



HAL
open science

Evolution microstructurale d'un alliage à base TiAl : sollicitation mécanique par compression dynamique et stabilité thermique

Sandrine Amélio

► **To cite this version:**

Sandrine Amélio. Evolution microstructurale d'un alliage à base TiAl : sollicitation mécanique par compression dynamique et stabilité thermique. Autre. Institut National Polytechnique de Lorraine, 2005. Français. NNT : 2005INPL067N . tel-01752531

HAL Id: tel-01752531

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01752531>

Submitted on 29 Mar 2018

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

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



AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

Thèse

pour obtenir le titre de

DOCTEUR DE L'INPL

Discipline : Science et Ingénierie des Matériaux

présentée par

Sandrine AMÉLIO

ÉVOLUTION MICROSTRUCTURALE D'UN ALLIAGE A BASE TiAl. SOLLICITATION MECANIQUE PAR COMPRESSION DYNAMIQUE ET STABILITE THERMIQUE.

Soutenue publiquement le 10 octobre 2005 devant la commission d'examen :

M. Jean-Philippe BAUER	Président
M. Patrick CORDIER	Rapporteur
M. Jean-Paul MORNIROLI	Rapporteur
Mme Elisabeth GAUTIER	Examinatrice
M. André LICHTENBERGER	Examinateur
M. Abdelkrim REDJAÏMIA	Examinateur

Thèse préparée au sein du
Laboratoire de Science et Génie des Surfaces, UMR 7570, École des Mines de Nancy

À Thibault
À toute ma famille

AVANT-PROPOS

Ce travail de recherche est le fruit d'une collaboration entre l'Institut Franco-Allemand de Recherches de Saint-Louis (ISL) et le Laboratoire de Science et Génie des Surfaces de l'Ecole des Mines de Nancy. Je tiens à exprimer ma sincère gratitude à Monsieur Henri MICHEL, ancien directeur du LSGS, pour m'avoir accueillie au sein du laboratoire.

Je remercie Monsieur Jean Philippe BAUER, actuel directeur du LSGS, pour avoir présidé le jury de cette thèse.

J'exprime mes sincères remerciements à Messieurs Patrick CORDIER et Jean-Paul MORNIROLI pour avoir consacré une partie de leur temps à l'examen de ce mémoire et accepté d'en être les rapporteurs.

Je tiens également à remercier Madame Elisabeth GAUTIER pour avoir accepté de faire partie du jury d'examen de cette thèse.

J'adresse mes sincères remerciements à Monsieur Abdelkrim REDJAIMIA, pour son encadrement tout au long de cette thèse, et à Monsieur André LICHTENBERGER, qui m'a accueillie au sein de son groupe, Physique et comportement dynamique des matériaux (PDM), à l'ISL.

Je remercie l'ensemble du groupe PDM de l'ISL (Monsieur LACH, Monsieur BOHMANN, Madame BRITZ, Monsieur SCHARF, Monsieur WEBER) pour leur aide lors de mes différents séjours à Saint-Louis.

J'exprime également mes remerciements à Monsieur Alain COURET, qui m'a permis d'effectuer un séjour au sein de son équipe au CEMES (Centre d'Elaboration de Matériaux et d'Etudes Structurales) à Toulouse, et m'a initiée à la caractérisation des défauts dans les alliages TiAl.

Que Monsieur Gérard METAUER reçoive mes profonds remerciements pour son aide très précieuse et son soutien en cette fin de thèse.

Je tiens également à remercier tous les membres du LSGS, LSG2M et LPM pour leur aide et leur gentillesse et plus particulièrement :

Les microscopistes, Christine CLEMENT, Sébastien JOULIE, Frédéric HERBST, Sylvie MIGOT, Valérie DEMANGE, pour m'avoir formée et aidée aux différentes techniques microscopiques,

Juan Miguel AROCAS, pour avoir pris énormément de son temps à remettre en état de marche le four de traitement thermique,

Christian ETIENNE, pour sa gentillesse et sa précieuse aide dans la préparation des échantillons,

Les membres du secrétariat passés et présents, Madame Marie-Claude LEHMANN, Mademoiselle Sylvie COLINET, Madame Martine WYRWAS et Madame Martine SCHNEIDER, pour leur disponibilité et leur gentillesse,

Mais aussi Sam, Seb, Ludo, Randolpho, Ludovic (Thilly), Moukrane, Claire, Matthieu, Natalia, André, Francis, Monsieur PIGEAT, sans oublier bien sûr tous mes collègues de bureau, Marjorie, Sophie, Cédric, Virginie, Alain, Rodrigo, Cédric N., qui ont égayé toutes mes journées grâce à leur bonne humeur et leur gentillesse.

Ces remerciements ne sauraient être complets sans y associer mes parents, mon frère, ma belle-sœur, mon petit neveu, mon parrain, et bien sûr Thibault, qui m'ont supportée, soutenue, et sans qui cette thèse n'aurait certainement jamais vu le jour.

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE.....	1
----------------------------	---

CHAPITRE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Introduction.....	3
I. Présentation des alliages de titane.....	3
<i>I. 1. Généralités.....</i>	<i>3</i>
I. 1. 1. Le titane et ses alliages.....	3
I. 1. 2. Les intermétalliques à base TiAl.....	3
I. 1. 3. Procédés et applications des alliages à base TiAl.....	5
<i>I. 2. Le diagramme de phases à l'équilibre.....</i>	<i>6</i>
<i>I. 3. Description des différentes phases à température ambiante.....</i>	<i>9</i>
I. 3. 1. Phase α_2 - Ti ₃ Al.....	9
I. 3. 2. Phase γ - TiAl.....	10
I. 3. 3. Phase B2.....	12
<i>I. 4. Description des différentes microstructures.....</i>	<i>12</i>
<i>I. 5. Processus de formation de la structure lamellaire.....</i>	<i>14</i>
I. 5. 1. Réactions de formation de la structure lamellaire.....	14
I. 5. 2. Mécanisme de formation de la structure lamellaire.....	15
II. Propriétés mécaniques à température ambiante.....	16
<i>II. 1. Influence de la teneur en aluminium et de la microstructure.....</i>	<i>16</i>
II. 1. 1. Influence de la teneur en aluminium.....	16
II. 1. 2. Influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques.....	17
II. 1. 2. 1. Propriétés mécaniques en traction.....	17
II. 1. 2. 2. Résistance au fluage.....	17
II. 1. 2. 3. Ténacité et ductilité.....	17
II. 1. 3. Synthèse et conclusion.....	20
<i>II. 2. Influence des éléments d'addition.....</i>	<i>21</i>
III. Description des mécanismes de déformation plastique.....	22
<i>III. 1. Généralités pour les métaux et alliages.....</i>	<i>22</i>
III. 1. 1. Les dislocations.....	22
III. 1. 2. Le maclage mécanique.....	24
III. 1. 3. Superplasticité.....	24

<i>III. 2. Déformation des alliages à base TiAl</i>	25
III. 2. 1. Modes de déformation de la phase γ	25
III. 2. 1. 1. Le glissement des dislocations parfaites	25
III. 2. 1. 2. Les défauts plans	26
III. 2. 1. 3. Les dissociations des dislocations	27
III. 2. 1. 4. Dislocations partielles et maclage	28
III. 2. 2. Mécanismes de déformation de γ	28
III. 2. 2. 1. Déformation des alliages TiAl monocristallins.....	28
III. 2. 2. 2. Déformation des alliages TiAl polycristallins monophasés et biphasés	29
III. 2. 2. 3. Origine de l'anomalie mécanique.....	31
<i>III. 3. Comportement mécanique et déformation des alliages à base TiAl aux grandes vitesses de déformation</i>	32
Références bibliographiques.....	35

CHAPITRE II : METHODES EXPERIMENTALES ET PRESENTATION DU MATERIAU ETUDIE

Introduction	45
I. Caractérisation mécanique en compression	45
I. 1. Compression quasistatique	45
I. 2. Compression dynamique : banc d'essai de barres d'Hopkinson.....	46
II. Caractérisation microstructurale	49
II. 1. Diffraction des rayons X.....	49
II. 2. Microscopie électronique à balayage.....	50
II. 3. Microscopie et diffraction électroniques par transmission.....	50
II. 3. 1. Méthode de préparation des lames minces	50
II. 3. 2. Conditions d'observation.....	50
III. Présentation du matériau étudié.....	51
III. 1. Choix du matériau.....	51
III. 2. Caractérisation du matériau de l'étude	52
III. 2. 1. Caractérisation structurale.....	53
III. 2. 2. Caractérisation microstructurale par microscopie électronique à balayage ...	54
III. 2. 3. Caractérisation chimique et répartition des éléments d'alliage.....	55
III. 2. 4. Caractérisation chimique et microstructurale par microscopie électronique à transmission.....	57
Références bibliographiques.....	59

CHAPITRE III : CRISTALLOGRAPHIE DES PHASES DE L'ALLIAGE TIAL

Introduction.....	61
I. Structures cristallographiques	61
I. 1. Identification cristallographique de la phase intermétallique B2 - TiAl.....	61
I. 1. 1. Système cristallin	61
I. 1. 2. Groupe ponctuel.....	61
I. 1. 3. Symbole de diffraction.....	67
I. 1. 4. Groupe spatial	67
I. 2. Identification cristallographique de la phase intermétallique γ - TiAl.....	68
I. 2. 1. Système cristallin	68
I. 2. 2. Identification combinée du mode de Bravais et des plans de glissement	68
I. 2. 3. Identification des groupes ponctuel et spatial	71
II. Relations d'orientation entre phases	75
II. 1. Relation d'orientation entre les phases α_2 - Ti_3Al et la phase γ - TiAl.....	75
II. 2. Relation d'orientation entre les phases α_2 - Ti_3Al , γ - TiAl et B2 - TiAl.....	84
II. 3. Mailles de coïncidence des phases α_2 - Ti_3Al et γ - TiAl et interfaces.....	86
II. 4. Maclage dans la phase γ - TiAl	89
Références bibliographiques.....	91

CHAPITRE IV : EFFETS DES TRAITEMENTS THERMIQUES ISOTHERMES SUR LA MICROSTRUCTURE

Introduction.....	93
I. Traitements thermiques isothermes.....	93
II. Évolution de la microstructure	94
II. 1. Analyse par diffraction des rayons X	94
II. 2. Analyse par microscopie électronique à balayage.....	97
II. 3. Analyse par microscopie électronique à transmission et diffraction électronique	100
II. 3. 1. Changements induits par les maintiens isothermes	100
II. 3. 2. Caractérisation de la structure lamellaire	104
III. Analyse des résultats et discussion	111
III. 1. Analyse des résultats	111
III. 2. Discussion et conclusions.....	114
Références bibliographiques.....	116

CHAPITRE V : CARACTERISATION MECANIQUE ET ANALYSE MICROSTRUCTURALE

Introduction.....	119
I. Caractérisation mécanique de l'alliage à base TiAl.....	119
<i>I. 1. Résultats des essais de compression.....</i>	<i>119</i>
I. 1. 1. Généralités sur les essais de compression quasistatique et dynamique.....	119
I. 1. 2. Les essais de compression quasistatique.....	121
I. 1. 3. Les essais de compression dynamique.....	122
<i>I. 2. Influence de la température et de la vitesse de déformation.....</i>	<i>123</i>
I. 2. 1. Effet de la température.....	123
I. 2. 1. 1. Influence de la température en compression quasistatique.....	123
I. 2. 1. 2. Influence de la température en compression dynamique.....	125
I. 2. 2. Effet de la vitesse de déformation.....	127
<i>I. 3. Analyse du comportement mécanique.....</i>	<i>128</i>
II. Structure de déformation de l'alliage.....	132
<i>II. 1. Structure de déformation de la phase γ.....</i>	<i>134</i>
II. 1. 1. Les dislocations.....	134
II. 1. 1. 1. Nature des dislocations de déformation.....	134
II. 1. 1. 2. Plans de glissement.....	151
II. 1. 1. 3. Densité de dislocations.....	151
II. 1. 2. Le maillage mécanique.....	156
II. 1. 2. 1. Nature du maillage.....	156
II. 1. 2. 2. Épaisseur et densité de macles.....	161
<i>II. 2. Mécanismes de déformation de la phase B2.....</i>	<i>163</i>
III. Analyse des résultats et conclusion.....	168
Références bibliographiques.....	172
CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES.....	175

ANNEXES

ANNEXE 1 : Mesure d'épaisseurs des échantillons par spectroscopie par pertes d'énergie (EELS) et par diffraction des électrons en faisceau convergent (CBED).....	181
ANNEXE 2 : Analyse chimique quantitative.....	189
ANNEXE 3 : Correction de l'adoucissement thermique dû à un processus de déformation adiabatique.....	191
ANNEXE 4 : Méthode de détermination de la densité de dislocations.....	195
ANNEXE 5 : Caractérisation cristallographique.....	199

INTRODUCTION GENERALE

Depuis quelques années, les alliages à base du composé intermétallique TiAl connaissent un intérêt grandissant au sein de la communauté scientifique, en vue d'applications structurales dans les secteurs de l'aéronautique et de l'automobile. Grâce à leurs propriétés, ils peuvent être aussi des candidats à fort potentiel et jouer un rôle clé dans des applications militaires (balistique, blindage, ...).

Ces alliages, de faible masse volumique, sont particulièrement attractifs en raison des propriétés intéressantes qu'ils offrent jusqu'à des températures de l'ordre de 800 °C, à savoir un module élastique, une résistance mécanique, une résistance à l'oxydation et à la corrosion élevés.

En dépit de cet excellent compromis de propriétés, ces alliages, à l'état monophasé, présentent une faible ductilité et une fragilité importante à température ambiante. Au cours des dix dernières années, l'industrie aéronautique a particulièrement investi dans le développement d'alliages biphasés α_2/γ , majoritairement γ , permettant d'atteindre des niveaux de ductilité plus élevés.

Malgré de grandes avancées technologiques, leur utilisation est encore freinée par la variabilité de leurs propriétés mécaniques et le fort coût des procédés de fabrication permettant un meilleur contrôle de la composition chimique et de la microstructure.

Les alliages intermétalliques à base de TiAl sont des matériaux biphasés constitués de deux phases ordonnées : $L1_0$ - $[\gamma\text{-TiAl}]$ et DO_{19} - $[\alpha_2\text{-Ti}_3\text{Al}]$. Ils adoptent l'une des quatre microstructures suivantes :

- microstructure majoritairement γ ,
- microstructure duplexe α_2 - γ ,
- microstructure presque entièrement lamellaire α_2 - γ ,
- microstructure entièrement lamellaire α_2 - γ .

Au cours d'essais préliminaires de compression quasistatique et dynamique effectués à l'institut franco-allemand de recherches de Saint-Louis, nous avons montré que l'alliage Ti-46,5Al-4(Cr, Nb, Ta, B), à microstructure presque entièrement lamellaire est celui qui présente le meilleur compromis résistance/ductilité. Il s'est ainsi avéré très intéressant d'étudier en détail les caractéristiques de ce matériau.

Ce manuscrit comporte cinq chapitres.

Le premier chapitre présente une synthèse bibliographique des connaissances et des travaux relatifs aux caractéristiques microstructurales, aux propriétés mécaniques générales et plus particulièrement en compression quasistatique et dynamique.

Les techniques de caractérisation mécanique et microstructurale ainsi que la description de l'alliage étudié sont exposées dans le chapitre II.

Le chapitre III est consacré à une étude détaillée de la cristallographie des phases de l'alliage (identification cristallographique des phases constitutives de l'alliage), des relations d'orientation entre phases, des réseaux de coïncidence (CSL, DSC), des interfaces, ...

L'influence de traitements thermiques longs à 700 °C et à 900 °C sur la microstructure de l'alliage est présentée dans le chapitre IV. Après une synthèse des résultats expérimentaux (analyses microstructurales, chimiques et cristallographiques), nous avons proposé des processus de transformation de phases se produisant au cours des traitements thermiques.

Enfin, la caractérisation du comportement mécanique en compression quasistatique et dynamique, ainsi qu'une étude des microstructures de déformation dans différents états de déformation, de vitesse de déformation et de température, sont détaillées dans le chapitre V. Les observations microstructurales sont corrélées aux propriétés mécaniques afin de mieux comprendre les mécanismes de déformation.

CHAPITRE I

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Introduction

Ce premier chapitre est consacré à une présentation générale et à une synthèse des travaux sur les alliages à base TiAl.

Nous décrirons tout d'abord les diagrammes de phases à l'équilibre, les différentes phases ainsi que les microstructures possibles pour les alliages à base TiAl.

Nous exposerons ensuite les propriétés mécaniques et les mécanismes de déformation plastique de ces alliages.

I. Présentation des alliages de titane

I. 1. Généralités

I. 1. 1. Le titane et ses alliages

Le titane est un métal léger dont la masse volumique ($4,5 \text{ g/cm}^3$) se situe entre celles de l'aluminium ($2,7 \text{ g/cm}^3$) et du nickel ($8,9 \text{ g/cm}^3$) ou du fer ($7,8 \text{ g/cm}^3$). Le titane et ses alliages sont aujourd'hui des matériaux d'usage courant dans les domaines de l'aéronautique, de l'aérospatial, de l'industrie chimique et dans le domaine médical.

Les alliages de titane ont joué un rôle clé dans l'amélioration des performances des moteurs de turbine à gaz. Par rapport aux superalliages base nickel, ces alliages ont permis une réduction substantielle de masse, assurant ainsi une augmentation du rapport poussé/poids des moteurs. Ces alliages souffrent cependant d'une limitation de la résistance au fluage, à l'oxydation et au feu à des températures supérieures à 600 °C ce qui a poussé les industriels à développer, depuis ces vingt dernières années, de nouveaux matériaux pouvant surpasser ces limitations. Ces matériaux doivent être plus légers que les superalliages base nickel et posséder à peu près les mêmes propriétés mécaniques et de résistance à l'oxydation que les superalliages d'usage courant. Il est apparu ainsi que les matériaux les plus appropriés à cette demande sont les alliages intermétalliques à base TiAl.

I. 1. 2. Les intermétalliques à base TiAl

Un intermétallique peut se définir comme un composé formé d'au moins deux éléments métalliques et possédant une structure cristalline ordonnée à longue distance. Les intermétalliques se forment en mettant en jeu des liaisons métalliques entre atomes de métaux différents. Les liaisons, ainsi formées, sont plus fortes que les liaisons métalliques entre atomes similaires ce qui implique une structure cristalline ordonnée limitant la mobilité des dislocations. Ainsi, cette faible mobilité des dislocations engendre des propriétés intéressantes à haute température telles qu'une meilleure résistance mécanique, une bonne tenue au fluage

ainsi qu'une bonne résistance à la corrosion et à l'oxydation. Les intermétalliques à base TiAl sont donc des matériaux adaptés aux besoins actuels de l'industrie aéronautique et automobile en remplacement des alliages de titane et des superalliages à base nickel. Le tableau I. 1 compare les propriétés des aluminures de titane (TiAl et Ti₃Al) à celles des alliages de titane et des superalliages à base nickel. Il apparaît clairement que les aluminures de titane sont un bon compromis entre les alliages de titane et les superalliages. Ils présentent une très faible masse volumique (deux fois inférieure à celle des superalliages) et ont le potentiel de remplacer les superalliages dans la gamme de température d'utilisation (700 – 950 °C). Ils permettent ainsi un gain de masse conséquent tout en conservant des propriétés mécaniques remarquables jusqu'à de très hautes températures. Parmi ces propriétés on peut citer :

- une limite élastique spécifique (limite élastique / masse volumique, σ/ρ) élevée,
- une grande rigidité spécifique (module d'élasticité / masse volumique, E/ρ),
- une bonne résistance à l'oxydation,
- une bonne résistance au feu,
- de bonnes propriétés de fluage.

Les aluminures de titane souffrent cependant d'une faible ductilité à température ambiante et il apparaît également que la température maximale d'utilisation pour ces alliages est déterminée par la résistance à l'oxydation. L'amélioration de la résistance à l'oxydation est donc un facteur clé dans l'augmentation de la température d'utilisation. Certaines recherches en cours sont donc focalisées sur l'amélioration de ces défaillances tout en conservant de bonnes propriétés mécaniques à haute température.

Propriétés	Aluminures de titane		Alliages à base titane	Superalliages
	Alliages à base TiAl (phase γ)	Alliages à base Ti ₃ Al (phase α_2)		
Structure	L1 ₀	D0 ₁₉	hcp/bcc	fcc/L1 ₂
Masse volumique [g/cm ³]	3,7 – 3,9	4,1 – 4,7	4,5	7,9 – 8,5
Module d'Young à 20 °C [GPa]	160 – 180	110 – 145	95 – 115	206
Limite élastique [MPa]	350 – 600	700 – 990	380 – 1150	800 – 1200
Résistance à la traction [MPa]	440 – 700	800 – 1140	480 – 1200	1250 – 1450
Ductilité à 20 °C [%]	1 – 4	2 – 10	10 – 25	3 – 25
Ductilité à haute température [% / °C]	10 – 600 / 870	10 – 20 / 660	12 – 50 / 600	20 – 80 / 870
Ténacité à température ambiante [MPa√m]	12 – 35	13 – 30	12 – 50	30 – 100
Température limite de résistance au fluage [°C]	750 – 950	750	600	800 – 1090
Température limite de résistance à l'oxydation [°C]	800 – 950	650	600	870 – 1090

Tableau I. 1 : Comparaison entre les propriétés des alliages de titane, des aluminures de titane, et des superalliages [1, 2].

I. 1. 3. Procédés et applications des alliages à base TiAl

Les alliages à base TiAl peuvent être élaborés de différentes façons telles que la fonderie, la métallurgie de lingots ou la métallurgie des poudres.

Dans la métallurgie de lingots, les procédés de fusion permettant d'obtenir des lingots à faible teneur en impuretés sont la fusion par induction, la refusion à l'arc sous vide (procédé VAR (Vacuum Arc Remelting)) et la fusion par plasma. Les lingots sont ensuite comprimés isostatiquement à chaud (HIP) pour fermer les pores apparus lors de la fonte et minimiser les microségrégations. Les lingots sont ensuite forgés afin de réduire la taille des grains.

La métallurgie des poudres offre la possibilité d'éviter les traitements thermiques préalables d'homogénéisation et le forgeage. Elle est également plus précise que la métallurgie de lingots où l'on observe des fluctuations de ± 1 at.-% dans la teneur en

aluminium. La fonderie présente cependant l'avantage de pouvoir fabriquer des pièces complexes en un seul bloc et à de faibles coûts de revient.

Les principales applications des alliages à base TiAl sont dans le domaine de l'aéronautique (pièces chaudes des turbines d'avion), dans le domaine de l'automobile (soupapes de moteurs) mais également dans le domaine militaire (balistique, blindage des véhicules lourds) [3].

I. 2. Le diagramme de phases à l'équilibre

Le diagramme de phases utilisé comme référence jusqu'en 1989 est établi par Murray en 1986 (Fig. I. 1) et est issu d'une corrélation entre les résultats théoriques et expérimentaux acquis depuis les années 50 [4, 5]. En 1989, un nouveau diagramme a été proposé par Mc Cullough *et al.* pour des alliages Ti-Al contenant 40 à 55 % atomiques d'aluminium. Ces changements sont basés sur des observations morphologiques des dendrites et sur une étude par diffraction des rayons X in situ des phases de haute température. Ce diagramme révisé (Fig. I. 2) incorpore deux péritectiques $L + \beta \rightarrow \gamma$ et $L + \alpha \rightarrow \gamma$, et étend le domaine α à des températures plus élevées [6-8]. Les mêmes changements dans le diagramme, basés sur des observations métallographiques après traitements thermiques et sur les résultats de dilatométrie, ont été proposés par Huang *et al.* [9, 10]. Ces changements portent sur la partie du diagramme supérieure au transus α (transition $\alpha / \alpha + \gamma$). Le domaine des basses températures, inférieures au palier eutectoïde, reste inchangé.

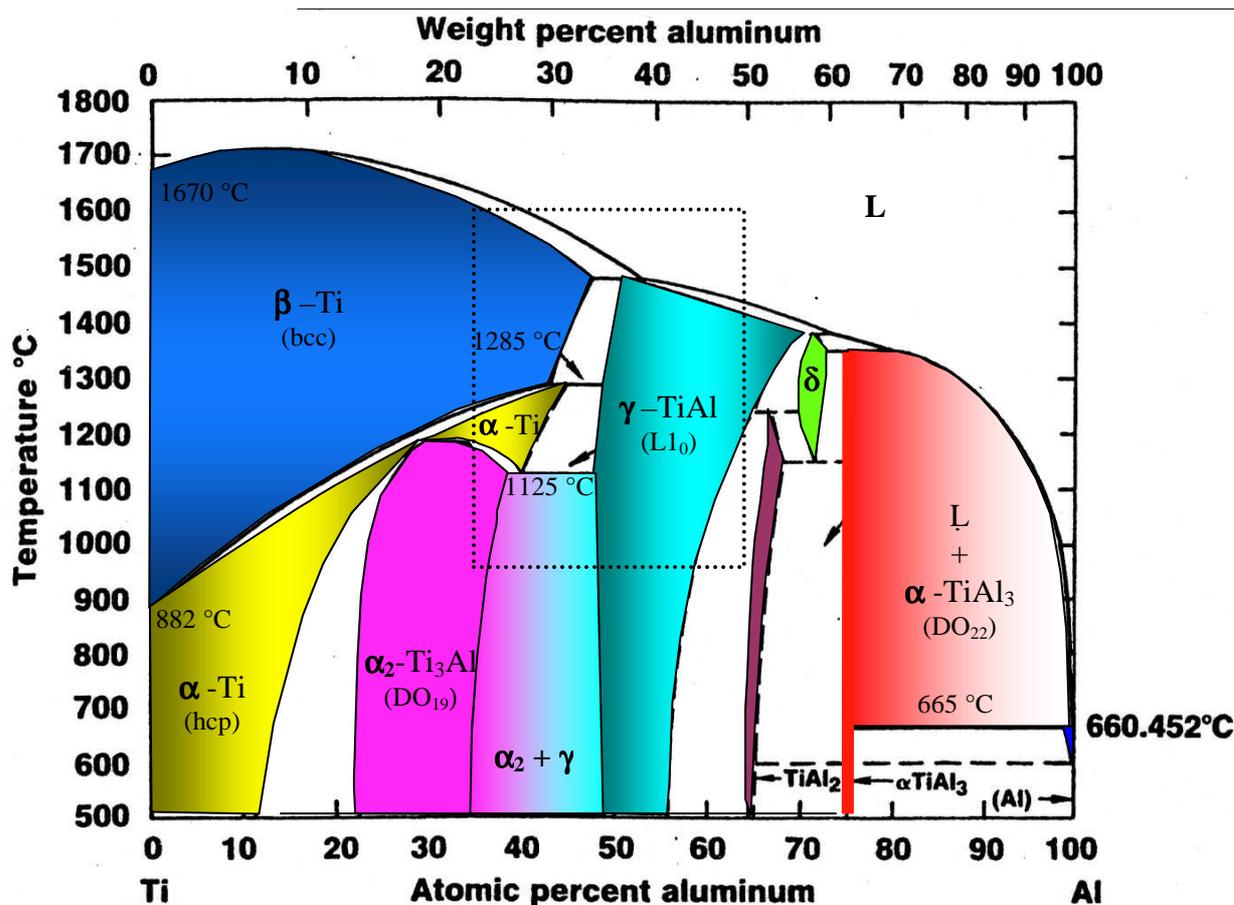


Figure I. 1 : Diagramme de phase Ti – Al d'après Murray [4, 5].

Le diagramme de phases à l'équilibre du système binaire Ti-Al comporte huit phases différentes :

- L : la phase liquide,
- β-Ti (bcc) et α-Ti (hcp) : deux solutions solides primaires d'aluminium dans le titane. Elles sont issues des deux formes allotropiques du Ti. La transformation allotropique du titane, β-Ti (bcc) → α-Ti (hcp), se produit à 882 °C.
- α₂-Ti₃Al : solution solide intermédiaire, hexagonale, ordonnée de type DO₁₉, issue de la phase primaire α-Ti,
- γ-TiAl : solution solide intermédiaire, quadratique, ordonnée de type L₁₀,
- TiAl₂ : solution solide intermédiaire ; quadratique (24 atomes/mailles) [10],
- δ : solution solide intermédiaire [11],
- TiAl₃ : composé défini à fusion non congruente,
- α-Al (CFC) : solution solide primaire de titane dans l'aluminium.

Le diagramme présente aussi :

- quatre paliers péritectiques caractérisés par les transformations suivantes :
 - à 1487,5 °C : $\beta\text{-Ti}$ (47,70 %) + L (53 %) \Leftrightarrow $\gamma\text{-TiAl}$ (51,2 %),
 - à 1450,5 °C : $\gamma\text{-TiAl}$ (70,5 %) + L (73,5 %) \Leftrightarrow δ (71,5 %),
 - à 1346,8 °C : δ (73,1 %) + L (80,8 %) \Leftrightarrow $\gamma\text{-TiAl}_2$ (75 %),
 - à 665 °C : Ti_3Al (75 %) + L (99,75 %) \Leftrightarrow $\alpha\text{-Al}$ (98,75 %).
- deux paliers péritectoïdes caractérisés par les transformations suivantes :
 - à 1285 °C : $\beta\text{-Ti}$ (%) + $\gamma\text{-TiAl}$ (%) \Leftrightarrow $\alpha\text{-Ti}$ (%) ,
 - à 1285 °C : $\gamma\text{-TiAl}$ (%) + δ (%) \Leftrightarrow TiAl_2 (%) ,
- deux paliers eutectoïdes caractérisés par les transformations suivantes :
 - à 1150 °C : δ (71,5 %) \Leftrightarrow TiAl_2 (67,66 %) + $\alpha\text{-TiAl}_3$ (75 %) ,
 - à 1125 °C : $\alpha\text{-Ti}$ (40,36 %) \Leftrightarrow $\alpha_2\text{-Ti}_3\text{Al}$ (38,75 %) + $\gamma\text{-TiAl}$ (50,5 %).

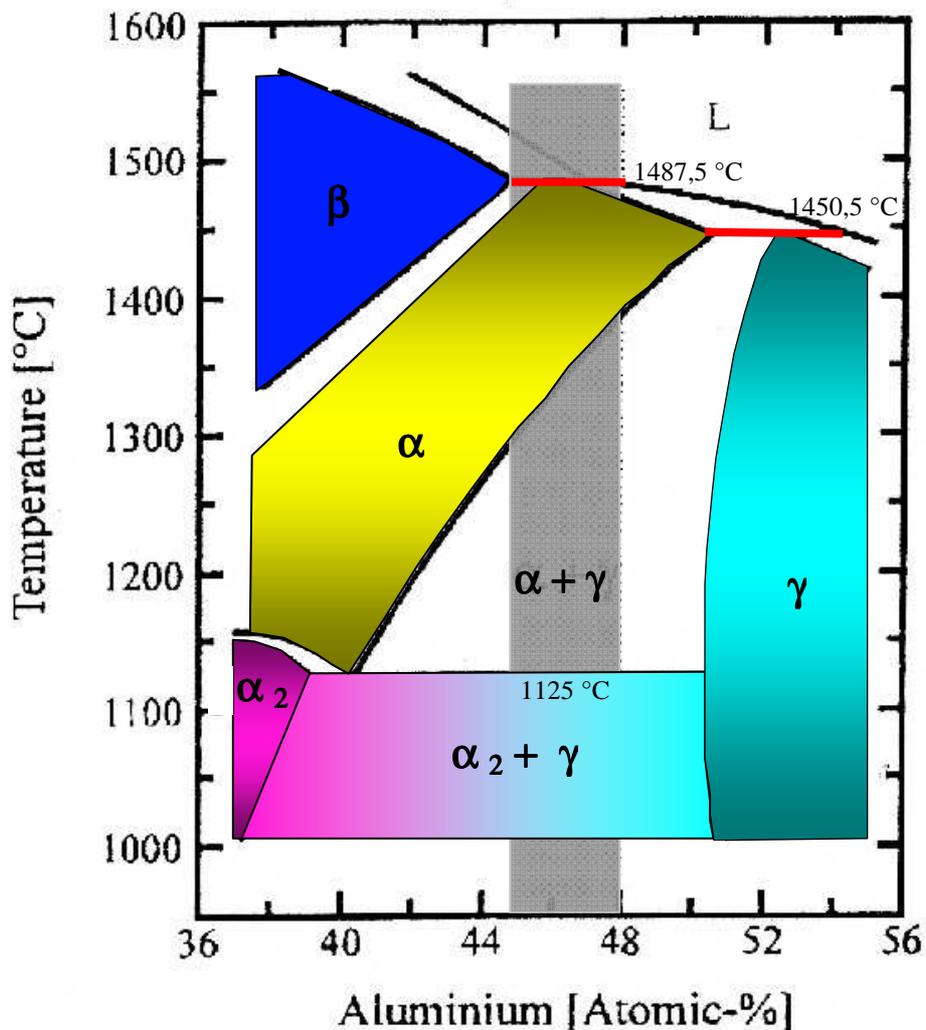


Figure I. 2 : Diagramme de phase Ti - Al révisé par Mc Cullough et al. [6-8] et Huang et al. [9, 10].

Peu d'informations sont disponibles sur les diagrammes de phase ternaires Ti–Al– M [1]. Les diagrammes disponibles ne montrent pas de frontières précises de part et d'autre du domaine ($\alpha_2 + \gamma$) et spécialement entre le domaine ($\alpha_2 + \gamma$) et le domaine γ . Les diagrammes ternaires peuvent cependant se regrouper en trois types de diagrammes selon la forme du domaine γ . La figure I. 3 montre une coupe isotherme à 900 °C de trois diagrammes ternaires qui diffèrent par la forme du domaine de la phase γ . L'élément d'addition se substituant au Ti ou à l'Al va modifier la teneur en Al de la phase γ et la forme du diagramme. Par exemple, les éléments du type I (Nb) augmentent la concentration d'Al dans la phase γ alors que les éléments du type II et III (V, Cr, Mn) la diminuent. L'étude de l'influence de chaque élément d'addition sur le diagramme de phases restant limitée et imprécise, le diagramme de phase binaire montré sur la figure I. 2 est pris comme référence pour les alliages ternaires ou plus complexes contenant une faible concentration en éléments d'addition [12].

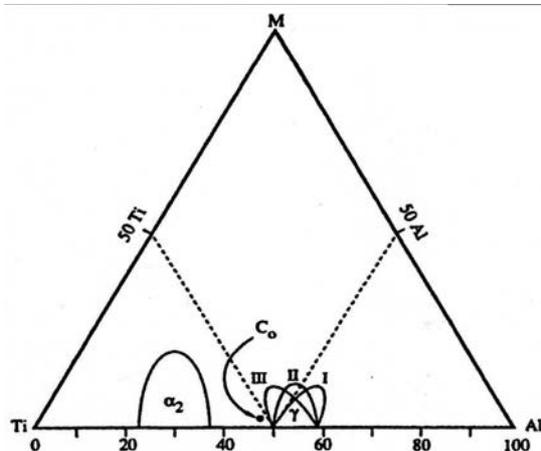


Figure I. 3 : Coupe isotherme à 900 °C d'un diagramme de phases ternaire montrant l'influence des éléments d'addition sur la forme du domaine γ [1].

I. 3. Description des différentes phases à température ambiante

Les principales phases cristallographiques à température ambiante sont les phases α_2 -Ti₃Al et γ -TiAl.

I. 3. 1. Phase α_2 - Ti₃Al

Le domaine de stabilité de la phase α_2 varie avec la température et s'étend sur une gamme de composition en aluminium allant de 22 à 39 at. % (Figs I. 1 et 2). La phase α_2 cristallise dans le système hexagonal et appartient au groupe spatial de symétrie $P_{m m c}^{6_3}$ (Fig. I. 4) [12]. C'est une structure ordonnée du type DO₁₉ (notation du Strukturbericht) qui résulte d'une mise en ordre de la phase α hexagonale compacte désordonnée (h.c.p) ; c'est donc une isostructure de la phase α . Les plans denses (0001) ont la composition Ti₃Al mais, le

long d'une direction normale aux plans prismatiques $(11\bar{2}0)$, une surstructure apparaît pouvant être définie comme un empilement de plans alternés de Ti et TiAl.

Les paramètres de maille de la phase ordonnée α_2 sont reliés à ceux de la phase désordonnée α de la manière suivante : $a_{\alpha_2} = 2 a_{\alpha}$ et $c_{\alpha_2} = c_{\alpha}$. Les valeurs de ces paramètres varient avec la composition de l'alliage et sont comprises entre 0,572 et 0,578 nm pour a_{α_2} et entre 0,460 et 0,464 nm pour c_{α_2} [12].

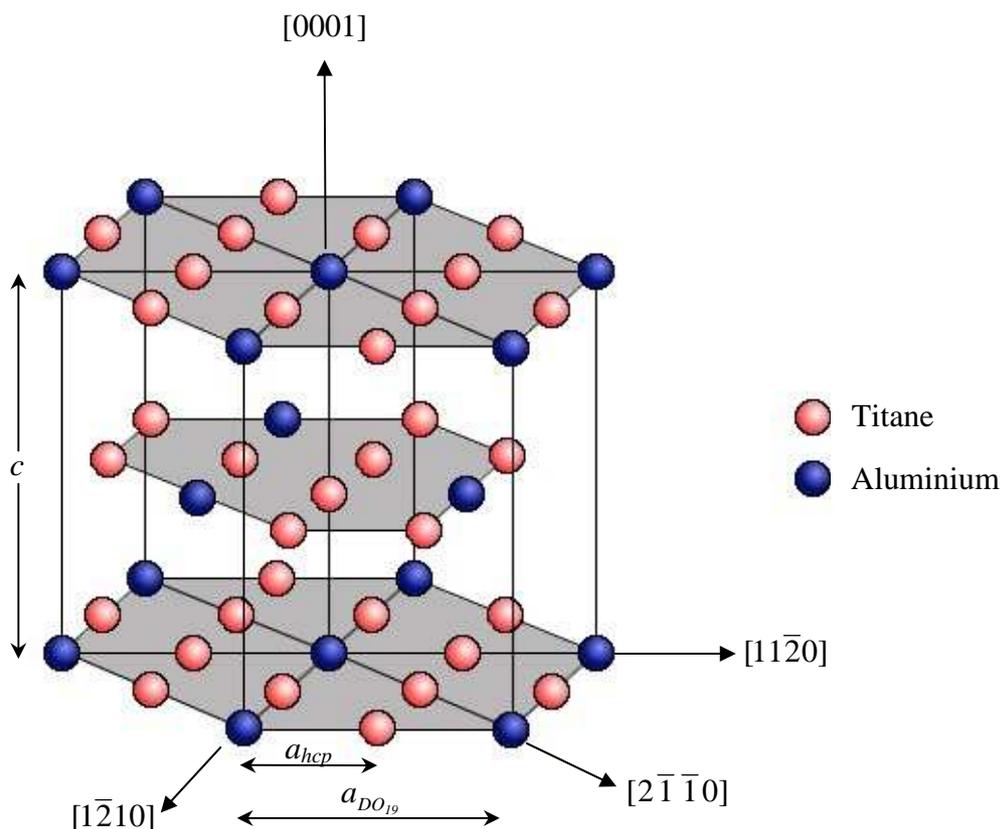


Figure I. 4 : Représentation schématique de la maille ordonnée DO_{19} de la phase α_2 - Ti_3Al .

I. 3. 2. Phase γ -TiAl

Le domaine de stabilité de la phase γ s'étend sur un large domaine allant de 49 à 66 at. % d'Al et varie avec la température. À température ambiante, ce domaine devient étroit et est limité à 54 at. % d'Al (Figs. I. 1 et 2). La phase γ possède une structure ordonnée de type $L1_0$ (notation du Strukturbericht). Elle cristallise dans le système quadratique et appartient au groupe spatial de symétrie $P\frac{4}{m}\frac{2}{m}\frac{2}{m}$ (Fig. I. 5) [12]. Cette structure peut être décrite comme un empilement de plans purs de titane et d'aluminium selon la direction $[001]$ alors que les séquences d'empilement suivant les deux autres directions $[100]$ et $[010]$ sont constituées d'une alternance de plans mixtes, de composition stœchiométrique TiAl. Les

paramètres de maille varient avec la teneur en aluminium. Les valeurs du paramètre a varient entre 0,397 et 0,401 nm et ceux du paramètre c entre 0,404 et 0,408 nm [6]. Le rapport c/a reste tout de même très proche de 1 ($c/a \sim 1,01$ à $1,03$). La phase γ – TiAl reste ordonnée jusqu'à son point de fusion (~ 1450 °C) [5].

À cause de la quadraticité de la structure, les trois directions de type $\langle 110 \rangle$ ne sont pas équivalentes. En effet, la direction $[\bar{1}10]$ est composée d'un seul type d'atomes alors que les deux autres $[\bar{1}01]$ et $[0\bar{1}1]$ sont composées d'une alternance d'atomes de titane et d'aluminium. Pour bien différencier les directions équivalentes, nous utiliserons la notation $\langle hkl \rangle$ et $\{uvw\}$ proposée par Gilles Hug [13]. Dans cette notation dissymétrique, le crochet \langle et l'accolade $\{$ se réfèrent aux deux premiers indices dont la permutation est autorisée. Le crochet \rangle et la parenthèse $\}$ portent sur le troisième indice dont la position est fixée. Par exemple la famille $\langle 011 \rangle$ engendre 8 directions équivalentes : $\pm [011]$, $\pm [0\bar{1}1]$, $\pm [101]$ et $\pm [\bar{1}01]$; par contre les directions $\pm [110]$ et $\pm [\bar{1}10]$ ne font pas partie de la famille $\langle 011 \rangle$.

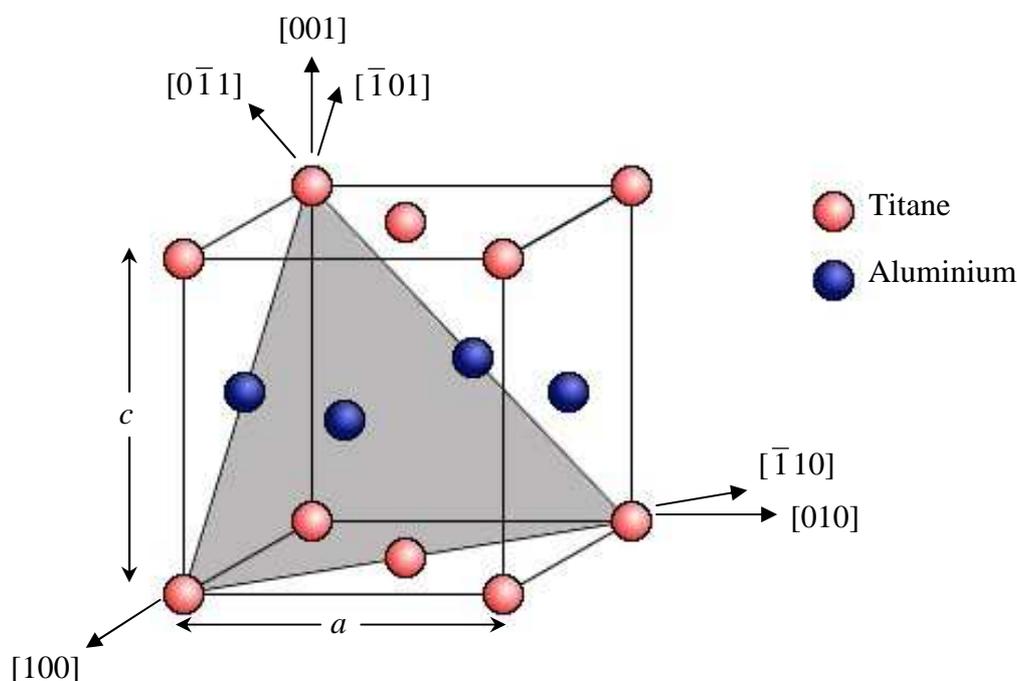


Figure I. 5 : Représentation schématique de la maille ordonnée $L1_0$ de la phase γ -TiAl.

À côté des phases α_2 – Ti_3Al et γ – TiAl, quelques alliages présentent en plus la phase $\beta/B2$ (structure désordonnée cubique centrée b.c.c/structure cubique simple ordonnée de type CsCl) sous formes de petites particules, dont la formation est favorisée par des additions de Cr, Mo, et/ou W [2, 14-16]. Des borures et/ou siliciures sont présents si la teneur en B et/ou Si excèdent certains seuils de concentration [2, 14, 17, 18].

I. 3. 3. Phase B2

La phase ordonnée B2 est une isostructure de la phase β désordonnée de structure c.c.c. Elle est présente dans des alliages contenant de faibles quantités d'éléments d'addition bêtagènes tels que le chrome, le molybdène, le niobium, le vanadium, le tungstène, ... Elle se présente sous forme de petites particules présentes aux joints de grains. La phase B2 cristallise dans le système cubique simple et appartient au groupe spatial holosymétrique $P\frac{4}{m}\bar{3}\frac{2}{m}$ (Fig. I. 6) [19, 20]. Son paramètre de maille varie entre 0,312 et 0,315 nm.

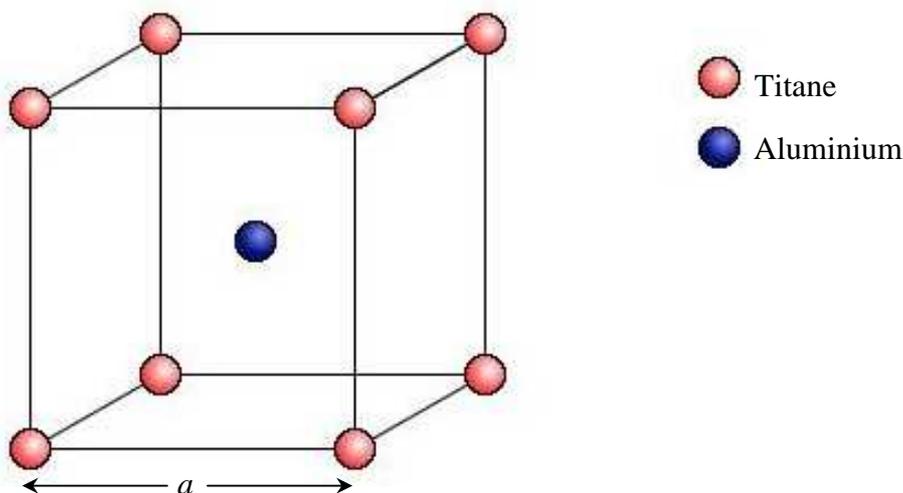


Figure I. 6 : Représentation schématique de la maille ordonnée de la phase B2.

I. 4. Description des différentes microstructures

Après élaboration des alliages à base γ – TiAl par les différents procédés connus (cf. § I. 1. 3.), un dernier traitement thermique est effectué afin d'optimiser la microstructure finale. Les paramètres de traitement thermique (température, temps de maintien, vitesses de chauffe et de refroidissement), ainsi que la composition chimique de l'alliage peuvent agir sur la microstructure (taille des grains, largeur des lamelles ...). Il existe quatre grands types de microstructures pour les alliages à base γ dont la composition chimique la plus utilisée est comprise entre 47 et 49 at. % d'Al (Figs. I. 7 et 8) [1, 2, 21]. Ces microstructures sont classées par la morphologie des phases :

- La microstructure majoritairement γ ("near γ ") (Fig. I. 7a) : cette microstructure est obtenue par un maintien isotherme à une température T_2 légèrement supérieure à la température du palier eutectoïde T_e (Fig. I. 8). Elle se présente sous la forme de grains γ équiaxes avec des petites particules α_2 localisées aux joints de grains et aux points triples.

- La microstructure bimodale (“duplex”) (Fig. I. 7b) : elle est obtenue après un maintien isotherme dans le domaine biphasé ($\alpha + \gamma$), à une température T_3 telle que les taux des phases α et γ sont très proches ($T_3 > T_2$) (Fig. I. 8). Elle est constituée d’un mélange de grains monolithiques γ et d’îlots lamellaires ($\alpha_2 + \gamma$).
- La microstructure majoritairement lamellaire (“near lamellar”) (Fig. I. 7c) : elle est obtenue après un maintien à une température T_4 juste en-dessous de la température de transition $\alpha \rightarrow \alpha + \gamma$ appelée transus α (T_α) (Fig. I. 8). Cette microstructure est constituée essentiellement de gros îlots lamellaires et de petits grains γ .
- La microstructure entièrement lamellaire (“fully lamellar”) (Fig. I. 7a) : elle est obtenue après des maintiens de courte durée juste au-dessus du transus α (température T_5) (Fig. I. 8). Elle est organisée en îlots lamellaires ($\alpha_2 + \gamma$) de très grande taille ($> 400 \mu\text{m}$).

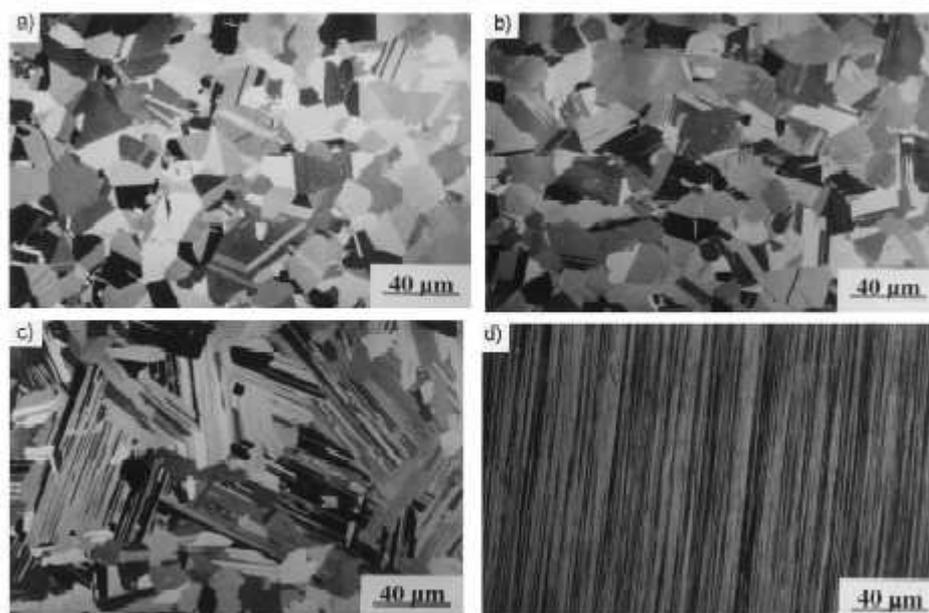


Figure I. 7 : *Micrographies optiques des différentes microstructures de l’alliage Ti – 48Al – 2Cr. (a) microstructure majoritairement γ obtenue après un maintien de 2h à $T_2 = 1200 \text{ }^\circ\text{C}$ (à environ $75 \text{ }^\circ\text{C}$ au-dessus du palier eutectoïde), (b) microstructure duplexe obtenue après un maintien de 2h à $1300 \text{ }^\circ\text{C}$, (c) microstructure majoritairement lamellaire obtenue après un maintien de 0,5h à $1360 \text{ }^\circ\text{C}$ (en-dessous de T_α), (d) microstructure entièrement lamellaire obtenue après un maintien de 0,5h à $1400 \text{ }^\circ\text{C}$ (au-dessus de T_α) [21].*

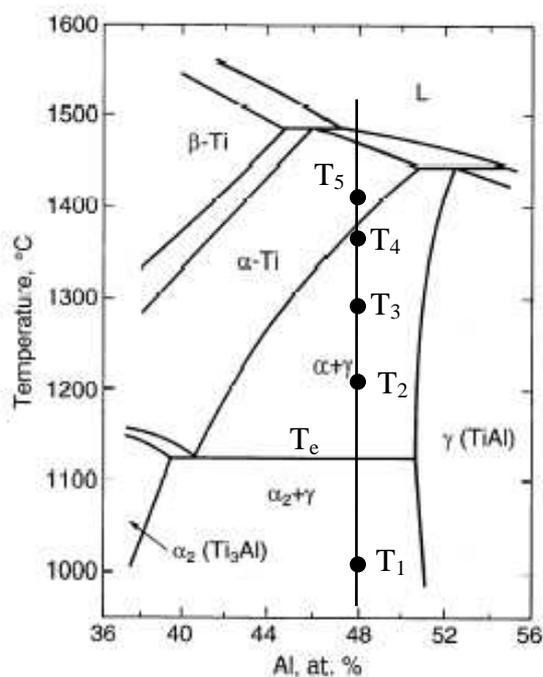


Figure I. 8 : *Diagramme de phases Ti – Al montrant les températures de traitement pour l’obtention de chaque type de microstructure.*

I. 5. Processus de formation de la structure lamellaire

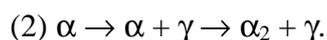
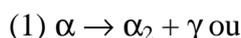
I. 5. 1. Réactions de formation de la structure lamellaire

D’après le diagramme de phase de la figure I. 8, les alliages biphasés ($\alpha_2 + \gamma$) peuvent être obtenus pour une concentration en Al qui varie entre 35 et 40 at. %. Dans cette gamme de composition, trois domaines sont à signaler :

- le domaine α désordonné,
- le domaine biphasé ($\alpha + \gamma$),
- le domaine biphasé ($\alpha_2 + \gamma$).

Les deux derniers domaines sont séparés par le palier eutectoïde situé à environ 1120 °C.

La structure lamellaire observée dans les alliages biphasés à base TiAl peut se former suivant l’une des deux réactions suivantes :



Pour la composition eutectoïde, seule la première réaction (1) est observée à cause du passage direct de α à $\alpha_2 + \gamma$. Pour une composition supérieure à 40 at. % d’Al, les alliages traversent le domaine $\alpha + \gamma$ avant d’entrer dans le domaine d’équilibre des deux phases ordonnées $\alpha_2 + \gamma$ (réaction (2)) [12].

Cependant, la vitesse de refroidissement influence les cinétiques de formation de la phase γ et notamment déplace sur le diagramme de phase la ligne de transition $\alpha/(\alpha + \gamma)$ vers les compositions riches en Aluminium. En effet, pour l'alliage Ti-43Al refroidi à 30 °C/min, la réaction de type (1) est observée alors que la réaction de type (2) apparaît pour des vitesses beaucoup plus lentes [22].

I. 5. 2. Mécanisme de formation de la structure lamellaire

Le modèle le plus couramment admis pour la formation des lamelles est celui proposé par Denquin et Naka [12, 23]. Il est schématisé sur la figure I. 9.

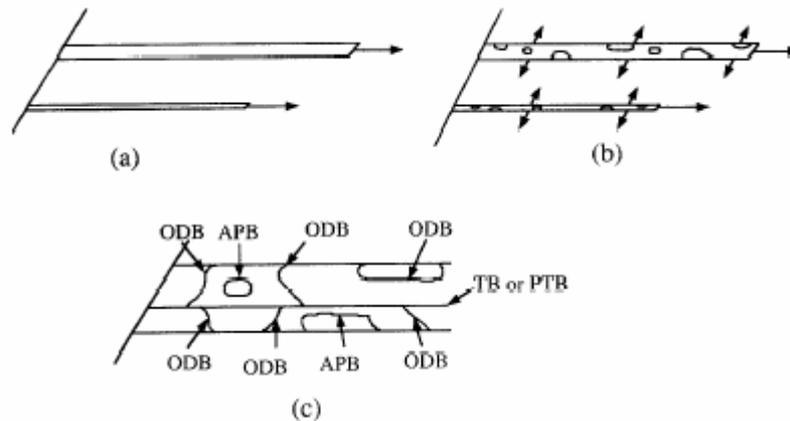


Figure I. 9 : Représentation schématique de la séquence de formation des lamelles γ (a) Propagation des dislocations partielles de Shockley donnant naissance à une structure locale de type c.f.c ; (b) Germination de différents domaines d'ordre dans la structure c.f.c. (c) Rencontre des domaines d'ordre et des lamelles après leur croissance menant à la formation de différentes interfaces (parois de domaine d'ordre (ODB), parois d'antiphase (APB), parois de macle (TB), parois de pseudo-macle (PTB) [12, 23].

La formation de la structure lamellaire passe par les trois stades suivants :

Stade de prégermination : la formation de la structure lamellaire est déclenchée par la précipitation de la phase γ dans la phase α désordonnée (réaction (1)) ou dans la phase α_2 ordonnée (réaction (2)) par la propagation de dislocations partielles de Shockley dans la matrice hexagonale. Ce processus d'initiation de la transformation implique la dissociation d'une dislocation parfaite $\frac{a}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ en deux partielles de Shockley bordant une faute d'empilement ($\frac{a}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle \rightarrow \frac{a}{3} \langle 10\bar{1}0 \rangle + \frac{a}{3} \langle 01\bar{1}0 \rangle$). Cette faute d'empilement locale crée une séquence d'empilement du type c.f.c. qui sera ABC ou ACB suivant le signe des partielles de Shockley. En répétant ce mécanisme tous les deux plans atomiques, la structure hexagonale du cristal est changée en une structure c.f.c. et la séquence d'empilement

ABABAB devient soit la séquence ABCABC, soit la séquence ACBACB. À ce stade, une phase c.f.c. désordonnée est formée.

Stade de germination : ce second stade consiste en la mise en ordre sur le réseau c.f.c. désordonné des fautes d'empilement par germination et croissance de variantes d'orientation (V. O.) sur des sites séparés (Fig. I. 9b). La rencontre entre ces domaines donne lieu à la formation de parois de domaines d'ordre, de parois d'antiphase ou de parois d'ordre mixte résultant du couplage d'une paroi de domaines d'ordre et d'une paroi d'antiphase.

Stade de croissance : le stade de germination et croissance des variantes d'orientation (V. O.) est accompagné de la croissance longitudinale et latérale des lamelles par un mécanisme de marches [24]. Ce mécanisme est similaire au mécanisme de croissance des lattes de bainite dans les aciers [25]. Ce mécanisme assurant la diffusion des éléments entre la phase mère (α ou α_2) et les lamelles γ présente un caractère double de cisaillement et de diffusion. Il conduit à une croissance longitudinale des lamelles plus rapide que leur croissance latérale [26]. Lors de cette croissance, deux lamelles adjacentes peuvent s'épaissir au détriment de la phase mère. Les deux lamelles issues de deux germes différents et contigus seront en position de maillage (TB) ou pseudo-maillage (PTB).

La formation de la phase γ , sous forme lamellaire, s'arrête lorsque l'énergie libre associée à la transformation devient suffisamment basse pour empêcher la formation de marches de croissance sur les interfaces des lamelles. Dans le cas d'une réaction de transformation de type (2), la phase α résiduelle s'ordonne en-dessous de la température eutectoïde T_e (Fig. I. 8) [12].

II. Propriétés mécaniques à température ambiante

Les propriétés mécaniques des alliages à base TiAl dépendent fortement de leur microstructure et de leur composition chimique (teneur en aluminium, présence d'éléments d'alliage). Ce paragraphe décrit ces différentes relations à température ambiante en insistant plus particulièrement sur les propriétés en traction, la résistance au fluage et la ténacité.

II. 1. Influence de la teneur en aluminium et de la microstructure

II. 1. 1. Influence de la teneur en aluminium

La teneur en aluminium des alliages à base TiAl joue un rôle primordial dans la formation de la microstructure. Elle contrôle le rapport volumique γ/α_2 et influence les propriétés mécaniques. La figure I. 10 montre l'évolution de l'allongement à la rupture en fonction de la teneur en aluminium. Le meilleur compromis est atteint lorsque le pourcentage d'Al est compris entre 46 et 50 at. %. La microstructure duplexe correspondante conduit à une

ductilité proche de 2 % et une résistance mécanique convenable [27]. D'après Kim [1], pour les alliages binaires, la meilleure ductilité à température ambiante est obtenue pour la composition Ti-48Al (at. %) avec un rapport α_2/γ de 5-15 at. %. La phase α_2 , ayant une plus grande solubilité vis-à-vis de l'oxygène que la phase γ , joue le rôle de piège à oxygène et purifie la phase γ et la rend ainsi plus ductile.

II. 1. 2. Influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques de traction, de résistance au fluage et de ténacité dépendent fortement de la microstructure.

II. 1. 2. 1. Propriétés mécaniques en traction

Les propriétés mécaniques en traction, à température ambiante, des alliages biphasés à base γ , sont directement reliées à la morphologie des phases α_2 et γ . La figure I. 11 [22, 24-26, 28] montre les courbes contrainte/déformation, obtenues après des essais de traction, d'un alliage γ biphasé Ti-47Al-1Cr-1V-2,5Nb, possédant différentes microstructures. Les structures entièrement lamellaires issues des traitements thermiques A, B, et C ont une ductilité plus faible que celle de la structure duplexe dérivant des traitements E, F, G, et H. Le bon compromis résistance-ductilité est obtenu pour la structure issue du traitement D qui conduit à un mélange de grains lamellaires (100 μm) et de petits grains γ (20 μm).

II. 1. 2. 2. Résistance au fluage

L'augmentation de la fraction volumique de la structure lamellaire améliore les propriétés liées au fluage. Les structures entièrement lamellaires possèdent de bien meilleures propriétés que les structures duplexes. La figure I. 12 montre la vitesse de déformation en fluage en fonction de la déformation pour différentes microstructures. La résistance au fluage de la microstructure entièrement lamellaire est plus grande comparée aux microstructures équiaxes γ et duplexes [29].

II. 1. 2. 3. Ténacité et ductilité

Kim a montré qu'à température ambiante, la résistance à l'initiation des fissures est caractérisée par un facteur de ténacité K_{1C} compris entre 16 et 21 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour les microstructures entièrement lamellaires alors que pour les microstructures duplexes le facteur K_{1C} est de 11 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ [30].

La taille des grains lamellaires et la largeur des lamelles jouent également un rôle sur la ténacité. La ténacité augmente avec la taille des grains et avec la diminution de l'espacement entre les lamelles [30].

Kim a également établi une relation entre la ductilité et la ténacité [30]. La figure I. 13 montre les relations entre ductilité et ténacité en fonction de la taille de grains et de la microstructure pour différents alliages à base γ . La microstructure duplexe présente une meilleure ductilité que la microstructure entièrement lamellaire qui, de son côté, présente une meilleure ténacité.

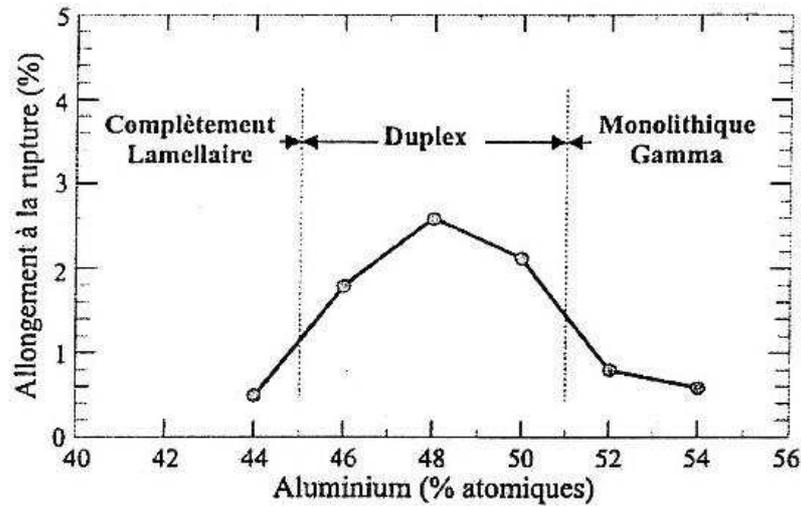


Figure I. 10 : Influence de la teneur en aluminium sur l'allongement à la rupture.

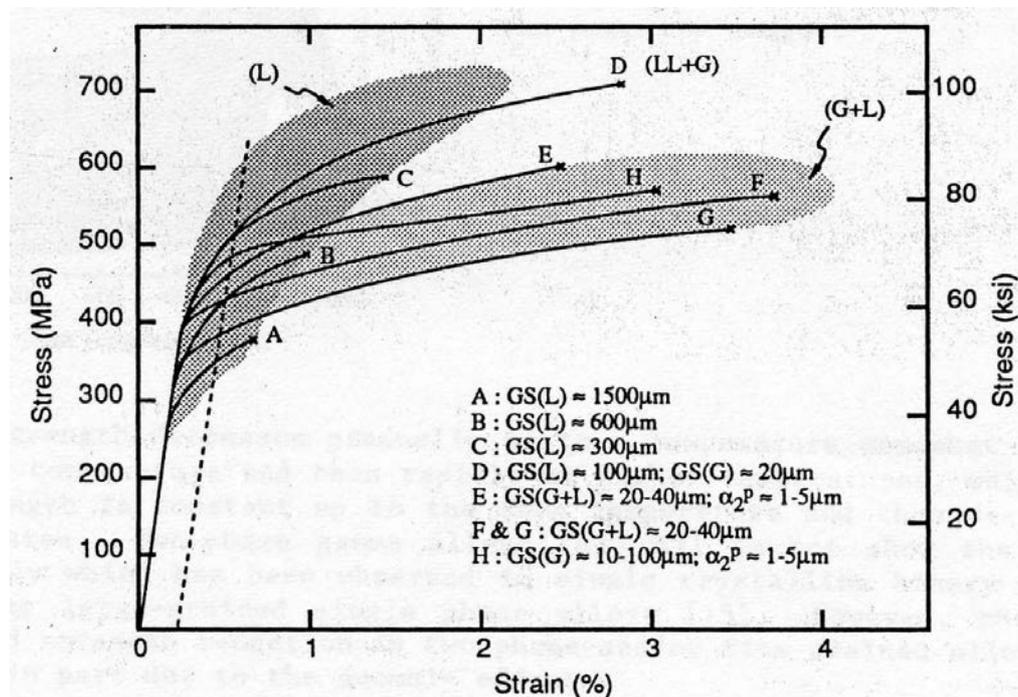


Figure I. 11 : Courbes contrainte/déformation montrant l'évolution des propriétés de traction à la température ambiante d'un alliage γ biphasé Ti-47Al-1Cr-1V-2,5Nb avec différentes microstructures.

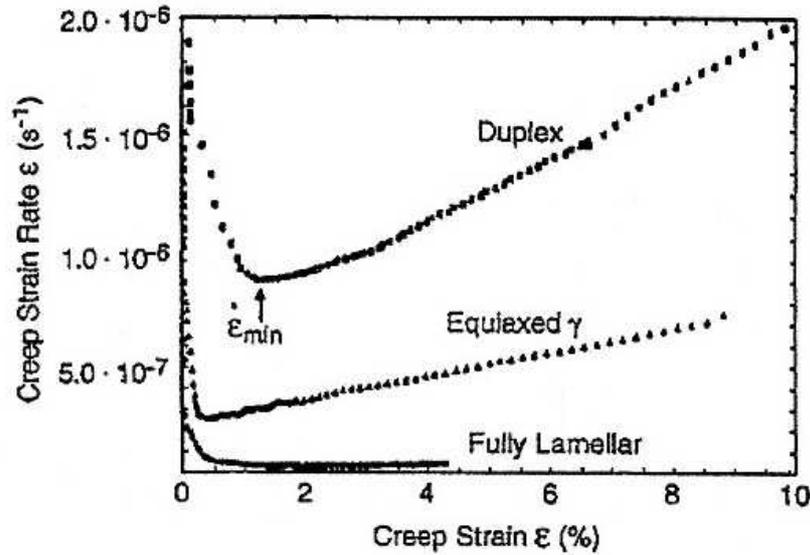


Figure I. 12 : Vitesse de déformation en fluage en fonction de la déformation pour différentes microstructures. Les tests sont réalisés à l'air à $815\text{ }^{\circ}\text{C}$ avec $\sigma = 150\text{ MPa}$.

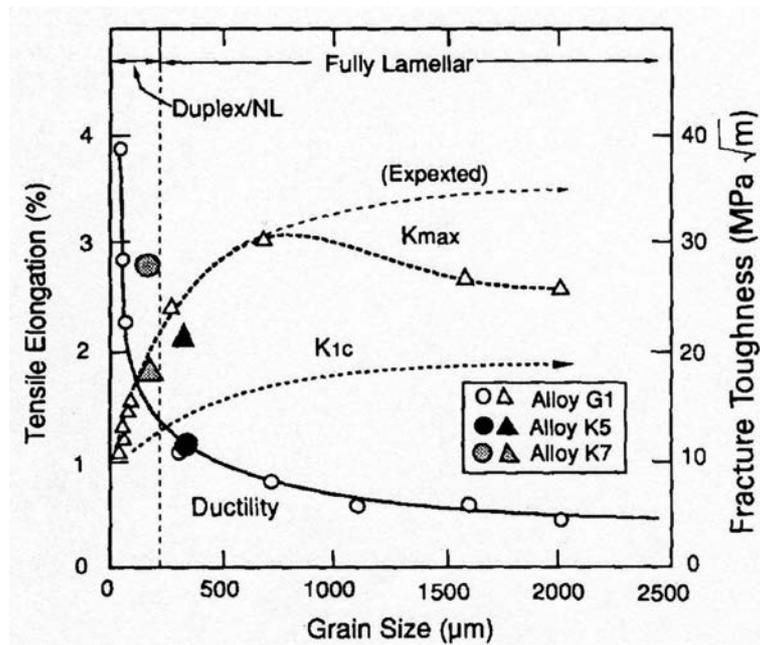


Figure I. 13 : Évolution de la ductilité et de la ténacité des alliages à base γ en fonction de la taille du grain γ [30].

II. 1. 3. Synthèse et conclusion

La figure I. 14 présente une synthèse des relations entre les différentes microstructures, la taille de grain, la ténacité et les propriétés en traction [22]. Ce diagramme montre qu'un alliage brut de coulée avec une microstructure lamellaire à gros grains possède une grande ténacité mais une faible résistance et une faible ductilité. Il apparaît alors très intéressant de modifier la microstructure de cet alliage afin d'augmenter la résistance et la ductilité sans dégrader la ténacité. Ceci montre le grand intérêt d'étudier et de comprendre les procédés thermomécaniques permettant d'élaborer un matériau présentant un compromis des différentes propriétés mécaniques.

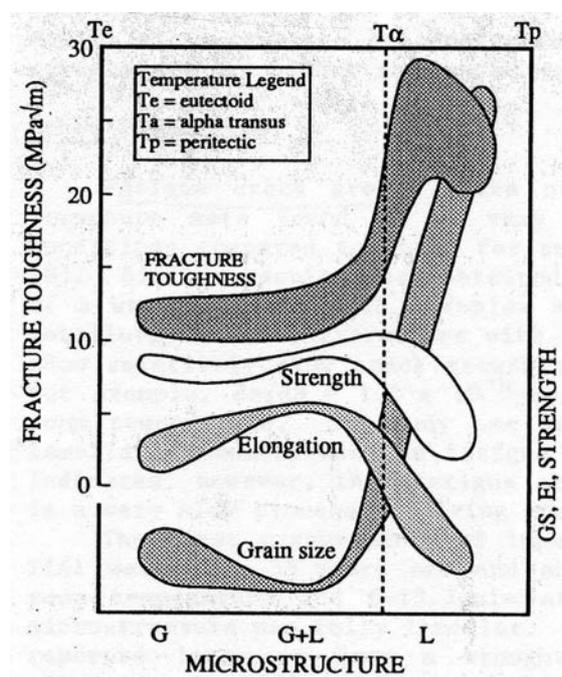


Figure I. 14 : Relations entre les différentes microstructures, la taille de grain et les propriétés en traction (ténacité, allongement et résistance à la traction) [22].

II. 2. Influence des éléments d'addition

Les éléments d'addition ternaires et quaternaires permettent de modifier les propriétés mécaniques des alliages binaires à base TiAl. Le tableau I. 2 rassemble les éléments d'alliage les plus couramment utilisés et donne leurs effets sur les propriétés mécaniques [18].

Éléments	Effets connus
Al	Affecte fortement la ductilité en changeant la microstructure. Meilleure ductilité pour 46-50 at. % d'Al. Dans cette gamme de compositions, augmenter la teneur en Al diminue la ténacité.
B	Additions > 0,5 at. % réduisent la taille de grains et améliorent la résistance, l'usinabilité et la coulabilité.
C	Améliore la résistance au fluage et réduit la ductilité.
Cr	Additions de 1-3 at. % augmentent la ductilité des alliages à structure duplexe. Additions > 2 at. % améliorent l'usinabilité et le comportement superplastique. Additions > 8 at. % augmentent fortement la résistance à l'oxydation.
Fe	Augmente la fluidité en coulée mais aussi la tendance à la fissuration à chaud.
Mn	Additions de 1-3 at. % augmentent la ductilité des alliages à microstructure duplexe.
Mo	Améliore la ductilité, la résistance des alliages à grains fins et la résistance à l'oxydation.
Ni	Augmente la fluidité en coulée.
Nb	Améliore fortement la résistance à l'oxydation et légèrement la résistance au fluage.
P	Réduit la vitesse d'oxydation.
Si	Addition de 0,5-1 at. % améliore la résistance au fluage et à l'oxydation, augmente la fluidité en coulée mais réduit la tendance à la fissuration à chaud.
Ta	Améliore la résistance à l'oxydation et au fluage. Augmente la tendance à la fissuration à chaud.
V	Additions de 1-3 at. % augmentent la ductilité des alliages à structure duplexe. Réduit la résistance à l'oxydation.
W	Améliore fortement la résistance à l'oxydation et au fluage.

Tableau I. 2 : Influence des éléments d'addition sur les propriétés des alliages à base TiAl.

III. Description des mécanismes de déformation plastique

Avant de décrire la déformation plastique dans les alliages à base TiAl, rappelons brièvement les mécanismes qui régissent la déformation plastique dans les métaux et alliages.

III. 1. Généralités pour les métaux et alliages

La déformation plastique pour les métaux et alliages se fait par glissement des dislocations mobiles et/ou par maclage mécanique. Ce paragraphe décrit ces deux mécanismes de déformation en tenant compte des effets de la température et de la vitesse de déformation. Le comportement superplastique de certains métaux à très haute température est également évoqué.

III. 1. 1. Les dislocations

La déformation plastique des métaux résulte du mouvement des dislocations. À tout instant, toute dislocation mobile apporte une contribution à la vitesse de déformation plastique. La relation qui relie la vitesse de déformation plastique à la densité de dislocations mobiles est donnée par la formule d'Orowan [31].

$$\dot{\epsilon}_p = \rho_m b v$$

où ρ_m est la densité de dislocations mobiles, b le vecteur de Burgers de ces dislocations et v leur vitesse moyenne.

Pour rendre une dislocation mobile, il est possible soit d'augmenter la température, et par conséquent l'agitation thermique des atomes, soit d'appliquer une contrainte assez grande.

Pendant leur déplacement, les dislocations doivent franchir des obstacles de nature variée. De nombreux types de réactions, c'est-à-dire de mécanismes de franchissement des obstacles sont possibles. La figure I. 15 schématise l'évolution théorique de la contrainte avec la vitesse de déformation et la température et montre l'existence de trois domaines correspondant à différents micromécanismes de déformation.

- **Domaine I** : $0 \leq T \leq 0,25 T_f$ (T_f est la température de fusion du matériau) : la contrainte est fonction de la température et de la vitesse de déformation. Elle diminue lorsque la température augmente et augmente lorsque la vitesse de déformation augmente. Les mécanismes de déformation sont thermiquement activés.

