



**HAL**  
open science

# Etude du comportement à hautes températures d'un alliage TiAl performant densifié par frittage flash

Soumaya Naanani

► **To cite this version:**

Soumaya Naanani. Etude du comportement à hautes températures d'un alliage TiAl performant densifié par frittage flash. Matériaux. Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2018. Français. NNT : 2018TOU30359 . tel-02492146

**HAL Id: tel-02492146**

**<https://theses.hal.science/tel-02492146>**

Submitted on 26 Feb 2020

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

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

Université Fédérale



Toulouse Midi-Pyrénées

# THÈSE

En vue de l'obtention du

## DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par : Université Toulouse 3 Paul Sabatier (UT3 Paul Sabatier)

---

Présentée et soutenue le 11 Décembre 2018 par :

**Soumaya NAANANI**

### **Etude du comportement à hautes températures d'un alliage TiAl performant densifié par frittage flash**

---

#### **JURY**

Guy DIRRAS	Professeur, LSPM, Université Paris 13	Rapporteur
Gilbert HENAFF	Professeur, ISAE-ENSMA, Poitiers	Rapporteur
Pierre SALLOT	Ingénieur, SAFRAN TECH, Châteaufort	Examineur
Muriel HANTCHERLI	Maître de conférences, INSA, Toulouse	Examinatrice
Anis HOR	Maître de conférences, ISAE-SUPAERO, Toulouse	Invité
Jean-Philippe MONCHOUX	Chargé de recherche, CEMES, Toulouse	Directeur de Thèse
Catherine MABRU	Professeur, ISAE-SUPAERO, Toulouse	Co-Directrice de thèse

**École doctorale** : ED AA –Aéronautique, Astronautique

**Unité de recherche** : CEMES, Université de Toulouse, CNRS (UPR 8011)



# Remerciements

---

Je remercie mes directeurs de thèse Jean-Philippe Monchoux, Catherine Mabru et Alain Couret de m'avoir donné l'opportunité de réaliser cette thèse. Je remercie également mes encadrants Muriel Hantcherli et Anis Hor d'avoir contribué à faire avancer ce projet.

Un grand merci à Gilbert Henaff, Guy Dirras et Pierre Sallot d'avoir participé au jury de thèse.

Une pensée particulière à toutes les personnes ayant partagé leur savoir-faire avec moi :

- Jean-Philippe Monchoux, ta gentillesse et ton accessibilité permettent de faire avancer le projet dans une atmosphère propice à la discussion et aux échanges. Merci pour tes nombreuses contributions, pour ton aide précieuse et enfin pour la liberté que tu m'as laissé à gérer ma recherche ;
- Muriel, pour ta gentillesse, ton soutien et ta contribution à de nombreuses parties de mon travail ;
- l'ensemble du personnel de l'Institut Clément Ader impliqué dans les essais de fatigue. Benaissa Malek, merci de m'avoir autant aidé à réaliser les fameux essais de fatigue et de t'être imprégné de mon travail. Un grand merci à Michel Chaussumier, Remy Chieragatti et Marc Chartrou d'avoir partagé leurs connaissances avec moi et de m'avoir aussi bien accueilli ;
- l'ensemble des personnes qui ont participé à l'usinage de mes éprouvettes. Jean fifi, merci d'avoir consacré ton temps et ton énergie au TiAl ;
- le département mécanique du Cemes, Pierre et Bertrand, sans lesquels je n'aurais pas pu préparer mes échantillons. Votre bonne humeur et ouverture d'esprit facilitent le travail ;
- L'étude du vieillissement n'aurait pas été la même sans Cécile. Ta pédagogie et ta rigueur m'ont permis de rentrer rapidement dans le vif du sujet, sans oublier ton tempérament et ta bienveillance qui facilitent tellement les échanges.
- Dominique, qui a préparé mes lames minces avec soin et qualité ;
- Christophe, pour ta contribution à l'ensemble des mes observations MEB et pour nos nombreuses discussions ;
- Nicolas, pour tes analyses DRX et tes nombreuses explications à ce sujet ;
- Daniel Caillard et l'équipe PPM pour les discussions scientifiques autour des dislocations ;
- Anis Hor, pour ton travail sur la modélisation.

Enfin merci à tous mes proches qui m'ont soutenus durant ces trois années.



# Table des matières

---

<b>Introduction .....</b>	<b>11</b>
<b>Chapitre I Bibliographie.....</b>	<b>13</b>
<b>I. Introduction.....</b>	<b>15</b>
<b>II. Alliages TiAl.....</b>	<b>15</b>
II.1. Généralités .....	15
II.2. Procédés d'élaboration.....	15
II.2.1. Fonderie .....	16
II.2.2. Déformation à chaud.....	16
II.2.3. Métallurgie des poudres.....	16
II.3. Composition chimique.....	16
II.4. Structure cristallographique.....	17
II.5. Diagramme d'équilibre et microstructures .....	18
II.6. Formation de la structure lamellaire .....	19
II.7. Comportement mécanique en traction et en fluage.....	21
II.7.1. Comportement en traction à température ambiante des alliages lamellaires .....	22
II.7.2. Comportement en fluage des alliages lamellaires.....	22
<b>III. Mécanismes de déformation dans les alliages TiAl.....</b>	<b>24</b>
III.1. Modes de déformation de la phase $\gamma$ .....	24
III.1.1. Dislocations ordinaires à température ambiante.....	24
1) Systèmes de glissement.....	24
2) Morphologie des dislocations .....	25
3) Nature des points d'épinglage.....	26
III.1.2. Comportement des dislocations ordinaires à hautes températures .....	27
III.1.3. Déformation par maclage .....	28
III.1.4. Superdislocations.....	29
III.2. Modes de déformation de la phase $\alpha_2$ .....	29
III.3. Mécanismes de déformation de la microstructure lamellaire .....	30
<b>IV. L'alliage IRIS .....</b>	<b>31</b>
IV.1. Développement de l'alliage.....	31
IV.2. Microstructure .....	31
IV.3. Propriétés mécaniques.....	32
IV.4. Mécanismes de déformation microscopiques.....	33

<b>V. Généralités sur la fatigue oligocyclique .....</b>	<b>35</b>
V.1. Concept de fatigue .....	35
V.2. Les différents domaines en fatigue .....	35
V.3. Fatigue oligocyclique .....	36
V.4. Sollicitation cyclique .....	36
V.5. Evolution cyclique de $\sigma_a$ : courbe $\sigma_a(N)$ .....	37
V.6. Estimation de la durée de vie .....	38
<b>VI. Fatigue oligocyclique des alliages TiAl .....</b>	<b>40</b>
VI.1. Comportement cyclique des alliages TiAl .....	40
VI.1.1. Influence de la microstructure à T fixée .....	40
VI.1.2. Influence de la température .....	42
VI.1.3. Influence de l'amplitude de déformation imposée .....	44
VI.2. Faciès de rupture en fatigue .....	44
<b>VII. Mécanismes de déformation des alliages TiAl en fatigue oligocyclique .....</b>	<b>46</b>
VII.1. Structures de dislocations caractéristiques de la fatigue dans les métaux .....	46
VII.2. Structure natte des alliages TiAl .....	47
VII.3. Structure veine .....	50
VII.4. Dégradation des zones lamellaires .....	50
VII.5. Mécanismes classiques dans les alliages TiAl .....	50
VII.6. Conclusion sur les mécanismes de déformation du TiAl en fatigue oligocyclique .....	51
<b>VIII. Conclusions – Objectifs de l'étude .....</b>	<b>52</b>
<b>Chapitre II Techniques expérimentales .....</b>	<b>53</b>
<b>I. Introduction .....</b>	<b>54</b>
<b>II. Matériau de l'étude .....</b>	<b>54</b>
II.1. Lot de poudre .....	54
II.2. Analyse chimiques par ICP-OES .....	54
II.3. Atomisation par Plasma Inert-Gas Atomization (PIGA) .....	54
<b>III. Procédé d'élaboration : le SPS .....</b>	<b>55</b>
III.1. Principe de fonctionnement .....	55
III.2. Mécanismes mis en jeu .....	56
III.3. Machines utilisées .....	56
III.3.1. Machine SPS de Toulouse : Syntex 2080 .....	56
III.3.2. Machine SPS de Dijon : FCT HPD-125 .....	57
III.4. Outillage utilisé .....	58
III.5. Cycle SPS d'une pastille Ø36h8mm .....	59
III.5.1. Mesure de la température de l'échantillon et cycle de chauffage .....	59
III.5.2. Cycle de pression .....	61

III.5.3. Evolution de la densité de l'échantillon .....	61
<b>IV. Essais mécaniques .....</b>	<b>62</b>
IV.1. Essais de traction et fluage .....	62
IV.2. Essais de fatigue .....	62
IV.2.1. Eprouvette de fatigue .....	62
IV.2.2. Machine utilisée .....	63
IV.2.3. Commande en température.....	64
IV.2.4. Installation de l'éprouvette.....	65
IV.2.5. Déroulement d'un essai de fatigue .....	65
IV.2.6. Courbes de fatigue.....	66
<b>V. Microscopie .....</b>	<b>67</b>
V.1. Microscopie Électronique à Balayage (MEB).....	67
V.2. Microscopie Électronique en Transmission (MET) .....	67
<b>Chapitre III Elaboration et caractérisation de l'alliage IRIS .....</b>	<b>69</b>
<b>I. Introduction.....</b>	<b>70</b>
<b>II. Caractérisation du lot 1261 .....</b>	<b>70</b>
II.1. Composition chimique et granulométrie.....	70
II.2. Evolution de la microstructure en fonction de la température (Ø36H8mm) .....	71
II.2.1. Microstructure biphasée ( $T_{ech} = 1281^{\circ}C$ ).....	72
II.2.2. Microstructure proche lamellaire et biphasée ( $T_{ech} = 1308^{\circ}C$ ).....	73
II.2.3. Microstructure proche lamellaire et duplex ( $T_{ech} = 1334^{\circ}$ ).....	74
II.2.4. Microstructure proche lamellaire ( $T_{ech} = 1357^{\circ}C$ ).....	75
II.2.5. Microstructure proche lamellaire ( $T_{ech} = 1378^{\circ}C$ ).....	76
II.2.6. Microstructure proche lamellaire ( $T_{ech} = 1409^{\circ}C$ ).....	76
II.3. Influence de l'homogénéité de la poudre sur l'homogénéité microstructurale.....	77
II.4. Caractérisation mécanique en traction à température ambiante.....	80
II.5. Synthèse des résultats sur la nuance A1261 .....	81
<b>III. Comparaison des nuances 1109 et A1261 .....</b>	<b>82</b>
<b>IV. Elaboration par SPS d'échantillons de grandes dimensions.....</b>	<b>84</b>
IV.1. Géométrie Ø100h15mm.....	84
IV.1.1. Evolution de la microstructure de l'alliage RNT650 en fonction de la température.....	85
1) Microstructure duplex+biphasée ( $T_{pyrocons} = 1325^{\circ}C$ ).....	86
2) Microstructure lamellaire + biphasée ( $T_{pyrocons} = 1350^{\circ}C$ ) .....	87
3) Microstructure lamellaire + duplex ( $T_{pyrocons} = 1375^{\circ}C$ ).....	88
IV.1.2. Calcul du gradient de température.....	89
IV.1.3. Elaboration Ø100h15mm d'une pastille de l'alliage IRIS A1261 .....	90
IV.2. Géométrie Ø60H50mm .....	91

<b>V. Conclusions .....</b>	<b>94</b>
<b>Chapitre IV Comportement mécanique à chaud .....</b>	<b>95</b>
<b>I. Introduction.....</b>	<b>96</b>
<b>II. Comportement en fatigue oligocyclique .....</b>	<b>96</b>
II.1. Conditions expérimentales.....	96
II.2. Influence de l'amplitude de déformation imposée sur le comportement cyclique .....	96
II.3. Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles.....	96
II.4. Courbes d'hystérésis .....	97
II.5. Estimation de la durée de vie.....	100
<b>III. Influence de la température sur le comportement cyclique.....</b>	<b>101</b>
III.1. Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles.....	101
III.2. Courbes d'hystérésis.....	102
<b>IV. Courbes de traction monotone : analyse du 1er cycle .....</b>	<b>103</b>
IV.1. Courbes de traction à 800°C.....	103
IV.2. Courbes de traction à différentes températures .....	104
<b>V. Propriétés en fatigue oligocyclique des autres alliages TiAl.....</b>	<b>105</b>
<b>VI. Analyse des faciès de rupture.....</b>	<b>107</b>
VI.1. Zone d'amorçage.....	108
VI.1.1. Résultats sur IRIS.....	108
VI.1.2. Comparaison avec la littérature.....	109
VI.2. Modes de rupture.....	110
VI.3. Influence de $\Delta\varepsilon/2$ sur les modes de rupture.....	111
VI.4. Influence de la température sur les modes de rupture .....	112
<b>VII. Synthèse et discussion .....</b>	<b>114</b>
<b>Chapitre V Mécanismes de déformation.....</b>	<b>115</b>
<b>I. Introduction et contexte de l'étude.....</b>	<b>116</b>
<b>II. Expériences d'inclinaison du porte objet .....</b>	<b>116</b>
II.1. Détermination des mécanismes à partir de boucles de dislocations .....	116
II.2. Méthodologie expérimentale .....	117
<b>III. Mécanismes de déformation en fatigue oligocyclique.....</b>	<b>120</b>
III.1. Eprouvette $\Delta\varepsilon/2 = 0.6\%$ .....	120
III.1.1. Déformation dans les liserés $\gamma$ .....	121
1) Modes de déformation.....	121
2) Expérience d'inclinaison du porte-objet .....	124
III.1.2. Déformation dans les zones lamellaires .....	126
III.2. Eprouvette $\Delta\varepsilon/2 = 0.3\%$ .....	127

III.2.1. Déformation dans les liserés $\gamma$ .....	127
1) Mode de déformation et caractère des dislocations .....	127
2) Expériences d'inclinaison du porte objet .....	130
III.2.2. Déformation dans les zones lamellaires .....	132
III.3. Synthèse et discussion .....	133
III.3.1. Densité de dislocations en fonction de l'amplitude de déformation.....	134
III.3.2. Mécanismes de déplacement des dislocations ordinaires.....	135
<b>IV. Traction monotone à 800°C .....</b>	<b>138</b>
IV.1. Mode de déformation et caractère des dislocations.....	138
IV.2. Expériences d'inclinaison .....	138
IV.3. Synthèse .....	139
<b>V. Fluage à 850°C .....</b>	<b>141</b>
V.1. Contexte de l'étude.....	141
V.2. Mécanismes de déformation.....	142
V.2.1. Caractérisation des dislocations.....	142
V.2.2. Mécanisme de déplacement.....	144
V.3. Synthèse et discussion .....	146
<b>VI. Conclusion .....</b>	<b>147</b>
<b>Chapitre VI Vieillessement d'IRIS.....</b>	<b>151</b>
<b>I. Contexte de l'étude et conditions expérimentales .....</b>	<b>152</b>
<b>II. Evolution des proportions de phase sous l'effet du vieillissement .....</b>	<b>153</b>
<b>III. Evolution microstructurale des liserés <math>\gamma</math>.....</b>	<b>153</b>
III.1. Vue générale par MEB .....	153
III.2. Analyses chimiques à l'échelle microscopique (STEM-EDX) .....	158
III.3. Orientation des précipités $\beta_0$ dans les liserés.....	160
III.4. Conclusions .....	164
<b>IV. Evolution microstructurale des colonies lamellaires .....</b>	<b>165</b>
IV.1. Vue générale par MEB.....	165
IV.2. Analyses chimiques à l'échelle microscopique (STEM-EDX).....	167
IV.3. Microstructure de l'état non vieilli.....	167
IV.4. Microstructure de l'état vieilli.....	168
IV.5. Orientation des précipités $\beta_0$ dans les colonies lamellaires .....	170
<b>V. Influence du vieillissement sur les propriétés en traction.....</b>	<b>172</b>
<b>VI. Synthèse et discussion.....</b>	<b>174</b>
VI.1. Caractérisation de l'état initial (non vieilli) .....	174
VI.2. Effet du vieillissement sur la microstructure des liserés .....	174
VI.3. Effet du vieillissement sur les colonies lamellaires.....	175

VI.4. Influence du vieillissement sur les propriétés mécaniques.....	176
<b>VII. Conclusions .....</b>	<b>176</b>
<b>Conclusion générale et perspectives .....</b>	<b>179</b>
<b>Références bibliographiques .....</b>	<b>183</b>
<b>Annexe 1 .....</b>	<b>191</b>
<b>I. Introduction.....</b>	<b>192</b>
<b>II. Mécanisme de déformation cyclique.....</b>	<b>192</b>
<b>III. Modélisation de la déformation cyclique .....</b>	<b>193</b>
III.1. Le modèle de Chaboche (Chaboche, 1978).....	193
III.2. Modèle de Contesti et Cailletaud (Contesti, 1988).....	194
L'évolution de chacun des deux domaines est similaire à celle du modèle unifié : .....	<b>195</b>
III.3. Modèle d'Ohno et Wang (Ohno et Wang, 1993) .....	195
III.4. Modèle 2M1C ou modèle de l'ONERA (Sai, 1993) .....	196
III.5. Conclusion.....	197
<b>IV. Modélisation du comportement cyclique de TiAl .....</b>	<b>197</b>
IV.1. Données expérimentales.....	197
IV.2. Les versions du modèle de Chaboche étudiées .....	197
IV.3. Identification des modèles étudiés .....	201
IV.4. Résultats .....	201
<b>V. Conclusion .....</b>	<b>207</b>

# Introduction

---

L'un des enjeux principal de l'industrie aéronautique est de développer des systèmes plus performants et plus légers à la fois. Cette volonté s'inscrit, entre autres, dans une démarche de réduction du carburant consommé par les avions. Afin d'obtenir de meilleures performances telles que des températures de service et des vitesses plus importantes dans les turboréacteurs, de nouvelles classes de matériaux doivent être développées.

Il est admis à présent que les alliages TiAl sont potentiellement capables de répondre à ces exigences [1]. Les recherches durant ces dernières décennies ont permis des avancées considérables dans les procédés d'élaboration, les propriétés mécaniques et les applications industrielles de ces alliages. Ils offrent en effet un bon compromis entre résistance en fluage et une résistance à l'oxydation. Pour des températures allant de 600 à 800°C, les propriétés des alliages TiAl sont comparables à celles des superalliages base nickel et alliages de Titane, couramment utilisées pour les aubes de turbine à basse pression dans les turboréacteurs, tout en présentant une densité presque deux fois plus faible.

En 2011, le constructeur General Electric a introduit des aubes de turbine en Ti-Al<sub>48</sub>-Cr<sub>2</sub>-Nb<sub>2</sub> (communément appelé 48-2-2) dans le moteur GEnX destiné à certains avions de Boeing. De nos jours, plus de 190 000 aubes sont ainsi en service dans les avions Boeing. Ce type de moteur a permis, par rapport aux moteurs de génération précédente, une réduction de 20% de la consommation en carburant, de 50% des émissions sonores et de 80% des émissions d'oxydes d'azote (NO<sub>x</sub>). Plus récemment, Safran Aircraft Engines a également intégré des aubes en 48-2-2 dans le moteur LEAP, destiné à remplacer le CFM56. Le LEAP est en service depuis 2016 dans l'Airbus A320neo. Le procédé d'élaboration choisi par ces deux constructeurs est la fonderie et la microstructure finale obtenue est duplex. Ce procédé peut conduire à des hétérogénéités de microstructures importantes et nécessite des TTH longs afin d'obtenir les propriétés désirées pour les pièces en service.

L'industrie automobile s'intéresse aussi à la famille des alliages TiAl, pour des roues de turbine, les turbochargeurs et valves. En 1999, Mitsubishi Motors Inc. avait introduit des turbochargeurs en TiAl dans le véhicule automobile Lancer 6 [1].

Les freins majeurs empêchant une plus large utilisation des alliages TiAl, sont leur faible ductilité à basse température (0.5 à 2% d'allongement) et l'usinage et finition difficiles des pièces obtenues par fonderie. Des recherches sont ainsi menées sur de nouvelles nuances permettant d'obtenir de meilleures propriétés mécaniques mais également sur les procédés d'élaboration permettant d'obtenir des pièces proches des cotes finales.

C'est dans ce cadre que l'alliage IRIS (Ti<sub>49.92</sub>-Al<sub>48</sub>-W<sub>2</sub>-B<sub>0.08</sub>) élaboré par SPS (Spark Plasma Sintering) a été développé par le CEMES en 2013, dans le cadre de la thèse de T. Voisin [2]. Le procédé, basé sur la métallurgie des poudres permet la densification rapide de pièces proches des cotes finales, et offre la possibilité de contrôler avec précision la microstructure. Ces travaux ont permis d'élaborer l'alliage IRIS lamellaire à petits grains, qui présente des propriétés remarquables en traction et en fluage (1,6% de ductilité à température ambiante, et plus de 4000 h de durée de vie en fluage à 700°C sous 300 MPa). Ces propriétés excèdent les spécifications industrielles pour les aubes de turbines. Par ailleurs, des préformes d'aubes ont été densifiées par SPS, démontrant le potentiel de ce procédé à produire des pièces de géométries complexes. Leur microstructure était homogène dans l'ensemble de la pièce et ce, sans traitement thermique supplémentaire.

Au vue de ces résultats encourageants, l'objectif de la thèse était d'investiguer les propriétés mécaniques de ce matériau autour de 800°C, qui est considéré actuellement comme la température ultime à laquelle les alliages TiAl pourraient être utilisés industriellement. Notamment, mon objectif

était de caractériser le comportement en fatigue oligocyclique de l'alliage IRIS dans ce domaine de température, conditions rarement étudiées dans la littérature. Ces essais ont été complétés par des investigations en fluage et en traction aux mêmes températures. Un autre volet de ce travail a consisté à identifier les mécanismes microscopiques de plasticité pour ces différentes sollicitations, afin d'interpréter les remarquables propriétés macroscopiques observées. Enfin, en raison du domaine de température particulièrement élevé, une caractérisation de la stabilité des microstructures lors de traitements de vieillissement a été entreprise.

Après un premier chapitre portant sur l'état de l'art, et un second chapitre décrivant les différentes techniques expérimentales utilisées au cours de cette thèse, nous présenterons les résultats des travaux obtenus durant ces trois années au CEMES et à l'ICA.

Le chapitre III se concentre sur l'élaboration du matériau par SPS et le développement de pièces de grandes dimensions. La microstructure de la nuance de poudre utilisée pour cette thèse, sera caractérisée.

Dans le chapitre IV, les propriétés mécaniques en fatigue et en fluage à haute température seront étudiées. Des essais de fatigue oligocyclique à des températures variant entre 750 et 850°C ont été effectués. Les résultats seront comparés à ceux obtenus pour d'autres alliages TiAl dans la littérature.

Puis dans le chapitre V, les mécanismes de déformation seront analysés par microscopie électronique en transmission sur des échantillons post-mortem issus des essais mécaniques.

Enfin nous étudierons dans le chapitre VI l'effet du vieillissement à haute température sur la microstructure proche lamellaire à petits grains. Grâce à des observations microscopiques et des analyses chimiques, nous comparerons les microstructures vieilles et non vieilles et tenterons de comprendre les mécanismes à l'origine du vieillissement.

# Chapitre I

## Bibliographie

---

<b>I. Introduction.....</b>	<b>15</b>
<b>II. Alliages TiAl.....</b>	<b>15</b>
II.1. Généralités .....	15
II.2. Procédés d'élaboration.....	15
II.3. Composition chimique.....	16
II.4. Structure cristallographique.....	17
II.5. Diagramme d'équilibre et microstructures .....	18
II.6. Formation de la structure lamellaire .....	19
II.7. Comportement mécanique en traction et en fluage.....	21
<b>III. Mécanismes de déformation dans les alliages TiAl.....</b>	<b>24</b>
III.1. Modes de déformation de la phase $\gamma$ .....	24
III.2. Modes de déformation de la phase $\alpha_2$ .....	29
III.3. Mécanismes de déformation de la microstructure lamellaire .....	30
<b>IV. L'alliage IRIS .....</b>	<b>31</b>
IV.1. Développement de l'alliage.....	31
IV.2. Microstructure .....	31
IV.3. Propriétés mécaniques.....	32
IV.4. Mécanismes de déformation microscopiques.....	33
<b>V. Généralités sur la fatigue oligocyclique.....</b>	<b>35</b>
V.1. Concept de fatigue .....	35
V.2. Les différents domaines en fatigue.....	35
V.3. Fatigue oligocyclique .....	36
V.4. Sollicitation cyclique .....	36
V.5. Evolution cyclique de $\sigma_a$ : courbe $\sigma_a(N)$ .....	37
V.6. Estimation de la durée de vie.....	38

<b>VI. Fatigue oligocyclique des alliages TiAl.....</b>	<b>40</b>
VI.1. Comportement cyclique des alliages TiAl .....	40
VI.2. Faciès de rupture en fatigue .....	44
<b>VII. Mécanismes de déformation des alliages TiAl en fatigue oligocyclique .....</b>	<b>46</b>
VII.1. Structures de dislocations caractéristiques de la fatigue dans les métaux.....	46
VII.2. Structure natte des alliages TiAl.....	47
VII.3. Structure veine .....	50
VII.4. Dégradation des zones lamellaires .....	50
VII.5. Mécanismes classiques dans les alliages TiAl.....	50
VII.6. Conclusion sur les mécanismes de déformation du TiAl en fatigue oligocyclique .....	51
<b>VIII. Conclusions – Objectifs de l'étude.....</b>	<b>52</b>

## I. Introduction

Nous présentons ici la bibliographie concernant les alliages TiAl en général et l'alliage IRIS en particulier, leur comportement mécanique notamment à hautes températures, pour différentes sollicitations (traction, fatigue, fluage), ainsi que les mécanismes microscopiques de plasticité associés. Ce chapitre servira ainsi de base pour l'interprétation des résultats présentés dans les chapitres ultérieurs.

## II. Alliages TiAl

### II.1. Généralités

Les alliages TiAl sont des intermétalliques, dont la structure cristallographique est ordonnée à longue distance. Les liaisons interatomiques ne sont pas uniquement métalliques, mais également covalentes, ce qui leur procure une forte résistance mais aussi une certaine fragilité. La principale caractéristique de ces alliages est de combiner une faible masse volumique ( $\approx 4 \text{ g/cm}^3$ ), de l'ordre de la moitié de celle des superalliages ( $\approx 8 \text{ g/cm}^3$ ), avec une grande résistance mécanique à haute température, et une bonne résistance à l'oxydation, comme montré dans le tableau 1 ci-dessous [3]. Ces propriétés confèrent à ce matériau un fort potentiel dans des applications industrielles à hautes températures, en aéronautique et en automobile notamment. Par exemple, depuis 2006, le moteur GenX de General Electric intègre des aubes de turbines en alliage TiAl dans les zones basse pression des turbines (6e et 7e étages). Plus récemment, la SNECMA a intégré ces alliages dans le moteur LeapX, qui équipe notamment les Airbus A380.

