <https://tomviz.org/>
- [166] D. Caillard, M. Rautenberg, X. Feugas. *Acta Materialia* 87 (2015) 283–292.
- [167] J. Weertman, *Trans. ASM*, 61,681, 1968.
- [168] Courtney, Thomas H. (2000). *Mechanical behavior of materials* (2nd ed.). Boston: McGraw Hill.
- [169] G. Molénat , A. Couret , D. Caillard, *Mater. Sci. Eng.* 234-236 (1997) 660–663.
- [170] D. Haussler, M. Bartsch, M. Aindow , I.P. Jones , U. Messerschmidt, *Philos. Mag. A* 79 (1999) 1045–1071
- [171] J.P. Hirth, J. Lothe. *Theory of dislocations*. Krieger Publishing Company, Malabar, 1982.
- [172] A. Couret, D. Reyes, M. Thomas, N. Ratel-Ramond, C. Deshayes, J.P. Monchoux. *Acta Materialia* 199 (2020) 169-180.

Liens vers les vidéos in situ

Vous pouvez retrouver une partie des vidéos in situ obtenues au cours de la thèse, ainsi que la reconstruction tomographique de la dislocation de type C sur HAL, à l'adresse suivante :

https://hal.science/search/index/?q=benjamin+galy&rows=30&docType_s=VIDEO



Effet d'élément d'alliage en substitution et en insertion sur les mécanismes de déformation et sur la tenue mécanique d'intermétallique TiAl à haute température

Réduire les émissions de CO₂ est un enjeu majeur de l'industrie aéronautique, qui nécessite le développement de nouveaux matériaux fonctionnels à hautes températures. Les alliages intermétalliques TiAl sont de bons candidats puisqu'ils ont une faible densité volumique ainsi qu'une bonne résistance mécanique à hautes températures. Aujourd'hui, ces alliages sont employés dans les aubes de turbines, au niveau des parties basses pression de certains moteurs, mais leur température d'utilisation est limitée à environ 700°C. Afin de pouvoir un jour les incorporer dans des parties de plus haute pression, il est nécessaire d'améliorer les alliages TiAl pour qu'ils puissent être employés à des températures d'au moins 800°C. Pour cela, l'ajout d'éléments d'alliages tels que le tungstène, le molybdène, le carbone et le silicium, dans la composition chimique des alliages est une voie intéressante. Ces éléments ont conduit au développement de trois alliages prometteurs pour une utilisation industrielle à haute température. L'alliage IRIS (Ti_{49,92}-Al₄₈-W₂-B_{0,08}), développé au CEMES, et les alliages TNM (Ti_{51,4}-Al_{43,5}-Nb₄-Mo₁-Bo_{0,1}) et TNM+(Ti_{50,7}-Al₄₄-Nb_{3,6}-Mo₁-C_{0,3}-Si_{0,3}-Bo_{0,1}), développés par l'université de Leoben. Cependant, l'amélioration des propriétés résultant de l'incorporation de ces éléments, n'est pas encore bien comprise.

C'est dans ce contexte que nous avons effectué un travail fondamental visant à comprendre l'effet de chacun de ces éléments sur les propriétés de TiAl, à haute température, avec un intérêt plus particulier pour l'effet des éléments lourds et notamment, celui du tungstène. Ainsi, nous avons travaillé à l'élaboration de matériaux modèles permettant d'isoler l'effet spécifique de chacun des éléments de l'étude. Cette élaboration s'est faite par un procédé de métallurgie des poudres. Cinq nuances d'alliage ont ainsi été atomisées par le procédé EIGA, et les poudres ont ensuite été densifiées par SPS. Des essais de fluage, de traction et de compression ont été effectués sur les nuances binaire et celles contenant les éléments lourds, de microstructures gamma, dans le but de quantifier l'effet de ces éléments. Des essais en la traction et en fluage ont été également réalisés sur les différentes nuances de microstructure lamellaire pour déterminer celle qui présente le meilleur potentiel pour de futures applications industrielles. À partir des éprouvettes de microstructure gamma, déformées en fluage à 800°C, des observations MET *post mortem* et *in situ* ont été réalisées sur les nuances TiAl et TiAl-W. Ces observations ont permis d'identifier les mécanismes de déformation actifs dans ces deux nuances, ainsi que leur cinétique. En complément de ces observations, des expérimentations par sonde atomique ont été réalisées sur la nuance TiAl-W pour pousser au niveau atomique l'investigation du rôle du tungstène sur les propriétés de TiAl.

Effect of substitutional and insertional alloying elements on deformation mechanisms and on the mechanical strength of TiAl intermetallic at high temperature

Reducing CO₂ emissions is a major challenge for the aerospace industry, which requires the development of new functional materials at high temperatures. TiAl intermetallic alloys are good candidates since they have a low density and good mechanical resistance at high temperatures. Today, these alloys are introduced in turbine blades of the low-pressure sections of engines, but their operating temperature is limited to about 700°C. In order to be able to incorporate them in higher pressure sections, it is necessary to improve these alloys so that they can be functional at temperatures of at least 800°C. For this purpose, the addition of alloying elements such as tungsten, molybdenum, carbon and silicon is an interesting way to improve TiAl alloys. These alloying elements have led to the development of three promising alloys for industrial use at high temperatures. The IRIS alloy (Ti_{49.92}-Al₄₈-W₂-B_{0.08}), developed at CEMES, and the TNM (Ti_{51.4}-Al_{43.5}-Nb₄-Mo₁-Bo_{0.1}) and TNM+(Ti_{50.7}-Al₄₄-Nb_{3.6}-Mo₁-C_{0.3}-Si_{0.3}-Bo_{0.1}) alloys, developed by Leoben University. However, the improved properties resulting from the incorporation of these elements are not yet well understood.

In this context, fundamental work aimed at understanding the effect of each element on the properties of TiAl, at high temperature has been carried out in this work, with a particular interest concerning the effect of heavy elements and especially that of tungsten. Thus, we have worked on the production of model materials to isolate the specific effect of each element of the study. This elaboration was done by a powder metallurgy process. 5 alloys were atomized by an EIGA process, and the powders were subsequently densified by SPS. Creep, tensile and compression tests were performed on the binary alloy and those containing the heavy elements, of gamma microstructures, in order to quantify the effect of these elements. Also, tensile and creep tests were performed on the different alloys with a lamellar microstructure to determine which alloy has the best potential for future industrial applications. From the gamma microstructure specimens, deformed in creep at 800°C, post mortem and in situ TEM observations have been performed on TiAl and TiAl-W alloys. These observations allowed to show the active deformation mechanisms in these two alloys, as well as their kinetics. In addition to these observations, atomic probe experiments were carried out on the TiAl-W alloys to investigate the role of tungsten on the properties of TiAl at the atomic level.