Pour cette gamme de températures, la contrainte peut se diviser en deux composantes : une composante athermique σ_{ath} et une composante dépendant de la température σ_{th} :

$$\sigma = \sigma_{ath} + \sigma_{th}.$$

Les deux composantes σ_{ath} et σ_{th} de la contrainte σ peuvent être reliées à des considérations microstructurales.

Les dislocations mobiles rencontrent sur leur passage deux types d'obstacles. Le premier type se caractérise par des champs de contrainte de longue portée agissant sur de grandes distances comparées aux distance atomiques. Parmi ces obstacles, on trouve les contraintes résultant de la présence d'autres dislocations. La composante athermique σ_{ath} de la contrainte est la contrainte requise pour faire bouger les dislocations en présence de ces obstacles.

Le deuxième type d'obstacles sont des barrières localisées sur quelques distances atomiques comme les forces de Peierls dues à la nature périodique du réseau cristallin, les atomes en solution ou les précipités. Le terme σ_{th} représente la résistance au mouvement des dislocations rencontrant ces obstacles localisés. Lorsque $T = 0$, la contrainte nécessaire au mouvement des dislocations est très élevée. L'apport d'énergie thermique va aider à surmonter ces obstacles localisées et la contrainte nécessaire va donc diminuer. Puisque l'efficacité de l'activation thermique augmente avec la température, la contrainte σ_{th} diminue avec la température.

- **Domaine II** : $0,25 T_f \leq T \leq 0,7 T_f$: la contrainte est dite athermique car elle est indépendante de la température. Elle est égale à σ_{ath} . Dans ce domaine, la température apporte assez d'énergie aux dislocations pour surmonter les obstacles et les rend inefficaces.

Les domaines thermiquement activés et athermiques sont décalés vers les températures les plus élevées avec l'accroissement de la vitesse de déformation.

- **Domaine III** : $T \geq 0,7 T_f$: σ diminue rapidement avec la température. Les mécanismes de diffusion jouent ici un grand rôle dans la déformation. C'est pourquoi la contrainte est également dépendante de la vitesse de déformation à très haute température.

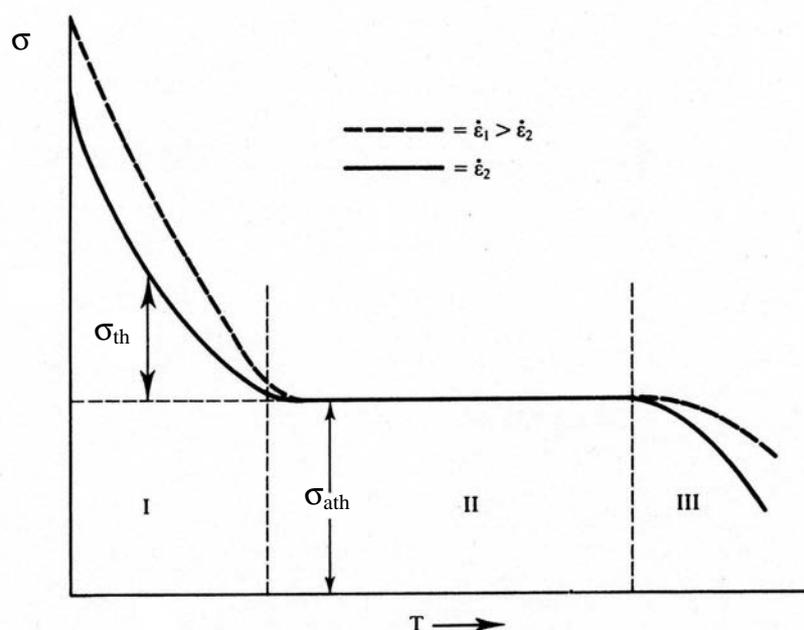


Figure I. 15 : Schéma illustrant l'évolution de la contrainte avec la température et la vitesse de déformation.

III. 1. 2. Le maclage mécanique

Lorsque le mouvement des dislocations est restreint, la déformation plastique peut s'effectuer par le glissement de dislocations, dites dislocations de maclé dont le vecteur de Burgers n'est pas une période du réseau. Ce type de déformation est le maclage mécanique. La maclé est limitée par un joint avec la matrice appelé plan de maclage. Pour les cristaux c.f.c., le plan de maclage est le plan (111) et le vecteur de Burgers de la dislocation de maclé est $\frac{a}{6}\langle 112 \rangle$.

La plupart des métaux et alliages sont susceptibles de se déformer par maclage aux grandes vitesses de déformation ou à basse température, conditions pour lesquelles le maclage est favorisé par rapport au glissement des dislocations. D'autres facteurs comme la contrainte, l'orientation cristalline, l'énergie de faute d'empilement ou la taille de grain, influencent le déclenchement du maclage. Le maclage est également un mécanisme de déformation particulièrement important dans les cristaux possédant un nombre de systèmes de glissement limité comme les alliages à base TiAl.

III. 1. 3. Superplasticité

La superplasticité est un phénomène apparaissant dans certains matériaux soumis à de fortes températures (typiquement $\geq 0,5 T_f$) et à des vitesses de déformation de l'ordre de 10^{-3} s^{-1} . Elle se manifeste par de très grandes déformations allant jusqu'à 4800 % en traction pour certains matériaux.

La superplasticité se corrèle avec un faible taux d'écroutissage et une grande sensibilité à la vitesse de déformation, définie par le coefficient n :

$$n = \left(\frac{\partial(\ln\sigma)}{\partial(\ln\dot{\epsilon})} \right)_{\epsilon_p, T}$$

Les valeurs de n sont généralement comprises entre 0 et 1. Celles proches de 0 correspondent à des matériaux non sensibles à la vitesse de déformation. Par contre celles proches de 1 correspondent à des matériaux visqueux pour lesquels la contrainte et la vitesse de déformation varient linéairement. Les matériaux superplastiques possèdent des valeurs de n comprises entre 0,3 et 0,8.

La microstructure joue un rôle dans la déformation superplastique. Une microstructure équiaxe possédant des grains de petite taille ($\leq 10 \mu\text{m}$) est favorable à l'apparition du phénomène de superplasticité. Le phénomène de superplasticité est le plus souvent observé dans des matériaux biphasés. Le mécanisme de déformation dominant dans la superplasticité est le glissement aux joints de grains. À basses températures, les joints de grains étant plus forts que les grains, la déformation se produit à l'intérieur des grains par glissement des dislocations, maclage et par blocage des dislocations par les joints de grains.

III. 2. Déformation des alliages à base TiAl

Dans les alliages à base TiAl biphasés, la déformation plastique se produit surtout dans la phase γ -TiAl. Cette étude bibliographique sera donc restreinte aux modes de déformation de cette phase.

III. 2. 1. Modes de déformation de la phase γ

Cette partie décrit les dislocations, leur dissociation et les défauts plans.

III. 2. 1. 1. Le glissement des dislocations parfaites

La déformation de la phase γ est fortement reliée à sa structure cristalline ordonnée de type $L1_0$. Trois types de dislocations ont été prédits de façon théorique [32, 33], puis expérimentalement identifiés par microscopie en transmission [13, 34-36]. Les vecteurs de Burgers possibles sont illustrés sur la figure I. 16. Ces vecteurs sont de type $\langle 100 \rangle$, $1/2\langle 110 \rangle$, $\langle 011 \rangle$ et $1/2\langle 112 \rangle$.

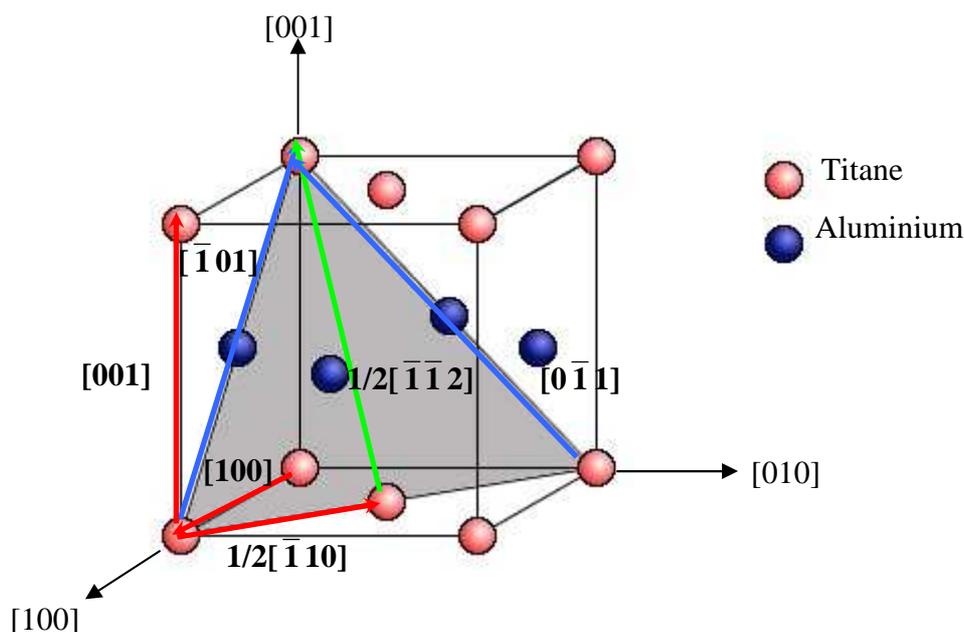


Figure I.16 : Vecteurs de Burgers des principales dislocations de la phase γ .

Les dislocations de type $\langle 100 \rangle$ et $1/2 \langle 110 \rangle$ sont appelées dislocations ordinaires et celles de type $\langle 011 \rangle$ et $1/2 \langle 112 \rangle$ sont des superdislocations. Les dislocations de vecteurs de Burgers du type $1/2 \langle 110 \rangle$, $\langle 011 \rangle$ et $1/2 \langle 112 \rangle$ ayant pour plans de glissement les plans compacts $\{111\}$ sont celles qui contribuent à la déformation plastique de la phase γ . Les dislocations de vecteurs de Burgers de type $\langle 100 \rangle$ ne semblent intervenir que pour des déformations à très hautes températures [13].

Dans la structure ordonnée $L1_0$ de la phase γ -TiAl, les superdislocations peuvent réduire leur énergie en se décomposant en dislocations possédant de plus petits vecteurs de Burgers [13]. Les nouvelles dislocations formées ne bordent pas de défaut plan et peuvent bouger indépendamment. La réaction de décomposition des dislocations $\langle 011 \rangle$ a été proposée par Greenberg [32] ; elle s'écrit :



Cette réaction de décomposition a été observée dans des alliages biphasés et triphasés déformés aussi bien à température ambiante qu'à haute température (800 °C) [13, 37-39].

III. 2. 1. 2. Les défauts plans

La réduction d'énergie dans la structure $L1_0$ peut s'effectuer également par la dissociation des dislocations ordinaires et des superdislocations dans leur plan de glissement $\{111\}$, donnant naissance à la formation de défauts plans. On distingue trois types de défauts plans :

- Les fautes d'empilement sans faute d'ordre :

Il s'agit de défauts purement géométriques qui n'affectent que la séquence d'empilement (ABCABC...) des plans denses $\{111\}$, sans modification de l'environnement chimique des atomes. Ils sont obtenus par cisaillement d'un vecteur $\mathbf{b}_3 = 1/6\langle 112 \rangle$ (Fig. I. 17) et sont dits alors intrinsèques (SISF : superlattice intrinsic stacking faults) ou d'un vecteur $2\mathbf{b}_3 = 1/3\langle 112 \rangle$ (Fig. I. 17) et sont alors extrinsèques (SESF : superlattice extrinsic stacking faults).

- Les parois d'antiphase (APB : antiphase boundaries) :

Ce sont des défauts purement chimiques ; elles correspondent à une modification de l'environnement chimique sans perturbation de la structure cristallographique. Elles sont créées par une translation de vecteur $1/2\langle 101 \rangle$.

- Les fautes d'empilement complexes (CSF : complex stacking faults) :

C'est une combinaison des fautes d'empilement sans faute d'ordre avec des parois d'antiphase. Elles sont créées par le passage de dislocations partielles de vecteur \mathbf{b}_1 et $\mathbf{b}_2 = 1/6\langle 211 \rangle$ (Fig. I. 17).

La figure I. 17 résume les vecteurs de déplacement associés aux défauts plans.

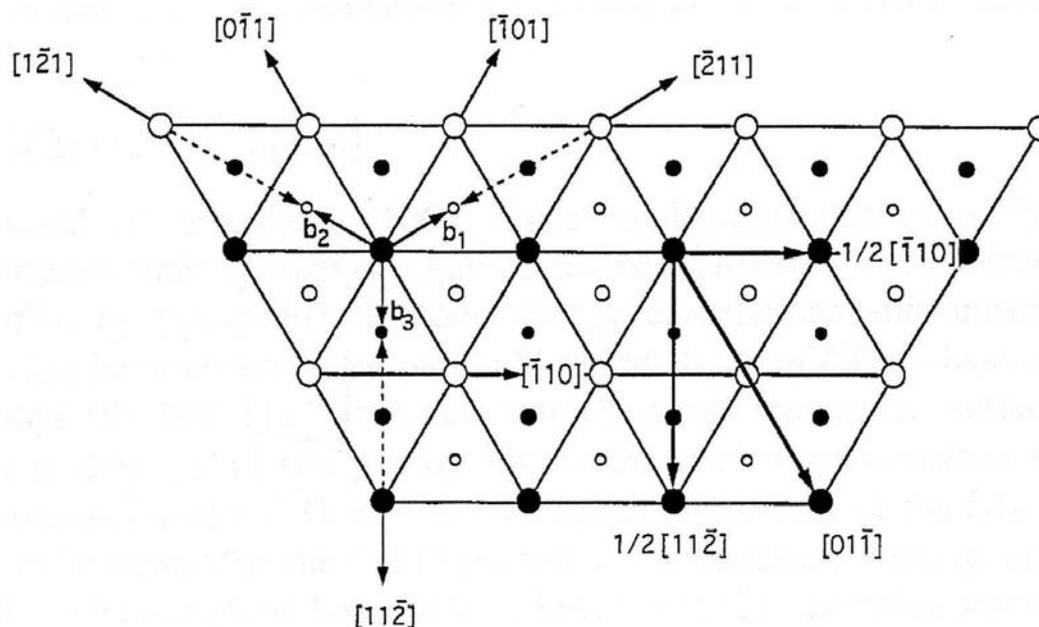


Figure I. 17 : Schéma des vecteurs de déplacement associés aux défauts plans. Trois plans de type (111) successifs sont représentés par des petits, moyens et grands cercles. Les cercles blancs correspondent aux atomes de Ti et les noirs aux atomes d'Al.

III. 2. 1. 3. Les dissociations des dislocations

Les dislocations ordinaires peuvent se dissocier en deux partielles de Shockley bordant une faute d'empilement complexe (CSF). L'énergie de CSF est tellement forte que cette

dissociation n'est jamais observée. Seules les dislocations $\langle 101 \rangle$ et $1/2\langle 112 \rangle$ peuvent se dissocier.

III. 2. 1. 4. Dislocations partielles et maclage

La déformation plastique de la phase γ -TiAl peut se réaliser par maclage mécanique associé à un cisaillement $1/6\langle 11\bar{2} \rangle\{111\}$, c'est-à-dire par glissement de dislocations de Shockley dans des plans octaédriques adjacents [34, 40, 41]. La figure I. 17 montre qu'il n'existe qu'un seul maclage vrai le long de $\mathbf{b}_3 = 1/6[11\bar{2}]$ sur le plan (111) qui n'altère pas la structure $L1_0$. Le cisaillement dans le sens inverse le long de $-2\mathbf{b}_3$ est appelé le mode complémentaire ou le mode anti-maclage. Les autres dislocations partielles désignées par \mathbf{b}_1 et \mathbf{b}_2 (Fig. I. 17) conduisent au pseudo-maclage [41]. Lorsque l'on considère les énergies d'interface des macles et les mobilités des différentes partielles citées ci-dessus, le maclage vrai est le mode dominant dans la déformation de γ [42, 43]. Il n'existe ainsi qu'un seul système de maclage par plan octaédrique.

III. 2. 2. Mécanismes de déformation de γ

Les premières observations en microscopie électronique à transmission ont été faites par Shechtman *et al.* en 1974 [34] sur un alliage polycristallin Ti – 54 at. % Al monophasé γ , testé en compression à température ambiante. De nombreuses dislocations de type $1/2[110]$ et $[101]$ ainsi que des fautes d'empilement ont été observées. Les fautes sont formées sur les plans $\{111\}$ et bordées par des dislocations du type $1/6[112]$. Le maclage du type (111) $[\bar{1}\bar{1}2]$ apparaît également dans les tous premiers instants du processus de déformation.

Cet alliage a ensuite été testé en traction par Lipsitt *et al.* en 1975 [35]. Les propriétés mécaniques observées évoluent lentement jusqu'à atteindre la température de 600-700 °C, au delà de laquelle les propriétés changent très rapidement jusqu'à 1000 °C. Il est conclu que la mobilité des dislocations partielles $1/6[112]$ contrôle la plasticité de TiAl. Ces dislocations partielles, principalement immobilisées aux températures inférieures à 630 °C, présentent une très grande activité au dessus de 700 °C. Ces mêmes partielles étant les dislocations de maclage, le maclage prend une très grande importance dans la déformation au dessus de 700 °C. Une transition fragile – ductile est mise en évidence entre 700 °C et 800 °C.

III. 2. 2. 1. Déformation des alliages TiAl monocristallins

Afin de mieux comprendre les différents processus de déformation de l'alliage à base TiAl, des observations ont été menées sur des échantillons monocristallins.

Kawabata *et al.* [44] ont effectué des essais de compression pour cinq orientations entre 20 °C et 1000 °C. La limite élastique augmente anormalement avec la température. La

position et l'amplitude du pic de limite élastique dépend de l'orientation de l'axe de sollicitation mécanique et donc du système de glissement activé. Les activités des dislocations ordinaires $1/2\langle 110 \rangle$ et des superdislocations $\langle 011 \rangle$ sont identiques en dessous du pic de température. Au dessus du pic, la mobilité des dislocations ordinaires est plus grande que celle des superdislocations.

Stucke *et al.* [45] ont étudié la déformation d'un alliage Ti – 56Al orienté [001] à 23 °C et 600 °C. Ils observent la présence d'une anomalie comme Kawabata *et al.* [45]. À 23 °C, la structure de déformation est dominée par le glissement de longues superdislocations [011] sur le plan $(11\bar{1})$ accompagné de nombreux dipôles fautés non présents à 600 °C. L'anomalie est attribuée à la formation de verrous de Kear – Wilsdorf par le glissement dévié des superdislocations vis des plans {111} aux plans {010}.

Inui *et al.* [46] ont également étudié le comportement d'un alliage monocristallin Ti - 56 at. % Al en compression entre – 196 °C et 1100 °C. Ils confirment la présence d'une anomalie élastique observée pour toutes les orientations étudiées. L'anomalie est attribuée au blocage des dislocations.

Ces premières études ont montré la présence d'une anomalie de limite élastique présente dans toutes les études de monocristaux de TiAl [44-56]. Cette anomalie se traduit par une augmentation anormale de la limite élastique avec la température.

Trois systèmes de glissement distincts ont été identifiés : le glissement ordinaire $1/2\langle 110 \rangle\{111\}$ et les superdislocations $1/2\langle 112 \rangle\{111\}$ et $\langle 011 \rangle\{111\}$. Seul Inui [46] a détecté la présence de maclage à haute température (1000 °C) et pour l'orientation [001].

Tous les auteurs ont trouvé une anomalie de contrainte associée le plus souvent soit avec le glissement $\langle 011 \rangle\{111\}$ [45-47, 50, 52, 56], soit avec le glissement ordinaire [46, 49, 54-56], soit plus rarement avec le glissement $1/2\langle 112 \rangle\{111\}$ [53]. La position du pic de contrainte, son amplitude et le système de glissement activé dépendent de l'orientation du monocristal.

La discussion sur les différentes origines de l'anomalie de contrainte sera faite au paragraphe III. 2. 2. 3.

III. 2. 2. 2. Déformation des alliages TiAl polycristallins monophasés et biphasés

Comme dans les monocristaux, les polycristaux monophasés γ se déforment à 20 °C principalement par glissement des superdislocations $\langle 101 \rangle$ mais aussi par glissement des dislocations ordinaires $1/2\langle 110 \rangle$ et plus rarement par glissement des superdislocations $1/2\langle 112 \rangle$ [57-62].

Les superdislocations $\langle 101 \rangle$ sont observées sous forme dissociée. La dissociation consiste en trois partielles bordant deux défauts de nature différente, une SISF et une APB. À température ambiante, la dissociation est coplanaire et se situe dans le plan de glissement $\{111\}$. De nombreux dipôles fautés sont observés.

À 600 °C, les superdislocations sont dissociées en partie sur les plans $\{100\}$ correspondant à des verrous de Kear – Wilsdorf et restent bloquées. Peu de dipôles fautés sont observés.

Les dislocations ordinaires sont rectilignes, allongées selon leur direction vis et fréquemment épinglées. Dans les alliages monophasés, leur activité est faible à température ambiante mais devient importante à haute température.

La déformation par maclage dans les monocristaux n'a été observée qu'une seule fois par Inui [46] dans des conditions particulières : à haute température (1000 °C) et pour l'orientation $[001]$ du monocristal. Par contre, dans les polycristaux, le maclage est plus fréquemment observé mais n'est pas le mode de déformation principal [57-60].

Dans les alliages biphasés ($\alpha_2 + \gamma$), la déformation se produit principalement dans la phase γ . La présence de la deuxième phase α_2 augmente la ductilité de l'alliage [63].

Huang *et al.* [57, 59] ont étudié les modes de déformation d'alliages à base TiAl contenant entre 46 et 60 at. % d'Al. L'alliage contenant 48 at. % d'Al est biphasé de microstructure duplexe composée de grains γ et d'îlots lamellaires ($\alpha_2 + \gamma$). L'alliage contenant 52 at. % d'Al est monophasé γ . La déformation de ces deux alliages est observée à température ambiante et à haute température. Les grains γ dans l'alliage duplex contiennent de nombreuses macles sur les plans $\{111\}$. Des dislocations, de type $1/2\langle 110 \rangle$ en majorité, sont observées entre les macles. Les régions lamellaires biphasées participent également à la déformation par le glissement de dislocations dans les lamelles γ et le long des interfaces lamellaires. L'alliage monophasé se comporte comme ce qui a déjà été dit auparavant : très peu de maclage, une majorité de superdislocations $\langle 101 \rangle$. Ainsi les mécanismes de déformation des alliages monophasés et biphasés sont différents.

Dans les matériaux biphasés, la déformation se produit principalement par glissement de dislocations ordinaires $1/2\langle 110 \rangle$ et par maclage $1/6\langle 112 \rangle\{111\}$ et, contrairement aux alliages monophasés, les superdislocations $\langle 101 \rangle$ sont peu observées [57, 59, 62, 64-68]. Des fautes d'empilement et des superdislocations $1/2\langle 112 \rangle$ sont quelquefois observées [64, 65, 69].

Dans les alliages entièrement lamellaires comme les cristaux PST (polysynthetically twinned), le maclage est le mode de déformation principal qui peut être activé facilement. Il est suivi par le glissement des dislocations ordinaires $1/2\langle 110 \rangle$ puis par le glissement des superdislocations $\langle 101 \rangle$ [69-76].

III. 2. 2. 3. Origine de l'anomalie mécanique

L'anomalie de contrainte est caractérisée par une augmentation de la contrainte d'écoulement avec la température. Elle se manifeste dans de nombreux composés intermétalliques de structures cristallines de type $L1_0$ (TiAl), $L1_2$ (Ni_3Al) ou B2 (FeAl), mais aussi dans les métaux à structure hexagonale tel que le Be.

L'anomalie de contrainte dans les composés à base TiAl est attribuée au comportement des dislocations mobiles. Il a été établi que trois systèmes de glissement sont possibles : le glissement ordinaire $1/2\langle 110 \rangle\{111\}$ et celui des superdislocations $1/2\langle 112 \rangle\{111\}$ et $\langle 011 \rangle\{111\}$. L'anomalie de contrainte est associée le plus souvent au glissement $\langle 011 \rangle\{111\}$ [45-47, 50, 52, 56], ou au glissement ordinaire [46, 49, 54-56]. L'anomalie associée au glissement $1/2\langle 112 \rangle\{111\}$ a été très rarement observée [53].

- Cas des alliages déformé par glissement simple $\langle 110 \rangle\{111\}$

Il a été établi que l'allure des dislocations ordinaires dépend fortement de la température de déformation. La présence de points d'épinglage le long de ces dislocations et leur densité augmentent avec la température [77, 78]. Deux hypothèses sont avancées à ce jour pour expliquer l'augmentation de la limite élastique avec la température : une première hypothèse met en jeu les propriétés « intrinsèques » du cœur des dislocations ordinaires, une deuxième hypothèse « extrinsèque » relate l'interaction de ces dislocations avec des obstacles de la matrice.

L'hypothèse « intrinsèque » est supportée par différents auteurs [77, 78] expliquant la présence des points d'épinglage par des phénomènes de glissements déviés des dislocations. L'anomalie implique que la densité de ces points d'épinglage augmente avec la température. Afin d'expliquer la chute des contraintes après le pic d'anomalie, ces auteurs proposent qu'au delà de 600 °C, une montée de dislocations est possible et conduit alors à l'adoucissement du matériau.

Dans l'hypothèse « extrinsèque », les dislocations mobiles s'épinglent et se bloquent sur de petits obstacles qui peuvent être de différentes natures : des atomes d'oxygène [79, 80], des précipités d' Al_2O_3 [81] ou de petits paquets de domaines d'ordre [80, 82, 83]. Une théorie présentée par Morris [84, 85] propose que l'anomalie de contrainte soit le résultat d'une augmentation du maclage avec la température, augmentant ainsi le nombre d'intersections de macles. Chaque intersection produit des dislocations glissant dans un plan différent et appartenant à la forêt de dislocations. De ce fait, l'accroissement de la température augmente la densité des dislocations de la forêt sur lesquelles les dislocations du système primaire vont s'épingler. À plus haute température, la montée des dislocations leur permettent de franchir ces obstacles faisant ainsi chuter la contrainte.

- Cas des alliages déformés par glissement des superdislocations $1/2\langle 011 \rangle\{111\}$

L'accroissement de la contrainte d'écoulement sous le mode $\langle 011 \rangle\{111\}$ est la conséquence d'une modification thermo-activée de la structure fine des superdislocations vis $\langle 011 \rangle$ [13, 45, 46, 52]. À basse température la dissociation des superdislocations est coplanaire et glissile. Par contre, quand la température augmente, cette dissociation devient tridimensionnelle et sessile provoquant ainsi l'anomalie de contrainte.

III. 3. Comportement mécanique et déformation des alliages à base TiAl aux grandes vitesses de déformation

L'étude du comportement mécanique des alliages à base TiAl aux grandes vitesses de déformation est encore assez limitée à ce jour.

Gray III fut un des premiers à étudier le comportement mécanique et la microstructure de déformation des alliages à base TiAl aux grandes vitesses de déformation. Dans une étude sur un alliage duplex de type Ti-48Al-1V [86], le comportement mécanique a été testé dans de larges domaines de déformation (de 10^{-3} s^{-1} à $7,5 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$) et de température allant de 25 °C à 700 °C . L'étude a montré une augmentation du taux d'érouissage avec la vitesse de déformation et une sensibilité à la vitesse de déformation, n , égale à 0,029. La contrainte d'écoulement diminue avec la température et ne présente aucune anomalie contrairement à ce qui est observé dans d'autres alliages du même type. Ce comportement est attribué à la forte teneur en carbone. La microstructure observée, à une déformation de 0,2, après une compression quasistatique à 25 °C montre des débris de dislocations du type $\{111\}1/2\langle 110 \rangle$, des fautes d'empilement, mais pas de superdislocations. En augmentant la vitesse de déformation, on augmente la densité de maclage et de débris. Lorsqu'on augmente la température, la densité de macles et son nombre de variantes augmentent.

Maloy et Gray III [87, 88] ont par la suite entrepris une étude complète de la déformation à grande vitesse de déformation d'un alliage Ti-48Al-2Nb-2Cr à microstructure duplexe. L'influence de la vitesse de déformation a été étudiée en la faisant varier entre 10^{-3} et $2 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$ à des températures comprises entre -196 et 1100 °C . Les résultats mécaniques montrent une augmentation du taux d'érouissage quand on passe de 10^{-3} à $2 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$ et de 25 à -196 °C . Une augmentation anormale de la contrainte d'écoulement à 5 % de déformation à $2 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$ a été observée entre 600 °C et 1100 °C .

La microstructure de déformation à $2 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$ et à 25 °C a montré la présence de macles et de dislocations $1/2\langle 110 \rangle$ dans certains grains et uniquement des dislocations de type $\langle 101 \rangle$ et $1/2\langle 110 \rangle$ dans d'autres grains.

À des températures supérieures à 25 °C , les macles sont uniformément réparties dans les grains. Les dislocations $\langle 101 \rangle$, courbées à 25 °C , s'allongent selon leur direction vis quand

on augmente la température : elles effectuent un glissement dévié vers les plans {010} et s'épinglent, augmentant ainsi la densité de la forêt de dislocations. Le comportement des superdislocations peut expliquer l'augmentation anormale de la contrainte avec la température.

Aux températures supérieures à 600 °C, des différences ont été observées à faible et grande vitesse de déformation. À 10^{-3} s^{-1} , les superdislocations disposeraient d'assez de temps pour se libérer par activation thermique faisant ainsi diminuer la contrainte. Par contre, à $2 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$, la montée n'ayant pas le temps de se produire, la contrainte continue à augmenter jusqu'à 1100 °C.

La grande différence entre la déformation à faible et forte vitesse de déformation réside dans le maclage. Une augmentation de la densité de macles et du nombre de variantes dans un seul grain est observée quand on augmente la vitesse de déformation. Ce grand nombre de macles permet d'expliquer le plus grand taux d'érouissage à $2 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$.

Jin *et al.* [89-91] ont ensuite effectué une étude très approfondie du comportement mécanique d'un alliage duplex (Ti-46,5Al-2Cr-3Nb-0,2W) en faisant varier la vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} à $2 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$ dans un domaine de température compris entre -196 °C et 1200 °C.

Aux faibles vitesses de déformation (10^{-3} s^{-1}), trois régimes ont été observés :

- aux températures inférieures à 800 °C :
 - augmentation de la contrainte avec la déformation,
 - érouissage : la déformation est dominée par des processus d'accumulation de dislocations à l'intérieur des grains sans recristallisation dynamique.
- entre 800 °C et 1100 °C :
 - saturation de la contrainte atteinte,
 - érouissage : déformation à l'intérieur des grains avec recristallisation.
- aux températures supérieures à 1100 °C :
 - grande sensibilité à la vitesse de déformation ($n > 0,3$),
 - taux d'érouissage quasi nul,
 - superplasticité : mécanisme de déformation dominant : la déformation est dominée par le glissement aux joints de grains (GBS).

De plus, aucune présence d'une anomalie de contrainte n'a été observée à 10^{-3} s^{-1} .

Aux grandes vitesses de déformation ($2 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$), les courbes contrainte-déformation sont quasi-parallèles. Entre -196 °C et 1085 °C, la réponse de l'alliage à la déformation est contrôlée par l'érouissage, c'est-à-dire par une déformation à l'intérieur des grains. Par contre, la présence d'une anomalie de contrainte d'écoulement est observée entre 600 °C et 800 °C.

Dans cette étude, aucune observation microstructurale n'a été effectuée.

Enfin, une étude récente effectuée par Jin *et al.* [92] a montré la déformation d'un alliage entièrement lamellaire de type PST à $3 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$ et 800 °C . Les résultats de cette étude montrent que la déformation se fait soit par glissement de dislocations ordinaires, soit par maclage mécanique, et dépend de l'orientation de l'échantillon, c'est-à-dire de la position des interfaces lamellaires par rapport à l'axe de compression de l'éprouvette.

Pour conclure, les caractéristiques principales observées lors des études menées sur des alliages à base TiAl en compression dynamique sont :

- le taux d'écroutissage augmente quand on passe d'une vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} à $2 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$,
- l'apparition de microfissures en compression dynamique,
- une augmentation anormale de la limite élastique et/ou de la contrainte d'écoulement avec la température en compression dynamique,
- apparition d'une superplasticité pour les alliages duplex aux faibles vitesses de déformation et pour les températures élevées ($>1100 \text{ °C}$),
- la microstructure de déformation est caractérisée par la présence de macles, d'une majorité de dislocations ordinaires et de superdislocations,
- l'accroissement de la vitesse de déformation a pour effet d'augmenter la densité de dislocations, la densité de macles et le nombre de variantes de macles,
- l'augmentation de la température accroît la densité et le nombre de variantes de macles et change la morphologie des superdislocations.

Références bibliographiques

- [1] Y.-W. Kim, *Intermetallic Alloys Based on Gamma Titanium Aluminide*, Journals of Metals **41** (1989) 24
- [2] Y.-W. Kim, *Ordered Intermetallic Alloys, Part III: Gamma Titanium Aluminides*, Journals of Metals **46** (1994) 30
- [3] M. Wickert, V. Hohler, E. Schneider, J. Faerber, *Ballistic performance of gamma-TiAl in comparison to Ti-6Al-4V*, 20th international symposium on ballistics, Orlando, FL (2002)
- [4] J. L. Murray, *Al-Ti (Aluminium-Titanium)*, A. T. B. Massalski, Serie: Binary Alloy Phase Diagrams **2** (1986) 173
- [5] J. L. Murray, *Calculation of the Titanium-Aluminium Phase Diagram*, Metallurgical Transactions A **19A** (1988) 243
- [6] J. J. Valencia, C. McCullough, C. G. Levi, R. Mehrabian, *Microstructure evolution during conventional and rapid solidification of a Ti-50 at. % Al alloy*, Scripta Metallurgica **21** (1987) 1341
- [7] C. McCullough, J. J. Valencia, H. Mateos, C. G. Levi, R. Mehrabian, K. A. Rhyne, *The high temperature α field in the Titanium-Aluminium phase diagram*, Scripta Metallurgica **22** (1988) 1131
- [8] C. McCullough, J. J. Valencia, C. G. Levi, R. Mehrabian, *Phase equilibria and solidification in Ti-Al alloys*, Acta Metallurgica **37** (1989) 1321
- [9] S. C. Huang, P. A. Siemers, *Characterization of the high-temperature phase fields near stoichiometric γ TiAl*, Metallurgical Transactions A **20A** (1989) 1899
- [10] E. L. Hall, S. C. Huang, *Microstructures of rapidly-solidified binary TiAl alloys*, Acta Metallurgica et Materialia **38** (1990) 539
- [11] M. Potzschke, K. Schubert, z. Metallkunde **56** (1965) 44

- [12] A. Denquin, *Étude des transformations de phase et approche du comportement mécanique des alliages biphasés à base de TiAl : une contribution au développement de nouveaux alliages intermétalliques*, Thèse de doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille, (1994)
- [13] G. Hug, A. Loiseau, P. Veysseyre, *Weak-beam observation of a dissociation transition in TiAl*, *Philosophical Magazine A* **57** (1988) 499
- [14] S. C. Huang, J. C. Chessnut, in *Intermetallic Compounds – Principles and Practice*, Vol. 2, Eds: J. H. Westbrook, R. L. Fleischer, Wiley, UK (1994), 73
- [15] S. L. Semiatin, V. Seetharaman, *Deformation and microstructure development during hot-pack rolling of a near-gamma titanium aluminide alloy*, *Metallurgical and Materials Transactions A* **26A** (1995) 371
- [16] D. M. Dimiduk, V. K. Vasudevan, *Isothermal and continuous cooling decomposition of alpha and beta phases in gamma titanium aluminides*, *Gamma Titanium Aluminides 1999*, Ed. Y.-W. Kim, D. M. Dimiduk, M. H. Loretto, TMS, Warrendale, PA, (1999), 239
- [17] R. Wagner, F. Appel, D. Dogan, P. J. Ennis, U. Lorenz, J. Müllauer, H. P. Nicolai, W. Quadakkers, L. Singheiser, W. Smarsly, W. Vaidya, K. Wurzwallner, *Investment casting of gamma – TiAl – based alloys: microstructure and data base for turbine applications*, *Gamma Titanium Aluminides*, Ed. Y.-W. Kim, R. Wagner, M. Yamaguchi, TMS, Warrendale, PA, (1995), 387
- [18] S. C. Huang, *Alloying Considerations in Gamma-Based Alloys*, *Structural Intermetallics*, Ed. R. Darolia, J. J. Lewandowski, C. T. Liu, P. L. Martin, D. B. Miracle, M. V. Nathal, TMS, Warrendale, PA (1993), 299
- [19] R. Kainuma, I. Ohnuma, K. Ishida, K. Ishikawa, *Stability of B2 ordered phase in the Ti-rich portion of Ti-Al-Cr and Ti-Al-Fe ternary systems*, *Intermetallics* **8** (2000) 869
- [20] N. Masahashi, Y. Mizuhara, *APFIM study of β and γ microduplex TiAl intermetallic alloy*, *Materials Science and Engineering A* **223** (1997) 29
- [21] M. F. Stroosnijder, V. A. C. Haanappel, H. Clemens, *Oxidation behaviour of TiAl-based intermetallics – influence of heat treatment*, *Materials Science and Engineering A* **239-240** (1997) 842

- [22] Y.-W. Kim, *Recent advances in gamma titanium aluminide alloys*, High-Temperature Ordered Intermetallic Alloys. IV, Boston, MA, USA **213** (1991) 777
- [23] A. Denquin and S. Naka, *Phase transformation mechanisms involved in two-phase TiAl-based alloys-I. Lamellar structure formation*, Acta Materialia **44** (1996) 343
- [24] J. M. Howe, U. Dahmen, R. Gronsky, *Atomic mechanisms of precipitate plate growth*, Philosophical Magazine A **56** (1987) 31
- [25] H. Aaronson, *Atomic mechanisms of diffusional nucleation and growth and comparisons with their counterparts in shear transformations*, Metallurgical Transactions A **24A** (1993) 241
- [26] R. D. Doherty, *Physical Metallurgy, Chapter 14: Diffusive Phase Transformations in the Solid State*, Ed. R. W. Cahn, P. Haasen, Elsevier Science Publisher BV, (1983)
- [27] S. C. Huang, J. C. Chesnutt, *Gamma TiAl and its alloys*, Intermetallic Compounds, Principles and Practice, Vol. 2, Ed. J. H. Westbrook, R. L. Fleischer, J. Wiley, TMS, Warrendale, PA, (1994), 73
- [28] Y.-W. Kim, *Microstructural evolution and mechanical properties of a forged gamma titanium aluminide alloy*, Acta Metallurgica et Materialia **40** (1992) 1121
- [29] H. Oikawa, K. Maruyama, *Creep behavior of single-phase and two-phase TiAl binary alloys*, Gamma Titanium Aluminides, Ed. Y.-W. Kim, R. Wagner, M. Yamaguchi, TMS, Warrendale, PA, (1995), 919
- [30] Y.-W. Kim, *Effects of microstructure on the deformation and fracture of γ -TiAl alloys*, Materials Science and Engineering A **192/193** (1995) 519
- [31] E. Orowan, *Dislocations in metals*, Transactions of Metallurgical Society of AIME, (1954), New York
- [32] B. A. Greenberg, *New Types of Superdislocations in Ordered $L1_0$ Structure*, Physical Status Solidi B **55** (1973) 59
- [33] B. A. Greenberg, *Splitting of Superdislocations in Ordered CuAu-Type Structure*, Physical Status Solidi **42** (1970) 459

- [34] D. Shechtman, M. J. Blackburn, H. A. Lipsitt, *The plastic deformation of TiAl*, Metallurgical Transactions **5** (1974) 1373
- [35] H. A. Lipsitt, D. Shechtman, R. E. Schafrik, *The deformation and fracture of TiAl at elevated temperatures*, Metallurgical Transactions A **6A** (1975) 1991
- [36] G. Hug, A. Loiseau, A. Lasalmonie, *Nature and dissociation of the dislocations in TiAl deformed at room temperature*, Philosophical Magazine A **54** (1986) 47
- [37] Z. X. Li, J. Y. Kim, S. H. Whang, *Decomposition of superdislocations via interaction with ordinary dislocations in gamma-titanium aluminides*, Scripta Metallurgica et Materialia **25** (1991) 2595
- [38] Y. G. Zhang, M. C. Chaturvedi, C. Q. Chen, *Transmission electron microscopy observations of <101> superdislocation decomposition in Ti-Al deformed at - 196 °C*, Philosophical Magazine A **67** (1993) 979
- [39] T. Hanamura, M. Tanino, *A new type of twinning in TiAl-2 wt. % Mn intermetallic compound*, Journal of Materials Science Letters **8** (1989) 24
- [40] J. W. Christian, D. E. Laughlin, *The deformation twinning of superlattice structures derived from disordered b.c.c. or f.c.c. solid solutions*, Acta Metallurgica **37** (1988) 1617
- [41] M. H. Yoo, C. L. Fu, J. K. Lee, *Deformation Twinning in Ordered Intermetallic Compound*, High-Temperature Ordered Intermetallic Alloys III, Material Research Society Symposium Proceedings, Ed. C. T. Liu, A. I. Taub, N. S. Stoloff, C. C. Koch, Boston, (1989), 189
- [42] M. H. Yoo, *Deformation twinning in superlattice structures*, Acta Journal of Materials Research **4** (1989) 50
- [43] M. H. Yoo, C. L. Fu, J. K. Lee, *Elastic Properties of Twin Dislocations in Titanium Aluminides*, Twinning in Advanced Materials, Ed. M. H. Yoo, M. Wuttig, TMS, Pittsburgh, PA (1994), 97
- [44] T. Kawabata, T. Kanai, O. Izumi, *Positive temperature dependence of the yield stress in TiAl L1₀ type superlattice intermetallic compound single crystals at 293-1273 K*, Acta Metallurgica **33** (1985) 1355

- [45] M. A. Stucke, V. K. Vasudevan, D. M. Dimiduk, *Deformation behavior of [001] Ti-56Al single crystals*, Materials Science and Engineering A **192/193** (1995) 111
- [46] H. Inui, M. Matsumuro, D.-H. Wu, M. Yamaguchi, *Temperature dependence of yield stress, deformation mode and deformation structure in single crystals of TiAl (Ti-56 at. % Al)*, Philosophical Magazine A **75** (1997) 395
- [47] Z. M. Wang, Z. X. Li, S. H. Whang, *Two independent strain hardening mechanisms in single-crystal γ -Ti-56Al compound*, Materials Science and Engineering A **192/193** (1995) 211
- [48] M. Zupan, K. J. Hemker, *Yielding behavior of aluminium-rich single crystalline γ -TiAl*, Acta Materialia **51** (2003) 6277
- [49] K. Hayashi, T. Nakano, Y. Umakoshi, *Plastic deformation behaviour and deformation substructure in Al-rich TiAl single crystals deformed at high temperatures*, Science and Technology of Advanced Materials **2** (2001) 433
- [50] F. Grégori, P. Veyssi re, *A microstructural analysis of Al-rich γ -TiAl deformed by $\langle 011 \rangle$ dislocations*, Materials Science and Engineering A **309-310** (2001) 87
- [51] F. Grégori, P. Penhoud, P. Veyssi re, *Extrinsic factors influencing the yield stress anomaly of Al-rich γ -TiAl*, Philosophical Magazine A **81** (2001) 529
- [52] S. Jiao, N. Bird, P. B. Hirsch, G. Taylor, *Yield stress anomalies in single crystals of Ti-54.5 at. % Al. I. Overview and $\langle 011 \rangle$ superdislocation slip*, Philosophical Magazine A **78** (1998) 777
- [53] S. Jiao, N. Bird, P. B. Hirsch, G. Taylor, *Yield stress anomalies in single crystals of Ti-54.5 at. % Al. II. $\frac{1}{2}[\bar{1}12](\bar{1}\bar{1}1)$ slip*, Philosophical Magazine A **79** (1999) 609
- [54] S. Jiao, N. Bird, P. B. Hirsch, G. Taylor, *Yield stress anomalies in single crystals of Ti-54.5 at. % Al. III. Ordinary slip*, Philosophical Magazine A **81** (2001) 213
- [55] Q. Feng, S. H. Whang, *Cross-slip and glide behavior of ordinary dislocations in single crystal γ -Ti-56Al*, Intermetallics **7** (1999) 971

- [56] F. Grégori, *Plasticité de l'alliage γ TiAl: rôle des dislocations ordinaires et superdislocations dans l'anomalie de limite d'élasticité*, Thèse de doctorat, Université Paris 6, Paris, (1999)
- [57] S. C. Huang, E. L. Hall, *Plastic deformation and fracture of binary TiAl-base alloys*, Metallurgical Transactions A **22A** (1991) 427
- [58] S. A. Court, V. K. Vasudevan, H. L. Fraser, *Deformation mechanisms in the intermetallic compound TiAl*, Philosophical Magazine A **61** (1990) 141
- [59] S. C. Huang, E. L. Hall, *On the temperature dependence of yield stress in TiAl base alloys*, Scripta Metallurgica et Materialia **25** (1991) 1805
- [60] K. Chaudhuri, S. Das, *Deformation microstructures of Ti-52 at. % Al-3 at. % V alloy*, Philosophical Magazine A **67** (1993) 143
- [61] S. Sriram, V. K. Vasudevan, D. M. Dimiduk, *Dislocation structures and deformation behaviour of Ti-50/52Al alloys between 77 and 1173 K*, Materials Science and Engineering A **192/193** (1995) 217
- [62] G. B. Viswanathan, M. J. Mills, V. K. Vasudevan, *Microstructural effects on the tensile properties and deformation behavior of a Ti-48Al gamma titanium aluminide*, Metallurgical and Materials Transactions A **34A** (2003) 2113
- [63] T. Kawabata, M. Tadano, O. Izumi, *Effect of purity and second phase on ductility of TiAl*, Scripta Metallurgica **22** (1988) 1725
- [64] V. K. Vasudevan, S. A. Court, P. Kurath, H. L. Fraser, *Effect of purity on the deformation mechanisms in the intermetallic compound TiAl*, Scripta Metallurgica **23** (1989) 907
- [65] S. C. Huang, E. L. Hall, *Characterization of the effect of vanadium additions to TiAl base alloys*, Acta Metallurgica et Materialia **39** (1991) 1053
- [66] M. H. Yoo, *Twinning and mechanical behavior of titanium aluminides and other intermetallics*, Intermetallics **6** (1998) 597

- [67] W. T. Marketz, F. D. Fischer, F. Kauffmann, G. Dehm, T. Bidlingmaier, A. Wanner, H. Clemens, *On the role of twinning during room temperature deformation of γ -TiAl based alloys*, Materials Science and Engineering A **329-331** (2002) 177
- [68] G. L. Chen, L. C. Zhang, *Deformation mechanism at large strains in a high-Nb-containing TiAl at room temperature*, Materials Science and Engineering A **329-331** (2002) 163
- [69] H. Inui, A. Nakamura, M. H. Oh, M. Yamaguchi, *Deformation structures in Ti-rich TiAl polysynthetically twinned crystals*, Philosophical Magazine A **66** (1992) 557
- [70] J. Seeger, H. Mecking, *Plane strain deformation mechanism in lamellar Ti-48 at % Al*, Scripta Metallurgica et Materialia **29** (1993) 13
- [71] S. Das, K. Chaudhuri, *Deformation microstructures of γ -TiAl in the Ti-46Al-2V*, Scripta Metallurgica et Materialia **32** (1995) 201
- [72] L. Parrini, *Influence of the temperature on the plastic deformation in TiAl*, Metallurgical and Materials Transactions A **30A** (1999) 2865
- [73] M. Kempf, M. Göken, H. Vehoff, *The mechanical properties of different lamellae and domains in PST-TiAl investigated with nanoindentations and atomic force microscopy*, Materials Science and Engineering A **329-331** (2002) 184
- [74] J. Y. Kim, Y. D. Hahn, S. H. Whang, *Dislocation structure in γ phase grains of Ti₅₅Al₄₅ alloy*, Scripta Metallurgica et Materialia **25** (1991) 543
- [75] H. Inui, K. Kishida, M. Misaki, M. Kobayashi, Y. Shirai, M. Yamaguchi, *Temperature dependence of yield stress, tensile elongation and deformation structures in polysynthetically twinned crystals of Ti-Al*, Philosophical Magazine A **72** (1995) 1609
- [76] K. F. Yao, H. Inui, K. Kishida, M. Yamaguchi, *Plastic deformation of V- and Zr-alloyed PST TiAl in tension and compression at room temperature*, Acta Metallurgica et Materialia **43** (1995) 1075
- [77] B. Viguier, K. J. Hemker, J. Bonneville, F. Louchet, J.-L. Martin, *Modelling the flow stress anomaly in γ -TiAl. I. Experimental observations of dislocation mechanisms*, Philosophical Magazine A **71** (1995) 1295

- [78] S. Sriram, D. M. Dimiduk, P. M. Hazzledine, V. K. Vasudevan, *The geometry and nature of pinning points of $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ unit dislocations in binary TiAl alloys*, Philosophical Magazine A **76** (1997) 965
- [79] M. A. Morris, *Dislocation mobility, ductility and anomalous strengthening of two-phase TiAl alloys: effects of oxygen and composition*, Intermetallics **4** (1996) 417
- [80] S. Zghal, A. Menand, A. Couret, *Pinning points anchoring ordinary and Shockley dislocations in TiAl alloys*, Acta Materialia **46** (1998) 5899
- [81] U. Messerschmidt, M. Bartsch, D. Haussler, M. Aindow, R. Hattenhauer, I. Jones, *Dislocation motion in gamma TiAl studied by in situ straining experiments in the HVEM*, High-Temperature Ordered Intermetallic Alloys VI. Part 1, Boston, MA, USA **364** (1995) 47
- [82] B. J. Inkson, *On a mechanism of $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ and $\frac{1}{2}\langle 112 \rangle$ dislocation pinning in γ TiAl*, Scripta Materialia **35** (1996) 967
- [83] D. Häussler, U. Messerschmidt, M. Bartsch, F. Appel, R. Wagner, *In situ high-voltage electron microscope deformation study of a two-phase ($\alpha_2 + \gamma$) Ti-Al alloy*, Materials Science and Engineering A **233** (1997) 15
- [84] M. A. Morris, *Dislocation configurations in two phase TiAl alloys. II. Structures after compression*, Philosophical Magazine A **68** (1993) 259
- [85] M. A. Morris, *Dislocation configurations in two-phase Ti-Al alloys. III. Mechanisms producing anomalous flow stress dependence on temperature*, Philosophical Magazine A **69** (1994) 129
- [86] G. T. Gray III, *Influence of strain rate on the structure/property behavior of Ti-48Al-IV*, Microstructure/Property Relationships in Titanium Aluminides and Alloys, Ed. Y.-W. Kim, R. R. Boyer, TMS, Warrendale, PA, (1991), 263
- [87] S. A. Maloy, G. T. Gray III, *High strain rate deformation of Ti-48Al-2Nb-2Cr*, Acta Materialia **44** (1996) 1741
- [88] S. A. Maloy, G. T. Gray III, *High strain rate deformation of Ti-48Al-2Nb-2Cr in the duplex morphology*, Gamma Titanium Aluminides, Ed. Y.-W. Kim, R. Wagner, M. Yamaguchi, TMS, Warrendale, PA, (1995), 307

[89] Z. Jin, C. Cady, G. T. Gray III, Y.-W. Kim, *Mechanical behavior of a fine-grained duplex γ -TiAl alloy*, Metallurgical and Materials Transactions A **31A** (2000) 1007

[90] Z. Jin, C. Cady, G. T. Gray III, Y.-W. Kim, *Mechanical response and microcrack formation in a fine-grained duplex TiAl at different strain rates and temperatures*, Deformation and Fracture of Ordered Intermetallic Materials III, Ed. W. O. Soboyejo, T. S. Srivatsan, H. L. Fraser, TMS, Warrendale, PA, (1996), 101

[91] Z. Jin, G. T. Gray III, Y.-W. Kim, M. Yamaguchi, *Mechanical behavior and microcrack formation in γ -TiAl alloys as a function of strain rate and temperature*, Structural Intermetallics 1997, Ed. M. V. Nathal, R. Darolia, C. T. Liu, P. L. Martin, D. B. Miracle, R. Wagner, M. Yamaguchi, TMS, Warrendale, PA (1997), 225

[92] Z. Jin, G. T. Gray III, M. Yamaguchi, *Deformation of a $45^\circ \langle \bar{3}21 \rangle$ oriented polysynthetically twinned TiAl crystal at high strain rate and high temperature*, Philosophical Magazine A **80** (2000) 49

CHAPITRE II

METHODES EXPERIMENTALES
PRESENTATION DU MATERIAU

Introduction

Ce chapitre est consacré d'une part à la présentation des techniques de caractérisation mécanique et microstructurale, et d'autre part, à la présentation du matériau sélectionné pour cette étude.

La caractérisation mécanique a été effectuée essentiellement par compression à faibles ($\dot{\epsilon}=10^{-3} \text{ s}^{-1}$) et à grandes ($\dot{\epsilon}=2.10^3 \text{ s}^{-1}$) vitesses de déformation, dans un domaine de température allant de $-196 \text{ }^\circ\text{C}$ à $600 \text{ }^\circ\text{C}$. Après les différentes sollicitations thermiques et mécaniques, l'évolution microstructurale a été suivie par différentes techniques d'observation et de caractérisation telles que la microscopie électronique par transmission, la microscopie électronique à balayage, la microsonde, la diffraction des rayons X et des électrons.

I. Caractérisation mécanique en compression

Les essais de compression ont été effectués avec deux gammes de vitesses de déformation : les basses vitesses (entre 10^{-5} et 10^{-2} s^{-1}) et les grandes vitesses de déformation (entre 10^2 et 10^4 s^{-1}). Pour chaque gamme de vitesses, un appareillage spécifique a été utilisé.

Les éprouvettes utilisées au cours des essais de compression sont de forme cylindrique. La longueur L et le diamètre D sont maintenus dans un rapport $L/D = 1,5$. Cependant, pour atteindre des vitesses de déformation élevées aux barres d'Hopkinson, il est nécessaire d'utiliser des éprouvettes de faible longueur.

Pour réduire les frottements aux interfaces entre l'éprouvette et les barres, et ainsi retarder la mise en tonneau de l'éprouvette, un lubrifiant spécifique, à base de graisse, est utilisé.

Les éprouvettes de l'étude possèdent une longueur et un diamètre de 6 mm.

I. 1. Compression quasistatique

Les essais de compression aux faibles vitesses de déformation sont appelés essais de compression quasi-statique et correspondent à la gamme de vitesses de déformation comprises entre 10^{-5} et 10^{-2} s^{-1} . La vitesse de déformation choisie pour cette étude est de 10^{-3} s^{-1} . Les essais sont effectués sur une machine de traction-compression hydraulique conventionnelle INSTRON. La mesure du déplacement s'effectue à l'aide d'un extensomètre qui ne peut pas être placé directement sur l'éprouvette dont les dimensions sont trop faibles. Il est alors fixé sur les enclumes de la machine de compression.

Les essais en température s'effectuent à l'aide de résistances chauffantes placées sur les enclumes de la machine de compression et la température se mesure par l'intermédiaire d'un thermocouple de type NiCr-Ni soudé sur l'éprouvette. Pour les essais à $-196 \text{ }^\circ\text{C}$, l'éprouvette est refroidie avec de l'azote liquide.

I. 2. Compression dynamique : banc d'essai de barres d'Hopkinson

Les essais dynamiques sont réalisés au moyen des barres d'Hopkinson et correspondent à la gamme de vitesses de déformation comprises entre 10^2 et 10^4 s⁻¹. Les premiers essais mécaniques à grande vitesse de déformation ont été réalisés en 1870 par Hopkinson [1]. Cette technique a ensuite été développée et améliorée par Kolsky [2] à partir de 1950. Le principe des barres d'Hopkinson peut s'appliquer pour faire de la torsion, de la traction ou de la compression.

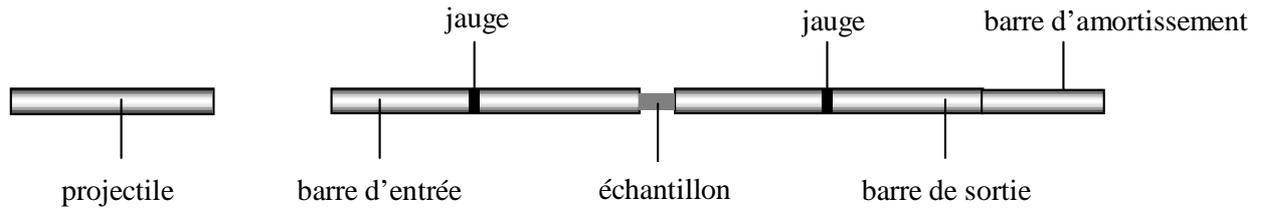


Figure II. 1 : *Dispositif expérimental.*

Un montage en barres d'Hopkinson pour un essai de compression (Fig. II. 1) est constitué de quatre barres de même diamètre (20 mm), parfaitement alignées et pouvant coulisser librement. Ces barres possèdent une limite élastique élevée par rapport à celle du matériau testé.

Un projectile, ou barre d'impact, vient frapper une barre d'entrée et engendre une onde de compression élastique uniaxiale. L'échantillon est placé entre la barre d'entrée et la barre de sortie. L'onde incidente se propage jusqu'à la première interface avec l'échantillon où elle se réfléchit partiellement et est en partie transmise dans l'échantillon. Cette onde transmise dans l'échantillon va alors atteindre la deuxième interface et s'y réfléchir en partie sous forme d'onde de compression. L'autre partie sera transmise dans la barre de sortie. De cette façon l'échantillon est soumis en permanence à des ondes de compression. Lors du tir, l'énergie cinétique de la barre d'impact est emmagasinée dans une quatrième barre appelée barre d'amortissement. Grâce à ce dispositif les barres de mesure bougent très peu au cours de l'essai. Seule la barre d'amortissement est éjectée et est stoppée après une course d'une quinzaine de centimètres.

Les essais en température sont effectués à l'aide de résistance chauffante placées sur les barres d'Hopkinson. L'échantillon est maintenu entre les barres et chauffe ainsi par conduction. Pour les basses températures, l'azote liquide est utilisé.

Il est également possible de stopper l'essai en cours à l'aide de bagues d'arrêt afin de contrôler le taux de déformation de l'éprouvette.

Il existe une relation linéaire entre la contrainte σ en un point et la vitesse des atomes après le passage de l'onde, appelée vitesse particulière v :

$$\sigma = \rho C v,$$

où ρ est la masse volumique des barres et C la vitesse de l'onde dans les barres.

La figure II. 2 représente l'évolution de l'onde de compression élastique en chaque point d'abscisse x des barres en fonction du temps. Ce type de diagramme est appelé diagramme de marche.

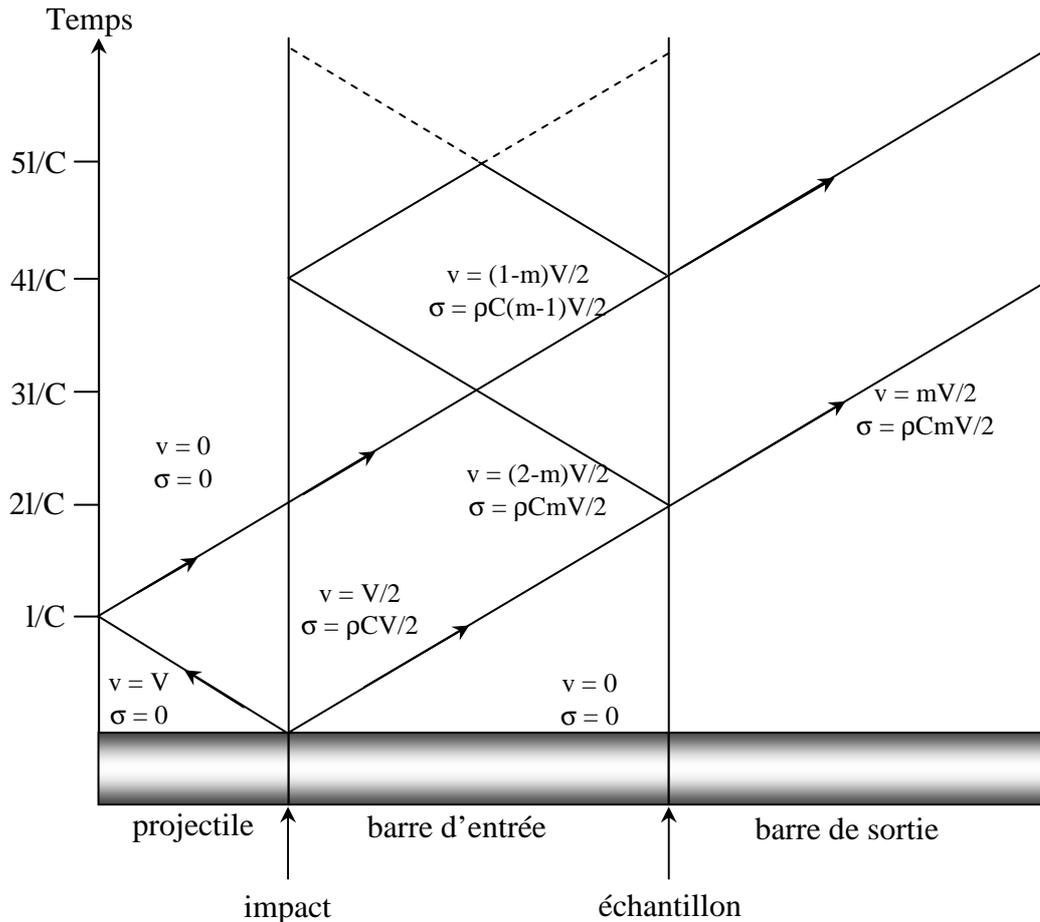


Figure II. 2: Propagation des ondes dans un montage en barres d'Hopkinson : diagramme de marche.

Considérons un projectile de longueur l et les barres d'entrée et de sortie de longueur L_b . Pour simplifier le raisonnement on suppose $l = L_b/2$.

Juste avant l'impact, l'état initial des différentes barres est le suivant :

- le projectile est animé d'une vitesse V (la vitesse particulière v est donc égale à V) et n'est soumis à aucune contrainte, d'où $v = V$ et $\sigma = 0$.
- les autres barres sont au repos : $v = 0$ et $\sigma = 0$.

L'impact ($t = 0$) donne naissance à deux ondes de compression se propageant dans la barre d'entrée et dans la barre de sortie. La vitesse particulière dans chacune des barres est alors $v = V/2$ et les niveaux de contrainte sont $\sigma = \rho CV/2$.

Au temps $t = l/C$, l'onde se propageant dans le projectile atteint l'extrémité libre et s'y réfléchit intégralement provoquant la décharge du projectile.

Dans la barre d'entrée, l'onde incidente a atteint l'échantillon au temps $t = 2l/C$. À ce moment, elle se réfléchit en partie dans la barre d'entrée et se transmet en partie dans la barre de sortie. Pour simplifier le raisonnement, l'échantillon étant très mince, on peut négliger le temps mis par l'onde à le traverser. On suppose de plus qu'en raison de la différence d'impédance entre les barres et l'échantillon, celui-ci ne laisse passer qu'une partie m du signal incident dans la barre de sortie. Pendant ce temps, l'onde de décharge a progressé dans la barre d'entrée. Ainsi, au temps $t = 3l/C$, la situation est la suivante :

- une moitié de la barre d'entrée est déchargée : $\sigma = 0$, $v = 0$,
- l'autre moitié est sous contrainte : $\sigma = \rho CmV/2$, $v = (2-m)V/2$,
- la moitié de la barre de sortie est sous contrainte : $\sigma = \rho CmV/2$, $v = mV/2$.

Au temps $t = 4l/C$, une onde de contrainte de niveau $\sigma = \rho C(m-1)V/2$ et ayant pour vitesse $v = (1-m)V/2$ atteint l'interface échantillon/barre de sortie, celle-ci étant toujours dans l'état $\sigma = \rho CmV/2$ et $v = mV/2$. On voit ainsi que si $m < 0,5$, la barre d'entrée va plus vite que la barre de sortie ce qui provoque un nouvel impact. Par contre, si $m > 0,5$, la barre d'entrée va moins vite que la barre de sortie, les barres se séparent et l'essai est terminé.

Nous avons vu précédemment que deux jauges de déformation sont collées sur les barres d'entrée et de sortie. Les signaux enregistrés par ces jauges lors d'un essai dynamique sur l'alliage à base de TiAl sont représentés sur la figure II. 3. Le signal enregistré par la jauge placée sur la barre d'entrée comprend l'onde incidente et l'onde réfléchi. Le signal de la deuxième jauge collée sur la barre de sortie est celui de l'onde transmise. Ces jauges permettent ainsi de mesurer les déformations correspondant aux signaux incidents (ϵ_I), réfléchis (ϵ_R) et transmis (ϵ_T). En utilisant les lois de propagation des ondes et en faisant l'hypothèse qu'il y a équilibre des contraintes aux interfaces barre-éprouvette, la vitesse de déformation, la déformation et la contrainte se déduisent des signaux des jauges :

$$\dot{\epsilon}(t) = \frac{2C}{L} |\epsilon_R(t)| : \text{vitesse de déformation moyenne,}$$

$$\epsilon(t) = \frac{2C}{L} \int_0^t \epsilon_R(t) dt : \text{déformation moyenne,}$$

$$\sigma(t) = E_b \left(\frac{D_b}{D} \right)^2 \epsilon_T(t) : \text{contrainte dans l'éprouvette,}$$

où L : longueur de l'éprouvette,
 E_b : module d'Young des barres,
 D : diamètre de l'éprouvette,
 D_b : diamètre des barres.

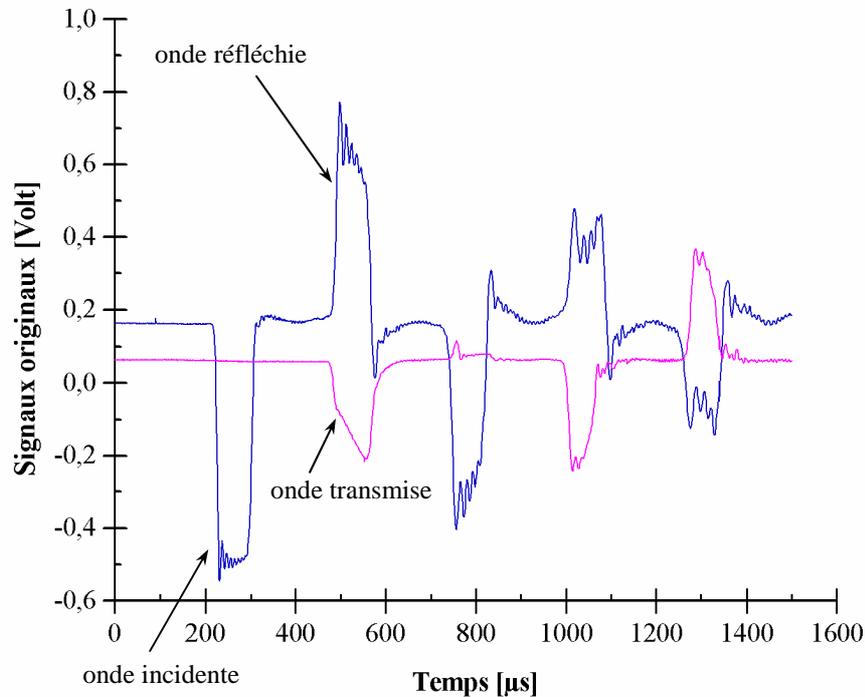


Figure II. 3 : Signaux enregistrés lors d'un essai de compression aux barres d'Hopkinson sur un alliage à base de TiAl.

II. Caractérisation microstructurale

Les caractérisations microstructurales ont été réalisées principalement par diffraction des électrons et des rayons X, et par microscopies électroniques à balayage et en transmission. Des analyses par microscopie optique et à la microsonde de Castaing ont également été menées mais ne sont pas présentées dans ce chapitre.

II. 1. Diffraction des rayons X

Le diffractomètre utilisé dans l'étude est un diffractomètre 4 cercles équipé d'une source en cuivre ($\lambda(k_{\alpha_1}^{Cu}) = 0,15405$ nm). Il possède une tête goniométrique permettant d'étudier l'échantillon suivant plusieurs directions et ainsi d'atténuer l'effet de texture présent dans le matériau brut de livraison.

II. 2. Microscopie électronique à balayage

L'acquisition des images a été faite sur un microscope électronique à balayage Philips XL30 SFEG, à effet de champ. Les électrons rétrodiffusés sont utilisés pour former l'image (mode BSE). Les images obtenues en électrons rétrodiffusés sont caractérisées par un contraste chimique proportionnel au numéro atomique des éléments d'alliage. Les échantillons sont polis mécaniquement jusqu'à l'OPS (suspension d'alumine) et sont observés directement, sans attaque chimique.

II. 3. Microscopie et diffraction électroniques par transmission

Les images en fond clair et en fond noir ainsi que les clichés de diffraction ont été réalisés sur un microscope Philips (CM12) opérant sous une tension d'accélération de 120 kV et sur un microscope Philips (CM200) opérant à 200 kV.

II. 3. 1. Méthode de préparation des lames minces

Le matériau est préalablement découpé à la micro-tronçonneuse en tranches fines de 150-200 μm d'épaisseur puis poli mécaniquement au moyen de papiers abrasifs de grains de plus en plus fins (du papier 800 jusqu'au papier 4000) jusqu'à atteindre des épaisseurs de 50 à 100 μm . Des disques de diamètre 3 mm sont ensuite découpés par électroérosion puis polis électrolytiquement par un amincisseur à double jet de type Ténupol. Le bain électrolytique est un mélange de 6 % d'acide perchlorique, de 34 % d'éther monobutylique et de 60 % de méthanol. Les amincissements ont été menés sous une tension de 20 V à une température de $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$.

II. 3. 2. Conditions d'observation

Les caractérisations sont basées sur l'utilisation des méthodes d'observation classiques en fond clair et fond noir ainsi que différents modes de diffraction (SAED, CBED, microdiffraction).

L'étude des dislocations nous a conduit à utiliser le mode fond noir sous faisceau faible. La technique du faisceau faible est un cas particulier de fond noir appliqué essentiellement à l'analyse des dislocations. Elle consiste à écarter le cristal de la position de Bragg et à utiliser les distorsions engendrées par la dislocation pour compenser localement cet écart. L'image de la dislocation se rapproche de la projection de son cœur sur l'écran selon la direction diffractée avec une très bonne résolution d'observation.

Les vecteurs de Burgers des dislocations sont déterminés à partir du critère d'invisibilité $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$, où \vec{g} représente le vecteur de diffraction et \vec{b} le vecteur de Burgers de

la dislocation. Le critère d'invisibilité $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ ne s'applique qu'aux dislocations vis. Pour les dislocations coin, non seulement $\vec{g} \cdot \vec{b}_c$ mais également $\vec{g} \cdot \vec{b}_c \wedge \vec{u}$ (où \vec{b}_c et \vec{u} représentent, respectivement, le vecteur de Burgers et le vecteur ligne des dislocations coin) doivent être nuls pour une complète invisibilité. En pratique, un contraste résiduel apparaît pour les dislocations coin lorsque $\vec{g} \cdot \vec{b}_c = 0$ mais $\vec{g} \cdot \vec{b}_c \wedge \vec{u} \neq 0$.

III. Présentation du matériau étudié

III. 1. Choix du matériau

Trois alliages à base TiAl de même composition chimique (Ti – 46,5 Al – 4(Cr, Nb, Ta, B) (at. %)) mais présentant des microstructures différentes ont été caractérisés en compression. La figure II. 4 montre les courbes contrainte vraie-déformation vraie obtenues à l'ambiante de ces trois alliages.

Les courbes enregistrées présentent les résultats des essais de compression dynamique effectués à température ambiante sur l'alliage possédant différentes microstructures : (a) microstructure majoritairement lamellaire (NL : « near lamellar »), (b) majoritairement γ (NG : « near γ ») et (c) entièrement lamellaire (FL : « fully lamellar »).

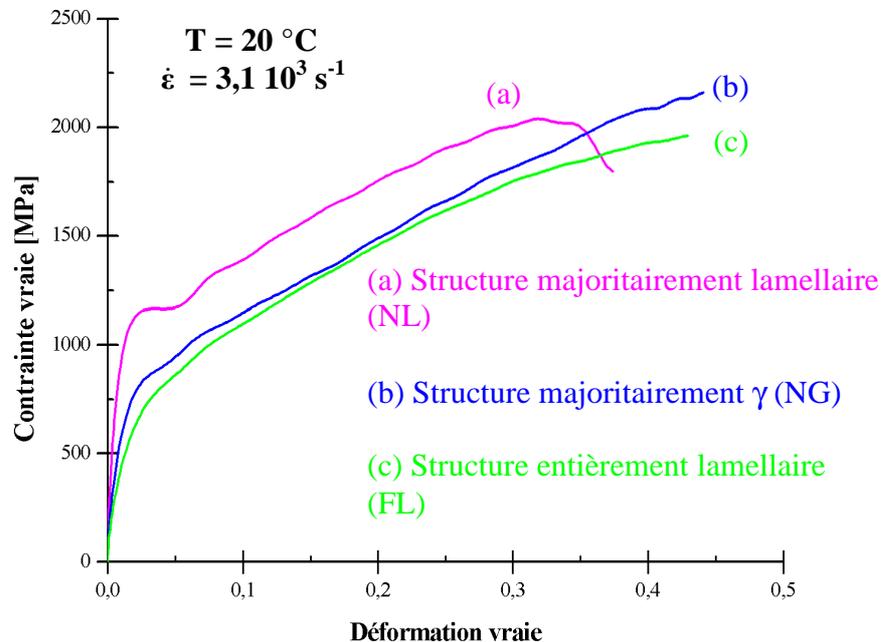


Figure II. 4 : Courbes contrainte vraie – déformation vraie en compression dynamique ($\dot{\epsilon} = 3,1 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$) pour différentes microstructures : (a) majoritairement lamellaire (NL), (b) majoritairement γ (NG) et (c) entièrement lamellaire(FL)

Les trois courbes enregistrent le même coefficient directeur, les trois différents alliages possèdent ainsi le même taux d'écrouissage. L'alliage à microstructure majoritairement lamellaire possède des contraintes d'écoulement plus élevées que les deux autres et un allongement à la rupture plus faible. L'alliage à microstructure presque entièrement lamellaire présente donc un bon compromis résistance mécanique/ductilité en comparaison avec les deux autres alliages.

Une étude précédente sur des alliages de composition Ti-47Al-1V-2,5Nb et Ti-47Al-2Cr-0,2Si possédant différentes microstructures (de FL à NG) a montré que l'alliage à microstructure NL présente une meilleure résistance à la traction que les alliages à microstructure FL et NG [3].

En se basant sur nos résultats préliminaires, nous avons donc choisi d'étudier en détail l'alliage à microstructure majoritairement lamellaire (NL).