Cependant, la tendance actuelle est d'aller vers une élévation des températures d'utilisation des alliages TiAl (jusqu'à  $\approx 800^\circ\text{C}$ ), ce qui motive des recherches sur le comportement de ces matériaux dans ce domaine de température. Notre travail s'inscrit donc dans ce cadre.

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

Tableau I-1 : Comparaison qualitative de plusieurs propriétés pour des alliages de Ti, des superalliages et des alliages TiAl [3].

### II.2. Procédés d'élaboration

Les procédés d'élaboration de TiAl sont la fonderie, la déformation à chaud (forgeage, laminage, extrusion) et la métallurgie des poudres. Chacun présente des avantages spécifiques, en termes de microstructure ou de possibilités de mise en forme, et, à l'heure actuelle, aucun ne s'est imposé de manière décisive. Nous donnons ci-dessous quelques indications succinctes sur chacun d'entre eux. La technique SPS, utilisée dans le présent travail, ainsi que la présentation des techniques d'élaboration des poudres préallées, seront présentés dans le chapitre II.

### II.2.1. Fonderie

Les microstructures typiques issues de ce procédé sont lamellaires, à grandes tailles de colonies. Des grains colonnaires croissent à partir de la coquille du moule vers le cœur du lingot, où les grains sont plus équiaxes. A cette hétérogénéité de microstructure s'ajoute des hétérogénéités chimiques, provenant de phénomènes de ségrégation. Par ailleurs, ce procédé génère beaucoup de porosités (fissures et retassures) [4]. Néanmoins, c'est le procédé qui est actuellement employé pour élaborer les aubes de turbines mises en service dans l'aéronautique [5].

### II.2.2. Déformation à chaud

Ce procédé consiste à mettre en forme le matériau en le déformant à haute température, dans le domaine  $\alpha$  ( $\approx 1300^\circ\text{C}$ ) ou dans le domaine  $\alpha+\gamma$  ( $\approx 1250^\circ\text{C}$ ) [6]. La principale difficulté rencontrée lors de la mise en œuvre de ce procédé est la mauvaise formabilité à chaud du matériau, en raison notamment d'une tendance à la localisation de l'écoulement plastique [7]. Une amélioration sur ce point a été apportée par le développement d'alliages contenant une forte proportion de phase  $\beta$  stabilisée par le Nb, cette phase présentant une meilleure déformabilité à chaud (alliages TNM [Clemens 2013]). Des préformes d'aubes de turbine ont pu être produites par ce procédé dès le début des années 2000 [6].

### II.2.3. Métallurgie des poudres

Les techniques de métallurgie des poudres classiques consistent à densifier des poudres préallées en les comprimant à haute température. La pression peut être uniaxiale, comme dans le pressage à chaud (hot pressing, HP), ou isostatique comme dans la compaction isostatique à chaud (CIC). Dans le cas du hot pressing, la poudre est enfermée dans un moule en graphite, et la pression est appliquée sur des pistons coulissant dans le moule. Dans le cas du CIC, la poudre est préalablement introduite dans un récipient, et la pression est appliquée par un gaz sous haute pression ( $\approx 200$  MPa) [8]–[10]. Plus récemment, la technique de fabrication additive a connu un développement très important. La méthode utilisée dans le cas de TiAl est la fusion par faisceau d'électrons (electron beam melting, EBM). Elle consiste à faire balayer un faisceau d'électrons sur une couche de poudre d'environ  $50\ \mu\text{m}$  d'épaisseur pour faire fondre puis solidifier localement cette couche. Il est ainsi possible de reconstruire couche par couche une pièce de géométrie complexe [11]–[13]. La compagnie Avio en Italie a lancé la production d'aubes de turbines en TiAl par cette technique, et elle a par la suite été rachetée par la compagnie GE, ce qui illustre les enjeux très importants autour de la fabrication additive de TiAl.

## II.3. Composition chimique

Les alliages intermétalliques TiAl sont constitués majoritairement de phase  $\gamma$ , d'une fraction faible de phase  $\alpha_2$ , et éventuellement d'autres phases qui dépendent des éléments chimiques ajoutés au matériau. Pour des alliages faiblement alliés, la composition en Al est comprise entre 45%at. et 55%at. Elle peut être plus faible pour les alliages fortement alliés. Le tableau ci-dessous donne une compilation des principaux effets des éléments d'addition [14].

Eléments	Effets connus
Al	- Influence la ductilité via la microstructure. Meilleure ductilité pour 46-50%at. d'Al. Dans cette gamme de compositions, la ténacité diminue lorsque la teneur en Al augmente.
B	- Additions > à 0,5%at. réduisent la taille de grain - Améliore la résistance, l'usinabilité ainsi que la coulabilité
C	- Améliore la résistance en fluage et à la fatigue - Réduit la ductilité
Cr	- Additions de 1-3%at. augmentent la ductilité des alliages à microstructure duplex - Additions >2%at. améliorent l'usinabilité et le comportement superplastique - Additions >8%at. augmentent fortement la résistance à l'oxydation
Fe	- Améliore la fluidité en coulée - Augmente la tendance à la fissuration à chaud
Mn	- Additions de 1-3% augmentent la ductilité des alliages à microstructure duplex
Mo	- Améliore la ductilité et la résistance des alliages à grains fins - Améliore la résistance à l'oxydation
Ni	- Améliore la fluidité en coulée
Nb	- Améliore la résistance à l'oxydation
O	- Réduit la ductilité
P	- Réduit la vitesse d'oxydation
Si	- Additions de 0,5-1%at. améliore la résistance à l'oxydation et en fluage - Augmente la fluidité en coulée - Réduit la tendance à la fissuration à chaud
Ta	- Améliore la résistance à l'oxydation et en fluage - Augmente la tendance à la fissuration à chaud
V	- Additions de 1-3%at augmentent la ductilité des alliages à microstructure duplex - Réduit la résistance à l'oxydation
W	- Améliore la résistance à l'oxydation et en fluage

Tableau I-2 : Influence des éléments d'addition. Les proportions des différents éléments sont exprimées en % atomiques.

## II.4. Structure cristallographique

Les caractéristiques des structures cristallographiques des principales phases présentes dans les alliages TiAl à température ambiante et à haute température sont récapitulées ci-dessous (Tableau I-3). La Figure I-1 montre des représentations 3D des structures cristallines de ces phases. Des descriptions plus détaillées peuvent être trouvées dans diverses thèses antérieures [15]–[18].

	Structure	Groupe d'espace	Paramètres de maille
$\alpha$	Hexagonale (A3 désordonnée)	P63/mmc	$a_\alpha = 0,290$ nm $c_\alpha = 0,460$ nm
$\alpha_2$	Hexagonale (DO <sub>19</sub> ordonnée)	P63/mmc	$a_{\alpha_2} = 0,564-0,5783$ nm $c_{\alpha_2} = 0,4619-0,4760$ nm
$\gamma$	Quadratique à faces centrées (L1 <sub>0</sub> ordonnée)	P4/mmm	$a_\gamma = 0,397-0,401$ nm $c_\gamma = 0,404-0,408$ nm
$\beta$	Cubique centrée (A2 désordonnée)	Im $\bar{3}$ m	$a_\beta = 0,320$ nm
$\beta_0$	Cubique centrée (B2 ordonnée)	Pm $\bar{3}$ m	$a_{\beta_0} = 0,315$ nm

Tableau I-3 : Caractéristiques cristallographiques de chaque phase.

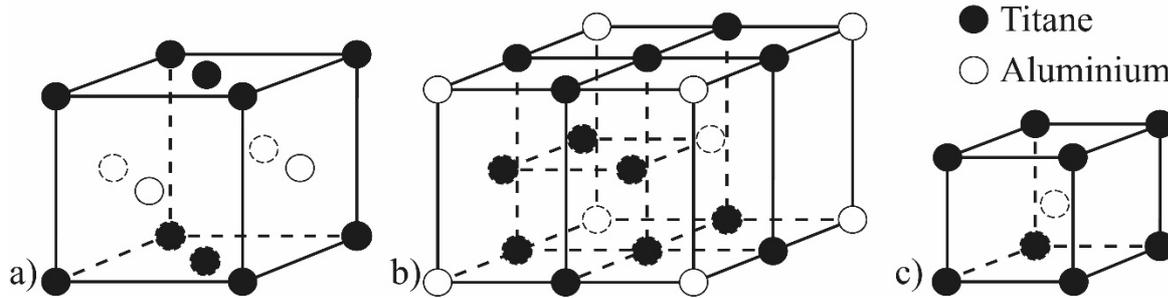


Figure I-1 : Structures cristallines des phases a)  $\gamma$  TiAl, b)  $\alpha_2$  Ti<sub>3</sub>Al, c)  $\beta_0$  TiAl.

La phase  $\gamma$ , de composition TiAl, bien que de structure quadratique à faces centrées, est généralement traitée comme une structure cubique à faces centrées car le rapport  $c/a$  est très proche de 1. Nous utilisons alors les notations introduites par Hug et al. [Hug 1988] : les directions sont notées  $\langle uvw \rangle$  et les plans  $\{ijk\}$ . Cette notation signifie que les deux premiers indices sont permutable.

La phase  $\alpha_2$ , de structure hexagonale et de composition Ti<sub>3</sub>Al, provient de la mise en ordre de la phase  $\alpha$  à partir d'une température qui se situe aux environs de 1100°C mais qui varie en fonction des alliages. Les paramètres de maille de ces deux phases ont naturellement les relations :  $a_{\alpha_2} = 2a_\alpha$  et  $c_{\alpha_2} = c_\alpha$ .

Enfin, la phase  $\beta_0$ , elle aussi de composition TiAl comme la phase  $\gamma$  mais de structure cubique centrée, est issue de la mise en ordre de la phase  $\beta$ . Elle est présente dans des alliages à faible quantité d'aluminium ou contenant des éléments lourds  $\beta$ -gènes.

## II.5. Diagramme d'équilibre et microstructures

La Figure I-2 présente la partie centrale du diagramme d'équilibre de l'alliage TiAl binaire, ainsi que les microstructures correspondantes. A basse température, on observe deux domaines monophasés pour les composés intermétalliques  $\gamma$ -TiAl et  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al. Les microstructures obtenues dépendent des températures auxquelles l'alliage a été élaboré. On obtient donc successivement, par températures d'élaboration croissantes :

- Traitement dans le bas du domaine  $\alpha + \gamma$  : microstructure dite biphasée ou proche  $\gamma$ , constituée de grains  $\gamma$  équiaxes et d'une faible fraction (de l'ordre de 5 % volumique) de phase  $\alpha_2$  ;
- Traitement dans le haut du domaine  $\alpha + \gamma$  : microstructure duplex, composée de grains  $\gamma$  équiaxes, et de colonies constituées de lamelles alternées de phase  $\gamma$  et  $\alpha_2$ . Ces colonies lamellaires résultent de la transformation eutectoïde des grains  $\alpha$  lors du refroidissement. Quand la température est très proche du transus  $\alpha$ , la microstructure ne contient que quelques grains  $\gamma$  résiduels, et elle est dite proche lamellaire ;
- Traitement dans le domaine  $\alpha$  : la totalité du matériau se transforme en colonies lamellaires  $\gamma + \alpha_2$  lors de la transformation eutectoïde. Les grains  $\alpha$  n'étant plus épinglés par des grains  $\gamma$ , leur croissance est très rapide, ce qui conduit la plupart du temps à des colonies lamellaires de très grande taille (plusieurs centaines de  $\mu\text{m}$ ). Nous verrons par la suite comment, dans le cas de la nuance IRIS, ce phénomène a été empêché, pour maintenir des colonies lamellaires de taille réduite. Notons que, par abus de langage, on appelle parfois « grains lamellaires » les colonies lamellaires ;

Les limites de ces différents domaines ne sont pas données précisément, car elles dépendent notamment de la composition en Al et de la teneur en éléments d'addition. Par ailleurs, on constate qu'une ligne du diagramme présente une importance particulière, c'est la ligne de transus  $\alpha$ . Sa détermination est donc importante pour développer les alliages TiAl lamellaires. Comme les autres limites du diagramme de

phase, elle dépend fortement de la composition du matériau. A titre d'ordre de grandeur, pour l'alliage GE servant souvent de référence, la température du transus  $\alpha$  est 1335°C [19].

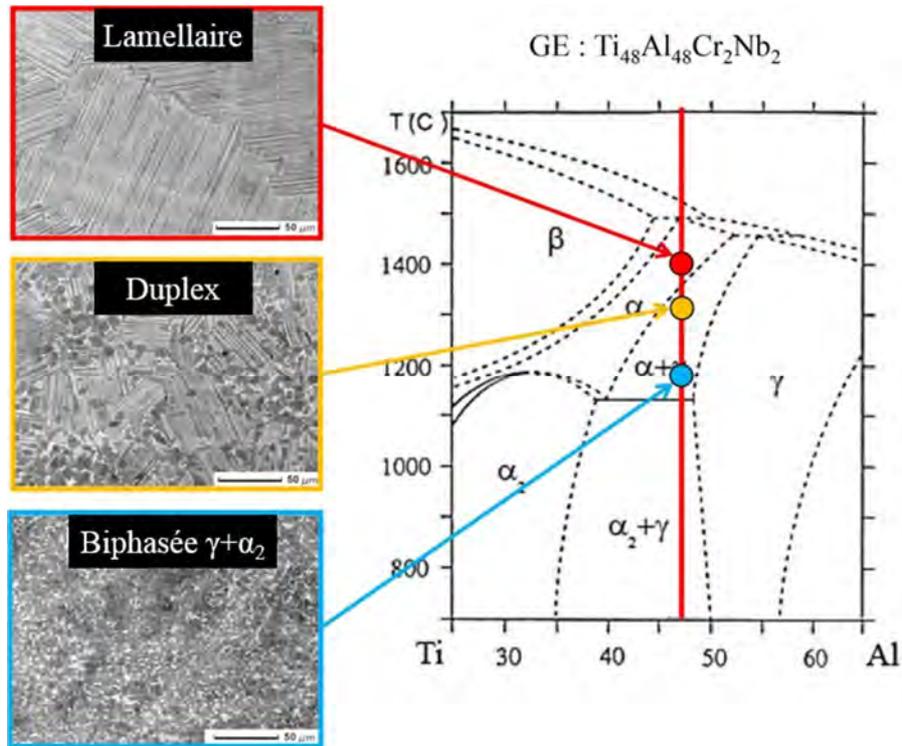


Figure I-2 : Partie centrale du diagramme d'équilibre de l'alliage TiAl binaire et microstructures correspondantes.

## II.6. Formation de la structure lamellaire

Notre étude concernant l'alliage IRIS lamellaire, nous nous arrêtons pour décrire plus en détails la structure cristallographique de ce type de microstructure, ainsi que les mécanismes de formation. Lors du traitement dans le domaine  $\alpha$ , la microstructure est entièrement composée de grains de structure hexagonale désordonnée. La formation des grains lamellaires a lieu lors du refroidissement. Nous donnons maintenant les relations cristallographiques entre les lamelles  $\gamma$  et  $\alpha_2$  [15], [20], [21].

La formation de la phase  $\gamma$  à partir de la phase  $\alpha$  donne les relations d'orientations suivantes pour les phases  $\gamma$  et  $\alpha_2$  :  $(111)_\gamma \parallel (0001)_{\alpha_2}$  avec  $\langle 1\bar{1}0 \rangle_\gamma \parallel \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha_2}$ . Ceci conduit à six types de domaines d'ordre pour la phase  $\gamma$  dans la structure lamellaire  $\gamma/\alpha_2$ . En effet, les trois directions  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  du plan basal de la phase  $\alpha_2$  sont équivalentes, alors que la direction  $[1\bar{1}0]$  et les deux autres directions  $\langle 01\bar{1} \rangle$  du plan (111) de la phase  $\gamma$  ne sont pas équivalentes, en raison de la légère tétragonalité de la phase  $\gamma$  ( $c/a = 1,015$ ). Les six orientations de la direction  $[1\bar{1}0]$  de la phase  $\gamma$  par rapport aux directions  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  de la phase  $\alpha_2$  sont les suivantes (Figure I-3) [21] [20] :

$$[1\bar{1}0]_\gamma \uparrow\uparrow [11\bar{2}0]_{\alpha_2}, [1\bar{1}0]_\gamma \uparrow\uparrow [1\bar{2}10]_{\alpha_2}, [1\bar{1}0]_\gamma \uparrow\uparrow [\bar{2}110]_{\alpha_2} \quad (1)$$

et

$$[1\bar{1}0]_\gamma \uparrow\downarrow [11\bar{2}0]_{\alpha_2}, [1\bar{1}0]_\gamma \uparrow\downarrow [1\bar{2}10]_{\alpha_2}, [1\bar{1}0]_\gamma \uparrow\downarrow [\bar{2}110]_{\alpha_2} \quad (2)$$

où  $\uparrow\uparrow$  et  $\uparrow\downarrow$  signifie respectivement parallèle et antiparallèle. La relation (1) correspond à l'empilement ABCABC... des plans (111) de  $\gamma$  et donnera le groupe d'orientations  $\gamma_I$ , alors que la relation (2) correspond à la séquence d'empilement inverse CBACBA... et donnera le groupe  $\gamma_{II}$ . Ainsi, les

domaines d'ordre correspondant à l'équation (1) et ceux correspondant l'équation (2) sont en relation de macle.

Concernant les relations d'orientations entre les lamelles  $\gamma$ , il y a donc six variantes possibles, notées OR1 à OR6, les trois premières (OR1, OR2, OR3) appartenant au groupe  $\gamma_I$ , les suivantes (OR4, OR5, OR6) appartenant au groupe  $\gamma_{II}$ . On peut alors définir 4 relations d'orientation entre deux lamelles  $\gamma$  :

- Relation d'antiphase (APB) ou accord parfait. Les deux domaines considérés ont la même orientation. Il s'agit des interfaces OR1/OR1, OR2/OR2, OR3/OR3 etc.
- Relation de domaine d'ordre entre lamelles d'un même groupe ( $\gamma_I$  ou  $\gamma_{II}$ ) : OR1/OR2, OR1/OR3, OR2/OR3, OR4/OR5, OR4/OR6, OR5/OR6.
- Relation de macle: OR1/OR4, OR2/OR5, OR3/OR6.
- Relation de pseudo-macle: OR1/OR5, OR1/OR6, OR2/OR4, OR2/OR6, OR3/OR4, OR3/OR5.

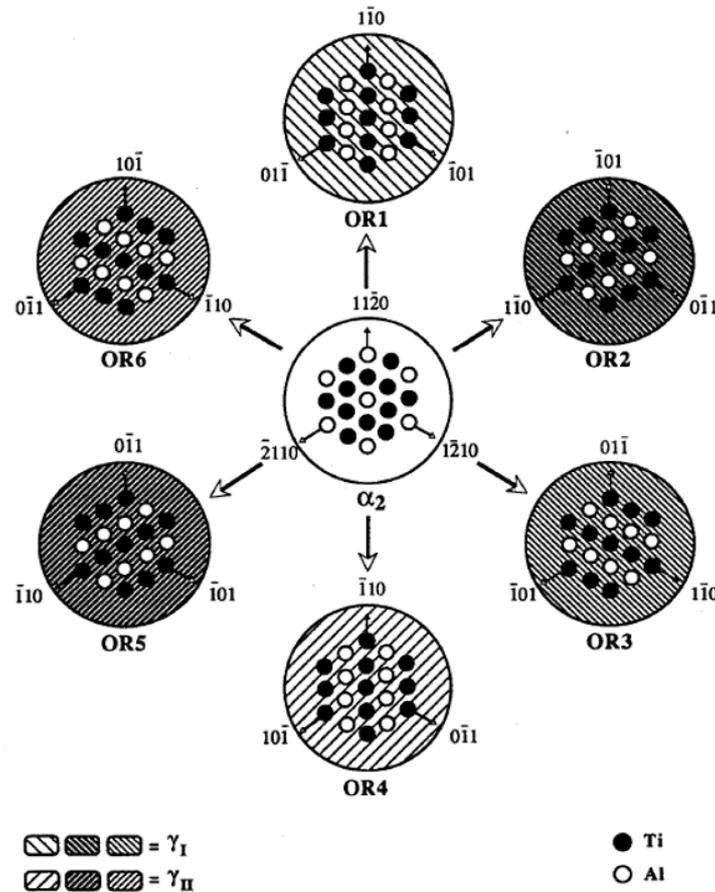


Figure I-3: Schéma représentant les 6 variantes d'orientation de la phase  $\gamma$  vis-à-vis du plan basal de la phase  $\alpha_2$  (représenté au centre) [20].

La formation de la structure lamellaire à partir de la phase  $\alpha$  a été notamment décrite par Zghal et al. (Figure I-4) [22]. Des grains  $\gamma$  dits "allotriomorphes" se formeraient aux joints de grains  $\alpha/\alpha$ . Puis, les lamelles  $\gamma$  se développeraieent à partir de ces grains, dont elles conserveraient l'orientation. Néanmoins, le processus de croissance des lamelles  $\gamma$  est influencé par la vitesse de refroidissement, selon des mécanismes décrits en détails dans l'étude de Dey et al.[23].

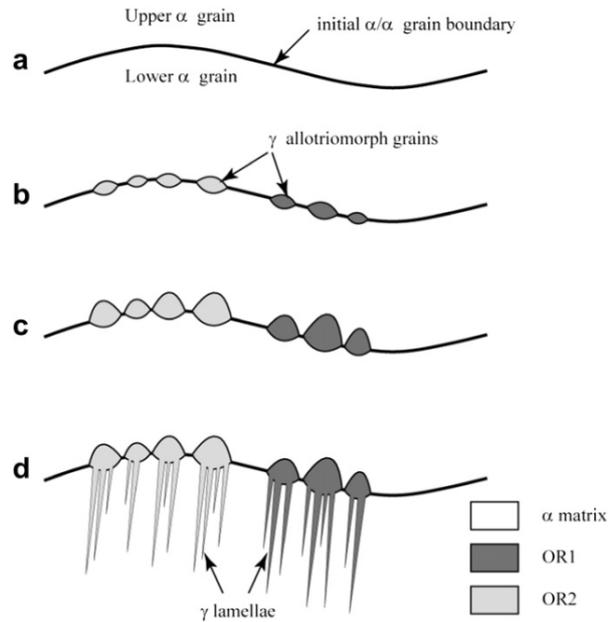


Figure I-4: Mécanisme de germination des lamelles à partir de grains  $\gamma$  allotriomorphes.

### II.7. Comportement mécanique en traction et en fluage

Des exemples de comportement mécanique en traction à température ambiante et en fluage à 815°C pour les microstructures gamma, duplex et lamellaire sont donnés Figure I-5 [24] [25]. On constate qu'un compromis entre ductilité à température ambiante et résistance en fluage est difficile à atteindre. Dans ces exemples, les microstructures gamma et duplex, qui présentent les meilleures ductilités à température ambiante, se déforment aux vitesses les plus élevées en fluage. En d'autres termes, les meilleurs alliages du point de vue de la ductilité sont de microstructures gamma et duplex, mais les meilleurs en fluage sont les lamellaires. La recherche du compromis entre ductilité à température ambiante et résistance en fluage est ainsi au cœur des préoccupations actuelles concernant le développement des alliages TiAl. On verra plus loin que l'intérêt de l'alliage IRIS est qu'il réalise de manière remarquable ce compromis.

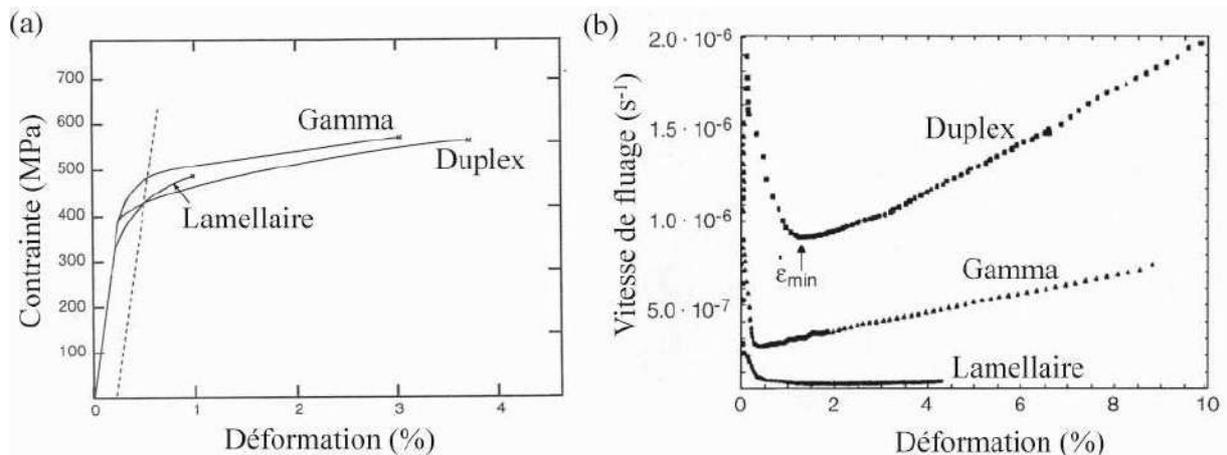


Figure I-5 : Comportement en traction et en fluage en fonction des microstructures. (a) Traction à température ambiante (alliage Ti-Al<sub>44</sub>-Cr<sub>1</sub>-V<sub>1</sub>-Nb<sub>2.5</sub>) [24]. (b) Fluage à 815°C sous 150 MPa (alliage Ti-Al<sub>47</sub>-Cr<sub>2</sub>-Nb<sub>2</sub>) [25].

Nous donnons à présent quelques informations plus détaillées concernant les propriétés à froid et à chaud des microstructures lamellaires, auxquelles appartient le matériau de cette étude.