III. 2. Caractérisation du matériau de l'étude

Le matériau à base TiAl a été élaboré par la société Plansee en Autriche par métallurgie de lingots (procédé VAR). Le matériau a été extrudé dans le domaine ($\alpha + \gamma$), juste en dessous de la température de transus α . La microstructure obtenue par métallurgie de lingots n'étant pas aussi homogène que celle obtenue par métallurgie des poudres, la teneur en Al de l'alliage peut varier de +/- 1 at. %. La composition chimique déterminée par Plansee est représentée dans le tableau II. 1.

Ti	Al	Cr	Nb	Ta	B
49,65	46,22	2,56	1,04	0,49	0,10

Tableau II. 1 : Composition chimique globale de l'alliage brut de livraison par Plansee (at. %).

D'autres éléments comme l'oxygène, l'azote, l'hydrogène, le carbone, le molybdène et le fer sont également présents mais en très faible quantité.

L'alliage brut de livraison présente une microstructure presque entièrement lamellaire composée d'îlots lamellaires ($\alpha_2 + \gamma$) et de grains γ (Fig. II. 5). La taille moyenne des îlots lamellaires est de 40 μm , celle des grains γ est de 10 μm .

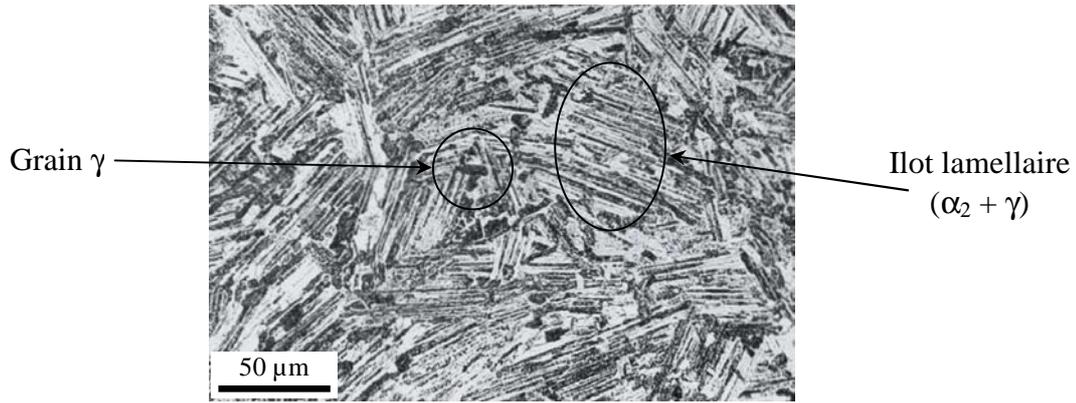


Figure II. 5 : Micrographie optique de l'état brut de livraison.

III. 2. 1. Caractérisation structurale

La diffraction des rayons X (DRX) a permis de déterminer la nature, les paramètres de maille et les pourcentages volumiques des phases.

L'indexation du diagramme de diffraction des rayons X de l'état brut (Fig. II. 6) montre la présence des phases intermétalliques suivantes :

- la phase α_2 -Ti₃Al : maille hexagonale : $a_{\alpha_2} = 0,5729$ nm ; $c_{\alpha_2} = 0,4620$ nm,
- la phase γ -TiAl : maille quadratique : $a_{\gamma} = 0,3999$ nm ; $c_{\gamma} = 0,4057$ nm,
- la phase B2-TiAl : maille cubique : $a_{B2} = 0,3179$ nm.

La fraction massique de chaque phase a été évaluée par la méthode de Rietveld [4, 5] à l'aide du logiciel Fullprof [6]. En tenant compte de la masse volumique expérimentale de chaque phase, la fraction volumique a été déduite. Le tableau II. 2 résume les résultats obtenus.

	Masse volumique [g/cm ³]	Fraction massique (Rietveld)	Fraction volumique
γ -TiAl	3,83	87,2 % ± 3,5	87,9 % ± 3,5
α_2 -Ti ₃ Al	4,32	7,3 % ± 0,9	6,6 % ± 0,9
B2-TiAl	3,87	5,5 % ± 0,7	5,5 % ± 0,7

Tableau II. 2 : Masse volumique, fraction massique et volumique des différentes phases du matériau brut.

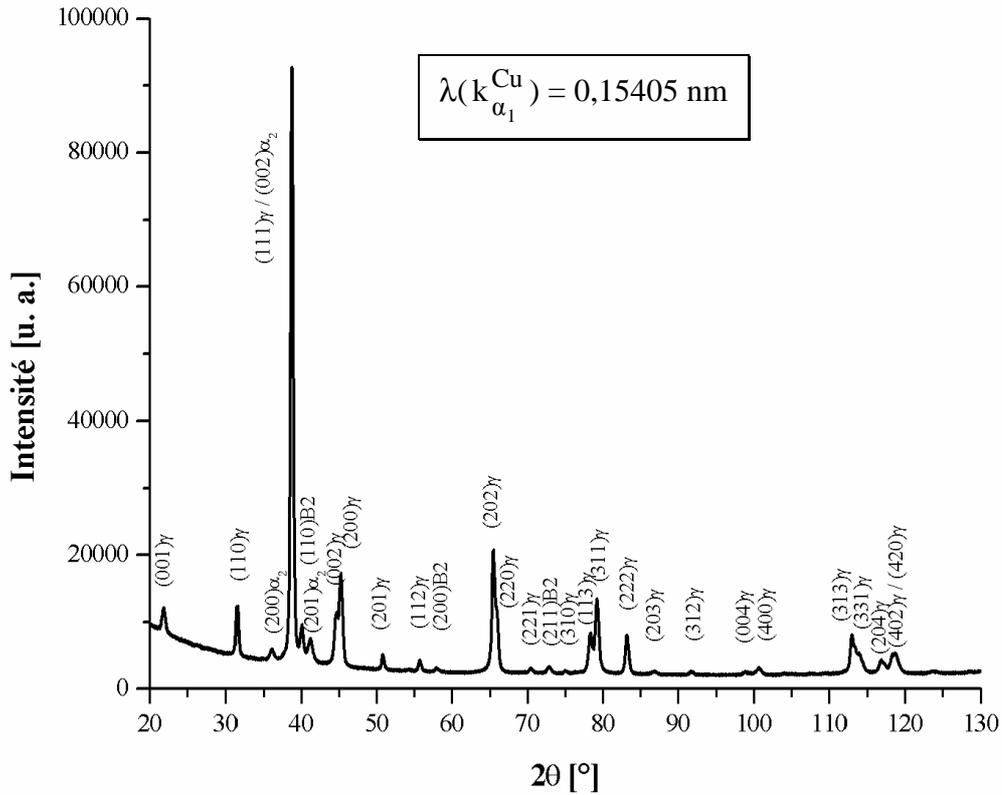


Figure II. 6 : Diffractogramme de DRX de l'alliage brut de livraison.

III. 2. 2. Caractérisation microstructurale par microscopie électronique à balayage

La figure II. 7 présente des micrographies électroniques à balayage de l'alliage brut de livraison réalisées en mode électrons rétrodiffusés (BSE).

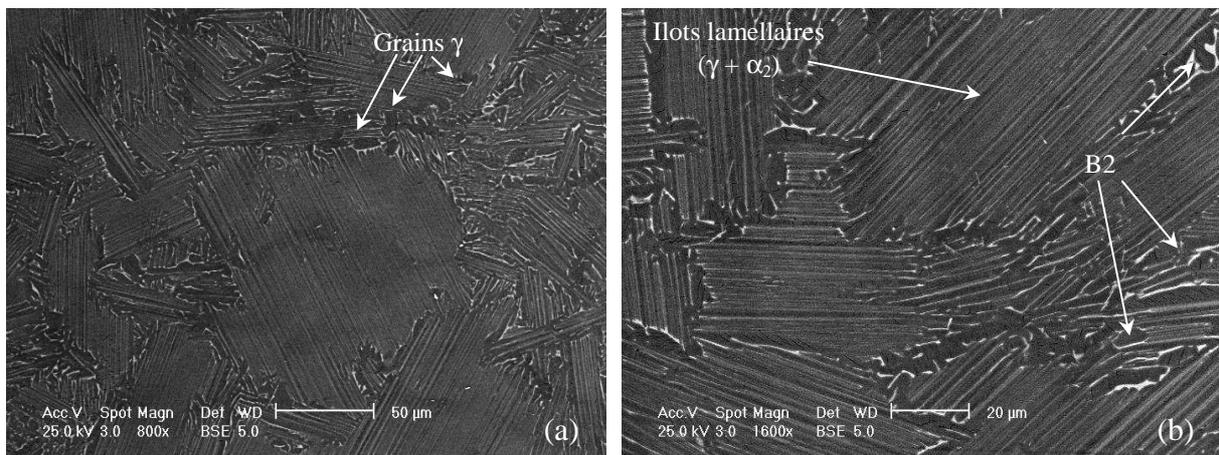


Figure II. 7 : Micrographies électroniques à balayage en mode BSE de l'état brut.

Les images obtenues en électrons rétrodiffusés sont caractérisées par un contraste chimique proportionnel au numéro atomique des éléments d'alliage. Il est ainsi possible de différencier les phases riches des phases pauvres en éléments d'alliage lourds. La figure II. 7 montre des îlots lamellaires composés d'une phase sombre et d'une phase grise ainsi que des grains foncés. Une troisième phase plus claire est présente aux joints de grains et des îlots lamellaires. Ces phases correspondraient à celles identifiées par diffraction des rayons X : la phase γ (TiAl) foncée, la phase α_2 (Ti₃Al) grise et la phase B2 blanche. D'après les contrastes, la phase B2, plus claire que les deux autres, est riche en éléments d'alliage lourds.

III. 2. 3. Caractérisation chimique et répartition des éléments d'alliage

La composition chimique des phases γ et B2 de l'échantillon à l'état brut de livraison a été analysée la microsonde de Castaing équipée d'un spectromètre à dispersion de longueur d'onde (WDS). Les lamelles α_2 étant trop fines, il a été impossible d'en déterminer la composition chimique. Les teneurs de chaque élément d'alliage dans les phases γ et B2 sont regroupées dans le tableau II. 3. Les valeurs indiquées sont des moyennes sur dix analyses dans chacune des phases.

	Pourcentage atomique des éléments d'alliage				
	Ti	Al	Cr	Nb	Ta
γ	49,6	47	1,9	1,1	0,4
B2	51,9	41,7	4,5	1,2	0,7

Tableau II. 3 : Composition chimique des phases γ et B2 présentes dans l'alliage brut déterminée par la microsonde de Castaing équipée d'un spectromètre à dispersion de longueur d'onde (WDS).

La figure II. 8 représente des cartographies des éléments d'alliage réalisées à l'aide de la microsonde. La répartition des éléments d'alliage dans le matériau peut être comparée à la micrographie électronique en BSE correspondante (Fig. II. 8a). Les figures II. 8b à g sont respectivement la répartition du titane, de l'aluminium, du chrome, du niobium, du tantale et du bore dans la zone de la figure II. 8a.

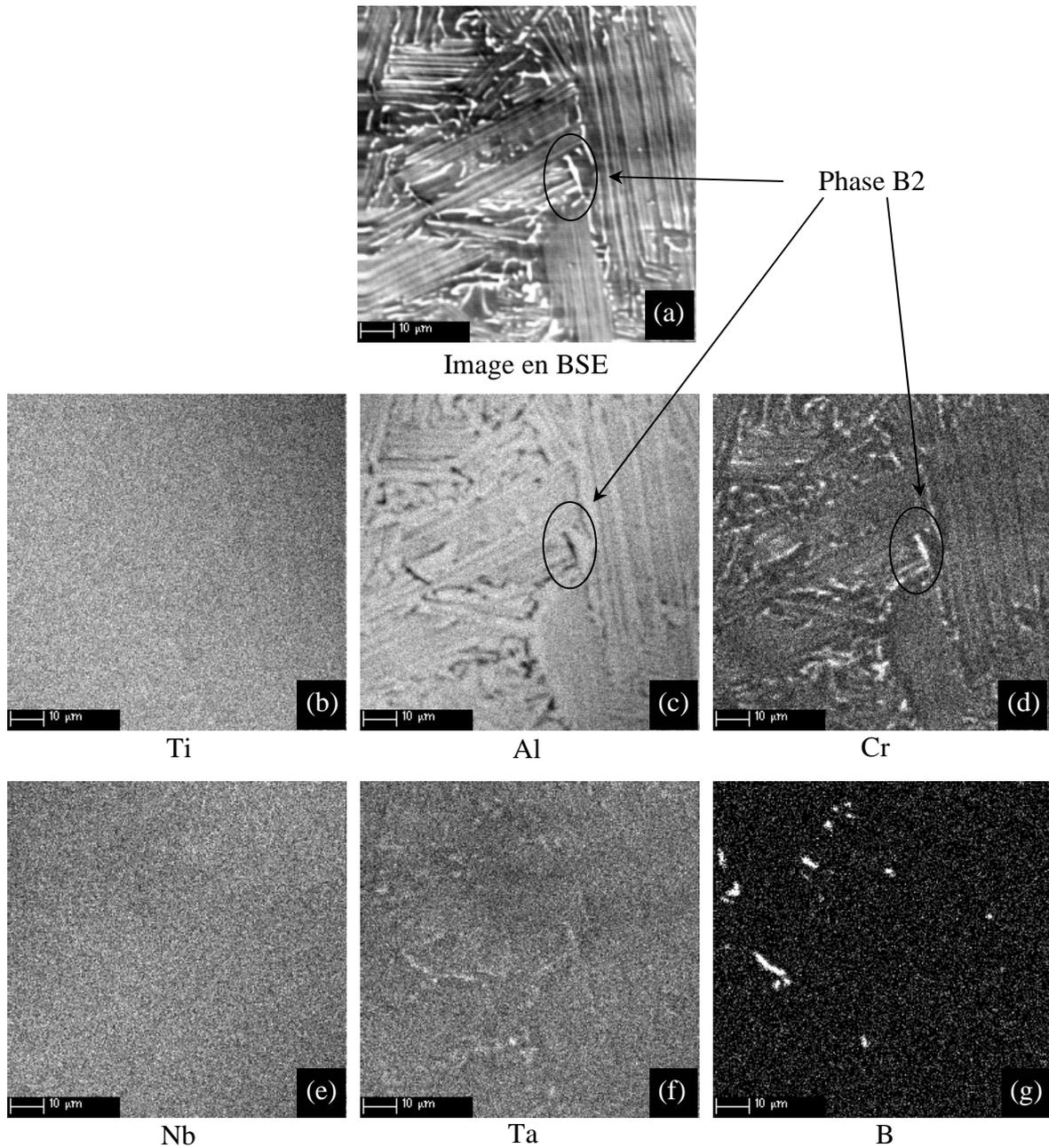


Figure II. 8 : Cartographie X à l'aide de la microsonde de Castaing des éléments d'alliage : (b) le titane, (c) l'aluminium, (d) le chrome, (e) le niobium, (f) le tantale et (g) le bore. (a) est l'image en mode BSE correspondante.

Conclusions :

Il ressort des analyses des compositions chimiques par spectrométrie en dispersion de longueur d'onde que :

- le titane et le niobium sont uniformément répartis dans l'échantillon,

- la phase B2, qui apparaît riche en éléments lourds en imagerie BSE, est effectivement plus riche en Cr que la phase γ . Cette augmentation de la teneur en Cr dans la phase B2 est compensée par une plus faible concentration en aluminium que dans γ ,
- le bore apparaît sous forme de précipités,
- la teneur en tantale semble légèrement plus élevée dans la phase B2 et au niveau des précipités de bore.

III. 2. 4. Caractérisation chimique et microstructurale par microscopie électronique à transmission

Une étude détaillée en microscopie et en diffraction électronique abordera au chapitre III la caractérisation cristallographique des différentes phases présentes dans l'alliage brut de livraison et au cours des différentes sollicitations thermiques et mécaniques.

Des observations en microscopie électronique en transmission ont confirmé la présence des trois phases α_2 , γ , et B2. La figure II. 9 présente des micrographies électroniques en transmission de l'état brut de livraison. La figure montre un îlot lamellaire composé d'une alternance de lamelles ($\alpha_2 + \gamma$), un grain γ et les grains B2, présents en bordure des lamelles. La phase γ présente quelques dislocations introduites au cours de l'élaboration, la phase α_2 présente une forte densité de défauts tandis que la phase B2 ne présente pas de défauts à part quelques parois d'antiphase (Fig. II. 10).

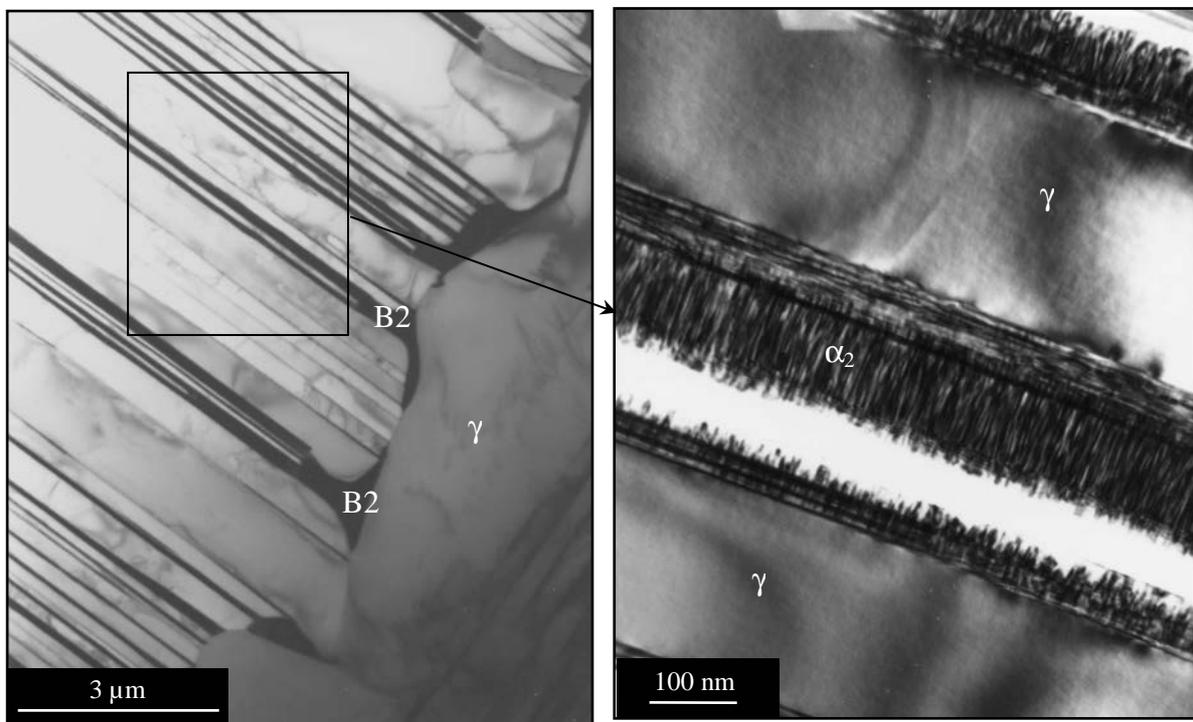


Figure II. 9 : Micrographies électroniques en transmission en fond clair de l'état brut de livraison.

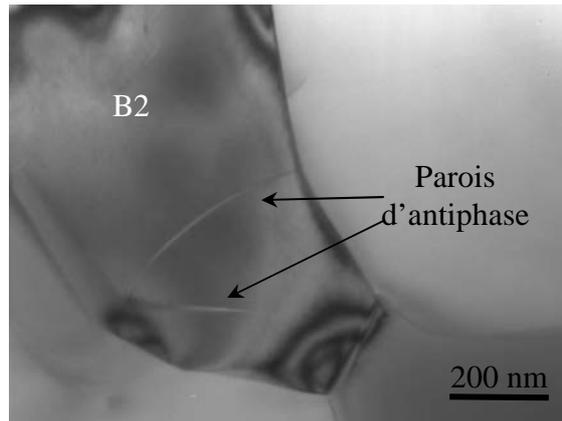


Figure II. 10 : Micrographie électronique en transmission montrant la présence de parois d'antiphase dans une particule de phase B2.

La composition chimique de chaque phase constitutive de l'alliage a été déterminée, au microscope électronique à transmission, par spectrométrie à sélection d'énergie (EDS). Les détails de la procédure expérimentale permettant d'obtenir les informations quantitatives sont donnés en annexe 2. Les résultats de cette analyse sont présentés au tableau II. 4. Il ressort que la phase α_2 est plus riche en titane et en chrome et est plus pauvre en aluminium que la phase γ . Quant à la phase B2, elle enregistre des teneurs en chrome et en titane plus élevées et une teneur en aluminium plus basse que celles des deux autres phases.

	Pourcentage atomique des éléments d'alliage				
	Ti	Al	Cr	Nb	Ta
γ	48,3	48,4	1,8	1,0	0,5
α_2	53,3	40,3	4,9	0,8	0,7
B2	55,3	31,9	11,1	0,9	0,8

Tableau II. 4 : Composition chimique quantitative des phases α_2 , γ et B2 présentes dans l'alliage brut obtenue par spectrométrie en sélection d'énergie dans un microscope électronique en transmission.

Références bibliographiques

- [1] J. Hopkinson, *On the response of iron wire by a blow*, Proceedings of Manchester literary and Philosophical society **XI** (1872), 40
- [2] H. Kolsky, Proceedings of the physical society of London B **62** (1949) 676
- [3] Y.-W. Kim, *Microstructural evolution and mechanical properties of a forged gamma titanium aluminide alloy*, Acta Metallurgica et Materialia **40** (1992) 1121
- [4] H. M. Rietveld, *A profile refinement method for nuclear and magnetic structures*, Journal of Applied Crystallography **2** (1969) 65
- [5] L. B. McCusker, R. B. Von Dreele, D. E. Cox, D. Louër, P. Scardi, *Rietveld refinement guidelines*, Journal of Applied Crystallography **32** (1999) 36
- [6] Logiciel Fullprof.98 développé par Rodriguez-Carvajal au Laboratoire Léon Brillouin, CEA, Saclay

CHAPITRE III

CRISTALLOGRAPHIE DES PHASES DE L'ALLIAGE TiAl

Introduction

L'alliage TiAl présente trois phases α_2 -Ti₃Al, γ -TiAl et B2-TiAl dont nous allons déterminer les structures cristallographiques par diffraction des électrons. L'identification se fera, selon l'opportunité, par la diffraction des électrons en faisceau convergent (méthode de Tanaka) ou par microdiffraction. Afin d'éviter de faire un catalogue d'identification, nous présentons seulement l'identification des structures cristallographiques de deux phases : la phase B2-TiAl et la phase γ . Le choix s'est porté sur ces deux phases car la phase B2-TiAl est peu étudiée et la phase γ -TiAl présente un intérêt cristallographique par le fait qu'elle développe des variantes de maclage et de pseudomaclage.

Nous ne présenterons pas non plus la méthodologie de caractérisation. Nous nous baserons, pour cela, sur certaines références utiles pour ce type de caractérisation [1-4].

I. Structures cristallographiques

I. 1. Identification cristallographique de la phase intermétallique B2 - TiAl

I. 1. 1. Système cristallin

La figure III. 1 présente deux clichés de diffraction électronique obtenus en faisceau convergent (CBED). Les symétries bidimensionnelles $4mm$ (Fig. III. 1a) et $6mm$ (Fig. III. 1b) des zones de Laue zéro (ZOLZ) sont caractéristiques du système cubique (Tableau 1 de l'annexe 5). Ces deux clichés de diffraction sont donc obtenus suivant les axes de zones $\langle 001 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ [2, 3].

I. 1. 2. Groupe ponctuel

La figure III. 2b présente un cliché de diffraction 4-faisceaux carré obtenu en faisceau convergent par la méthode de Tanaka [4, 5] à partir du cliché symétrique d'axe de zone $\langle 001 \rangle$ (Fig. III. 2a) et de symétrie bidimensionnelle $4mm$.

La figure III. 3b présentent un cliché de diffraction 6-faisceaux hexagonal obtenu en faisceau convergent par la méthode de Tanaka [4, 5] à partir du cliché symétrique d'axe de zone $\langle 111 \rangle$ (Fig. III. 3a) et de symétrie bidimensionnelle $6mm$.

Les clichés 4-faisceaux carré et 6-faisceaux hexagonal sont obtenus respectivement en plaçant 4 disques ou 6 disques en conditions de Bragg. Les cercles en pointillés blancs sur les clichés correspondent au cercle de Laue 0 (intersection de la sphère d'Ewald avec la strate zéro du réseau réciproque). Les symétries bidimensionnelles (2D) des deux clichés dérivant des axes de zones de symétrie (2D) $4mm$ et $6mm$ conduisent respectivement aux classes de diffraction projetées $4mm1_R$ et $6mm1_R$ (Fig. III. 4) [1, 4, 5].

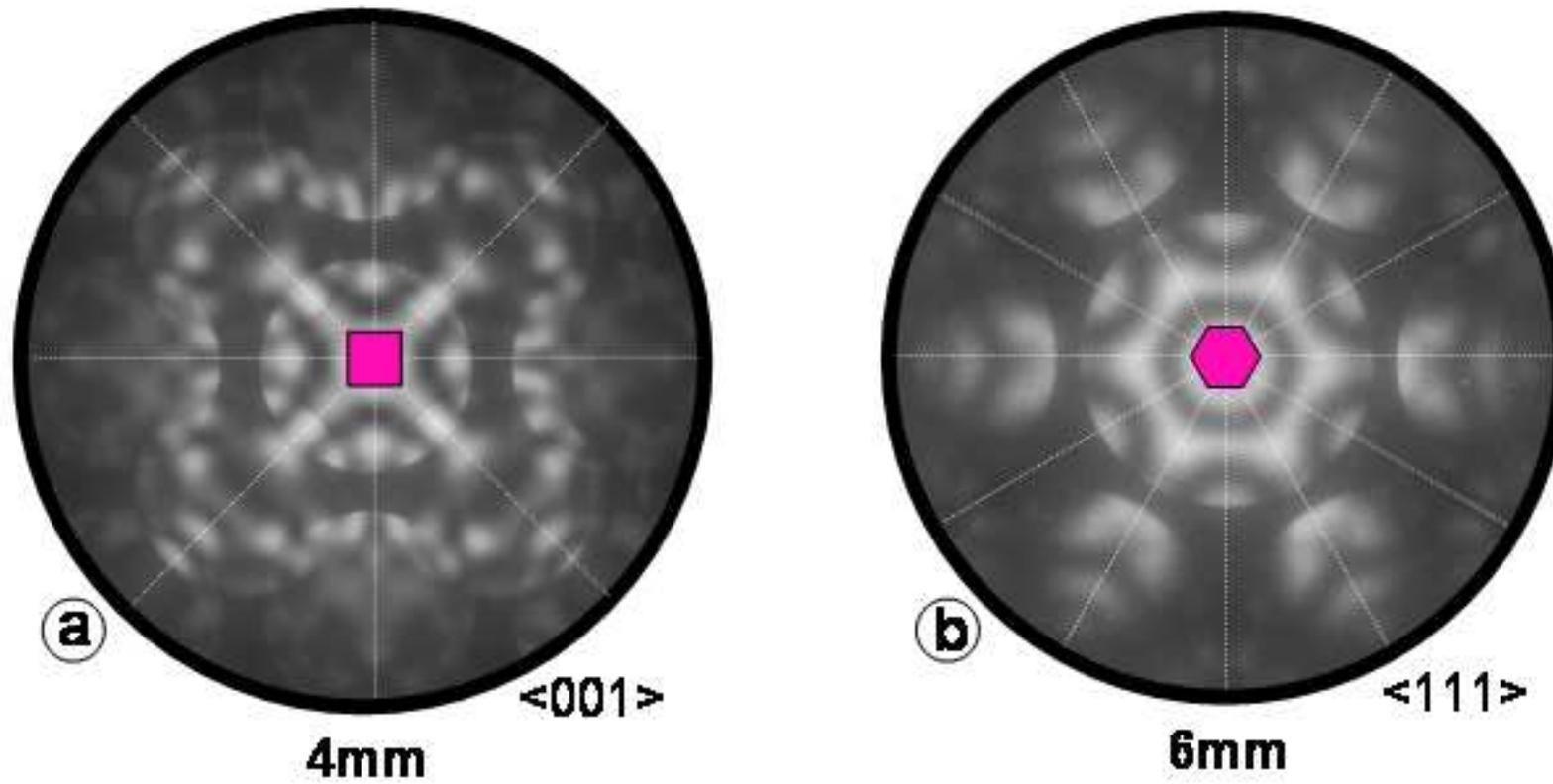


Figure III. 1 : Clichés de diffraction symétriques obtenus en faisceau convergent (CBED). Les symétries bidimensionnelles 4mm et 6mm des zones de Laue zéro obtenues, respectivement, suivant les axes de zone (a) $\langle 001 \rangle$ et (b) $\langle 111 \rangle$ sont caractéristiques du système cubique.

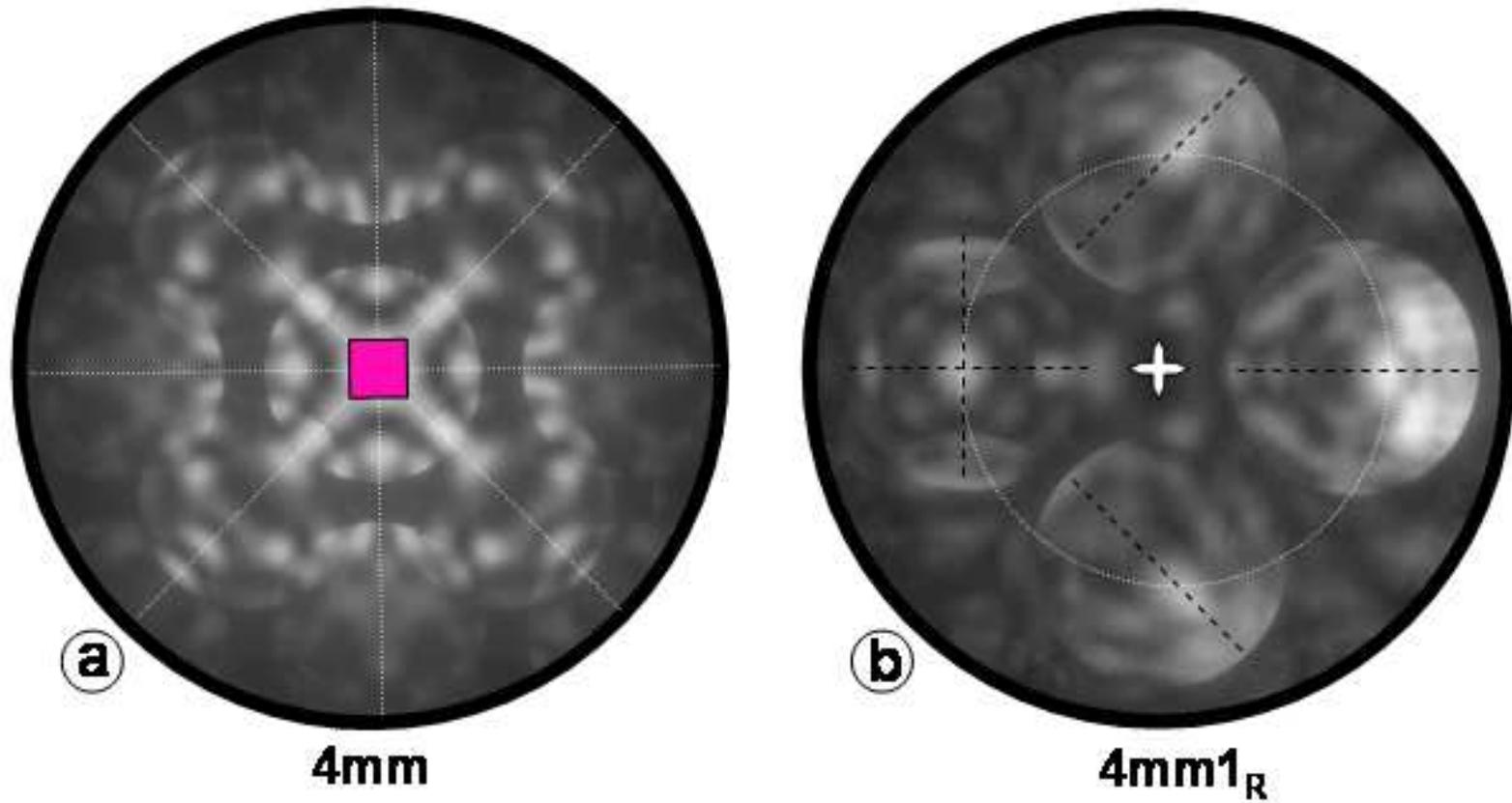


Figure III. 2 : Cliché 4-faisceaux carré (b) obtenu en faisceau convergent par la méthode de Tanaka à partir d'un cliché de diffraction symétrique d'axe de zone (a) $\langle 001 \rangle$ et de symétrie bidimensionnelle $4mm$. Les symétries du cliché 4-faisceaux carré sont caractéristiques de la classe de diffraction projetée $4mm1_R$. Cette classe de diffraction est, pour le système cubique, caractéristique du groupe ponctuel $m\bar{3}m$. Le cercle en pointillés représente le cercle de Laue.

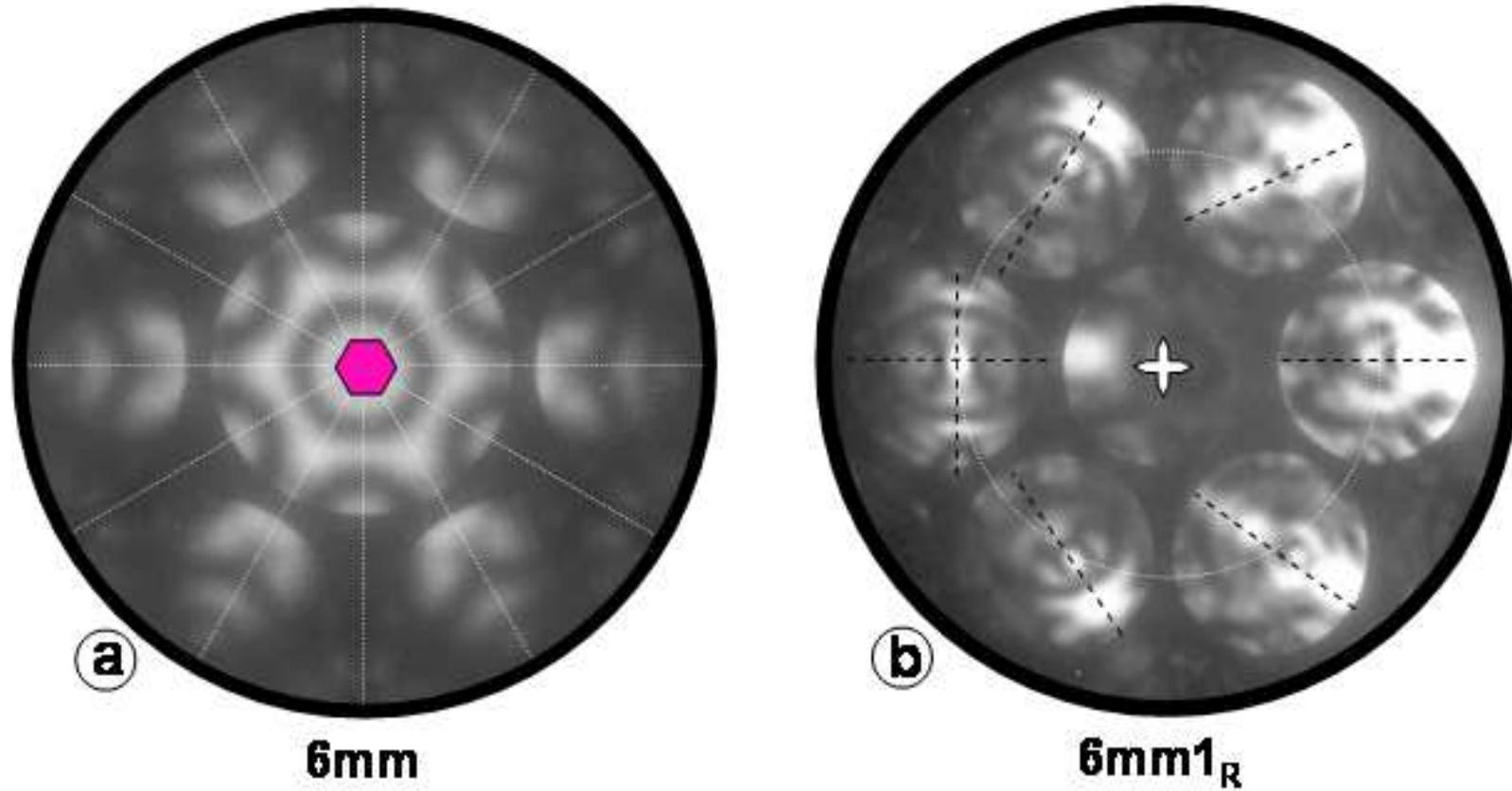
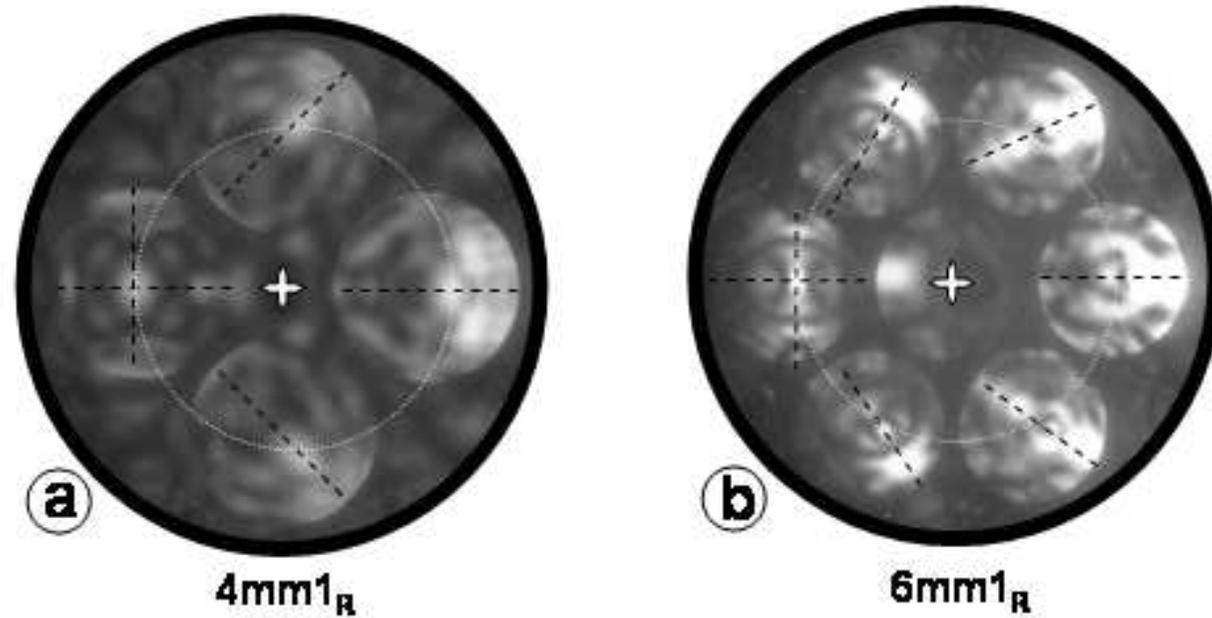


Figure III. 3 : Cliché 6-faisceaux hexagonal (b) obtenu en faisceau convergent par la méthode de Tanaka à partir d'un cliché de diffraction symétrique d'axe de zone (a) $\langle 111 \rangle$ et de symétrie bidimensionnelle $6mm$. Les symétries du cliché (b) 6-faisceaux sont caractéristiques de la classe de diffraction projetée $6mm1_R$. Cette classe de diffraction est, pour le système cubique, caractéristique du groupe ponctuel $m\bar{3}m$. Le cercle en pointillés représente le cercle de Laue.



Système cristallin	Groupe ponctuel	Axes de zone s					
		$\langle 111 \rangle$	$\langle 100 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle uv0 \rangle$	$\langle uvw \rangle$	$\langle uvw \rangle$
$m\bar{3}m$		$6mm1_R$	$4mm1_R$	$2mm1_R$	$2mm1_R$	$2mm1_R$	21_R
$Fm\bar{3}m$		$3m1_R$	$4mm1_R$	$m1_R$	$m1_R$	$m1_R$	1_R
432		$3m1_R$	$4mm1_R$	$2mm1_R$	$m1_R$	$m1_R$	1_R
$m\bar{3}$		61_R		$2mm1_R$		$2mm1_R$	21_R
23		$3m1_R$		$2mm1_R$		$m1_R$	1_R

Figure III. 4 : Clichés de diffraction en faisceau convergent (a) 4 et (b) 6-faisceaux obtenus par la méthode de Tanaka à partir de clichés symétriques d'axes de zone $\langle 001 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ présentant respectivement les symétries $4mm$ et $6mm$. Les symétries des clichés (a) 4 et (b) 6-faisceaux sont caractéristiques des classes de diffraction projetées $4mm1_R$ et $6mm1_R$. Ces deux classes de diffraction projetées caractérisent le groupe ponctuels $m\bar{3}m$.

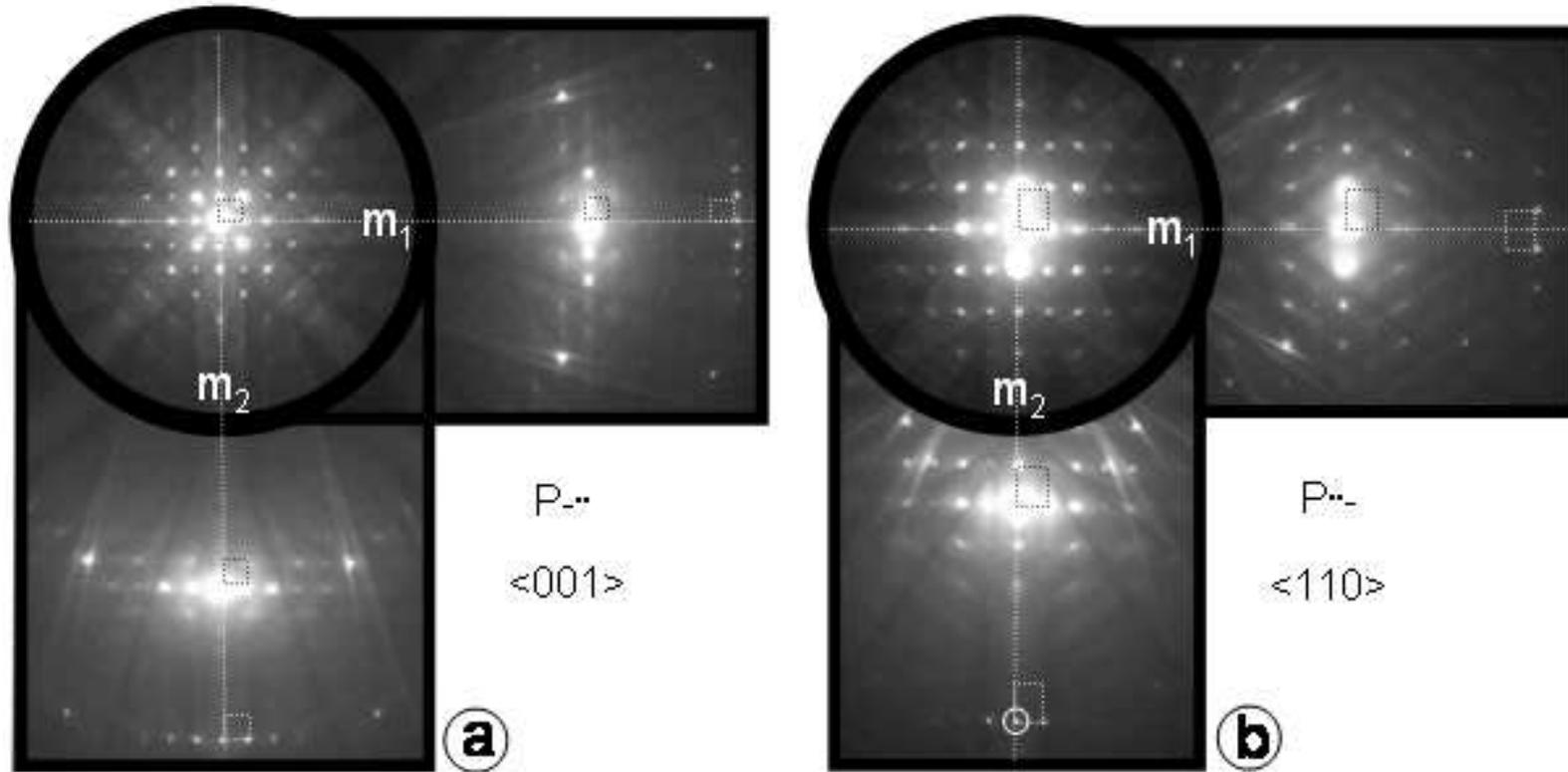


Figure III. 5 : Clichés de microdiffraction symétriques d'axes de zone (a) $\langle 001 \rangle$ et (b) $\langle 110 \rangle$ désorientés suivant les miroirs m_1 ou m_2 faisant apparaître les zones de Laue 1 pour la détermination des symboles de diffraction. Les symboles individuels de diffraction (a) P^- et (b) P^- ainsi obtenus conduisent au symbole partiel de diffraction P^- . La combinaison du symbole partiel de diffraction P^- - et du groupe ponctuel $m\bar{3}m$ identifie sans ambiguïté le groupe spatial $Pm\bar{3}m$.

La classe de diffraction projetée $6mm1_R$ est caractéristique des groupes ponctuels $(m\bar{3}m)$, $(\frac{6}{m}mm, 6mm$ et $622)$ et $(\bar{3}m)$, respectivement pour le cubique, l'hexagonal et le trigonal alors que la classe de diffraction projetée $4mm1_R$ est caractéristique des groupes ponctuels $(m\bar{3}m, \bar{4}3m$ et $432)$, $(\frac{4}{m}mm, \bar{4}2m, 4mm$ et $422)$ respectivement pour le cubique et le quadratique [1, 4, 5].

Le seul groupe ponctuel qui est caractérisé par les classes de diffraction projetées $4mm1_R$ et $6mm1_R$ est $m\bar{3}m$ qui selon sa notation complète s'écrit $\frac{4}{m}\bar{3}\frac{2}{m}$. Ce groupe ponctuel $\frac{4}{m}\bar{3}\frac{2}{m}$ regroupe dix groupes spatiaux. La détermination du groupe spatial unique passe par la détermination du symbole partiel de diffraction.

I. 1. 3. Symbole de diffraction

La figure III. 5 présente les clichés de microdiffraction symétriques d'axes de zone $\langle 001 \rangle$ (Fig. III. 5a) et $\langle 110 \rangle$ (Fig. III. 5b) et désorientés suivant les miroirs m_1 et m_2 faisant apparaître les zones de Laue 1 pour la détermination des symboles de diffraction [2, 3]. Les symboles individuels de diffraction $P-\cdot$ et $P\cdot-$, obtenus respectivement suivant $\langle 001 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$ conduisent, d'après le tableau 2 (Annexe 5), au symbole partiel de diffraction $P---$.

I. 1. 4. Groupe spatial

La combinaison du symbole partiel de diffraction, $P---$, et du groupe ponctuel, $m\bar{3}m$, identifie sans ambiguïté le groupe spatial : $Pm\bar{3}m$ [6].

La phase B2 cristallise donc dans le système cubique simple et appartient au groupe spatial $Pm\bar{3}m$ qui dans sa notation complète s'écrit : $P\frac{4}{m}\bar{3}\frac{2}{m}$.

L'indexation du cliché de diffraction des rayons X (Fig. II. 6 du chapitre II) conduit à un paramètre de maille : $a_{B2} = 0,3179$ nm.

I. 2. Identification cristallographique de la phase intermétallique γ - TiAl

I. 2. 1. Système cristallin

Les clichés de diffraction obtenus avec différents axes de zone montrent que la plus forte symétrie "idéale" observée [2] est $\{ (4mm), 4mm \}$ (Fig. III. 6). Cette symétrie indique que le système cristallin est soit cubique soit quadratique [2]. Cependant, l'absence de la symétrie "partielle" ($6mm$) pour la ZOLZ, révèle, d'après le tableau 1 (Annexe 5), que le système cristallin est quadratique. L'axe de zone suivant lequel la symétrie $\{ (4mm), 4mm \}$ a été observée est $[001]$ [2].

I. 2. 2. Identification combinée du mode de Bravais et des plans de glissement

Pour le système quadratique, les axes de zone qui permettent d'identifier le mode de Bravais et les plans de glissement sont $[001]$, $\langle 100 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$ [2].

Pour comparer les clichés expérimentaux, obtenus suivant ces axes de zone, aux simulations du tableau 3 (Annexe 5), on suivra la procédure suivante :

1. Dans une première étape, on identifie les miroirs (en tenant compte de la symétrie "partielle") dans chaque cliché. Les réflexions sur les miroirs sont repérées sur les clichés par des cercles.
2. Pour chaque cliché et dans chacune des zones de Laue (ZOLZ et FOLZ), on construit le plus petit carré ou rectangle (centré ou non) dont les côtés sont parallèles aux miroirs communs aux deux zones de Laue.

En tenant compte de la symétrie "partielle" :

- deux miroirs (m_1) et (m_2) sont construits sur le cliché d'axe de zone $[001]$ (Fig. III. 7a). Les plus petits carrés construits dans la ZOLZ et dans la FOLZ avec des cotés parallèles aux miroirs m_1 et m_2 sont identiques.
- le cliché de microdiffraction $\langle 100 \rangle$ (Fig. III. 7b) présente des réflexions sur les miroirs m_1 et m_2 . Les rectangles construits dans la ZOLZ et dans la FOLZ avec des cotés parallèles aux miroirs m_1 et m_2 sont identiques.
- Le cliché d'axe de zone $\langle 110 \rangle$ (Fig. III. 7c) présente des réflexions sur le miroir m_2 . Les rectangles construits avec des côtés parallèles aux miroirs m_1 et m_2 , dans les zones de Laue zéro et un, sont identiques mais décalés par rapport au miroir horizontal m_1 .

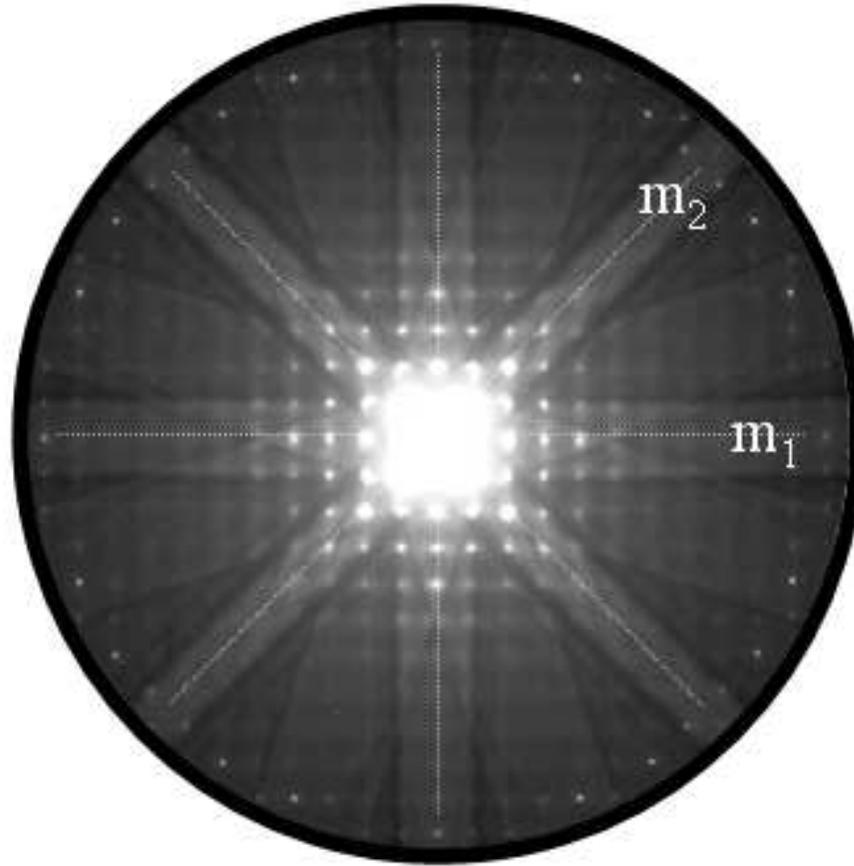
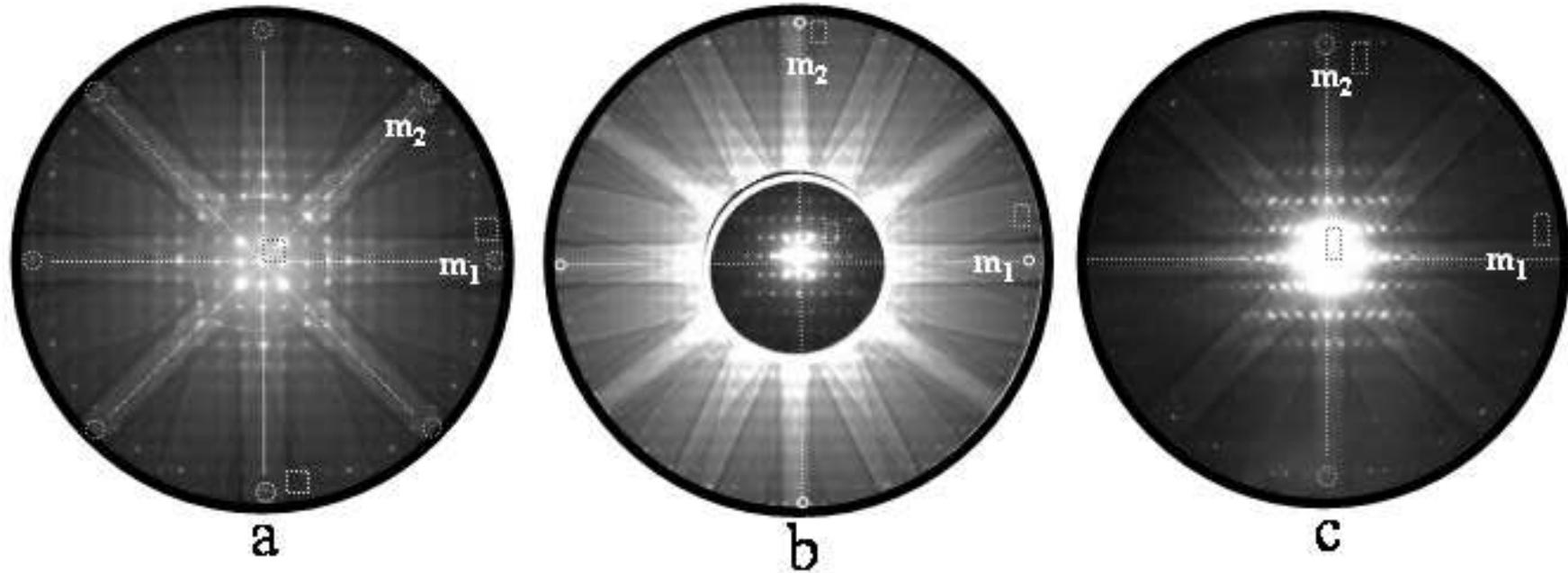


Figure III. 6 : Cliché de microdiffraction obtenu suivant l'axe de zone $[001]$ montrant une symétrie idéale $\{(4mm) + 4mm\}$.



Axes de zones →	[001]	[001]	$\langle 100 \rangle$	$\langle 100 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle 110 \rangle$
	N	I	N	I	N	I
ZOLZ	(4mm)	(4mm)	(2mm)	(2mm)	(2mm)	(2mm)
WP	4mm	4mm	2mm	2mm	2mm	2mm
Symboles individuels d'extinction	$P\bullet\bullet$		$P\bullet\rightarrow$		$P\bullet\bullet-$	
Symbole partiel d'extinction	$P\text{—}$					
Groupe spatial	$P\frac{111}{mmm}$					

Figure III. 7 : Clichés de microdiffraction obtenus suivant les axes de zone $[001]$, $\langle 100 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$.

La comparaison de ces clichés expérimentaux avec ceux simulés dans le tableau 3 (Annexe 5) conduit aux symboles individuels d'extinction suivants :

$$\begin{aligned}
 P-\cdot & \text{ pour } [001] \\
 P.- & \text{ pour } \langle 100 \rangle \\
 P..\text{-} & \text{ pour } \langle 110 \rangle
 \end{aligned}$$

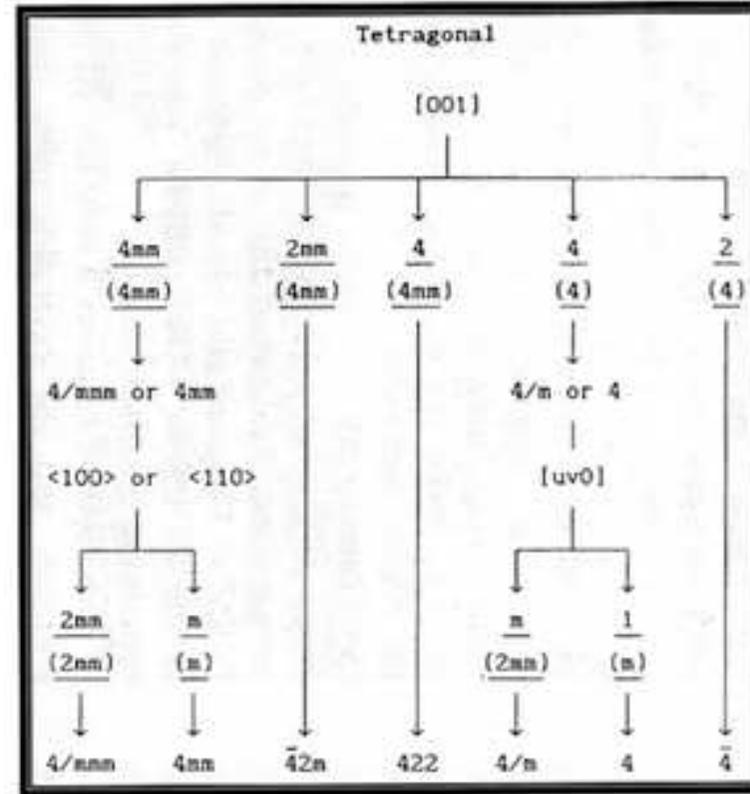
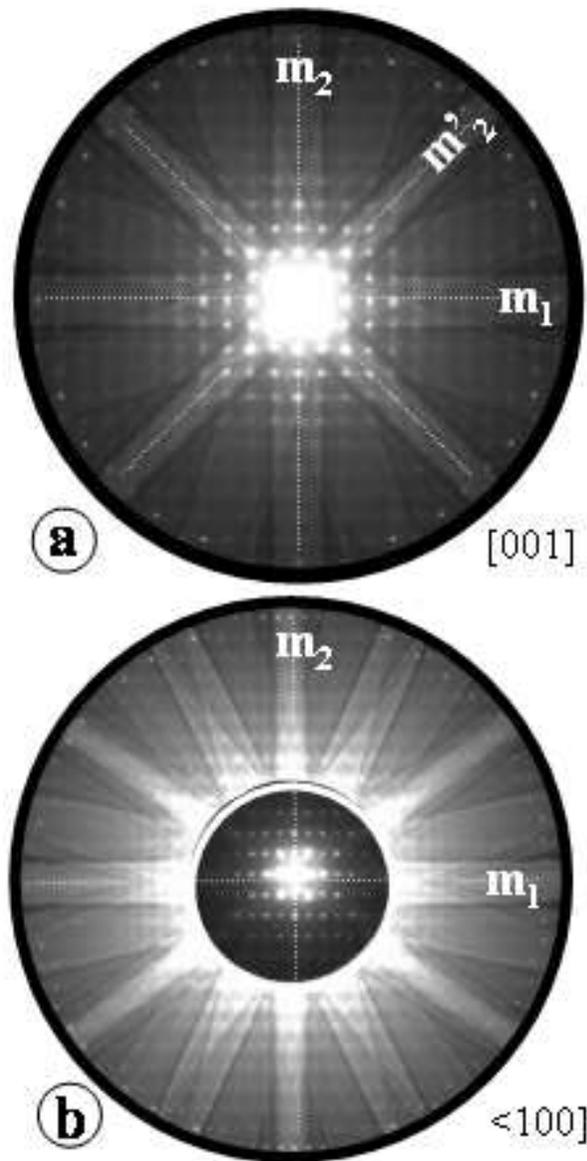
La combinaison de ces trois résultats donne le symbole d'extinction partiel $P----$ qui regroupe 20 groupes spatiaux appartenant à 7 groupes ponctuels différents [6]. Ces résultats sont résumés dans le tableau ci-dessous :

Symbole Partiel d'extinction	Groupes ponctuels						
	4	$\bar{4}$	$\frac{4}{m}$	422	4mm	$\bar{4}2m$	$\frac{4}{m}mm$
	Groupes spatiaux						
$P----$	$P4$	$P\bar{4}$	$P\frac{4}{m}$	$P422$	$P4mm$	$P\bar{4}2m$	$P\frac{4}{m}\frac{2}{m}\frac{2}{m}$
	$P4_1$		$P\frac{4_2}{m}$	$P4_212$		$P\bar{4}2_1m$	
	$P4_2$			$P4_122$		$P\bar{4}m2$	
	$P4_3$			$P4_12_12$			
				$P4_222$			
				$P4_22_12$			
				$P4_322$			
				$P4_32_12$			

I. 2. 3. Identification des groupes ponctuel et spatial

La distinction entre les 20 groupes spatiaux nécessite l'identification du groupe ponctuel. Cette identification se fait par l'observation des symétries "idéales", symétries qui tiennent compte de la position et des intensités des réflexions.

En effet, la symétrie idéale du cliché expérimental obtenu suivant l'axe de zone $[001]$ est $\{(4mm), \frac{4}{m}mm\}$ (Fig. III. 8a). Le groupe ponctuel possible est soit $4mm$ soit $\frac{4}{m}mm$, éliminant ainsi les 5 groupes ponctuels suivants : 4, $\bar{4}$, $\frac{4}{m}$, 422 et $\bar{4}2m$. Les 2 groupes ponctuels $4mm$ ou $\frac{4}{m}mm$ peuvent être différenciés à leur tour par l'observation de la symétrie "idéale" du cliché obtenu suivant l'axe de zone $\langle 100 \rangle$. La symétrie idéale montre que le cliché expérimental suivant cet axe de zone est $\{(2mm), \frac{2}{m}mm\}$ (Fig. III. 8b) caractéristique du groupe ponctuel $\frac{4}{m}mm$.



J. P. Morinoli, J. W. Steeds, Ultramicroscopy, (1992), 45, 219 [2]

Figure III. 8 : Clichés de microdiffraction obtenus suivant les axes de zone a) [001] et b) <100> montrant respectivement des symétries idéales $\{(4nm) + 4nm\}$ et $\{(2nm) + 2nm\}$ qui conduisent au groupe ponctuel 4/mmm.

Les résultats de cette identification cristallographique montrent bien que la phase γ -TiAl cristallise dans le système quadratique et que ses groupes ponctuel et spatial sont, respectivement, $\frac{4}{m}mm$ et $P\frac{4}{m}\frac{2}{m}\frac{2}{m}$.

Ce résultat est corroboré par l'analyse des clichés multifaisceaux obtenus en faisceau convergent par la méthode de Tanaka (Fig. III. 9). En effet, la figure III. 9. montre trois clichés 4-faisceaux (un carré et deux rectangulaires) obtenus en faisceau convergent par la méthode de Tanaka. Les trois clichés sont issus de clichés symétriques de symétries bidimensionnelles $4mm$, $2mm$ et $2mm$. Les symétries bidimensionnelles des trois clichés 4-faisceaux sont caractéristiques des classes de diffraction projetées ($4mm1_R$, $2mm1_R$ et $2mm1_R$) [1, 4, 5].

Les trois clichés 4-faisceaux (carré et rectangulaires) de Tanaka dérivant des clichés symétriques $4mm$, $2mm$ et $2mm$ sont obtenus, respectivement, suivant les axes de zone $[001]$, $\langle 100 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$ du système quadratique.

Les paramètres de maille $a_\gamma = 0,5729$ nm et $c_\gamma = 0,4620$ nm sont déduits après indexation du cliché de diffraction des rayons X (Fig. II. 6 du chapitre II).

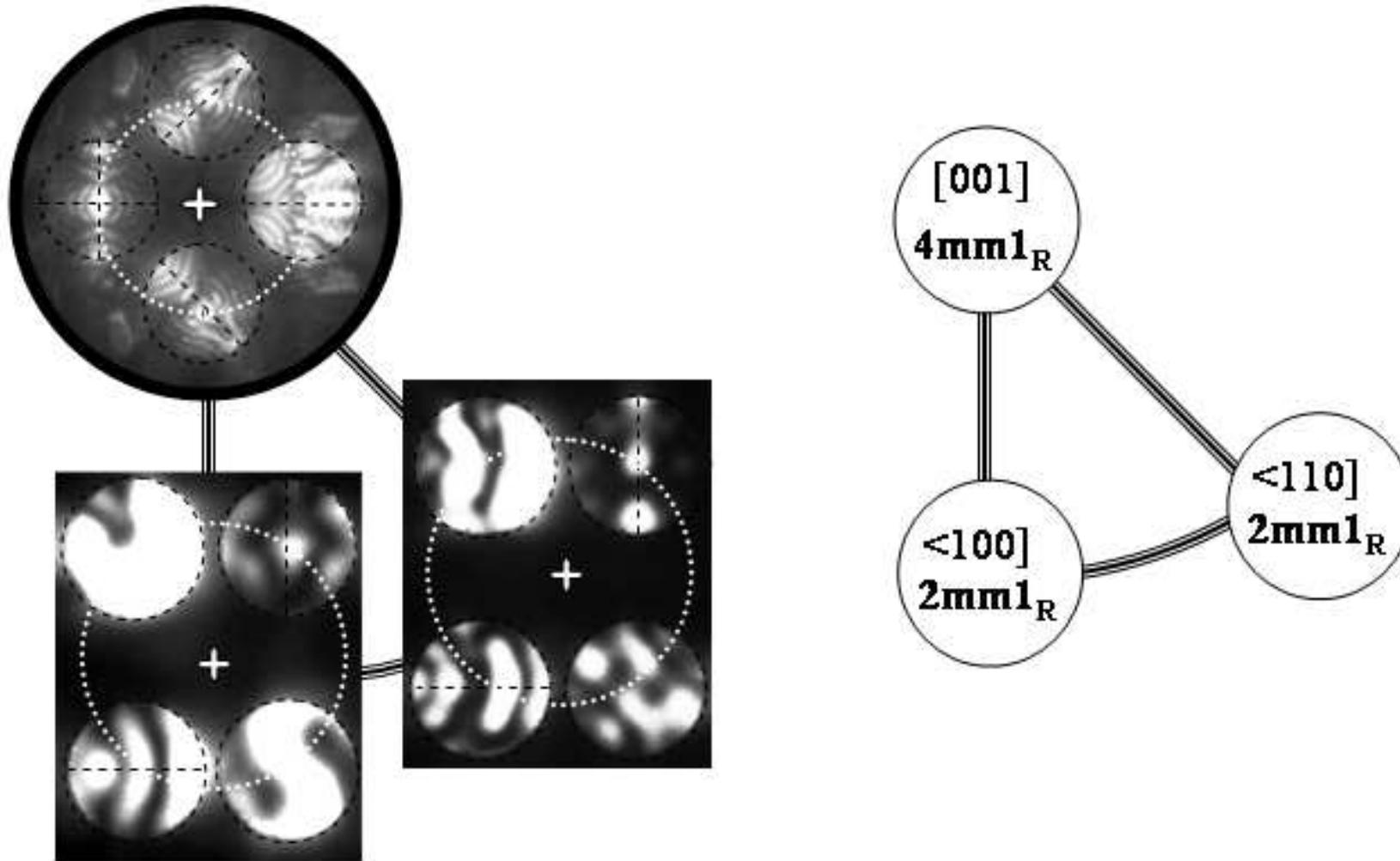


Figure III. 9 : Cliché 4-faisceaux (carré et rectangulaires) obtenus en faisceau convergent par la méthode de Tanaka à partir de cliché de diffraction symétriques d'axes de zone a) $[001]$, b) $\langle 100 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$ de symétrie bidimensionnelle respectivement ($4mm$, $2mm$ et $2mm$). Les symétries des clichés 4-faisceaux sont caractéristiques des classes de diffraction projetées ($4mm1_R$, $2mm1_R$ et $2mm1_R$), pour le système quadratique.

II. Relations d'orientation entre phases

Les différents clichés expérimentaux obtenus en diffraction électronique montrent que les trois phases intermétalliques ordonnées $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$, $\gamma - \text{TiAl}$ et $\text{B2} - \text{TiAl}$ adoptent entre elles des relations d'orientations. Ces relations d'orientation se traduisent par la mise en parallèle entre, d'une part plusieurs axes de zones et d'autre part plusieurs plans réticulaires. Parmi les plans parallèles des différentes phases, plusieurs ont la même distance interréticulaire.

Nous allons, dans un premier temps, nous intéresser aux relations d'orientation entre la phase $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$ et la phase $\gamma - \text{TiAl}$.

II. 1. Relation d'orientation entre les phases $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$ et la phase $\gamma - \text{TiAl}$

Les phases de l'alliage TiAl se présentent sous forme de lamelles $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$ et $\gamma - \text{TiAl}$. Le séquençement de ces lamelles semble aléatoire. Pour le matériau brut de livraison, les interfaces qui séparent ces deux phases sont planes. Au cours des sollicitations thermiques et thermomécaniques, les phases conservent les mêmes relations d'orientation mais les interfaces entre lamelles ($\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al} + \gamma - \text{TiAl}$) perdent leur planéité.

Les figure III. 10 et III. 11 montrent deux clichés de diffraction électronique obtenus en mode sélection d'aire (SAED). Ces clichés ont été enregistrés pour les deux phases chacun suivant des axes de zones parallèles entre eux.

Une attention particulière est réservée à ces deux clichés de diffraction électronique. Leur indexation cohérente montre qu'ils sont composés chacun de trois réseaux.

Le cliché composite de la figure III. 10 comprend :

- un réseau caractéristique de la phase $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$; il a été obtenu suivant l'axe de zone $[11\bar{2}0]$.
- Les deux autres réseaux sont caractéristiques de la phase $\gamma - \text{TiAl}$. Ils appartiennent à deux individus de la phase $\gamma - \text{TiAl}$ qui sont en position de maillage. Les deux individus, non maillé, γ_{O} et maillé, γ_{M} , sont observés respectivement suivant $[\bar{1}10]_{\gamma_{\text{O}}} // [\bar{1}10]_{\gamma_{\text{M}}}$.

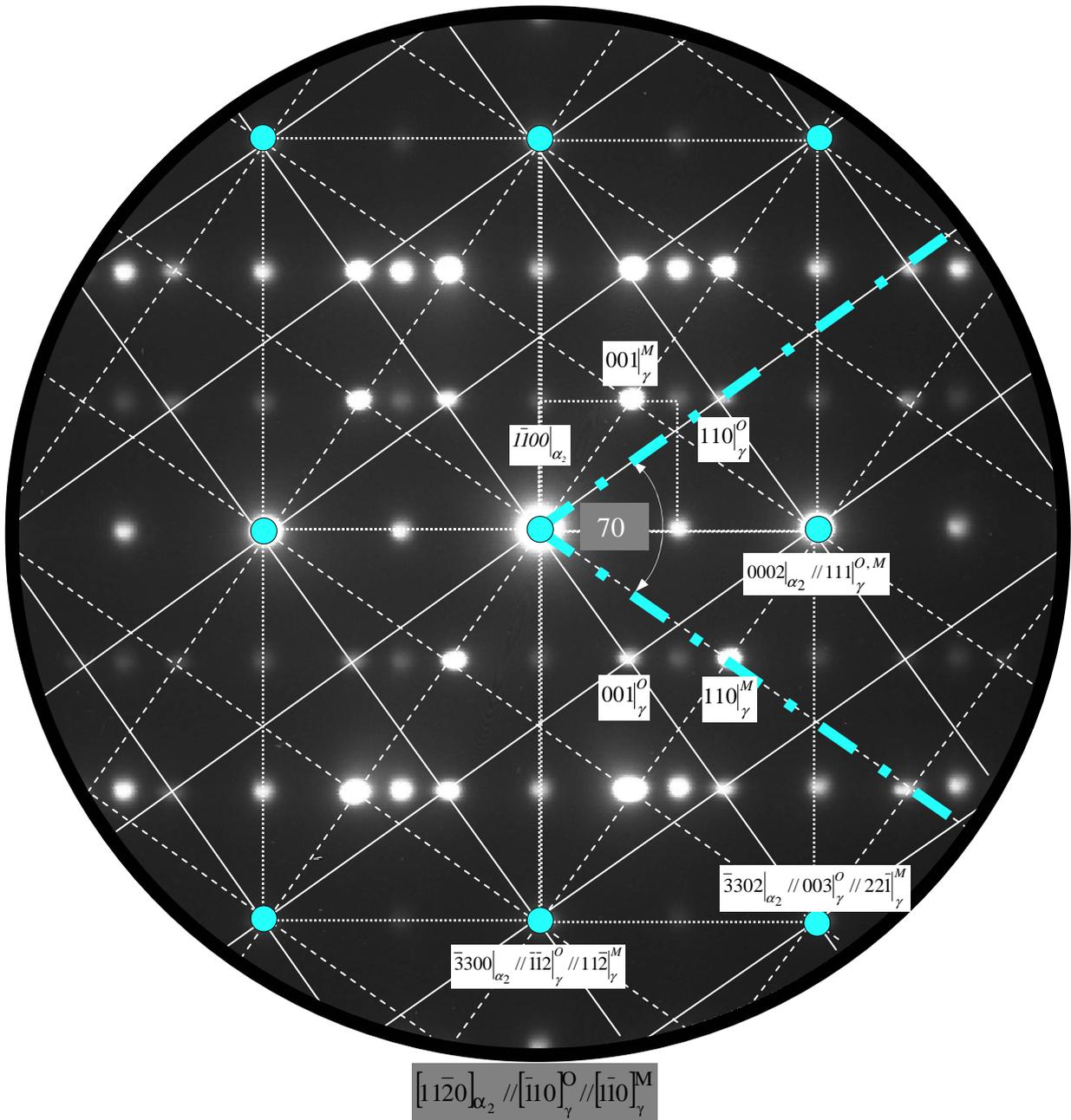


Figure III. 10 : Cliché de diffraction composite obtenu suivant l'axe de zone

$$[\bar{1}1\bar{2}0]_{\alpha_2} // [\bar{1}\bar{1}0]_{\gamma_0} // [\bar{1}\bar{1}0]_{\gamma_M}^M.$$

Le cliché est composé de trois réseaux : un des réseaux appartient à la phase $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$ et les deux autres appartiennent à la phase $\gamma - \text{TiAl}$; ces deux derniers sont en configuration caractéristique de maillage. Les deux réseaux de maillage sont reliés par une rotation de 70° autour de l'axe de zone $[\bar{1}\bar{1}0]_{\gamma_0} // [\bar{1}\bar{1}0]_{\gamma_M}^M$.

L'interpénétration des trois réseaux conduit à un réseau de coïncidence des réseaux réciproques (CSL)*.

Le cliché composite de la figure III. 11 comprend :

- un réseau caractéristique de la phase $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$; il a été obtenu suivant l'axe de zone $[1\bar{1}\bar{2}0]$,
- Les deux autres réseaux sont caractéristiques de la phase $\gamma - \text{TiAl}$. Ils appartiennent à deux individus de la phase $\gamma - \text{TiAl}$ qui sont cette fois-ci en position de pseudomaclage. Les deux individus, non maclé, γ_{O} et pseudomaclé, γ_{PM} , sont observés respectivement suivant $[\bar{1}10]_{\gamma_{\text{O}}} // [0\bar{1}\bar{1}]_{\gamma_{\text{PM}}}$.

La construction des projections stéréographiques (Figs. III. 12 et 13) à l'aide du logiciel *Electron Diffraction* [7] en relation avec les deux clichés de diffraction a permis d'établir de façon cohérente des relations d'orientation *quadriangulaires* traduisant le parallélisme entre d'une part les plans et d'autre part, entre les directions des phases $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$ et $\gamma - \text{TiAl}$.

Ces relations d'orientation s'écrivent pour les plans :

$$\begin{aligned} (0002)_{\alpha_2} &\equiv (002)_{\alpha_2} // (111)_{\gamma_{\text{O}}} // (111)_{\gamma_{\text{M}}} // (111)_{\gamma_{\text{PM}}} \\ (3\bar{3}00)_{\alpha_2} &\equiv (3\bar{3}0)_{\alpha_2} // (1\bar{1}\bar{2})_{\gamma_{\text{O}}} // (\bar{1}\bar{1}\bar{2})_{\gamma_{\text{M}}} // (2\bar{1}\bar{1})_{\gamma_{\text{PM}}} \\ (1\bar{1}\bar{2}0)_{\alpha_2} &\equiv (110)_{\alpha_2} // (\bar{1}10)_{\gamma_{\text{O}}} // (\bar{1}\bar{1}0)_{\gamma_{\text{M}}} // (0\bar{1}\bar{1})_{\gamma_{\text{PM}}} \end{aligned}$$

Pour la phase $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$, les plans sont exprimés en trois et quatre indices pour mettre en évidence les éléments de symétrie, caractéristiques du système hexagonal, qui seront utilisés ultérieurement.

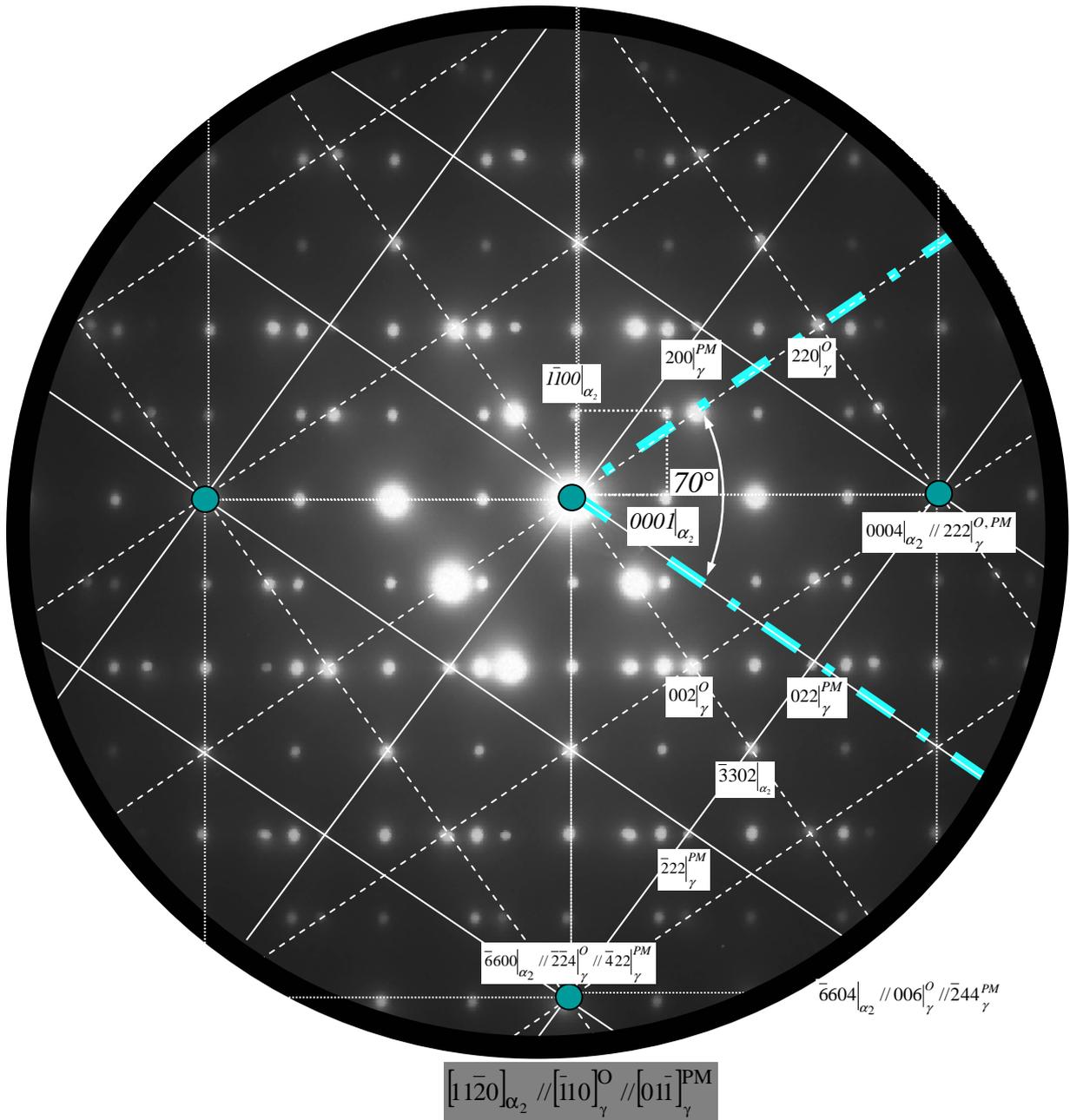


Figure III. 11 : Cliché de diffraction composite obtenu suivant l'axe de zone

$$[11\bar{2}0]_{\alpha_2} // [110]_{\gamma^O} // [01\bar{1}]_{\gamma^{PM}}$$

Le cliché est composé de trois réseaux : un des réseaux appartient à la phase $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$ et les deux autres appartiennent à la phase $\gamma - \text{TiAl}$; ces deux derniers sont en configuration caractéristique du pseudomaclage. Les deux réseaux de maclage sont reliés par une rotation de 70° autour de l'axe de zone $[110]_{\gamma^O} // [01\bar{1}]_{\gamma^{PM}}$.

L'interpénétration des trois réseaux conduit à un réseau de coïncidence dans le réseau réciproque (CSL)*.

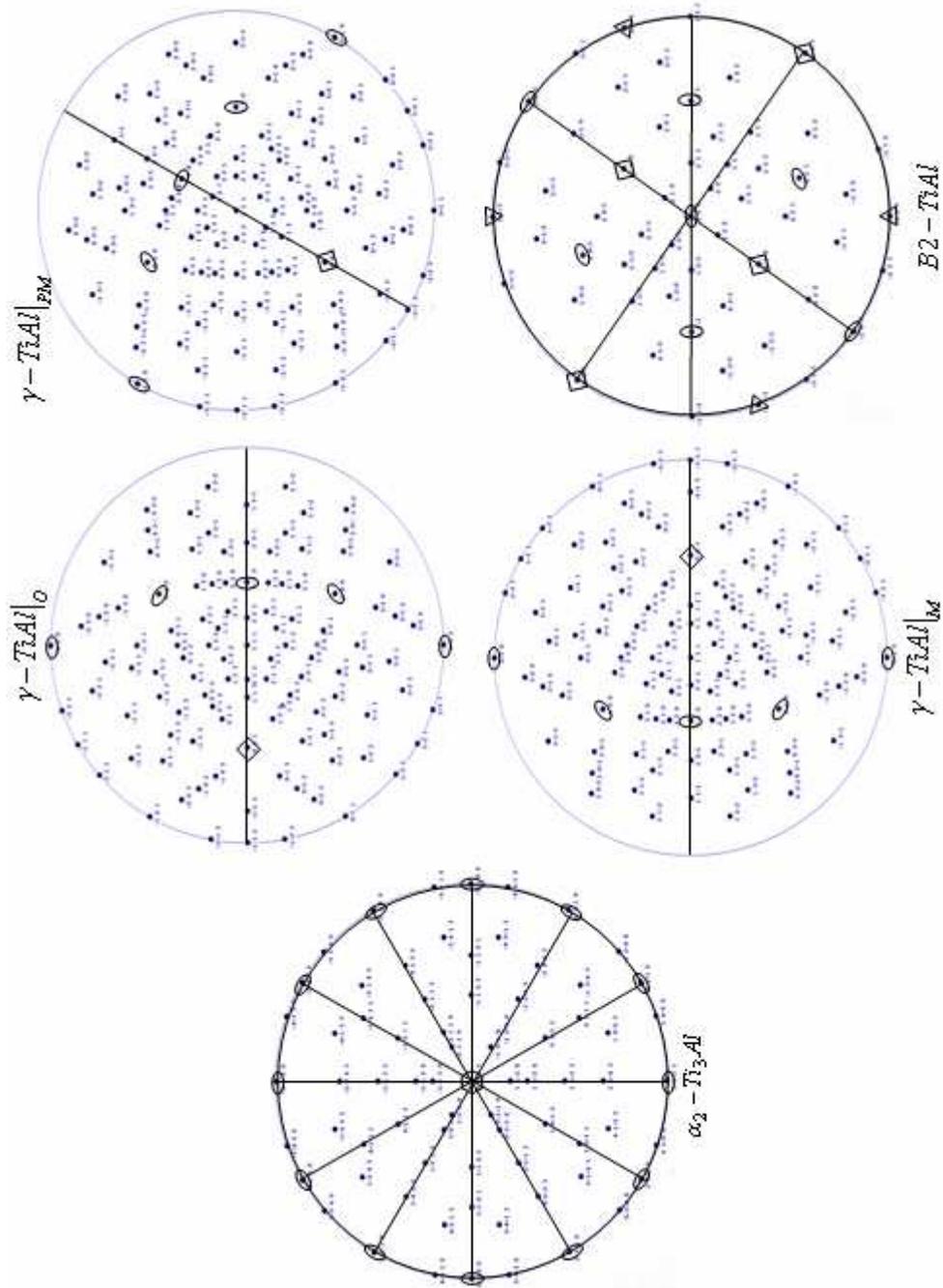


Figure III. 12 : Relation d'orientation (directions) entre les phases ordonnées :
 $\alpha_2 - Ti_3Al$, $\gamma_O - TiAl$, $\gamma_{PM} - TiAl$ et $\gamma_M - TiAl$ et $E2 - TiAl$

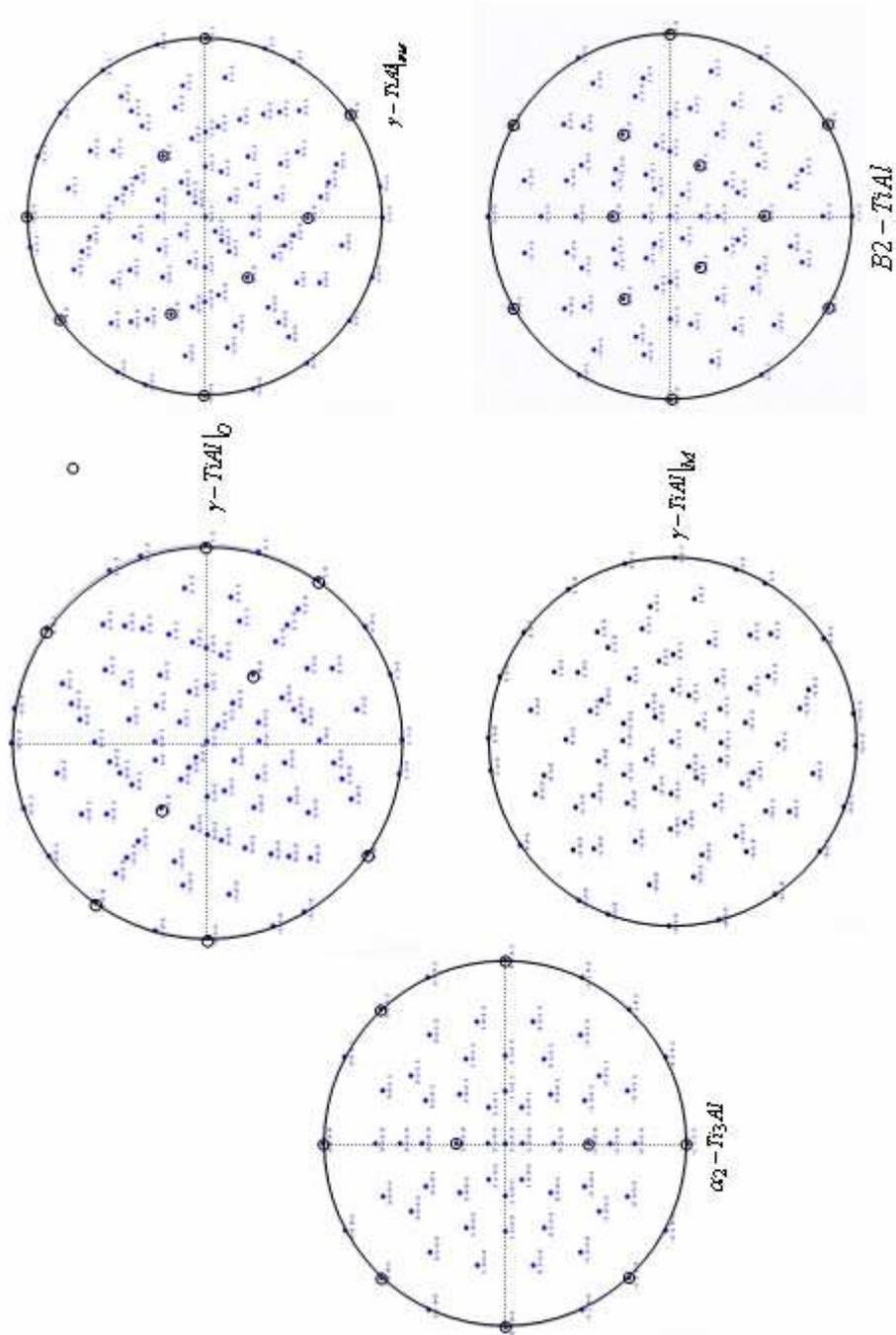


Figure III.13 : Relation d'orientation (plans) entre les phases ordonnées :
 α_2 -Ti₃Al, γ_0 -TiAl, γ_{100} -TiAl et γ_{111} -TiAl et E2-TiAl

Le parallélisme entre les trois vecteurs du réseau réciproque (parallélisme entre plans) de chaque phase peut se traduire, en tenant compte des paramètres réticulaires des deux phases $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$ et $\gamma - \text{TiAl}$, par un calcul matriciel. Les matrices qui traduisent le parallélisme entre plans et directions s'établissent à partir des relations suivantes :

Pour les plans :

$$\begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix}_{\gamma} = (\gamma M \alpha_2) \begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix}_{\alpha_2} \quad \text{et} \quad \begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix}_{\alpha_2} = (\gamma M \alpha_2)^{-1} \begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix}_{\gamma}$$

Pour les directions :

$$\begin{bmatrix} u \\ v \\ w \end{bmatrix}_{\gamma} = ((\gamma M \alpha_2)^{-1})^t \begin{bmatrix} u \\ v \\ w \end{bmatrix}_{\alpha_2} \quad \text{et} \quad \begin{bmatrix} u \\ v \\ w \end{bmatrix}_{\alpha_2} = (\gamma M \alpha_2)^t \begin{bmatrix} u \\ v \\ w \end{bmatrix}_{\gamma}$$

Les matrices $(\gamma M \alpha_2)^{-1}$, $((\gamma M \alpha_2)^{-1})^t$ et $(\gamma M \alpha_2)^t$ sont respectivement la matrice inverse, la transposée de la matrice inverse et la transposée de la matrice de passage $(\gamma M \alpha_2)$ qui exprime les vecteurs du réseau réciproque de la phase $\gamma - \text{TiAl}$ en fonction de ceux de la phase $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$.

Les matrices qui expriment le parallélisme, aussi bien entre plans qu'entre directions de la phase $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$ et les individus non maclé, maclé et pseudomaclé de la phase $\gamma - \text{TiAl}$ sont regroupés dans le tableau III. 1.

Les déterminants de ces matrices sont égaux soit à 2 soit à 1/2. Ils montrent que le volume de la phase $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$ est le double de la phase $\gamma - \text{TiAl}$ (ou le volume de $\gamma - \text{TiAl}$ est moitié de celui de la phase $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$). En effet, la phase $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$ contient huit atomes par maille, le double de la phase $\gamma - \text{TiAl}$.

Les déterminants des matrices de passage, pour la phase $\gamma - \text{TiAl}$, entre les individus non maclés et les individus maclés et pseudomaclés ainsi que ceux des matrices de passage entre les individus maclés et pseudomaclés sont égaux à l'unité. Ces matrices de passage dont le déterminant est égal à l'unité sont des matrices de rotation. Elles traduisent le passage entre individus maclé et non maclé et pseudomaclé par de simples rotations.

a) Directions	$\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$	$\gamma - \text{TiAl} ^{\text{O}}$	$\gamma - \text{TiAl} ^{\text{M}}$	$\gamma - \text{TiAl} ^{\text{PM}}$
$\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$		$\frac{1}{3} \begin{bmatrix} 0 & \bar{3} & 2 \\ 3 & 0 & 2 \\ \bar{3} & 3 & 2 \end{bmatrix}$	$\frac{1}{3} \begin{bmatrix} 0 & 3 & 2 \\ \bar{3} & 0 & 2 \\ 3 & \bar{3} & 2 \end{bmatrix}$	$\frac{1}{3} \begin{bmatrix} 3 & \bar{3} & 2 \\ 0 & 3 & 2 \\ \bar{3} & 0 & 2 \end{bmatrix}$
$\gamma - \text{TiAl} ^{\text{O}}$	$\frac{1}{6} \begin{bmatrix} \bar{2} & 4 & \bar{2} \\ 4 & 2 & 2 \\ 3 & 3 & 3 \end{bmatrix}$		$\frac{1}{3} \begin{bmatrix} \bar{1} & 2 & 2 \\ 2 & \bar{1} & 2 \\ 2 & 2 & \bar{1} \end{bmatrix}$	$\frac{1}{3} \begin{bmatrix} 2 & 2 & \bar{1} \\ \bar{1} & 2 & 2 \\ 2 & \bar{1} & 2 \end{bmatrix}$
$\gamma - \text{TiAl} ^{\text{M}}$	$\frac{1}{6} \begin{bmatrix} 2 & 4 & \bar{2} \\ 4 & \bar{2} & \bar{2} \\ 3 & 3 & 3 \end{bmatrix}$	$\frac{1}{3} \begin{bmatrix} \bar{1} & 2 & 2 \\ 2 & \bar{1} & 2 \\ 2 & 2 & \bar{1} \end{bmatrix}$		$\begin{bmatrix} 0 & 0 & 1 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \end{bmatrix}$
$\gamma - \text{TiAl} ^{\text{PM}}$	$\frac{1}{6} \begin{bmatrix} 2 & 2 & \bar{4} \\ \bar{2} & 4 & \bar{2} \\ 3 & 3 & 3 \end{bmatrix}$	$\frac{1}{3} \begin{bmatrix} 2 & \bar{1} & 2 \\ 2 & 2 & \bar{1} \\ \bar{1} & 2 & 2 \end{bmatrix}$	$\begin{bmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ 1 & 0 & 0 \end{bmatrix}$	

b) Plans	$\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$	$\gamma - \text{TiAl} ^{\text{O}}$	$\gamma - \text{TiAl} ^{\text{M}}$	$\gamma - \text{TiAl} ^{\text{PM}}$
$\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$		$\frac{1}{6} \begin{pmatrix} \bar{2} & 4 & 3 \\ 4 & 2 & 3 \\ \bar{2} & 2 & 3 \end{pmatrix}$	$\frac{1}{6} \begin{pmatrix} 2 & 4 & 3 \\ 4 & \bar{2} & 3 \\ 2 & 2 & 3 \end{pmatrix}$	$\frac{1}{6} \begin{pmatrix} 2 & \bar{2} & 3 \\ 2 & 4 & 3 \\ 4 & \bar{2} & 3 \end{pmatrix}$
$\gamma - \text{TiAl} ^{\text{O}}$	$\frac{1}{3} \begin{pmatrix} 0 & 3 & \bar{3} \\ \bar{3} & 0 & 3 \\ 2 & 2 & 2 \end{pmatrix}$		$\frac{1}{3} \begin{pmatrix} \bar{1} & 2 & 2 \\ 2 & \bar{1} & 2 \\ 2 & 2 & \bar{1} \end{pmatrix}$	$\frac{1}{3} \begin{pmatrix} 2 & 2 & \bar{1} \\ \bar{1} & 2 & 2 \\ 2 & \bar{1} & 2 \end{pmatrix}$
$\gamma - \text{TiAl} ^{\text{M}}$	$\frac{1}{3} \begin{pmatrix} 0 & \bar{3} & 3 \\ 3 & 0 & \bar{3} \\ 2 & 2 & 2 \end{pmatrix}$	$\frac{1}{3} \begin{pmatrix} \bar{1} & 2 & 2 \\ 2 & \bar{1} & 2 \\ 2 & 2 & \bar{1} \end{pmatrix}$		$\begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \end{pmatrix}$
$\gamma - \text{TiAl} ^{\text{PM}}$	$\frac{1}{3} \begin{pmatrix} 3 & 0 & \bar{3} \\ \bar{3} & 3 & 0 \\ 2 & 2 & 2 \end{pmatrix}$	$\frac{1}{3} \begin{pmatrix} 2 & \bar{1} & 2 \\ 2 & 2 & \bar{1} \\ \bar{1} & 2 & 2 \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$	

Tableau III. 1 : Matrices de passage a) entre directions et b) entre plans de la phase $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$ et des individus non maclés, maclés et pseudomaclés de la phase $\gamma - \text{TiAl}$, d'une part et des individus non maclés et maclés et pseudomaclés, d'autre part.

Ces rotations se font autour de $[\bar{1}10]_{\gamma_O} // [110]_{\gamma_M}$ pour les couples individus non maclés et autour de $[\bar{1}10]_{\gamma_O} // [01\bar{1}]_{\gamma_M}$ pour les individus non maclés et pseudomaclés. Les angles de rotation sont dans les deux cas de l'ordre de 70° .

Le grand nombre d'axes de zones et de plans parallèles de même distance interréticulaire suggère que la structure de la phase $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$ puisse être considérée comme une *surstructure* de la phase $\gamma - \text{TiAl}$.

À partir des relations d'orientation entre la phase $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$ et la phase $\gamma - \text{TiAl}$ (non maclée, maclée ou pseudomaclée), une analogie peut être tentée.

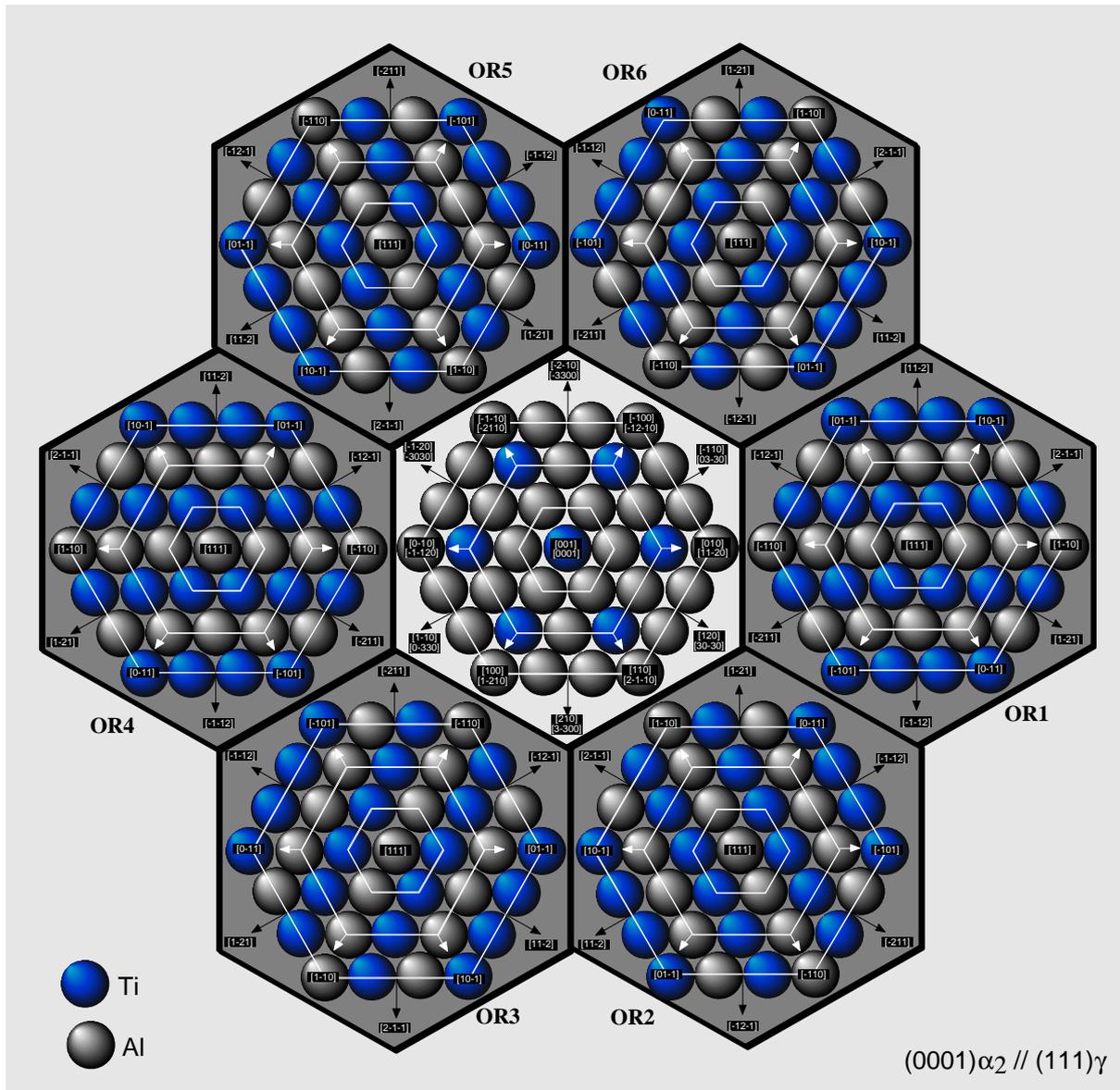


Figure III. 14 : Représentation schématique des six variantes d'orientation (OR1-6) entre la phases $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$ (hexagone clair) et la phase $\gamma - \text{TiAl}$ (hexagones foncés), adoptant le parallélisme entre plans : $(0001)\alpha_2 // (111)\gamma$

La figure III. 14 donne une représentation schématique de la projection des atomes de la phase $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$ et de la phase $\gamma - \text{TiAl}$ des plans atomique compacts parallèles, $(0001)_{\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}} // (111)_{\gamma - \text{TiAl}}$.

En tenant compte des orientations possibles dans ces plans, six variantes d'orientation (notées : OR1, OR2, ...OR6) sont possibles entre la phases $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$ (hexagone clair) et la phase $\gamma - \text{TiAl}$ (hexagones foncés).

II. 2. Relation d'orientation entre les phases $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$, $\gamma - \text{TiAl}$ et B2 - TiAl

Les phases de l'alliage TiAl se présentent sous forme de lamelles $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$ et $\gamma - \text{TiAl}$. Les lamelles sont bordées par une troisième phase, la phase intermétallique ordonnée B2 - TiAl.

Cette phase est présente aussi bien dans le matériau brut de livraison que lorsque le matériau a été soumis à des sollicitations thermiques ou thermomécaniques.

La figure III. 15 montre un cliché de diffraction électronique obtenu en mode microdiffraction. Ce cliché a été enregistré pour les trois phases suivant des axes de zone parallèles entre eux. Le cliché est composé de quatre réseaux : le réseau en trait plein appartient à la phase $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$, les réseaux en tiretés appartiennent à la phase $\gamma - \text{TiAl}$ (non maclé, maclé, pseudomaclé) et le réseau en pointillés appartient à la phase B2 - TiAl. Les réflexions qui n'appartiennent à aucun réseau sont des réflexions de multiple diffraction.

La construction des projections stéréographiques (Figs. III. 12 et 13) à l'aide du logiciel *Electron Diffraction* [7] en relation avec les différents clichés de diffraction a permis d'établir de façon cohérente des relations d'orientation traduisant le parallélisme entre les trois phases. En tenant compte de la phase $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$, la phase B2 - TiAl et la phase $\gamma - \text{TiAl}$ avec ses différentes configurations de maclage, les relations d'orientation pour les plans s'écrivent :

$$\begin{aligned} (0002)_{\alpha_2} &\equiv (002)_{\alpha_2} // (111)_{\gamma_O} // (111)_{\gamma_M} // (111)_{\gamma_{PM}} // (110)_{B2} \\ (\bar{3}\bar{3}00)_{\alpha_2} &\equiv (\bar{3}\bar{3}0)_{\alpha_2} // (\bar{1}\bar{1}\bar{2})_{\gamma_O} // (\bar{1}\bar{1}\bar{2})_{\gamma_M} // (\bar{2}\bar{1}\bar{1})_{\gamma_{PM}} // (\bar{1}\bar{1}\bar{2})_{B2} \\ (1\bar{1}\bar{2}0)_{\alpha_2} &\equiv (110)_{\alpha_2} // (\bar{1}\bar{1}0)_{\gamma_O} // (\bar{1}\bar{1}0)_{\gamma_M} // (0\bar{1}\bar{1})_{\gamma_{PM}} // (\bar{1}\bar{1}1)_{B2} \end{aligned}$$

Quelque soit l'état du matériau (brut de livraison ou soumis aux sollicitation thermique ou thermomécanique) les phases adoptent les mêmes relations d'orientation cristallographiques. Cependant au cours des sollicitations thermiques et thermomécaniques, les interfaces entre lamelles ($\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al} + \gamma - \text{TiAl}$) perdent leur planéité.

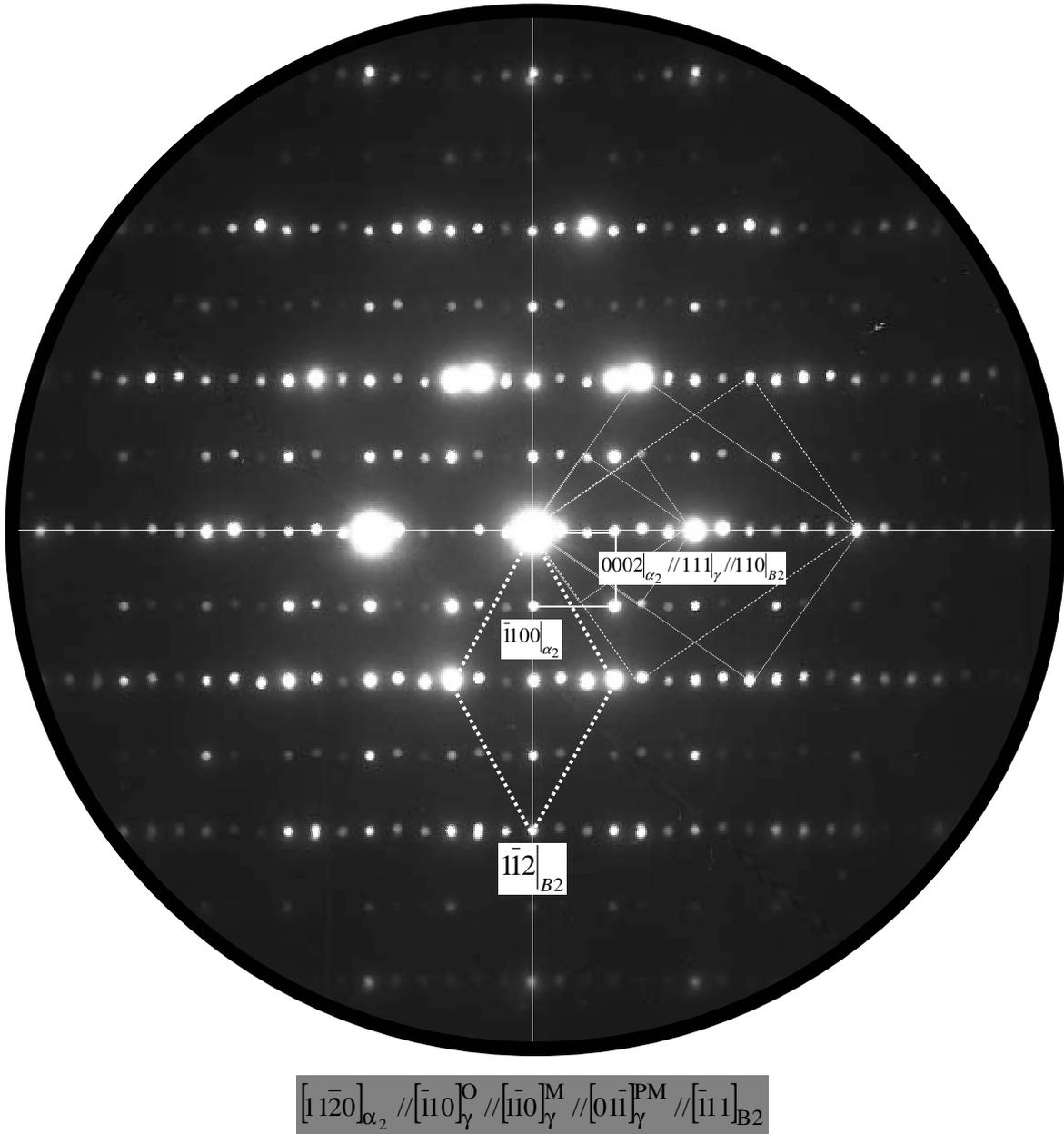


Figure III. 15 : Cliché de diffraction composite obtenu suivant l'axe de zone :

$[11\bar{2}0]_{\alpha_2} // [110]_{\gamma}^O // [110]_{\gamma}^M // [01\bar{1}]_{\gamma}^{PM} // [\bar{1}11]_{B2}$. Le Cliché est composé de quatre réseaux : le réseau en trait plein appartient à la phase $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$, les réseaux en tiretés appartiennent à la phase $\gamma - \text{TiAl}$ (non maclé, maclé, pseudomaclé) et le réseau en pointillés appartient à la phase $B2 - \text{TiAl}$. Les réflexions qui n'appartiennent à aucun réseau sont des réflexions de multiple diffraction.

II. 3. Mailles de coïncidence des phases $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$ et $\gamma - \text{TiAl}$ et interfaces

Lorsque deux cristaux de même nature (A/A) ou de natures différentes (A/B) sont en contact, quatre réseaux de coïncidence peuvent être définis, deux dans le réseau direct et deux dans le réseau réciproque. Il s'agit des CSL (Coincidence Site Lattice) et DSC (Displacement Shift Complete Lattice).

- Le **CSL** est le réseau des sites communs aux réseaux des deux cristaux en contact (A et A ou A et B). Il est formé des translations communes aux deux réseaux en contact. Il peut être considéré comme le plus petit commun multiple des deux réseaux, un genre de PPCM.
- Le **DSC** est bâti sur l'intersection des translations des deux réseaux en contact (A et A ou A et B). Il est construit sur les combinaisons linéaires et entières des vecteurs de bases des deux réseaux en contact. Il peut être considéré comme le plus grand diviseur commun des deux réseaux, un genre de PGCD.

Les réseaux *CSL* et *DSC* du réseau direct sont reliés au CSL^* et DSC^* du réseau réciproque. Le réseau réciproque du *CSL* (*DSC*) construit dans le réseau direct est le réseau DSC^* (CSL^*) construit dans le réseau réciproque.

Les vecteurs de base du *DSC* du réseau direct ou leurs combinaisons sont les vecteurs de Burgers possibles des dislocations de l'interface qui se développe entre les deux cristaux (A et A ou A et B). Les vecteurs de Burgers les plus probables sont dictés par des considérations géométriques.

Les lamelles de la phase $\gamma - \text{TiAl}$ développent entre elles et avec la phase $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$ des interfaces planes.

Les lamelles de la phase $\gamma - \text{TiAl}$ sont soit en position de maclage soit en position de pseudomaclage. L'interface qui sépare les individus de maclage a été identifiée par analyse de trace mettant en jeu des clichés de diffraction obtenus en SAED et couplés aux images en microscopie. Le plan de macle est un plan de type $\{111\}_\gamma$.

L'interpénétration des trois réseaux de la phase $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$ et ceux de la phase $\gamma - \text{TiAl}$ (Figs. III. 10 et 11) conduit à un réseau de coïncidence CSL^* dans le réseau réciproque. Les réseaux CSL^* sont tracés en pointillés (Figs. III. 10 et 11).

Les trois vecteurs de bases R_1^* , R_2^* et R_3^* du CSL^* sont reliés aux vecteurs de bases r_1 , r_2 et r_3 du DSC par les relations de cristallographie suivantes :

$$r_1 = \frac{R_2^* \wedge R_3^*}{(R_1^* \wedge R_2^*) \times R_3^*}, \quad r_2 = \frac{R_3^* \wedge R_1^*}{(R_1^* \wedge R_2^*) \times R_3^*} \quad \text{et} \quad r_3 = \frac{R_1^* \wedge R_2^*}{(R_1^* \wedge R_2^*) \times R_3^*}.$$

Les vecteurs de base du réseau direct DSC ont été ainsi déterminés et sont regroupés dans le tableau III. 2.

Cristaux en contact	Réseau réciproque CSL^*	Réseau direct DSC
γ^O / γ^M	$R_1^* = [111]_{\gamma O}$ $R_2^* = [1\bar{1}2]_{\gamma O}$ $R_3^* = [\bar{1}10]_{\gamma O}$	$r_1 = \frac{1}{3}[111]_{\gamma O}$ $r_2 = \frac{1}{6}[1\bar{1}2]_{\gamma O}$ $r_3 = \frac{1}{2}[\bar{1}10]_{\gamma O}$
γ^O / γ^{PM}	$R_1^* = [222]_{\gamma O}$ $R_2^* = [2\bar{2}4]_{\gamma O}$ $R_3^* = [\bar{1}10]_{\gamma O}$	$r_1 = \frac{1}{6}[111]_{\gamma O}$ $r_2 = \frac{1}{12}[1\bar{1}2]_{\gamma O}$ $r_3 = \frac{1}{2}[\bar{1}10]_{\gamma O}$
γ^O / α_2	$R_1^* = [111]_{\gamma O}$ $R_2^* = [1\bar{1}2]_{\gamma O}$ $R_3^* = [\bar{1}10]_{\gamma O}$	$r_1 = \frac{1}{3}[111]_{\gamma O}$ $r_2 = \frac{1}{6}[1\bar{1}2]_{\gamma O}$ $r_3 = \frac{1}{2}[\bar{1}10]_{\gamma O}$
γ^{PM} / α_2	$R_1^* = [222]_{\gamma O}$ $R_2^* = [4\bar{2}2]_{\gamma O}$ $R_3^* = [0\bar{1}\bar{1}]_{\gamma O}$	$r_1 = \frac{1}{6}[111]_{\gamma O}$ $r_2 = \frac{1}{12}[1\bar{1}2]_{\gamma O}$ $r_3 = \frac{1}{2}[\bar{1}10]_{\gamma O}$

Tableau III. 2 : Vecteurs du réseau de coïncidence (CSL^*) des réseaux réciproques des phases $\alpha_2 - Ti_3Al$ et de la phase $\gamma - TiAl$ (non maclée, maclée et pseudomaclée) et vecteurs du réseau DSC du réseau direct. Les vecteurs sont tous exprimés dans la base de la phase $\gamma - TiAl$ non maclée. Ils peuvent être exprimés dans les bases des autres phases à l'aide des matrices de passage (Tableau III. 1).

Les vecteurs de base du DSC sont déterminés pour les configurations où se développent :

- une interface entre individu non maclé et individu maclé et pseudomaclé de la phase $\gamma - TiAl$. Ce qui correspond dans le tableau au cas ; γ^O / γ^M , γ^O / γ^{PM} .

- Une interface entre la phase $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$ et les individus non maclé et pseudomaclé de la phase $\gamma - \text{TiAl}$.

Les vecteurs du CSL^* et du DSC sont tous exprimés dans la base de la phase $\gamma - \text{TiAl}$ non maclée. Ils peuvent être exprimés dans les autres bases à l'aide des matrices de passage (Tableau III. 1).

L'analyse des vecteurs de base des réseaux directs DSC montre que :

- les vecteurs de Burgers probables qui décrivent les interfaces γ^O / γ^M et γ^O / α_2 d'une part et ceux qui décrivent les interfaces γ^O / γ^{PM} et γ^{PM} / α_2 d'autre part sont identiques.
- Les vecteurs de Burgers probables des interfaces γ^O / γ^{PM} et γ^{PM} / α_2 sont plus petits que ceux des interfaces γ^O / γ^M et γ^O / α_2 .

Il est bien établi que les interfaces les plus stables sont celles qui ont l'énergie la plus basse. Cette énergie a été reliée à différents paramètres géométriques [8, 9]. Le paramètre établi par Ecob et Ralph [8] s'écrit :

$$R = \sum_i \sum_j \left(\frac{b_i b_j}{d_i d_j} \right)^{1/2}$$

où b_i et b_j sont les vecteurs de Burgers des dislocations de l'interface organisées en réseaux i et j et qui sont respectivement séparées par les distances d_i et d_j .

Il se dégage de ces constatations que les interfaces les plus stables seraient celles qui se développent entre d'une part $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$ et les individus non maclés et pseudomaclés de la phase $\gamma - \text{TiAl}$ et d'autre part entre la phase $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$ et les individus pseudomaclés.

Dans tous les cas, l'interface mettant en jeu des cristaux pseudomaclés avec des cristaux de la phase $\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al}$ et la phase $\gamma - \text{TiAl}$ non maclé semble être la plus stable.

Une étude statistique portant sur la nature et la fréquence des interfaces dans un îlot lamellaire ($\alpha_2 - \text{Ti}_3\text{Al} + \gamma - \text{TiAl}$) mérite d'être engagée et approfondie pour étayer cette hypothèse.

II. 4. Maclage dans la phase γ - TiAl

Le maclage est un phénomène généralement observé dans les alliages ferreux et dans les aciers. Il joue un rôle très important dans le contrôle des propriétés mécaniques de ces matériaux. Le maclage se produit suite à une déformation plastique, à une recristallisation ou à une accommodation des contraintes de croissance.

Du point de vue géométrique, une macle, induite par le maclage, est un cristal composite ou bicristal dont les individus de même nature situés de part et d'autre de l'interface de contact, sont reliés par une opération de symétrie simple (Fig. III. 16).

Si de part et d'autre de l'interface les individus ne sont pas de même nature chimique mais reliés par une opération simple de symétrie, on parlera de pseudomaclage (Fig. III. 16).

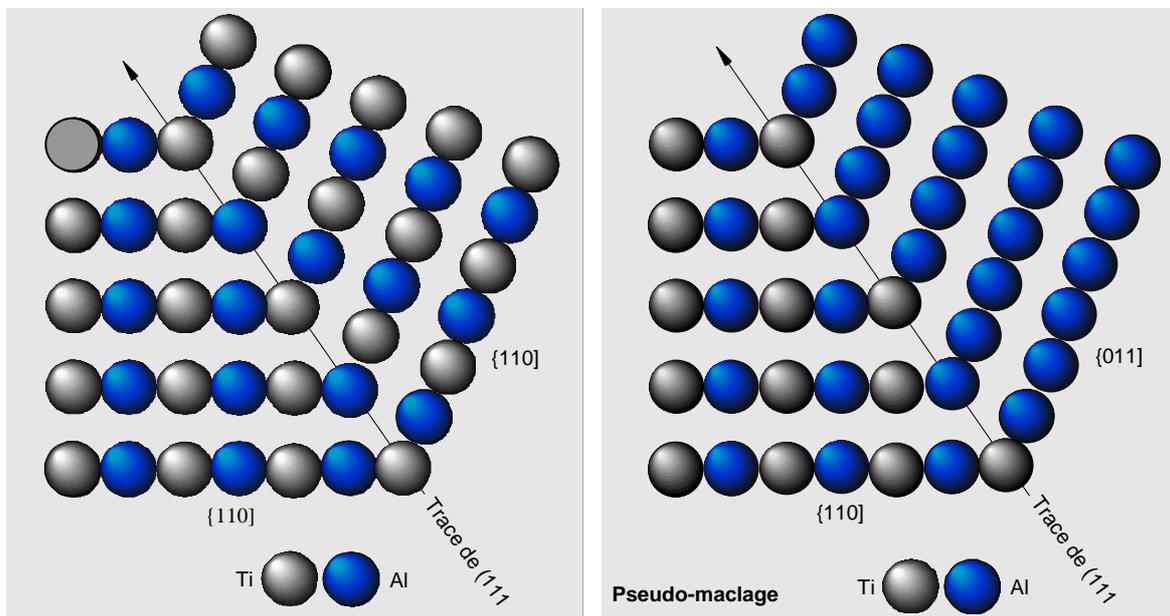


Figure III. 16 : Représentation schématique du maclage et du pseudomaclage dans la phase γ -TiAl.

Dans l'espace réel, les individus en position de maclage, pour les structures cubiques à faces centrées, sont reliés par le plan miroir (111) , le plan de maclage. Une autre alternative de description du maclage est une rotation de 180° autour de la direction $[111]$ normal au plan (111) . Dans l'espace réciproque, les individus de maclage sont aussi reliés par une rotation de 180° autour de la direction $[111]$.

Pour les alliages de TiAl, nous avons mis en évidence que la phase γ -TiAl se présente sous forme d'individus en position de maclage ou en position de pseudomaclage

(Chapitre IV). Ces configurations peuvent se classer dans la catégorie maclage au cours de recristallisation.

Par ailleurs, au cours des déformations thermomécaniques (compression dynamique), la phase γ – TiAl se déforme plastiquement par maclage conduisant à la formation de macles mécaniques (Chapitre V).

Les analyses par microscopie électronique et par diffraction des électrons ont permis de déterminer le plan de maclage et de pseudomaclage comme étant le même plan atomique de type (111).

Les macles peuvent être décrites par des rotations de 70° autour de l'axe de zone $[\bar{1}10]_{\gamma_0} // [01\bar{1}]_{\gamma_M}$ dans le cas du pseudomaclage et par une rotation de 70° autour de l'axe de zone $[\bar{1}10]_{\gamma_0} // [\bar{1}\bar{1}0]_{\gamma_M}$ dans le cas du maclage.

Références bibliographiques

- [1] B. F. Buxton, J. Eades, J. W. Steeds, G. M. Rackham, *The symmetry of electron diffraction zone axis patterns*, Philosophical Transactions **281** (1976) 171
- [2] J. P. Morniroli, J. W. Steeds, *Microdiffraction as a tool for crystal structure identification and determination*, Ultramicroscopy **45** (1992) 219
- [3] A. Redjaïmia, J. P. Morniroli, *Application of Microdiffraction to Crystal Structure Identification*, Ultramicroscopy **53** (1994) 305
- [4] M. Tanaka, M. Terauchi, *Convergent-Beam Electron Diffraction*, JEOL-Maruzen, Tokyo (1985)
- [5] M. Tanaka, M. Terauchi, T. Kaneyama, *Convergent-Beam Electron Diffraction II*, JEOL-Maruzen, Tokyo (1988)
- [6] *International Tables for Crystallography, Space Group Symmetry*, Ed. Theo Hahn, **A**, (1988)
- [7] Logiciel *Electron Diffraction*, Version 6.8.1, développé par J. P. Morniroli au Laboratoire de Métallurgie Physique et Génie des Matériaux, Villeneuve d'Ascq (2000)
- [8] R. C. Eacob, B. Ralph, *A model of the equilibrium structure of F. C. C./B. C. C. interfaces*, Acta Metallurgica **29** (1981) 1037
- [9] W. Bollmann, *Crystal Defects and Crystalline Interfaces*, Springer-Verlag, Berlin (1980)

CHAPITRE IV

EFFETS DES TRAITEMENTS THERMIQUES
ISOTHERMES
SUR LA MICROSTRUCTURE

Introduction

Ce chapitre présente les différents traitements thermiques effectués sur l'alliage à base de TiAl.

Les résultats des analyses microstructurales et chimiques sur les échantillons traités sont ensuite exposés puis comparés aux caractéristiques de l'alliage à l'état brut de livraison.

La synthèse et l'analyse des résultats chimiques et microstructuraux nous a permis de dégager les mécanismes de transformation de phases mis en jeu au cours des traitements thermiques. Ces mécanismes sont détaillés dans la dernière partie du chapitre.

I. Traitements thermiques isothermes

Les traitements thermiques de maintiens isothermes sont effectués dans un four vertical équipé d'un système de pompage secondaire assurant un vide de l'ordre de 10^{-3} Pa et permettant de faire des refroidissements rapides à l'eau. La régulation de la température est entretenue par un thermocouple de type K (Chromel-Alumel) inséré dans une gaine en alumine évitant ainsi la diffusion de ses éléments constitutifs vers les échantillons.

Les échantillons se présentent sous forme de petits parallélépipèdes rectangles d'environ $7 \times 7 \times 10 \text{ mm}^3$. Les échantillons sont chauffés à 700 °C et 900 °C à une vitesse moyenne de 3 °C /min pendant 3, 6, 12 et 18 jours. Après les maintiens en température, les échantillons sont trempés à l'eau afin de figer la microstructure et donc de conserver les fractions volumiques et la composition chimique des phases. Le choix des températures (700 et 900 °C) est dicté par les conditions réelles d'usage de ce type d'alliage.

Le tableau IV. 1 résume les conditions de traitements isothermes effectués.

Traitement	Température	Temps de traitement	Refroidissement
1	900 °C	3 jours	Refroidissement rapide à l'eau
2	900 °C	6 jours	
3	900 °C	12 jours	
4	900 °C	18 jours	
5	700 °C	18 jours	

Tableau IV. 1 : Paramètres du traitement de maintiens isothermes.

II. Évolution de la microstructure

L'évolution de la microstructure a été analysée par diffraction des rayons X, des électrons et par microscopies électroniques à balayage et à transmission.

II. 1. Analyse par diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X (DRX) a permis d'identifier les différentes phases et de déterminer les paramètres de maille atomique et les pourcentages volumiques des phases.

L'indexation du diagramme de diffraction des rayons X de l'état brut a montré la présence de trois phases intermétalliques dont les caractéristiques sont regroupées dans le tableau IV. 2 ci-dessous :

Nature de phase	α_2 -Ti ₃ Al	γ -TiAl	B2-TiAl
Structure	hexagonale	quadratique	cubique
Paramètres de maille	a = 0,5729 nm c = 0,4620 nm	a = 0,3999 nm c = 0,4057 nm	a = 0,3179 nm
Pourcentage volumique	6,6 % \pm 0,9	87,9 % \pm 3,5	5,5 % \pm 0,7

Tableau IV. 2 : Caractéristiques des phases α_2 , γ , B2, présentes dans le matériau à l'état brut (structure, paramètres de maille et pourcentage volumique).

La figure IV. 1 montre une série de diffractogrammes de l'échantillon brut et de ceux ayant subi des maintiens isothermes (3, 6, 12 et 18 jours à 900 °C). Pour plus de clarté, seuls les pics apparaissant entre 25 et 60 ° sont représentés. Les phases en présence sont : α_2 , γ et B2. L'analyse des différents spectres de diffraction X montre une évolution des intensités et des positions des pics par rapport à ceux de l'état brut de livraison. Ces évolutions des spectres sont des indicateurs de changements structuraux qui se sont produits dans les échantillons au cours des maintiens isothermes.

Les intensités de diffraction correspondant aux pics (200) et (201) de la phase α_2 diminuent fortement dès trois jours de traitement. L'analyse des diffractogrammes indique clairement que la phase α_2 disparaît dès les premiers jours de traitement.

Les pics (111) $_{\gamma}$ et (002) $_{\alpha_2}$ apparaissent par le même angle de diffraction de Bragg.

Le pic (110) de la phase B2 (voir agrandissement) se décale très légèrement vers les plus grands angles de diffraction X résultant de la diminution du paramètre de maille. Aucun changement notable des spectres de la phase majoritaire γ n'a été enregistré.

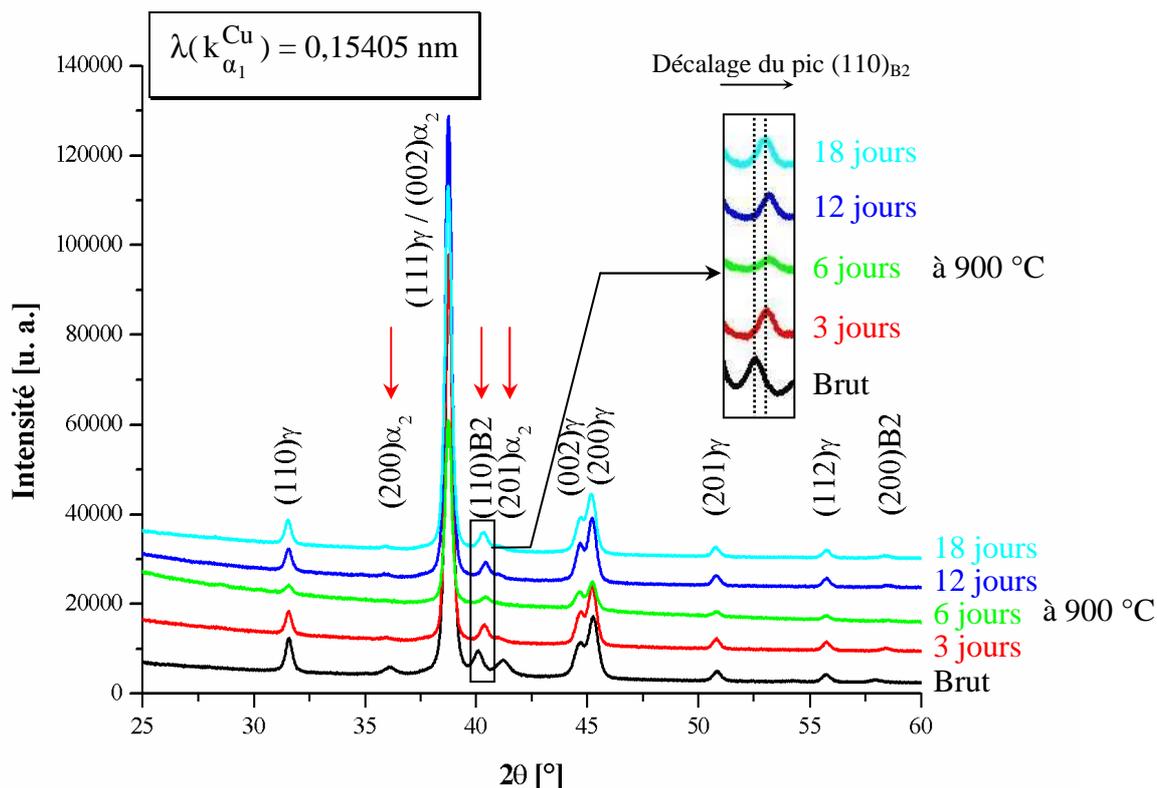


Figure IV. 1 : *Diffractogrammes de DRX des échantillons bruts et traités pendant 3, 6, 12 et 18 jours à 900 °C.*

Le pourcentage volumique des trois phases a été calculé pour chaque temps de maintien à 900 °C par la méthode de Rietveld [1, 2] à l'aide du logiciel Fullprof [3].

Les courbes de la figure IV. 2 montrent l'évolution du pourcentage volumique des phases α_2 , γ et B2 en fonction du temps de maintien. Le pourcentage volumique de la phase α_2 diminue avec le temps de maintien alors que celui de γ augmente. Le pourcentage de la phase γ correspond à la somme des pourcentages des lamelles γ et des grains monolithiques. Une légère diminution de la proportion de la phase B2 suivie d'une légère remontée est observée dès le début du traitement. Cependant, la simulation par le logiciel Fullprof n'a pu être réalisée que sur un pic de diffraction de B2 avec une incertitude assez grande. Ce résultat doit être pris avec précaution.

La figure IV. 3 montre une partie des diffractogrammes issus de l'analyse par diffraction des rayons X de l'alliage recuit pendant 18 jours à 700 °C et à 900 °C. Les spectres montrent que les trois phases évoluent de la même manière à 700 qu'à 900 °C. La diminution des intensités des pics de la phase α_2 montre que celle-ci tend à disparaître avec la température de maintien. Le décalage des pics des spectres vers les plus grands angles indique que le paramètre de maille de la phase B2 diminue.

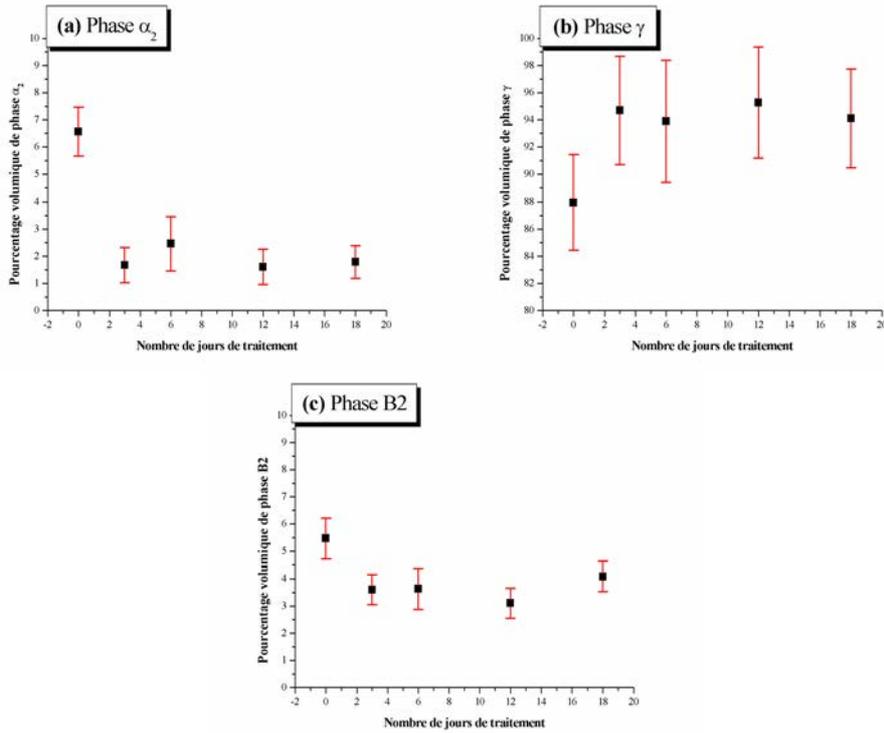


Figure IV. 2 : Évolution du pourcentage de phases en fonction du temps de maintien à 900 °C : (a) Phase α_2 , (b) Phase γ et (c) Phase B2.

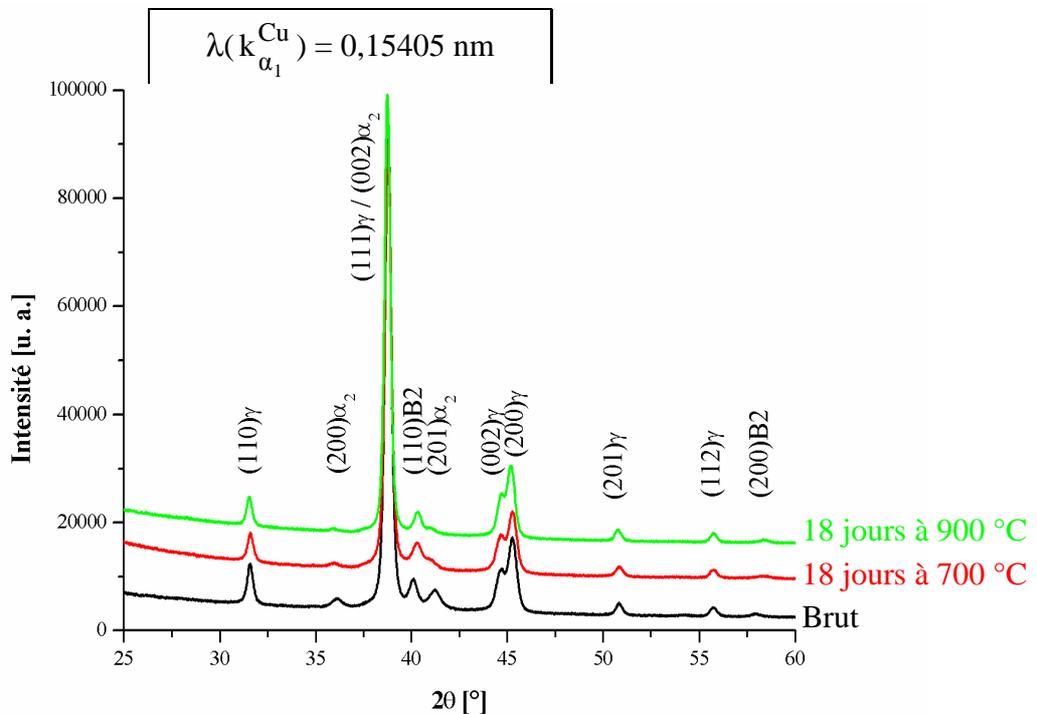


Figure IV. 3 : Diffractogrammes de DRX des échantillons bruts et traités pendant 18 jours à 700 et à 900 °C.

Synthèse :

- La diffraction des rayons X indique que quels que soient les paramètres de maintiens isothermes (température, temps), les trois phases α_2 , γ et B2 sont présentes.
- Dès 3 jours de traitement à 900 °C, le pourcentage de la phase γ augmente au détriment des phases α_2 et B2. Pour les temps plus longs, le pourcentage de la phase B2 montre une légère augmentation.
- Le même comportement semble se produire à partir de 18 jours à 700 °C.
- Le paramètre de maille de la phase B2 évolue en fonction du temps de maintien.

II. 2. Analyse par microscopie électronique à balayage

La figure IV. 4 présente des micrographies électroniques à balayage de l'alliage brut de livraison réalisées en mode électrons rétrodiffusés (BSE).

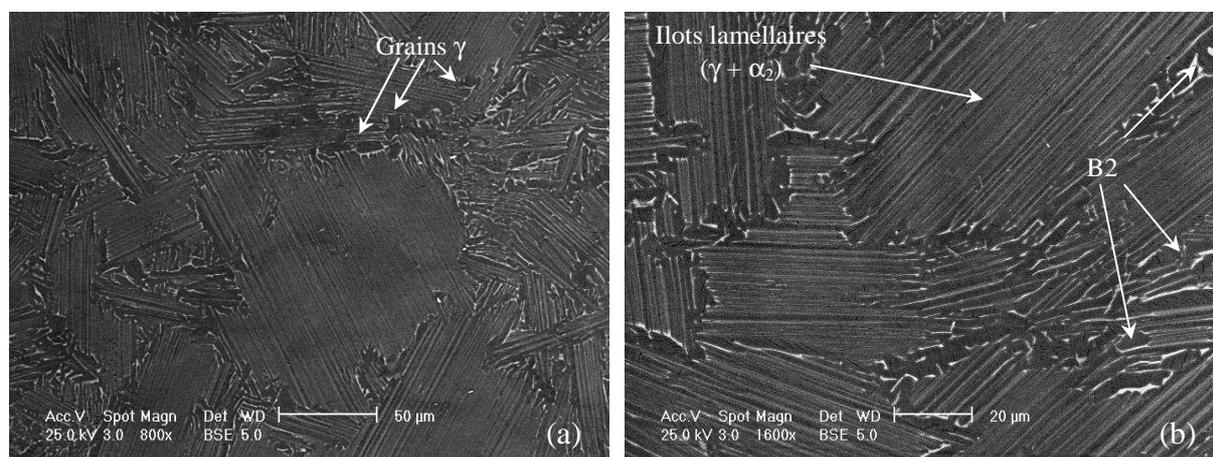


Figure IV. 4 : Micrographies électroniques à balayage en mode BSE de l'état brut.

Les images obtenues en électrons rétrodiffusés montrent la présence d'îlots lamellaires ($\alpha_2 + \gamma$), de grains monolithiques γ et de phase B2 aux joints de grains γ et en bordure des lamelles.

Les îlots lamellaires possèdent une morphologie et des contours bien définis. Les lamelles γ et α_2 sont caractérisées par des interfaces planes et continues.

Les figures IV. 5a-d montrent des images en électrons rétrodiffusés de l'alliage maintenu à 900 °C pendant 3, 6, 12 et 18 jours. La morphologie des trois phases α_2 , γ et B2 a changé : les lamelles ($\alpha_2 + \gamma$), qui dans le matériau brut ont des interfaces planes et continues, apparaissent perturbées. Le pourcentage de la phase γ semble plus important que celui estimé à l'état brut. Le prolongement du temps de maintien ne semble pas affecter d'avantage ni la morphologie, ni le pourcentage des phases.

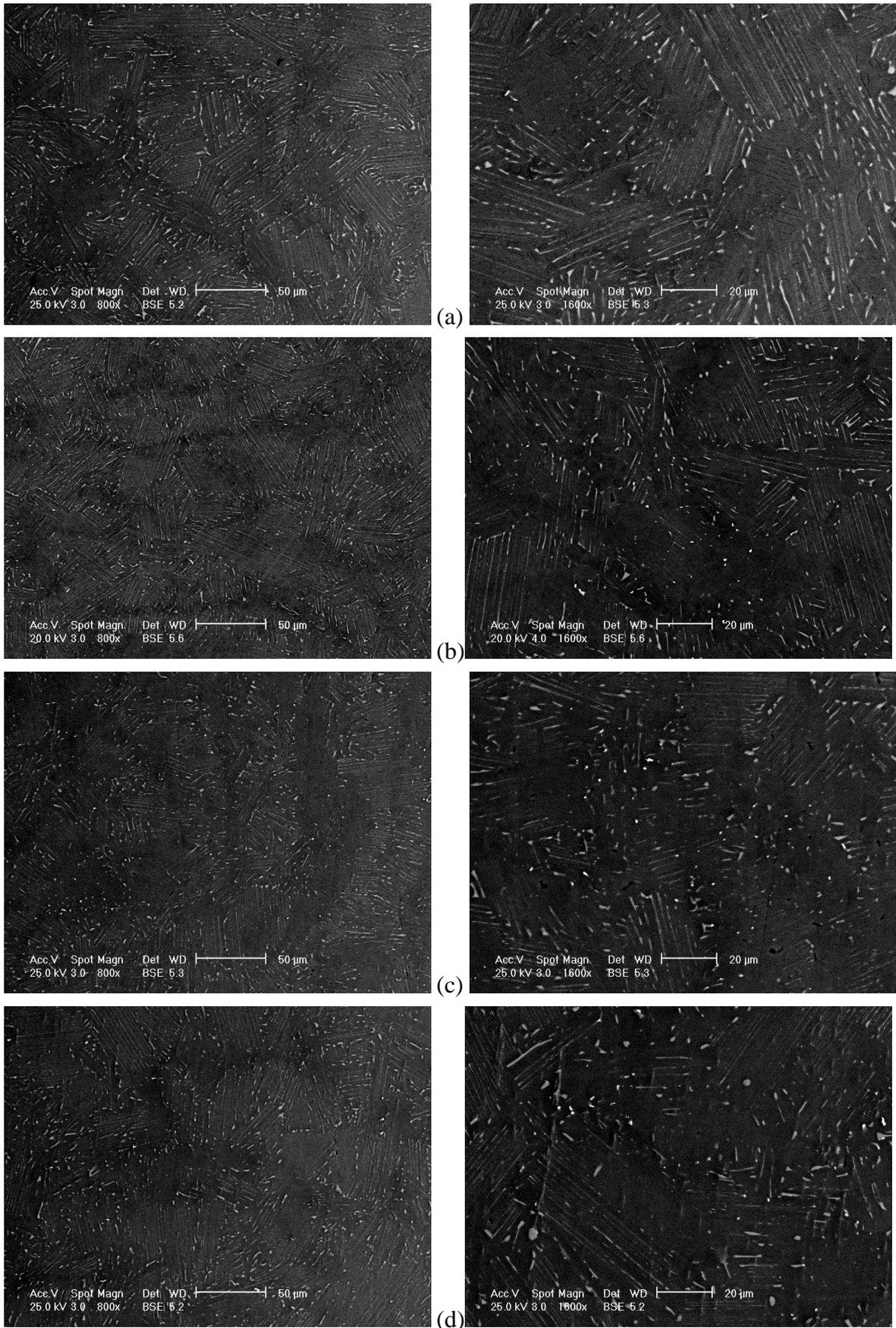


Figure IV. 5 : Micrographies électroniques à balayage en mode BSE de l'alliage traité pendant (a) 3, (b) 6, (c) 12 et (d) 18 jours à 900 °C.

Les figures IV. 6a et b montrent l'apparition de nouveaux grains γ à l'intérieur des îlots ($\alpha_2 + \gamma$) et aux joints des îlots. Les joints des îlots et des nouveaux grains ont été renforcés artificiellement pour les mettre en évidence.

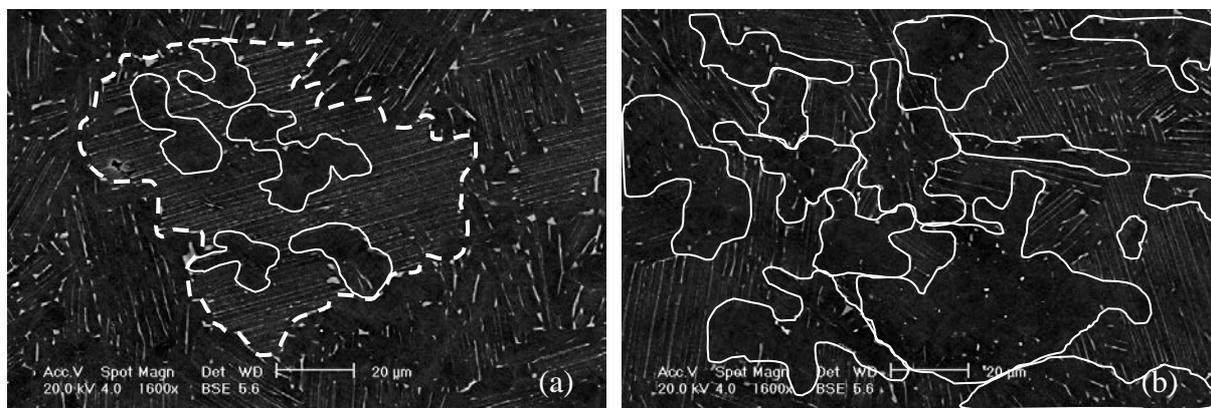


Figure IV. 6 : Micrographies électroniques à balayage en mode BSE de l'alliage traité pendant 6 jours à 900 °C.

La figure IV. 7 illustre la discontinuité et l'irrégularité des lamelles α_2 à l'intérieur d'un îlot lamellaire ($\alpha_2 + \gamma$). Le contraste des lamelles α_2 est discontinu. Les discontinuités correspondent à une ségrégation des éléments d'alliage lourds qui correspondraient à l'apparition d'une nouvelle phase.

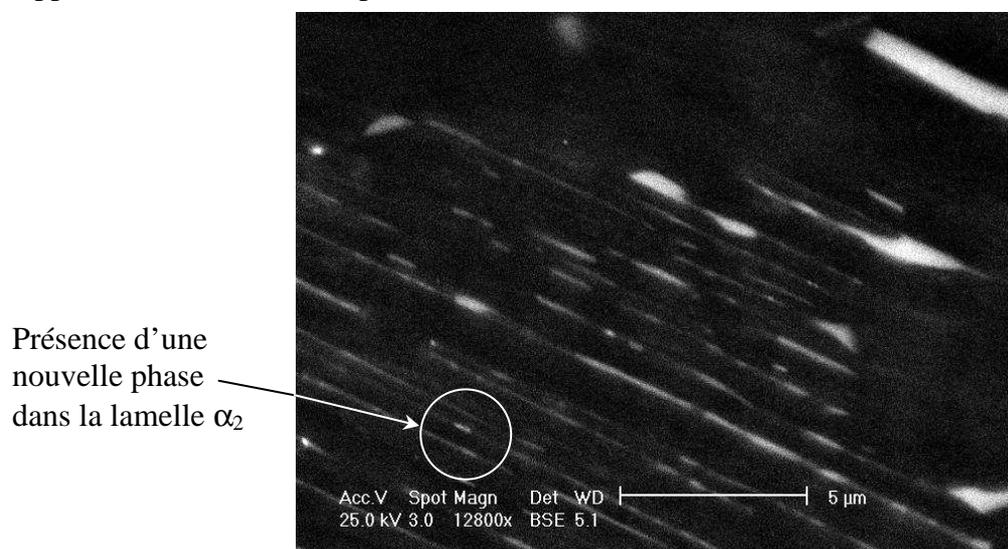


Figure IV. 7 : Micrographie électronique à balayage en mode BSE de l'alliage traité pendant 12 jours à 900 °C.

Le maintien à 700 °C pendant 18 jours (Fig. IV. 8) ne semble apporter aucun changement notable dans la microstructure.

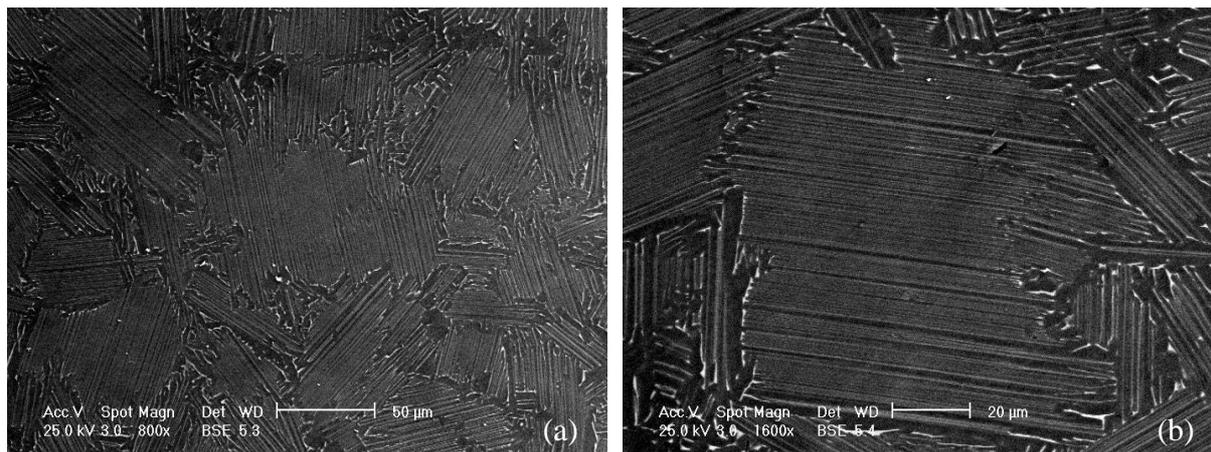


Figure IV. 8 : *Micrographies électroniques à balayage en mode BSE de l'alliage traité pendant 18 jours à 700 °C.*

Synthèse :

Le maintien isotherme à 900 °C conduit à des changements microstructuraux dès les trois premiers jours. Le prolongement du maintien ne semble pas apporter plus de changement.