### II.7.1. Comportement en traction à température ambiante des alliages lamellaires

Pour des matériaux constitués d'un monograin lamellaire (alliages « Polysynthetically Twinned », PST), la limite d'élasticité dépend très fortement de l'orientation de l'axe de traction par rapport à celle des lamelles (Figure I-6) [26] [27]. La limite d'élasticité est plus élevée lorsque l'axe de traction est perpendiculaire ou parallèle au plan d'interface (orientations dites à  $90^\circ$  et  $0^\circ$ ), car dans ces situations ces interfaces représentent des obstacles forts aux dislocations mobiles. Par contre, lorsque l'angle entre l'axe de sollicitation et le plan d'interface est proche de  $45^\circ$ , les dislocations se déplacent dans des plans parallèles aux lamelles, sans rencontrer les plans d'interface.

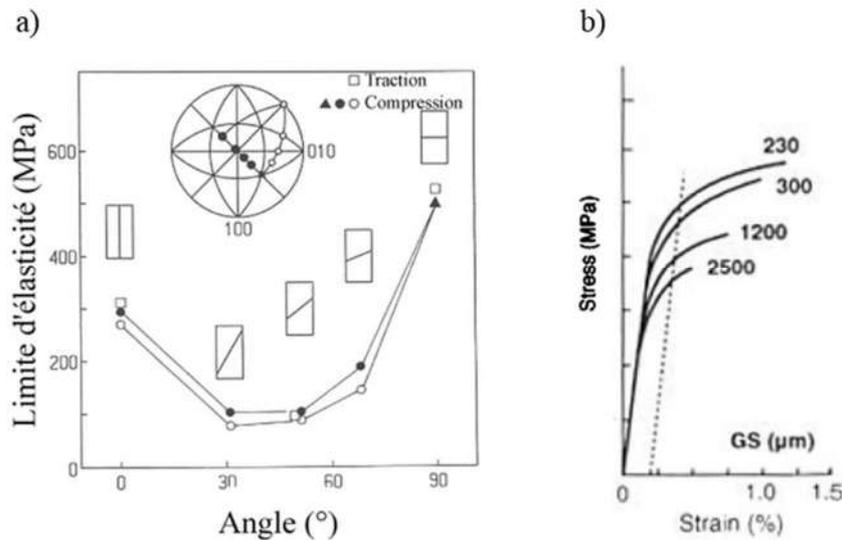


Figure I-6: a) Limite d'élasticité en compression à température ambiante d'un alliage PST pour plusieurs orientations des lamelles [27] ; b) Courbes contrainte-déformation en fonction de la taille des colonies lamellaires (GS) en  $\mu\text{m}$  [28].

Par ailleurs, plusieurs auteurs [28] [29] ont noté une influence de la taille des colonies lamellaires sur la limite d'élasticité du matériau (effet Hall-Petch). Un exemple de courbes contrainte-déformation pour plusieurs tailles de colonies lamellaires est donné Figure I-6 (b).

### II.7.2. Comportement en fluage des alliages lamellaires

Le fluage d'alliages TiAl lamellaires a fait l'objet de deux thèses précédentes au CEMES [17] [2], auxquelles le lecteur pourra se référer. Nous nous contentons ici de rappeler rapidement quelques notions concernant le comportement mécanique dans ce mode de sollicitation.

Un essai de fluage permet d'évaluer la capacité du matériau à supporter une contrainte constante dans le temps à haute température. Le comportement en fluage des alliages TiAl correspond de manière générale à celui de nombreux matériaux métalliques. Trois domaines successifs sont observés lors de l'essai de fluage (Figure I-7) :

- fluage primaire : la vitesse de déformation diminue avec le temps ;
- fluage secondaire : la vitesse de déformation est constante (ou quasiment constante) ;
- fluage tertiaire : la vitesse de déformation augmente rapidement avec le temps, ce qui conduit à la rupture.

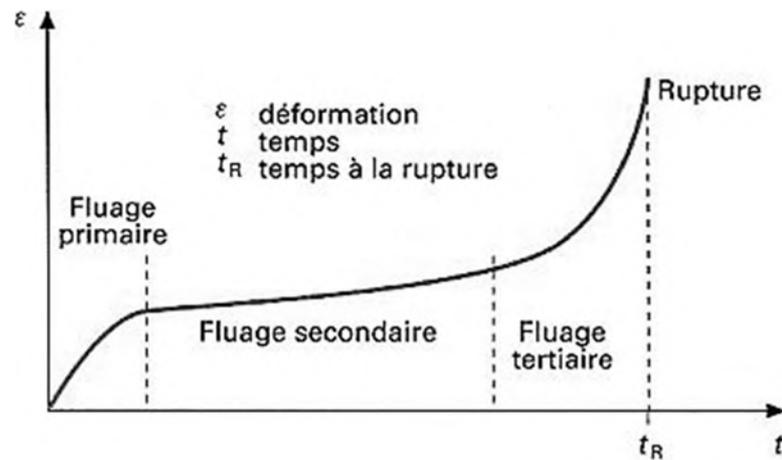


Figure I-7: Courbe typique d'un essai de fluage [30]

Dans le cas des alliages TiAl, la vitesse de déformation en fluage secondaire n'est en général pas constante, mais diminue jusqu'à une valeur minimum, et augmente ensuite (voir Figure I-5.b). On caractérise donc souvent la résistance en fluage des alliages TiAl par leur vitesse de fluage minimum  $\dot{\varepsilon}$ . Elle suit la loi phénoménologique suivante :

$$\dot{\varepsilon} = A_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \sigma^n$$

avec :  $Q$ , énergie d'activation ;  $n$ , exposant de contrainte ;  $T$ , température et  $A_0$ , constante du matériau. A titre d'exemple, pour un alliage lamellaire flué à 800°C, une valeur d'exposant de contrainte  $n = 4,6$  a été obtenue. L'énergie d'activation  $Q$ , assez dispersée, se situait entre 200 kJ/mol et 400 kJ/mol [17], ce qui est dans l'ordre de grandeur de l'énergie d'activation d'autodiffusion de l'Al dans TiAl (360 kJ/mol [31]). Ceci suggère l'influence de la diffusion comme mécanisme élémentaire contrôlant la cinétique de fluage.

### III. Mécanismes de déformation dans les alliages TiAl

Nous présentons ici les mécanismes microscopiques de plasticité dans les principales phases des alliages TiAl ( $\gamma$  et  $\alpha_2$ ). Puis, nous présenterons les mécanismes identifiés dans les microstructures lamellaires.

#### III.1. Modes de déformation de la phase $\gamma$

La phase  $\gamma$  a une structure quadratique qui est généralement assimilée à une structure cubique à faces centrées, car le rapport des paramètres de maille  $c/a$  est très proche de 1. Elle se déforme alors suivant les dislocations classiques d'un cristal cubique à faces centrées : des dislocations parfaites et des dislocations partielles. Mais compte tenu de la symétrie réduite de la structure  $\gamma$  (structure ordonnée), seules certaines directions du réseau sont privilégiées par les dislocations. Pour les décrire, on utilise la notation introduite par Hug *et al.* [32]: les directions sont notées  $\langle uvw \rangle$  et les plans  $\{ijk\}$ . Le chevron et l'accolade indiquent que toutes les permutations sont autorisées pour les deux premiers indices de Miller alors que le troisième est fixe.

Dans la phase  $\gamma$ , la déformation est principalement due au glissement de dislocations ordinaires et au maillage.

Les dislocations parfaites ont des vecteurs de Burgers qui correspondent à des translations parfaites du réseau : lorsque la dislocation cisaille le cristal, elle le restaure parfaitement derrière elle.

C'est le cas des dislocations ordinaires et des superdislocations.

#### III.1.1. Dislocations ordinaires à température ambiante

Les dislocations ordinaires ou simples ont le vecteur de cisaillement (vecteur de Burgers) le plus court et est alors de type  $1/2 \langle 110 \rangle$ , alors que dans un cubique à faces centrées ce vecteur est de type  $1/2 \langle 110 \rangle$ . Comme cité auparavant, cette différence est due au caractère ordonnée de la structure  $\gamma$  : le rayon atomique du titane est supérieur à celui de l'aluminium, le vecteur de cisaillement le plus court est alors parallèle à une rangée d'atomes de titane. Deux vecteurs de burgers sont donc possibles (Figure I-8). Elles ont été observées à la fois à haute température et à l'ambiante.

##### 1) Systèmes de glissement

Généralement, ces dislocations vis se déplacent dans les plans cristallographiques de forte densité, qui correspondent dans les CFC aux plans  $\{111\}$ . La combinaison d'une direction et d'un plan de glissement est appelé système de glissement. Quatre systèmes de glissement sont possibles pour ce type de dislocation dans la phase  $\gamma$  :

$$\begin{aligned} & \bullet \frac{1}{2} [110](1\bar{1}1) & \bullet \frac{1}{2} [1\bar{1}0](111) \\ & \bullet \frac{1}{2} [110](\bar{1}11) & \bullet \frac{1}{2} [1\bar{1}0](\bar{1}\bar{1}1) \end{aligned}$$

Chaque vecteur de Burgers appartient à deux plans  $\{111\}$ .

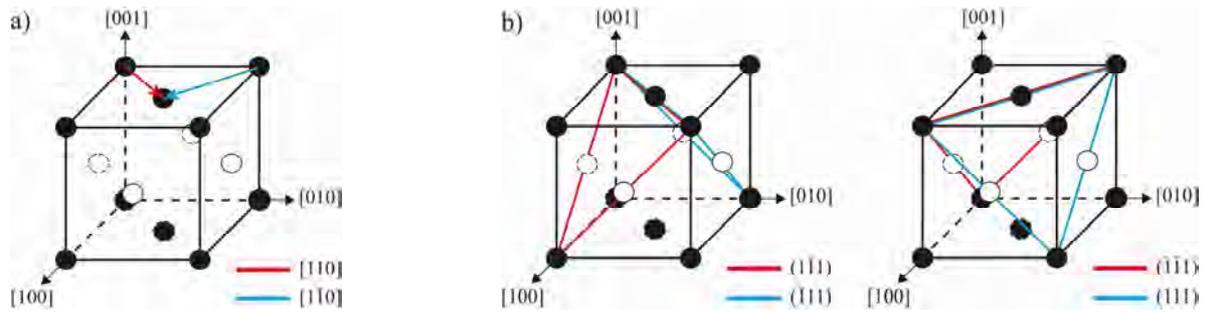


Figure I-8 : Systèmes de glissement par dislocations ordinaires de la phase  $\gamma$  TiAl : a) Vecteurs de Burgers, b) Plans de glissement.

## 2) Morphologie des dislocations

Le déplacement des dislocations ordinaires à température ambiante engendre la formation de boucles, qui par leur structure ont un caractère mixte. Selon l'orientation du vecteur de Burgers, on les divise en deux groupes, les boucles de glissement et les boucles prismatiques (Figure I-9).

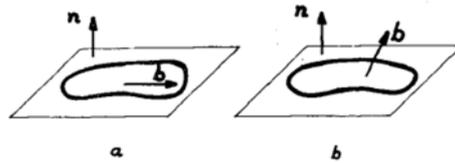


Figure I-9: Boucles de dislocations : a) boucle de glissement, b) boucle prismatique [33].

Elles se forment selon plusieurs mécanismes, allant du plus simple au plus complexe [34]:

- Mécanisme d'Orowan, résultant du contournement d'un précipité par glissement d'une dislocation ordinaire. La boucle formée est appelée boucle d'Orowan, elle a le même vecteur de Burgers et se trouve dans le même plan que la dislocation initiale ;
- Glissement dévié des dislocations, qui engendre la formation de boucles prismatiques. Elles ont le même vecteur de Burgers que les dislocations initiales mais reposent hors des plans primaires et hors des plans de glissement dévié ;
- Un mécanisme complexe de dissociation de dislocations à l'origine de plusieurs types de boucles fautées et non fautées. Elles se trouvent dans le plan de glissement primaire mais leur vecteur de Burgers est différent de celui des dislocations initiales.

Pour activer le mécanisme d'Orowan, il est nécessaire d'avoir des obstacles extrinsèques tels que des précipités, ce qui n'est pas le cas pour les deux derniers mécanismes. Ils pourraient alors expliquer la présence de boucles dans la phase  $\gamma$ .

On note une préférence pour les segments rectilignes allongés selon la direction de leur vecteur de Burgers, [18] [35]–[37]. Ces segments rectilignes sont donc de caractère vis. Ceci résulte du fait que les portions coins des boucles ont une mobilité beaucoup plus grande que les portions vis. Les boucles présentent donc des morphologies d'ellipses très allongées dans leur direction vis. Ainsi, par microscopie électronique, on observe plus fréquemment des segments rectilignes parallèles à la direction vis (Figure I-10). Ces dislocations sont généralement ancrées sur de nombreux points d'épinglements, comme décrit plus en détail ci-dessous.



Figure I-10: Liseré  $\gamma$  de l'alliage IRIS déformé par glissement de dislocations ordinaires (flèches noires) et maillage (flèches blanches) [2].

### 3) Nature des points d'épingle

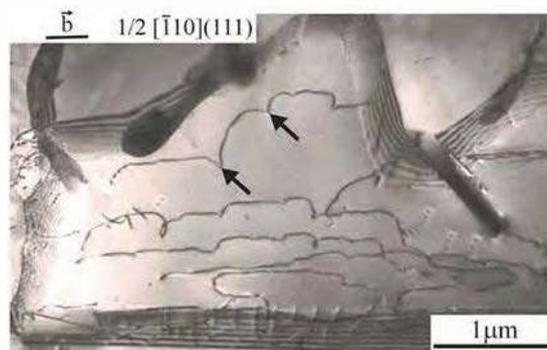


Figure I-11 : Dislocations ordinaires ancrées en de nombreux points d'épingle [2]

L'origine des points d'épingle dans les dislocations a fait l'objet de plusieurs études détaillées. Loucher *et al.* affirment que la formation des points d'épingle est due à deux ingrédients fondamentaux : une importante force de friction (contrainte de Peierls élevée) qui induit la formation de kinks, et le déplacement des dislocations par glissement dévié. Les dislocations vis sont soumises à une contrainte de Peierls élevée et ont tendance à se déplacer par glissement dévié, la collision alors des kinks (crosslink) formés dans les différents plans de glissement dévié forment les points d'épingle [38]. Sriram *et al.* propose aussi le même mécanisme : les dislocations se déplacent par glissement dévié, cela entraîne la formation de jogs (crans) plus ou moins longs qui se comportent comme des points d'épingle [39].

Une autre explication proposée par Zghal *et al* [40] repose quant à elle sur l'origine chimique des points d'épingle, en raison de plusieurs arguments :

i) Des essais In situ ont permis de constater leur présence le long de dislocations ordinaires vis, non vis, et de dislocations de Shockley. Ces dernières ne peuvent pas se déplacer par glissement dévié. Les

dislocations successives s'ancrent aux mêmes points et ce, quel que soit leur caractère. Häussler *et. al* [41] corroborent cette étude; il observe des superdislocations ancrées en de nombreux points d'épinglage ayant une forme similaire aux dislocations ordinaires. Ils ne peuvent donc pas se former suite au glissement dévié des dislocations vis et seraient extrinsèques aux dislocations.

ii) Par ailleurs, ces points d'épinglage pourraient être dus à la ségrégation des atomes d'oxygène issus de l'oxydation sous forme de précipités constitués de quelques atomes. Ce résultat rejoint l'étude de Morris [42] qui avait montré que les dislocations ordinaires sont moins épinglées quand la quantité d'oxygène est réduite.

iii) Les analyses stéréographiques de Grégori [43] ne confirment pas l'hypothèse du glissement dévié, elles montrent que la densité des points d'épinglage diminue lorsque le matériau subit un traitement thermique conduisant à la précipitation des éléments interstitiels en excès.

Enfin, l'article de Katzarov *et.al* [44] pose la question sur la nature de ces points d'épinglage le long de dislocations ordinaires : sont-ils intrinsèques ou extrinsèques aux dislocations ? Grâce à des simulations de Monte Carlo et des calculs atomistiques, ils concluent que les points d'épinglage ne sont pas intrinsèques aux dislocations mais sont dus aux impuretés contenues dans le cristal.

### III.1.2. Comportement des dislocations ordinaires à hautes températures

La déformation à haute température de la phase  $\gamma$  a été largement étudiée. De nombreux travaux montrent ainsi que le comportement des dislocations diffère de celui adopté à température ambiante.

Ainsi, Viguié *et.al* [35] observent que pour  $300^\circ\text{C} < T < 600^\circ\text{C}$ , la déformation est principalement due au déplacement des dislocations vis et que la densité des points d'épinglage augmente. Pour  $T > 600^\circ\text{C}$ , le mode de déplacement des dislocations change, cette température marque le domaine de la montée des dislocations ordinaires. A plus haute température, selon plusieurs auteurs, la ductilité des matériaux déformés au-delà de la transition fragile-ductile serait due en partie au mécanisme de montée des dislocations [37] [36]. Par ailleurs, des expériences d'inclinaison du porte objet (Figure I-12) [45] ainsi que des essais *in situ* [36] ont mis en évidence le mouvement de montée des dislocations ordinaires à haute température.

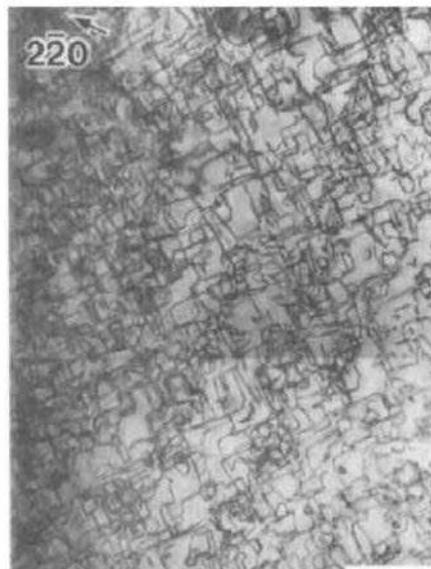


Figure I-12. - Phase  $\gamma$  déformée en compression à  $900^\circ\text{C}$  [45].

L'hypothèse de l'activation de la montée a été notamment étudiée en détails par Kad et Fraser [37]. Ces auteurs observent qu'à  $900^\circ\text{C}$  les dislocations ordinaires s'organisent différemment suivant la vitesse de déformation. Pour une vitesse de déformation élevée ( $10^2 \text{ s}^{-1}$ ), les dislocations ordinaires ont tendance à s'organiser en segments rectilignes alignés selon leur direction vis (Figure I-13) et que leur densité augmente avec la température. Les systèmes de glissement activés sont conformes à ceux prédits par le

facteur de Schmid. Cependant, une partie de la dislocation vis peut être courbée (généralement la fin du segment), cette partie étant alors de caractère coin [37] [46].

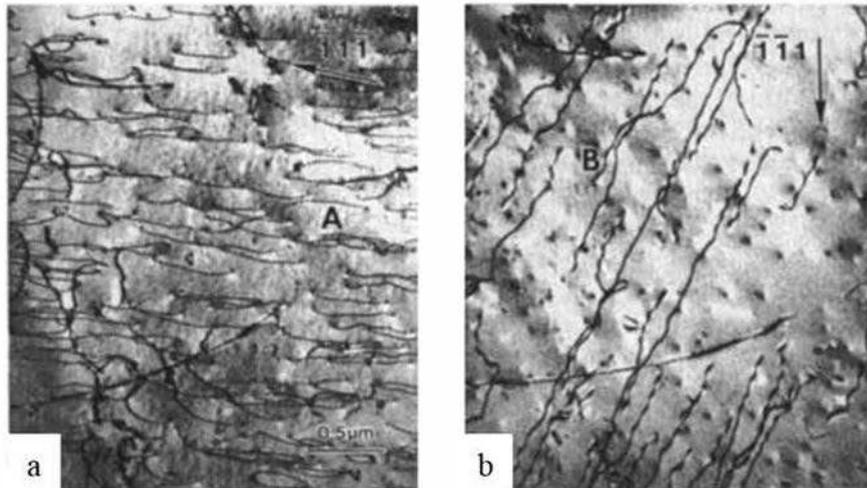


Figure I-13 : Phase  $\gamma$  déformée à 900°C en compression par deux familles de dislocations ordinaires vis : a) Famille A, b) Famille B. [37]

Pour des vitesses de déformation plus faibles ( $< 10^2 \text{ s}^{-1}$ ), la déformation est principalement due aux dislocations ordinaires courbées, celles-ci n'ont pas de caractère marqué. Kad et Fraser observent aussi des boucles dont le plan n'est pas le plan de glissement (plans  $\{111\}$ ) (Figure I-14). Ces morphologies s'interpréteraient par la montée des dislocations. Ces auteurs concluent que la déformation résulte d'une combinaison de glissement et de montée, le glissement générant en début de déformation des dislocations appropriées à un déplacement ultérieur par montée.

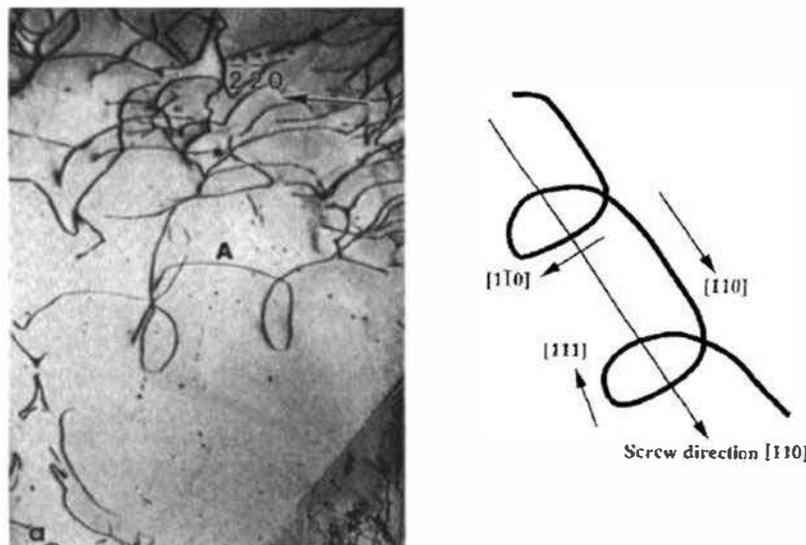


Figure I-14 - Grain  $\gamma$  déformé par des dislocations courbées : dislocation ordinaire A avec deux boucles et son schéma de la montrant les directions des différentes lignes de la dislocation

### III.1.3. Déformation par maillage

Il a été montré que le maillage est dû au glissement de dislocations partielles de Shockley de type  $\frac{1}{6}\langle 112 \rangle$  sur des plans  $(111)$  adjacents (Figure I-15). L'activation de macles se fait en respect de la loi de Schmid appliquée aux dislocations de Shockley [47] [48] soit au sein même d'un grain  $\gamma$ , soit aux joints de grains

ou aux interfaces [47] [49] [50]. Différentes interactions peuvent alors avoir lieu, soit avec d'autres macles activées dans le même grain, soit avec des dislocations ordinaires [48] [51]–[54].

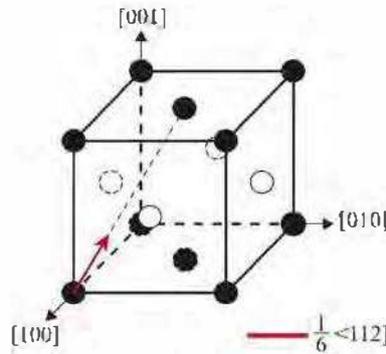


Figure I-15: Vecteur de Burgers d'une dislocation partielle de Shockley à l'origine du maclage dans la phase  $\gamma$  de TiAl.

### III.1.4. Superdislocations

Très peu observées dans des alliages polycristallins polyphasés, elles ont été principalement mises en évidence dans des alliages monophasés ou monocristallins. Ce sont des dislocations du superréseau chimique qui glissent sur les plans denses (111) (Figure I-16). Il en existe deux types aux vecteurs de Burgers différents [51] [55] [56] :

- $\vec{b} = a\langle 011 \rangle$  (ou  $a\langle 101 \rangle$ )
- $\vec{b} = \frac{a}{2}\langle 112 \rangle$

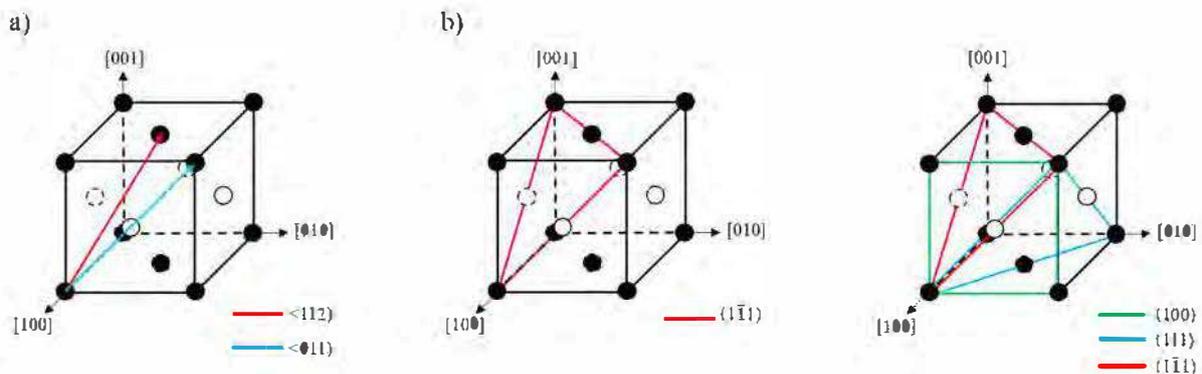


Figure I-16: Systèmes de glissement par superdislocations de la phase  $\gamma$  TiAl : a) Vecteurs de Burgers, b) Plans de glissement.

### III.2. Modes de déformation de la phase $\alpha_2$

Une étude d'un alliage monophasé  $\alpha_2$  a montré que la déformation se fait principalement par glissement de paires de dislocations de vecteur de Burgers  $\vec{b} = \frac{1}{6}\langle 11\bar{2}0 \rangle$  dans le plan prismatique de type  $\{10\bar{1}0\}$  ainsi que, moins fréquemment, par glissement de paires de dislocations de vecteur de Burgers  $\vec{b} = \frac{1}{6}\langle 11\bar{2}6 \rangle$  dans le plan pyramidal de type  $\{10\bar{2}\bar{1}\}$  [46]. La structure  $\alpha_2$  est peu ductile du fait de l'impossibilité des dislocations de type  $\vec{b} = \frac{1}{6}\langle 11\bar{2}0 \rangle$  de glisser sur des plans différents de  $\{10\bar{1}0\}$ , tel que le plan de base (0001), et de la faible mobilité des dislocations de type  $\vec{b} = \frac{1}{6}\langle 11\bar{2}6 \rangle$ .