Les changements observés sont :

- la formation de nouveaux grains γ à l'intérieur et aux joints des îlots lamellaires,
- la ponctuation des lamelles α_2 par une nouvelle phase.

Le maintien à plus basse température (700 °C), même prolongé (18 jours), ne semble provoquer aucune modification de la microstructure.

II. 3. Analyse par microscopie électronique à transmission et diffraction électronique

II. 3. 1. Changements induits par les maintiens isothermes

Les analyses faites au MEB et en DRX ont révélé des changements microstructuraux après les maintiens isothermes. Ces changements microstructuraux se traduisent en microscopie électronique à transmission, globalement, par :

- augmentation du pourcentage de la phase γ . Cette augmentation résulte du grossissement des grains monolithiques γ préexistants dans l'état brut (Fig. IV. 9 (zones A)) et de l'apparition de nouveaux grains γ à l'intérieur et aux joints des îlots lamellaires ($\alpha_2 + \gamma$) (Fig. IV. 9 (zones B)).

La figure IV. 10 montre de nouveaux grains composés des trois phases α_2 , B2 et γ . Ces trois phases adoptent des relations d'orientation cristallographique entre elles. Les phases γ sont en position soit de maillage soit de pseudo-maillage.

- modification de la morphologie des lamelles α_2 . Les interfaces des lamelles α_2 ne sont plus planes (Fig. IV. 9 (zone C)),

- formation de la phase B2 au niveau des lamelles α_2 (Fig. IV. 11),
- disparition de la phase α_2 (Fig. IV. 12). À la place de la phase α_2 , on retrouve la phase γ contenant des dislocations, et la phase B2 dans le reste de la lamelle. L'avancée des anciens fronts α_2/γ ne laisse place qu'à des dislocations car les lamelles γ originelles ont la même orientation cristallographique.
- apparition de précipités à l'intérieur des lamelles α_2 et aux interfaces $\gamma/\text{B2}$. L'analyse de la composition chimique par EDS au MET indique que ces précipités sont très riches en Cr et en Ta. La concentration en Ta de ces précipités est de l'ordre de 20 fois supérieure à celle des autres phases (α_2 , γ et B2) (Fig. IV. 13a et b). L'identification cristallographique de ces précipités, en cours de réalisation ne sera pas présentée dans ce rapport de thèse.

Les changements structuraux les plus importants se produisent dans les îlots lamellaires ($\alpha_2 + \gamma$). Une analyse fine en microscopie électronique par transmission, en microdiffraction électronique et en microanalyse par sélection d'énergie (EDS) sera donc dédiée aux changements dans les îlots lamellaires ($\alpha_2 + \gamma$).

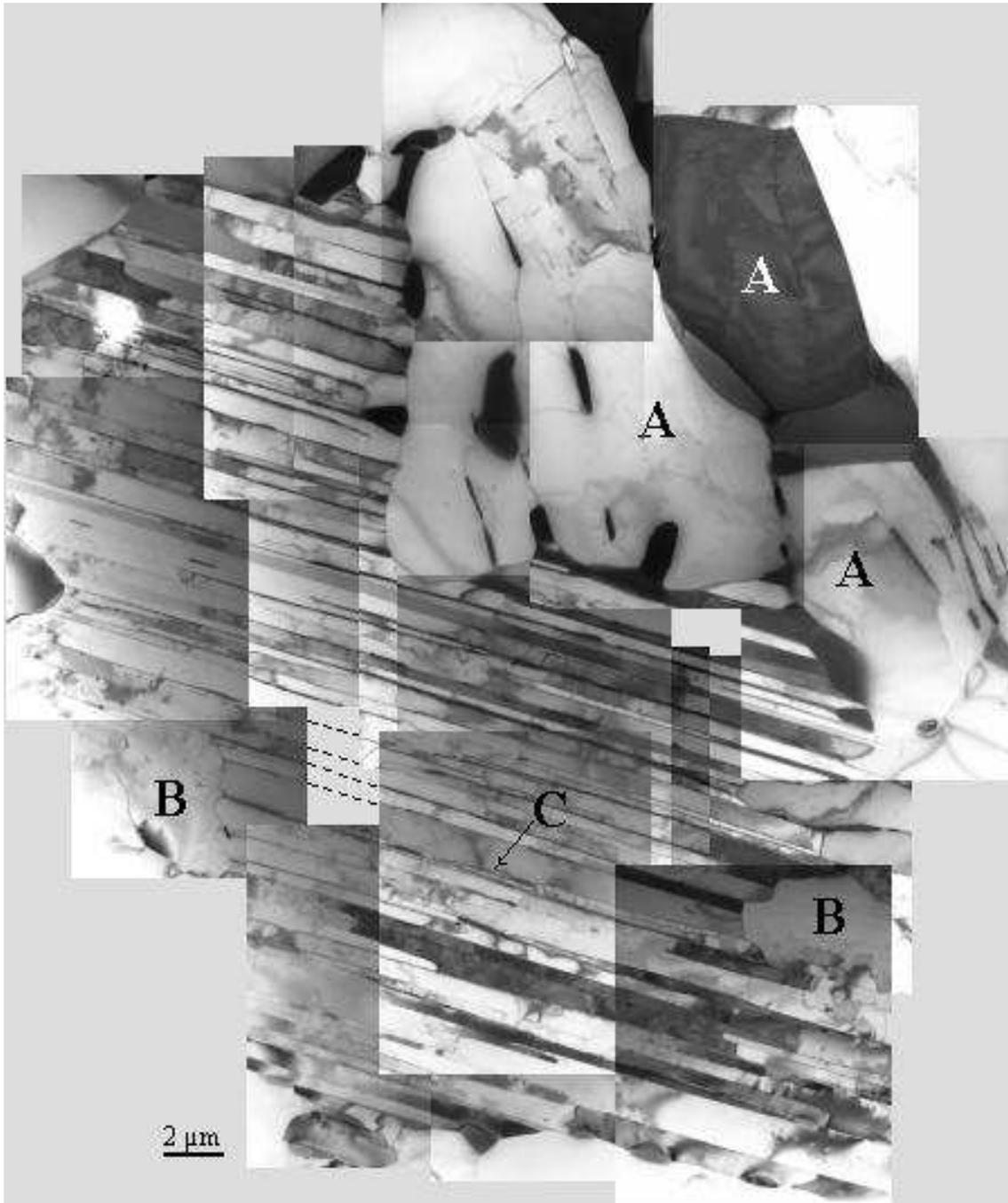


Figure IV. 9 : *Micrographie électronique en transmission de l'alliage traité pendant 3 jours à 900 °C.*

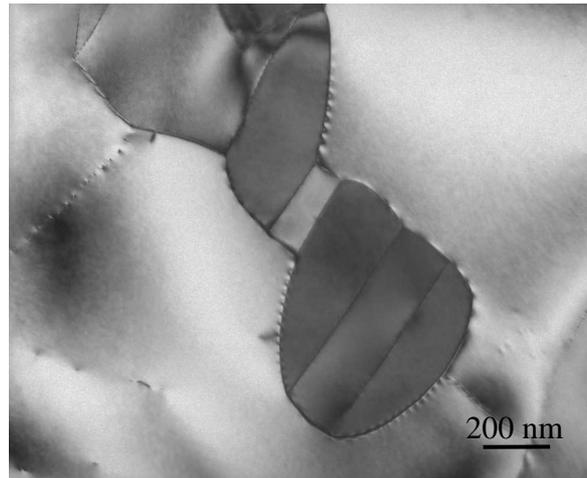


Figure IV. 10 : *Micrographie électronique en transmission montrant l'apparition de nouveaux grains pendant les traitement thermiques.*

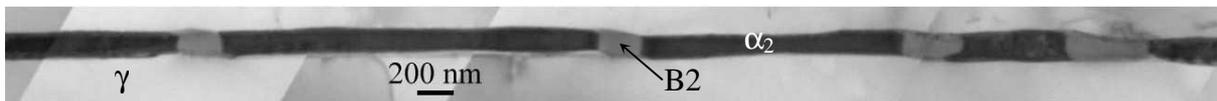


Figure IV. 11 : *Micrographie électronique en transmission montrant l'état de la structure lamellaire après un traitement de 18 jours à 900 °C.*

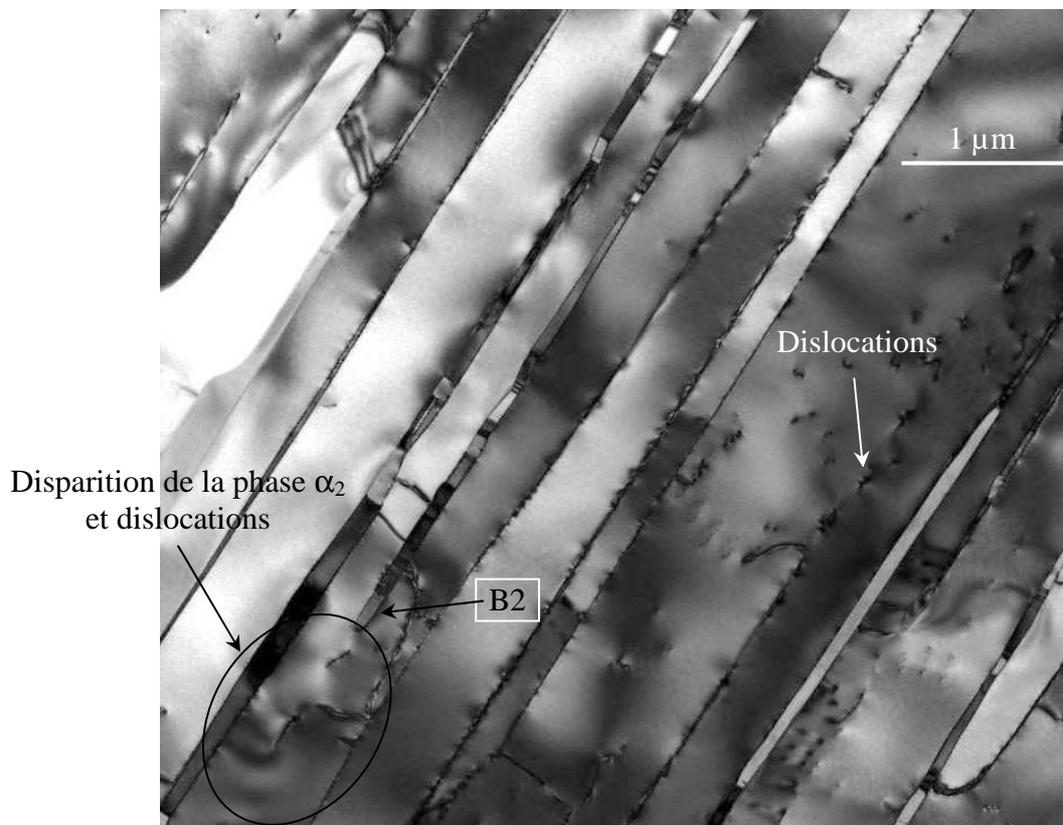


Figure IV. 12 : *Micrographie électronique en transmission montrant l'état de la structure lamellaire après les traitements thermiques.*

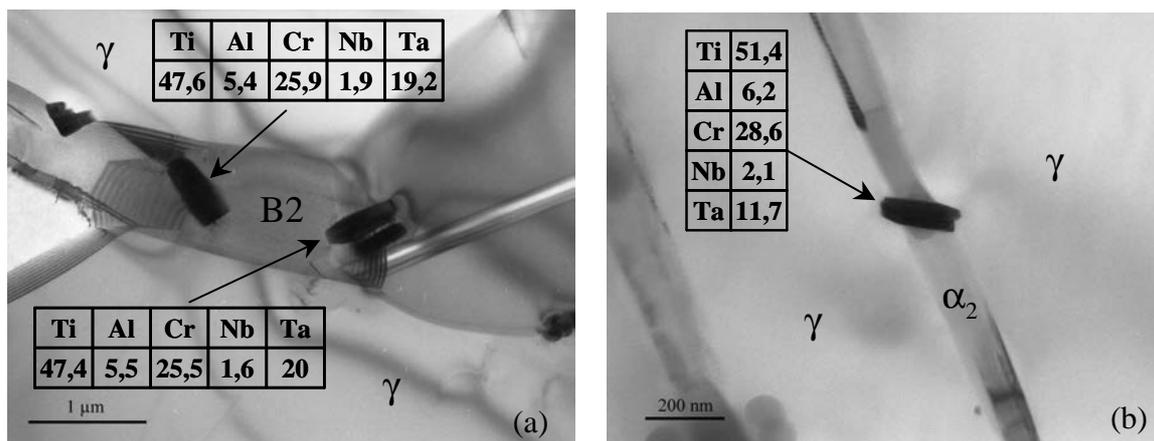


Figure IV. 13 : Micrographie électronique en transmission montrant la présence de précipités après des traitements de (a) 6 jours et (b) 18 jours à 900 °C. Composition chimique de ces précipités (en % at.).

II. 3. 2. Caractérisation de la structure lamellaire

Les observations fines en microscopie électronique montrent que les interfaces qui bordent certaines lamelles ne sont plus planes. À l'intérieur de ces lamelles apparaissent suivant la longueur et de façon presque régulière des domaines caractérisés par un contraste différent (Figs. IV. 14 à 16). La lamelle B est subdivisée suivant sa longueur en petits et grands domaines contigus. Les lamelles de la phase α_2 ne se distinguent plus des lamelles γ car la forte densité des défauts plans qui la caractérise dans l'état brut s'est atténuée. Dans certaines lamelles apparaissent des lamelles secondaires. (Fig. IV. 17).

Pour comprendre l'origine de la «déstabilisation» des interfaces de certaines lamelles, nous avons mené deux investigations, l'une analytique et l'autre cristallographique. La figure IV. 14 montre 4 lamelles A, B, C, D. La lamelle B se distingue des autres par ses interfaces non planes.

L'analyse qualitative de la composition chimique au MET par sélection d'énergie (EDS) des lamelles B et C (Fig. IV. 14) a permis d'enregistrer les profils de concentration des éléments constitutifs (Ti, Al, Cr, Nb et Ta) le long des deux lamelles B et C. Aucune évolution des éléments d'alliage n'est enregistré dans la lamelle C. Pour la lamelle B, les seuls éléments qui évoluent sont le Ti et le Cr. Au niveau des petits domaines signalés dans la lamelle B, on enregistre une chute et une augmentation brutale respectivement du Ti et du Cr. Le Ta, l'Al et le Nb restent constants tout le long de la lamelle.

Le niveau de Ti de la lamelle B est plus élevé que celui de la lamelle C alors que celui de l'Al est plus bas (Fig. IV. 14a, c).

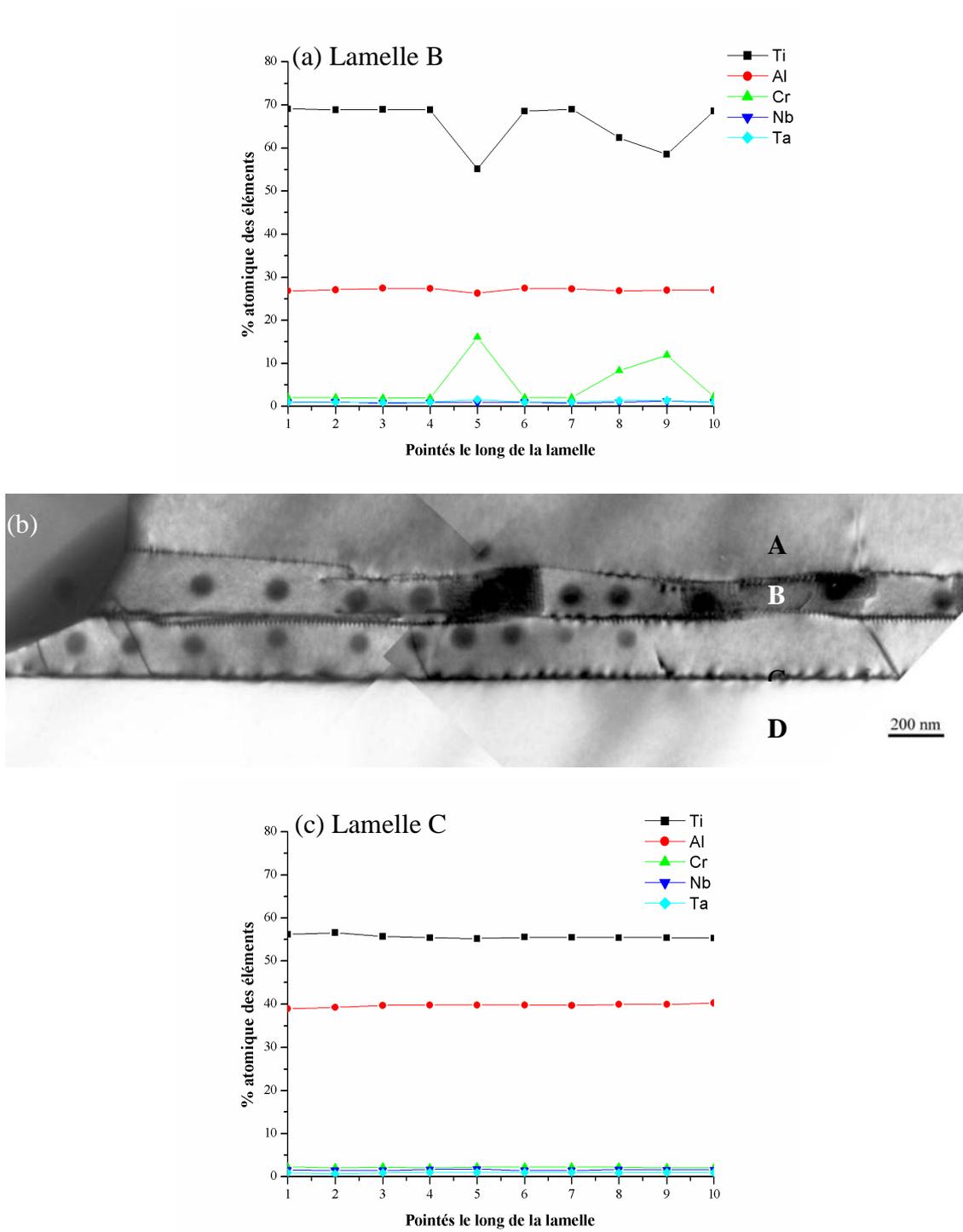


Figure IV. 14 : Micrographie électronique en transmission montrant l'état de la structure lamellaire après un traitement de 12 jours à 900 °C et les évolutions des teneurs en éléments d'alliage le long des lamelles B et C.

L'analyse quantitative de la composition chimique par EDS (Fig. IV. 15) a permis d'identifier les différentes lamelles. Les résultats des analyses quantitatives (Tableau IV. 3) montrent que les lamelles A et C ont la même composition chimique que la phase γ du brut. Les domaines de la lamelle B se différencient des lamelles γ , A et C, par le rapport Ti/Al. Les petits domaines se distinguent des grands domaines par la teneur en Cr. Par rapport au brut, les grands domaines ont une composition chimique très proche de α_2 alors que les petits sont très proches de la phase B2.

La micrographie électronique IV. 16a montre l'état de la structure lamellaire après un traitement de 18 jours à 900 °C. La zone encerclée (Fig. IV. 16a) est étudiée en détail (Fig IV. 16b). Une analyse par microdiffraction des électrons (Fig. IV. 16b) des domaines 1 à 5 de la zone encerclée (Fig. IV. 16a) corrobore les résultats obtenus par microanalyse : le domaine 1 est la phase B2, les domaines contigus 2 et 3 sont des domaines de la phase α_2 et les domaines 4 et 5 sont des lamelles γ .

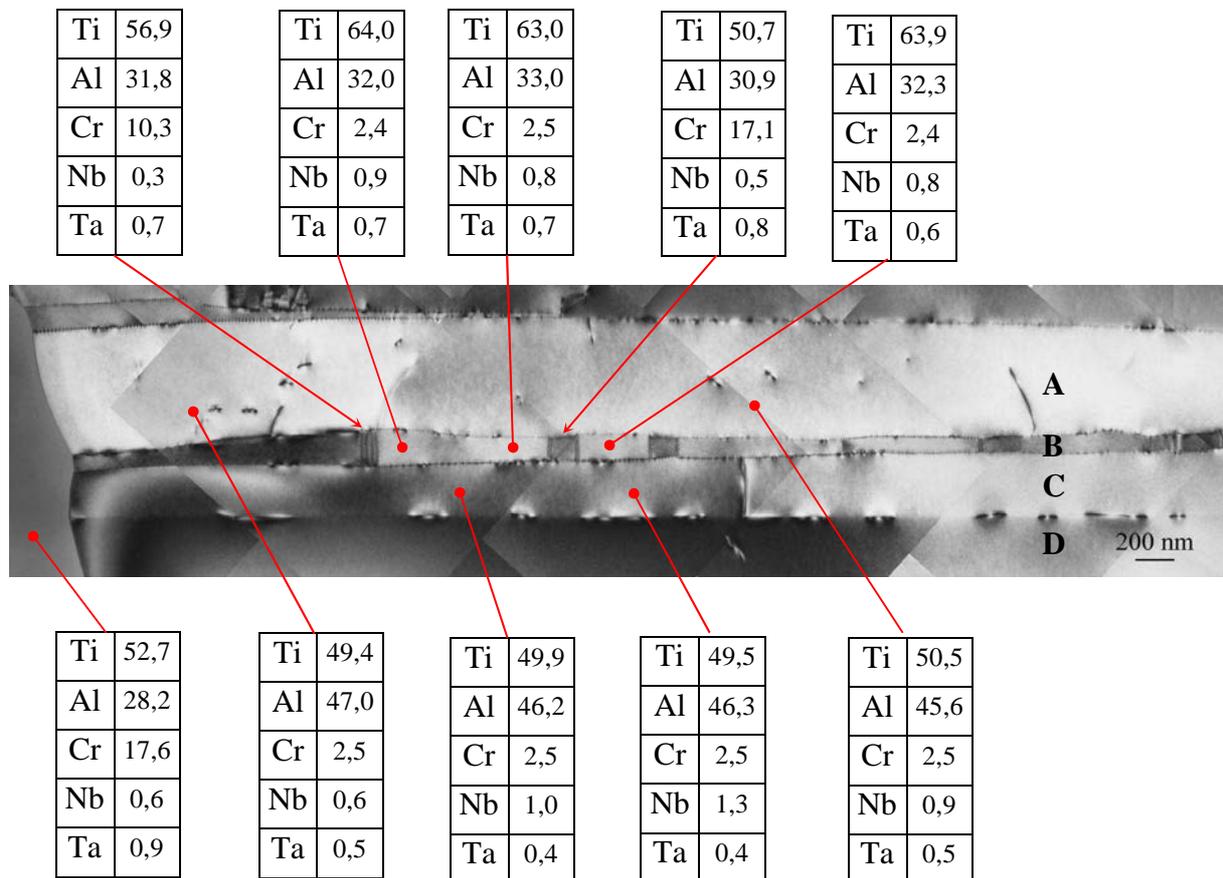


Figure IV. 15 : Micrographie électronique en transmission montrant l'état de la structure lamellaire après un traitement de 3 jours à 900 °C. Composition chimique (teneurs en % at.).

Brut		Pourcentage atomique des éléments d'alliage					rapport Ti/Al
		Ti	Al	Cr	Nb	Ta	
γ		48,3	48,4	1,8	1,0	0,5	1
α_2		53,3	40,3	4,9	0,8	0,7	1,3
B2		55,3	31,9	11,1	0,9	0,8	1,7
Lamelles		Ti	Al	Cr	Nb	Ta	Ti/Al
B	grands domaines	63,6	32,4	2,4	0,9	0,7	1,9
	petits domaines	53,8	31,3	13,7	0,4	0,8	1,7
C		49,7	46,3	2,5	1,1	0,4	1,1
A		50,0	46,3	2,5	0,7	0,5	1,1

Tableau IV. 3 : Composition chimique quantitative des phases γ , α_2 et B2 présentes dans l'alliage brut par analyse EDX au microscope électronique à transmission.

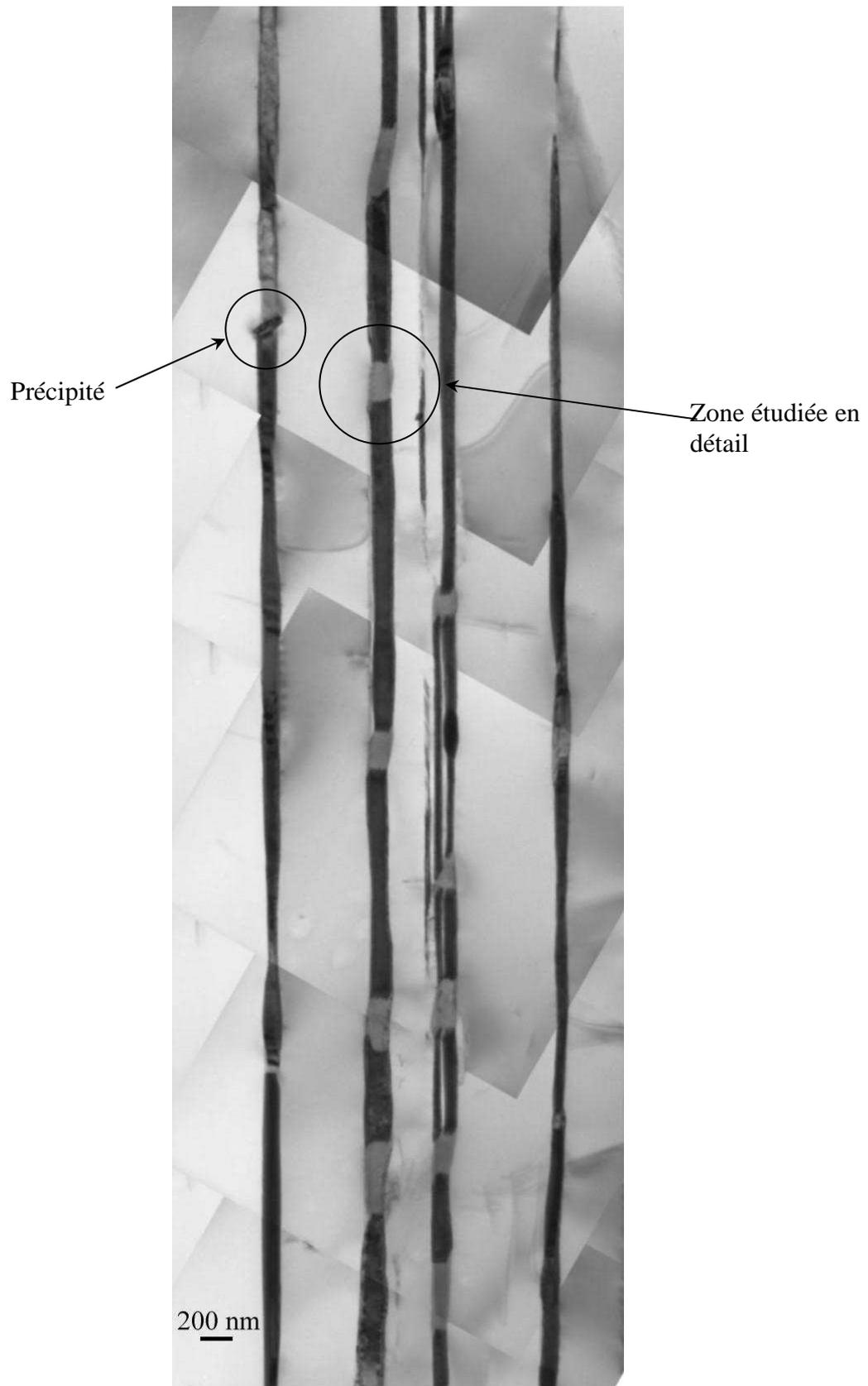


Figure IV. 16a : Micrographie électronique en transmission montrant l'état de la structure lamellaire après un traitement de 18 jours à 900 °C.

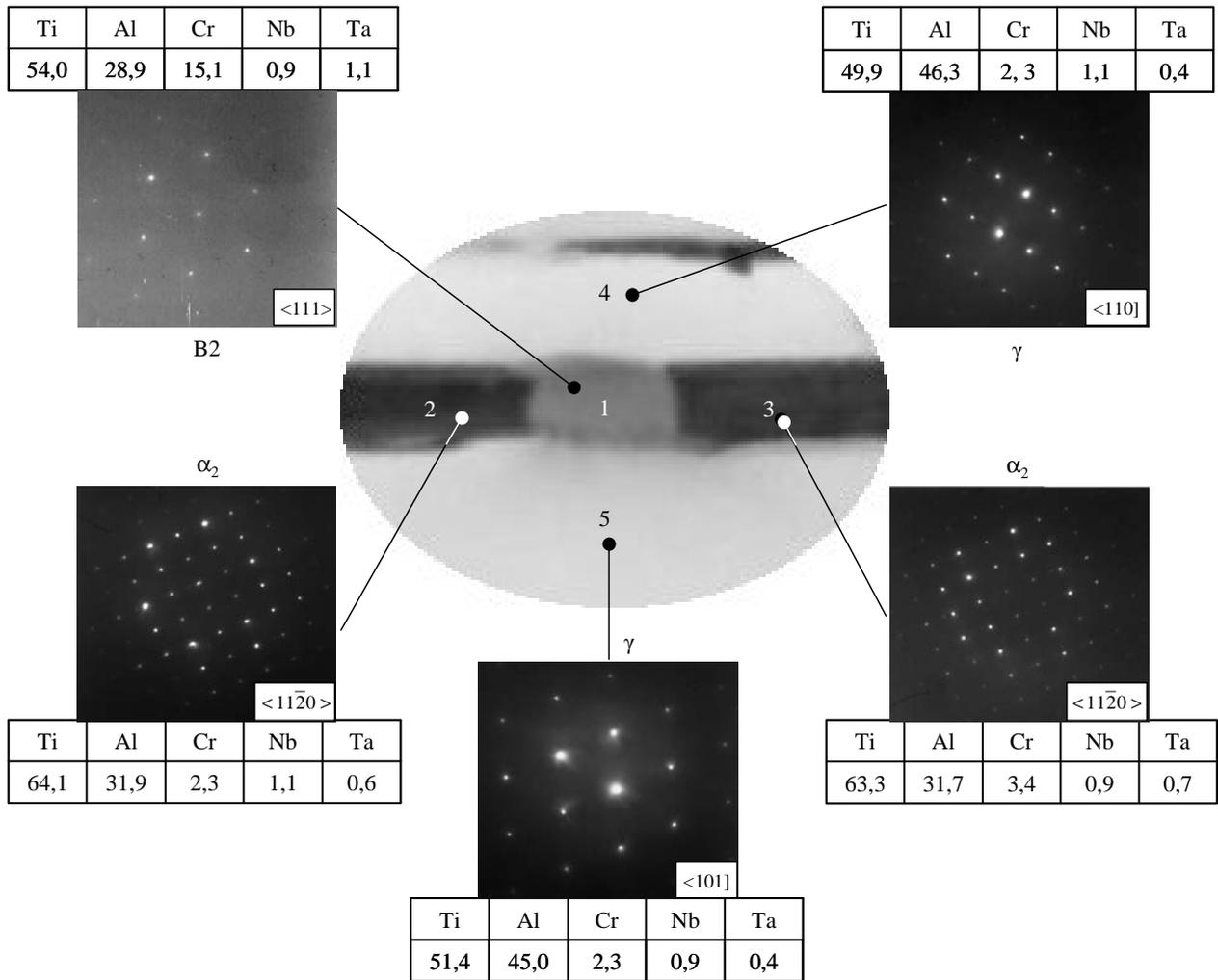


Figure IV. 16b : Étude détaillée de la zone entourée sur la figure IV. 16a. Composition chimique (teneurs en % at.) et clichés de diffraction.

Le deuxième changement structural que nous avons relevé est l'apparition de lamelles secondaires très fines dans les lamelles primaires γ (Fig. IV. 17). La finesse de ces lamelles secondaires n'a pas permis de faire une caractérisation analytique par EDS au MET. Par contre, la microdiffraction électronique a permis d'identifier leur nature : ce sont des lamelles secondaires γ . Ces lamelles se forment à l'interface B2/ α_2 , se développent dans α_2 et progressent parallèlement aux interfaces γ/α_2 . Ces lamelles d'épaisseur constante se terminent en pointe avec une émission de dislocations ce qui montre leur sens de progression.

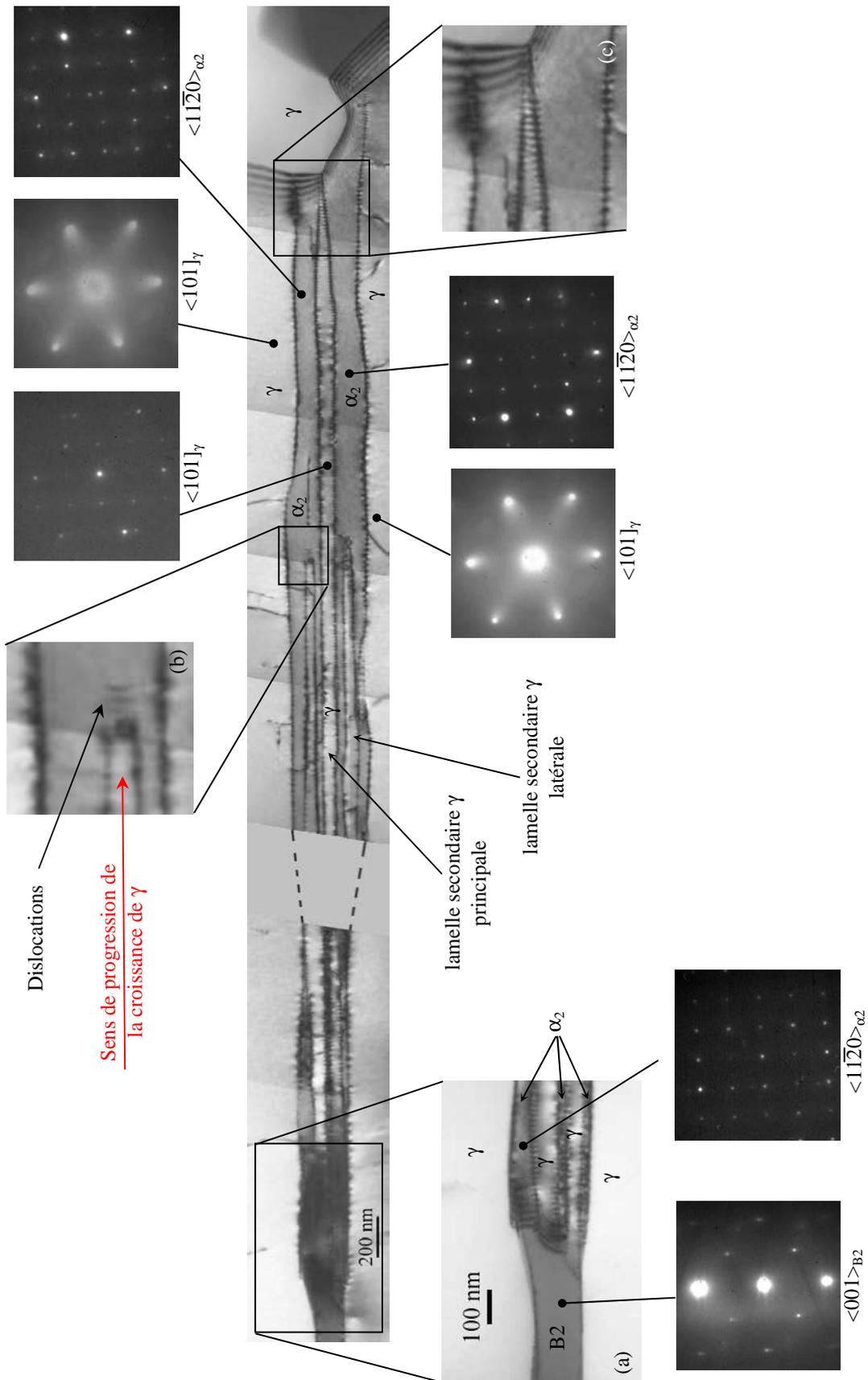


Figure IV. 17 : Micrographie électronique en transmission montrant la formation des lamelles secondaires γ dans α_2 après un traitement de 18 jours à 900 °C.

III. Analyse des résultats et discussion

III. 1. Analyse des résultats

Les investigations par microscopie électronique en transmission, par microdiffraction électronique et par microanalyse en EDS (MET) ont permis de mettre en évidence les transformations suivantes :

- formation de la phase B2 dans les lamelles primaires α_2 ,
- formation de lamelles secondaires γ dans les lamelles primaires α_2 ,
- formation de nouveaux grains α_2 , B2 et γ dans les grains γ ,
- disparition des lamelles α_2 par avancée des interfaces γ/α_2 et α_2/γ .

Les mécanismes de formation de la phase B2 et des lamelles secondaires ne sont pas indépendants.

Aucune transformation notable n'est apparue dans les lamelles primaires γ .

Les maintiens à 700 °C et 900 °C ont conduit à la diminution du pourcentage volumique de la phase α_2 , à la quasi-disparition de ses défauts plans et à la déstabilisation des interfaces γ/α_2 par perte de leur planéité.

Les défauts plans de la phase α_2 ont été identifiés par Denquin [4] comme étant des parois antiphase ; le vecteur de translation, situé dans le plan de base (0001) est $1/6 \langle 11\bar{2}0 \rangle$. Le maintien en température conduirait à un désordre chimique (mécanisme diffusionnel) qui détruit les parois de faible énergie. Les parois qui ne sont pas détruites servent de sites de germination à la phase B2 dont la composition chimique se différencie de celle de α_2 par une teneur en Cr élevée (Tableau IV. 3). Les relations d'orientation cristallographique entre les phases α_2 , γ et B2, déterminées au chapitre III sont :

$$\begin{aligned} [11\bar{2}0]_{\alpha_2} // [1\bar{1}0]_{\gamma_0} // [0\bar{1}1]_{\gamma_{PM}} // [\bar{1}11]_{B2}, \\ (0001)_{\alpha_2} // (111)_{\gamma_0} // (111)_{\gamma_{PM}} // (110)_{B2}, \\ (\bar{1}\bar{1}00)_{\alpha_2} // (\bar{1}\bar{1}2)_{\gamma_0} // (\bar{2}11)_{\gamma_{PM}} // (\bar{1}1\bar{2})_{B2}. \end{aligned}$$

Le développement de la phase B2 s'accompagne par la diffusion du Cr :

- le long de l'interface γ/α_2 ,
- en volume dans la phase α_2 .

Cette diffusion entraîne une chute importante du taux de Cr au fur et à mesure qu'on se rapproche de l'interface B2/ α_2 , parallèlement à l'interface γ/α_2 . La figure IV. 18c donne une représentation schématique de l'évolution de la teneur en Cr dans α_2 . Le profil de concentration en Cr présente une symétrie dans le plan (IJKL) par rapport à l'axe (Oy). Cette diffusion, plus rapide aux interfaces qu'en volume, entraîne un appauvrissement en Cr au

niveau de l'interface γ/α_2 . La phase α_2 ainsi appauvrie en Cr favorise l'avancée du front γ/α_2 vers α_2 . Cette avancée du front entraîne une perte de planéité des interfaces γ/α_2 .

La formation de la phase B2 conduit à un appauvrissement en Cr de la phase α_2 . La composition chimique de la phase α_2 se rapproche de celle des lamelles γ primaires entraînant une avancée des fronts γ/α_2 vers α_2 . Les domaines γ , pour des raisons d'équilibre, rejettent le surplus de Cr vers le plan médian (MNOP). L'avancée des fronts γ/α_2 s'accompagne de la création d'un gradient en Cr dans les plans (A, B, C, ...), orthogonaux au plan (MNOP) (Fig. IV. 18b et d). Les plans orthogonaux A, B, C, ... montrent les profils de concentration en Cr dans la phase α_2 (Fig. IV. 18b et d). Chaque profil de concentration présente une symétrie par rapport à l'axe (Ox) et un minimum dans le plan. Les niveaux de ces minimums diminuent au fur et à mesure qu'on avance vers l'interface B2/ α_2 (Fig. IV. 18e). La figure IV. 18e montre la projection des gradients en Cr perpendiculairement à l'interface B2/ α_2 . Le plan (MNOP) est ainsi le lieu géométrique de tous les minimums des gradients de Cr. L'intersection de l'interface B2/ α_2 et du plan médian (MNOP) est donc le plus petit minimum des profils en Cr et par conséquent le site privilégié de la formation d'une lamelle secondaire γ . Le développement de cette lamelle secondaire γ dans le plan (MNOP) (parallèlement aux interfaces γ/α_2) s'accompagne d'un rejet en Cr entraînant un enrichissement des domaines α_2 adjacents. La combinaison de l'avancée du front γ/α_2 primaires et du rejet du Cr par la lamelle secondaire γ conduit à la formation d'une nouvelle lamelle secondaire γ . Le phénomène de formation de lamelles secondaires γ se répète suivant le même schéma (Fig. IV. 17).

Les lamelles secondaires γ se développent donc dans la phase α_2 en partant de la phase B2. La figure IV. 17 montre la lamelle secondaire principale qui se termine en pointe indiquant le sens longitudinal de son développement (Fig. IV. 17c). On peut noter aussi l'émission de dislocations aux extrémités des lamelles secondaires latérales (Fig. IV. 17b) dont l'origine peut être attribuée au champ de déformation engendré par le développement de la lamelle. Les interfaces de ces lamelles secondaires γ ne sont pas planes attestant de leur développement latéral.

Le développement de la phase B2 s'est fait par enrichissement en Cr au détriment de la phase α_2 . La substitution des atomes de Ti et/ou d'Al par le Cr dont le rayon atomique est plus petit ($r_a^{\text{Cr}} = 124,9 \text{ pm}$; $r_a^{\text{Ti}} = 144,8 \text{ pm}$; $r_a^{\text{Al}} = 143,1 \text{ pm}$) entraîne une diminution du paramètre de maille de la phase B2. Ce résultat s'explique par le déplacement du pic (110) de la phase B2 (Figs. IV. 1 et 3).

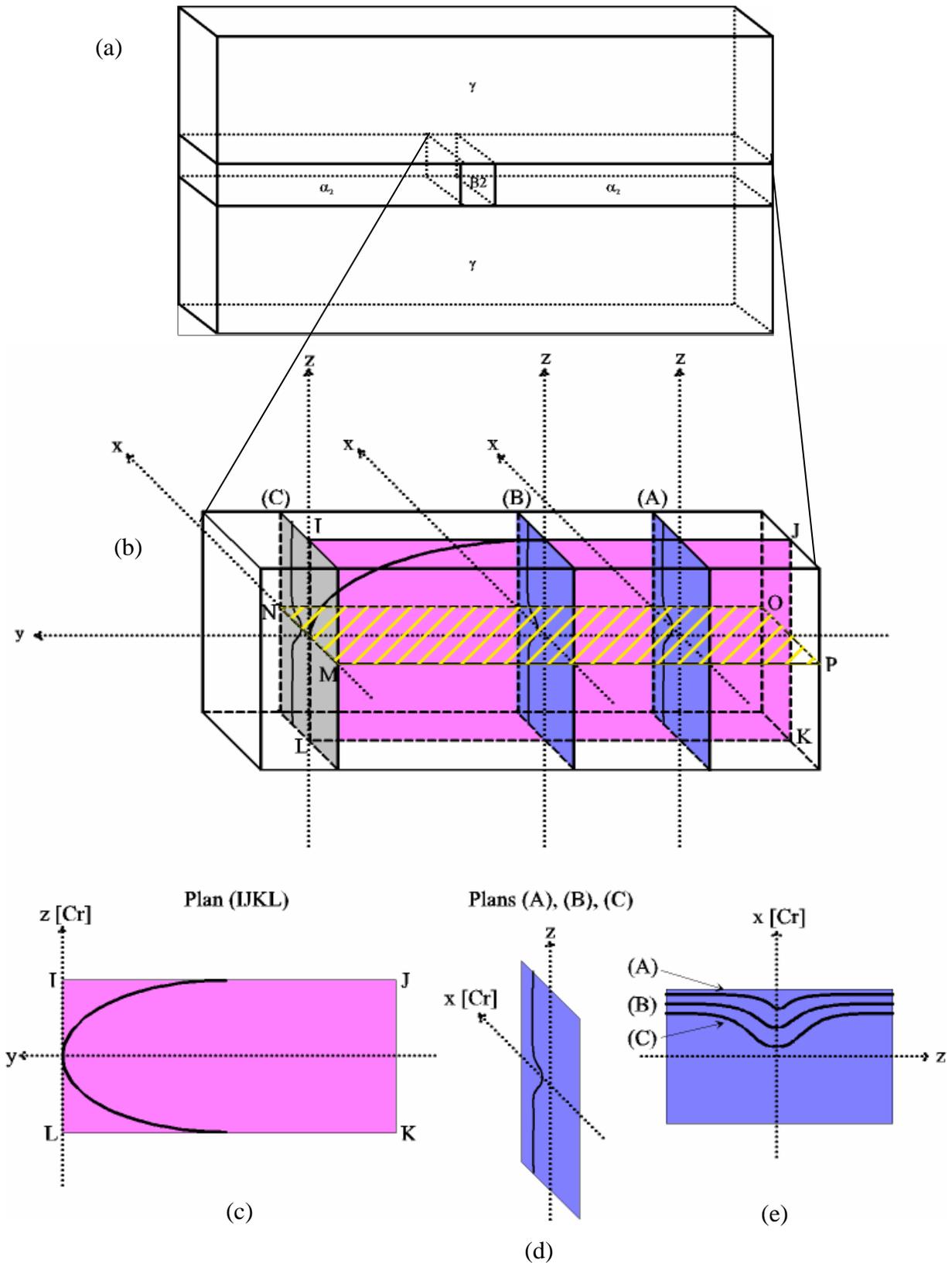


Figure IV. 18 : Représentation schématique des gradients de concentration en Cr dans la lamelle α_2 . (a) Schéma global des lamelles γ et α_2 et de la phase B2, (b) à (e) Schémas des profils de concentration en Cr dans différents plans de la lamelle α_2 .

III. 2. Discussion et conclusions

L'effet des traitements thermiques prolongés à des températures comprises entre 700 et 1000 °C a été étudié par différents auteurs. [5-14]. Ces études ont été effectués dans le but de relier la microstructure aux propriétés mécaniques de l'alliage TiAl lamellaire dans les conditions réelles d'utilisation (700-800 °C). En effet, la microstructure lamellaire est obtenue pour des vitesses de refroidissement de l'ordre de 10 °C/min [14], cette valeur dépendra de la composition chimique de l'alliage. Cette vitesse, assez rapide, éloigne des conditions d'équilibre. Les microstructures lamellaires ainsi obtenues sont donc par nature thermodynamiquement instables et contiennent plus de phase α_2 qu'elles n'en contiendraient avec une plus faible vitesse de refroidissement. Il a été montré que la fraction volumique d' α_2 diminue avec la vitesse de refroidissement [5]. Ainsi, des traitements thermiques dans un domaine de températures compris entre 700 et 800 °C conduirait à une diminution de la fraction volumique de la phase α_2 .

En général, l'évolution des phases décrites par les différents auteurs est semblable à celle observée :

- grossissement et formation de nouveaux grains γ ,
- modification de la structure lamellaire,
- décomposition des lamelles α_2 ,
- formation de nouvelles phases.

Aucune explication précise ne se dégage de ces différentes études.

La plupart des auteurs évoquent un processus de transformation de α_2 en γ (Fig. IV. 19). Cette transformation de α_2 vers γ permet un retour à l'équilibre. Le diagramme pseudo-binaire réalisé par Gil *et al.* [7] et Kainuma *et al.* [15] montre effectivement la disparition de la phase α_2 pour des compositions chimiques proches de l'alliage que nous avons étudié. Cependant, les mécanismes mis en jeu n'ont pas été abordés.

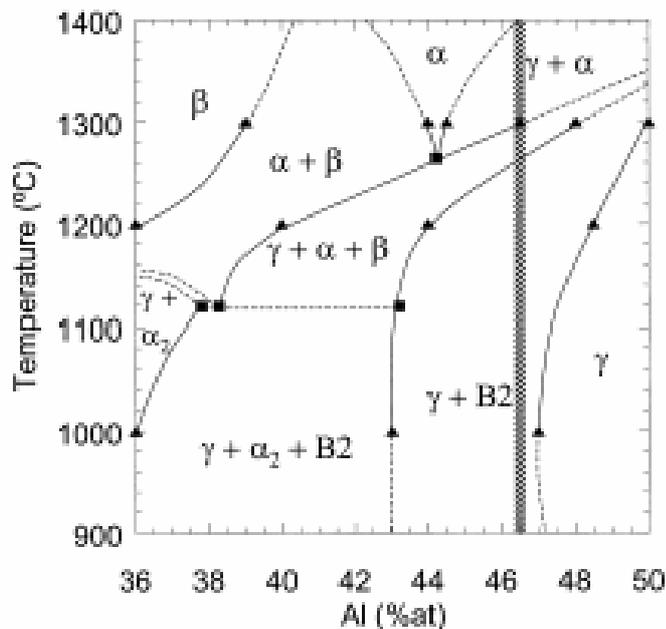


Figure IV. 19 : Diagramme de phase Ti-Al construit à partir de sections isothermes d'un alliage ternaire Ti-Al-W contenant 2 % W [7, 15].

Beschliesser *et al.* [5] ont étudié un alliage entièrement lamellaire de même composition chimique que l'alliage de notre étude Ti-46,5Al-4(Cr, Nb, Ta, B) (%at.). Ils observent la décomposition de α_2 en de fines lamelles $\alpha_2 + \gamma$ alternativement arrangées, c'est la « décomposition parallèle », ainsi que la germination et croissance de grains γ . De plus ils remarquent la présence de phase B2 à l'intérieur et aux extrémités de α_2 , et de phase de Laves pour de très longs traitements (3500 h).

Au cours des traitements thermiques que nous avons effectués dans un domaine de température entre 700 et 900 °C suivis d'un refroidissement rapide, nous avons relevé le retour à l'équilibre de l'alliage. Cet équilibre passe par :

- la diminution du pourcentage volumique de la phase α_2 au profit des phases γ et B2. L'augmentation du pourcentage volumique de γ se fait par croissance des anciens grains, formation de nouveaux grains et épaissement des lamelles primaires γ .
- Aux côtés des lamelles primaires γ et de la phase B2 primaire, nous avons enregistré d'une part la formation d'un chapelet où s'alternent des domaines α_2 et B2 dans les lamelles primaires α_2 et d'autre part la formation des lamelles secondaires γ . Ces dernières prennent naissance aux interfaces B2/ α_2 et se développent dans α_2 .
- Par ailleurs, nous avons observé la formation de précipités riches en Ta et en Cr. Toutes ces transformations mettent en jeu principalement la diffusion du Cr.

Références bibliographiques

- [1] H. M. Rietveld, *A profile refinement method for nuclear and magnetic structures*, Journal of Applied Crystallography **2** (1969) 65
- [2] L. B. McCusker, R. B. Von Dreele, D. E. Cox, D. Louër, P. Scardi, *Rietveld refinement guidelines*, Journal of Applied Crystallography **32** (1999) 36
- [3] Logiciel Fullprof.98 développé par Rodriguez-Carvajal au Laboratoire Léon Brillouin, CEA, Saclay
- [4] A. Denquin, *Étude des transformations de phase et approche du comportement mécanique des alliages biphasés à base de TiAl : une contribution au développement de nouveaux alliages intermétalliques*, Thèse de doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille, (1994)
- [5] M. Beschliesser, A. Chatterjee, A. Lorich, W. Knabl, H. Kestler, G. Dehm, H. Clemens, *Designed fully lamellar microstructures in a γ TiAl based alloy: adjustment and microstructural changes upon long-term isothermal exposure at 700 and 800 °C*, Materials Science and Engineering A **329-331** (2002) 124
- [6] M. Beschliesser, F. Appel, H. Kestler, H. Clemens, *Microstructural changes of a γ TiAl based alloy with a fully lamellar microstructure due to annealing at elevated temperatures*, Material Research Society Symposium Proceedings, MRS, (2003), **753**, 243
- [7] I. Gil, M. A. Muñoz-Morris, D. G. Morris, *The effect of heat treatments on the microstructural stability of the intermetallic Ti-46.5Al-2W-0.5Si*, Intermetallics **9** (2001) 373
- [8] M. A. Muñoz-Morris, I. Gil Fernández, D. G. Morris, *Softening produced by the microstructural instability of the intermetallic alloy Ti-46.5Al-2W-0.5Si*, Scripta Materialia **46** (2002) 617
- [9] Z. W. Huang, W. Voice, P. Bowen, *The effects of long-term air exposure on the stability of lamellar TiAl alloys*, Intermetallics **8** (2000) 417
- [10] Z. W. Huang, W. E. Voice, P. Bowen, *Thermal stability of Ti-46Al-5Nb-1W*, Materials Science and Engineering A **329-331** (2002) 435

- [11] Z. W. Huang, W. Voice, P. Bowen, *Thermal exposure induced $\alpha_2 + \gamma \rightarrow (\omega)$ and $\alpha_2 \rightarrow B2(\omega)$ phase transformations in a high Nb fully lamellar TiAl alloy*, Scripta Materialia **48** (2003) 79
- [12] L. Z. Zhou, V. Lupinc, J. T. Guo, *Microstructural stability of the intermetallic Ti-45Al-2W-0.5Si-0.5B in the 800-980 °C temperature range*, Materials Science and Engineering A **354** (2003) 97
- [13] J. Lapin, A. Klimová, T. Pelachová, *Softening of a cast intermetallic Ti-46Al-2W-0.5Si alloy during annealing at 700-800 °C*, Scripta Materialia **49** (2003) 681
- [14] D. Hu, A. B. Godfrey, M. H. Loretto, *Thermal stability of a fully lamellar Ti-48Al-2Cr-2Nb-1B*, Intermetallics **6** (1998) 413
- [15] R. Kainuma, Y. Fujita, H. Mitsui, I. Ohnuma, K. Ishida, *Phase equilibria among $a(hcp)$, $b(bcc)$ and $g(L10)$ phases in Ti-Al base ternary alloys*, Intermetallics **8** (2000) 855

CHAPITRE V

CARACTERISATION MECANIQUE ET
ANALYSE MICROSTRUCTURALE

Introduction

Les propriétés mécaniques des matériaux reflètent leur comportement macroscopique. Ces propriétés mécaniques sont gouvernées par des mécanismes de déformation produits à une échelle structurale très fine. Afin de comprendre et d'expliquer les propriétés mécaniques, il est alors indispensable de corréliser les grandeurs macroscopiques (contrainte, déformation, vitesse de déformation, température, ...) aux caractéristiques microstructurales (dislocations, macles, ...). Ces grandeurs mécaniques peuvent être obtenues à partir d'essais mécaniques tels que l'indentation, la traction, la compression, la torsion, ..., à différentes vitesses de déformation et à différentes températures. L'évolution des caractéristiques microstructurales est la plupart du temps suivie par microscopies optique, électroniques à balayage et à transmission.

Ce chapitre sera consacré, dans un premier temps, à la caractérisation mécanique en compression de l'alliage à base de TiAl (Ti – 46,5 Al – 4(Cr, Nb, Ta, B)) à microstructure presque entièrement lamellaire. Les essais mécaniques sont effectués pour deux vitesses de déformation, 10^{-3} s^{-1} et $2 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$, à des températures comprises entre - 196 °C et 600 °C.

La caractérisation mécanique sera suivie, dans un deuxième temps, par l'étude de la structure de déformation des différentes phases constitutives de l'alliage, dans différents états de déformation, par microscopie électronique en transmission.

I. Caractérisation mécanique de l'alliage à base TiAl

I. 1. Résultats des essais de compression

I. 1. 1. Généralités sur les essais de compression quasistatique et dynamique

Afin de caractériser le comportement mécanique de l'alliage TiAl, deux types d'essais de compression, quasistatique ($\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) et dynamique ($\dot{\epsilon} = 10^3 \text{ s}^{-1}$) ont été effectués dans un domaine de températures compris entre -196 et 600 °C.

- Les essais de compression quasistatique sont réalisés à des vitesses de déformation de 10^{-3} s^{-1} . Pendant ces essais, l'échauffement produit par le travail de déformation plastique se dissipe facilement et la température de l'échantillon reste constante pendant tout l'essai. Ces essais sont donc considérés comme isothermes. La figure V. 1 montre un exemple de courbe obtenue après un essai de compression effectué à faible vitesse de déformation ($\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) et à température ambiante.

- Pour comparer avec les essais quasistatiques, la figure V. 2 montre une courbe obtenue après un essai de compression dynamique à une vitesse de déformation de $\dot{\epsilon} = 2,2 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$ à 450 °C. La présence d'oscillations sur la courbe, notamment en début

d'essai, provient d'effets d'inertie radiale dans les barres [1]. Afin d'éviter ces oscillations, le dépouillement de toutes les courbes se fera pour des déformations supérieures à 0,05.

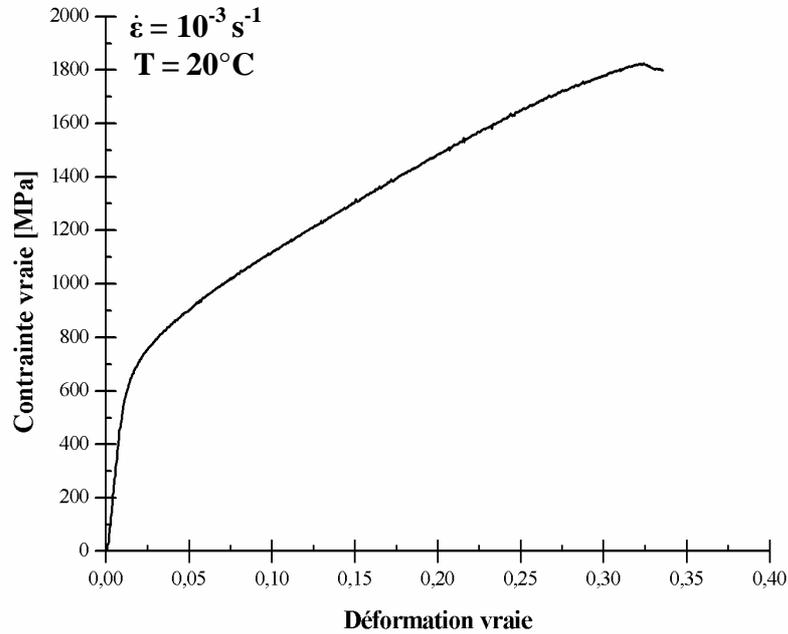


Figure V. 1 : Courbe contrainte vraie – déformation vraie en compression quasistatique ($\dot{\epsilon} = 10^{-3} s^{-1}$) à température ambiante.

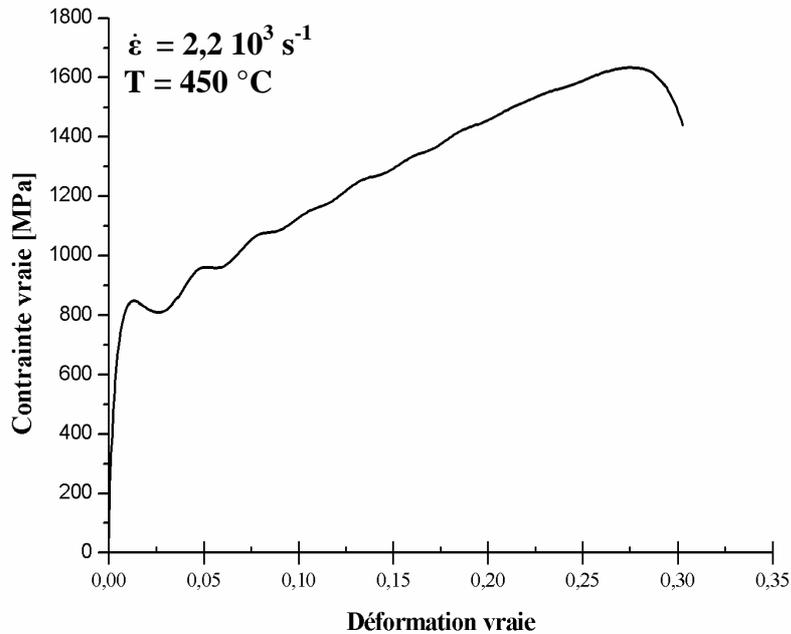


Figure V. 2 : Courbe contrainte vraie – déformation vraie en compression dynamique ($\dot{\epsilon} = 2,2 \cdot 10^3 s^{-1}$) à 450 °C.

Les essais de compression dynamique sont effectués à des vitesses de déformation supérieures à 10^3 s^{-1} et les fuites thermiques par conduction sont alors négligeables. Contrairement aux essais de compression quasistatique, l'élévation de température due au travail de déformation plastique devient importante et ces essais sont considérés comme adiabatiques. Cette élévation de température se traduit sur les courbes par un adoucissement, c'est-à-dire par une chute des contraintes d'écoulement plus prononcée aux grandes déformations. Il est impossible de mesurer expérimentalement cette élévation de température pendant un essai dynamique, entre autre en raison du gradient de température lié aux problèmes d'hétérogénéité de la déformation qui existe dans l'échantillon. Il est cependant possible de la calculer à l'aide de la relation de Taylor-Quinney [2] (Annexe 3).

Le calcul des écarts de contrainte (Annexe 3) montre que, l'adoucissement dû à l'échauffement de l'alliage TiAl est faible (10 MPa pour une déformation de $\epsilon = 0,25$). Le faible échauffement dans le matériau est lié aux propriétés thermiques de l'alliage. L'effet de l'adiabaticité peut donc être négligé.

Bien que l'écart soit faible, toutes les courbes issues d'essais dynamiques ont été corrigées.

I. 1. 2. Les essais de compression quasistatique

Des essais de compression quasistatique ($\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) ont été effectués à différentes températures allant de -196 °C à 600 °C (Fig. V. 3).

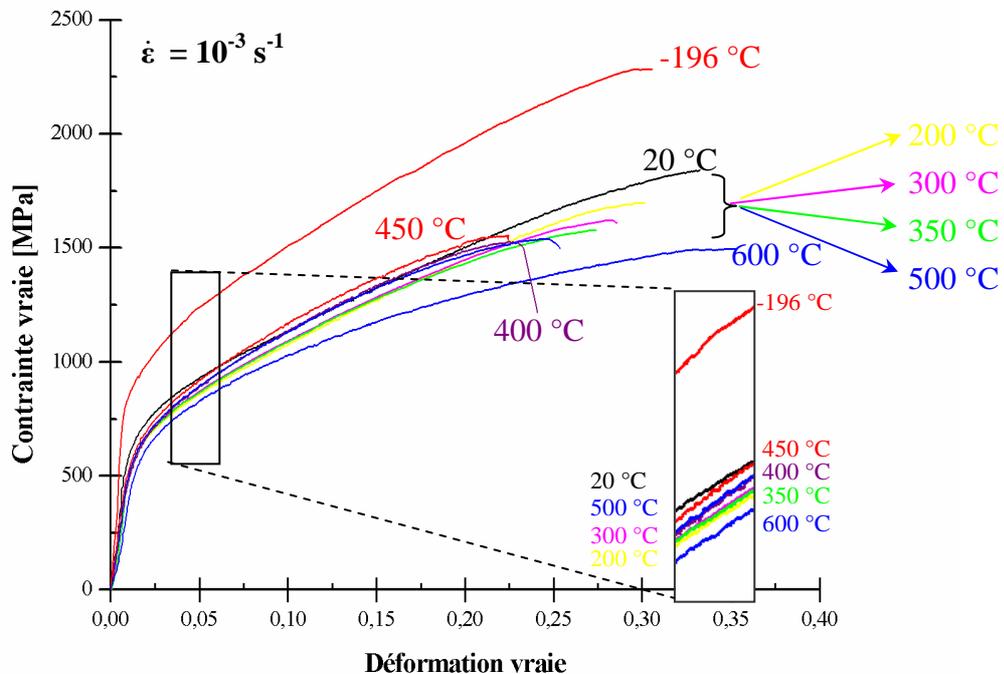


Figure V. 3 : Courbes contrainte vraie-déformation vraie en compression quasistatique ($\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) à différentes températures.

Les différentes courbes (Fig. V. 3) ont la même allure. Elles présentent un domaine plastique étendu jusqu'à 30 % de déformation. La contrainte d'écoulement augmente continûment avec la déformation.

Les contraintes d'écoulement et les taux de consolidation varient avec la température. Cette évolution se traduit globalement comme dans les aciers [3] par une chute de la contrainte avec l'augmentation de la température. Cependant, entre 200 et 450 °C, on enregistre un comportement anormal de la contrainte et du taux de consolidation : cette anomalie se caractérise par une augmentation de la contrainte avant de diminuer au-delà de 450 °C.

I. 1. 3. Les essais de compression dynamique

Des essais de compression dynamique ($\dot{\epsilon} = 2,2 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$) ont été effectués (Fig. V. 4) à différentes températures allant de -196 °C à 600 °C.

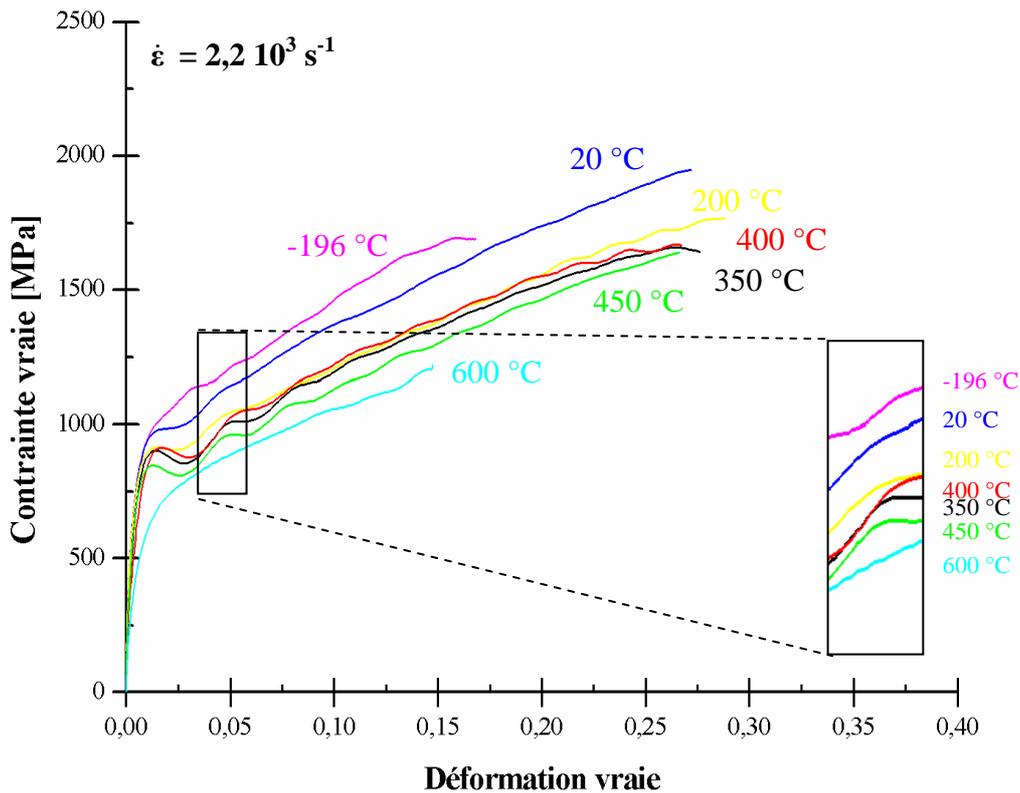


Figure V. 4 : Courbes contrainte vraie-déformation vraie en compression dynamique ($\dot{\epsilon} = 2,2 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$) à différentes températures.

L'évolution des contraintes d'écoulement avec la température suit la même tendance qu'en compression quasistatique. Les contraintes d'écoulement diminuent avec la température. L'anomalie de contrainte se produit à partir de 350 °C.

Contrairement à la compression quasistatique, le taux de consolidation dynamique reste quasi-constant avec la température.

I. 2. Influence de la température et de la vitesse de déformation

L'analyse des courbes contrainte-déformation quasistatiques et dynamiques montre que la température et la vitesse de déformation sont les principaux facteurs qui influencent le comportement mécanique de l'alliage TiAl. Il importe donc de faire le point d'abord sur l'effet de la température ensuite sur celui de la vitesse de déformation sachant que le découplage de ces paramètres est purement didactique.

I. 2. 1. Effet de la température

La température est un facteur important influant sur les propriétés mécaniques des métaux et alliages. Dans ce paragraphe, nous allons présenter l'influence de la température sur la contrainte d'écoulement en compression quasistatique et dynamique.

L'analyse des faisceaux de courbes des figures V. 3 et 4 permet d'étudier l'effet de la température sur :

- la contrainte d'écoulement : l'évolution de la contrainte en fonction de la température sera analysée par la sensibilité à la température définie par :

$$s = \left(\frac{\partial \sigma}{\partial T} \right)_{\varepsilon_p, \dot{\varepsilon}},$$

- le taux d'écrouissage défini par :

$$\theta = \left(\frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon} \right)_{T, \dot{\varepsilon}}.$$

I. 2. 1. 1. Influence de la température en compression quasistatique

La figure V. 5 montre l'évolution de la contrainte d'écoulement à 5 % de déformation plastique entre -196 °C et 600 °C, pour la compression quasistatique.

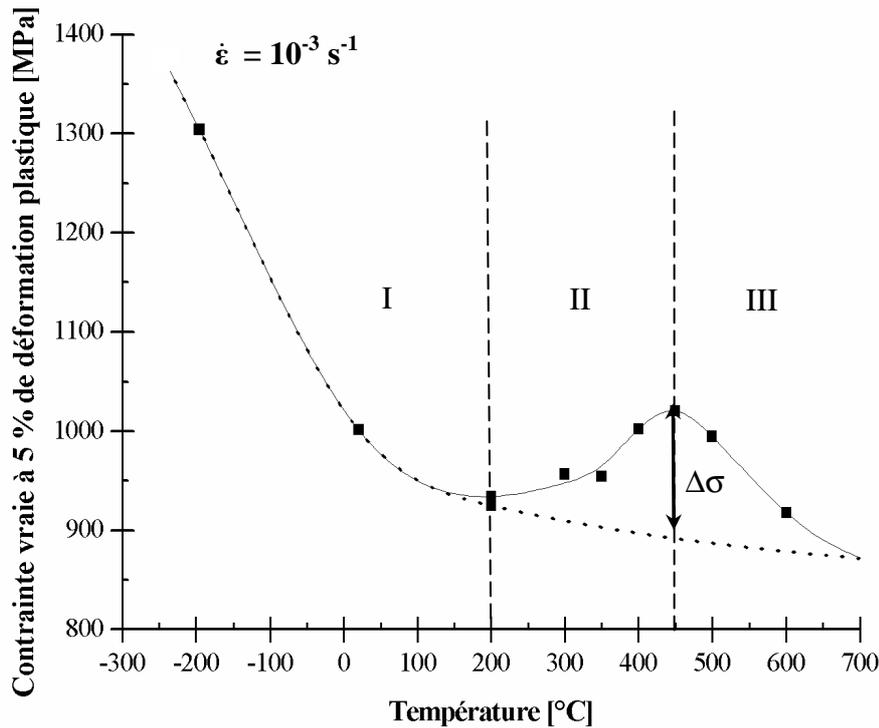


Figure V. 5 : Influence de la température d'essai sur la contrainte d'écoulement à 5 % de déformation plastique en compression quasistatique.

En tenant compte de la sensibilité, s , trois domaines de température se distinguent.

- Le domaine I, situé entre -196 °C et 200 °C , correspond à une diminution de la contrainte avec la température ($s < 0$). Dans ce domaine, comme dans la plupart des matériaux métalliques, la contrainte d'écoulement, est une fonction décroissante de la température.
- Le domaine II, situé entre 200 °C et 450 °C , correspond à une augmentation anormale de la contrainte avec la température. La dépendance de la contrainte à la température est alors positive ($s > 0$). La fin de ce domaine à 450 °C correspond à un niveau de contrainte maximum appelé pic de contrainte. L'amplitude $\Delta\sigma$ de ce pic est estimée à 130 MPa par rapport à l'état normal (état sans anomalie représenté par les pointillés sur la courbe V. 5).
- Dans le domaine III, situé au-dessus de 450 °C , la dépendance contrainte/température reprend son caractère normal décroissant ($s < 0$). La courbe en pointillés représente l'évolution de la contrainte sans anomalie. Pour les températures supérieures à 450 °C , le matériau tend vers un palier athermique.

La figure V. 6 représente l'évolution du taux d'érouissage en compression quasistatique en fonction de la température d'essai. Ce coefficient a été calculé en prenant la pente moyenne de chaque courbe contrainte-déformation entre 5 et 15 % de déformation.

Entre -196 °C et 350 °C , on observe une diminution de l'écroissage en fonction de la température. L'écroissage augmente avec la température entre 350 °C et 450 °C et chute pour des températures supérieures à 450 °C . L'augmentation anormale du taux d'écroissage se produit dans le même domaine de température que celui où apparaît l'anomalie de contrainte (anomalie mécanique).

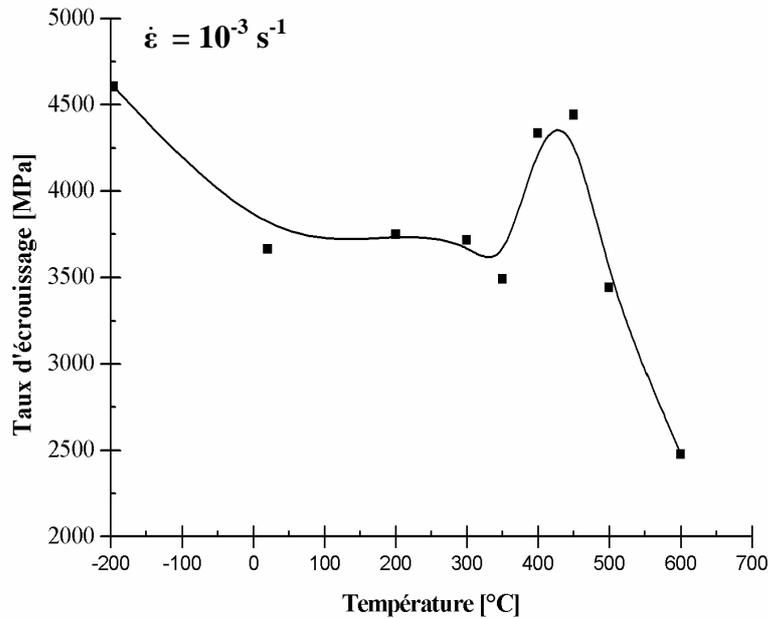


Figure V. 6 : Influence de la température d'essai sur le taux d'écroissage en compression quasistatique.

I. 2. 1. 2. Influence de la température en compression dynamique

La figure V. 7 montre l'évolution de la contrainte d'écoulement à 5 % de déformation plastique entre -196 °C et 600 °C , en compression dynamique. L'évolution du comportement de la contrainte avec la température est identique à celui en compression quasistatique. Le domaine de température dans lequel se produit l'anomalie mécanique est compris entre 350 et 400 °C . Le pic de contrainte est observé vers 400 °C . L'amplitude $\Delta\sigma$ de ce pic est estimée à 70 MPa par rapport à l'état normal, sans anomalie, représenté par la courbe en pointillés. Aux températures supérieures à 500 °C , le matériau tend vers un palier athermique.

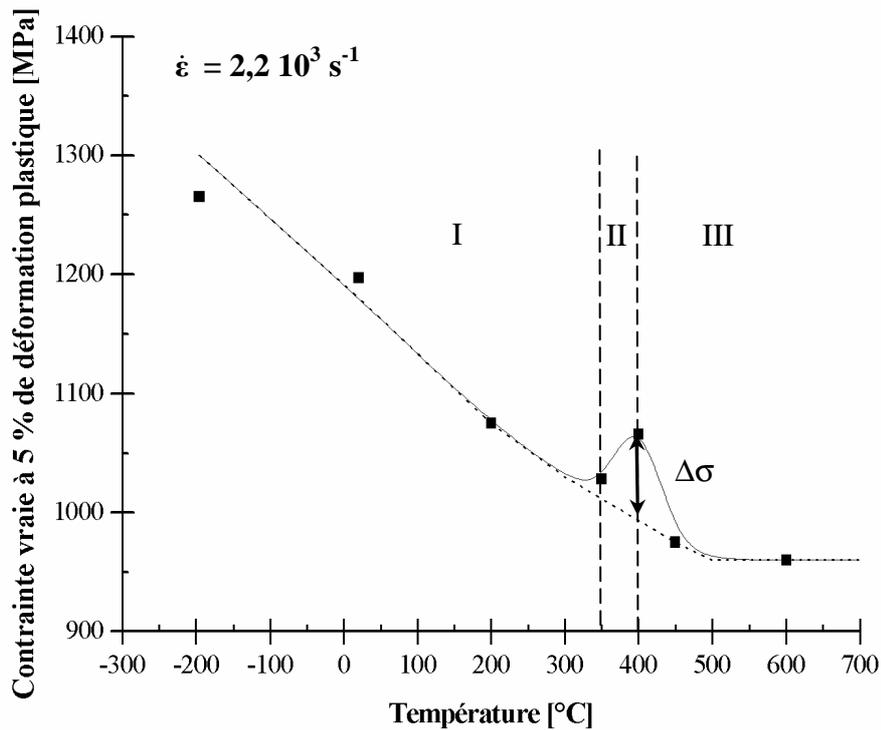


Figure V.7 : Influence de la température d'essai sur la contrainte d'écoulement à 5 % de déformation plastique en compression dynamique.

La figure V. 8 représente l'évolution du taux d'érouissage avec la température pour les grandes vitesses de déformation. Cette évolution est semblable à celle observée en compression quasistatique avec une anomalie de contrainte de très faible amplitude, $\Delta\sigma$.

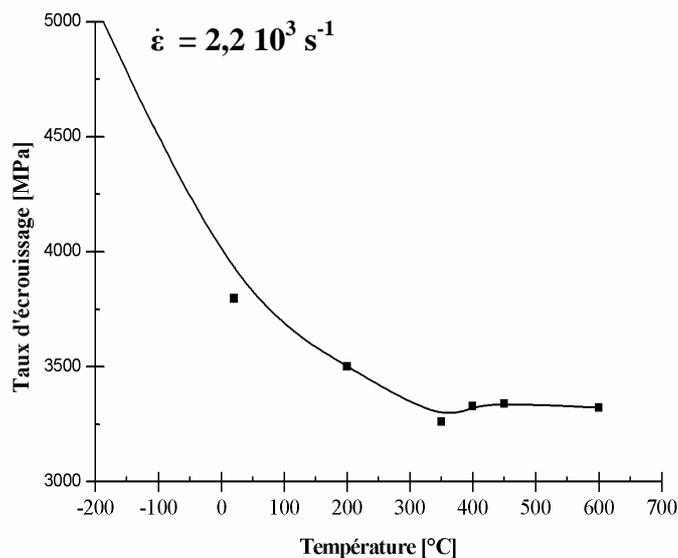


Figure V.8 : Influence de la température d'essai sur le taux d'érouissage en compression dynamique.

I. 2. 2. Effet de la vitesse de déformation

La figure V. 9 présente deux courbes issues d'un essai de compression quasistatique et d'un essai de compression dynamique effectués à 20 °C.

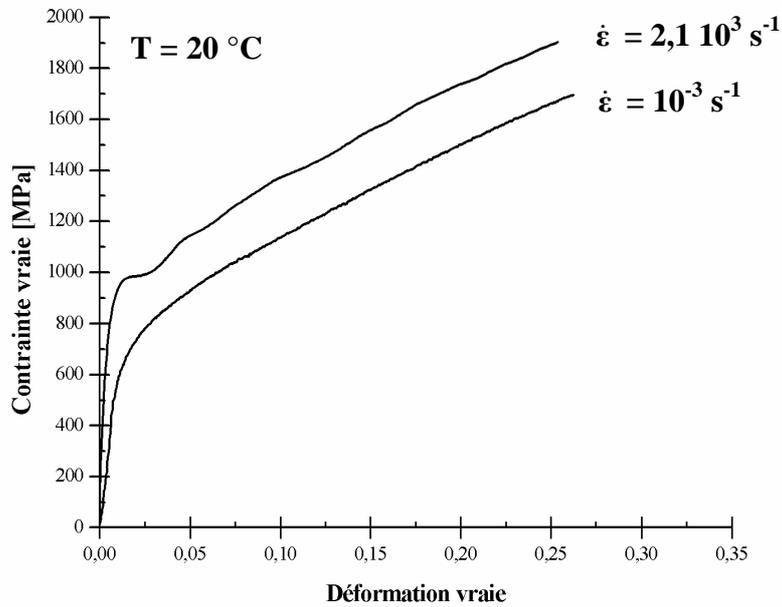


Figure V. 9 : Courbes contrainte vraie-déformation vraie en compression quasistatique et dynamique à température ambiante.

L'analyse des courbes contrainte-déformation obtenues (Fig. V. 9) à température ambiante ne montre aucun effet de la vitesse de déformation sur le taux de consolidation. Par contre, son effet sur le niveau de contrainte est estimé à un accroissement de 200 MPa lors du passage de la déformation quasistatique à la déformation dynamique.

On enregistre le même comportement à 400 °C avec un écart entre les contraintes plus faible (100 MPa) (Fig. V. 10).

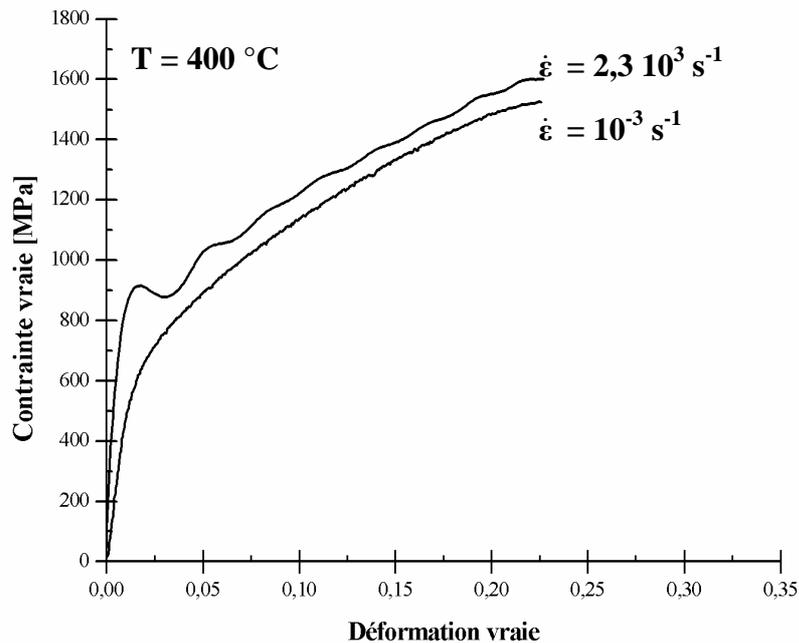


Figure V. 10 : *Courbes contrainte vraie-déformation vraie en compression quasistatique et dynamique à 400 °C.*

Les figures V. 9 et 10 montrent effectivement que l'écart entre les courbes contrainte vraie – déformation vraie en compression quasistatique et dynamique évolue avec la température. Ce comportement sera évoqué dans le paragraphe I. 3 traitant de la sensibilité à la vitesse de déformation.

I. 3. Analyse du comportement mécanique

La température et la vitesse de déformation sont parmi les paramètres les plus importants qui entrent dans la description du comportement mécanique des matériaux. Le choix du domaine de températures et de la gamme de vitesses de déformation est le plus souvent dicté par les domaines d'application du matériau.

Les travaux dédiés au comportement mécanique des alliages intermétalliques à base de TiAl se sont surtout focalisés sur les sollicitations à faible vitesse de déformation (10^{-3} s^{-1} - 10^{-4} s^{-1}). Nous avons, dans le cadre de ce travail, choisi de travailler sous sollicitations quasistatique (10^{-3} s^{-1}) et dynamique (10^3 s^{-1}) dans un domaine de températures compris entre -196 °C et 600 °C .

L'analyse des résultats du comportement mécanique de l'alliage à base de TiAl (Ti-46,5Al-4(Cr, Nb, Ta, B)) nous a conduit à dégager le rôle primordial que jouent la température et la vitesse de déformation. La figure V. 11 montre l'évolution du comportement mécanique en fonction de la température et de la vitesse de déformation. L'analyse des courbes montre la variation de la contrainte en fonction de la température et de la vitesse de

déformation. Il apparaît clairement que le comportement mécanique de l'alliage est activé thermiquement et se caractérise par l'apparition d'une anomalie de contrainte. Cette anomalie se traduit sur les courbes $\sigma = f(T, \dot{\epsilon})$ (Fig. V. 11) par une augmentation de la contrainte jusqu'à une valeur maximale avant de diminuer et de reprendre un comportement normal^(*) en fonction de la température. L'anomalie correspond à l'élévation de la contrainte dans un intervalle de température. La valeur maximale appelée pic de contrainte atteinte par cette anomalie et l'intervalle de température dans lequel elle se produit dépendent de la vitesse de déformation.

En quasistatique, l'intervalle (domaine II, $s > 0$) dans lequel apparaît l'anomalie est estimé à 250 °C. Le pic de l'anomalie se produit à 450 °C avec une amplitude $\Delta\sigma$ de 130 MPa. En dynamique, l'anomalie se situe dans un intervalle plus étroit (50 °C), le pic est décalé de 100 °C vers les basses températures (400 °C) avec une amplitude deux fois plus faible par rapport à la sollicitation quasistatique (70 MPa). L'écart de contrainte entre les courbes quasistatique et dynamique évolue avec la température. Ce comportement est illustré par la courbe V. 12. Cette courbe traduit, en fonction de la température, la sensibilité à la vitesse de déformation, n , définie par :

$$n = \left(\frac{\partial(\ln\sigma)}{\partial(\ln\dot{\epsilon})} \right)_{\epsilon_p, T}$$

À plus basse température (< 400 °C), la sensibilité à la vitesse de déformation, n , diminue. Elle s'annule autour de l'anomalie mécanique (entre 400 et 450 °C). La faible valeur de n est une des caractéristiques associée à l'anomalie de contrainte [4]. Les valeurs négatives de la sensibilité correspondent à l'intervalle dans lequel la contrainte en quasistatique est supérieure à la contrainte en dynamique. Ce comportement est bien illustré par la figure V. 13. Cette figure montre l'évolution de l'écart entre les courbes quasistatiques et dynamiques en fonction de la température (20, 400, 450 et 600 °C). En fonction de la température, l'écart entre les courbes diminue et le coefficient d'écrouissage évolue : à 450 °C, les courbes quasistatiques et dynamiques se coupent. Ce comportement est mieux illustré par les courbes donnant le taux d'écrouissage en fonction de la température (Fig. V. 14). La courbe issue des sollicitations quasistatiques montre un fort taux d'écrouissage, plus important qu'en dynamique dans le domaine d'apparition de l'anomalie de contrainte. Ce fort taux d'écrouissage en quasistatique est aussi une des caractéristiques associée à l'anomalie mécanique [4]. Pour les sollicitations dynamiques, l'amplitude de ce taux d'écrouissage est très faible.

^(*) Le comportement normal, défini par les courbes en pointillés, est obtenu par extrapolation de la contrainte en fonction de la température en faisant abstraction de l'anomalie mécanique.

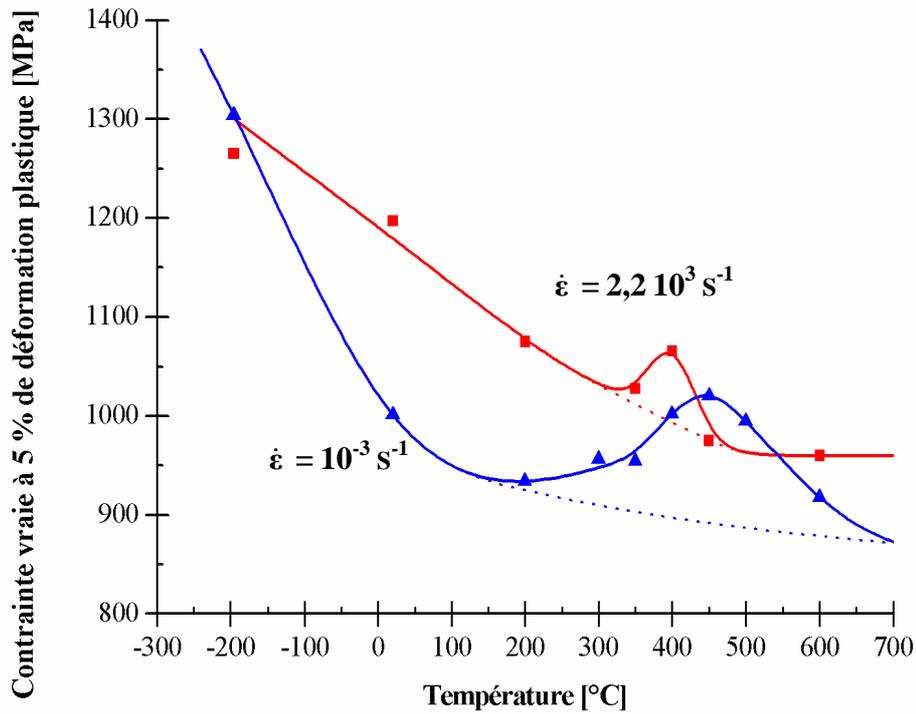


Figure V. 11 : Influence de la température d'essai sur la contrainte d'écoulement à 5 % de déformation plastique en compression quasistatique et dynamique.

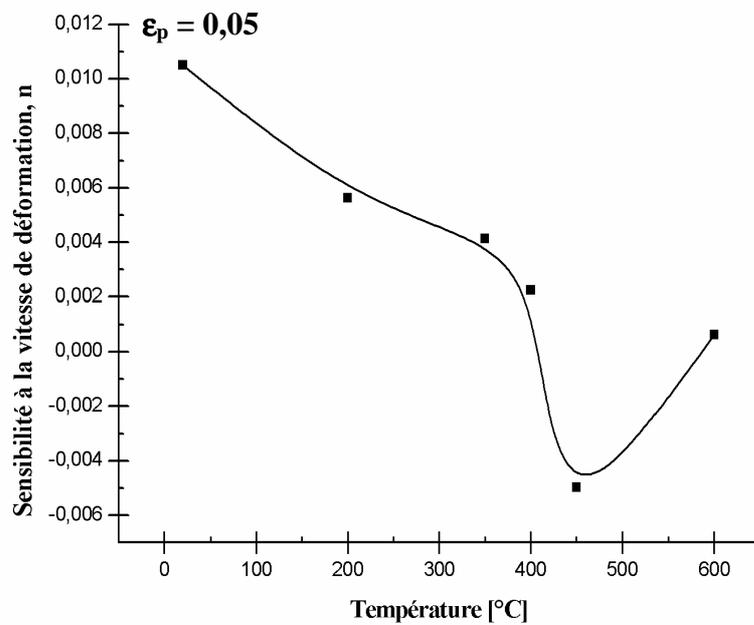


Figure V. 12 : Influence de la température d'essai sur la sensibilité à la vitesse de déformation n pour 5 % de déformation plastique.

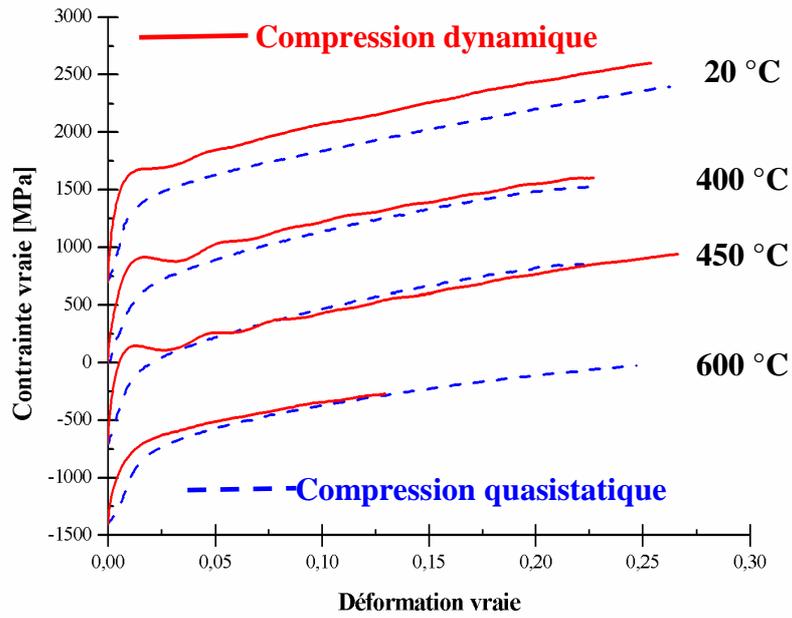


Figure V. 13 : Courbes contrainte vraie-déformation vraie en compression quasistatique et dynamique à 20, 400, 450 et 600 °C.

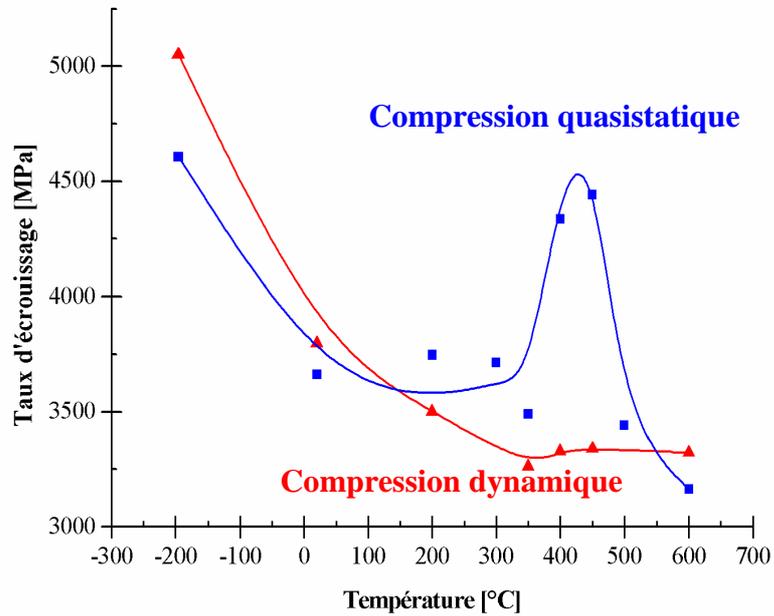


Figure V. 14 : Influence de la température d'essai sur le taux d'écroutissage en compression quasistatique et dynamique.

L'étude du comportement mécanique de notre l'alliage Ti-46,5Al-4(Cr, Nb, Ta, B) à microstructure presque lamellaire, dans la gamme de températures comprises entre - 196 et 600 °C et aux faibles et grandes vitesses de déformation montre que :

- la contrainte d'écoulement évolue avec la température : les mécanismes de déformation sont thermiquement activés,
- le comportement mécanique de l'alliage se caractérise par une anomalie mécanique qui se traduit par une augmentation de la contrainte avec la température.

Les caractéristiques de l'anomalie sont :

- l'intervalle de température dans lequel elle se produit,
- la température pour laquelle la contrainte maximale (pic de contrainte) est atteinte,
- l'amplitude du pic de contrainte.

Ces caractéristiques sont fonction de la vitesse de déformation.

- après l'anomalie mécanique, la contrainte d'écoulement tend vers un palier aussi bien en quasistatique qu'en dynamique. Ce palier correspond au palier athermique.

II. Structure de déformation de l'alliage

Pour caractériser la déformation plastique de notre alliage (Ti-46,5Al-4(Cr, Nb, Ta, B), nous avons sélectionné les quatre états suivants :

- état 1 : déformation par compression quasistatique à 20 °C,
- état 2 : déformation par compression quasistatique à 450 °C,
- état 3 : déformation par compression dynamique à 20 °C,
- état 4 : déformation par compression dynamique à 400 °C.

Le choix de ces quatre états a été dicté par les résultats des propriétés mécaniques obtenus en compression quasistatique et dynamique.

Les états 1 et 3 permettront de caractériser la déformation à l'ambiante et de voir l'influence de la vitesse de déformation.

Les états 2 et 4 permettront d'analyser l'état de déformation pour la température correspondant au pic de contrainte de l'anomalie mécanique aussi bien en quasistatique qu'en dynamique.

Nous avons, par ailleurs, choisi d'étudier les quatre états en stoppant les essais de compression à 5 % de déformation. L'arrêt à 5 % de déformation permet d'éviter le domaine de fluctuation de contrainte en début des essais dynamiques. Cette astreinte nous a conduit à arrêter, aussi à 5 % de déformation, les essais quasistatiques, permettant ainsi de comparer les différents états étudiés et voir l'effet de la vitesse de déformation.

La caractérisation des états déformés a été effectuée par microscopies optique et électronique en transmission (MET) et à balayage (MEB) et par diffraction des électrons.

Les observations en MEB montrent (Fig. V. 15) que sous l'effet de la compression les lamelles ($\alpha_2 + \gamma$) se sont incurvées. Cet effet a été observé essentiellement à température ambiante et à des déformations supérieures à 20 %.

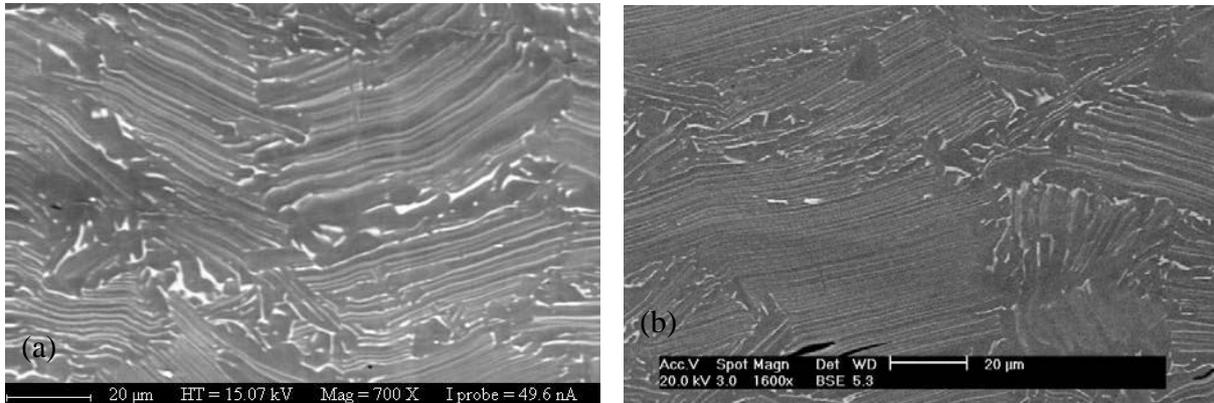


Figure V. 15 : Micrographies électroniques en mode BSE de l'alliage, à 25 % de déformation à 20 °C, (a) en compression quasistatique (image microsonde de Castaing) et (b) en compression dynamique (image microscope électronique à balayage).

Les observations en MET montrent que la déformation plastique se produit dans les trois phases α_2 , γ et B2 (Fig. V. 16).

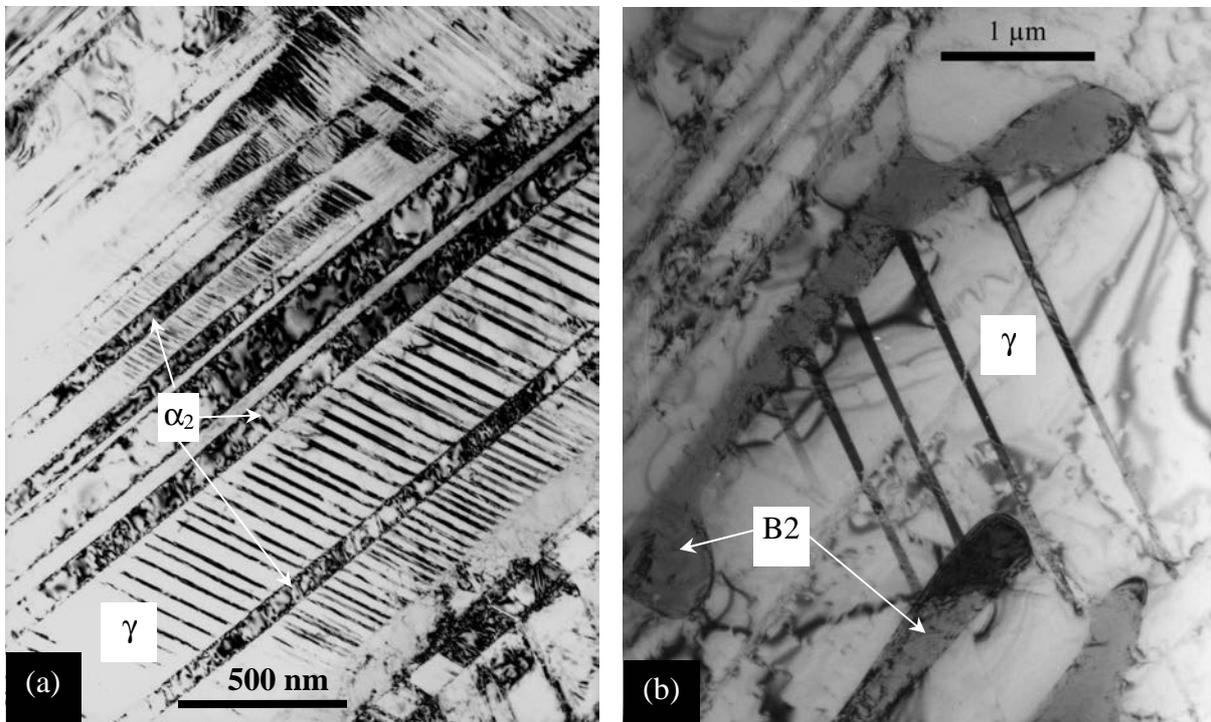


Figure V. 16 : Micrographies électroniques en transmission montrant l'état de déformation de l'alliage à température ambiante (a) dans les lamelles ($\alpha_2 + \gamma$) après 22 % de compression dynamique et (b) dans les grains γ et B2 après 5 % de compression quasistatique.

Elle est plus localisée dans la phase majoritaire γ (autour de 90 % volumique). Les effets de la déformation sont peu visibles dans la phase α_2 car cette dernière présente la même forte densité de défauts plans que dans l'état brut de livraison. La phase mineure B2 présente une faible densité de dislocations. Les effets de la déformation plastique dans la phase γ se traduisent par l'apparition de dislocations, de fautes d'empilement et de macles. Ces défauts apparaissent aussi bien dans les lamelles que dans les grains γ , pour les faibles et les grandes vitesses de déformation, à l'ambiante et à la température d'apparition du pic de contrainte. La densité moyenne des dislocations de la phase γ déformée est estimée à 10^{13} - 10^{14} m/m³ (cf. § II.1.1.3) alors que le pourcentage de la phase γ maclée est compris entre 6 et 15 % (cf. § II.1.2.2).

La caractérisation fine de ces défauts de structure a été réalisée par les techniques d'imagerie (faisceau faible, critère d'extinction) et de diffraction (mode SAED).

Comme les effets de déformation sont peu visibles dans la phase α_2 , nous nous sommes focalisés sur la caractérisation des défauts de structure seulement dans les phases γ et B2.

II. 1. Structure de déformation de la phase γ

La structure de déformation de la phase γ se caractérise principalement par l'apparition des dislocations et des macles. Nous nous focaliserons dans cette partie de l'étude sur la caractérisation de ces deux types de défauts (nature, cristallographie, densité).

II. 1. 1. Les dislocations

II. 1. 1. 1. Nature des dislocations de déformation

Au cours de la sollicitation mécanique de la phase γ , les dislocations parfaites qui pourraient apparaître sont de deux types :

- les ordinaires de vecteur de Burgers $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$,
- les superdislocations de vecteurs de Burgers $\langle 101 \rangle$ et $\frac{1}{2}\langle 112 \rangle$.

Pour voir quelles sont les dislocations actives dans la phase γ lors de la déformation de notre alliage, nous avons étudié les états de déformation dans des grains et des lamelles γ . Nous avons choisi de présenter quelques exemples représentatifs de l'état de déformation dans une lamelle et dans deux grains γ .

- État de déformation d'une lamelle γ

La figure V. 17 montre la microstructure après 5 % de compression quasistatique à 20 °C dans une lamelle γ . La lamelle étudiée est bordée par des lamelles α_2 . Les figures V. 17a et b

donnent les images en fond clair et en fond noir mettant en contraste des dislocations avec la réflexion de diffraction $\bar{g} = \bar{1}1\bar{1}$.

Nous avons choisi de caractériser à l'aide des conditions d'extinction et de la projection stéréographique (Fig. V. 22) les dislocations numérotées 1 à 4 dans la figure V. 17 ; la dislocation 1 est une boucle. La figure V. 18 montre la même zone étudiée prise dans les conditions deux ondes avec $\bar{g} = 002$. Les dislocations 3 et 4 sont hors contraste et les seules visibles sont la boucle 1 et la dislocation 2. D'après le critère d'extinction, ces deux dernières sont des superdislocations de type $\frac{1}{2}\langle 112 \rangle$ ou $\langle 101 \rangle$. Les dislocations 3 et 4, invisibles, sont donc des dislocations ordinaires de type $\bar{b} = \frac{1}{2}[\bar{1}10]$.

La figure V. 19 prise dans les conditions de deux ondes avec $\bar{g} = 11\bar{1}$ conduit à l'extinction de la dislocation 2 ; par conséquent cette dislocation est du type $[011]$, $\frac{1}{2}[112]$ ou $[101]$. Le vecteur de Burgers $[011]$ est exclu car la dislocation 2 est visible dans les conditions $\bar{g} = \bar{1}1\bar{1}$ (Fig. V. 17). Les seules possibilités qui restent sont les vecteurs de Burgers $\frac{1}{2}[112]$ ou $[101]$. Pour lever l'ambiguïté, la figure V. 20 prise dans les conditions deux ondes avec $\bar{g} = \bar{1}11$ montre en contraste la dislocation 2 dont le vecteurs de Burgers ne peut être que $\bar{b} = \frac{1}{2}[112]$. La boucle 1 est visible dans toutes les conditions précédentes. Sur la figure V. 21 prise dans les conditions deux ondes avec $\bar{g} = \bar{2}20$, cette boucle 1 est hors contraste. Son vecteur de Burgers est par conséquent $\bar{b} = \frac{1}{2}[11\bar{2}]$.

Nous remarquons par ailleurs que dans les mêmes conditions $\bar{g} = \bar{2}20$, la dislocation 2 est hors contraste alors que les dislocations 3 et 4 sont visibles, ce qui confirme les vecteurs de Burgers trouvés précédemment.

Les résultats de visibilité ou d'invisibilité des dislocations 1 à 4 sont regroupés dans le tableau V. 1.

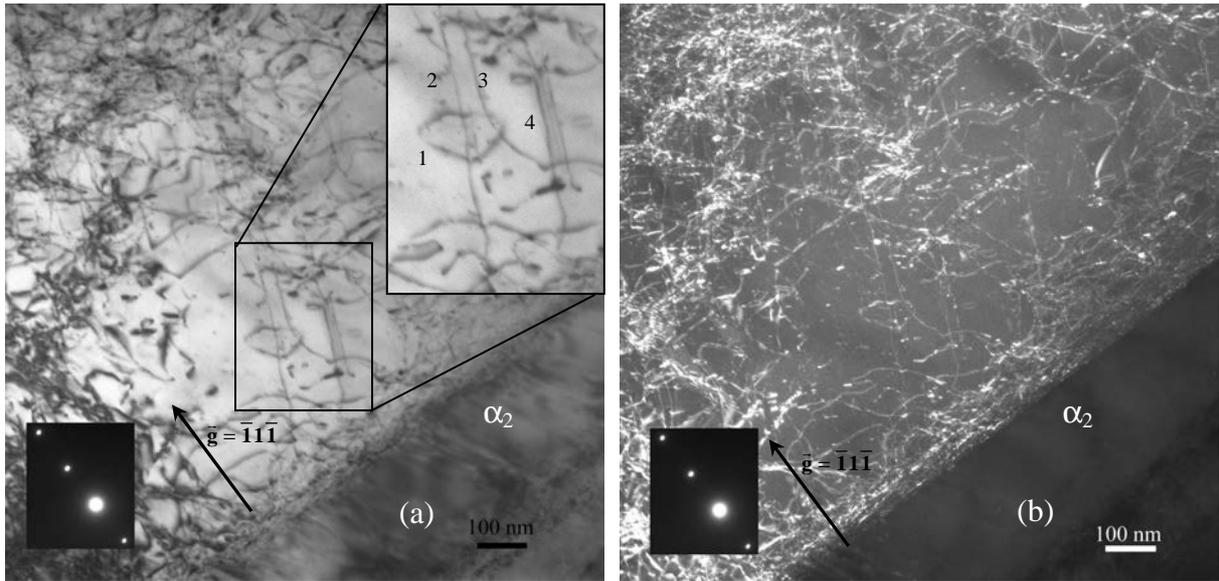


Figure V. 17 : Micrographies électroniques en transmission d'une zone dans la lamelle γ déformée à 5 % en compression quasistatique à 20 °C, prises dans les conditions de diffraction $\vec{g} = \bar{1}1\bar{1}$. (a) Fond clair (b) Fond noir. Les dislocations 1 à 4 sont visibles.

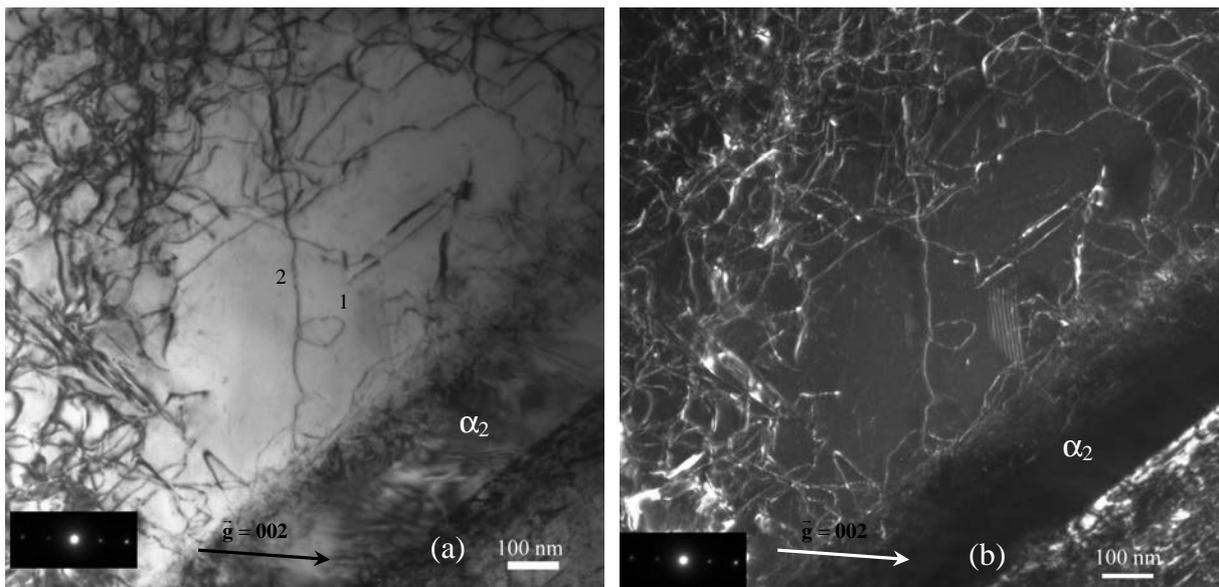


Figure V. 18 : Micrographies électroniques en transmission d'une zone dans la lamelle γ déformée à 5 % en compression quasistatique à 20 °C, prises dans les conditions de diffraction $\vec{g} = 002$. (a) Fond clair (b) Fond noir (faisceau faible). Les dislocations 1 et 2 sont visibles, les dislocations 3 et 4 sont hors contraste.

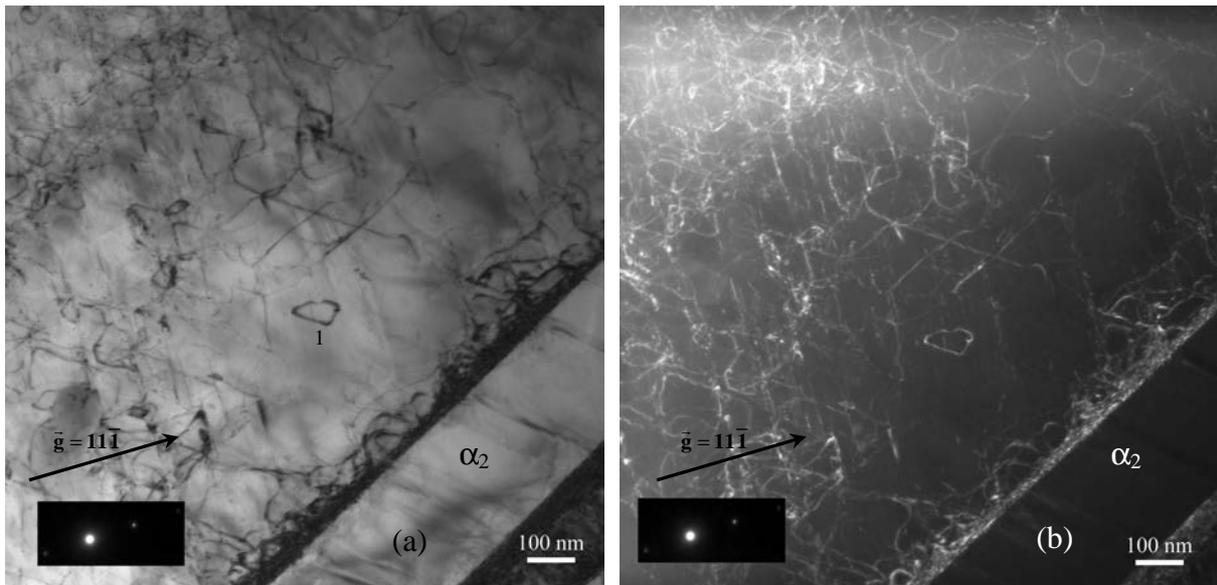


Figure V. 19 : Micrographies électroniques en transmission d'une zone dans la lamelle γ déformée à 5 % en compression quasistatique à 20 °C, prises dans les conditions de diffraction $\bar{g} = 11\bar{1}$. (a) Fond clair (b) Fond noir (faisceau faible). La dislocation 1 est visible, les dislocations 2 à 4 sont hors contraste.

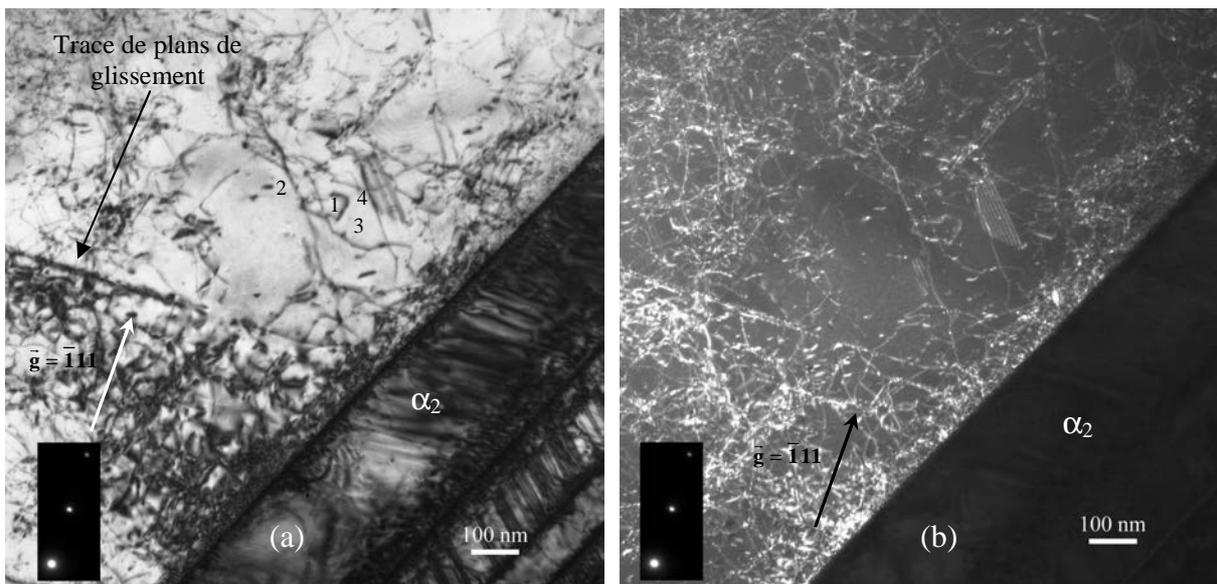


Figure V. 20 : Micrographies électroniques en transmission d'une zone dans la lamelle γ déformée à 5 % en compression quasistatique à 20 °C, prises dans les conditions de diffraction $\bar{g} = \bar{1}11$. (a) Fond clair (b) Fond noir (faisceau faible). Les dislocations numérotées de 1 à 4 sont visibles.

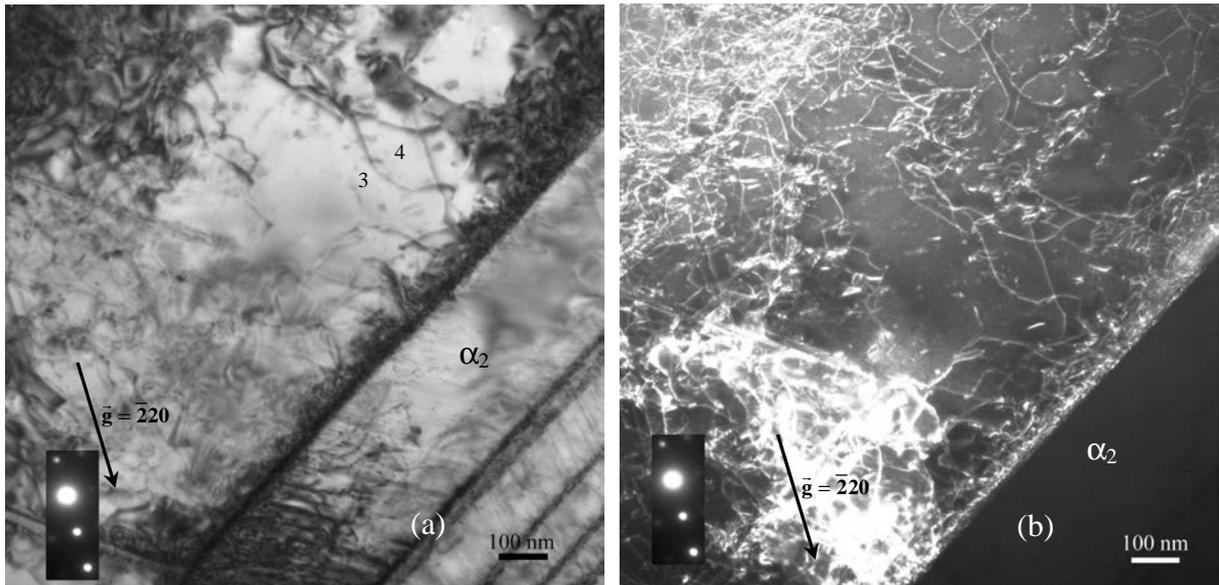


Figure V. 21 : Micrographies électroniques en transmission d'une zone dans la lamelle γ déformée à 5 % en compression quasistatique à 20 °C , prises dans les conditions de diffraction $\bar{g} = \bar{2}20$. (a) Fond clair (b) Fond noir (faisceau faible). Les dislocations 3 et 4 sont visibles, les dislocations 1 et 2 sont hors contraste.

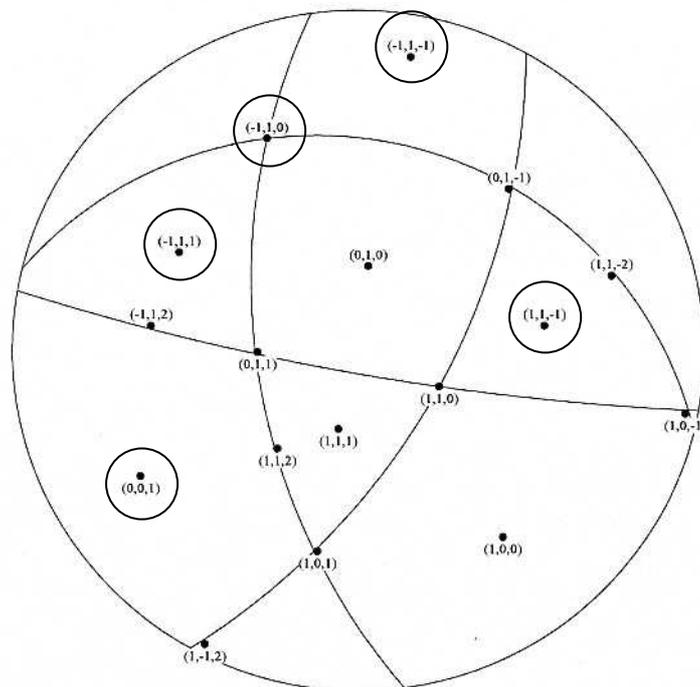


Figure V. 22 : Projection stéréographique des orientations cristallines de la lamelle γ . Le plan de la lame est celui de la projection. Les orientations entourées ($\bar{1}1\bar{1}$, 001 , $11\bar{1}$, $\bar{1}11$, $\bar{1}10$) sont utilisées pour déterminer les vecteurs de Burgers des dislocations de la lamelle γ

		\bar{g}					\bar{b}
		$\bar{1}1\bar{1}$	002	$11\bar{1}$	$\bar{1}11$	$\bar{2}20$	
Dislocations	1	Visible	Visible	Visible	Visible	Invisible	$1/2[11\bar{2}]$
	2	Visible	Visible	Invisible	Visible	Invisible	$1/2[112]$
	3	Visible	Invisible	Invisible	Visible	Visible	$1/2[\bar{1}10]$
	4	Visible	Invisible	Invisible	Visible	Visible	$1/2[\bar{1}\bar{1}0]$

Tableau V. 1 : Résultats de visibilité ou d'invisibilité de chaque dislocation en fonction du vecteur de diffraction et vecteurs de Burgers obtenus pour chaque dislocation.

- État de déformation dans les grains γ

(a) Caractérisation du grain 1

Les figures V. 23 à 26 montrent la microstructure d'un grain γ après 5 % de déformation en compression quasistatique à 450 °C, dans différentes conditions de deux ondes avec $\bar{g} = 002$ (Fig. V. 23), $\bar{g} = \bar{1}1\bar{1}$ (Fig. V. 24), $\bar{g} = \bar{1}11$ (Fig. V. 25) et $\bar{g} = \bar{1}\bar{1}\bar{1}$ (Fig. V. 26). La figure V. 27 représente la projection stéréographique montrant l'orientation du grain. La figure V. 23 montre le grain dans les conditions de deux ondes avec $\bar{g} = 002$. Dans ces conditions d'observation, les dislocations ordinaires sont hors contraste et les seules visibles sont les superdislocations de type $\langle 101 \rangle$ et $1/2 \langle 112 \rangle$.

Sur les figures V. 24 à 26, deux populations de dislocations (D1 et D2) sont présentes. La population D1, éteinte dans les conditions de deux ondes avec $\bar{g} = \bar{1}\bar{1}\bar{1}$, est allumée dans les conditions $\bar{g} = \bar{1}11$ et $\bar{g} = \bar{1}1\bar{1}$. D1 a donc pour vecteur de Burgers $\bar{b} = 1/2[\bar{1}10]$. La population D2, éteinte avec $\bar{g} = \bar{1}11$ et $\bar{g} = \bar{1}1\bar{1}$ est en contraste avec $\bar{g} = \bar{1}\bar{1}\bar{1}$. D2 est donc du type $\bar{b} = 1/2[\bar{1}\bar{1}0]$. Les familles de dislocations D1 et D2 sont des dislocations ordinaires. Les résultats de visibilité ou d'invisibilité des familles de dislocations D1 et D2 sont regroupés dans le tableau V. 2.



Figure V. 23 : *Micrographie électronique en transmission du grain 1 déformé à 5 % en compression quasistatique à 450 °C, prise dans les conditions de deux ondes $\bar{g} = 002$. Les dislocations en contraste sont des superdislocations, les dislocations invisibles sont des dislocations ordinaires.*

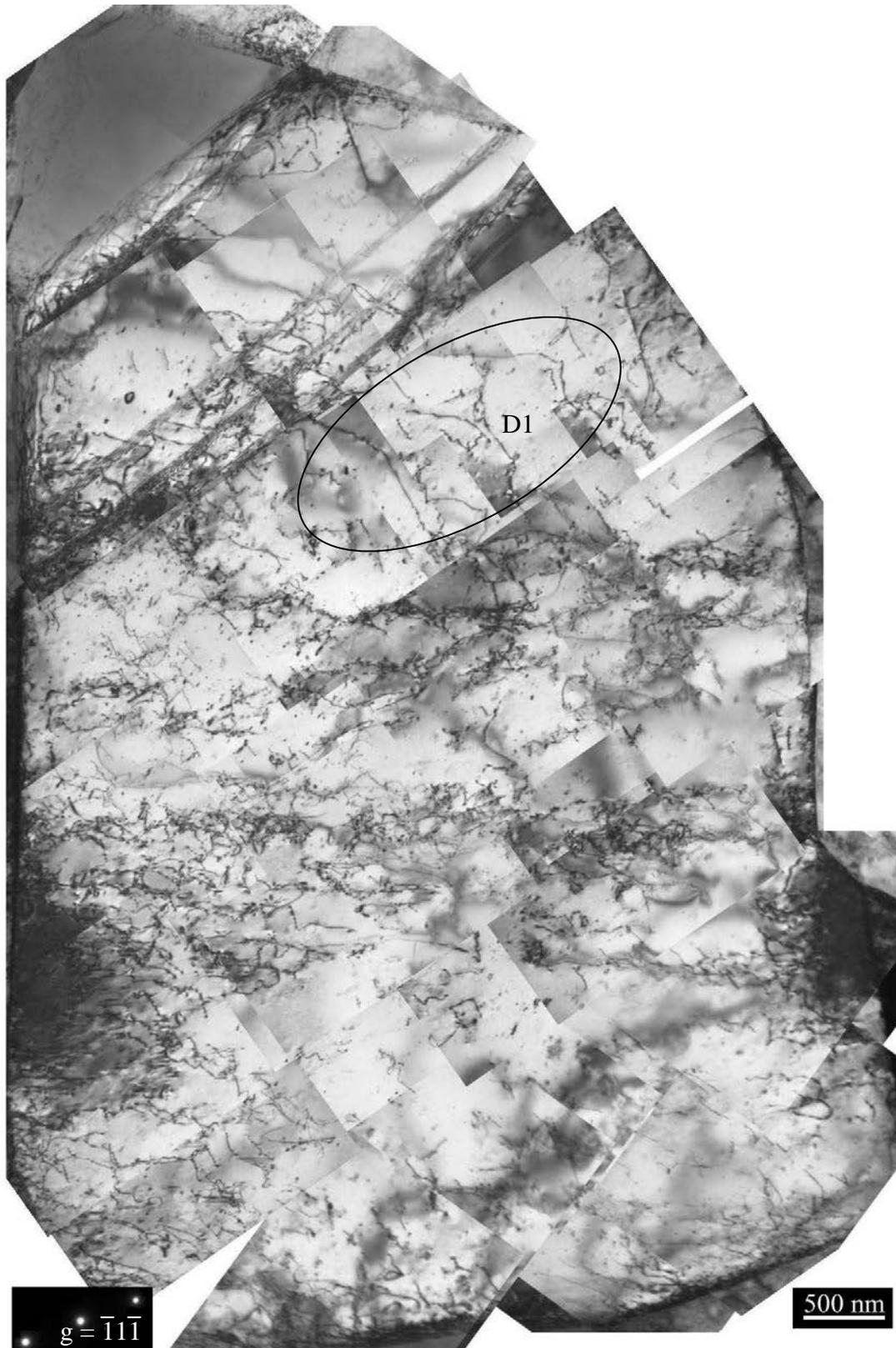


Figure V. 24 : Micrographie électronique en transmission du grain 1 déformé à 5 % en compression quasistatique à 450 °C, prise dans les conditions de deux ondes $\vec{g} = \bar{1}1\bar{1}$. La famille de dislocations D1 ($\vec{b} = 1/2 [\bar{1}10]$) est visible, la famille D2 ($\vec{b} = 1/2 [\bar{1}\bar{1}0]$) est invisible.

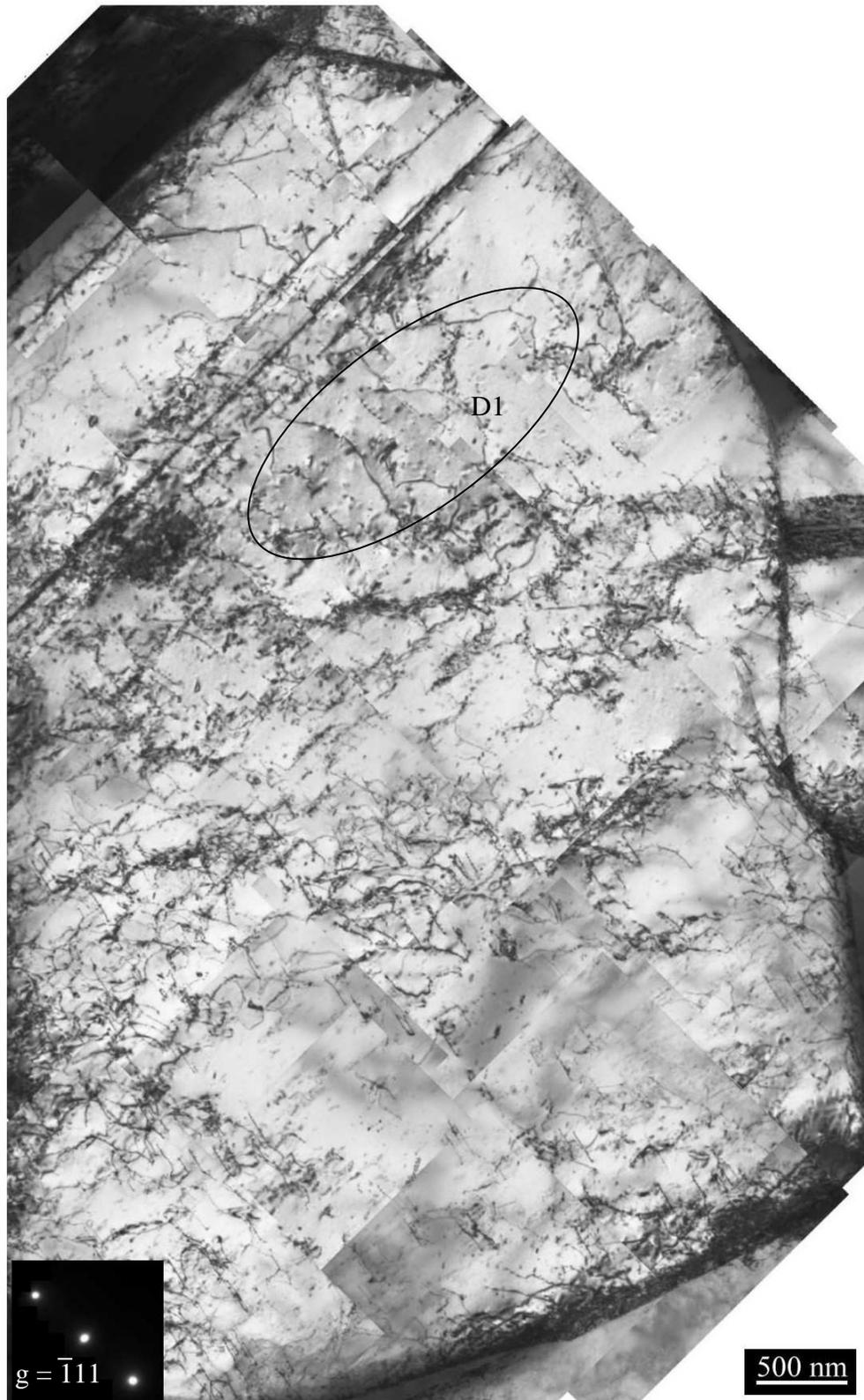


Figure V. 25 : Micrographie électronique en transmission du grain 1 déformé à 5 % en compression quasistatique à 450 °C, prise dans les conditions de deux ondes $\vec{g} = \bar{1}11$. La famille de dislocations D1 ($\vec{b} = 1/2 [\bar{1}10]$) est visible, la famille D2 ($\vec{b} = 1/2 [\bar{1}\bar{1}0]$) est invisible.

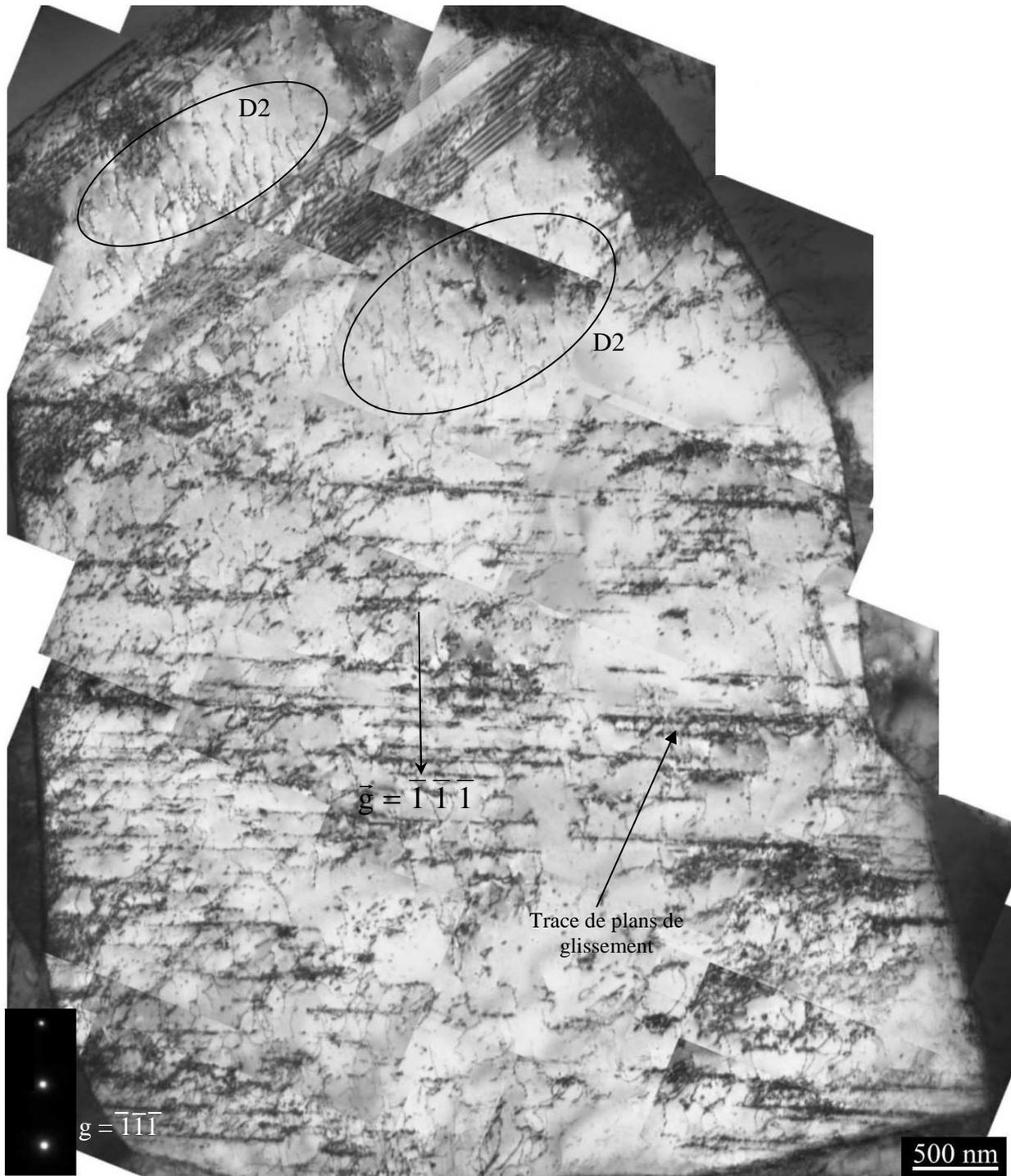


Figure V. 26 : Micrographie électronique en transmission du grain 1 déformé à 5 % en compression quasistatique à 450 °C, prise dans les conditions de deux ondes $\bar{g} = \bar{1}\bar{1}\bar{1}$. La famille de dislocations D1 ($\vec{b} = 1/2 [\bar{1}10]$) est invisible, la famille D2 ($\vec{b} = 1/2 [\bar{1}\bar{1}0]$) est visible. Des traces de plans de glissement des dislocations sont mis en évidence.

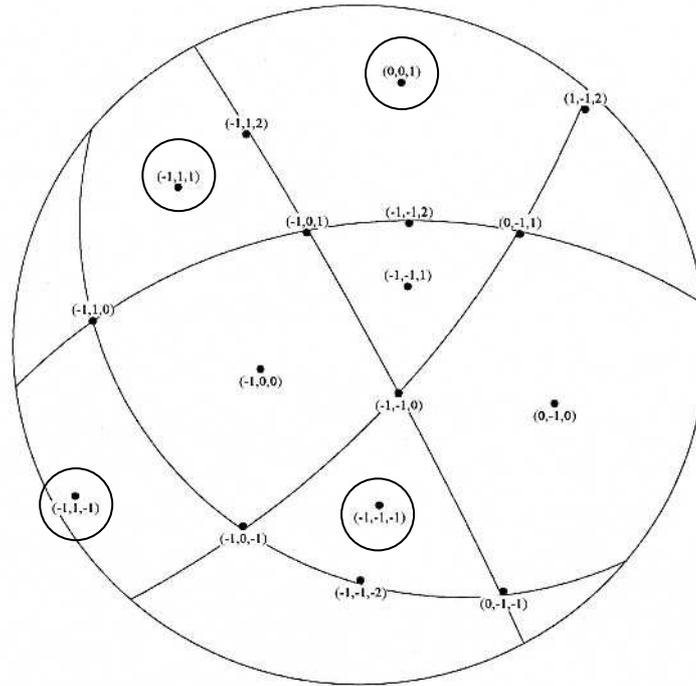


Figure V. 27 : Projection stéréographique des orientations cristallines du premier grain γ . Le plan de la lame est celui de la projection. Les orientations entourées (001 , $\bar{1}1\bar{1}$, $\bar{1}11$, $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$) sont utilisées pour déterminer les vecteurs de Burgers des dislocations du grain γ .

		\bar{g}				\bar{b}
		002	$\bar{1}1\bar{1}$	$\bar{1}11$	$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	
Dislocations	D1	Invisible	Visible	Visible	Invisible	$1/2[\bar{1}10]$
	D2	Invisible	Invisible	Invisible	Visible	$1/2[\bar{1}\bar{1}0]$

Tableau V. 2 : Résultats de visibilité ou d'invisibilité de chaque dislocation en fonction du vecteur de diffraction et vecteurs de Burgers obtenus pour chaque dislocation.

(b) Caractérisation du grain 2

Les figures V. 28 à 31 montrent la microstructure d'un grain après 5 % de déformation en compression dynamique à 20 °C, dans différentes conditions de deux ondes avec $\bar{g} = 002$ (Fig. V. 28), $\bar{g} = 1\bar{1}1$ (Fig. V. 29), $\bar{g} = \bar{1}11$ (Fig. V. 30) et $\bar{g} = \bar{1}\bar{1}\bar{1}$ (Fig. V. 31). Dans les conditions d'observation $\bar{g} = 002$ (Fig. V. 28), les dislocations ordinaires sont invisibles et seules les superdislocations $\langle 101 \rangle$ et $1/2 \langle 112 \rangle$ sont en contraste. Les superdislocations numérotées de 1 à 3 ont été caractérisées à l'aide des conditions d'extinction et de la projection stéréographique (Fig. V. 32). Elles sont invisibles dans les conditions $\bar{g} = \bar{1}11$ et $\bar{g} = \bar{1}\bar{1}\bar{1}$ et ont donc pour vecteurs de Burgers $\vec{b} = [0\bar{1}1]$. Dans les conditions $\bar{g} = 1\bar{1}1$, les dislocations 1 à 3 sont visibles ce qui confirme que le vecteur de Burgers est bien $[0\bar{1}1]$.

Sur les figures V. 28 à 31, deux populations de dislocations ordinaires (D1 et D2) sont visibles. La famille D1, éteinte dans les conditions de deux ondes $\bar{g} = \bar{1}\bar{1}\bar{1}$ (Fig. V. 30), et allumée dans les conditions $\bar{g} = \bar{1}11$ (Fig. V. 29) et $\bar{g} = 1\bar{1}1$ (Fig. V. 31), a donc pour vecteurs de Burgers $\vec{b} = 1/2[1\bar{1}0]$. La famille D2, visible avec $\bar{g} = \bar{1}\bar{1}\bar{1}$, est invisible avec $\bar{g} = \bar{1}11$ et $\bar{g} = 1\bar{1}1$. D2 est donc du type $\vec{b} = 1/2[\bar{1}\bar{1}0]$.

Les résultats de visibilité ou d'invisibilité des dislocations 1 à 3 ainsi que des familles de dislocations D1 et D2 sont regroupés dans le tableau V. 3.

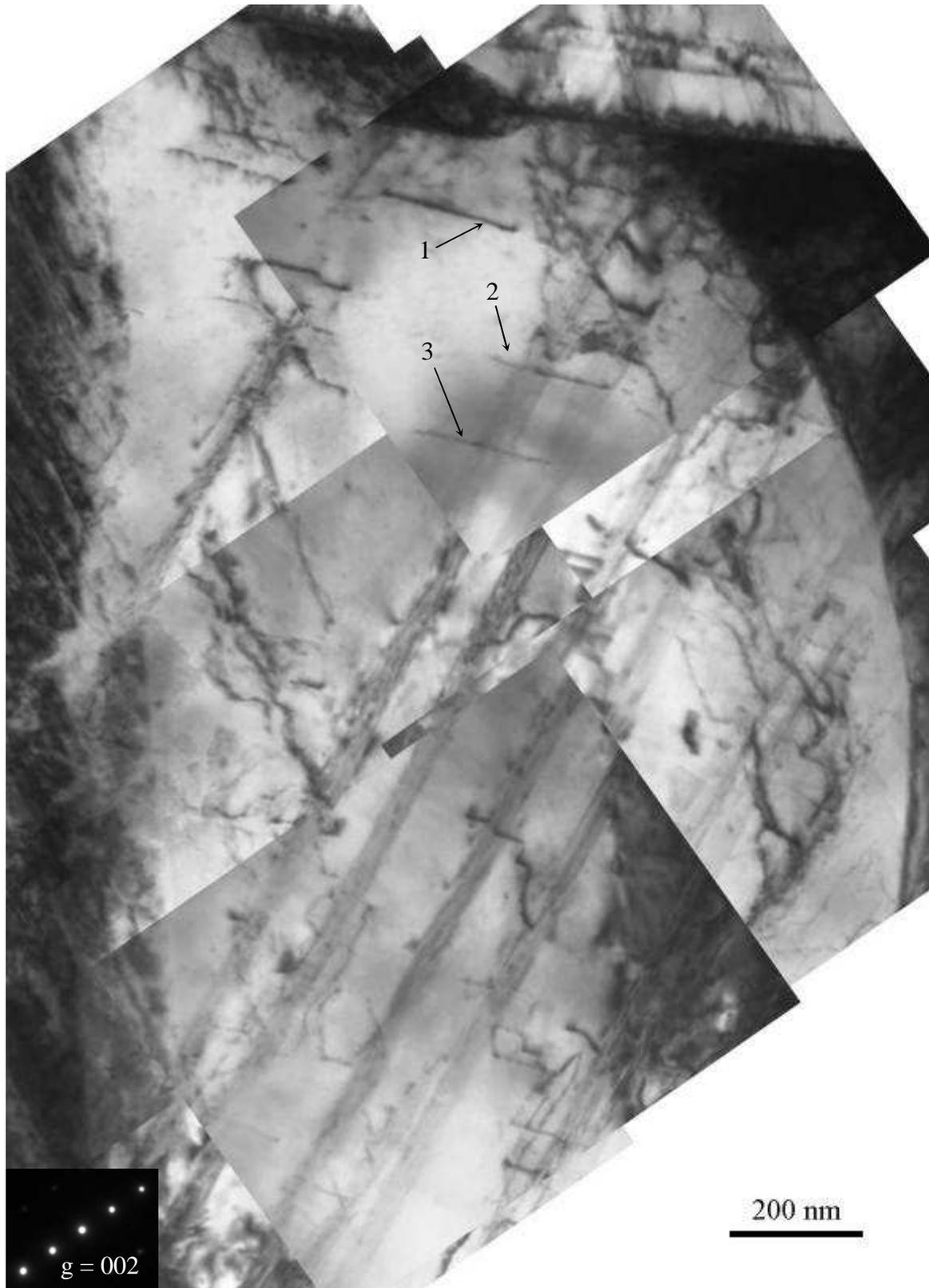


Figure V. 28 : Micrographie électronique en transmission du grain 2 déformé à 5 % en compression dynamique à 20 °C, prise dans les conditions de deux ondes $\vec{g} = 002$. Les superdislocations numérotées de 1 à 3 ($\vec{b} = [0\bar{1}1]$) sont visibles, les dislocations ordinaires sont invisibles.

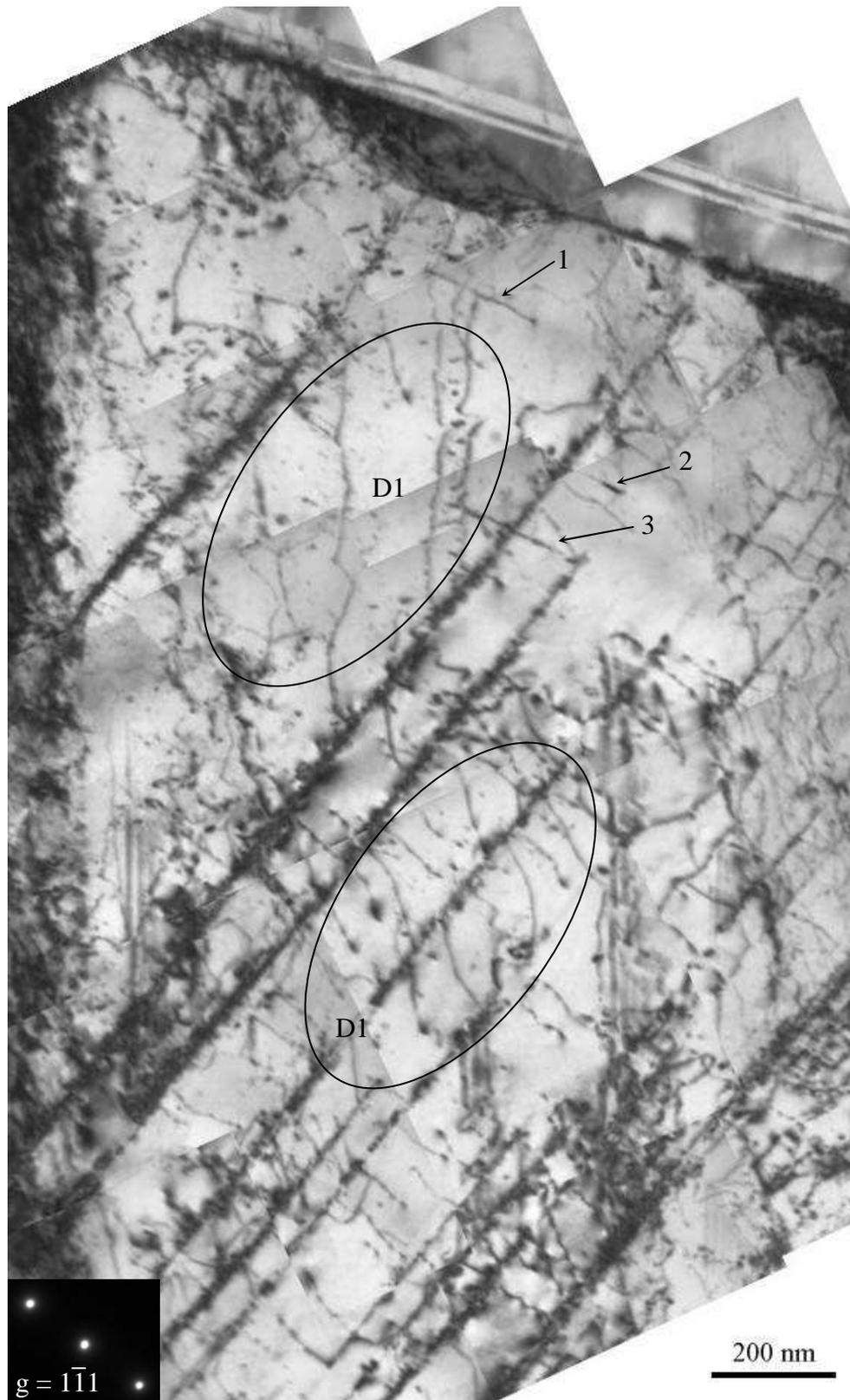


Figure V. 29 : Micrographie électronique en transmission du grain 2 déformé à 5 % en compression dynamique à 20 °C, prise dans les conditions de deux ondes $\bar{g} = 1\bar{1}1$. Les superdislocations numérotées de 1 à 3 ($\bar{b} = [0\bar{1}1]$) sont visibles. La famille de dislocations D1 ($\bar{b} = 1/2[1\bar{1}0]$) est visible alors que la famille D2 ($\bar{b} = 1/2[\bar{1}\bar{1}0]$) est hors contraste.