Néanmoins, il a été montré que la phase  $\alpha_2$  pouvait être rendue plus ductile, par exemple, par l'ajout de niobium [46]. Des essais *in-situ* menés notamment dans l'alliage Ti-Al<sub>23,7</sub>-Nb<sub>9,4</sub> expliquent que la mise en solution de niobium dans la phase  $\alpha_2$  pourrait être à l'origine d'une meilleure homogénéité du glissement dans le plan de base et ainsi participer à l'amélioration de la ductilité de cette phase [57].

A haute température ( $T > 650^\circ\text{C}$ ), plusieurs études [46] [58] [59] ont montré que le système de déformation principal reste le glissement de paires de dislocation  $\vec{b} = \frac{1}{6}\langle 11\bar{2}0 \rangle$  dans le plan  $\{10\bar{1}0\}$  comme à température ambiante. De plus, à ces températures, l'activation de rangées de boucles observées le long de  $[0001]$  a mis en évidence la montée de dislocations ayant un vecteur de Burgers parallèle à la direction  $\langle 1120 \rangle$ .

Néanmoins, nous considérerons dans ce qui suit que la phase  $\alpha_2$  est indéformable, du fait de la moins grande résistance mécanique de la phase  $\gamma$  [60].

### III.3. Mécanismes de déformation de la microstructure lamellaire

Dans les zones lamellaires, le phénomène qui contrôle la résistance mécanique du matériau est le mécanisme de transmission de la déformation d'une lamelle à l'autre, par le franchissement d'interfaces  $\gamma/\gamma$  ou  $\gamma/\alpha_2$ .

Dans le premier cas, la transmission d'interfaces  $\gamma/\gamma$  va être principalement gouvernée par la réaction la plus favorable énergétiquement en fonction de plusieurs critères [61] [62] qui sont :

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

Ainsi, la transmission est généralement plus facile pour les macles que pour les dislocations ordinaires [61].

Le franchissement des interfaces  $\gamma/\alpha_2$  peut se produire de deux façons différentes : par effet élastique ou par déformation plastique des lamelles  $\alpha_2$ . Le premier mécanisme est souvent observé pour des lamelles  $\alpha_2$  très fines et lorsque les deux lamelles  $\gamma$  l'entourant ont la même orientation. Dans le cas où la lamelle  $\alpha_2$  se déforme plastiquement, la transmission de la déformation va se faire par le glissement de dislocations de type  $\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle \{1\bar{1}00\}$  dans la lamelle  $\alpha_2$ , générées par l'accumulation de dislocations de Shokley de type  $\frac{1}{6}\langle 112 \rangle (111)$  à l'interface dans la première lamelle  $\gamma$  [63]. Néanmoins, ce cas est peu observé du fait de la faible plasticité de la phase  $\alpha_2$ .

En résumé, la déformation se produit essentiellement dans les lamelles  $\gamma$ , par glissement de dislocations vis ordinaires et par maclage, en accord avec la loi de Schmid. La transmission de la déformation d'une lamelle à l'autre n'est pas systématique, et nécessite des contraintes élevées que seules, en général, les macles parviennent à générer.

## IV. L'alliage IRIS

L'alliage IRIS, dont nous caractérisons ici le comportement à chaud, a été développé et caractérisé mécaniquement dans la thèse de Thomas Voisin [2]. Nous donnons ici des éléments bibliographiques sur lesquels nous nous appuyerons dans la suite de ce mémoire.

### IV.1. Développement de l'alliage

L'idée maîtresse pour le développement de l'alliage IRIS était d'obtenir une microstructure lamellaire à colonies fines ( $< 50 \mu\text{m}$ ), et contenant des éléments lourds. En effet, comme on a vu précédemment, les microstructures lamellaires sont celles qui donnent les meilleures résistances en fluage. Mais, pour que le matériau présente une ductilité à température ambiante suffisante, des colonies lamellaires de taille réduites étaient nécessaires, probablement pour réduire la taille des empilements de dislocations dans les modes mous d'orientations lamellaires. La démarche d'élaboration de cet alliage est décrite en détails dans l'article de Voisin et al. [64].

Pour réduire la taille des colonies lamellaires, l'idée a été d'ajouter du Bore, bien connu pour donner des microstructures d'alliages TiAl fines [65]. L'effet du bore dans les alliages TiAl a notamment été étudié en détails par Hu et al. [66] [67]. Plusieurs hypothèses ont été avancées pour interpréter la réduction de taille des colonies lamellaires, notamment la limitation de la croissance des grains dans le domaine  $\alpha$  par la présence de borures [68]. Des observations d'interactions entre joints de grains lamellaires et borures  $\text{TiB}_2$  dans des alliages obtenus par SPS [69] vont dans ce sens. Un autre facteur de réduction de la croissance des grains  $\alpha$  est la présence de W dans l'alliage IRIS, ce qui favoriserait la présence de phase  $\beta$  [64], susceptible de freiner également la croissance des grains  $\alpha$ . Enfin, la rapidité du procédé SPS va également dans le sens de l'obtention de microstructures fines.

Par ailleurs, pour optimiser la résistance en fluage, nous avons choisi d'élaborer des matériaux contenant du W. En effet, la thèse d'Houria Jabbar [18] a montré que la présence d'éléments lourds en solution solide (W, Re) augmentait la durée de vie en fluage d'alliages élaborés par SPS [70]. Le Re n'a cependant pas été retenu pour l'alliage IRIS, en raison de son coût.

Ces considérations ont abouti à la nuance IRIS de composition nominale  $\text{Ti}_{49,92}\text{-Al}_{48}\text{-W}_2\text{-B}_{0,08}$ , qui a été obtenue par atomisation chez Crucible puis ATI.

### IV.2. Microstructure

La microstructure obtenue après élaboration par SPS est à colonies lamellaires fines, d'une taille de 35 à 45  $\mu\text{m}$ , entourées de liserés de phase  $\gamma$  d'une largeur de 5 à 10  $\mu\text{m}$  contenant des précipités  $\beta_0$  (Figure I-17) [64]. Une analyse par diffraction au MET présentée dans cette étude a montré que les précipités  $\beta_0$  étaient des précipités secondaires, et qu'ils ne résultaient donc pas d'une rétention de phase  $\beta$  à température ambiante.

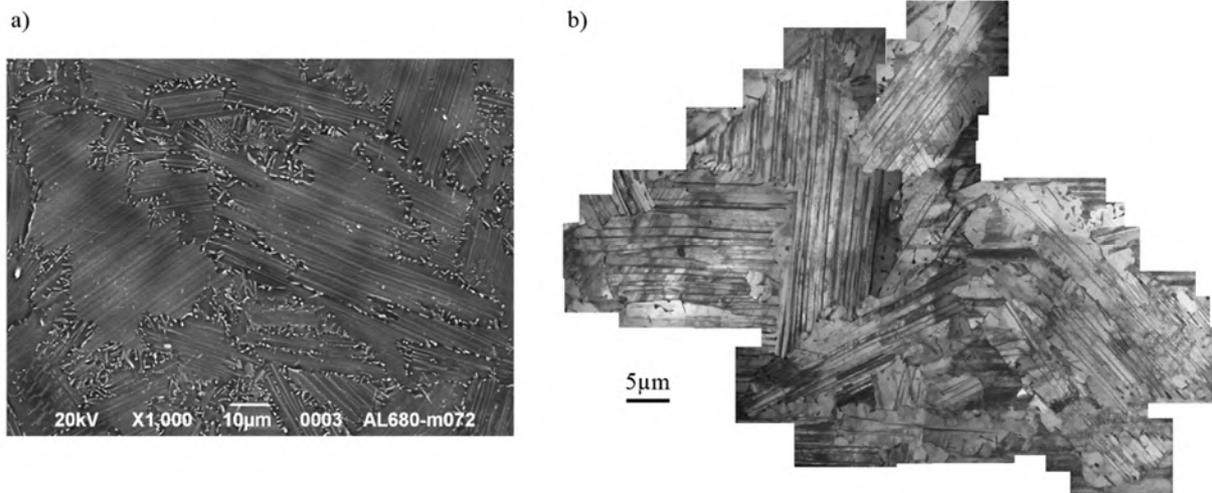


Figure I-17: Microstructure lamellaire fine de l'alliage IRIS élaboré par SPS. a) Image MEB ; b) Image MET.

### IV.3. Propriétés mécaniques

La Figure I-18 illustre les remarquables propriétés mécaniques d'IRIS [64]. La Figure I-18 (a) montre la très bonne reproductibilité des propriétés mécaniques de matériaux élaborés à différentes températures sur un intervalle de 75°C. La ductilité est élevée pour ce type de matériau, puisqu'elle atteint 1.6%. Dans le même temps, la résistance en fluage est excellente, dépassant 4000 h dans des conditions classiques (700°C, 300 MPa, Figure I-18.b). A titre de comparaison, la durée de vie en fluage dans les mêmes conditions d'un alliage GE biphasé élaboré par SPS n'est que de 140 h. Enfin, la Figure I-18 (c) montre que la limite d'élasticité d'IRIS devient supérieure à celle de nombreux autres alliages TiAl au-dessus de 800°C. Ces excellentes propriétés ont conduit à un brevet [71].

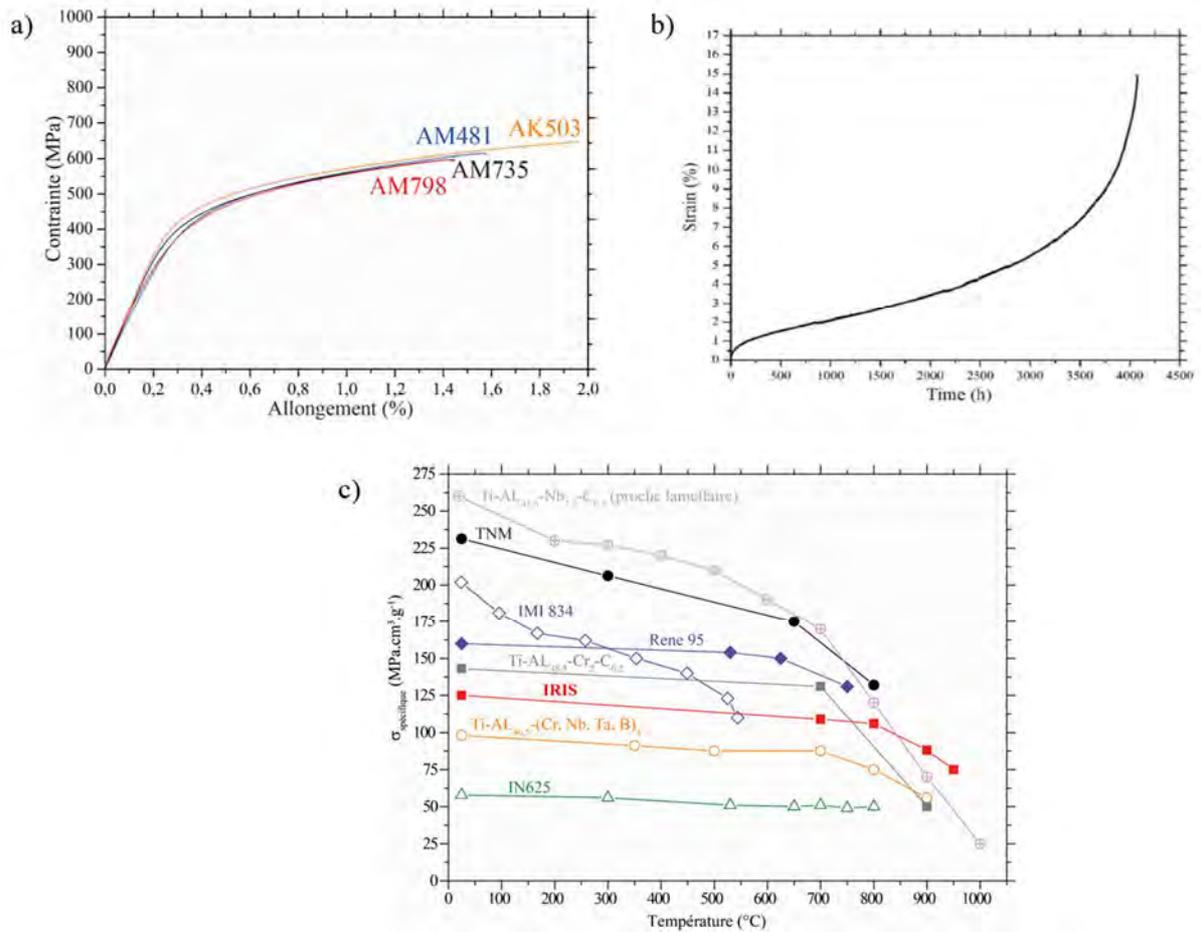


Figure I-18: (a) Courbes de traction à température ambiante ( $v = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) pour des matériaux élaborés entre des températures d'échantillon de 1355°C et 1430°C. (b) Courbe de fluage (700°C, 300 MPa) du matériau élaboré à 1355°C. (c) Evolution de la limite d'élasticité d'IRIS en fonction de la température ( $v = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ), comparée à celle de différents alliages TiAl [64].

#### IV.4. Mécanismes de déformation microscopiques

Les mécanismes de déformation de l'alliage IRIS à température ambiante et en fluage (700°C, 300 MPa) ont été étudiés en détails dans la thèse de Thomas Voisin [2] [64]. A température ambiante, la déformation de la phase  $\gamma$  se produisait par des mécanismes classiques de glissement des dislocations ordinaires et de macles, avec néanmoins un phénomène non conventionnel d'épinglage des segments non-vis. En fluage, des expériences d'inclinaison du porte objet (Figure I-19) ont mis en évidence le mécanisme de montée mixte. En effet, les plans de plusieurs boucles de dislocations n'étaient ni des plans de glissement, car ils ne contenaient pas le vecteur de Burgers, ni des plans de montée. Par ailleurs, les colonies lamellaires se déformaient à température ambiante, ce qui permettait d'accroître la ductilité. En fluage, la déformation était localisée dans les liserés  $\gamma$ , les zones lamellaires ne se déformant pas, ce qui expliquait la grande résistance mécanique du matériau à haute température.

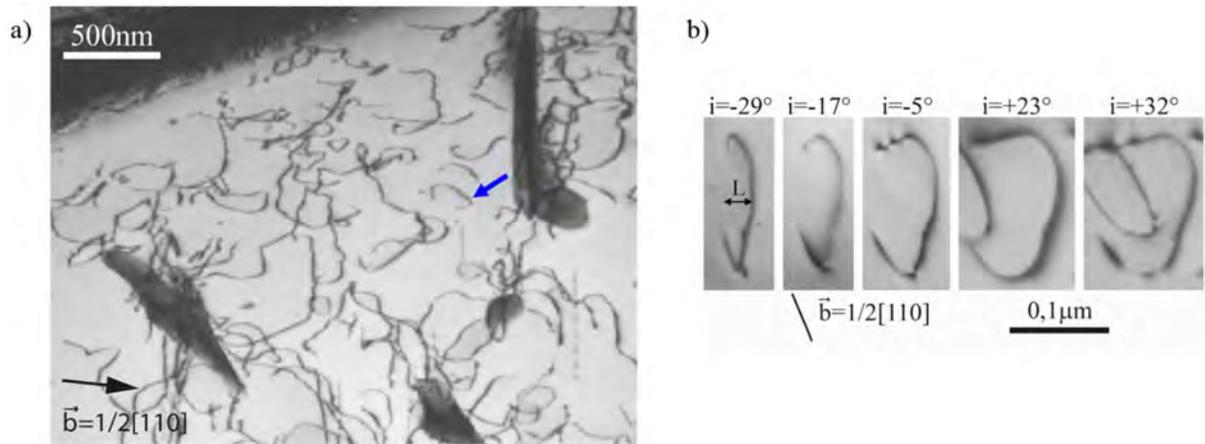


Figure I-19: Boucle de dislocation (flèche) vue sous plusieurs inclinaisons  $i$  du porte objet. Cette méthode permet de déterminer géométriquement le plan de la boucle, et de comparer l'orientation de ce plan à celle des plans de glissement et de montée.

## V. Généralités sur la fatigue oligocyclique

Cette partie a pour objet d'exposer les concepts généraux de la fatigue oligocyclique et des moyens employés afin de caractériser le comportement cyclique d'un matériau. Nous tenterons aussi de comprendre les mécanismes microstructuraux à l'origine des comportements macroscopiques d'un régime cyclique. Une attention particulière sera accordée aux études effectuées sur les alliages TiAl.

### V.1. Concept de fatigue

La fatigue désigne l'étude de cycles d'effort répétés sur les matériaux et le processus menant à leur endommagement et rupture. Ces sollicitations cycliques, même inférieures à la limite d'élasticité macroscopique, peuvent conduire à la rupture de pièces en service, et être ainsi à l'origine d'accidents mortels comme ceux survenus dans l'industrie ferroviaire et aéronautique. La France a d'ailleurs connu le premier accident attribué au phénomène de fatigue en 1842 suite à la rupture d'un essieu de locomotive, menant à la mort de 60 personnes. C'est ce qui motiva le développement d'un nouveau champ de recherche scientifique ayant pour but d'identifier et de comprendre les causes de telles ruptures brutales. Parallèlement, August Wöhler, ingénieur allemand travaillant dans l'industrie ferroviaire sur les propriétés mécaniques des matériaux, conduisit de nombreuses études sur la tenue en fatigue des essieux. Il établit ainsi des courbes reliant l'amplitude de contrainte appliquée au nombre de cycles à rupture et constata que la contrainte admissible sous des chargements répétés peut-être considérablement inférieure à la résistance statique. D'autres chercheurs, tels que Goodman (1899) et Bauschinger (1886), entreprirent aussi des travaux sur le comportement des métaux sous sollicitations cycliques et vers les années 1920, l'étude du comportement en fatigue des matériaux devint un champ d'investigation scientifique à part entière.

### V.2. Les différents domaines en fatigue

L'essai de fatigue le plus simple consiste à soumettre une éprouvette lisse ou entaillée à un chargement cyclique d'amplitude  $\sigma_a$  fixée et à noter le nombre de cycles au bout duquel la rupture se produit. On réalise l'essai sur un ensemble d'éprouvettes et on détermine alors la distribution du nombre de cycles conduisant à la rupture  $N_r$  pour différentes valeurs de  $\sigma_a$ . Les résultats sont reportés sur un diagramme dit de Wöhler où chaque point représente une éprouvette rompue à un  $N_r$  et pour une  $\sigma_a$ . L'ensemble des points reportés conduit à une courbe dont l'allure générale est représentée sur la Figure I-20 :

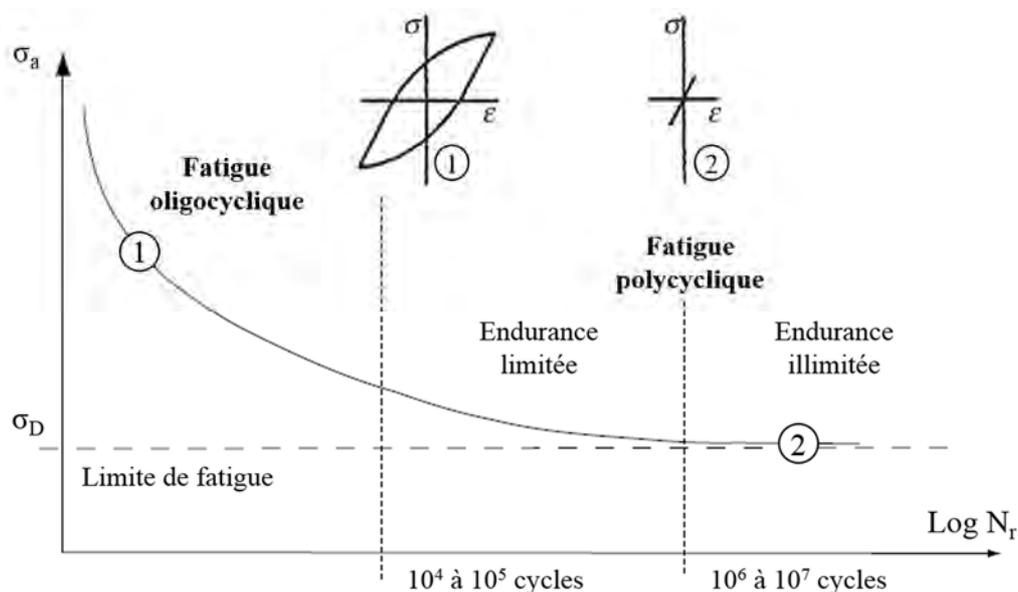


Figure I-20: Représentation schématique de la courbe de Wöhler

La courbe de Wöhler fut divisée conventionnellement en trois domaines :

- Le domaine oligocyclique (low cycle fatigue, LCF) qui correspond aux contraintes les plus grandes, supérieures à la limite d'élasticité macroscopique et où la rupture survient après un nombre réduit de cycles. Ces forts niveaux de contrainte sont alors associés à une déformation plastique notable ;
- L'endurance limitée où les niveaux de contrainte et de déformation sont plus faibles. La rupture se produit entre  $10^5$  et  $10^7$  cycles ;
- Enfin une zone dite d'endurance illimitée est observée sous faibles contraintes, où la rupture se produit à plus de  $10^7$  cycles. Pour un niveau de contrainte inférieur ou égal à la limite de fatigue  $\sigma_D$ , l'éprouvette a peu de chances de se rompre et on considère que la durée de vie est infinie. Cette limite dépend de l'alliage étudié et du mode de sollicitation.

### V.3. Fatigue oligocyclique

IRIS a été principalement développé pour des applications de type aubes de turbines basse pression. Quel que soit le domaine d'utilisation (turbine à vapeur, turbocompresseur, turboréacteur...), les différents éléments des turbines sont globalement soumis à des chargements cycliques répétés qui peuvent engendrer leur dégradation ou leur rupture.

Plus précisément, l'endommagement des aubes de turbine peut survenir de différentes manières :

- les fissures s'installent suite à des chargements cycliques faibles répétés dans le domaine élastique. L'aube est endommagée. Les essais de fatigue à grands nombres de cycles (high cycle fatigue, HCF) sont effectués pour prévenir ce genre d'incidents ;
- les aubes ont une géométrie complexe avec entre autres, une partie massive comportant le pied, une partie plus fine comportant la voilure profilée et un plateau entre les deux. Ces géométries complexes peuvent être le lieu de contraintes localisées élevées au point qu'une déformation plastique s'installe, lorsqu'elles sont soumises aux sollicitations thermo-mécaniques générées lors du fonctionnement de la turbine. Ces sollicitations peuvent donc conduire à l'endommagement par fatigue oligocyclique.

L'objectif de cette thèse étant d'étudier la fatigue oligocyclique d'IRIS, nous allons nous intéresser dans ce qui suit aux concepts et principes de ce type d'endommagement.

### V.4. Sollicitation cyclique

Les essais de fatigue oligocyclique consistent généralement à imposer une déformation qui entraîne dès le premier cycle une déformation plastique. On pilote ainsi l'essai en imposant une amplitude de déformation donnée et on relève la réponse en force de l'éprouvette. Les essais sont effectués avec une vitesse de déformation constante  $\dot{\epsilon}$  ( $s^{-1}$ ) et la déformation imposée est contrôlée par un extensomètre sous forme de signal triangulaire, tel que représenté sur la Figure I-21. Le signal sortant est la force perçue par l'éprouvette et l'enregistrement de l'évolution de la contrainte  $\sigma$  (MPa) en fonction de la déformation appliquée  $\epsilon$  (%) au cours du cyclage, conduit au tracé de boucles d'hystérésis. Le 1<sup>er</sup> cycle de l'essai équivaut à un essai de traction interrompu à la déformation  $\epsilon_{max}$ , qui nous procure ainsi le module de Young et la limite d'élasticité.

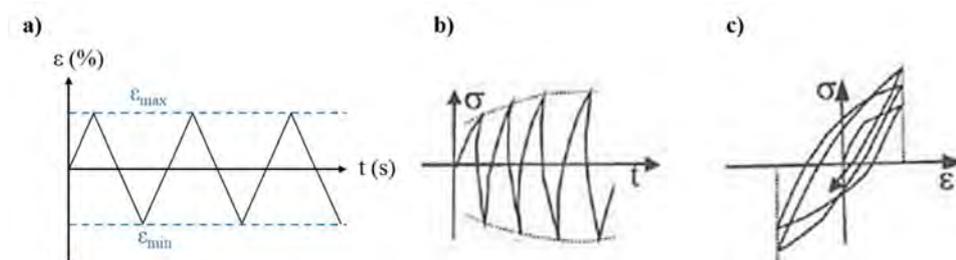


Figure I-21 : Sollicitation cyclique en R=-1 (traction-compression). a) Signal d'entrée : déformation imposée sous forme de signal triangulaire contrôlé par l'extensomètre, b) Signal de sortie : réponse de l'éprouvette, c) Boucles d'hystérésis  $\sigma(\epsilon)$ . [72]

Suivant l'évolution des contraintes maximales et minimales au cours de l'essai, plusieurs types de comportement sont observés. Lorsque l'amplitude de contrainte augmente au cours du temps, on parle de durcissement cyclique, comme représenté sur la Figure I-21. Si au contraire elles diminuent au cours de l'essai, comme schématisé sur la Figure I-22, on parle d'adoucissement cyclique.

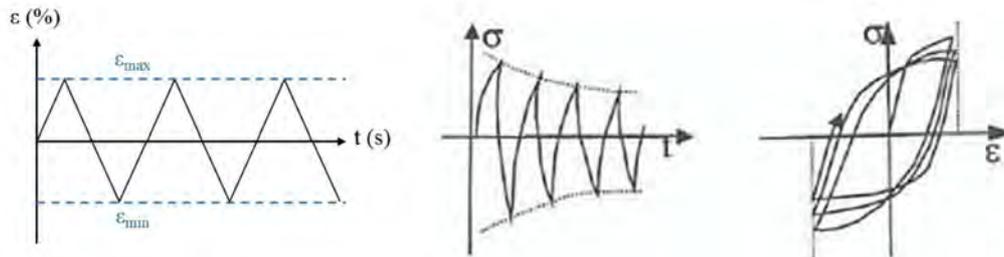


Figure I-22: Représentation schématique d'adoucissement cyclique.[72]

Une boucle d'hystérésis issue d'une sollicitation cyclique en traction-compression est schématisée de la manière suivante :

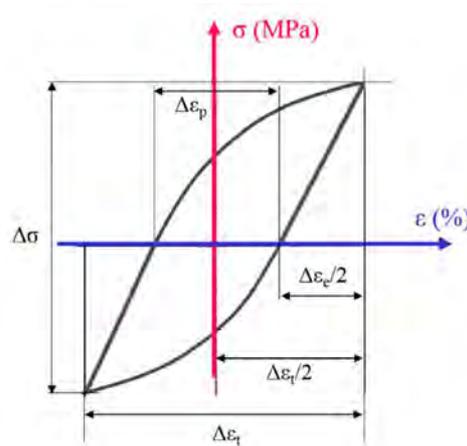


Figure I-23: Courbe d'hystérésis schématisée d'une sollicitation traction-compression ( $R_\varepsilon = -1$ ).