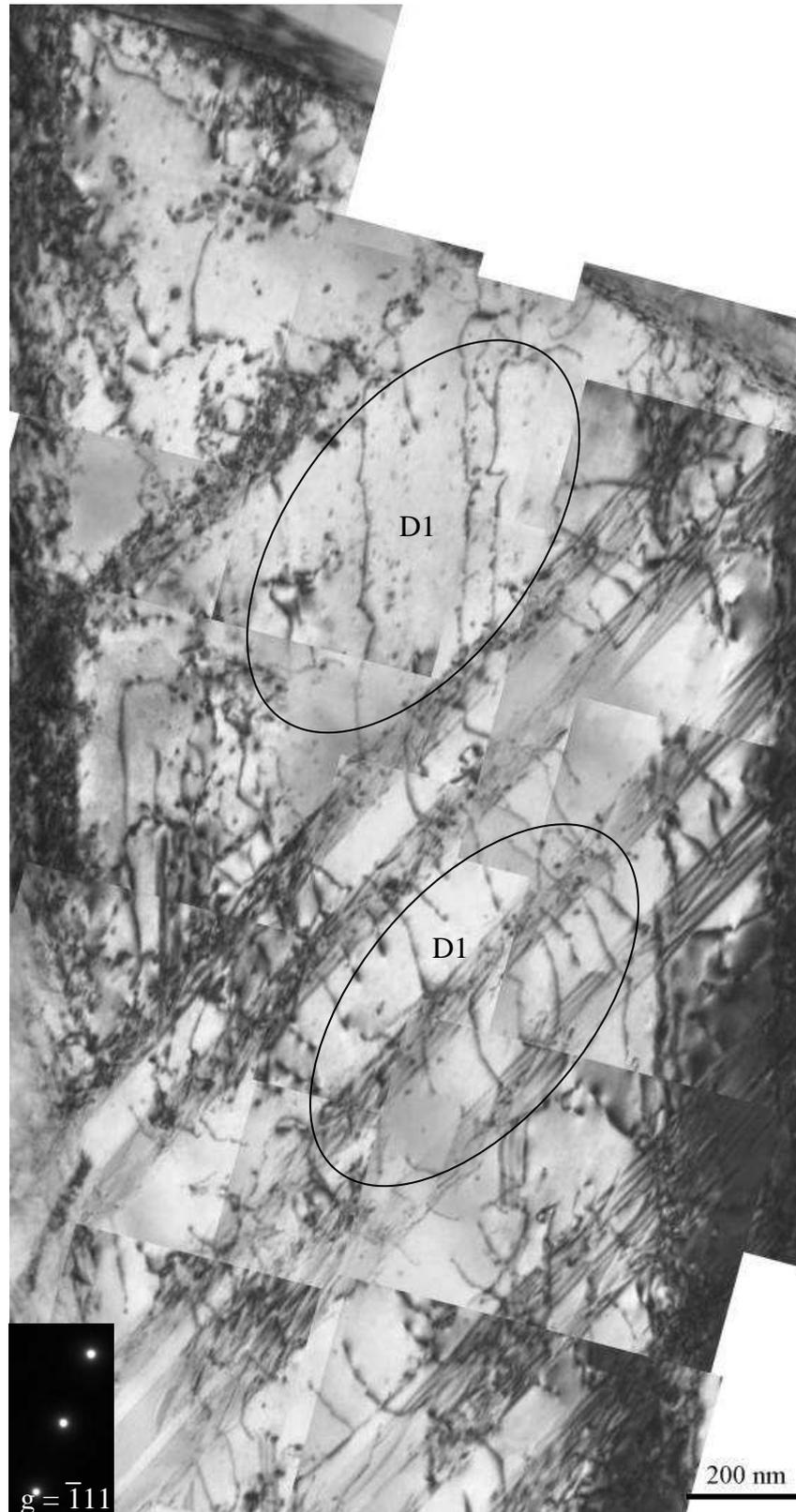


Figure V. 30 : Micrographie électronique en transmission du grain 2 déformé à 5 % en compression dynamique à 20 °C, prise dans les conditions de deux ondes $\vec{g} = \bar{1}11$. Les superdislocations numérotées de 1 à 3 ($\vec{b} = [0\bar{1}1]$) sont invisibles. La famille de dislocations D1 ($\vec{b} = 1/2[\bar{1}\bar{1}0]$) est visible, la famille D2 ($\vec{b} = 1/2[\bar{1}\bar{1}0]$) est invisible.



Figure V. 31 : Micrographie électronique en transmission du grain 2 déformé à 5 % en compression dynamique à 20 °C, prise dans les conditions de deux ondes $\bar{g} = \bar{1}\bar{1}\bar{1}$. Les superdislocations numérotées de 1 à 3 ($\vec{b} = [0\bar{1}1]$) sont invisibles. La famille de dislocations D1 ($\vec{b} = 1/2 [1\bar{1}0]$) est invisible, la famille D2 ($\vec{b} = 1/2 [\bar{1}\bar{1}0]$) est visible.

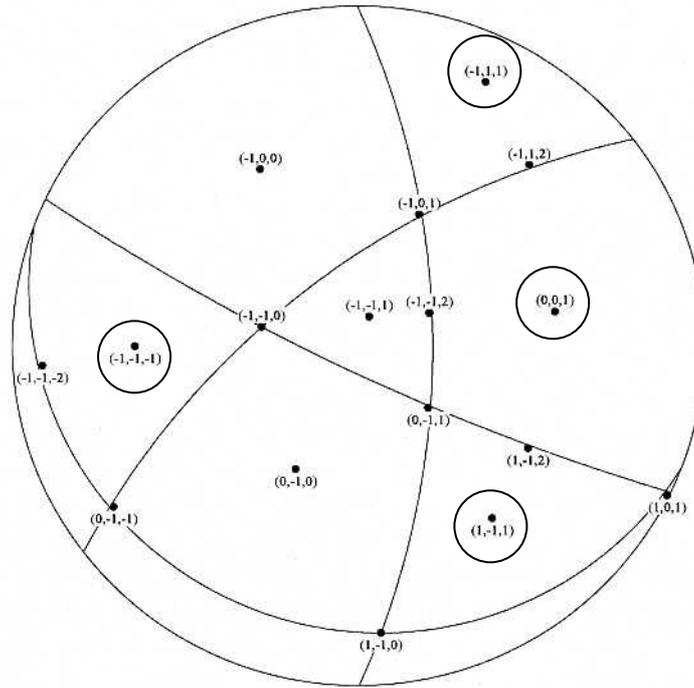


Figure V. 32 : Projection stéréographique des orientations cristallines du deuxième grain γ . Le plan de la lame est celui de la projection. Les orientations entourées (001 , $1\bar{1}1$, $\bar{1}11$, $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$) sont utilisées pour déterminer les vecteurs de Burgers des dislocations du grain γ .

		\vec{g}				\vec{b}
		002	$1\bar{1}1$	$\bar{1}11$	$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	
Dislocations	1	Visible	Visible	Invisible	Invisible	$[0\bar{1}1]$
	2	Visible	Visible	Invisible	Invisible	$[0\bar{1}1]$
	3	Visible	Visible	Invisible	Invisible	$[0\bar{1}1]$
	D1	Invisible	Visible	Visible	Invisible	$1/2[1\bar{1}0]$
	D2	Invisible	Invisible	Invisible	Visible	$1/2[\bar{1}\bar{1}0]$

Tableau V. 3 : Résultats de visibilité ou d'invisibilité de chaque dislocation en fonction du vecteur de diffraction et vecteurs de Burgers obtenus pour chaque dislocation.

II. 1. 1. 2. Plans de glissement

Après avoir déterminé les vecteurs de Burgers des dislocations activées lors de la déformation, intéressons-nous à leurs plans de glissement. Il est bien établi que pour les structures de type $L1_0$, les plans de glissement sont du type $\{111\}$.

La figure V. 33 montre la microstructure d'un grain après 5 % de déformation en compression dynamique à 400 °C. Cette micrographie, obtenue suivant l'axe de zone $[110]$ (cliché de diffraction correspondant inséré dans la photo), montre la trace de deux plans de glissement $\{111\}$. Le cliché de diffraction obtenu suivant l'axe de zone $[110]$ n'est pas caractéristique du maillage ce qui confirme bien que les traces que nous observons sont des plans de glissement.

L'analyse des figures V. 20 et 26 montre les plans de glissement observés en bout (edge-on).

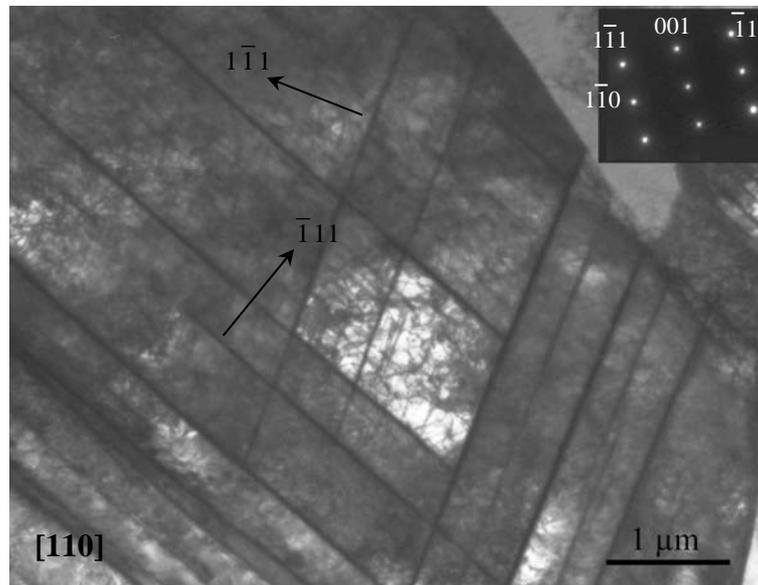


Figure V. 33 : Micrographie électronique en transmission prise en axe de zone $[110]$.
Présence de deux systèmes de traces de plans de glissement de type $\{111\}$.

II. 1. 1. 3. Densité de dislocations

La déformation dans les grains et dans les lamelles γ n'est pas homogène aussi bien en compression quasistatique qu'en compression dynamique et quelle que soit la température à laquelle s'est produite la déformation. Nous avons déterminé les densités de dislocations dans trois zones des quatre états présentés précédemment :

- état 1 : déformation par compression quasistatique à 20 °C,
- état 2 : déformation par compression quasistatique à 450 °C,
- état 3 : déformation par compression dynamique à 20 °C,
- état 4 : déformation par compression dynamique à 400 °C.

Nous avons déterminé la densité de dislocations en se basant sur la méthode de Ham [5] et Hirsch *et al.* [6] (Annexe 4). Pour chacune des douze zones, le calcul a été fait suivant différentes conditions de deux ondes du type $\vec{g} = [002]$ et $\langle 111 \rangle$. Dans les conditions $\vec{g} = [002]$, seules les superdislocations sont comptabilisées. Les conditions $\vec{g} = \langle 111 \rangle$ permettront de distinguer les ordinaires du type $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ et $\frac{1}{2}\langle \bar{1}10 \rangle$. Cette méthodologie est appliquée autant de fois nécessaire afin de couvrir la zone étudiée. Les résultats obtenus sont rassemblés dans les tableaux 1, 2, 3 et 4 de l'annexe 4.

Analyse des résultats :

Nous avons vu précédemment que dans la phase γ , les dislocations actives sont les dislocations ordinaires de type $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ et les superdislocations de type $\langle 101 \rangle$ et $\frac{1}{2}\langle 112 \rangle$. Les densités de dislocation ont été mesurées suivant différentes réflexions de type $[002]$ et $\langle 111 \rangle$ (Annexe 4). Les dislocations répondant au critère d'invisibilité $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ sont hors contraste et ne sont pas comptabilisées. Le tableau V. 4 rassemble les valeurs de $\vec{g} \cdot \vec{b}$ pour les différentes réflexions et vecteurs de Burgers possibles.

		Dislocations ordinaires		Superdislocations							
		\vec{b} de type $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$		\vec{b} de type $\langle 101 \rangle$				\vec{b} de type $\frac{1}{2}\langle 112 \rangle$			
		$\frac{1}{2}[110]$	$\frac{1}{2}[\bar{1}10]$	$[101]$	$[\bar{1}01]$	$[011]$	$[0\bar{1}1]$	$\frac{1}{2}[112]$	$\frac{1}{2}[\bar{1}12]$	$\frac{1}{2}[1\bar{1}2]$	$\frac{1}{2}[11\bar{2}]$
		$\vec{g} \cdot \vec{b}$									
\vec{g}	002	0	0	2	2	2	2	2	2	2	$\bar{2}$
	111	1	0	2	0	2	0	2	1	1	0
	$\bar{1}11$	0	1	0	2	2	0	1	2	0	$\bar{1}$
	$1\bar{1}1$	0	$\bar{1}$	2	0	0	2	1	0	2	$\bar{1}$
	$11\bar{1}$	1	0	0	$\bar{2}$	0	$\bar{2}$	0	$\bar{1}$	$\bar{1}$	2

Tableau V. 4 : Valeurs de $\vec{g} \cdot \vec{b}$ pour différentes conditions de réflexion et de vecteurs de Burgers.

En fait, le critère d'invisibilité $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ ne s'applique qu'aux dislocations vis. Pour les dislocations coin, non seulement $\vec{g} \cdot \vec{b}_c$ mais également $\vec{g} \cdot \vec{b}_c \wedge \vec{u}$ (où \vec{b}_c et \vec{u} représentent le vecteur de Burgers et le vecteur ligne, respectivement, des dislocations coin) doivent être nuls pour une complète invisibilité. Cependant, en pratique, un contraste résiduel apparaît pour les

dislocations coin lorsque $\vec{g} \cdot \vec{b}_c = 0$ mais $\vec{g} \cdot \vec{b}_c \wedge \vec{u} \neq 0$. Ceci est une source d'erreurs lors du comptage des intersections N.

À partir du tableau V. 4, il est possible d'en déduire la proportion des différentes dislocations visibles suivant différentes conditions de diffraction (Tableau V. 5). Dans la famille de dislocations $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$, chaque type compte pour 50 %, et pour les superdislocations, chaque type de dislocations compte pour 25 %.

		État des dislocations de type $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$	État des dislocations de type $\langle 101 \rangle$	État des dislocations de type $\frac{1}{2}\langle 112 \rangle$
g_1	002	toutes invisibles	toutes visibles	toutes visibles
	111	la moitié visible	la moitié visible	les $\frac{3}{4}$ visibles
	$\bar{1}11$	la moitié visible	la moitié visible	les $\frac{3}{4}$ visibles
	$1\bar{1}1$	la moitié visible	la moitié visible	les $\frac{3}{4}$ visibles
	$11\bar{1}$	la moitié visible	la moitié visible	les $\frac{3}{4}$ visibles

Tableau V. 5 : Proportion des différentes dislocations visibles suivant différentes conditions de diffraction.

Les dislocations ordinaires sont toutes invisibles et les superdislocations toutes visibles pour la condition $\vec{g} = 002$. La détermination expérimentale de la densité de dislocation pour $\vec{g} = 002$ par la méthode de Ham [5] donne directement la densité volumique des superdislocations ρ_{super} ($\rho_{\text{super}} = \rho_{\langle 101 \rangle} + \rho_{\frac{1}{2}\langle 112 \rangle}$). Connaissant les densités mesurées expérimentalement avec les conditions de réflexion $\vec{g} = \langle 111 \rangle$, il est alors possible d'en déduire les densités des dislocations ordinaires.

Prenons l'exemple de la condition $\vec{g} = 111$, on trouve la densité expérimentale ρ_{111} correspondant à cette réflexion. Dans ces conditions de réflexion, la moitié des dislocations ordinaires et des dislocations de type $\langle 101 \rangle$ ainsi que les trois-quart des dislocations de type $\frac{1}{2}\langle 112 \rangle$, sont visibles. La densité ρ_{111} peut s'écrire également sous la forme :

$$\rho_{111} = \frac{\rho_{\frac{1}{2}\langle 110 \rangle}}{2} + \frac{\rho_{\langle 101 \rangle}}{2} + \frac{3\rho_{\frac{1}{2}\langle 112 \rangle}}{4},$$

$$\rho_{111} = \frac{\rho_{\frac{1}{2}\langle 110 \rangle}}{2} + \frac{\rho_{\langle 101 \rangle} + \rho_{\frac{1}{2}\langle 112 \rangle}}{2} + \frac{\rho_{\frac{1}{2}\langle 112 \rangle}}{4},$$

$$\rho_{111} = \frac{\rho_{\frac{1}{2}\langle 110 \rangle}}{2} + \frac{\rho_{\text{super}}}{2} + \frac{\rho_{\frac{1}{2}\langle 112 \rangle}}{4}.$$

De plus, les dislocations de type $\frac{1}{2}\langle 112 \rangle$ étant peu nombreuses [7-12], le terme $\frac{\rho_{\frac{1}{2}\langle 112 \rangle}}{4}$ peut être négligé ce qui donne la relation suivante :

$$\rho_{111} = \frac{\rho_{\frac{1}{2}\langle 110 \rangle}}{2} + \frac{\rho_{\text{super}}}{2}.$$

Dans les conditions de diffraction $\bar{g} = 111$, les seules dislocations ordinaires visibles sont du type $\bar{b} = \frac{1}{2}[110]$, ce qui permet d'écrire : $\frac{\rho_{\frac{1}{2}\langle 110 \rangle}}{2} = \rho_{\frac{1}{2}[110]}$. La densité de dislocations ρ_{111} sera :

$$\rho_{111} = \rho_{\frac{1}{2}[110]} + \frac{\rho_{\text{super}}}{2}.$$

La détermination expérimentale de la densité des superdislocations ρ_{super} permet de connaître dans cet exemple, la densité des dislocations ordinaires de type $\frac{1}{2}[110]$. De même, dans les conditions de réflexion de type $\bar{g} = \bar{1}11$, il est possible de déterminer la densité des dislocations ordinaires de type $\frac{1}{2}[\bar{1}10]$.

À titre d'exemple, les résultats des densités obtenues pour la zone 3 sont les suivants :

$$\begin{aligned} \rho_{00\bar{2}} &= 0,84 \times 10^{13} \text{ m/m}^3, \\ \rho_{\bar{1}\bar{1}1} &= 6,8 \times 10^{13} \text{ m/m}^3, \\ \rho_{1\bar{1}\bar{1}} &= 6,73 \times 10^{13} \text{ m/m}^3, \\ \rho_{\bar{1}1\bar{1}} &= 7,38 \times 10^{13} \text{ m/m}^3. \end{aligned}$$

La densité des superdislocations et des dislocations ordinaires s'écrit :

$$\begin{aligned} \rho_{\text{super}} &= 0,84 \times 10^{13} \text{ m/m}^3, \\ \rho_{\bar{1}\bar{1}1} &= \rho_{\frac{1}{2}[\bar{1}\bar{1}0]} + \frac{\rho_{\text{super}}}{2} \Rightarrow \rho_{\frac{1}{2}[\bar{1}\bar{1}0]} = 6,38 \times 10^{13} \text{ m/m}^3, \\ \rho_{1\bar{1}\bar{1}} &= \rho_{\frac{1}{2}[\bar{1}10]} + \frac{\rho_{\text{super}}}{2} \Rightarrow \rho_{\frac{1}{2}[\bar{1}10]} = 6,31 \times 10^{13} \text{ m/m}^3, \\ \rho_{\bar{1}1\bar{1}} &= \rho_{\frac{1}{2}[\bar{1}10]} + \frac{\rho_{\text{super}}}{2} \Rightarrow \rho_{\frac{1}{2}[\bar{1}10]} = 6,96 \times 10^{13} \text{ m/m}^3. \end{aligned}$$

Les deux densités obtenues pour les dislocations de type $\frac{1}{2}[\bar{1}10]$ sont comparables. La moyenne est de $6,64 \times 10^{13} \text{ m/m}^3$. Dans ce cas, la densité des superdislocations est inférieure à celle des dislocations ordinaires. Ce calcul est effectué pour les différentes zones décrites dans les tableaux 1 à 4 de l'annexe 4. Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau V. 6.

		Densité des superdislocations $\times 10^{13}$ [m/m ³]	Densité des dislocations ordinaires de type $\pm\frac{1}{2}[110]\times 10^{13}$ [m/m ³]	Densité des dislocations ordinaires de type $\pm\frac{1}{2}[\bar{1}10]\times 10^{13}$ [m/m ³]	Densité totale des dislocations ordinaires $\times 10^{13}$ [m/m ³]	Densité totale des dislocations $\times 10^{13}$ [m/m ³]
Compression quasistatique 5 % 20 °C	Zone 1	6	1,5	12	13,5	19,5*
	Zone 2	17*	7	0	7	24*
	Zone 3	0,8	6	7	13	13,8
Compression quasistatique 5 % 450 °C	Zone 4	2	3	3	6	8
	Zone 5	3	5	4	9	12
	Zone 6	3	4,5	-	> 4,5	> 7,5
Compression dynamique 5 % 20 °C	Zone 7	3	9	10	19	22
	Zone 8	4,5	6,5	8	14,5	19
	Zone 9	24*	-	9	> 9	> 33
Compression dynamique 5 % 400 °C	Zone 10	1	3	4,5	7,5	8,5*
	Zone 11	7	-	15	> 15	> 22
	Zone 12	6	-	4	> 4	> 10

Tableau V. 6 : Densités volumiques des superdislocations et des dislocations ordinaires des états 1 (compression quasistatique à 20 °C, 5 % de déformation), 2 (compression quasistatique à 450 °C, 5 % de déformation), 3 (compression dynamique à 20 °C, 5 % de déformation) et 4 (compression quasistatique à 400 °C, 5 % de déformation).

Les résultats de mesure de densité ont été réalisés avec les hypothèses suivantes :

- La densité représente une moyenne de 15 à 90 mesures selon la taille du grain ou de la lamelle. Trois grains et/ou lamelles ont été analysés pour chaque état de compression étudié.
- Le quart de la densité de dislocations de type $\frac{1}{2}\langle 112 \rangle$ a été négligé. Cette hypothèse se justifie par le fait que ces dislocations sont peu actives [7-12].
- Chaque type de dislocations d'une même famille a la même probabilité d'être activée.

En tenant compte de ces hypothèses, le tableau V. 6 fait ressortir les points suivants :

- L'état de déformation de la phase γ en fonction de la température et de la vitesse de déformation n'est pas homogène.
- La densité des superdislocations est inférieure à celle des dislocations ordinaires.
- À l'ambiante, la densité des dislocations en compression dynamique est supérieure à celle des dislocations en compression quasistatique. Cette assertion repose sur le fait que nous avons réalisé les calculs dans des endroits à densité appropriée aux mesures. L'image V. 34 montre, dans les mêmes conditions, l'état de déformation en quasistatique et en dynamique. La densité réelle des dislocations en compression dynamique, est plus élevée qu'en compression quasistatique.
- Aucune tendance de l'effet de la température ne se dégage des résultats des densités de dislocations.

Les résultats ambigus des zones 1, 2, 9 et 10 sont reliés à l'inhomogénéité des zones observées.

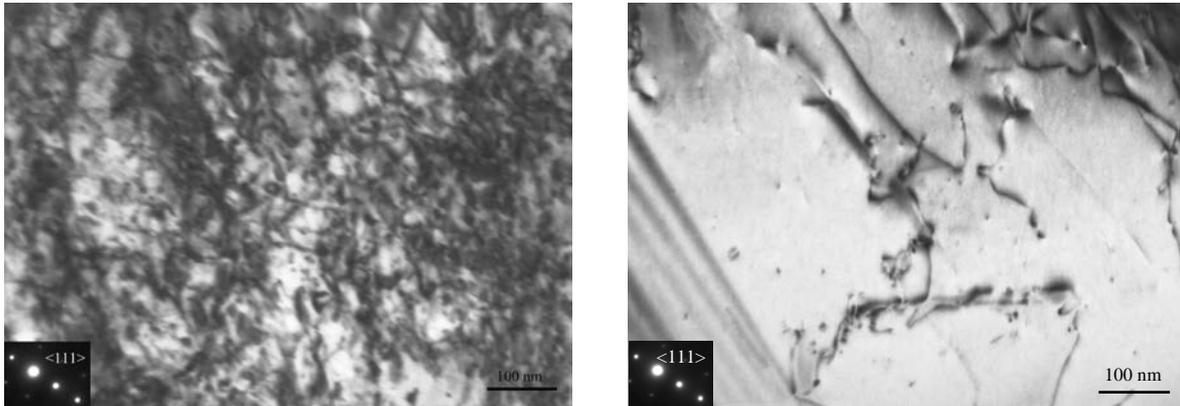


Figure V. : 34 : Micrographie électronique en transmission prise dans les conditions $\vec{g} = \langle 111 \rangle$ montrant la microstructure de déformation à 20 °C après compression (a) quasistatique et (b) dynamique.

II. 1. 2. Le maillage mécanique

II. 1. 2. 1. Nature du maillage

En plus du glissement des dislocations, le maillage mécanique est l'autre mode de déformation de la phase γ . Le type de maillage est le maillage vrai $\{111\}1/6\langle 11\bar{2} \rangle$ [13-15]. Il se produit par glissement de dislocations de Shockley dans des plans octaédriques $\{111\}$ adjacents sans altérer la structure ordonnée $L1_0$ de la phase γ . Il n'existe donc qu'un seul système de maillage vrai par plan octaédrique.

Le maillage apparaît sous forme d'un ou de deux systèmes, aussi bien dans les lamelles que dans les grains, et dans toutes les conditions de déformation et de température.

Les figures V. 35 et 36 montrent des macles dans les lamelles et dans les grains γ . La plupart des macles traversent les grains ou les lamelles de bout en bout. La figure V. 35a présente une vue globale d'un système de macles dans plusieurs lamelles γ parallèles après 5 % de compression quasistatique à 20 °C. La figure V. 35b représente une image en fond noir réalisée avec une des réflexions appartenant au réseau de maillage. Le cliché de diffraction correspondant est inséré dans l'image. L'image obtenue en fond noir (Fig. V. 35b) montre que les macles sont très fines (~ 20 nm), d'épaisseur et d'espacement variables. L'analyse des traces à partir des images et du cliché de diffraction montre qu'effectivement le plan de maillage est du type $\{111\}$.

On retrouve les mêmes caractéristiques du maillage dans les grains γ analysés. La figure V. 36a montre un grain γ après 5 % de compression quasistatique à 450 °C. La figure V. 36b présente l'image en fond noir obtenue avec une des réflexions du réseau maillé. Le cliché de diffraction correspondant est inséré dans l'image. Les macles, dont le plan de maillage est $\{111\}$, ont des interfaces parallèles au faisceau électronique. Ces plans de maillage $\{111\}$ ne sont pas parallèles aux interfaces des lamelles γ .

La figure V. 37 met en évidence l'apparition de deux systèmes de maillage en compression dynamique à 400 °C pour une déformation de 5 %. La figure V. 37a montre clairement les deux systèmes de maillage que confirme le cliché de diffraction correspondant (Fig. V. 37b). Les figures V. 37c et e représentent les fonds noirs obtenus à partir d'une des réflexions des clichés (Fig. V. 37d et f) caractéristiques de chaque système de maillage.

La figure V. 38 montre une image en fond clair et le fond noir correspondant dans un grain γ déformé en compression quasistatique à 450 °C. Elles mettent en évidence deux systèmes de maillage. Les macles d'un des deux systèmes sont parallèles aux électrons, alors que celles de l'autre système sont inclinées comme en témoignent les franges d'égale épaisseur des domaines maillés. Le système incliné prend naissance sur le joint mais ne traverse pas entièrement le grain. Cette configuration indiquerait que les deux systèmes ne se déclenchent pas en même temps. Il s'agit donc de maillage primaire. Aucun système de maillage secondaire n'a été mis en évidence. Le maillage secondaire se caractérise par l'apparition de macles entre les macles du premier système.

La figure V. 39 montre en fond clair et en fond noir correspondant le croisement des deux systèmes de maillage. Les croisements des macles de deux systèmes sont source d'émission de dislocations.

Les différentes observations montrent que ces systèmes de maillage multiples sont beaucoup plus fréquents à haute température (à 450 °C à faible vitesse de déformation et à 400 °C à grande vitesse de déformation).

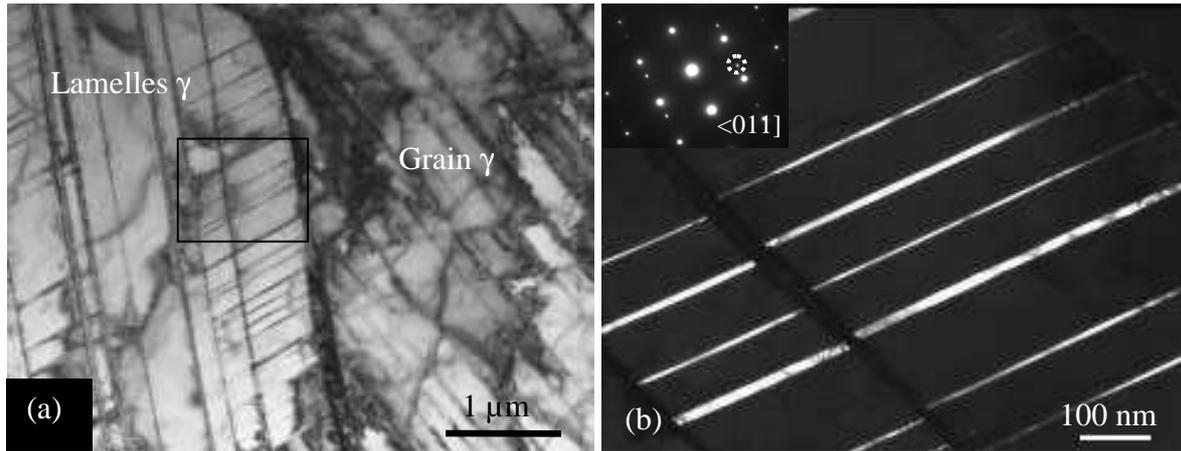


Figure V. 35 : Micrographies électroniques en transmission montrant des macles dans les lamelles γ après 5 % de déformation en compression quasistatique à 20 °C. (a) Vue globale en fond clair, (b) Image en fond noir obtenue avec une des réflexions du réseau maclé. Le cliché de diffraction suivant $\langle 011 \rangle$ est inséré dans l'image.

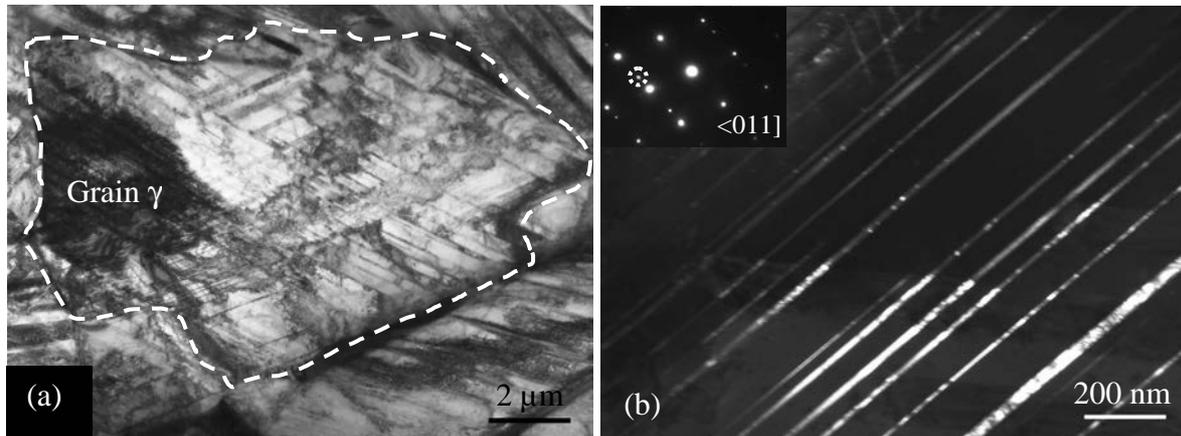


Figure V. 36 : Micrographies électroniques en transmission montrant des macles dans un grain γ après 5 % de déformation en compression quasistatique à 450 °C. (a) Vue globale du grain en fond clair, (b) Image en fond noir obtenue avec une des réflexions du réseau maclé. Le cliché de diffraction suivant $\langle 011 \rangle$ est inséré dans l'image.

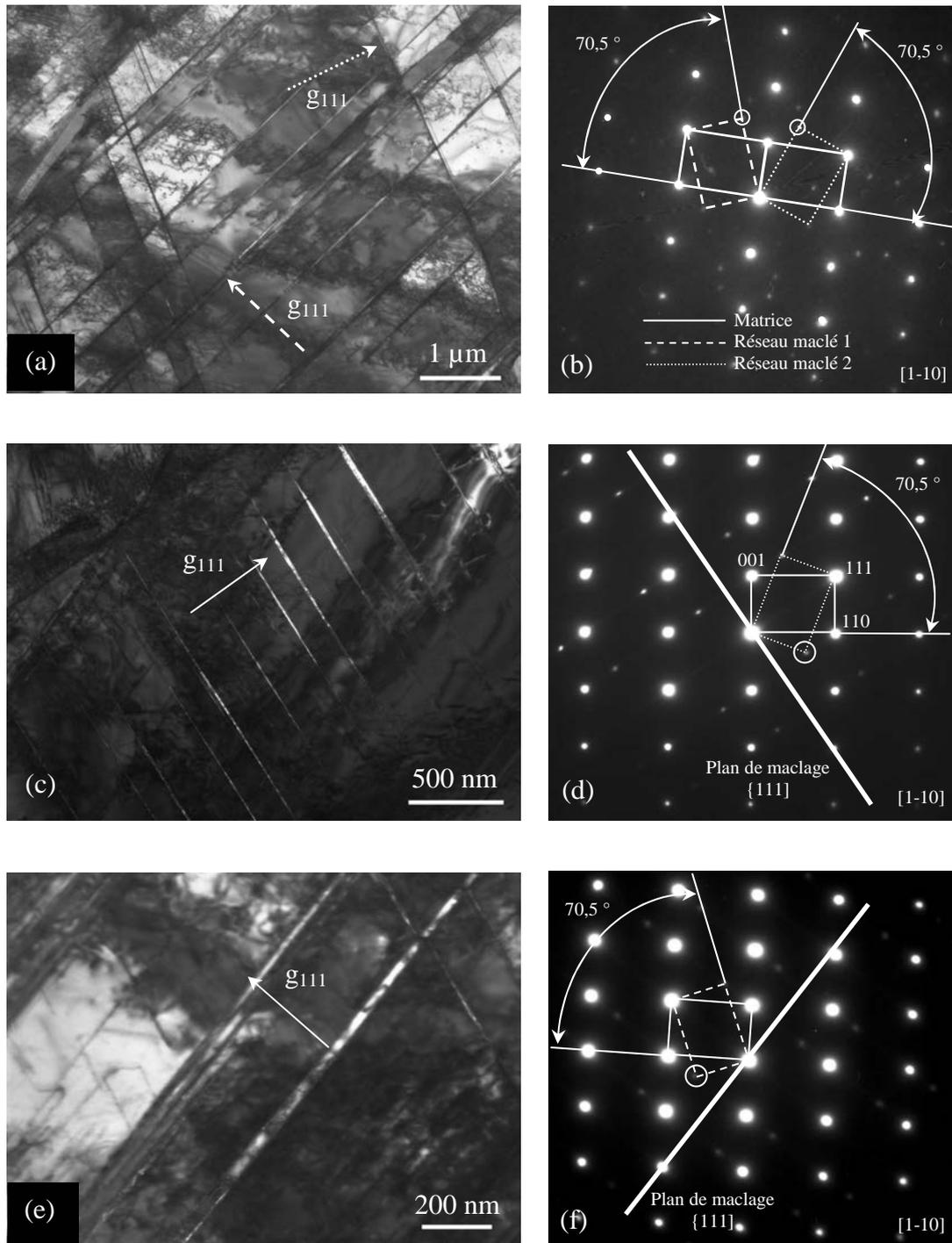


Figure V. 37 : Micrographies électroniques en transmission montrant deux systèmes de maillage après 5 % de déformation en compression dynamique à 400 °C. (a) Image en fond clair des deux systèmes de macles, (b) Cliché de diffraction suivant $[1\bar{1}0]$ correspondant à l'image (a). (c) et (e) Images en fond noir de chacun des deux systèmes de macles, obtenues à l'aide d'une des réflexions du réseau maillé ; (d) et (e) Clichés de maillage suivant $[1\bar{1}0]$ correspondant respectivement à l'image (c) et (e).

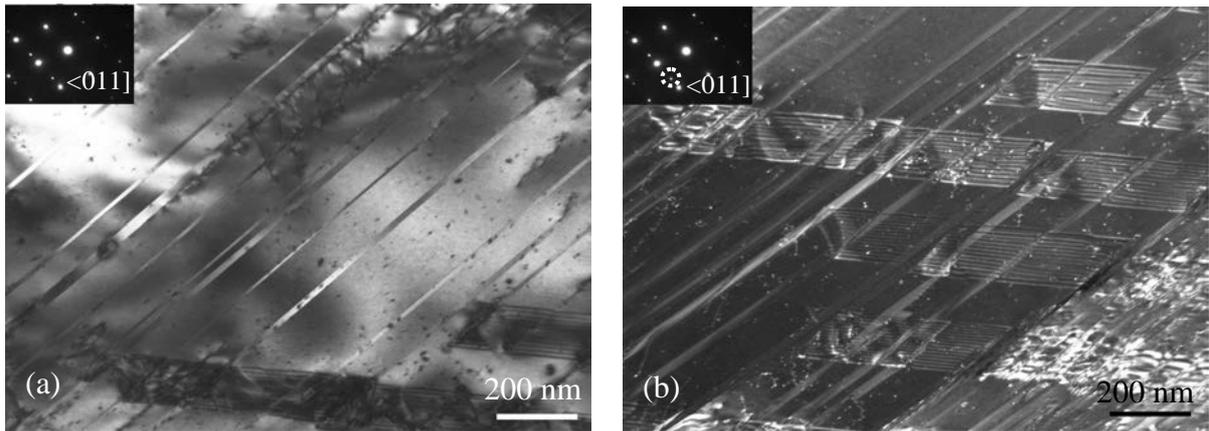


Figure V. 38 : Micrographies électroniques en transmission montrant deux systèmes de maillage à l'intérieur de la phase γ déformée en compression quasistatique à 450 °C. (a) Image en fond clair, (b) Image en fond noir correspondante ; le cliché de diffraction suivant $\langle 011 \rangle$ est inséré dans les images.

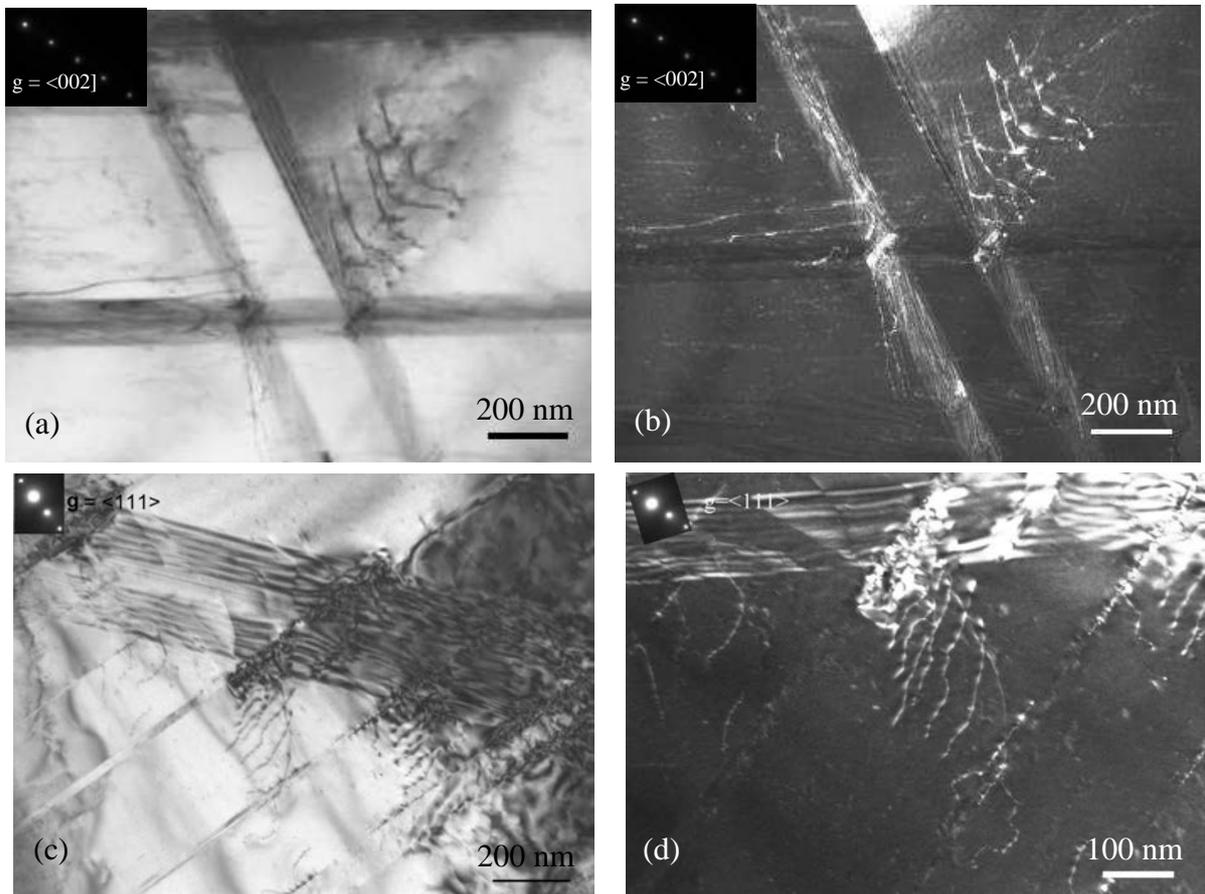


Figure V. 39 : Micrographies électroniques en transmission montrant l'émission de dislocations aux croisements des différents systèmes de maillage (a) et (b) en compression dynamique à 400 °C, (c) et (d) en compression quasistatique à 450 °C. Les images (b) et (d) sont des fonds noirs (faisceau faible) correspondant respectivement aux images (a) et (c).

II. 1. 2. 2. Épaisseur et densité de macles

Contrairement aux dislocations, la déformation par maclage semble plutôt homogène. L'épaisseur et la densité de macles sont déterminées pour les différents états décrits précédemment. La figure V. 40 montre la phase γ maclée. Le cliché de diffraction correspondant, inséré dans l'image, montre que le cristal est observé suivant l'axe de zone de type $\langle 110 \rangle$. Dans ces conditions, les interfaces des domaines maclés sont parallèles aux électrons.

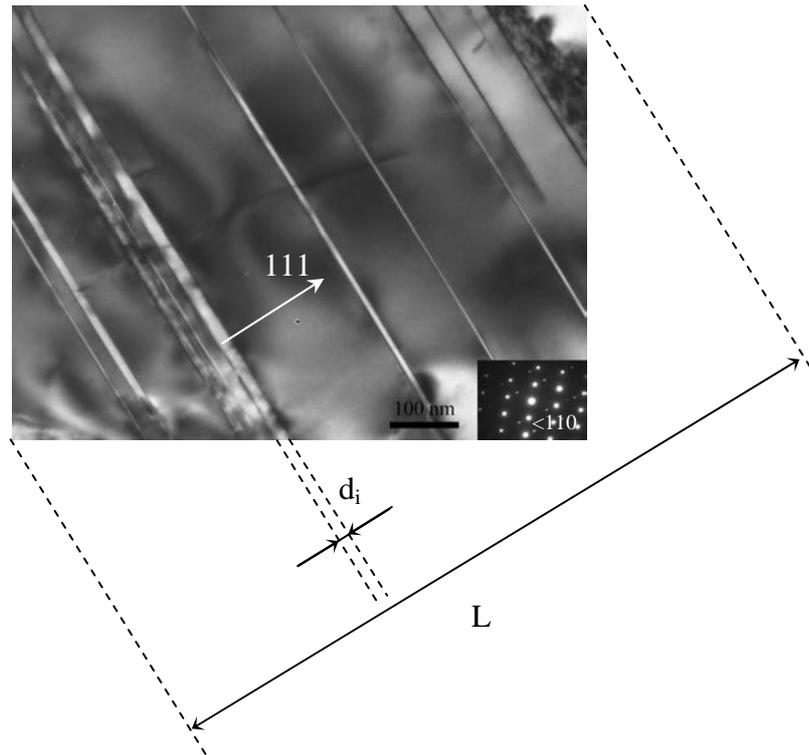


Figure V. 40 : Micrographie électronique en transmission montrant la phase γ maclée, d_i , l'épaisseur des macles et L la longueur totale.

Les épaisseurs d_i des macles i peuvent ainsi être mesurées et sont rapportées à la largeur totale L . La densité de macles ρ_m est déterminée par la relation :

$$\rho_m = \frac{\sum_i d_i}{L} \times 100$$

Les résultats de cette analyse sont regroupés dans le tableau V.7.

	Compression quasistatique 5 % 20 °C	Compression quasistatique 5 % 450 °C	Compression dynamique 5 % 20 °C	Compression dynamique 5 % 400 °C
Épaisseur moyenne des macles [nm]	18	12	20	13
Densité de macles [%]	7	15	13	14

Tableau V. 7 : *Épaisseur et densité de macles en compression quasistatique à 20 °C et 450 °C, et en compression dynamique à 20 °C et 400 °C.*

L'analyse des résultats de ce tableau fait ressortir les points suivants :

- l'accroissement de la vitesse de déformation entraîne une augmentation de la densité de macles pour les déformations de 5 % à 20 °C mais ne semble pas avoir d'effet notable sur l'épaisseur des macles. Ce résultat se traduit par une augmentation du nombre de macles par unité de longueur,
- on enregistre une diminution de l'épaisseur des macles et une augmentation de la densité de macles avec l'accroissement de la température, et ce, quelle que soit la vitesse de déformation. L'augmentation de la densité de macles est attribuée à l'occurrence des deux systèmes de maillage, apparaissant essentiellement à haute température.

II. 2. Mécanismes de déformation de la phase B2

La déformation plastique de la phase B2 dans notre alliage s'accompagne de glissement de dislocations. Aucun système de maclage n'a été détecté. Au cours de la déformation de la phase B2, les dislocations parfaites qui pourraient apparaître possèdent les vecteurs de Burgers $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ [16]. Nous avons choisi de caractériser la déformation de la phase B2 en compression quasistatique à 450 °C, température à laquelle apparaît le pic de l'anomalie mécanique.

La figure V. 41 montre un grain de la phase B2 entouré de grains γ . Différentes dislocations sont en contraste en fonction des conditions d'illuminations. Nous avons choisi de caractériser les dislocations numérotées de 1 à 6 (Fig. V. 41a), la dislocation 7 (Fig. V. 41b), la famille de dislocations D1 (Fig. V. 41a) et la famille D2 (Fig. V. 41b). La caractérisation des dislocations a été réalisée à l'aide des conditions d'extinction et de la projection stéréographique (Fig. V. 42).

Les figures V. 41a-e, prises respectivement dans les conditions $\bar{g} = 0\bar{1}\bar{1}$, $\bar{g} = 001$, $\bar{g} = \bar{1}0\bar{1}$, $\bar{g} = \bar{1}10$, $\bar{g} = 0\bar{1}0$, définies en relation avec la projection stéréographique (Fig. V. 42), ont permis d'établir le tableau V. 8. Ce tableau donne les résultats de visibilité (ou d'invisibilité) de chaque dislocation en fonction des différentes réflexions \bar{g} . Les vecteurs de Burgers de ces dislocations ont été déduits à l'aide du critère d'extinction $\bar{g} \cdot \vec{b} = 0$.

À titre d'exemple, la dislocation 1 est éteinte dans les conditions $\bar{g} = \bar{1}10$ (Fig. V. 41d). Par conséquent, son vecteur de Burgers du type $\vec{b} = [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$, $[\bar{1}\bar{1}0]$, $[\bar{1}\bar{1}1]$ ou $[001]$. Le vecteur de Burgers $[\bar{1}\bar{1}0]$ est exclu car la dislocation est visible dans les conditions $\bar{g} = 001$ (Fig. V. 41b). Il en est de même pour $\vec{b} = [\bar{1}\bar{1}1]$ et $\vec{b} = [001]$ car la dislocation est visible dans les conditions $\bar{g} = 0\bar{1}\bar{1}$ (Fig. V. 41a) et $\bar{g} = 0\bar{1}0$ (Fig. V. 41e). Dans ces conditions, le seul vecteur de Burgers possible est $\vec{b} = [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$.

Cette démarche est appliquée pour les autres dislocations et pour les deux populations D1 et D2. Les résultats sont regroupés dans le tableau V. 8.

Nous avons mis en évidence que la déformation de la phase B2 se produit par l'activation de toutes les dislocations possibles dans la phase B2.

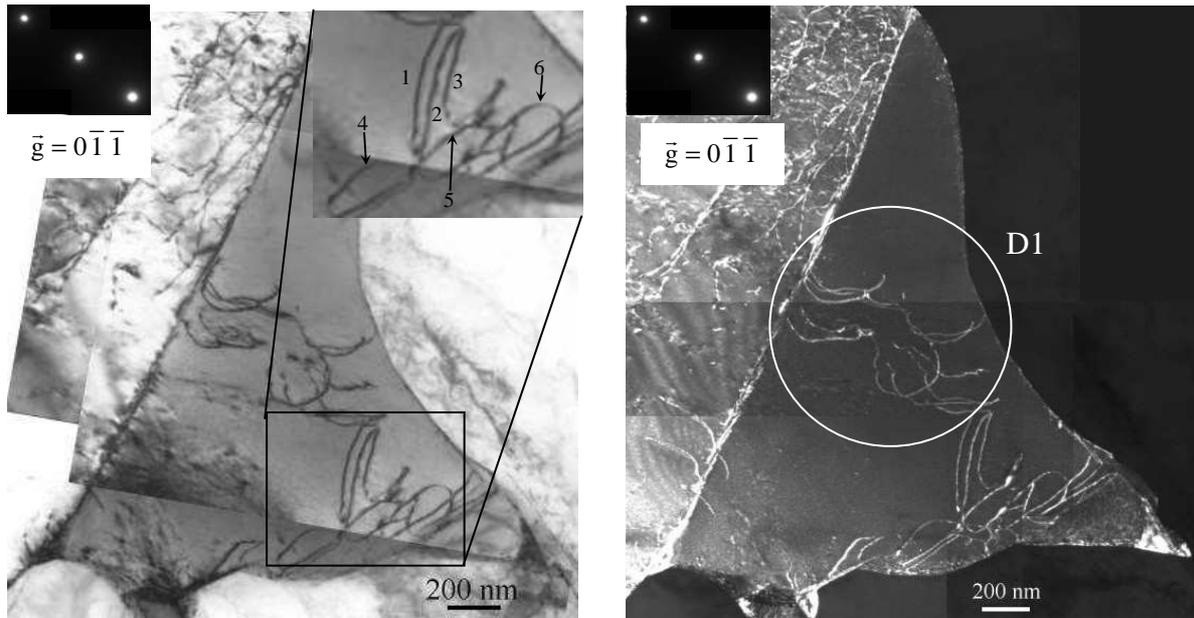


Figure V. 41a : Micrographies électroniques en transmission du grain de phase B2 déformé à 5 % en compression quasistatique à 450 °C, prises dans les conditions de deux ondes $\bar{g} = 0\bar{1}\bar{1}$. Les dislocations numérotées 1 à 6 et la famille D1 sont visibles, la dislocation 7 et la famille D2 sont invisibles.

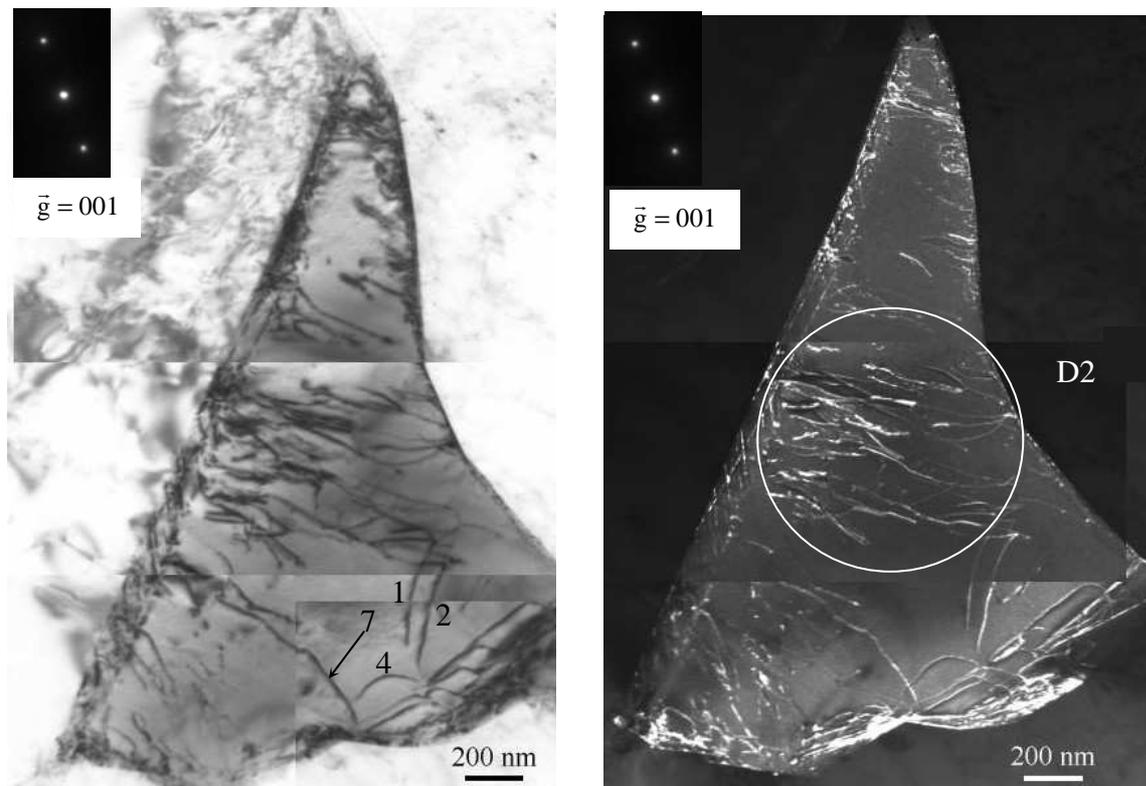


Figure V. 41b : Micrographies électroniques en transmission du grain de phase B2 déformé à 5 % en compression quasistatique à 450 °C, prises dans les conditions de deux ondes $\bar{g} = 001$. Les dislocations numérotées 1, 2, 4 et 7 et la famille D2 sont visibles, les dislocations 3, 5, 6 et la famille D1 sont invisibles.

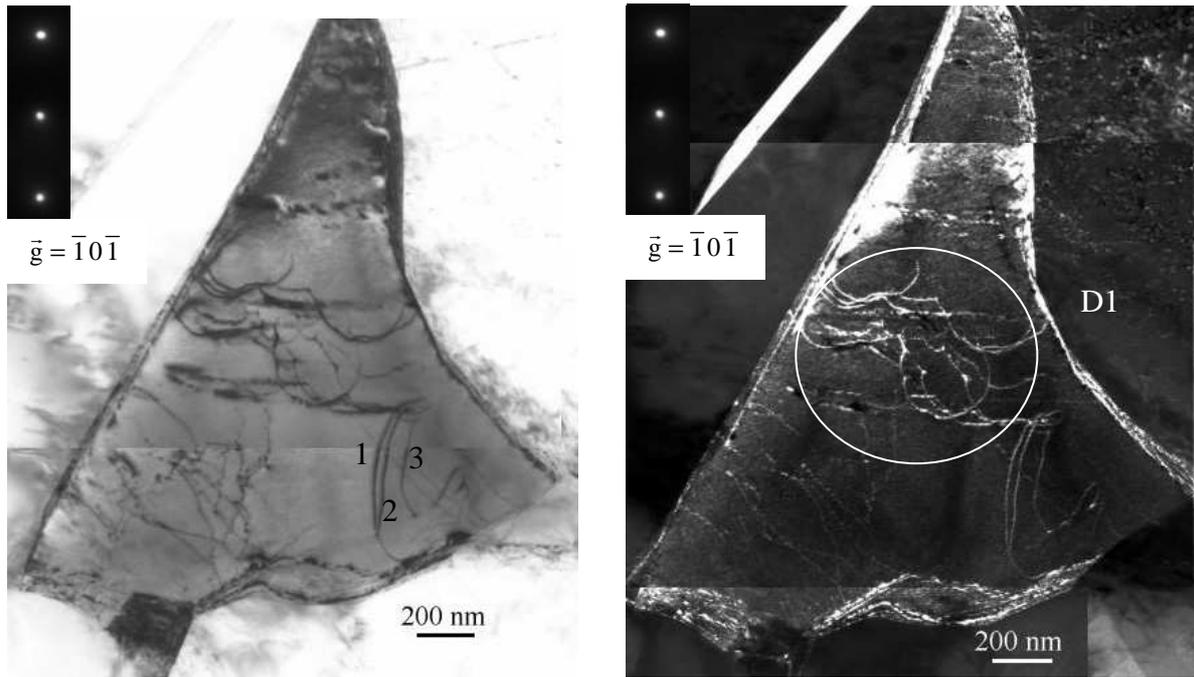


Figure V. 41c : Micrographies électroniques en transmission du grain de phase B2 déformé à 5 % en compression quasistatique à 450 °C, prises dans les conditions de deux ondes $\bar{g} = \bar{1}0\bar{1}$. Les dislocations numérotées 1 à 3 et la famille D1 sont visibles, les dislocations 4 à 7 et la famille D2 sont invisibles.

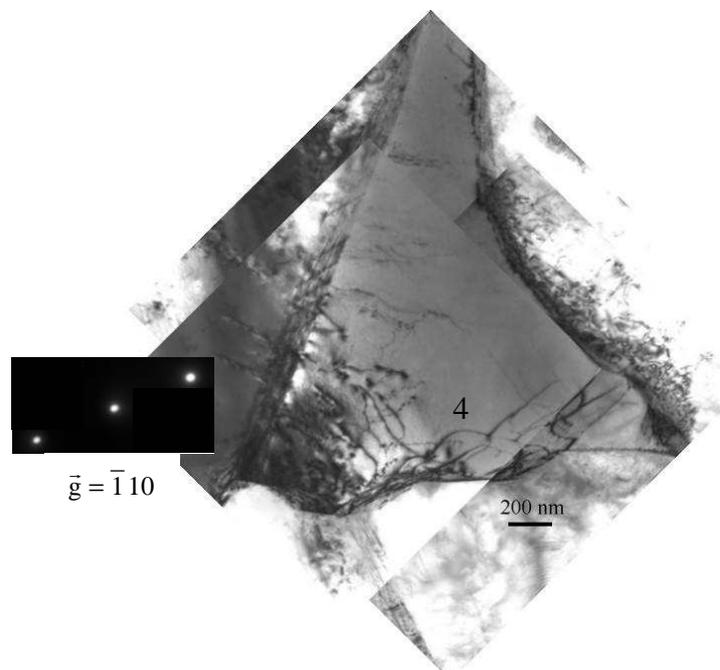


Figure V. 41d : Micrographie électronique en transmission du grain de phase B2 déformé à 5 % en compression quasistatique à 450 °C, prise dans les conditions de deux ondes $\bar{g} = \bar{1}10$. La dislocation numérotée 4 est visible, les dislocations 1 à 3 et les familles D1, D2 sont invisibles.

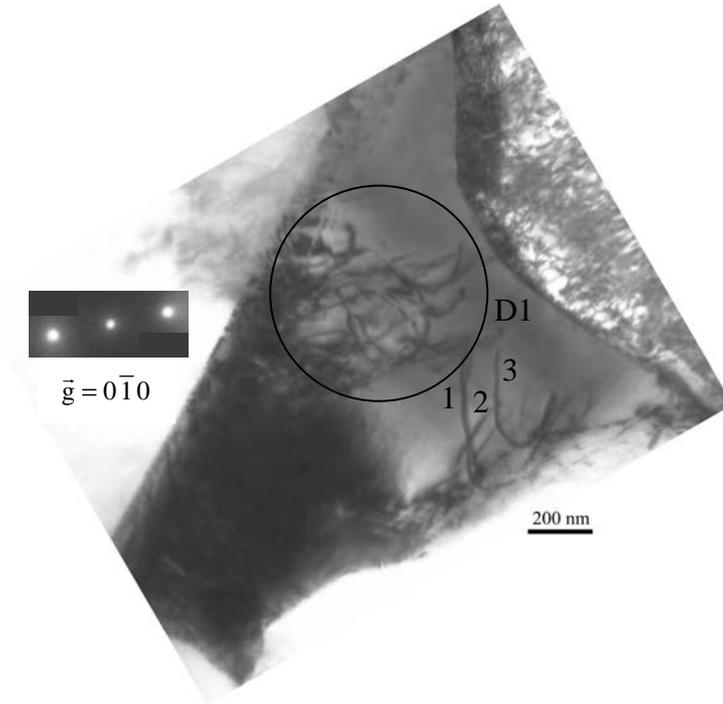


Figure V. 41e : Micrographie électronique en transmission du grain de phase B2 déformé à 5 % en compression quasistatique à 450 °C, prise dans les conditions de deux ondes $\bar{g} = 0\bar{1}0$. Les dislocations numérotées 1 à 3 et la famille D1 sont visibles.

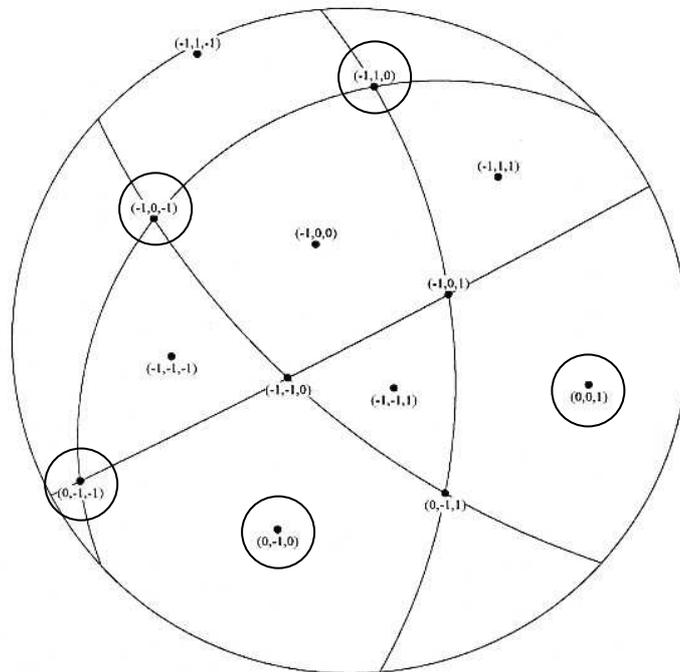


Figure V. 42 : Projection stéréographique des orientations cristallines du grain B2 . Le plan de la lame est celui de la projection. Les orientations entourées ($0\bar{1}\bar{1}$, 001 , $\bar{1}0\bar{1}$, $\bar{1}10$, $0\bar{1}0$) sont utilisées pour déterminer les vecteurs de Burgers des dislocations du grain B2 .

		\vec{g}					\vec{b}
		$0\bar{1}\bar{1}$	001	$\bar{1}0\bar{1}$	$\bar{1}10$	$0\bar{1}0$	
Dislocations	1	Visible	Visible	Visible	Invisible	Visible	$[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$
	2	Visible	Visible	Visible	Invisible	Visible	$[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$
	3	Visible	Invisible	Visible	Invisible	Visible	$[\bar{1}\bar{1}0]$
	4	Visible	Visible	Invisible	Visible	-	$[\bar{1}11]$ ou $[\bar{1}01]$
	5	Visible	Invisible	Invisible	-	-	$[0\bar{1}0]$
	6	Visible	Invisible	Invisible	-	-	$[0\bar{1}0]$
	7	Invisible	Visible	Invisible	-	-	$[\bar{1}\bar{1}1]$
	D1	Visible	Invisible	Visible	Invisible	Visible	$[\bar{1}\bar{1}0]$
	D2	Invisible	Visible	Invisible	Invisible	-	$[\bar{1}\bar{1}1]$

Tableau V. 8 : Résultats de visibilité ou d’invisibilité de chaque dislocation en fonction du vecteur de diffraction et vecteurs de Burgers obtenus pour chaque dislocation.

III. Analyse des résultats et conclusion

Le comportement mécanique et les structures de déformation de l'alliage Ti-46,5Al-4(Cr, Nb, Ta, B) ont été étudiés respectivement par compression et par microscopie électronique.

L'alliage Ti-46,5Al-4(Cr, Nb, Ta, B) présente une structure composée majoritairement d'îlots lamellaires ($\alpha_2 + \gamma$), de grains γ et de grains B2 localisés en bordure de lamelles ($\alpha_2 + \gamma$) et aux joints triples de la phase γ .

Le choix de cet alliage, par rapport aux alliages Ti-46,5Al-4(Cr, Nb, Ta, B) à microstructures duplexes et entièrement lamellaires, a été dicté par le bon compromis résistance-ductilité et par conséquent par une meilleure ténacité.

Le comportement de cet alliage a été étudié en compression quasistatique ($\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) et dynamique ($\dot{\epsilon} = 2 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$) dans un domaine de température allant de $-196 \text{ }^\circ\text{C}$ à $600 \text{ }^\circ\text{C}$. La figure V. 43 montre l'évolution de la contrainte de déformation en fonction de la température en compression quasistatique et dynamique. Il apparaît clairement que l'alliage est sensible aussi bien à la température qu'à la vitesse de déformation. Globalement, l'augmentation de la vitesse de déformation entraîne un accroissement de la contrainte. Quelle que soit la vitesse de déformation utilisée, la contrainte d'écoulement diminue avec la température. Cependant, entre 200 et $450 \text{ }^\circ\text{C}$ à faible vitesse de déformation et entre 350 et $400 \text{ }^\circ\text{C}$ pour les fortes vitesses, apparaît une anomalie mécanique. Cette anomalie mécanique se traduit par une augmentation de la contrainte et atteint un maximum avant de retrouver un comportement normal de décroissance. L'intervalle de température ainsi que le pic de contrainte atteint dépendent de la vitesse de déformation. L'amplitude du pic de contrainte et l'intervalle de température d'apparition de l'anomalie sont plus importants en compression quasistatique qu'en dynamique. Le pic d'anomalie en quasistatique apparaît à $450 \text{ }^\circ\text{C}$. Pour la déformation dynamique, le pic est décalé vers les basses températures et apparaît à $400 \text{ }^\circ\text{C}$. Par ailleurs, l'anomalie mécanique s'accompagne d'une part d'une faible sensibilité à la vitesse de déformation et d'autre part, d'un plus grand taux de consolidation. Cette consolidation augmente avec la température et est d'autant plus importante que la vitesse de déformation est basse. La courbe en pointillés montre l'évolution du matériau en l'absence de l'anomalie mécanique. Après l'anomalie mécanique, le matériau tend vers un comportement athermique.

En relation avec l'évolution du comportement mécanique avec la vitesse de déformation et la température, nous avons étudié la microstructure à 5 % de déformation plastique dans les quatre états suivants :

- état 1 : déformation par compression quasistatique à 20 °C,
- état 2 : déformation par compression quasistatique à 450 °C,
- état 3 : déformation par compression dynamique à 20 °C,
- état 4 : déformation par compression dynamique à 400 °C.

Les observations en microscopie électronique en transmission ont permis de faire le parallèle entre les quatre états de déformation plastique à 5 % en relation avec les états de contrainte d'écoulement obtenus. De ces observations, il ressort que la déformation plastique ne se produit pas de la même manière dans les trois phases constitutives de l'alliage. La déformation plastique est essentiellement localisée dans la phase γ et, à un degré moindre, dans la phase B2. La phase α_2 , qui à l'état brut de livraison est fortement fautée, ne semble pas présenter de signes de déformation notable à l'échelle des observations que nous avons effectuées.

Il ressort des différentes investigations des quatre états étudiés, que la structure de déformation de cet alliage est caractérisée par l'apparition de dislocations et de macles. Dans la phase B2, seules les dislocations ont été mises en évidence et étudiées. Cette phase B2 participe à la déformation par le glissement des dislocations. Trois types de dislocations ont été identifiées ; elles sont caractérisées par des vecteurs de Burgers de type $\langle 001$, $\langle 110 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$.

Quant à la phase γ majoritaire, elle est le siège d'une grande déformation plastique caractérisée par l'apparition concomitante du glissement planaire de dislocations et du maillage.

Pour le premier mode de déformation, trois types de dislocations ont été identifiées. Il s'agit des dislocations ordinaires de vecteur de Burgers du type $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ et des superdislocations de type $\langle 101 \rangle$ et $\frac{1}{2}\langle 112 \rangle$. Les plans de glissement de ces dislocations ont été identifiés comme étant les plans denses $\{111\}$ de la phase γ . Quelles que soient la vitesse de déformation et la température, la densité des dislocations ordinaires est largement supérieure à celle des superdislocations.

Le maillage, deuxième mode de déformation, apparaît dès les premiers stades de la déformation, quelles que soient la température et la vitesse de déformation plastique. Le maillage de la phase γ -TiAl correspond aux systèmes $\frac{1}{6}\langle 112 \rangle \{111\}$. L'apparition de plusieurs systèmes est beaucoup plus fréquente à haute température qu'à l'ambiante, indépendamment de la vitesse de déformation. L'activation de ces systèmes de maillage est étroitement liée à la température.

À l'issue de ces observations, nous avons mis en évidence le rôle que jouent la densité de dislocations, ρ_d , la densité de macles, ρ_m , et l'épaisseur des macles, d_m et nous avons établi une corrélation avec la contrainte d'écoulement. Les caractéristiques "quantitatives" du glissement et du maclage sont reportées sur les courbes de la figure V. 43.

À température ambiante, la densité de dislocations ρ_d et la densité de macles ρ_m sont plus importantes en compression dynamique qu'en compression quasistatique, alors que l'épaisseur des macles ne semble pas évoluer en fonction de la vitesse de déformation. L'augmentation de la vitesse de déformation accroît donc le nombre de macles et la densité de dislocations qui seraient responsables du niveau de contrainte plus important en dynamique qu'en quasistatique.

À faible vitesse de déformation, la densité de dislocations est du même ordre de grandeur à 20 °C et à 450 °C alors que la densité de macles augmente et l'épaisseur des macles est moins importante avec l'accroissement de la température. Le niveau de contrainte atteint au pic d'anomalie est du même ordre de contrainte que celui obtenu à 450 °C et par conséquent est attribué à l'augmentation du nombre de macles. La multiplication du nombre de macles est induite par l'activation de plusieurs systèmes de maclage à 450 °C.

La remontée de la contrainte, à partir d'une température seuil, aussi bien en quasistatique qu'en dynamique, est associée à la multiplication de macles induites par le déclenchement de plusieurs systèmes de maclage. Cette consolidation serait attribuée au blocage des dislocations par les macles. L'adoucissement qui suit le pic de l'anomalie serait dû à un phénomène de glissement dévié ou de montée de dislocations, favorisée par l'accroissement de la température.

Dans l'alliage à base de TiAl étudié, les mécanismes de déformation sont donc thermiquement activés. Dans la phase γ , les principaux modes de déformation sont le glissement des dislocations ordinaires dans les plans $\{111\}$ et le maclage $1/6\langle 112 \rangle \{111\}$.

Le maclage joue un rôle très important dans la déformation plastique de cet alliage. En effet, l'activation des dislocations ordinaires et des superdislocations demandant des contraintes de cisaillement assez différentes, les différents systèmes de glissement des dislocations ne peuvent pas souvent être activés simultanément [17]. Il y a donc, dans cette phase ordonnée, plus de restrictions sur les modes de déformation possibles que dans les métaux désordonnés. Ainsi, l'activation du maclage mécanique peut compenser ce manque de systèmes de glissement indépendants et donc joue un grand rôle dans la plasticité des alliages à base de TiAl.

La grande densité et le grand nombre d'intersections des différents systèmes de maclage à haute température (à 450 °C en compression quasistatique et à 400 °C en compression dynamique), sont des obstacles supplémentaires au glissement des dislocations mobiles et participent à l'apparition de l'anomalie mécanique. Le maclage possède une très grande activité favorisée par la température.

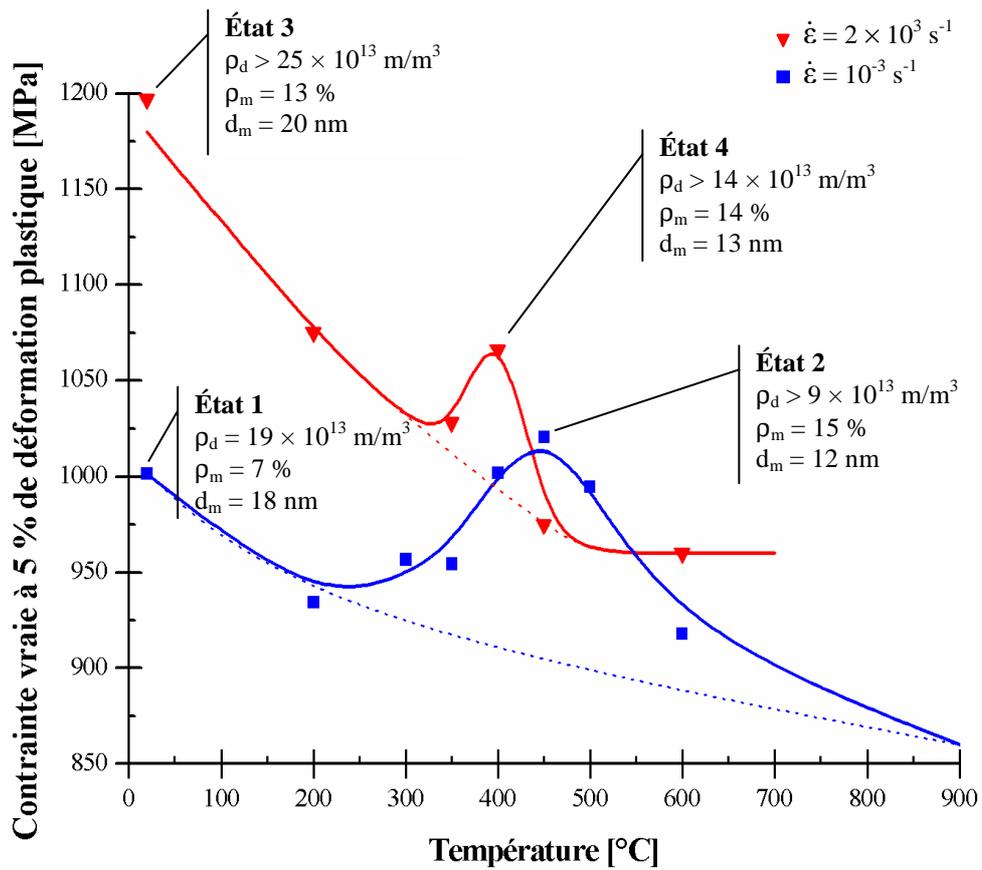


Figure V. 43 : Évolution de la contrainte avec la température en compression quasistatique ($\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) et en compression dynamique ($\dot{\epsilon} = 2 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$), densités de dislocations, épaisseurs de macles et densités de macles correspondants.