Pour caractériser le comportement cyclique, on utilise conventionnellement les paramètres suivants :

- amplitude de contrainte :  $\sigma_a = \frac{1}{2}(\sigma_{\max} - \sigma_{\min}) = \Delta\sigma/2$
- amplitude de déformation :  $\varepsilon_a = \frac{1}{2}(\varepsilon_{\max} - \varepsilon_{\min}) = \Delta\varepsilon_t/2$
- rapport de déformation :  $R_\varepsilon = \varepsilon_{\min}/\varepsilon_{\max}$
- déformation totale imposée :  $\Delta\varepsilon_t = \varepsilon_{\max} - \varepsilon_{\min}$

### V.5. Evolution cyclique de $\sigma_a$ : courbe $\sigma_a(N)$

Il est très commun de représenter l'évolution de l'amplitude de contrainte  $\sigma_a$  en fonction du nombre de cycles  $N$ . Généralement l'essai débute par une phase d'accommodation, où  $\sigma_a$  varie avant d'atteindre une phase de stabilisation (appelée aussi saturation). On associe généralement la déformation imposée à l'amplitude de contrainte stabilisée. En fin de durée de vie, une chute de la contrainte peut être observée, ce qui correspond à la propagation d'une ou de plusieurs fissures.

Ce comportement idéal est rarement observé en pratique. Un exemple de ce type de courbe sera montré dans le paragraphe VI.1 (Figure I-28).

## V.6. Estimation de la durée de vie

Il existe des lois empiriques permettant de dimensionner la durée de vie d'un matériau en fatigue, elles ont été déterminées suite à des essais de traction-compression sur des aciers et ont été extrapolées aux autres matériaux.

### Loi de Manson-Coffin :

Dans le domaine oligocyclique, Manson et Coffin ont déterminé expérimentalement une loi reliant la durée de vie  $N_f$  à l'amplitude de déformation plastique  $\varepsilon_p$  :

$$\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} = \varepsilon'_f \cdot (2N_f)^c$$

Avec :

- $\varepsilon'_f$  : coefficient de ductilité qui peut, en première approximation, être assimilé à la valeur de la déformation à rupture déterminée lors d'un essai de traction.
- $c$  : pente sur lesquels se situent les points de coordonnées  $(\varepsilon_p; N_f)$ . Ce paramètre varie expérimentalement entre -0.5 et -0.8 en fonction du matériau et des conditions d'essais ;
- $\Delta\varepsilon_p$  : l'amplitude de déformation plastique, que l'on relève sur les boucles d'hystérésis.

### Loi de Basquin :

Dans le domaine d'endurance limitée, celui qui suit le domaine oligocyclique, l'amplitude de contrainte est lié au nombre de cycles à rupture par la loi de Basquin :

$$\sigma_a = \sigma'_f (2N_f)^b$$

Où  $\sigma'_f$  est approximativement égal à la limite de rupture en sollicitation monotone et l'exposant  $b$  est généralement compris entre -0.05 et -0.12.

Cependant dans le domaine d'endurance limitée, la déformation est généralement élastique. En sollicitation uniaxiale, on peut donc relier l'amplitude de déformation à l'amplitude de contrainte par :

$$\frac{\Delta\varepsilon_e}{2} = \frac{\sigma_a}{2E}$$

En remplaçant  $\sigma_a$  par l'expression ci-dessus, la loi de Basquin devient:

$$\frac{\Delta\varepsilon_e}{2} = \frac{\sigma'_f}{E} (2N_f)^b$$

La combinaison des lois de Manson-Coffin et de Basquin permet de décrire la déformation totale de la manière suivante :

$$\begin{aligned} \frac{\Delta\varepsilon_t}{2} &= \frac{\Delta\varepsilon_e}{2} + \frac{\Delta\varepsilon_p}{2} \\ \frac{\Delta\varepsilon_t}{2} &= \frac{\sigma'_f}{E} (2N_f)^b + \varepsilon'_f \cdot (2N_f)^c \end{aligned}$$

Cette relation décrit le régime transitoire entre la fatigue oligocyclique, gouvernée par la déformation plastique et le domaine d'endurance limitée gouvernée par la déformation élastique.

Un exemple de l'application de ces lois sur des alliages TiAl déformés par fatigue oligocyclique est donné sur la Figure I-24. Heckel et.al [75] ont calculé les durées de vies grâce à la relation de Basquin-Coffin et Manson décrite ci-dessus, et les ont comparés avec les durées de vie expérimentales obtenues. On remarque que pour cet alliage TNB-V2, les résultats expérimentaux sont compris dans une bande de dispersion d'un facteur 4 par rapport aux prédictions de la loi identifiée. Park et.al (Figure I-24.b) ont proposé un modèle de Manson-Coffin à deux pentes afin de faire correspondre leurs résultats expérimentaux. Ils attribuent ce changement de pente à une modification du mode de rupture observée dans les facies de rupture [76].

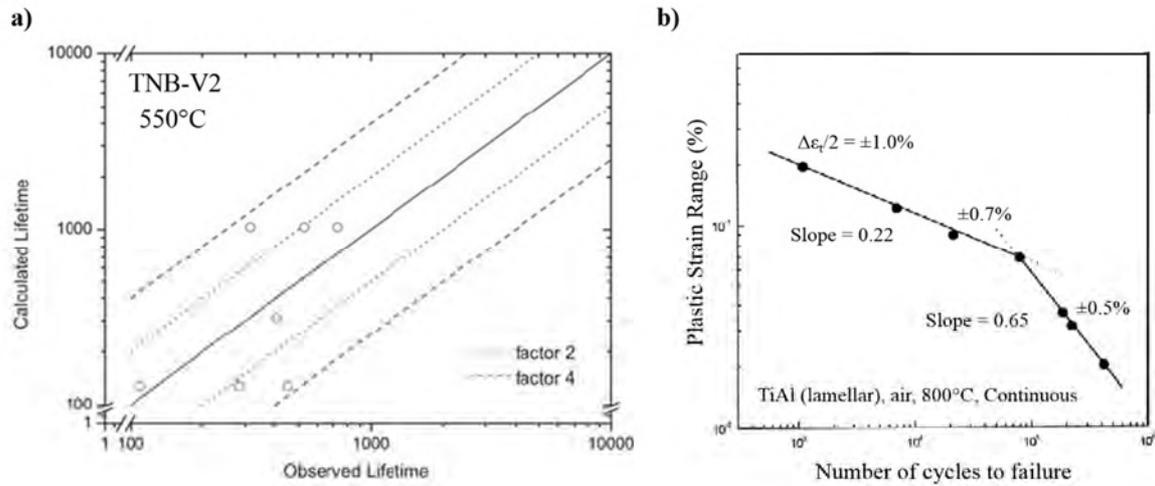


Figure I-24 : Résultats d'essais de fatigue oligocyclique d'alliages TiAl obtenues à haute température. a) Durées de vie estimées à partir de la loi Basquin-Coffin-Manson en fonction des durées de vie expérimentales [75] ; b) La loi de Manson-Coffin obtenue à partir des hystérésis à demi-vie [76].

## VI. Fatigue oligocyclique des alliages TiAl

Dans cette partie nous allons nous concentrer sur la fatigue oligocyclique à haute température des alliages TiAl, plus précisément sur leur comportement cyclique et les différents mécanismes microscopiques responsables de la déformation macroscopique. La revue de Henaff traite de manière exhaustive le comportement en fatigue des alliages TiAl [77].

### VI.1. Comportement cyclique des alliages TiAl

Nous allons tenter dans cette partie, de comprendre l'effet de certains paramètres sur le comportement cyclique des alliages TiAl. L'influence de la microstructure et de la température va être présentée. D'autres paramètres tels que la vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  ou encore le rapport de déformation  $R_\epsilon$  ont également un impact sur le comportement cyclique mais cet aspect ne sera pas abordé dans ce travail car nous avons choisi de maintenir ces paramètres constants lors des essais réalisés.

#### VI.1.1. Influence de la microstructure à T fixée

Nous allons résumer dans cette partie quelques études qui tentent de comprendre l'influence de la microstructure sur la durée de vie en fatigue oligocyclique.

Recina et al. [78] [79] ont effectué des essais LCF à 600°C sur différentes microstructures d'alliages TiAl. Leurs essais sur l'alliage ABB (Ti-Al<sub>48</sub>-W<sub>2</sub>-Si<sub>0,5</sub>) (Figure I-25) ont permis de montrer que la microstructure duplex (notée D) a une durée de vie plus longue que la proche lamellaire (notée NL). Il est important de souligner que la durée de vie dépend aussi de la composition de l'alliage, car le XD45 avec une microstructure proche lamellaire, a une durée de vie plus grande que l'alliage XD47 ayant une microstructure duplex.

On remarquera aussi que les durées de vie des microstructures duplex sont similaires et ce indépendamment de la composition de l'alliage, ce qui n'est pas le cas de la microstructure proche lamellaire, qui présente des différences plus prononcées selon les alliages.

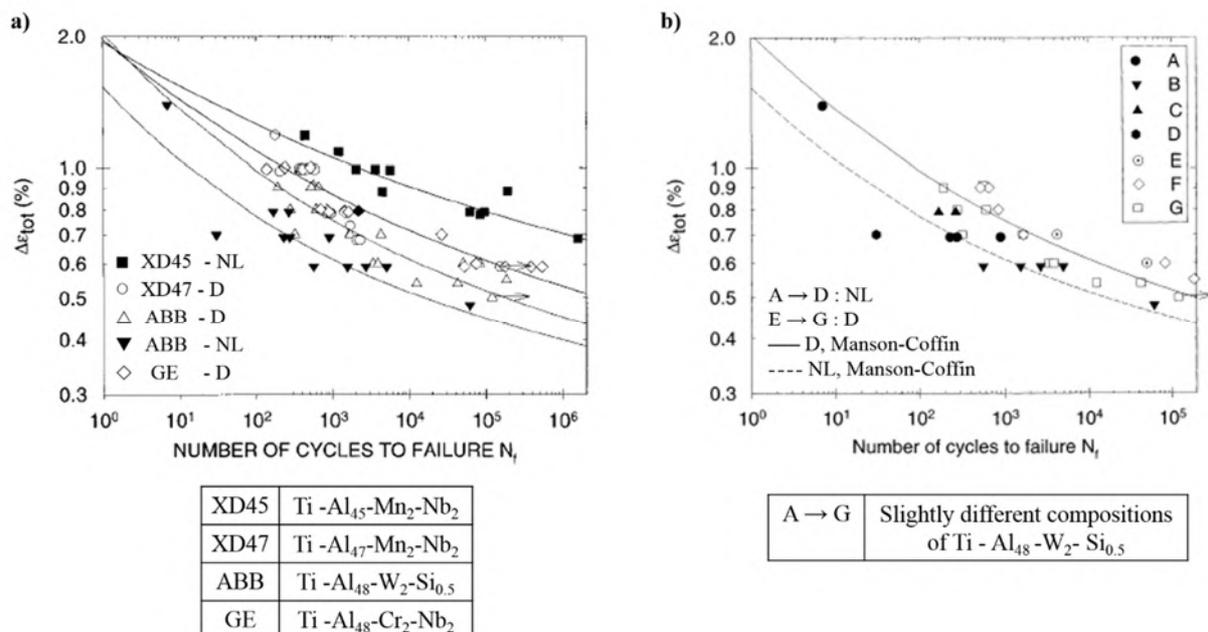


Figure I-25: Déformation totale en fonction du nombre de cycles à rupture à : 600°C;  $R=-1$ ;  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  de différentes microstructures TiAl. a) Comparaison de 4 alliages TiAl [78] ; b) Comparaison de 7 compositions différentes [79]. D et NL correspondent respectivement aux microstructures duplex et proche lamellaire et sont représentés respectivement par des symboles noirs pleins et creux.

Cette tendance a aussi été validée par les études de Ding et.al sur un TNB-V2 (Ti-Al<sub>45</sub>-Nb<sub>8.5</sub>-W<sub>0.2</sub>-B<sub>0.2</sub>-Y<sub>0.02</sub>) qui ont aussi montré que la microstructure duplex a une durée de vie plus longue que la microstructure lamellaire à HT : ainsi à 850°C, ils obtiennent 1927 cycles contre 70 cycles [80].

Gloanec [73] a comparé quant à elle les microstructures à grains  $\gamma$  equiaxe et lamellaire d'un même alliage (Ti-Al<sub>48</sub>-Cr<sub>2</sub>-Nb<sub>2</sub>) à 750°C. La Figure I-26 montre que pour une même amplitude de déformation imposée, les deux microstructures ont des durées de vie similaires et une amplitude de contrainte plus grande pour la microstructure équiaxe. On ne retrouve donc pas une grande différence de comportement.

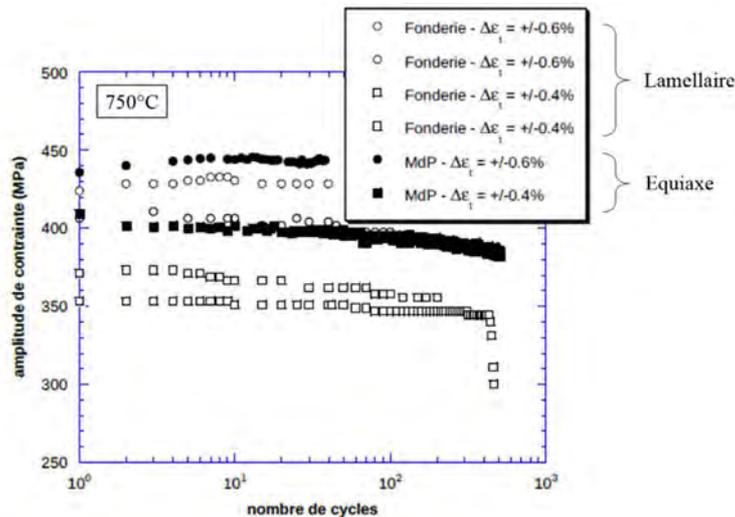


Figure I-26: Résultats d'essais LCF de Ti-Al<sub>48</sub>-Cr<sub>2</sub>-Nb<sub>2</sub> à 750°C. La microstructure issue de la fonderie est lamellaire et celle issue de la métallurgie des poudres (MdP) est équiaxe [73].

Le comportement cyclique semble aussi lié à la fraction de grains lamellaires, Malakondaiah et.al [81] ont effectué des essais LCF sur des microstructures proches lamellaires et totalement lamellaires : aux mêmes amplitudes de déformation imposée, les durées de vie sont similaires pour les températures testées (650 et 800°C), mais les comportements cycliques diffèrent avec un léger durcissement pour la microstructure proche lamellaire à 650°C à des amplitudes élevées (0.35 et 0.45%).

Globalement dans la fatigue oligocyclique à haute température, la microstructure duplex semble avoir une meilleure durée de vie que la microstructure lamellaire. Dans la fatigue à grand nombre de cycles, on retrouve la même tendance pour des températures avoisinant 600°C, alors que la résistance de la microstructure lamellaire devient plus élevée à 800°C (Figure I-27).

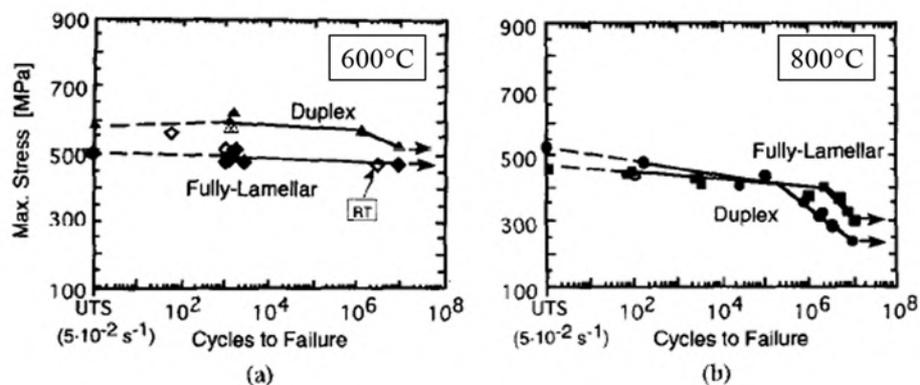


Figure I-27 : Résultats d'essais HCF de l'alliage Ti-Al<sub>46.5</sub>-Nb<sub>3</sub>-Cr<sub>2.1</sub>-W<sub>0.2</sub>. (a) 600°C (b) 800°C [82]

Ainsi le comportement cyclique semble dépendre de plusieurs paramètres tels que la microstructure, la fraction de grains lamellaires, la composition de l'alliage... et les tendances peuvent s'inverser selon les

amplitudes de déformation imposée et les températures d'essais. Nous allons alors tenter de comprendre dans la suite l'influence de la température et de l'amplitude de déformation imposée.

### VI.1.2. Influence de la température

De manière générale, les températures d'essai influencent grandement le comportement cyclique ainsi que la durée de vie.

La Figure I-28 montre des exemples de courbes d'évolution de l'amplitude de contraintes issues d'essais de fatigue oligocycliques d'alliages TiAl. On observe sur la Figure I-28(a) que  $\sigma_a$  décroît au cours de l'essai, ce qui indique un adoucissement du matériau pour les paramètres expérimentaux appliqués ; le même type de comportement est observé sur le TNB-V2 à 850°C (Figure I-28.b).

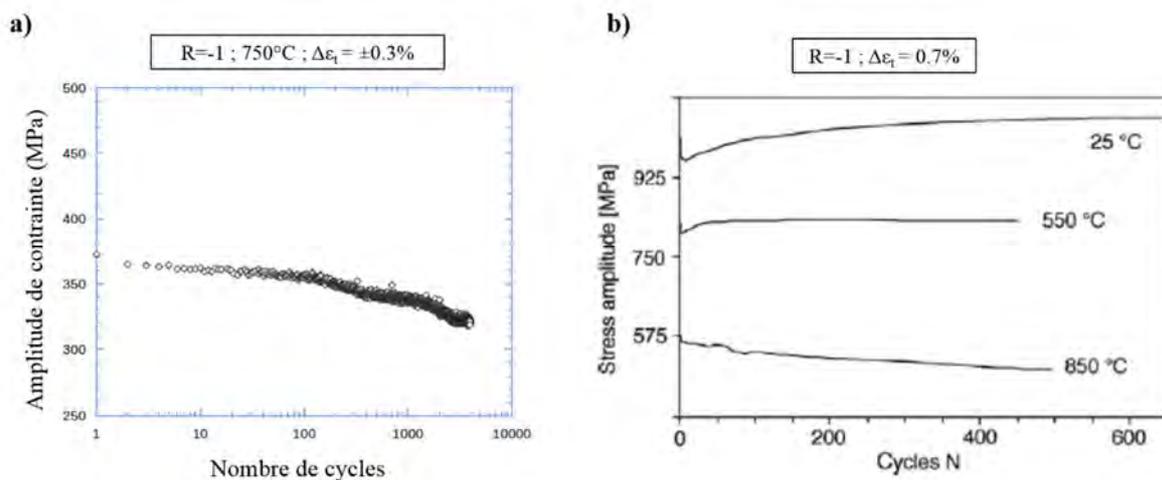


Figure I-28 : Courbes  $\sigma_a(N)$  d'alliages TiAl : a) Comportement cyclique à 750°C de l'alliage Ti-Al<sub>48</sub>-Cr<sub>2</sub>-Nb<sub>2</sub> [73] ; b) Comportement cyclique à différentes températures d'un alliage Ti-Al<sub>45</sub>-Nb<sub>8</sub>-C<sub>0.2</sub> [74].

Cependant à 550°C, cet alliage a un comportement très stable tout au long de l'essai. Les durées de vie ainsi que le comportement de l'alliage dépendent évidemment des paramètres expérimentaux de l'essai et de la microstructure du matériau.

Kruml *et al.* ont étudié les propriétés en fatigue oligocyclique d'un alliage TiAl à température ambiante (Ta) et à hautes températures (HT). La Figure I-29 représente les résultats d'une de ces études [83]. A Ta, les courbes sont plates ou un léger durcissement est observé, cela dépend de l'amplitude de déformation imposée. Cependant à chaud, le comportement est différent : plus on augmente en température, plus l'adoucissement observé au début du cyclage est prononcé, puis  $\sigma_a$  se stabilise. On observe aussi que le changement de température a un impact sur la durée de vie : globalement l'alliage a de bien meilleures durées de vie à HT qu'à Ta. Ce qui n'est pas surprenant pour les alliages TiAl qui présentent une meilleure ductilité en traction à HT.

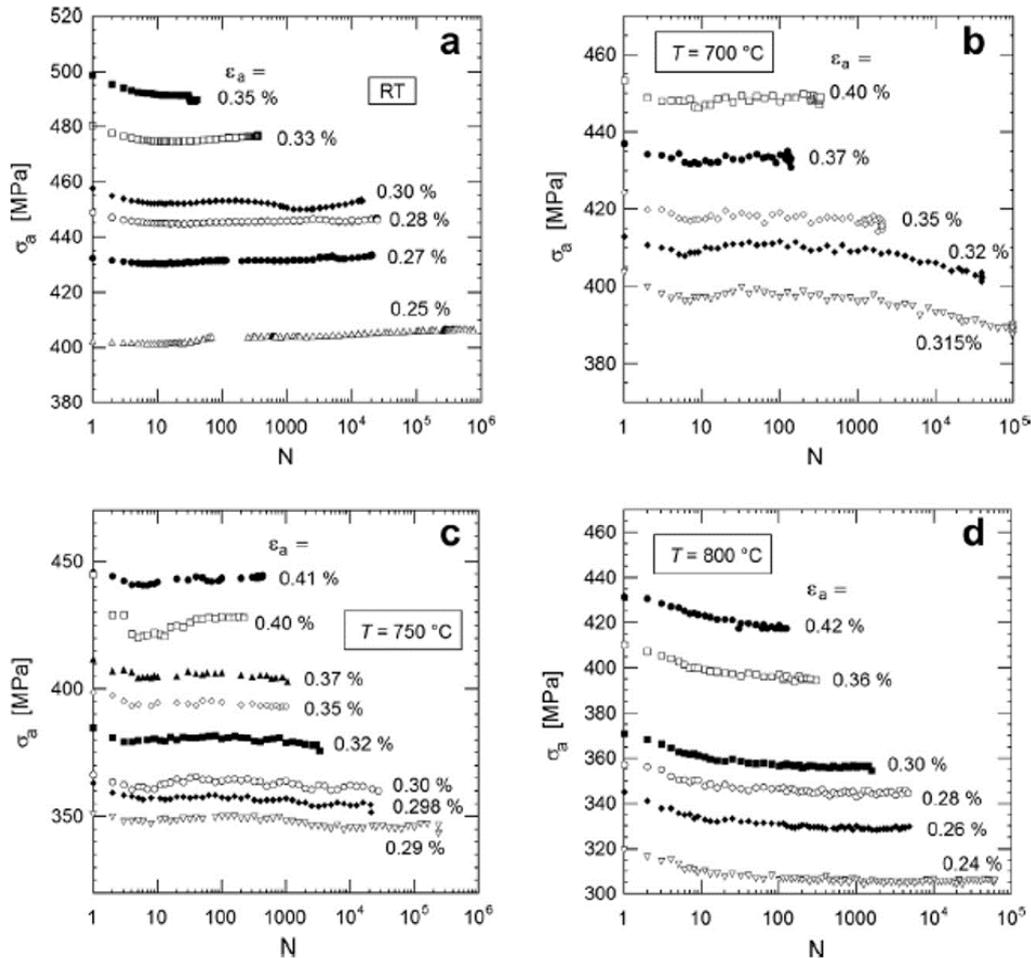


Figure I-29 : Variation de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles à différentes températures. Alliage étudié : TiAl- 8% at.Nb. Paramètres des essais :  $\dot{\epsilon} = 2.10^{-3}\text{s}^{-1}$ ;  $R = -1$ . [83]

Bauer *et al.* ont mené des essais à différentes températures (25, 550 et 850°C) pour une même amplitude de déformation (0.7%) et ils observent trois comportements cycliques différents : un durcissement pour 25°C, une courbe plate pour 550°C et enfin un adoucissement pour 850°C [84]. La température a donc une grande influence sur le comportement cyclique, on note toutefois que les auteurs cités jusqu'ici observent un adoucissement à HT.

Ce pic de durée de vie à une certaine température est un phénomène assez courant en fatigue, il est souvent relié à la transition fragile-ductile qu'on observe en traction. Concernant l'alliage de la Figure I-29, l'article ne fournit pas d'informations sur son comportement en traction, mais la transition fragile-ductile devrait probablement se situer vers 700°C.

Bauer *et al.* constatent le même type de comportement en fatigue au sein de leur alliage TiAl [84]. La Figure I-30.a montre d'ailleurs l'évolution de  $N_f$  en fonction de la température et on observe bien que pour les essais effectués sous air, la durée de vie est fortement liée à la température, c'est-à-dire que pour une même amplitude de déformation imposée, il existe une température  $T$  pour laquelle la durée de vie est la plus grande. On remarque toutefois qu'il n'y a pas une température fixe pour laquelle la durée de vie est optimale, celle-ci dépend de l'amplitude de déformation imposée, comme montrée sur la figure Figure I-30.(a) pour 0.6% et 0.4%. En dessous de 650°C, la durée de vie ne fait qu'augmenter avec la température et cette température correspond à la transition fragile-ductile de ce matériau qui se situe entre 650 et 700°C (Figure I-30.b). La baisse de durée de vie notée sous air pour les plus fortes valeurs de déformations imposées au-delà de cette température de transition pourrait être attribuée, selon les auteurs, à un effet de l'oxydation élevé à haute température et amplifié par de fortes déformations

plastiques. Cette interaction favoriserait l'amorçage de fissures. De manière générale, ces données permettent de déterminer un domaine de température pour lequel la durée de vie est la meilleure.

Il est intéressant de constater que les résultats des essais sous vide s'opposent à ceux obtenus sous air : 550°C est la température pour laquelle  $N_f$  est le plus faible sous-air, alors que c'est la température optimale sous vide [85]. Les auteurs invoquent également un effet de l'environnement justifiant les faibles durées de vie sous air pour les plus faibles températures combinant cette fois-ci un phénomène de corrosion dû à la vapeur d'eau.

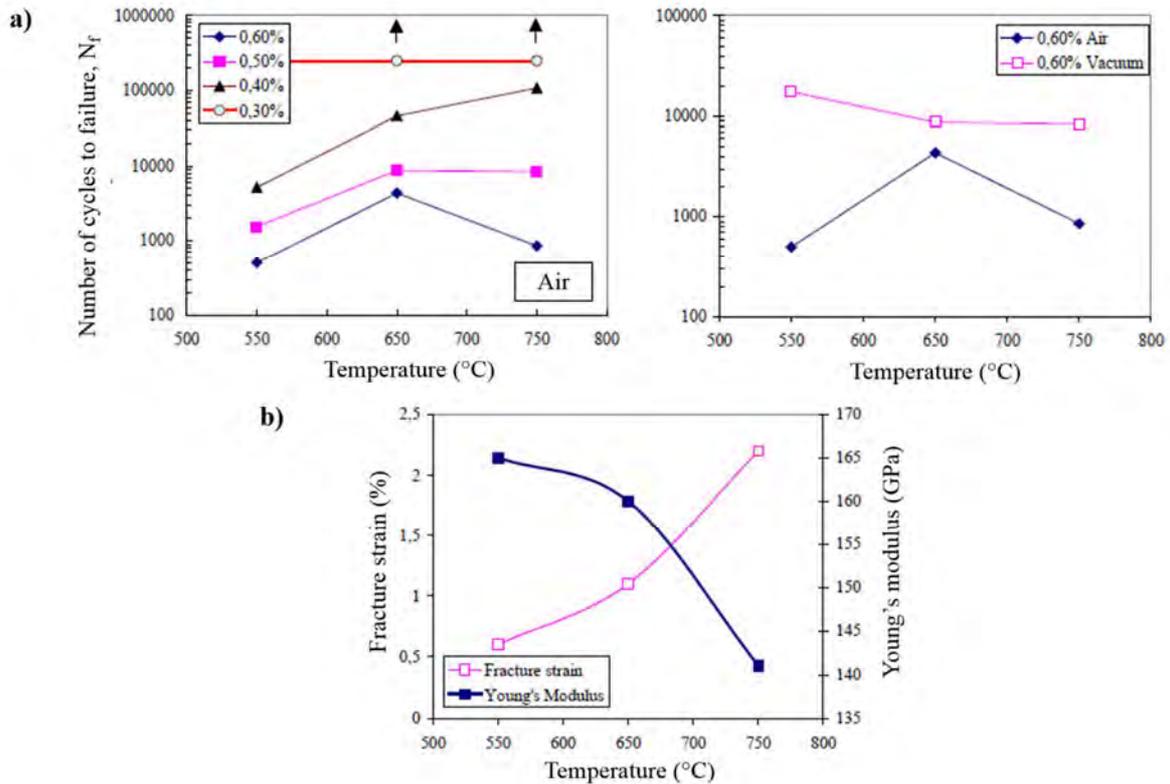


Figure I-30 : Résultats d'essais LCF de l'alliage Ti-Al<sub>47</sub>-Nb<sub>5.1</sub>-C<sub>0.25</sub>-B<sub>0.4</sub> à différentes températures. a) Variation de  $N_f$  en fonction de la température à l'air et sous vide ; b) Propriétés mécaniques en traction à chaud [84].

### VI.1.3. Influence de l'amplitude de déformation imposée

L'amplitude de déformation imposée a un impact sur la durée de vie : plus elle sera élevée et plus la durée de vie va diminuer. Elle n'a cependant pas une grande influence sur le comportement cyclique : si à une  $\Delta\epsilon_i/2$  donnée le matériau manifeste un comportement cyclique donné (adoucissement, durcissement ou stabilité), il sera conservé pour les autres valeurs de  $\Delta\epsilon_i/2$ , mais ce comportement peut être de plus en plus prononcé avec l'augmentation de celle-ci. Toutes ces conclusions peuvent-être constatées à partir des courbes précédentes de  $\sigma_a$  en fonction de  $N$  (Figure I-26 , Figure I-29).

## VI.2. Faciès de rupture en fatigue

Nous allons aborder à présent l'étude des faciès de rupture et nous focaliser sur les microstructures lamellaires. De manière générale les modes de rupture sont plus complexes pour ces microstructures que pour les microstructures duplex et equiaxe, compte tenu des différentes orientations des lamelles et des liserés se trouvant autour. Elles présentent une meilleure résistance à la fissuration que les microstructures duplex [86] [87]. Les faciès issus de la fatigue manifestent dans certains cas un relief accidenté avec des mécanismes bien particuliers : en raison des diverses orientation des grains lamellaires, des liserés les séparant, des joints de grains... la fissure est constamment déviée au cours de son avancée et selon les conditions expérimentales, certains modes seront plus privilégiés que d'autres.

La rupture des grains lamellaires se déroule selon les mécanismes suivants :

- La fissure se propage le long des interfaces lamellaires, conduisant au décollement total de lamelles et engendrant ainsi l'apparition de facettes. Ce mode est qualifié de rupture interlamellaire (Figure I-31).

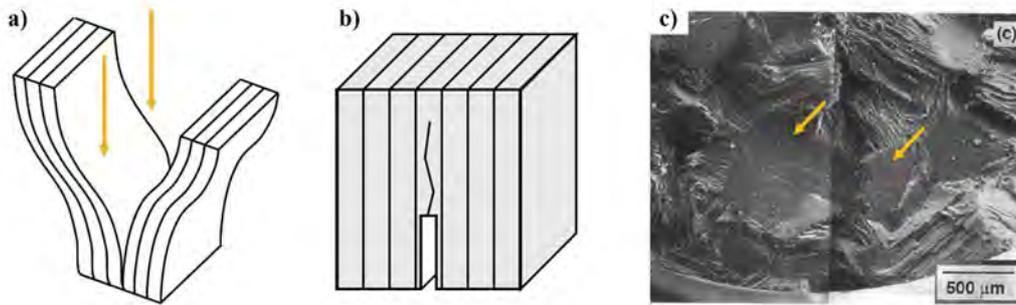


Figure I-31: Représentation schématique d'une rupture interlamellaire engendrant : a) des facettes de lamelles ; b) des décohésions interlamellaires [88]. c) Exemple de facettes de lamelles obtenues suite à un essai oligocyclique effectué à 650°C au sein d'un alliage TiAl [81].

- La fissure se propage perpendiculairement aux lamelles ou du moins, ne se propage plus le long des interfaces lamellaires. Cela aboutit à des feuillettes de lamelles, collées les unes aux autres. Ce mode est appelé translamellaire (Figure I-32).

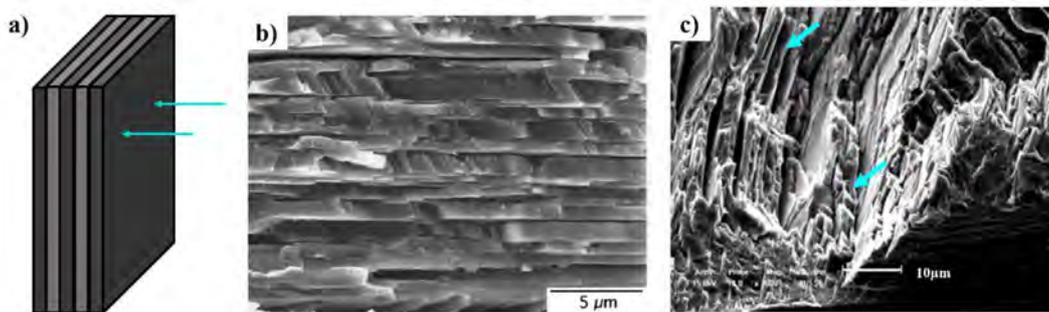


Figure I-32: a) Représentation schématique de la rupture translamellaire ; b) et c) Exemples [89] [90]

- Un mode dit mixte, combinant les deux modes précédents. En résultera alors une rupture en escalier (Figure I-33.a) ou encore des décohésions interlamellaires, c'est-à-dire un décollement de lamelles (Figure I-33.b).

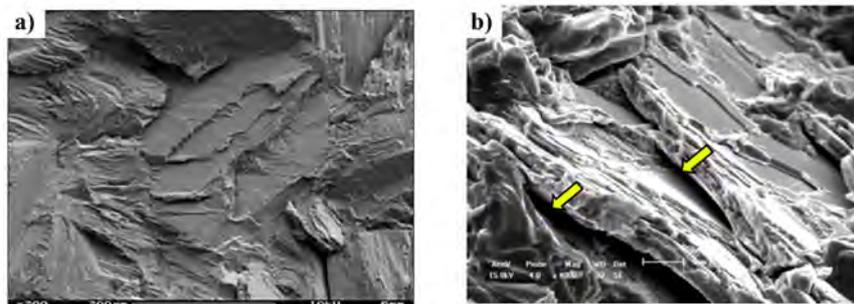


Figure I-33: Rupture en mode mixte. a) Exemple d'une rupture en escalier [91] ; b) Décohésions interlamellaires indiquées par les flèches [90].

Ces mécanismes sont caractéristiques des alliages TiAl sollicités en fatigue ; les faciès de rupture issus de la traction à l'ambiante par exemple ne présentent pas les mêmes aspects. Le relief est plus plat et moins accidenté. Toutefois leur présence et leur proportion dépendent des conditions expérimentales telles que la température, le type d'essai de fatigue, la vitesse de l'essai...

## VII. Mécanismes de déformation des alliages TiAl en fatigue oligocyclique

Après avoir présenté des résultats concernant le comportement macroscopique de différents alliages TiAl en LCF à haute température, nous faisons ici une revue des études portant sur les phénomènes microscopiques élémentaires impliqués. Ainsi, plusieurs questions sur les phénomènes de dislocations en fatigue peuvent être soulevées : y-a-t-il des mécanismes caractéristiques de la fatigue dans les métaux en général, qui diffèrent de ceux qu'on observe en déformation monotone? Quels phénomènes spécifiques sont observés dans les alliages TiAl? Ces phénomènes dépendent-ils de la composition de l'alliage, de sa microstructure? Nous allons tenter de répondre à toutes ces questions en nous appuyant sur des études MET effectuées sur des échantillons déformés par fatigue et nous concentrer par la suite sur les alliages TiAl.

### VII.1. Structures de dislocations caractéristiques de la fatigue dans les métaux

Les études sur la déformation cyclique uniaxiale ont montré que les dislocations s'organisent d'une manière qui peut être différente de celle observée en déformation monotone. La revue de Grosskeurtz traite de ces mécanismes [92]. Le cuivre a été l'un des matériaux modèle pour explorer ce sujet. Les principales conclusions de ces études sont qu'un comportement cyclique peut générer :

- des cellules de dislocations dont la taille varie en fonction des paramètres d'essai (amplitude de contrainte, température). Le contour de la cellule à une densité élevée de dislocations (telles des murs de dislocations) alors que l'intérieur est plutôt vide [93] [94]. Cette organisation a été observée dans du cuivre et au sein de certains aciers [95] [96]. Ce type de structure n'a cependant pas été reporté dans les alliages TiAl;

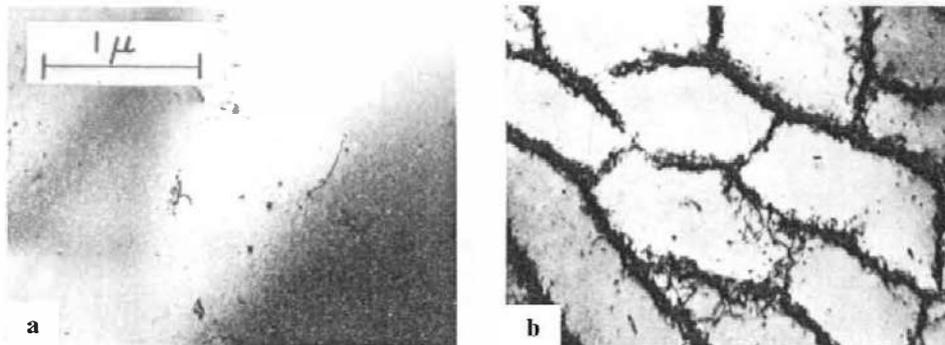


Figure I-34 : Cellules de dislocations observées au sein du cuivre déformé en fatigue à température ambiante. a) avant déformation ; b) après déformation [93].

- des bandes de glissement qui n'apparaissent qu'au stade de la saturation. Elles ont un espacement qui dépend aussi des paramètres d'essai. Felner *et al.* [93] ont longuement étudié les deux structures évoquées jusqu'ici au sein des métaux et alliages CFC et sont arrivés à corréler le durcissement, l'adoucissement et la saturation aux mécanismes de dislocations;

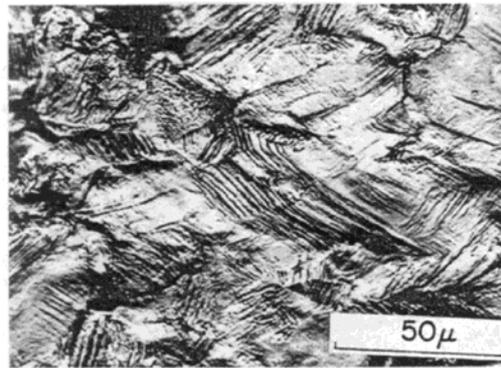


Figure I-35 : Bandes de glissement dans du cuivre cyclé déformé en fatigue oligocyclique à Température ambiante [93]

- des structures veines observées par exemple dans du cuivre, comme illustré sur la Figure I-36 [97] [98], et dans d'autres alliages tel que le fer [99] et les alliages TiAl. Il s'agit de canaux de dislocations coïncidents dont la densité augmente avec le cyclage. Nous évoquerons plus en détail dans ce qui suit l'origine et la formation de ce type de structure;

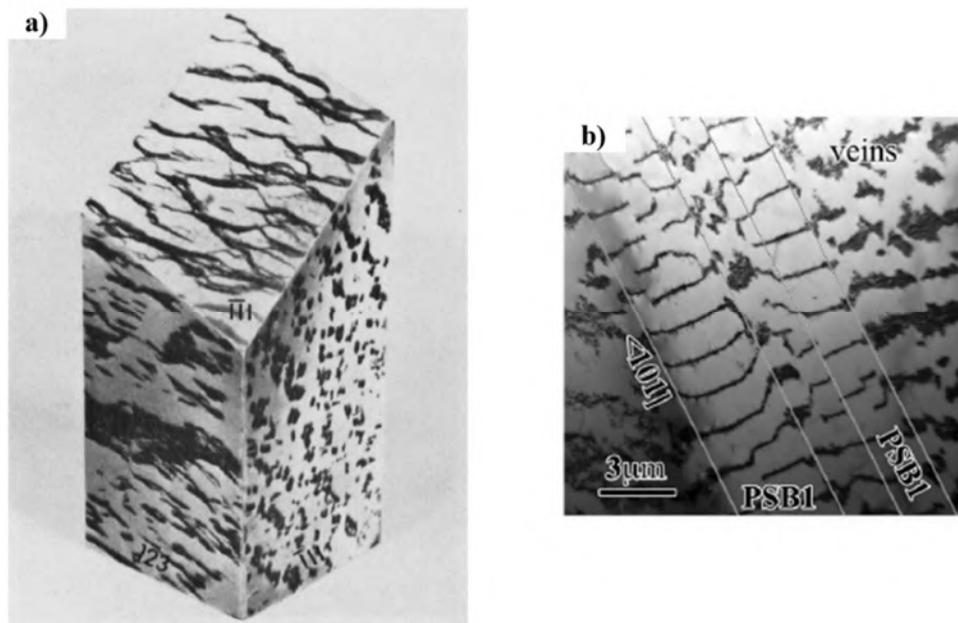


Figure I-36 : Structure veine issue d'une déformation cyclique dans du cuivre en fatigue oligocyclique à Ta. a) Représentation schématique en 3D [97]; b) Coexistence de structure veine et de bandes de glissement (PSB pour Persistent Slip Bands) [98].

- les structures nattes observées uniquement au sein des alliages TiAl et qui seront donc détaillées dans les parties suivantes.

Il existe des études bibliographiques sur les dislocations observées en fatigue oligocyclique dans les alliages TiAl, cependant la compréhension des mécanismes de déformation reste limitée et peu d'études traitent exclusivement de ce sujet. La diversité des compositions, des procédés de fabrication et des microstructures peuvent expliquer le traitement au cas par cas ainsi que le fait qu'une synthèse générale n'ait pas été faite.

## VII.2. Structure natte des alliages TiAl

La structure natte (appelé communément «braid» et parfois «mat» en anglais), a été observée uniquement dans les alliages TiAl et décrite par Sastry et Lipsitt au cours de l'année 1977 [100].

Leur étude porte sur des alliages Ti-Al<sub>36,3</sub> et Ti-Al<sub>51,06</sub>-Nb<sub>1,90</sub> déformés par fatigue. Plusieurs organisations de dislocations différentes issues de la fatigue à 700°C ont été observées par les auteurs au sein de la phase  $\gamma$  des deux alliages (Figure I-37) :

- la région I correspond à des cellules de dislocations enchevêtrées qui selon les auteurs, sont composées de dislocations coins, dipôles coins et de boucles prismatiques ;
  - la région II correspond quant à elle à un début de structure natte composée de dislocations coins et allongées selon  $\langle 112 \rangle$ . On notera la présence de zones de densité de dislocation plus faibles entre les branches de la natte, qui seraient constituées de dislocations vis et qui, si la déformation avait continué, se seraient transformées à leur tour en structure natte ;
  - la région III correspond à une zone plus désorganisée d'amas de dislocations.
- Le glissement dévié serait à l'origine de ces structures.

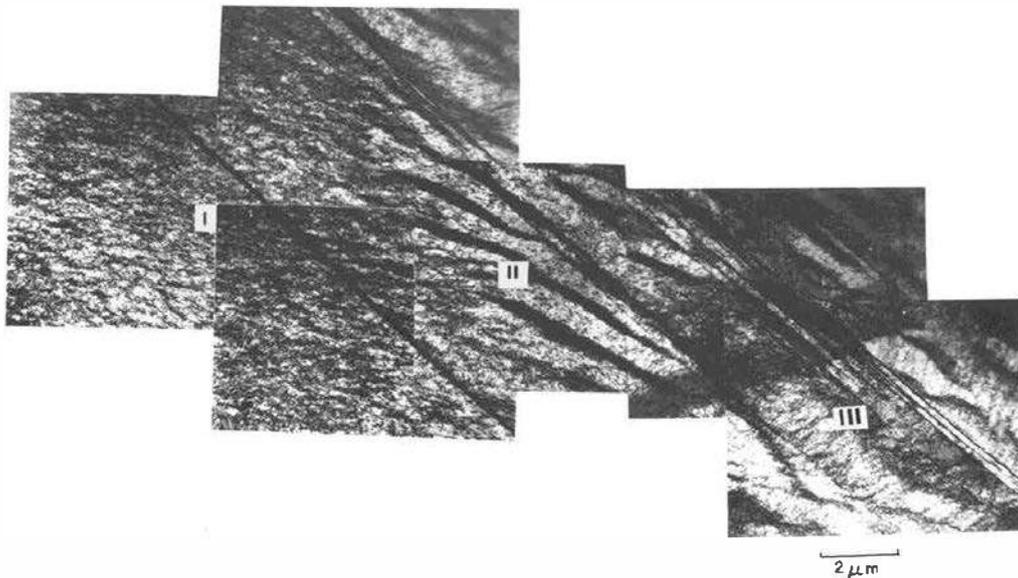


Figure I-37 : Différentes organisations de dislocation observées par Sastoy et Lipsitt au sein d'un alliage TiAl après rupture par fatigue à 700°C [100]

Ce n'est qu'à 800°C que l'auteur observe une structure natte entièrement développée. La Figure I-38 montre les détails de cette structure: elle est constituée de dislocations vis qui s'enchevêtrent, d'une grande densité de dislocations coins et de boucles prismatiques. L'espacement entre les branches augmenterait avec l'amplitude de contrainte.

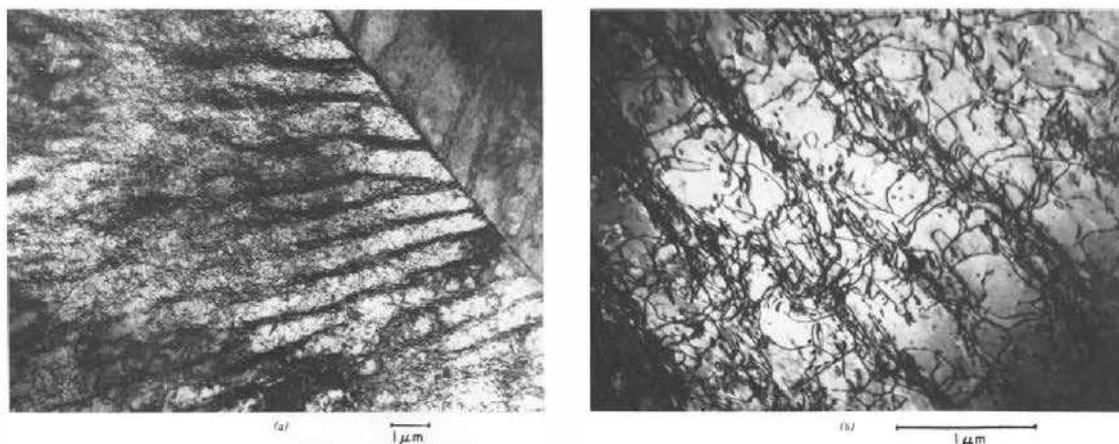


Figure I-38 : Structure natte observée à 800°C après rupture par fatigue dans un alliage TiAl [100]

A cette température, les auteurs observent aussi du maillage, qui est également un mécanisme classique de déformation en traction à température ambiante et en fluage.

Par ailleurs, l'organisation de la déformation dépend fortement de la température comme le montre l'étude de Sastry et Lipsitt. Le tableau ci-dessous donne les différentes sous-structures de dislocations. Par ailleurs, il récapitule ces résultats et montre de manière générale la démarche classique effectuée pour comprendre l'origine du comportement cyclique : analyse des courbes de fatigue, observation des faciès de rupture, qui pourrait compléter des études de propagation de fissures et enfin l'observation et l'identification des mécanismes de déformation au niveau de la microstructure. Toutes ces étapes visent à comprendre la déformation à des échelles différentes et complémentaires.

Temperature	Fracture Mode	Dislocation Substructure	Deformation Features
Room temperature	Predominantly transgranular cleavage	No well defined substructure. A random distribution of dislocations, dislocation dipoles and prismatic loops. High density of faults	Predominant activity of $a/2 [110]$ and $a/2 [\bar{1}\bar{1}0]$ type dislocations. A high density of $a/3 [111]$ faults
600°C	Mixed transgranular cleavage and intergranular	As at RT and dislocation mats	As at RT and some activity of $[101]$ and $[011]$ type dislocations
700°C	Predominantly intergranular	Dislocation braid structure	Activity of all the $\{110\}$ type dislocations and dislocation cross slip
800°C	Intergranular	Fully developed dislocation braid structure and dislocations straddling the walls	As at 700°C + twinning

Tableau I-4: Tableau récapitulatif des résultats de l'étude de Sastry et Lipsitt sur les mécanismes de déformation fatigue au sein d'alliages TiAl [100].

La structure natte a aussi été observée au sein de l'alliage GE (Ti-Al<sub>48</sub>-Cr<sub>2</sub>-Nb<sub>2</sub>), élaboré par métallurgie des poudres et déformé par fatigue oligocyclique à 500°C [91] [101]. On observe, comme pour la précédente étude, des branches à forte densité de dislocations et entre ces branches, des zones moins déformées, parsemées de dislocations (image au contour orange sur la Figure I-38.b). Les auteurs attribuent cette déformation à une grande durée de vie combinée à un léger durcissement de l'alliage (courbe H sur la Figure I-38.a).

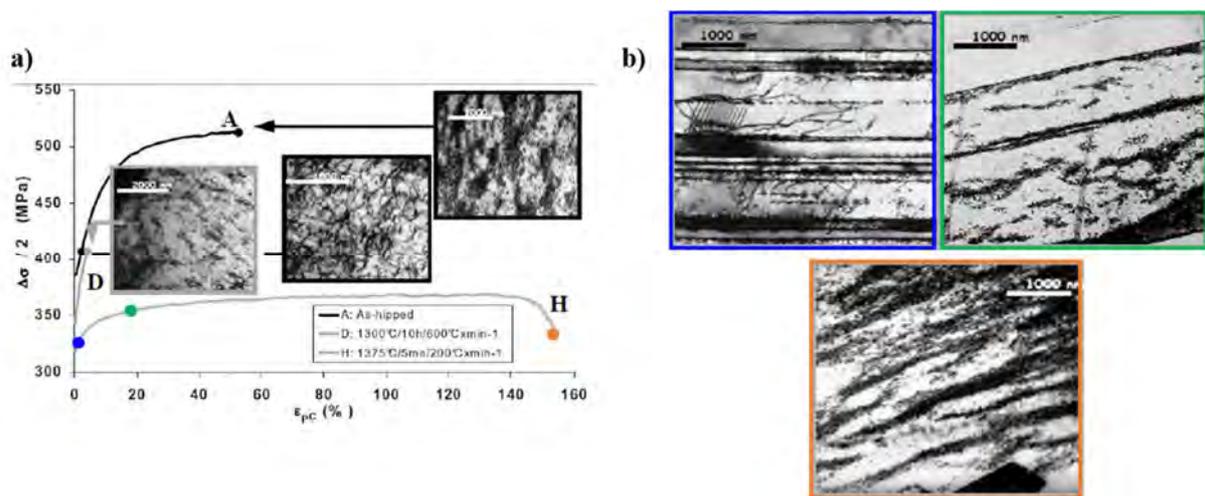


Figure I-39 : Résultats d'essais LCF ( $\Delta\epsilon_t/2=0.4\%$  ;  $\dot{\epsilon}=10^{-3}s^{-1}$  ;  $T=500^\circ C$  ;  $N_f=687$  cycles) du Ti-Al<sub>48</sub>-Cr<sub>2</sub>-Nb<sub>2</sub>. a) Variation de l'amplitude de contrainte en fonction de la déformation plastique cumulée ; b) Observation MET de la microstructure lamellaire (courbe H). Structure natte sur l'image MET au contour orange [91].

Les observations de cette étude avant rupture indiquent la présence de structures veines (image au contour vert), qui seraient alors un stade intermédiaire de la déformation et qui se transforment en natte au cours du cyclage. A 750°C, la structure natte n'a pas été observée, les auteurs attribuent cette absence à l'activation de la montée à cette température.