Références bibliographiques

- [1] P. S. Follansbee, C. Frantz, *Wave-propagation in the split Hopkinson pressure bar*, Journal of Engineering Materials and Technology **105** (1983) 61
- [2] G. I. Taylor, H. Quinney, *The latent energie remaining in a metal after cold working*, Proceedings of the royal society of London **A143** (1934) 307
- [3] S. Fréchar, *Comportement dynamique et évolution microstructurale d'aciers inoxydables austénitiques alliés à l'azote*, Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy, (2003)
- [4] F. Louchet, *Modeling strength anomalies in crystalline materials*, Research Signport, Ed. S. G. Pandalai, India, (1999)
- [5] R. K. Ham, *The determination of dislocation densities in thin foils*, Philosophical Magazine **6** (1961) 1183
- [6] P. Hirsch, P. Howie, R. B. Nicholson, D. W. Pashley, M. J. Whelan, *Electron Microscopy of Thin Crystals*, (1977), Krieger, NY, (a) 422 (b) 423
- [7] S. C. Huang, E. L. Hall, *Plastic deformation and fracture of binary TiAl-base alloys*, Metallurgical Transactions A **22A** (1991) 427
- [8] S. A. Court, V. K. Vasudevan, H. L. Fraser, *Deformation mechanisms in the intermetallic compound TiAl*, Philosophical Magazine A **61** (1990) 141
- [9] S. C. Huang, E. L. Hall, *On the temperature dependence of yield stress in TiAl base alloys*, Scripta Metallurgica et Materialia **25** (1991) 1805
- [10] K. Chaudhuri, S. Das, *Deformation microstructures of Ti-52 at. % Al-3 at. % V alloy*, Philosophical Magazine A **67** (1993) 143
- [11] S. Sriram, V. K. Vasudevan, D. M. Dimiduk, *Dislocation structures and deformation behaviour of Ti-50/52Al alloys between 77 and 1173 K*, Materials Science and Engineering A **192/193** (1995) 217

- [12] G. B. Viswanathan, M. J. Mills, V. K. Vasudevan, *Microstructural effects on the tensile properties and deformation behavior of a Ti-48Al gamma titanium aluminide*, Metallurgical and Materials Transactions A **34A** (2003) 2113
- [13] D. Shechtman, M. J. Blackburn, H. A. Lipsitt, *The plastic deformation of TiAl*, Metallurgical Transactions **5** (1974) 1373
- [14] J. W. Christian, D. E. Laughlin, *The deformation twinning of superlattice structures derived from disordered b.c.c. or f.c.c. solid solutions*, Acta Metallurgica **37** (1988) 1617
- [15] M. H. Yoo, C. L. Fu, J. K. Lee, *Deformation Twinning in Ordered Intermetallic Compound*, High-Temperature Ordered Intermetallic Alloys III, Material Research Society Symposium Proceedings, Ed. C. T. Liu, A. I. Taub, N. S. Stoloff, C. C. Koch, Boston, (1989), 189
- [16] I. Baker, *A review of the mechanical properties of B2 compounds*, Materials Science and Engineering A **192/193** (1995) 1
- [17] F. Appel, R. Wagner, *Microstructure and deformation of two-phase γ -titanium aluminides*, Materials Science and Engineering R **22** (1998) 187

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

Ce travail nous a conduit à étudier l'évolution microstructurale d'un alliage intermétallique à base de TiAl au cours de sollicitations mécaniques par compression dynamique ainsi que sa tenue au cours de traitements thermiques isothermes. L'alliage à base de TiAl étudié se distingue par de bons niveaux de propriétés mécaniques à haute température ainsi que par une faible masse volumique.

Au cours d'essais préliminaires de compression quasistatique et dynamique effectués à l'Institut franco-allemand de recherches de Saint-Louis (ISL), nous avons montré que l'alliage Ti-46,5Al-4(Cr, Nb, Ta, B), à microstructure presque entièrement lamellaire est celui qui présente le meilleur compromis résistance/ductilité par rapport aux deux autres microstructures (duplexe et entièrement lamellaire).

L'alliage choisi pour l'étude, caractérisé par la composition chimique suivante : Ti-46,5Al-4(Cr, Nb, Ta, B) (at. %), présente une microstructure composée majoritairement d'îlots lamellaires ($\alpha_2 + \gamma$) et de petits grains monolithiques γ . La structure lamellaire est caractérisée par des séquences $\gamma//\alpha_2//\gamma//\alpha_2\dots$ et/ou $\gamma//\alpha_2//\gamma//\gamma\dots$.

Après les chapitres d'étude bibliographique et de techniques expérimentales, nous avons abordé au chapitre III la caractérisation cristallographique des deux phases (γ et B2) constitutives de l'alliage : identification cristallographique des phases B2 et γ , relations d'orientation entre les phases, réseaux de coïncidence (CSL, DSC), interfaces (macles, pseudomacles, ...).

Dans les chapitres IV et V nous nous sommes focalisés sur la réponse de l'alliage à deux types de sollicitations : thermique et thermo-mécanique. Ces sollicitations ont permis d'étudier la stabilité thermique de l'alliage (chapitre IV), lors de traitements thermiques longs à 700 °C et 900 °C, et son comportement mécanique (chapitre V), lors d'essais de compression quasistatique et dynamique à des températures comprises entre - 196 °C et 600 °C.

L'étude cristallographique des phases B2 et γ présentes dans l'alliage a été faite par diffraction des électrons en mode faisceau focalisé (CBED-Tanaka et microdiffraction) (chapitre III). L'analyse des symétries des clichés de diffraction a permis de d'établir que la phase B2, peu étudiée du point de vue cristallographique, cristallise dans le système cubique simple et appartient au groupe spatial $Pm\bar{3}m$ qui dans sa notation complète s'écrit : $P\frac{4}{m}\bar{3}\frac{2}{m}$.

Les résultats de cette identification cristallographique concernant la phase γ montrent que celle-ci cristallise dans le système quadratique et que son groupe spatial est $P\frac{4}{m}\frac{2}{m}\frac{2}{m}$. Ce résultat est corroboré par l'analyse des clichés multifaisceaux obtenus en faisceau convergent par la méthode de Tanaka.

Les relations d'orientation entre les phases ont été établies. Les lamelles γ/γ sont soit en position de maillage (γ_O/γ_M) soit en position de pseudo-maillage (γ_O/γ_{PM}).

Les relations d'orientation entre les phases α_2 et γ s'écrivent pour les plans :

$$\begin{aligned} (0002)_{\alpha_2} &\equiv (002)_{\alpha_2} // (111)_{\gamma_O} // (111)_{\gamma_M} // (111)_{\gamma_{PM}} \\ (\bar{3}\bar{3}00)_{\alpha_2} &\equiv (\bar{3}\bar{3}0)_{\alpha_2} // (\bar{1}1\bar{2})_{\gamma_O} // (\bar{1}\bar{1}2)_{\gamma_M} // (2\bar{1}\bar{1})_{\gamma_{PM}} \\ (\bar{1}1\bar{2}0)_{\alpha_2} &\equiv (110)_{\alpha_2} // (\bar{1}10)_{\gamma_O} // (\bar{1}\bar{1}0)_{\gamma_M} // (0\bar{1}\bar{1})_{\gamma_{PM}} \end{aligned}$$

Les matrices de passage qui expriment le parallélisme, aussi bien entre plans qu'entre directions de la phase α_2 et les individus non maillé, maillé et pseudomaillé de la phase γ ont été établies.

À partir de ces relations d'orientation, une analogie peut être faite entre α_2 et γ et montre qu'il existe six variantes d'orientation entre la phase α_2 et la phase γ adoptant le parallélisme entre plans : $(0001)_{\alpha_2} // (111)_{\gamma}$.

Les relations d'orientation entre les phases α_2 , γ et B2 ont été établies et s'écrivent pour les plans :

$$\begin{aligned} (0002)_{\alpha_2} &\equiv (002)_{\alpha_2} // (111)_{\gamma_O} // (111)_{\gamma_M} // (111)_{\gamma_{PM}} // (110)_{B2} \\ (\bar{3}\bar{3}00)_{\alpha_2} &\equiv (\bar{3}\bar{3}0)_{\alpha_2} // (\bar{1}1\bar{2})_{\gamma_O} // (\bar{1}\bar{1}2)_{\gamma_M} // (2\bar{1}\bar{1})_{\gamma_{PM}} // (\bar{1}\bar{1}2)_{B2} \\ (\bar{1}1\bar{2}0)_{\alpha_2} &\equiv (110)_{\alpha_2} // (\bar{1}10)_{\gamma_O} // (\bar{1}\bar{1}0)_{\gamma_M} // (0\bar{1}\bar{1})_{\gamma_{PM}} // (\bar{1}\bar{1}1)_{B2} \end{aligned}$$

La détermination des réseaux de coïncidence (CSL) et (DSC) ont permis de déterminer les vecteurs de Burgers des dislocations possibles des interfaces entre les différentes lamelles.

Il se dégage de ces constatations que les interfaces les plus stables sont celles mettant en jeu des cristaux pseudomaillés γ -TiAl avec des cristaux de la phase α_2 -Ti₃Al.

L'alliage a ensuite été soumis à deux types de sollicitations : thermique et mécanique. Ces sollicitations ont permis d'étudier la stabilité thermique de l'alliage et son comportement mécanique.

- Des maintiens isothermes ont été effectués dans un domaine de température compris entre 700 °C et 900 °C pendant des durées allant de 3 à 18 jours et suivis par des refroidissements rapides à l'eau.
- Des essais mécaniques ont été réalisés par compression quasistatique et dynamique avec une large gamme de vitesses de déformation comprise entre 10^{-3} s^{-1} et $2 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$ et dans un domaine de température compris entre -196 °C et 600 °C.

Au cours de ces deux types de sollicitation mécaniques et thermiques, nous avons enregistré des changements structuraux et d'états. En fonction des paramètres des sollicitations, nous avons entrepris de comprendre les mécanismes de transformation et/ou de déformation mis en jeu afin de qualifier les structures optimales et d'établir des lois de comportement fiables.

Au cours des maintiens isothermes (chapitre IV), la phase α_2 est le siège de transformations d'états. Nous avons mis en évidence deux types de transformation de phases :

- La décomposition orthogonale de α_2 conduisant à la formation de la phase B2 secondaire, à l'intérieur de la phase α_2 . Cette phase B2, issue de la décomposition de α_2 , se distingue de la phase B2 primaire qui se trouve à l'état brut de livraison et qui elle, est localisée principalement en bout des lamelles primaires α_2 et γ .
- La décomposition longitudinale de α_2 conduisant à la formation de lamelles secondaires γ .

La phase B2 secondaire se forme par segmentation des lamelles de la phase primaire α_2 . Elle prend naissance sur les parois antiphases dans la phase α_2 primaire.

La phase γ , sous forme de lamelles secondaires, prend naissance aux interfaces entre α_2 primaire et la phase B2 secondaire. Elle se développe dans la phase α_2 primaire, parallèlement aux interfaces entre les lamelles primaires α_2 et γ .

Lors des traitements isothermes, nous avons également observé la croissance des grains monolithiques primaires γ et le formation de nouveaux petits grains γ , augmentant ainsi la proportion de la phase γ dans l'alliage.

Ces différentes transformations de phases, mettant en jeu principalement la diffusion du chrome, permettent un retour à l'équilibre de l'alliage vers une microstructure contenant principalement la phase γ .

Les sollicitations mécaniques (chapitre V) induisent des changements structuraux qui se produisent principalement dans la phase γ et la phase B2. Ces changements structuraux se traduisent par l'apparition quasi-concomitante d'une très forte densité de dislocations et de macles. Dans la phase γ , les principaux modes de déformation sont le glissement des dislocations ordinaires dans les plans $\{111\}$ et le maclage $1/6\langle 112 \rangle \{111\}$. Dans la phase B2, trois types de dislocations ont été identifiées ; elles sont caractérisées par des vecteurs de Burgers de type $\langle 001, \langle 110 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$.

Par ailleurs, il apparaît clairement que l'alliage est sensible aussi bien à la température qu'à la vitesse de déformation :

- Globalement, l'augmentation de la vitesse de déformation entraîne un accroissement de la contrainte, les mécanismes de déformation sont donc thermiquement activés.
- Quelle que soit la vitesse de déformation utilisée, la contrainte d'écoulement diminue avec la température. Cependant, entre 200 et 450 °C à faible vitesse de déformation et entre 350 et 400 °C pour les fortes vitesses de déformation, apparaît une anomalie mécanique. Cette anomalie mécanique se traduit par une augmentation de la contrainte et atteint un maximum avant de retrouver un comportement normal de décroissance.

En relation avec l'évolution du comportement mécanique avec la vitesse de déformation et la température, nous avons étudié la microstructure à 5 % de déformation plastique dans les quatre états suivants :

- état 1 : déformation par compression quasistatique à 20 °C,
- état 2 : déformation par compression quasistatique à 450 °C,
- état 3 : déformation par compression dynamique à 20 °C,
- état 4 : déformation par compression dynamique à 400 °C.

Des relations entre les différents états structuraux et les caractéristiques mécaniques ont été établies :

- L'augmentation de la vitesse de déformation accroît donc le nombre de macles et la densité de dislocations qui seraient responsables du niveau de contrainte plus important en dynamique qu'en quasistatique.
- La remontée de la contrainte, à partir d'une température seuil, aussi bien en quasistatique qu'en dynamique, est associée à la multiplication de macles induites par le déclenchement de plusieurs systèmes de maclage. Cette consolidation serait attribuée au blocage des dislocations par les macles. L'adoucissement qui suit le pic de l'anomalie serait dû à un phénomène de glissement dévié ou de montée de dislocations, favorisée par l'accroissement de la température.

Ce travail de thèse constitue ainsi une base de nouvelles études afin d'approfondir et de mieux comprendre les phénomènes observés.

Du point de vue cristallographique, il serait intéressant :

- d'étudier en détail les parois antiphase observées dans les phases ordonnées α_2 et B2,
- de faire une étude statistique portant sur la nature et la fréquence des interfaces dans un îlot lamellaire (α_2 -Ti₃Al + γ -TiAl). Cette étude permettrait d'étayer l'hypothèse

selon laquelle les interfaces les plus stables sont celles mettant en jeu des cristaux pseudomacclés γ -TiAl avec des cristaux de la phase α_2 -Ti₃Al.

Une caractérisation quantitative par microscopie électronique à haute résolution des interfaces permettrait d'identifier les dislocations d'interface, responsables, en partie, de leur stabilité.

En ce qui concerne les traitements thermiques, il serait intéressant d'entamer une étude des prémices des transformations de la phase α_2 , c'est-à-dire de faire des traitements thermiques pendant des temps de maintien plus courts (1 à 2 jours, voire quelques heures).

Afin d'étudier l'influence de ces traitements sur les propriétés mécaniques, des essais mécaniques en compression quasistatique et dynamique ont déjà été effectués sur les alliages traités à 900 °C pendant 18 jours. Les résultats obtenus ne montrent aucune influence des maintiens isothermes sur les propriétés mécaniques malgré les modifications microstructurales observées. Le prolongement de la durée des maintiens isothermes permettrait d'étudier l'évolution des propriétés mécaniques avec le temps de traitement et de provoquer et d'accélérer la formation de précipités dont nous avons déjà relevé la présence.

Concernant les propriétés mécaniques, il serait maintenant important de mieux maîtriser l'apparition de l'anomalie mécanique. Pour cela, il serait possible d'effectuer différents traitements thermiques sur le matériau brut et ainsi de voir l'évolution du pic de contrainte (amplitude, température) en fonction de ces pré-traitements.

Les mécanismes de déformation méritent également d'être approfondis, notamment en étudiant :

- les états de déformation (dislocations, maclage) à des taux de déformation inférieurs à 0,05,
- les fautes d'empilement (dissociation des dislocations) observées dans la phase γ ,
- le transfert de la déformation à travers les interfaces $\gamma//\gamma$, $\gamma//\alpha_2$, $\gamma//B2$ et $\alpha_2//B2$ car les phases ordonnées α_2 -Ti₃Al, γ -TiAl et B2-TiAl possèdent un nombre de systèmes de glissement réduit,
- les effets, bénéfiques ou néfastes, de la phase B2 sur les propriétés mécaniques de l'alliage à base TiAl.

ANNEXES

ANNEXE 1

MESURE D'ÉPAISSEURS DES ÉCHANTILLONS PAR SPECTROSCOPIE PAR PERTES D'ÉNERGIE (EELS) ET PAR DIFFRACTION DES ÉLECTRONS EN FAISCEAU CONVERGENT (CBED)

Parmi les techniques possibles de mesure d'épaisseur des échantillons, nous avons choisi la spectroscopie par pertes d'énergie (EELS). Afin de confirmer les résultats obtenus, nous avons comparé cette méthode à celle de la diffraction en faisceau convergent dont la précision est estimée à $\pm 2\%$ [1].

I. Mesure des épaisseurs des échantillons par spectroscopie par pertes d'énergie (EELS)

Dans le microscope électronique à transmission, le faisceau des électrons qui traverse l'objet pour former une image subit des interactions avec l'échantillon. Il en résulte pour l'électron incident une variation de quantité de mouvement, c'est-à-dire une déviation de sa trajectoire et une variation de son énergie. La détection des électrons diffusés se fait par un spectromètre couplé à la colonne du microscope électronique en transmission. Les électrons sont dispersés en énergie à l'aide d'un champ magnétique et détectés avec un scintillateur YAG, couplé par fibre optique à un dispositif linéaire de photodiodes. Le principe de la mesure est schématisé sur la figure 1. Faisceau incident

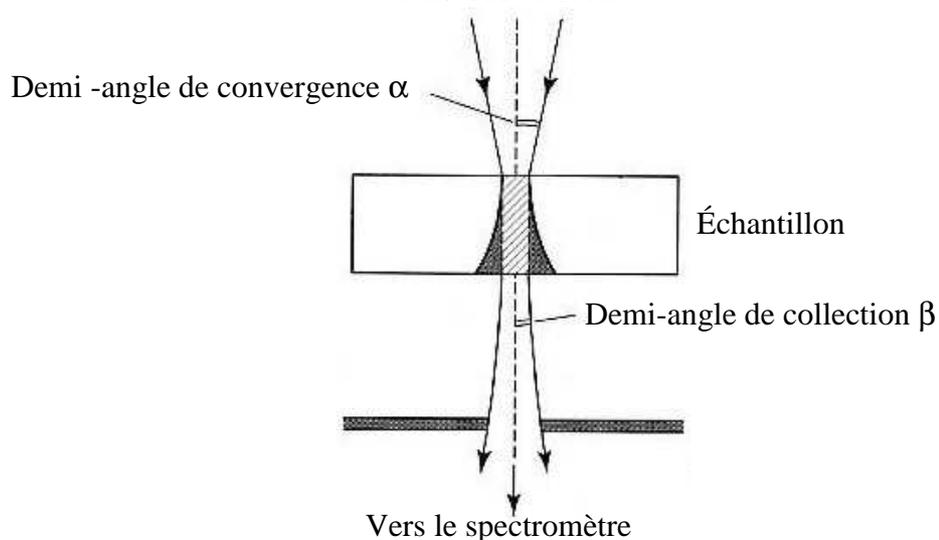


Figure 1 : Principe de mesure par perte d'énergie (EELS), avec, α , le demi-angle de convergence, et β , le demi-angle de collection.

La forme générale du spectre $I(\Delta E)$ enregistré est représentée sur la figure 2.

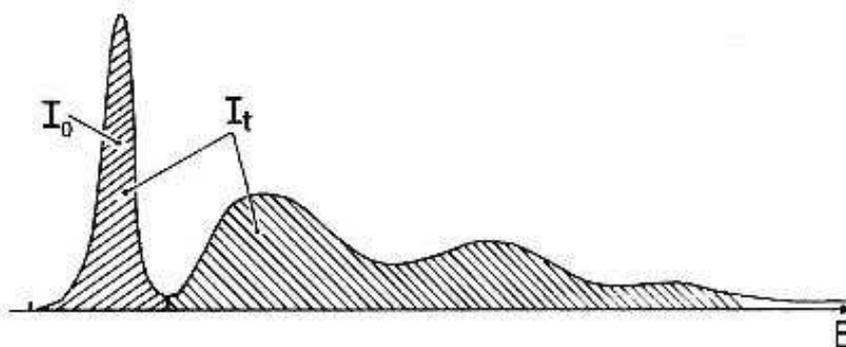


Figure 2 : Régions du spectre de pertes faibles mises en jeu lors du calcul de l'épaisseur des échantillon.

La région de perte d'énergie nulle (perte zéro) correspondant à l'interaction élastique ou quasi-élastique ($\Delta E \cong 0$) est formée par un pic de quelques eV de large, dont l'intensité I_0 très forte représente plus de la moitié de l'intensité totale intégrée sur l'ensemble du spectre I_t .

Dans la deuxième partie du spectre correspondant aux pertes faibles ($\Delta E \leq 50$ eV), on observe plusieurs pics discrets d'intensité décroissante en fonction de ΔE . Les pertes d'énergie dans cette région correspondent à l'excitation des niveaux de valence et de conduction. Le plasma d'électrons est soumis à des oscillations collectives d'énergie quantifiée ; le quantum est appelé plasmon.

L'information concernant l'épaisseur de l'échantillon est contenue dans la région de pertes faibles. L'intensité I_0 du pic de perte zéro est donnée par la relation :

$$I_0 = I_t e^{-\frac{t}{\lambda}} \quad [2],$$

où :

- I_t = l'intensité totale atteignant le spectromètre,
- t = l'épaisseur de l'échantillon,
- λ = le libre parcours moyen des électrons.

L'épaisseur de l'échantillon s'écrit donc :

$$t = \lambda \ln\left(\frac{I_t}{I_0}\right).$$

Le calcul de l'épaisseur des échantillons par la perte d'énergie nécessite de connaître le libre parcours des électrons, λ , dans le matériau. Il est fonction de la composition chimique du matériau considéré et des paramètres de fonctionnement du microscope en transmission et du spectromètre. Le libre parcours moyen est donné par :

$$\lambda = \frac{106 F E_0}{E_m \ln\left(\frac{2 \beta E_0}{E_m}\right)},$$

avec :

- λ = le libre parcours moyen [nm],
- F = le facteur de correction relativiste :

$$F = \frac{\left(1 + \frac{E_0}{1022}\right)}{\left(1 + \frac{E_0}{511}\right)^2},$$

- E_0 = la tension d'accélération des électrons [keV],
- E_m = la perte d'énergie moyenne [eV],

$$E_m = 7,6 \left(\sum_i x_i Z_i \right)^{0,36},$$

avec Z_i et x_i , respectivement le numéro atomique et le titre atomique de l'élément considéré,

- β = l'angle de collection,

$$\beta = \frac{\Phi_{\text{obj}}}{2f},$$

avec :

- Φ_{obj} = le diamètre du diaphragme d'entrée du microscope,
- f = la distance focale de la lentille objectif du microscope.

L'angle de collection du spectromètre est représenté sur la figure 1.

Le microscope électronique Philips CM200 est couplé à un détecteur GATAN 666 sous une tension d'accélération E_0 de 200 kV. L'enregistrement du spectre est effectué en mode « diffraction coupling », qui utilise le plan focal image. Le diamètre du diaphragme d'entrée du spectromètre est de 2 mm.

La figure 3 montre un spectre acquis sur l'alliage à base de TiAl étudié, dans les conditions suivantes :

$$E_0 = 200 \text{ kV},$$

$$\Phi_{\text{obj}} = 40 \text{ } \mu\text{m},$$

$$\Phi_{\text{entrée du spectromètre}} = 2 \text{ mm}.$$

Ce spectre représente le nombre d'électrons collectés dans un angle donné en fonction de la perte d'énergie qu'ils ont subi à la traversée de l'échantillon à base de TiAl.

Le résultat de l'intégration des pics I_o et I_t donne :

$$t = 2,177 \times \lambda.$$

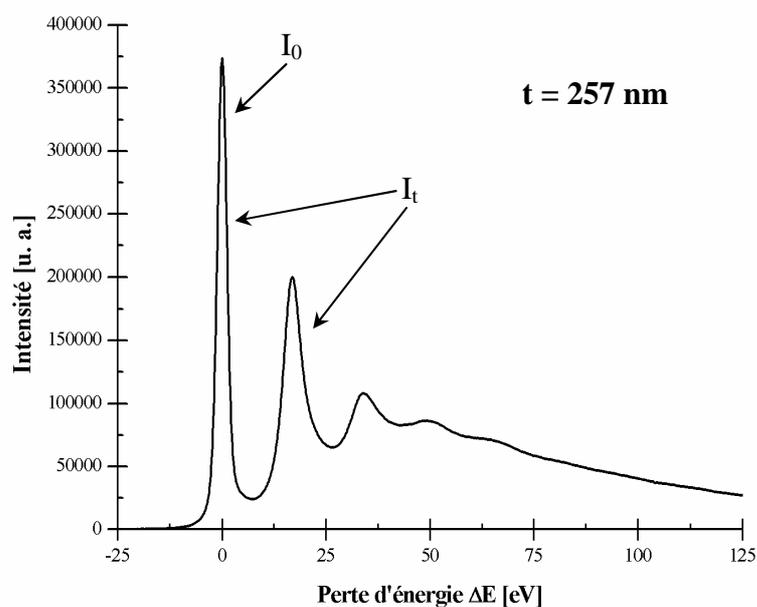


Figure 3 : Spectre de perte d'énergie des électrons enregistré à la sortie d'un échantillon à base de TiAl.

Dans ce mode de travail, l'angle de collection β est déterminé par le diamètre du diaphragme objectif ($\Phi_{\text{obj}} = 40 \mu\text{m}$) et la distance focale de la lentille objectif du microscope ($f = 2,3 \text{ mm}$). L'angle de collection est :

$$\beta = \frac{\Phi_{\text{obj}}}{2f} = 8,69 \text{ mrad} .$$

La connaissance de la tension d'accélération, E_0 , de l'angle de collection, β , et de la composition chimique de l'échantillon permet d'évaluer le libre parcours moyen inélastique λ , à 118 nm.

Le résultat final de l'épaisseur est alors :

$$t = 2,177 \times 118 = 257 \text{ nm} .$$

II. Mesure des épaisseurs des échantillons par spectroscopie par diffraction des électrons en faisceau convergent (CBED)

La détermination de l'épaisseur des échantillons par diffraction des électrons en faisceau convergent utilise les propriétés des lignes d'excès et de défauts apparaissant dans les disques de diffraction en mode convergent.

L'origine de ces lignes d'excès et de défauts peut s'expliquer grâce à la théorie dynamique dans le cas où les faisceaux diffractés ont une forte intensité, c'est-à-dire en condition deux ondes. Dans ces conditions, le faisceau diffracté ($k_0 \rightarrow k$) intense peut se comporter comme un faisceau incident et subir une seconde diffraction en donnant un faisceau transmis ($k \rightarrow k$) dans la direction du faisceau diffracté et un faisceau diffracté ($k \rightarrow k_0$) dans la direction du faisceau transmis. Ce phénomène peut se reproduire plusieurs fois durant la traversée de l'échantillon et cela d'autant plus facilement que l'échantillon est épais. La figure 4 schématise la diffraction en condition deux ondes dans la théorie dynamique comparée à la théorie cinématique [3].

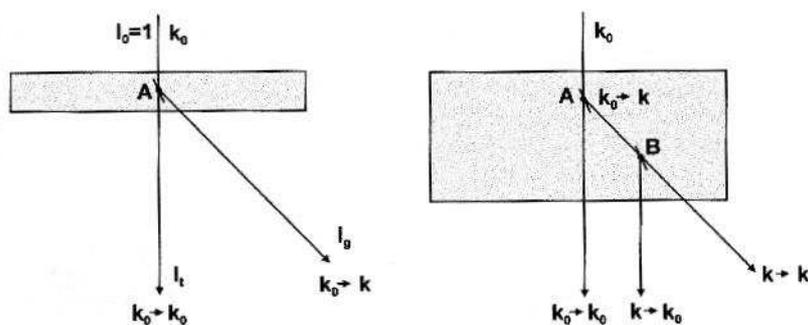


Figure 4 : Représentation, en termes de vecteur d'onde, de la diffraction en condition deux ondes, (a) comportement cinématique, (b) comportement dynamique [3].

En théorie dynamique, l'intensité diffractée est donnée par la relation :

$$I_g = \frac{\sin^2(\pi t s')}{(s' \xi_g)^2}, \quad (1)$$

avec :

$$- \quad s' = \text{le vecteur d'excitation effectif } s' = \sqrt{s^2 + \frac{1}{\xi_g^2}}, \quad (2)$$

- s = le vecteur d'excitation,
- ξ_g = la distance d'extinction,
- t = l'épaisseur de l'échantillon.

Dans la plupart des cas, la distance d'extinction est inconnue. Il est cependant possible de déterminer l'épaisseur de l'échantillon par une méthode graphique.

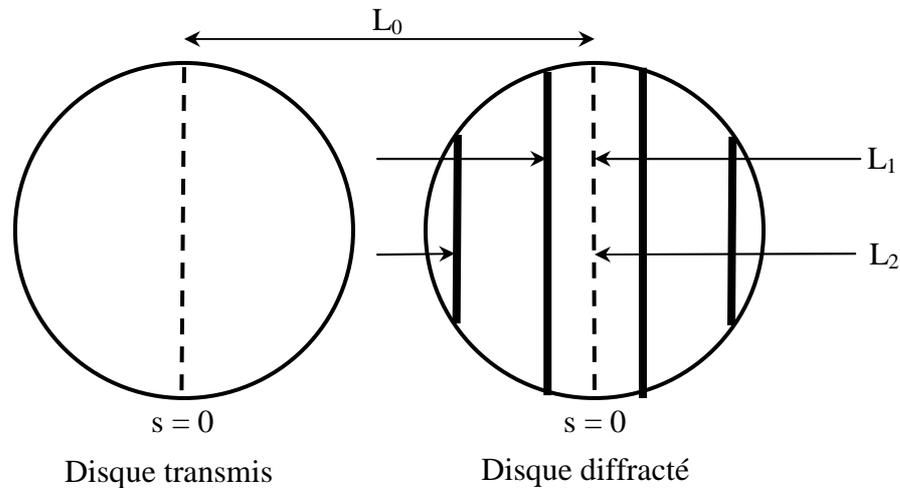


Figure 5 : Schématisation du cliché de diffraction obtenu en conditions deux ondes.

Le principe consiste à mesurer les distances L_i entre les différents minimum d'intensité. D'après l'équation (1), la résolution de l'équation $I_g = 0$ donne $s't = n$, avec $n = 1, 2, \dots, i$.

Pour le premier minimum, $I_{g1} = 0$, $s't = 1$,

Pour le deuxième minimum, $I_{g2} = 0$, $s't = 2$,

Pour le $n^{\text{ième}}$ minimum, $I_{gn} = 0$, $s't = n$ (3)

En combinant les équations (2) et (3), on obtient la relation suivante :

$$\left(\frac{s}{n}\right)^2 = -\frac{1}{\xi_g^2} \left(\frac{1}{n}\right)^2 + \frac{1}{t^2} \quad [4]$$

avec :

- ξ_g = la distance d'extinction,
- t = l'épaisseur de l'échantillon,
- s = l'écart à la position de Bragg du $i^{\text{ième}}$ minimum, notée s_i .

s_i s'écrit aussi :

$$s_i = \frac{\lambda}{d^2} \left(\frac{L_i}{L_0}\right)$$

avec :

- λ = la longueur d'onde du faisceau d'électrons,
- d = la distance interréticulaire de la famille de plans (hkl).

Pour chaque minimum i , on mesure la longueur L_i et on détermine s_i . On peut alors tracer $(s_i/n_i)^2$ en fonction de $(1/n_i)^2$ (Fig. 6). La courbe obtenue doit se rapprocher d'une droite. Pour

cela, on commence par affecter $n_1 = 1$ à la première frange. La deuxième sera alors affectée de $n_2 = 2 \dots$

Si la courbe $(s_i/n_i)^2 = f((1/n_i)^2)$ n'est pas une droite, on recommence l'opération en commençant par $n_1 = 2$ pour la première frange et ainsi de suite jusqu'à ce que la courbe soit linéaire.

La pente de la droite obtenue donne la distance d'extinction ξ_g et l'ordonnée à l'origine donne l'épaisseur de la lame.

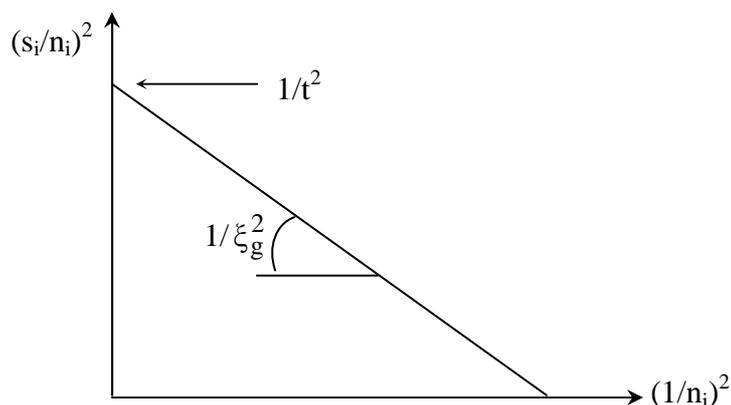


Figure 6 : Représentation schématique de la droite $(s_i/n_i)^2 = f((1/n_i)^2)$.

La figure 7 montre un cliché de diffraction en faisceau convergent obtenu sur une lame de l'alliage à base de TiAl, dans les conditions de deux ondes de type 111, et sous une tension d'accélération de 200 kV. Dans ces conditions, la longueur d'onde, λ , est de 0,0025 nm et la distance $d_{111} = 0,232$ nm.

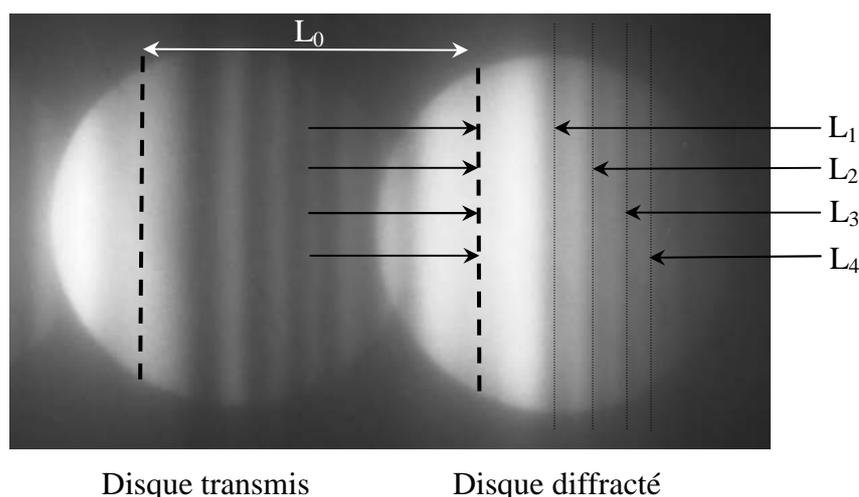


Figure 7 : Cliché de diffraction obtenu en conditions deux ondes de type 111 sur un échantillon à base de TiAl.

Les longueurs mesurées directement sur le négatif sont :

$$L_0 = 5,1 \text{ cm},$$

$$L_1 = 1,3 \text{ cm} \Rightarrow s_1 = 1,18 \cdot 10^{-2} \text{ nm}^{-1},$$

$$L_2 = 1,9 \text{ cm} \Rightarrow s_2 = 1,73 \cdot 10^{-2} \text{ nm}^{-1},$$

$$L_3 = 2,5 \text{ cm} \Rightarrow s_3 = 2,27 \cdot 10^{-2} \text{ nm}^{-1},$$

$$L_4 = 3 \text{ cm} \Rightarrow s_4 = 2,72 \cdot 10^{-2} \text{ nm}^{-1}.$$

Pour que la courbe $(s_i/n_i)^2 = f((1/n_i)^2)$ soit linéaire, il faut que $n_1 = 5$, $n_2 = 6$, L'ordonnée à l'origine, estimée à $1,55 \cdot 10^{-5} \text{ nm}^{-2}$ donne une épaisseur de lame égale à :

$$t = 254 \text{ nm}.$$

Conclusion

Dans cette annexe sont exposées deux méthodes expérimentales de mesure de l'épaisseur des échantillons observés en microscopie en transmission : la spectroscopie par pertes d'énergie et la diffraction des électrons en faisceau convergent. La précision des résultats par diffraction en faisceau convergent est estimée à $\pm 2 \%$ [1]. Les épaisseurs de lame, obtenues sur la même zone, à partir des deux techniques sont les suivants :

- par perte d'énergie : $t = 257 \text{ nm}$,
- par diffraction en faisceau convergent : $t = 254 \text{ nm}$.

Les mesures réalisées sur une lame en TiAl donnent des résultats similaires avec moins de 5 % d'écart entre les deux techniques.

Le dépouillement des données en diffraction des électrons en faisceau convergent demande une bonne qualité d'image. Les épaisseurs des échantillons ont été majoritairement mesurées sur l'alliage déformé, présentant une forte densité de défauts, détériorant la qualité des clichés de diffraction. La spectroscopie par perte d'énergie s'est avérée plus pratique à mettre en œuvre ; nous avons donc utilisé cette technique pour mesurer l'épaisseur des lames.

ANNEXE 2

ANALYSE CHIMIQUE QUANTITATIVE

L'analyse chimique quantitative en microscopie électronique à transmission utilise le mode faisceau convergent couplé à un système de détection EDS (spectrométrie par sélection d'énergie). Le spectre obtenu contient des pics caractéristiques de chaque élément contenu dans l'échantillon.

Le principe de l'analyse quantitative consiste à relier les intensités mesurées à la concentration de l'élément en tenant compte des facteurs correctifs.

Dans le cas d'échantillon binaire très mince, les phénomènes d'absorption et de fluorescence des rayons X peuvent être négligés. Le rapport des concentrations est relié au rapport des intensités par la relation de Cliff-Lorimer [5] :

$$\frac{C_A}{C_B} = k_{A/B} \frac{I_A}{I_B},$$

où :

- C_A et C_B = les concentrations de la zone analysée en éléments A et B,
- I_A et I_B = les intensités (après soustraction du fond continu) des pics expérimentaux,
- $k_{A/B}$ = le facteur de Cliff-Lorimer. Il mesure la sensibilité de l'élément A par rapport à celle de l'élément B.

Dans les cas où les échantillons ne sont pas très minces, il faut tenir compte de l'absorption et la relation de Cliff-Lorimer devient :

$$\frac{C_A}{C_B} = k_{A/B} \times k_a \frac{I_A}{I_B},$$

où k_a est un facteur de correction de l'absorption. Le facteur d'absorption est proportionnel à la masse volumique du matériau et à l'épaisseur de l'échantillon.

Les facteurs de sensibilité $k_{A/B}$, appelés k-facteurs ou coefficients de Cliff-Lorimer [5], permettent de corriger principalement la différence d'émissivité des atomes et la sensibilité de la chaîne de détection aux fréquences d'émission des atomes. Ils sont établis par rapport à un échantillon témoin.

Dans notre étude, nous avons utilisé les mesures de composition chimique de la phase γ effectuées à la microsonde de Castaing. L'élément de référence choisi est le titane (élément A). Connaissant les concentrations en titane, aluminium, niobium et tantale mesurées à la microsonde, et les intensités mesurées expérimentalement par EDS, les facteurs $k'_{A/B}$ ont été estimés à :

$$k'_{\text{Ti/Al}} = 0,767$$

$$k'_{\text{Ti/Cr}} = 1,173$$

$$k'_{\text{Ti/Nb}} = 3,372$$

$$k'_{\text{Ti/Ta}} = 3,370.$$

Ces facteurs $k'_{A/B}$ tiennent compte de l'absorption dans l'échantillon car les lames sur lesquelles ont été faites les analyses ont une épaisseur moyenne de 150 nm. L'épaisseur des lames a été systématiquement mesurée par spectroscopie par pertes d'énergie (EELS). Cette technique est décrite dans l'annexe 1.

ANNEXE 3

CORRECTION DE L'ADOUCCISSEMENT THERMIQUE DU A UN PROCESSUS DE DEFORMATION ADIABATIQUE

Cette annexe présente la méthode utilisée pour corriger les courbes contrainte-déformation issues d'essais adiabatiques.

L'élévation de température pendant un essai adiabatique se traduit sur les courbes par un adoucissement, c'est-à-dire par une chute des contraintes d'écoulement plus prononcée aux grandes déformations. Il est impossible de mesurer expérimentalement cette élévation de température pendant un essai dynamique. Il est cependant plus aisé de la calculer à l'aide de la relation de Taylor-Quinney [6] :

$$T = T_0 + \int_0^{\varepsilon_{pf}} \beta \frac{\sigma d\varepsilon_p}{\rho C_p}$$

où :

- T = la température au cours de l'essai en K,
- T_0 = la température initiale de l'essai en K,
- σ = la contrainte d'écoulement en MPa
- ε_p = la déformation plastique,
- ε_{pf} = la déformation plastique finale,
- ρ = la masse volumique en kg.m^{-3} ,
- C_p = la chaleur spécifique en $\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$,
- β = le coefficient de Taylor-Quinney représentant la part du travail de déformation plastique transformée en chaleur. La valeur de ce coefficient est prise par hypothèse égale à 0,9 ce qui signifie que l'on suppose que 90 % du travail plastique se transforme en chaleur au cours de l'essai.

Pour ce calcul, la masse volumique a été prise égale à 3800 kg.m^{-3} . Les valeurs des chaleurs spécifiques utilisées sont celles mesurées par [7] sur un alliage presque lamellaire Ti-47Al-4(Nb,W,B). La chaleur spécifique change avec la température et varie de $616 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à 20 °C à $710 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à 600 °C .

Prenons l'exemple de l'essai montré sur la figure 1. L'essai a été effectué à 450 °C avec une vitesse de déformation $\dot{\varepsilon} = 2,2 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$. Pour cette température, la chaleur spécifique est de $687 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$. La valeur de $\Delta T/\Delta \varepsilon$ calculée est alors de 114 K .

Afin de déterminer la sensibilité de la contrainte d'écoulement à la température $\Delta\sigma/\Delta T$, un graphe a été tracé montrant la contrainte σ en fonction de la température d'essai T (allant de 20 °C à 600 °C) à la déformation plastique $\epsilon_p = 5\%$. Les différents points s'alignent sur une droite dont la pente est le coefficient de sensibilité de la contrainte d'écoulement à la température. Pour des essais compris entre 20 °C et 600 °C, ce coefficient est d'environ 0,42 MPa.K⁻¹.

Connaissant le coefficient de sensibilité de la contrainte à la température $\Delta\sigma/\Delta T$ et l'élévation de température lors de la déformation $\Delta T/\Delta\epsilon$, il est alors possible de connaître la variation de la contrainte d'écoulement due à l'échauffement du matériau $\Delta\sigma/\Delta\epsilon$. La figure 1 montre la courbe obtenue après un essai dynamique à 450 °C et la courbe corrigée des effets de l'adoucissement thermique. L'écart très faible entre ces deux courbes est estimé à 10 MPa pour une déformation plastique de 0,25.

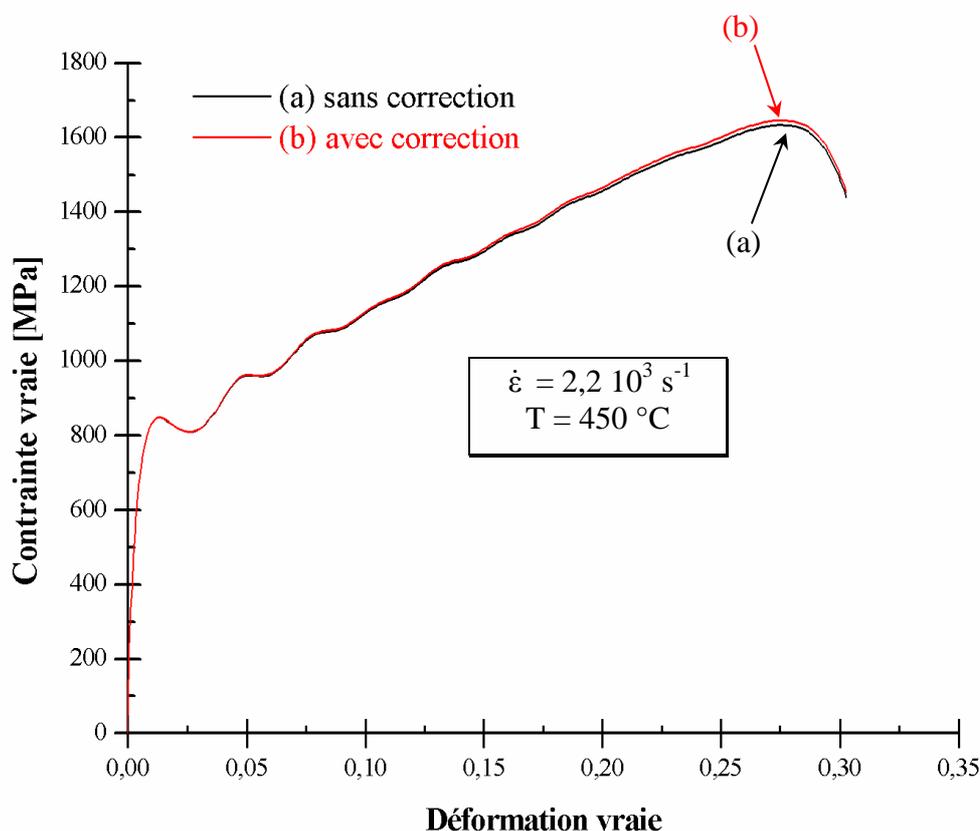


Figure 1 : Courbes contrainte vraie – déformation vraie issues d'un essai de compression dynamique ($\dot{\epsilon} = 2,2 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$) effectué à 450 °C sur l'alliage NL : (a) non corrigée et (b) corrigée de l'effet de l'adoucissement thermique

Le calcul des écarts de contrainte montre que l'adoucissement dû à l'échauffement de l'alliage TiAl est faible (10 MPa pour une déformation de $\varepsilon = 0,25$). L'effet de l'adiabaticité peut donc être négligé.

ANNEXE 4

METHODE DE DETERMINATION DE LA DENSITE DE DISLOCATIONS

Cette annexe présente d'abord la méthode utilisée pour calculer la densité de dislocations d'un échantillon déformé, ensuite donne les résultats de densité de dislocations du matériau TiAl dans les différents états de déformation.

Ham [8] et Hirsch *et al.* [9] ont montré qu'à condition que les dislocations soient orientées aléatoirement, leurs densités volumiques mesurées en m/m^3 sont données par la relation suivante :

$$\rho = \frac{2 N M}{L t},$$

où :

- N = le nombre d'intersections qu'une ligne droite tracée sur les micrographies électronique en transmission fait avec les dislocations,
- M = le grossissement des micrographies,
- L = la longueur totale de la ligne sur la photo,
- t = l'épaisseur de la lame.

Pour chaque zone étudiée, le grossissement est choisi de manière à pouvoir distinguer les dislocations les unes des autres. Dans le but de minimiser les effets d'orientation des dislocations, les intersections sont comptées en utilisant des cercles concentriques à la place des lignes droites [9]. Le calcul a été fait à l'aide de trois cercles concentriques de diamètres 1,5 cm, 2,5 cm et 3,5 cm et correspondant à des circonférences L de 4,71 cm, 7,85 cm et 11 cm, respectivement. Le calcul de la densité volumique nécessite la connaissance de l'épaisseur de la lame. Celle-ci est mesurée par perte d'énergie (Annexe 1).

Un exemple de calcul de la densité est détaillé ci-dessous. La micrographie électronique en transmission de la figure A4. 1 montre la microstructure de l'alliage de titane déformé à 5 %, à 450 °C en compression quasistatique. Cette image a été prise avec un grossissement de 50000 et dans les conditions de deux ondes $\bar{g} = 1\bar{1}\bar{1}$. L'épaisseur de la lame a été déterminée par perte d'énergie ; elle est de 214 nm. Trois cercles concentriques de circonférences 4,71 cm, 7,85 cm et 11 cm sont dessinés. Le principe du calcul de la densité de dislocation consiste à compter le nombre d'intersections entre les cercles et les dislocations visibles sur l'image. Soient N_1 , N_2 , N_3 , le nombre des intersections avec les cercles de circonférence $L_1 = 4,71$ cm, $L_2 = 7,85$ cm et $L_3 = 11$ cm, respectivement. La mesure donne alors $N_1 = 6$, $N_2 = 7$ et $N_3 = 11$.

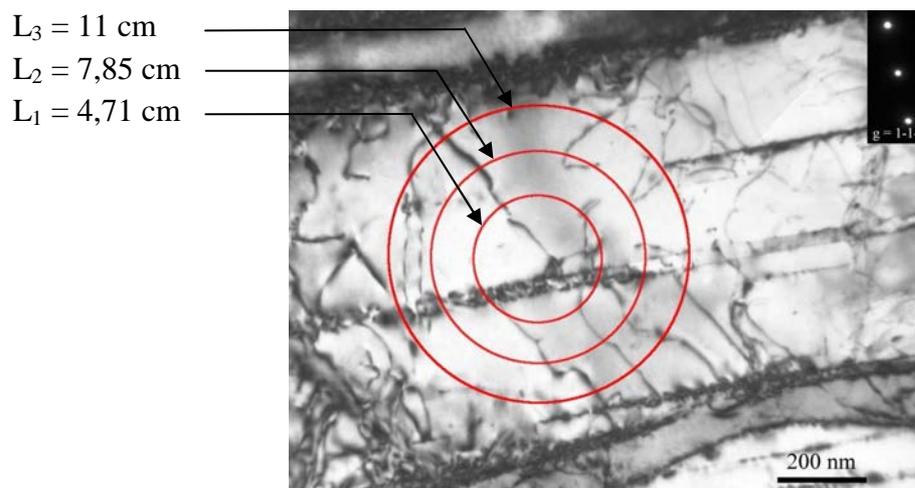


Figure 1 : Micrographie électronique en transmission de l'alliage déformé à 5 %, à 450 °C en compression quasistatique.

Le calcul de la densité volumique à l'aide de la relation $\rho = \frac{2 N M}{L t}$ donne :

$$\rho_1 = 5,95 \times 10^{13} \text{ m/m}^3$$

$$\rho_2 = 4,17 \times 10^{13} \text{ m/m}^3$$

$$\rho_3 = 4,67 \times 10^{13} \text{ m/m}^3,$$

Pour la zone considérée sur l'image 1, la moyenne est de $\rho = 4,93 \times 10^{13} \text{ m/m}^3$.

La densité de dislocations a été calculée dans trois grains et/ou lamelles de chacun des quatre états étudiés dans le chapitre V :

- état 1 : déformation par compression quasistatique à 20 °C,
- état 2 : déformation par compression quasistatique à 450 °C,
- état 3 : déformation par compression dynamique à 20 °C,
- état 4 : déformation par compression dynamique à 400 °C.

Pour chaque zone, le calcul a été fait suivant différentes conditions de deux ondes du type $\bar{g} = [002]$ et $\langle 111 \rangle$.

Cette méthodologie est appliquée autant de fois que nécessaire afin de couvrir au maximum la zone étudiée. Les résultats obtenus sont rassemblés dans les tableaux 1 à 4. Ils présentent, pour chaque zone étudiée et pour chaque condition de deux ondes, l'épaisseur de la lame, le nombre de mesures effectuées et la densité de dislocation moyenne ainsi calculée.

		Condition en deux ondes \bar{g}	Épaisseur de la lame [nm]	Nombre de mesures	Densité de dislocation $\times 10^{13}$ [m/m ³]
Compression quasistatique 5 % 20 °C	Zone 1	00 $\bar{2}$	274,5	27	6
		$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	274,5	27	178
		$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	274,5	27	4,5
		$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	274,5	27	13
	Zone 2	002	129	27	17,5
		$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	129	21	15,5
		$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	129	24	8
	Zone 3	00 $\bar{2}$	286	39	0,8
		$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	286	54	7
		1 $\bar{1}\bar{1}$	286	27	7
		$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	286	39	7

Tableau 1 : Densités de dislocations en compression quasistatique à 20 °C.

		Condition en deux ondes \bar{g}	Épaisseur de la lame [nm]	Nombre de mesures	Densité de dislocation $\times 10^{13}$ [m/m ³]
Compression quasistatique 5 % 450 °C	Zone 4	002	209	75	2
		$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	220	84	4
		$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	246	90	4
		$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	260	87	4
	Zone 5	00 $\bar{2}$	218	18	3
		$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	226	18	6
		1 $\bar{1}\bar{1}$	214	18	4,5
		$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	227	15	6
	Zone 6	002	164	27	3
		11 $\bar{1}$	166	39	4
		111	163	27	8

Tableau 2 : Densités de dislocations en compression quasistatique à 450 °C.

		Condition en deux ondes \bar{g}	Épaisseur de la lame [nm]	Nombre de mesures	Densité de dislocation $\times 10^{13}$ [m/m ³]
Compression dynamique 5 % 20 °C	Zone 7	002	247	24	3
		$\bar{1}11$	170	36	12
		$1\bar{1}1$	218,5	36	12
		$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	176	45	10,5
	Zone 8	$00\bar{2}$	164	33	4,5
		$\bar{1}11$	153	39	11
		$\bar{1}\bar{1}1$	171	27	9
		$\bar{1}1\bar{1}$	181	27	10
	Zone 9	$00\bar{2}$	212	21	24
		$1\bar{1}1$	249	21	21

Tableau 3 : Densités de dislocations en compression dynamique à 20 °C.

		Condition en deux ondes \bar{g}	Épaisseur de la lame [nm]	Nombre de mesures	Densité de dislocation $\times 10^{13}$ [m/m ³]
Compression dynamique 5 % 400 °C	Zone 10	$00\bar{2}$	290	60	1
		$\bar{1}11$	309	45	5
		$11\bar{1}$	276	63	4
	Zone 11	$00\bar{2}$	281	51	7
		$\bar{1}11$	255	51	18
	Zone 12	$00\bar{2}$	399	39	6
		$1\bar{1}\bar{1}$	378,5	42	7,5

Tableau 4 : Densités de dislocations en compression dynamique à 400 °C.

ANNEXE 5

CARACTERISATION CRISTALLOGRAPHIQUE

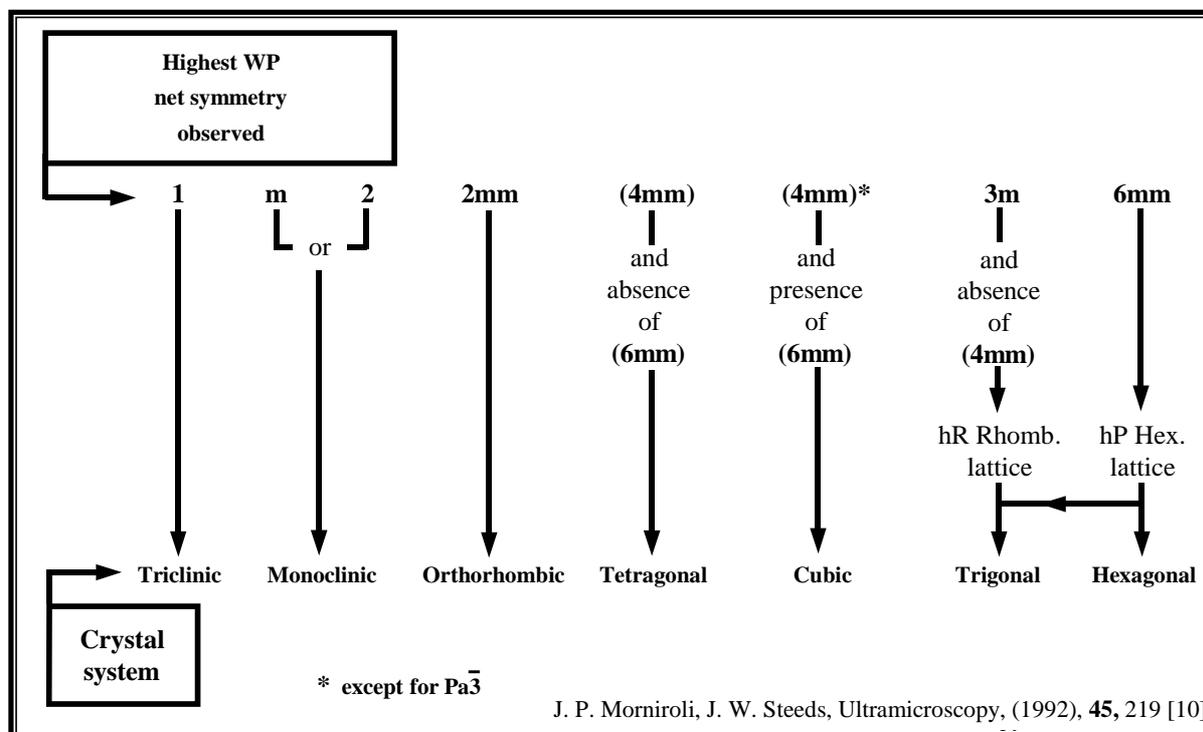


Tableau 1. Relations entre les symétries des clichés de diffraction et les systèmes cristallins [10].

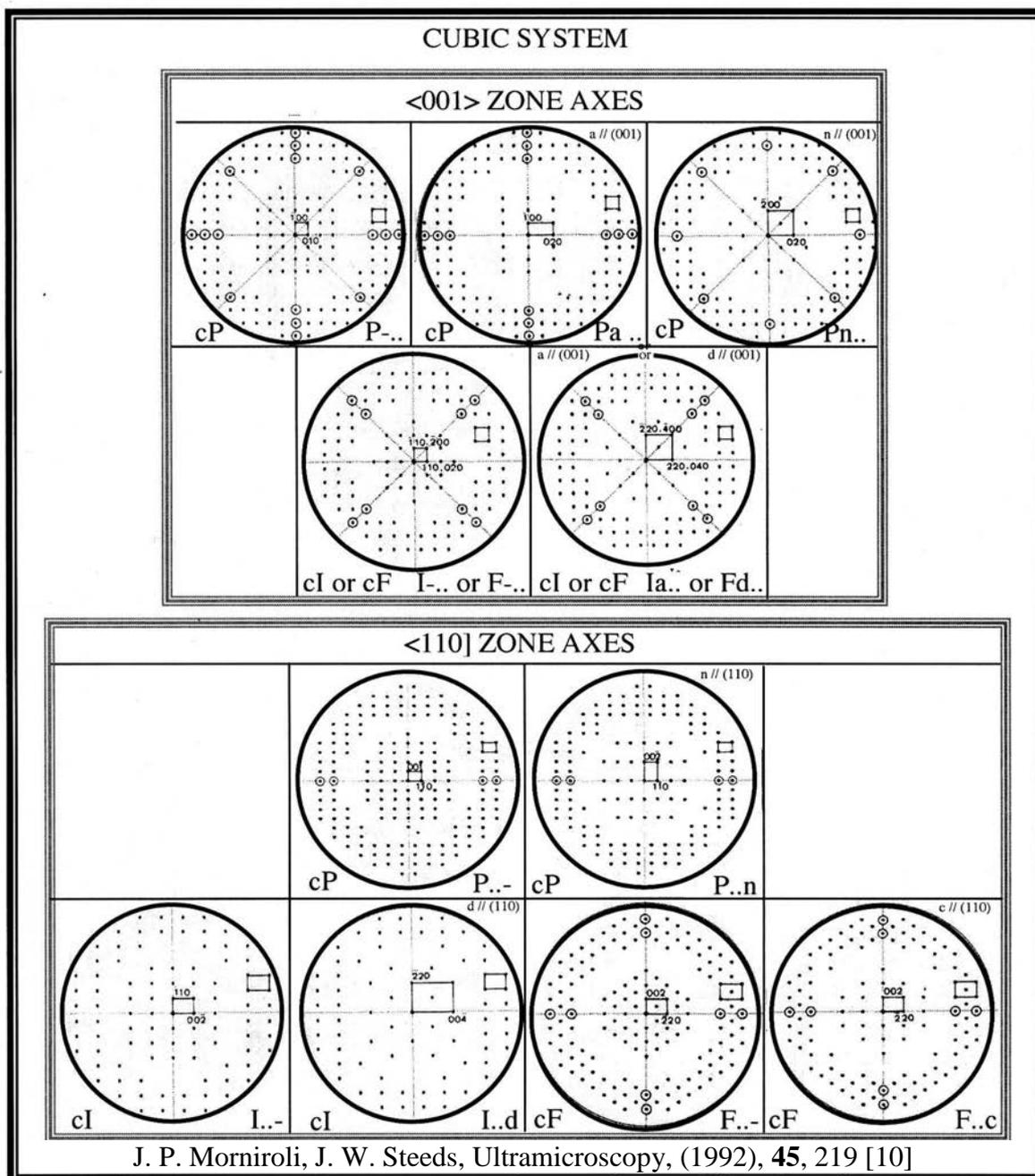


Tableau 2. Simulations de diagrammes de microdiffraction pour les différents modes de Bravais et plans de glissement du système cubique [10].

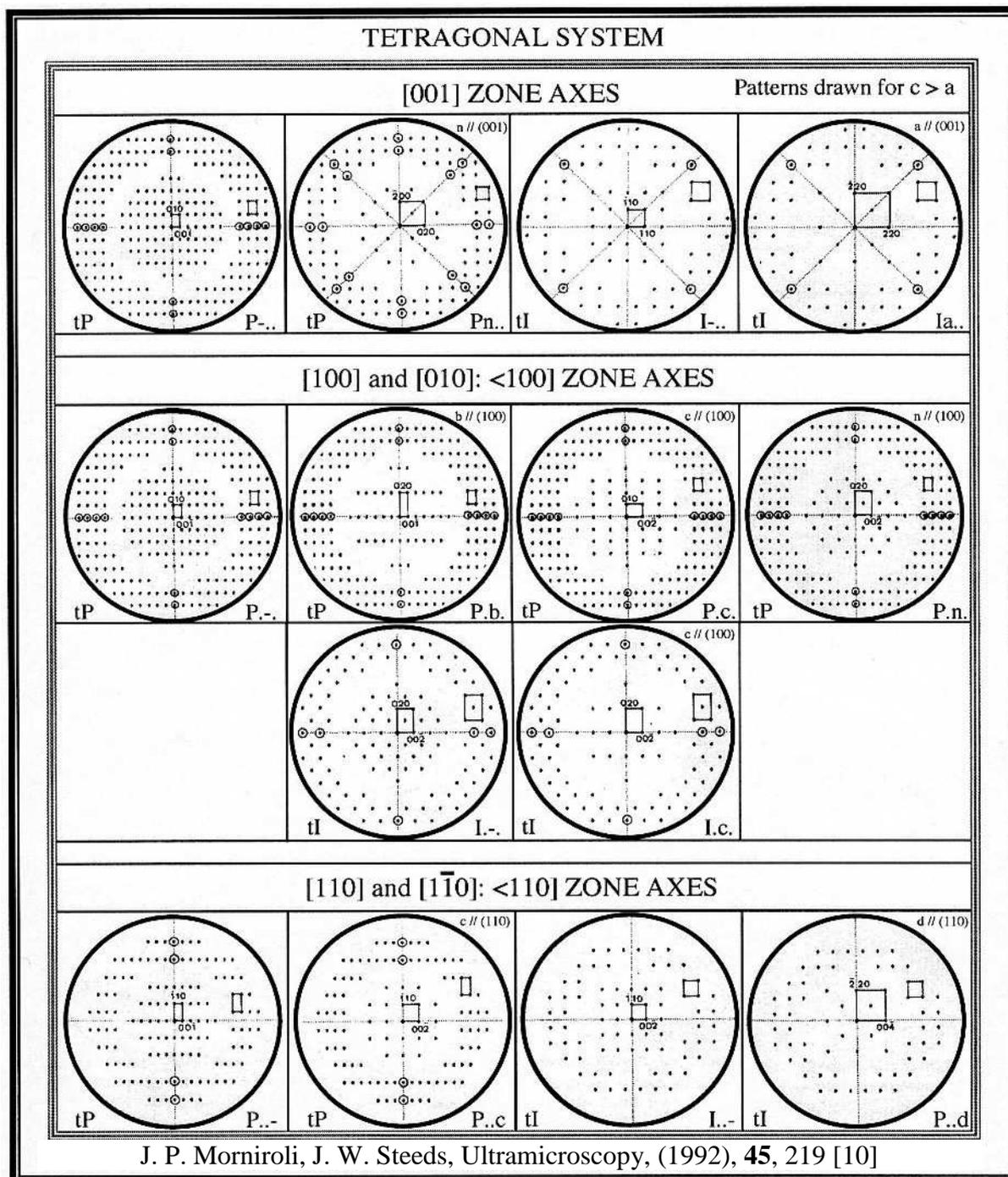


Tableau 3 : Simulations de diagrammes de microdiffraction pour les différents modes de Bravais et plans de glissement du système quadratique [10].

Références bibliographiques

- [1] M. Tanaka, M. Terauchi, *Convergent-Beam Electron Diffraction*, Physics Department, Faculty of Science, Tohoku University, JEOL Ltd., Japon (1985), S. 38ff
- [2] R. F. Egerton, *Electron Energy - Loss Spectroscopy in the Electron Microscope*, Ed. Plenum Press, New York (1986)
- [3] J. P. Morniroli, *Diffraction électronique en faisceau convergent à grand angle (LACBED) : applications aux défauts cristallins*, Ed. Société française des microscopies, Paris (1998)
- [4] P. M. Kelly, A. Jostsons, R. G. Blake, J. G. Napier, *Determination of foil thickness by scanning transmission electron microscopy*, *Physica status solidi (a)* **31** (1975) 771
- [5] G. Cliff, G. W. Lorimer, *The quantitative analysis of thin specimens*, *Journal of Microscopy* **103** (1975) 203
- [6] G. I. Taylor, H. Quinney, *The latent energie remaining in a metal after cold working*, *Proceedings of the royal society of London* **A143** (1934) 307
- [7] W. J. Zhang, B. V. Reddy, S. C. Deevi, *Physical properties of TiAl-base alloys*, *Scripta Materialia* **45** (2001) 645
- [8] R. K. Ham, *The determination of dislocation densities in thin foils*, *Philosophical Magazine* **6** (1961) 1183
- [9] P. Hirsch, P. Howie, R. B. Nicholson, D. W. Pashley, M. J. Whelan, *Electron Microscopy of Thin Crystals*, (1977), Krieger, NY, (a) 422 (b) 423
- [10] J. P. Morniroli, J. W. Steeds, *Microdiffraction as a tool for crystal structure identification and determination*, *Ultramicroscopy* **45** (1992) 219

AUTORISATION DE SOUTENANCE DE THESE
DU DOCTORAT DE L'INSTITUT NATIONAL
POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

o0o

VU LES RAPPORTS ETABLIS PAR :

Monsieur Jean-Paul MORNIROLI, Professeur, Université des Sciences et Technologies de Lille,

Villeneuve d'Ascq

Monsieur Patrick CORDIER, Professeur, Université des Sciences et Technologies de Lille,

Villeneuve d'Ascq

Le Président de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, autorise :

Madame AMÉLIO Sandrine

NANCY BRABOIS
2, AVENUE DE LA
FORET-DE-HAYE
BOITE POSTALE 3
F - 5 4 5 0 1
VANDŒUVRE CEDEX

à soutenir devant un jury de l'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE,
une thèse intitulée :

**"Evolution microstructurale d'un alliage à base de TiAl. Sollicitation mécanique par
compression dynamique et stabilité thermique"**

en vue de l'obtention du titre de :

DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

Spécialité : « **Science et ingénierie des matériaux** »

Fait à Vandoeuvre, le 26 septembre 2003

Le Président de l'I.N.P.L.,

L. SCHUFFENECKER



ABSTRACT

The aim of this thesis is the study of the microstructural evolution of a γ -TiAl alloy during dynamic compression tests and isothermal heat treatments. The alloy with a nominal composition of Ti-46.5Al-4(Cr, Nb, Ta, B) (at. %) and a near lamellar microstructure presents a good combination of mechanical strength and ductility. The alloy is compound of three ordered phases: α_2 -Ti₃Al, γ -TiAl and B2-TiAl.

The crystal structure of the B2 and γ phases has been identified by convergent beam electron diffraction (CBED, Tanaka Multibeam Method and Microdiffraction). The B2 phase crystallizes in the cubic system and belongs to the $P\frac{4}{m}\bar{3}\frac{2}{m}$ space group. The γ phase is tetragonal and its space group is $P\frac{4}{m}\frac{2}{m}\frac{2}{m}$. Based on the orientation relationships between α_2 ($P\frac{63}{m}\frac{2}{m}c$), γ and B2 phases, the matrices relating the crystal lattices have been established. The coincidence site lattices (CSL) and the displacement shift complete (DSC) lattices in the direct and reciprocal space were determined leading to the possible Burgers' vectors of the dislocations characterizing the interfaces.

Isothermal heat treatments have been performed on the alloy, at 700 and 900 °C for various times, between 3 and 18 days, and subsequently followed by water-cooling. These heat treatments led to a series of transformation, which takes mainly place in the α_2 phase: an orthogonal decomposition of the α_2 phase leading to the formation of a secondary B2 phase and a parallel decomposition of the α_2 phase leading to the formation of secondary γ lamellae. These phase transformations, which are intimately related to the diffusion of the chromium, permit the alloy to transform into its equilibrium state invaded by a majority of γ phase.

Quasistatic ($\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) and dynamic ($\dot{\epsilon} = 2 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$) compression tests have been carried out between -196 and 600 °C. Dynamic compression tests have been conducted on a split-Hopkinson-pressure-bar (SHPB).

Transmission electron microscopy observations have been conducted in order to correlate the microstructure and the mechanical behaviour. Under quasistatic and dynamic conditions, the plastic deformation is controlled by thermally activated mechanisms. The plastic deformation exhibits a stress anomaly corresponding to an anormal increase of the stress with the temperature. This stress anomaly is observed for the low strain rate between 200 °C and 450 °C, and between 350 °C and 400 °C for the dynamic conditions.

The plastic deformation takes place mostly in the γ and B2 phases. In the γ phase, the mechanical behaviour is controlled by the glide of dislocations and the mechanical twinning. The two mechanisms appear in the early stage of the deformation. The main deformation modes are the glide of ordinary dislocations in the $\{111\}$ planes and the primary twinning $1/6\langle 112 \rangle \{111\}$. In the B2 phase, dislocations with the following Burgers' vectors $\langle 001 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ and $\langle 111 \rangle$, have been identified.

Correlations between microstructural states and mechanical properties have been established: increasing the strain rate increases the number of twins. The appearance of the mechanical anomaly is associated with the activation of different twinning systems.

Keywords: γ -TiAl alloy, crystallography, heat treatments, dynamic compression, microstructure, dislocations, twins, electron diffraction (Convergent Beam Electron Diffraction, Tanaka Multibeam method, Microdiffraction), weak beam.

RÉSUMÉ

Ce travail de thèse a pour objectif l'étude de l'évolution microstructurale d'un alliage intermétallique à base de TiAl au cours de sollicitations mécaniques par compression dynamique et de sollicitations thermiques par des traitements isothermes. L'alliage à base de TiAl, de composition chimique Ti-46,5Al-4(Cr, Nb, Ta, B) (at. %) et à microstructure presque entièrement lamellaire, a été choisi pour le bon compromis que présentent ses propriétés de résistance et de ductilité. Il est composé de trois phases ordonnées : α_2 -Ti₃Al, γ -TiAl et B2-TiAl.

L'étude cristallographique des phases B2 et γ par diffraction des électrons en mode faisceau focalisé (CBED, méthode multifaisceaux de Tanaka et Microdiffraction) a permis de montrer que les phases B2 et γ cristallisent dans les systèmes cubique et quadratique et appartiennent, respectivement aux groupes spatiaux $P\frac{4}{m}\frac{3}{m}\frac{2}{m}$ et $P\frac{4}{m}\frac{2}{m}\frac{2}{m}$. Les relations d'orientation ainsi que les matrices de passage entre les différentes phases α_2 ($P\frac{63}{m}\frac{2}{m}\frac{2}{c}$), γ et B2, ont été établies. La détermination des réseaux de coïncidence (CSL) et (DSC) des réseaux directs et réciproques de ces trois phases ont permis de déterminer les vecteurs de Burgers des dislocations possibles des interfaces entre les différentes lamelles.

Les maintiens isothermes auxquels ont été soumis des échantillons de l'alliage ont été effectués entre 700 °C et 900 °C pendant des durées allant de 3 à 18 jours et suivis par des refroidissements rapides à l'eau. Au cours de ces maintiens, la phase α_2 est le siège de changements structuraux : une décomposition orthogonale conduisant à la formation de la phase B2 secondaire et une décomposition longitudinale conduisant à la formation de lamelles secondaires γ . Ces différentes transformations de phases, mettant en jeu principalement la diffusion du chrome, permettent un retour à l'équilibre de l'alliage vers une microstructure contenant principalement la phase γ .

L'alliage a ensuite été soumis à des sollicitations thermo-mécaniques. La caractérisation mécanique a été réalisée par des essais de compression quasi-statique ($\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) et dynamique ($\dot{\epsilon} = 2 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$), entre -196 et 600 °C. Les essais dynamiques sont réalisés sur un banc d'essai de barres d'Hopkinson. L'évolution microstructurale a été suivie par des observations en microscopie électronique en transmission. La déformation plastique de l'alliage est contrôlée par un mécanisme thermiquement activé. La présence d'une anomalie mécanique, se traduisant par une augmentation anormale de la contrainte avec la température, est mise en évidence entre 200 et 450 °C à faible vitesse de déformation ($\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) et entre 350 et 400 °C pour les plus fortes vitesses de déformation ($\dot{\epsilon} = 2 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$).

Les sollicitations mécaniques induisent des changements structuraux principalement dans les phases γ et B2, se traduisant par l'apparition quasi-concomitante d'une très forte densité de dislocations et de macles. Dans la phase γ , les principaux modes de déformation sont le glissement des dislocations ordinaires dans les plans {111} et le maclage primaire $1/6\langle 112 \rangle \{111\}$. Dans la phase B2, les dislocations activées sont caractérisées par des vecteurs de Burgers de type $\langle 001 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$.

Des relations entre les différents états structuraux et les caractéristiques mécaniques ont été établies : l'augmentation de la vitesse de déformation accroît le nombre de macles et l'apparition de l'anomalie mécanique est associée à la multiplication de macles induites par le déclenchement de plusieurs systèmes de maclage.

Mots-clés : alliage à base de TiAl, cristallographie, traitements thermiques, compression dynamique, microstructure, dislocations, macles, diffraction des électrons en faisceau convergent (CBED, Méthode multifaisceaux de Tanaka, Microdiffraction), faisceau faible.