### VII.3. Structure veine

La structure veine a été observée dans ce même alliage (Ti-Al<sub>48</sub>-Cr<sub>2</sub>-Nb<sub>2</sub>) à température ambiante [102] [103] au sein de la microstructure lamellaire et à certaines  $\Delta\varepsilon/2$  (Figure I-40.a). Il semble que sa formation nécessite un équilibre entre la déformation plastique cumulée et l'amplitude de déformation imposée. Et comme évoqué dans le paragraphe précédent (Figure I-39), elle a été observée suite à un essai interrompu à 500°C pour disparaître au profit d'une structure natte. Cui *et al.* l'observe aussi sur 550°C mais après rupture [104].

La Figure I-40(b) schématise la formation de ce type de structure : elles sont majoritairement constituées de couloirs de dislocations ordinaires coins, entre lesquels il y a des zones vierges de déformation (appelées « channels » en anglais). Des amas de dislocations se forment aux premiers cycles et sont peu mobiles durant l'essai. Ils agissent alors comme des barrières au glissement des dislocations vis, qui s'accumulent de plus en plus avec la déformation cyclique dans ces couloirs, participant ainsi à l'augmentation de la densité de dislocations dans les veines [105]. Ce dernier point est étonnant, car dans TiAl, ce sont en général les segments coins qui sont les plus mobiles en glissement.

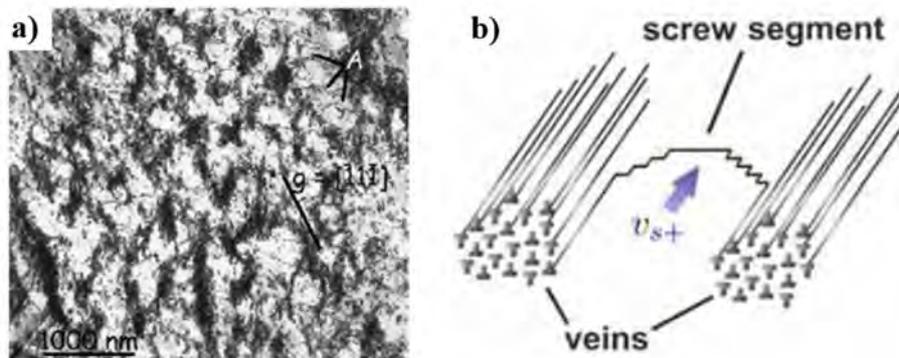


Figure I-40 : Structure veine. a) Observation MET au sein d'un GE déformé en LCF à 25°C,  $\Delta\varepsilon/2=0.4\%$  [103] ; b) Formation de canaux de dislocations coins par glissement de vis [106].

### VII.4. Dégradation des zones lamellaires

Kruml *et al.* ont observé au sein d'un alliage TiAl-8% at.Nb déformé en fatigue oligocyclique (courbes LCF sur la Figure I-29), la disparition des lamelles  $\alpha_2$  à 750°C, ce qui laisse place à de larges zones  $\gamma$ , et cela s'accroît avec la montée en température [83]. Dans un matériau similaire, Appel *et al.* observent aussi une dégradation des zones lamellaires à HT (850°C) [74]: la transformation de la phase orthorhombique B19 en phase  $\gamma$ . Chez les deux auteurs, ce phénomène coïncide avec un adoucissement de l'alliage. Cette dissolution de la phase  $\alpha_2$  en  $\gamma$  est aussi présente chez Park *et al.* à HT (800°C) [76] mais uniquement aux joints entre zones lamellaires/grains  $\gamma$  et pour des amplitudes de déformation élevées. L'observation des faciès de rupture indique que cette dissolution serait responsable du changement du mode de rupture transgranulaire en rupture intergranulaire.

### VII.5. Mécanismes classiques dans les alliages TiAl

Puisque la phase  $\gamma$  est proche d'une structure CFC, on retrouve les mécanismes de déformation classiques de ce type d'alliage, indépendamment du type de déformation macroscopique subie, tels que : présence de dislocations ordinaires, de maclage, de débris, de boucles, d'hélices, de points d'épinglage, de dipôles... La formation de ces structures a été présentée dans la partie §III.1. La variation des paramètres expérimentaux (température, amplitude de déformation imposée) va en revanche avoir une influence sur la densité de ces dislocations dans l'alliage. Dans ce qui suit, nous allons évoquer brièvement quelques-uns de ces mécanismes dans des échantillons fatigués.

Plusieurs auteurs ont donc constaté dans les échantillons déformés en LCF la présence de dislocations ordinaires qui s'organisent de manière aléatoire, à température ambiante et à HT [74] [77] [103]. Gloanec a étudié l'influence de l'amplitude de déformation imposée à 750°C. La Figure I-41 présente ses résultats. La microstructure est déformée par des macles et des dislocations organisées de manière aléatoire pour certaines déformations imposées (0.4 et 0.8%), et on observe sur presque toutes les images la présence d'hélices et de boucles. Il paraît surprenant que la montée soit activée à température aussi basse, car la diffusion est lente.

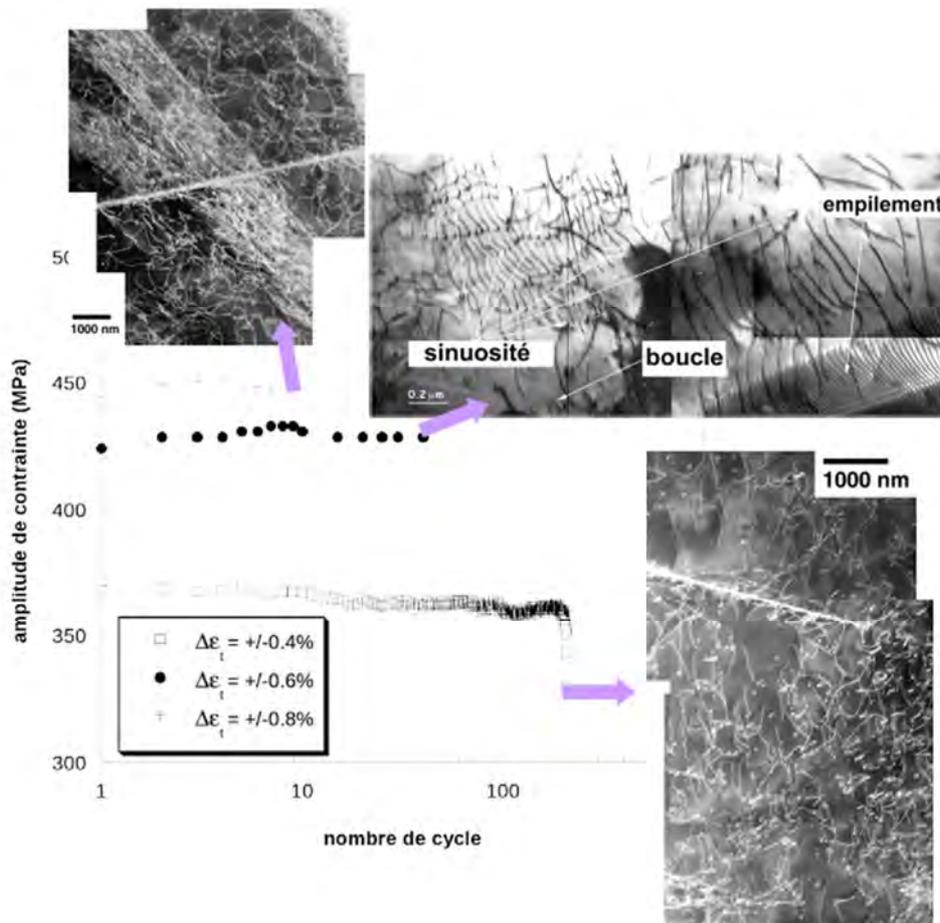


Figure I-41 : Influence de l'amplitude de déformation imposée sur les mécanismes de déformation à 750°C. Alliage Ti-Al<sub>48</sub>-Cr<sub>2</sub>-Nb<sub>2</sub> déformé en LCF [73].

## VII.6. Conclusion sur les mécanismes de déformation du TiAl en fatigue oligocyclique

Les mécanismes de déformation dépendent fortement des paramètres expérimentaux ainsi que de la nature de l'alliage (composition et microstructure), ainsi, les phénomènes observés peuvent être propres à l'alliage étudié. Quelques phénomènes restent caractéristiques de la fatigue des alliages TiAl tels que la dégradation des zones lamellaires et les structures nattes, elles n'ont cependant été observées que dans certains cas. Pour l'instant, on ne peut pas corrélérer de manière générale un comportement cyclique (adoucissement, durcissement ou saturation) à une déformation particulière, il est donc important d'analyser la microstructure de l'alliage déformé en fatigue pour comprendre l'origine de son comportement.

## **VIII. Conclusions – Objectifs de l'étude**

Les travaux présents dans la littérature montrent que le comportement mécanique des alliages TiAl a été étudié jusqu'à des températures très élevées, de l'ordre de 900°C. En ce qui concerne la fatigue à 750-800°C, plusieurs études ont permis de caractériser le comportement macroscopique du matériau, et les mécanismes microscopiques associés [100] [74] [76] [4] [73]. Notre objectif va donc consister, tout d'abord, à situer les performances en fatigue à haute température de l'alliage IRIS par rapport à celles des matériaux reportées dans ces études. Puis, il sera important d'identifier les mécanismes microscopiques de plasticité impliqués, en vue d'interpréter le comportement macroscopique. Le domaine de température qui nous a paru pertinent pour ces études se situe autour de 800°C, qui est la température visée actuellement pour l'utilisation industrielle de ces alliages. Par ailleurs, des études sur le comportement en fluage, et sur la stabilité des microstructures lors du vieillissement du matériau à haute température, seront également entreprises. Ces investigations mécaniques et microstructurales viendront compléter la caractérisation de l'alliage IRIS, dont les travaux antérieurs au CEMES [2] avaient montré le remarquable potentiel à haute température.

# Chapitre II

## Techniques expérimentales

---

<b>I. Introduction.....</b>	<b>54</b>
<b>II. Matériau de l'étude .....</b>	<b>54</b>
II.1. Lot de poudre.....	54
II.2. Analyse chimiques par ICP-OES.....	54
II.3. Atomisation par Plasma Inert-Gas Atomization (PIGA) .....	54
<b>III. Procédé d'élaboration : le SPS .....</b>	<b>55</b>
III.1. Principe de fonctionnement.....	55
III.2. Mécanismes mis en jeu.....	56
III.3. Machines utilisées .....	56
III.4. Outillage utilisé .....	58
III.5. Cycle SPS d'une pastille Ø36h8mm .....	59
<b>IV. Essais mécaniques .....</b>	<b>62</b>
IV.1. Essais de traction et fluage .....	62
IV.2. Essais de fatigue.....	62
<b>V. Microscopie .....</b>	<b>67</b>
V.1. Microscopie Électronique à Balayage (MEB).....	67
V.2. Microscopie Électronique en Transmission (MET) .....	67

## I. Introduction

Nous avons utilisé durant cette thèse plusieurs techniques expérimentales allant de l'élaboration de matériaux par SPS, aux caractérisations mécaniques et microstructurales. Nous donnons ici une brève description de ces techniques.

## II. Matériau de l'étude

### II.1. Lot de poudre

L'alliage étudié est un matériau TiAl nommé IRIS et développé par le CEMES durant la thèse de T. Voisin [2], sa composition étant: Ti-Al<sub>48</sub>-W<sub>2</sub>-B<sub>0.08</sub> (% at). Cet alliage a été élaboré par métallurgie des poudres et densifié par frittage flash (Sark Plasma Sintering). La densification par SPS et les premiers essais mécaniques (traction et fluage) ont permis de valider la composition et le procédé d'élaboration de l'alliage, ce qui a conduit au dépôt d'un brevet [71]. Le lot de poudre ayant initialement permis le développement d'IRIS est le lot 1109 : il provient de l'entreprise Crucible et a été atomisé selon le procédé PIGA (décrit au §II.3).

Un nouveau lot de poudre a été commandé pour cette thèse, référencé A1261, qui a été atomisé par l'entreprise ATI, également par PIGA. La composition nominale de cette nouvelle nuance est théoriquement la même que celle de la 1109, c'est-à-dire Ti<sub>49.92</sub>-Al<sub>48</sub>-W<sub>2</sub>-B<sub>0.08</sub>.

### II.2. Analyse chimiques par ICP-OES

Afin de vérifier la composition de l'alliage, des analyses par ICP-OES ont été réalisées (ICP-OES pour Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrométrie). Cette technique résulte du couplage entre un plasma d'argon induit par haute fréquence et un spectromètre. Ces analyses ont été réalisées par l'entreprise EAG et ont été effectuées sur un fragment d'une pastille SPS. L'échantillon a ensuite été mis en solution puis vaporisé au cœur d'un plasma induit d'argon, qui peut atteindre des températures de 8000 °C. À une température aussi élevée, toute substance à analyser subit une atomisation, une ionisation et une excitation thermique. Elle peut alors être détectée et quantifiée, soit avec un spectromètre à émission optique (OES), soit avec un spectromètre de masse (MS). L'OES a été utilisé dans notre cas. Les ions excités émettent des longueurs d'onde caractéristiques, celles-ci sont séparées, identifiées et leurs intensités mesurées par un spectromètre. Les résultats de ces analyses sont présentés dans le chapitre III.

### II.3. Atomisation par Plasma Inert-Gas Atomization (PIGA)

Les poudres que nous avons utilisées et étudiées sont produites par atomisation par gaz (Figure II-1). Ce procédé suit trois étapes principales :

- fusion : un lingot, élaboré par fonderie, de la composition chimique désirée est porté à sa température de fusion dans un creuset en cuivre refroidi ;
- atomisation : le matériau liquide s'écoule ensuite dans la tour d'atomisation où il passe à travers une buse où un jet de gaz (généralement de l'argon) qui le refroidit à une vitesse estimée entre 10<sup>5</sup> et 10<sup>8</sup> °C/min en fonction de la taille des gouttes de métal fondu ;
- tamisage : la poudre une fois refroidie est tamisée pour sélectionner la gamme de taille de particule souhaitée.

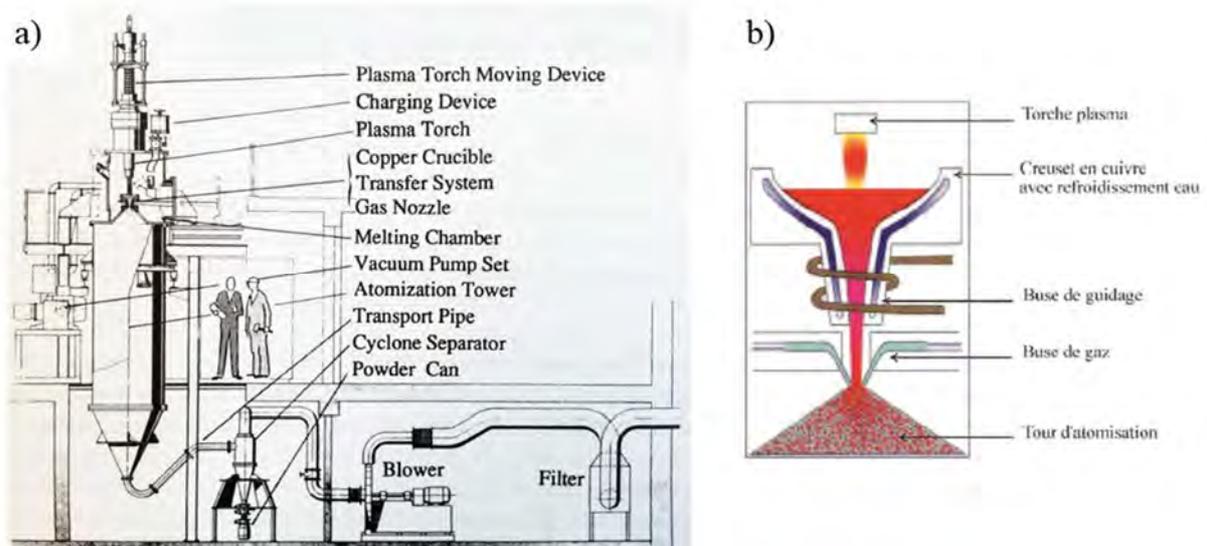


Figure II-1 : a) Fonctionnement générale du procédé PIGA ; b) schéma simplifiée de l'atomisation.

### III. Procédé d'élaboration : le SPS

Le procédé d'élaboration d'IRIS est le frittage flash, soit SPS pour Spark Plasma Sintering. Nous avons densifié des pièces SPS, dans le but de caractériser la microstructure du nouveau lot de poudre (A1261) et pour élaborer des éprouvettes pour les essais mécaniques. Les éprouvettes sont en effet usinées directement à partir de pièces massives.

Le principe de fonctionnement du procédé sera présenté brièvement dans cette partie et nous décrirons également la méthodologie expérimentale suivie pour réaliser des pièces cylindriques.

#### III.1. Principe de fonctionnement

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

Le chauffage de l'échantillon a lieu dans un four sous un vide de 5 Pa environ et se fait par effet Joule et par conduction si le matériau à fritter est conducteur, soit uniquement par conduction s'il est isolant (le courant ne passe alors que dans l'outillage). Un schéma du fonctionnement du SPS ainsi que des photos de l'outillage réel à température ambiante et à une température d'environ 1300°C sont visibles sur la Figure II-2. Les échantillons classiquement obtenus par un tel procédé sont des cylindres dont le diamètre peut varier de quelques millimètres à 500mm pour les plus grosses machines.

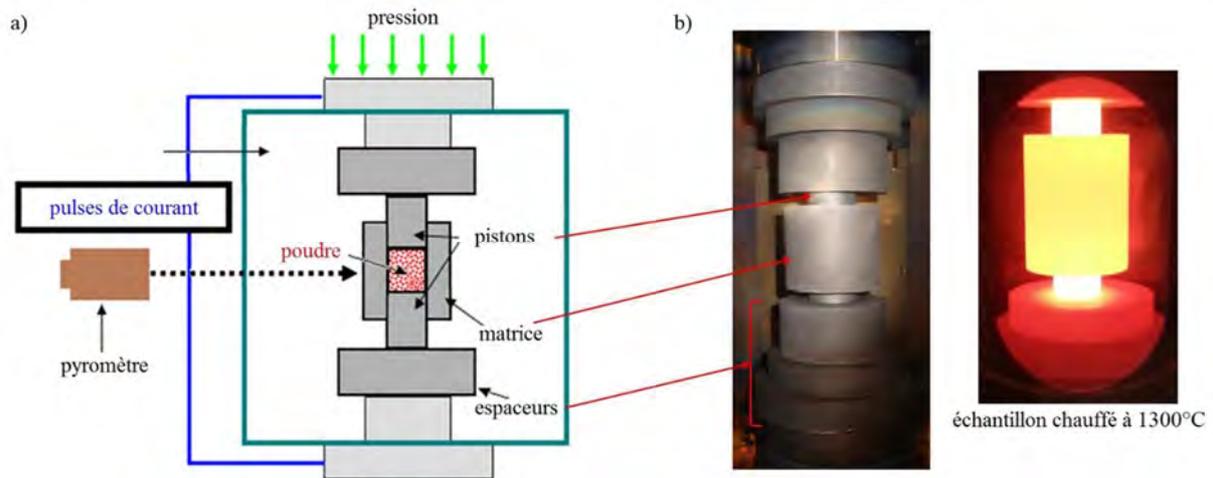


Figure II-2 : a) Schéma simplifié du procédé SPS ; b) Système de matriçage pour des pastilles cylindriques.

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

### III.2. Mécanismes mis en jeu

Les mécanismes mis en jeu lors du frittage par SPS font encore actuellement l'objet de débats animés, notamment en ce qui concerne l'effet du courant pulsé intense sur les mécanismes métallurgiques. L'étude de ces questions a fait notamment l'objet de la thèse de Z. Trzaska [107] au Cemes. Les résultats de cette étude ont montré que dans le cas des métaux (Ni, TiAl), les mécanismes métallurgiques de hautes températures impliqués dans la densification (mouvement des dislocations et des macles, restauration, recristallisation) ne sont pas accélérés de manière sensible par le courant. Ceci s'explique par le fait que la diffusion, qui est le mécanisme élémentaire de ces phénomènes, n'est pas influencée par des courants jusqu'à 20 fois supérieures aux valeurs typiques du SPS. Ceci avait été étudié à l'aide de couples de diffusion Ag-Zn. Ces travaux ont conclu que le mécanisme de densification est dû à la déformation plastique des particules de poudre selon une loi de type Norton. En d'autres termes, les mécanismes de densification sont ceux classiquement observés à haute température en métallurgie, et sont similaires aux mécanismes de frittage des techniques conventionnelles (pressage à chaud et compaction isostatique à chaud).

### III.3. Machines utilisées

Au cours de cette étude, nous avons eu accès à deux équipements SPS : la machine Syntex 2080 de la plateforme du Cirimat à Toulouse et la machine FCT HPD-125 installée au laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne (ICB) basé à Dijon.

#### III.3.1. Machine SPS de Toulouse : Syntex 2080

De type Sumitomo 2080, elle est fabriquée par l'entreprise japonaise SPS SYNTEX Inc. Elle est installée sur la plateforme de frittage flash (PNF2) au sein de l'Université Paul Sabatier de Toulouse qui est cogérée par le CEMES et le CIRIMAT sous la tutelle du CIRIMAT. Elle permet de densifier des échantillons allant jusqu'à un diamètre de 50mm. Elle peut fournir une température et une force maximales de 2000°C et 200kN respectivement.



Figure II-3 : Machine SPS Syntex 2080 de Toulouse.

Cette machine est utilisée essentiellement pour l'élaboration de pastilles de petites dimensions qui permettent la caractérisation de la microstructure en fonction de la température tout en nécessitant des quantités limitées de matière. Dans le cadre de cette thèse, nous avons densifié des pastilles de 36mm de diamètre et de 8mm de hauteur ( $\text{Ø}36\text{h}8\text{mm}$ ). Trois éprouvettes de tractions peuvent être usinées à partir de cette géométrie.

### III.3.2. Machine SPS de Dijon : FCT HPD-125

Cette machine provient de l'entreprise allemande FCT System GmbH. Le diamètre maximal des échantillons est de 150mm. L'intensité du courant peut atteindre 24000 A et elle peut délivrer une force de 1250 kN.



Figure II-4: Machine SPS FCT HPD-125 de Dijon.

Nous avons utilisé cette machine, en collaboration avec l'ICB-Dijon, pour élaborer des disques de grandes dimensions, soit des cylindres de 100mm de diamètre et 15mm de hauteur ( $\text{Ø}100\text{h}15\text{mm}$ ), dans le but d'usiner des éprouvettes pour les essais de fatigue.

### III.4. Outillage utilisé

La forme géométrique la plus simple à densifier est un cylindre dont le diamètre et la hauteur varient en fonction du système de moule utilisé. Durant cette thèse, nous avons densifié des cylindres de différentes dimensions, afin d'usiner des éprouvettes pour les essais mécaniques. Nous allons décrire la méthodologie expérimentale qui nous permet d'obtenir une pastille SPS.

La poudre est encapsulée dans un outillage en graphite constitué d'un moule et de deux pistons. Nous recouvrons la surface intérieure du moule d'une feuille en graphite (appelé communément Papyex) ayant une épaisseur de 0.2 mm. Cela permet à la poudre de ne pas adhérer au moule durant la densification et facilite grandement le démoulage de la pièce. De plus, il favorise le passage du courant. Du Papyex est également disposé entre les pistons et la poudre. Afin de limiter la perte de chaleur par rayonnement, un feutre en carbone recouvre la surface extérieure du moule. L'intérêt principal de ce feutre est de limiter les gradients de température radiaux, et donc d'améliorer l'homogénéité des microstructures dans la direction radiale. Un schéma du système d'encapsulation de la poudre de la machine Syntex 2080 est présenté ci-dessous :

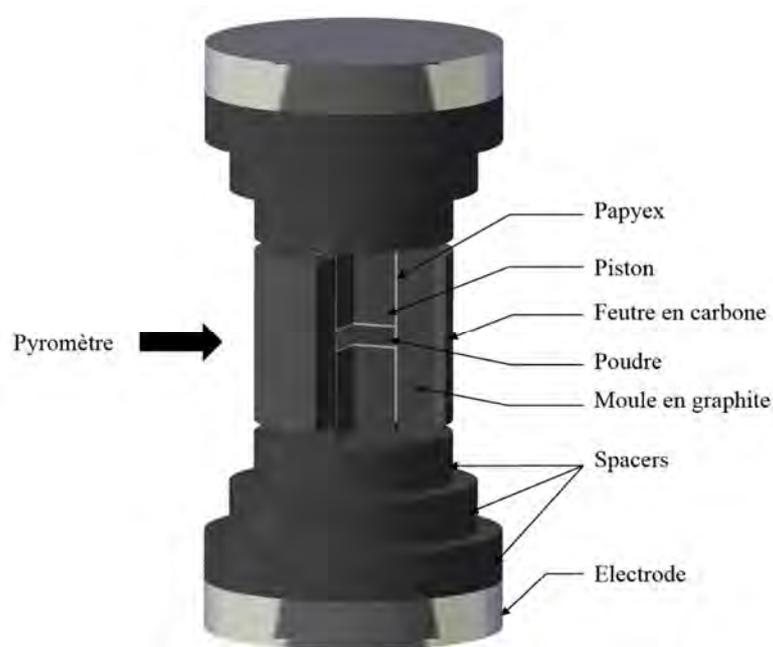


Figure II-5: Système d'encapsulation de la poudre dans la Syntex 2080 [2].

Une différence importante entre les deux machines SPS employées ici est la mesure de la température : le pyromètre vise la surface extérieure latérale du moule dans le cas de la Syntex 2080 alors que pour la FCT HPD-125, le pyromètre vise le galet en graphite placé au-dessus de la poudre, ce qui permet une mesure plus fidèle de la température dans la pièce SPS. Les schémas ci-dessous illustrent ces deux situations :

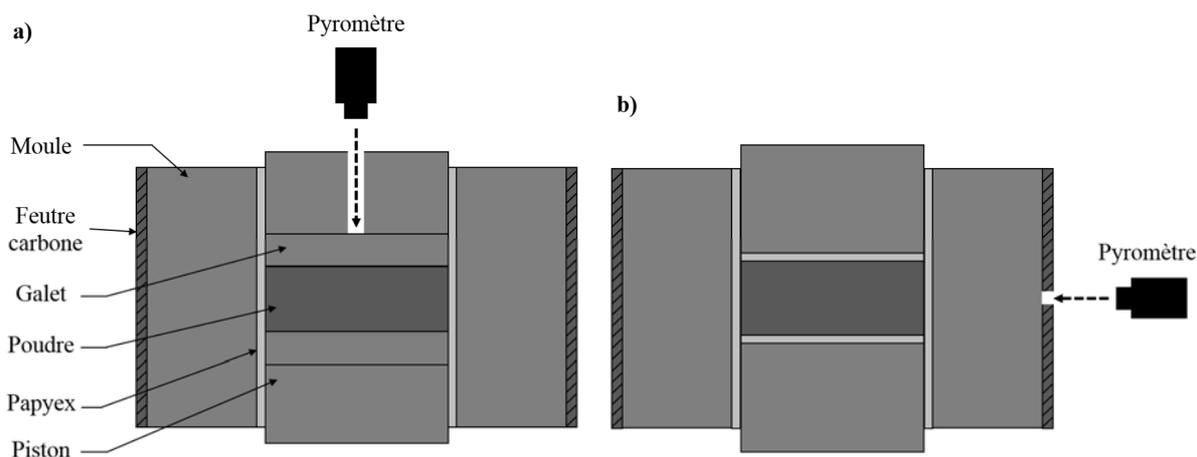


Figure II-6: Schémas en 2D de l'outillage SPS employé pour l'élaboration d'un cylindre dans la machine : a) FCT HPD-125 (Dijon) ; b) Syntex 2080 (Toulouse).

### III.5. Cycle SPS d'une pastille Ø36h8mm

La Figure II-7 montre l'évolution de la température, de la pression et du déplacement des pistons en fonction du temps pendant une expérience de frittage classique d'un échantillon Ø36h8mm. Les consignes sont en traits pointillés tandis que les valeurs mesurées sont en traits pleins.

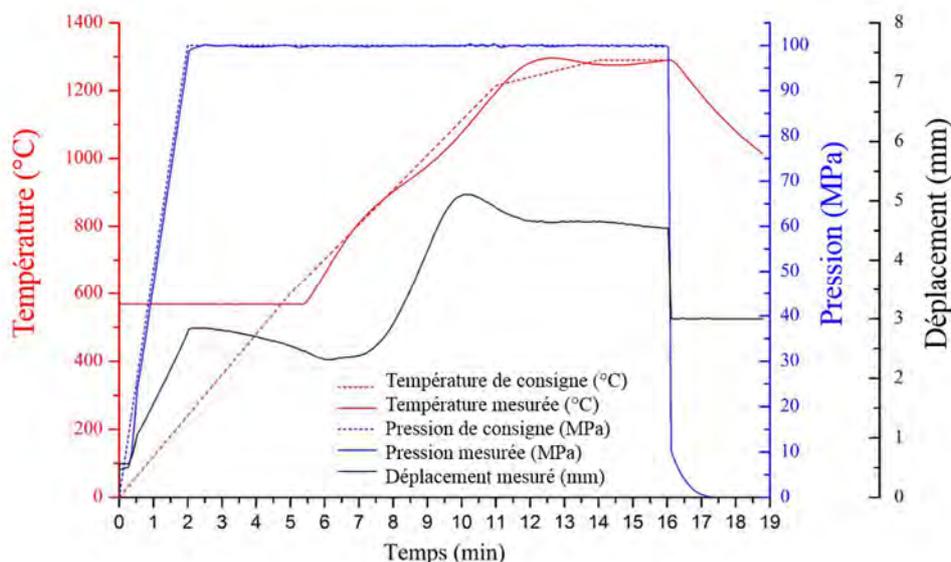


Figure II-7: Evolution des paramètres SPS en fonction du temps pour une pastille Ø36h8mm.

#### III.5.1. Mesure de la température de l'échantillon et cycle de chauffage

La température de chauffage de la poudre souhaitée par l'utilisateur est la température de consigne, on la note  $T_{pyro}^{cons}$ . La machine fournira le courant électrique nécessaire, pour que la température de chauffage (fournie par effet Joule) respecte la consigne. La mesure de la température de chauffage est assurée par le pyromètre. On constate sur la Figure II-7 un décalage entre la consigne  $T_{pyro}^{cons}$  et la température maximale mesurée par le pyromètre, qu'on note  $T_{pyro}^{max}$ . Cette différence peut atteindre plusieurs dizaines de °C, mais pendant le plateau isotherme à la température maximale, elle est de l'ordre de 10°C. Rappelons que la mesure de la température se fait sur les parois du moule (Figure II-6), et non directement sur la poudre, il est donc essentiel de calculer la différence entre la température mesurée et la température réelle de l'échantillon.

Les gradients de température entre le centre de l'échantillon et la surface extérieure, varient selon les dimensions et la géométrie de l'échantillon, dans une pastille Ø36h8mm par exemple, le gradient mesuré dans la thèse de T. Voisin était de 25°C.

Les simulations de la Figure II-8 montrent la répartition de température dans des pièces densifiées par SPS. Dans le cas d'une pastille cylindrique (Figure II-8.a), les lignes de courant se concentrent au niveau du centre de la pièce, la température est alors plus élevée au centre qu'au bord de l'échantillon. En revanche, pour une forme complexe, proche de la géométrie d'une aube (Figure II-8. b et c), la température est plus élevée au niveau du pied de l'aube.

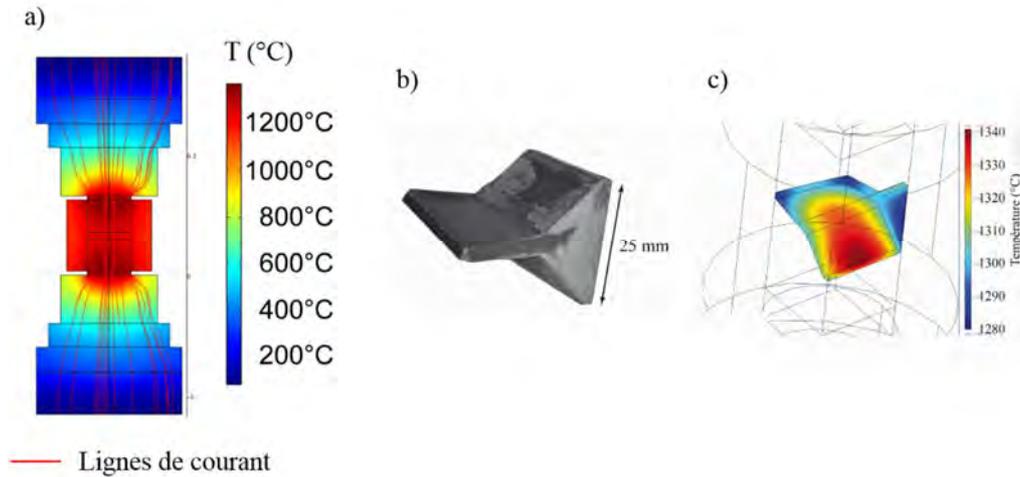


Figure II-8: a) Simulation numériques pour l'outillage d'une pastille cylindrique dans la Syntex 2080 ; b) Forme complexe ; c) Simulation numérique de la forme complexe [2].

De manière générale, les simulations numériques aident à optimiser la géométrie du moule pour limiter le plus possible le gradient de température dans une pièce.

Enfin, le pyromètre utilisé pour mesurer la température ne détectant pas les variations de rayonnement en-dessous de 575°C, il n'y a pas de mesure de température durant les cinq ou six premières minutes, soit le temps d'arriver à cette température.

Le cycle de chauffage suit plusieurs étapes indiquées schématiquement sur la Figure II-9. Pour une pastille Ø36h8mm par exemple, le cycle SPS commence par une montée en température jusqu'à 600°C pendant 5min. La vitesse de chauffage de consigne pour cette première étape est de 100°C/min. S'ensuit une 2<sup>ème</sup> phase débutant trois minutes avant d'atteindre la température de palier, où la température augmente, jusqu'à atteindre une température inférieure de 75°C à la consigne. La vitesse est réduite à 25°C/min pour éviter un dépassement de la température de consigne trop important. La température est ensuite maintenue constante pendant 2min. À la fin du cycle de chauffage, le courant électrique est coupé, et la pression revient à 0.

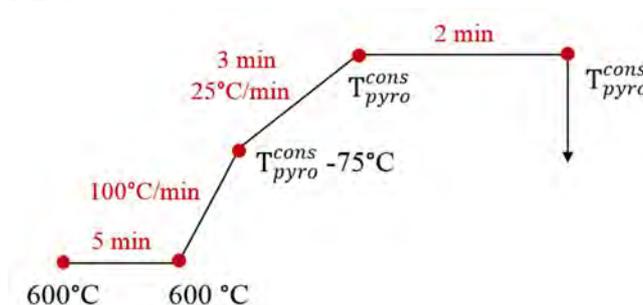


Figure II-9: Schéma représentant les différentes étapes de frittage pour une pastille Ø36h8mm.  $T_{pyro}^{cons}$  correspond à la température de consigne.

### III.5.2. Cycle de pression

Les pistons de l'outillage exercent une pression constante sur la poudre, fixée au préalable. La pression, passe de 0 à 50 MPa en début de cycle, en 2 minutes, et est maintenue jusqu'à la fin du cycle de chauffage. Le déplacement mesuré est la variation de position du piston hydraulique qui se trouve sous l'électrode inférieure.

### III.5.3. Evolution de la densité de l'échantillon

Si l'on trace l'évolution de la densité en fonction de la température (Figure II-10), on peut identifier trois stades durant la phase de densification. Premièrement, la vitesse de densification augmente avec la température (phase I) ensuite elle reste constante (phase II) et enfin elle diminue de manière continue jusqu'à s'annuler (phase III).

La densité (en %) est calculée en prenant en compte le déplacement ( $d$ ), le déplacement total ( $D$ ) et l'épaisseur finale de l'échantillon ( $e$ ) selon la formule suivante détaillée dans la Figure II-10 (b).

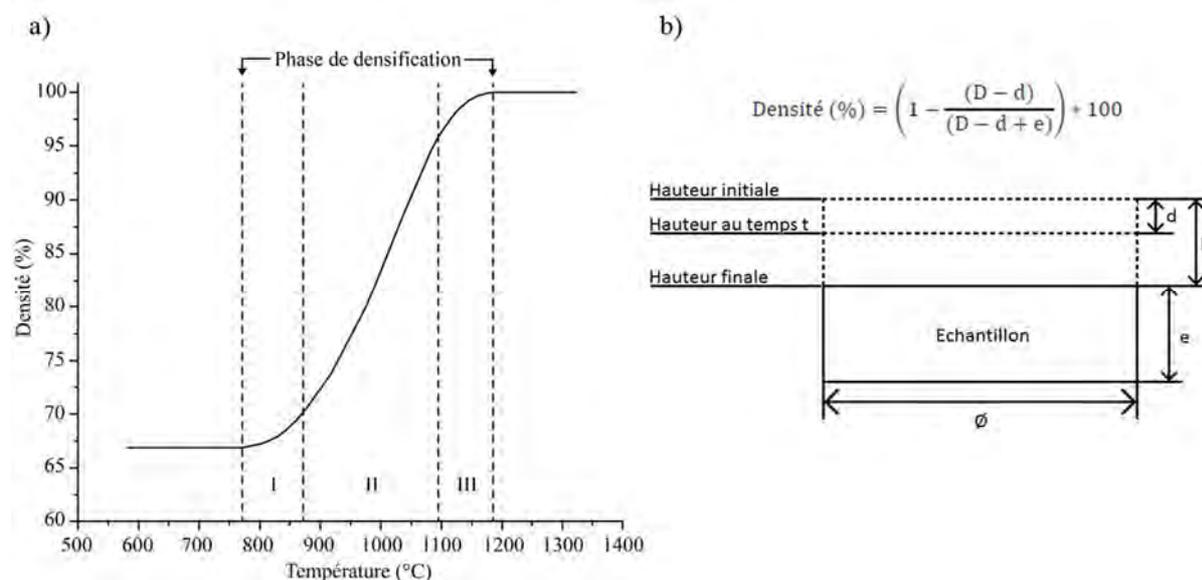


Figure II-10: Évolution de la densité d'un échantillon Ø8h6mm avec la température.

## IV. Essais mécaniques

Pour caractériser les propriétés mécaniques de l'alliage IRIS, plusieurs types d'essais mécaniques ont été réalisés : des essais de traction, de fluage et de fatigue.

### IV.1. Essais de traction et fluage

Que ce soit pour les essais de fluage ou de traction, les éprouvettes utilisées sont les mêmes, de géométrie cylindrique et d'une longueur de 28mm. La zone utile a un diamètre de 2.2 mm et une longueur de 10 mm (Figure II-11.a). Elles sont obtenues par carottage de pastilles  $\text{Ø}36\text{h}8\text{mm}$  (Figure II-11.b) puis usinage. Compte-tenu de la difficulté d'usiner le TiAl, les usinages ont été sous-traités à la même entreprise (SAFIM).

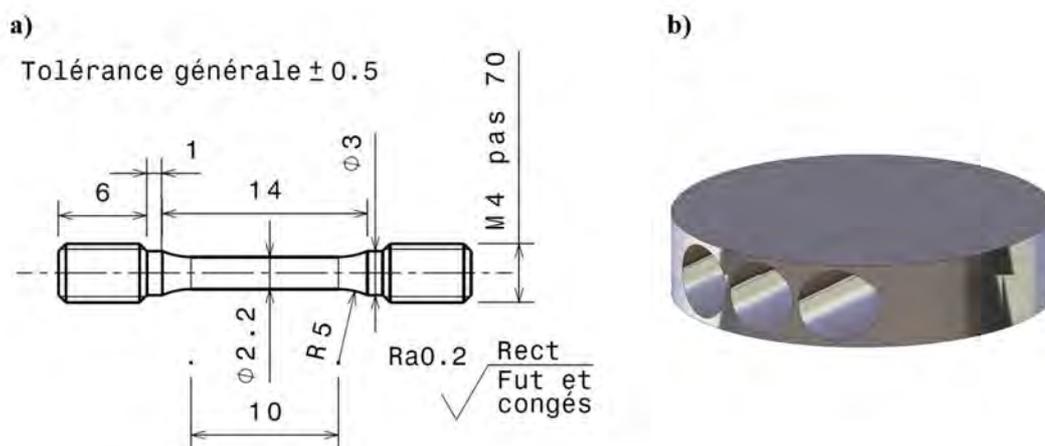


Figure II-11: a) Dimensions d'une éprouvette de traction/fluage ; b) Carottage de trois cylindres par pastille  $\text{Ø}36\text{h}8\text{mm}$  pour l'usinage des éprouvettes.

Pour les essais de traction à température ambiante, nous utilisons une machine Zwick Roell Z030 installée au CEMES. L'allongement du matériau est mesuré par un extensomètre à couteaux. L'essai de traction est réalisé à une vitesse de déformation imposée de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Un essai de traction à chaud ( $800^\circ\text{C}$ ) a été réalisé sur la machine servohydraulique MTS 809 Axial/Torsional Test System de l'Institut Clement Ader.

Les essais de fluage ont été réalisés sur le banc ADAMEL installé au CEMES.

### IV.2. Essais de fatigue

Nous avons réalisé des essais de fatigue oligocyclique à des températures allant de  $750$  à  $850^\circ\text{C}$ .

#### IV.2.1. Eprouvette de fatigue

Les éprouvettes de fatigue sont également obtenues à partir de pastilles SPS (Figure II-13.b) suivant le même procédé que les éprouvettes de traction/fluage. Le diamètre de l'éprouvette et la longueur de la partie filetée sont imposés, en revanche le diamètre et la longueur de la zone utile peuvent être définis par l'utilisateur. Les dimensions retenues pour cette étude sont les plus petites possibles pour une éprouvette de fatigue pour des essais à chaud sur la machine disponible à l'ICA (Figure II-13.a).

Lors d'essais de fatigue, l'état de surface des éprouvettes est un paramètre important, influençant l'amorçage de la rupture [91]. Il est donc nécessaire d'avoir un état de surface reproductible d'une éprouvette à l'autre en limitant notamment les imperfections géométriques (rugosité après usinage, rayures, ...). L'usinage de ces éprouvettes de fatigue a donc été réalisé en interne afin de garantir la reproductibilité des conditions d'usinage et une procédure de polissage a été établie (Figure II-12). Les

éprouvettes sont d'abord polies mécaniquement à l'aide de papiers abrasifs de carbure de silicium (SiC) suivant les granulométries suivantes : 120 (125 $\mu\text{m}$ ), 240 (60 $\mu\text{m}$ ), 600 (26 $\mu\text{m}$ ), 1200 (14 $\mu\text{m}$ ) et 2500 (10 $\mu\text{m}$ ). Puis un polissage à la pâte diamantée à 6 $\mu\text{m}$ , 3 $\mu\text{m}$  et 1 $\mu\text{m}$  est effectué. Toutes les éprouvettes ont été polies manuellement.

Etape	Papier abrasif (SiC)	Pâte diamantée	Durée (min)
1	120 (125 $\mu\text{m}$ )	--	20
2	240 (60 $\mu\text{m}$ )	--	10
3	600 (26 $\mu\text{m}$ )	--	10
4	1200 (14 $\mu\text{m}$ )	--	10
5	2500 (10 $\mu\text{m}$ )	--	10
6	--	6 $\mu\text{m}$	10
7	--	3 $\mu\text{m}$	10
8	--	1 $\mu\text{m}$	5

Figure II-12: Etape du polissage pour un alliage TiAl et pour une finition miroir

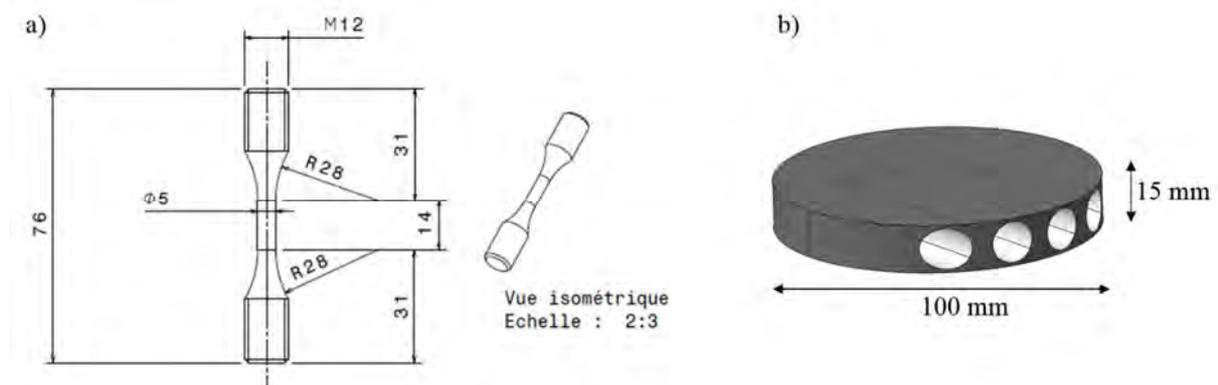


Figure II-13: a) Dimensions d'une éprouvette de fatigue pour des essais à haute température; b) Carottage de quatre cylindres par pastille SPS Ø100h15mm pour l'usinage des éprouvettes.

#### IV.2.2. Machine utilisée

La machine servohydraulique MTS 809 Axial/Torsional Test System située à l'Institut Clément Ader de Toulouse, a permis de réaliser les essais de fatigue (Figure II-14). Elle a été livrée en début de thèse et nous nous sommes occupés en grande partie de l'installation et de la mise au point de plusieurs éléments nécessaires à la réalisation des essais, notamment :

- l'installation du circuit de refroidissement à l'eau dans les mors prévus pour les essais à chaud ;
- le montage du four et du panneau de contrôle de la température ;
- test et installation du ventilateur refroidissant l'extensomètre ;
- rédaction du protocole expérimentale pour les essais de fatigue oligocyclique à chaud.

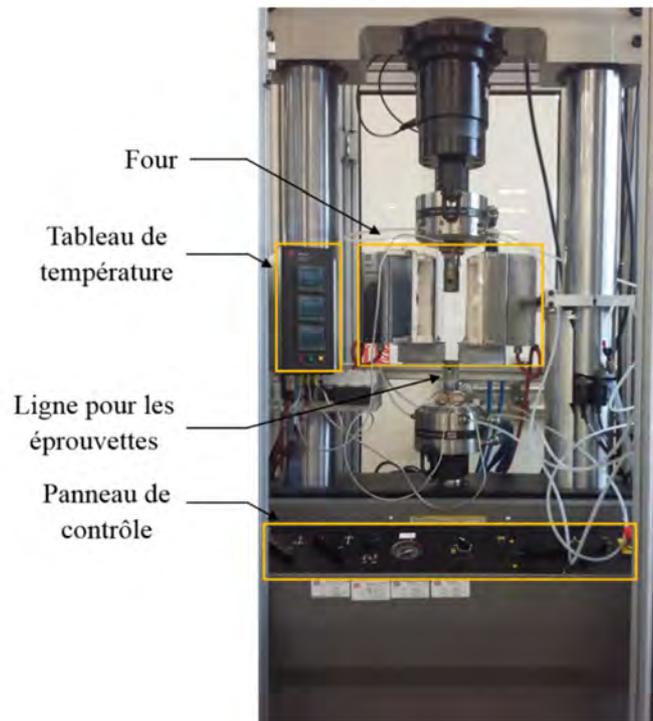


Figure II-14: Machine servohydraulique MTS 809 Axial/Torsional Test System.

### IV.2.3. Commande en température

Le chauffage est assuré par un four possédant six résistances, trois de chaque côté permettant ainsi une diffusion uniforme de la température sur l'éprouvette. Trois thermocouples placés devant les résistances mesurent la température à l'intérieur du four lors de l'essai. Le thermocouple central est celui qui mesure la température de l'éprouvette, il n'est pas en contact avec la surface de l'éprouvette mais est placé le plus proche possible de la zone utile. Les deux autres thermocouples sont en contacts avec la ligne à chaud et enregistrent la température au-dessus et au-dessous de l'éprouvette. Un circuit de refroidissement à l'eau permet de refroidir en continu les mors lors de l'essai.

Tous les éléments décrits ici ont été installés et calibrés pendant la thèse.

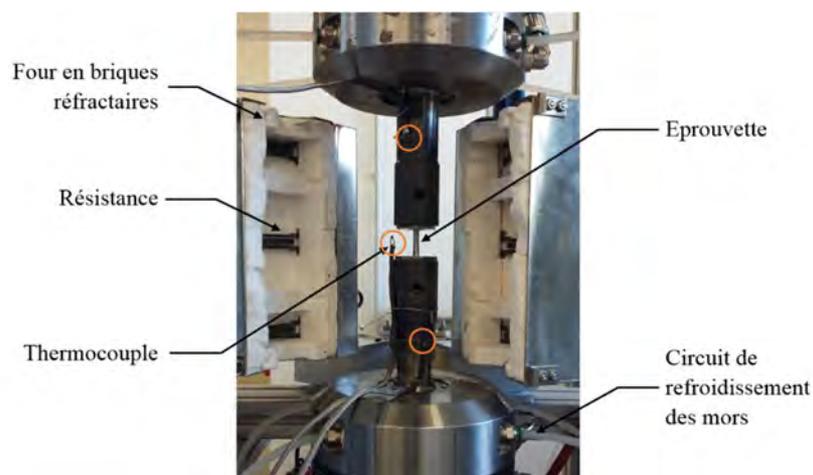
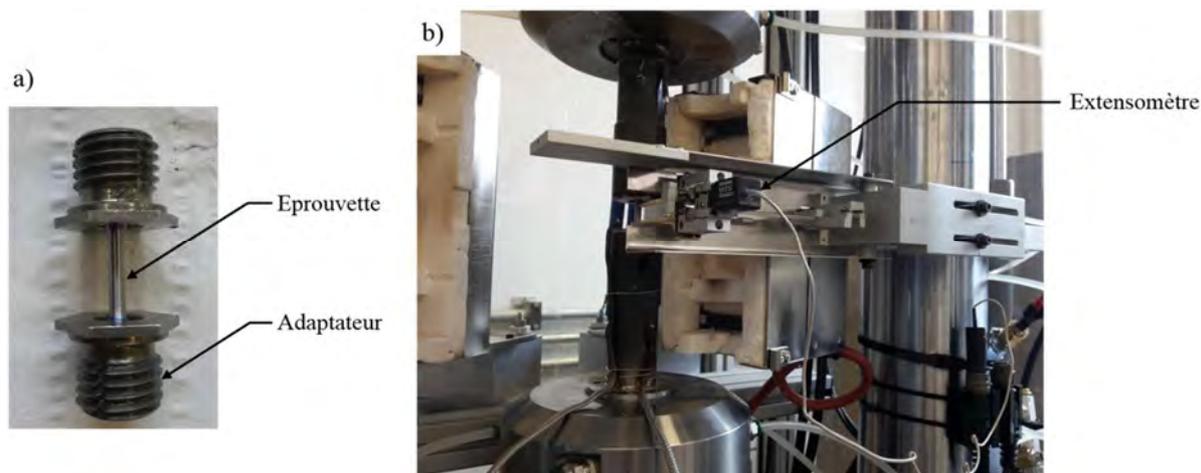


Figure II-15: Four de la machine de fatigue. Les thermocouples sont entourés.

#### IV.2.4. Installation de l'éprouvette

La deuxième difficulté réside dans l'installation de l'éprouvette. Puisque les essais se déroulent à haute température, le matériau se dilate au cours du cyclage, le contact entre la ligne à chaud et l'éprouvette est donc important : il faut limiter en continu les jeux entre les filets de l'éprouvette et ceux de la ligne à chaud. Pour cela, une tige se trouvant à l'intérieur de la ligne à chaud exerce une pression continue sur la tête de l'éprouvette.

Une couche protectrice en graphite est appliquée sur tous les filets subissant des variations de température, cela permet de démonter plus facilement les différentes pièces.



Enfin, il est essentiel de vérifier que les cannes de l'extensomètre sont bien en contact avec la zone utile de l'éprouvette, et que l'amplitude de déformation souhaitée est respectée. Souvent, le signal de l'extensomètre présente des anomalies au niveau du passage de la traction à la compression, cela indique que le contact n'est pas assuré entre l'éprouvette et la ligne à chaud. Il faut dans ce cas-là augmenter la pression exercée par les tiges sur les têtes de l'éprouvette et cela supprimera les jeux entre les filets de l'éprouvette et de la ligne à chaud.

#### IV.2.5. Déroulement d'un essai de fatigue

L'essai de fatigue oligocyclique à haute température est piloté par le logiciel MPE de la machine. Nous avons établi un programme pour le déroulement d'un essai, dont les principales étapes sont les suivantes (Figure II-17):

- l'essai débute par une mise à zéro de certains paramètres tel que la force, la déformation et le temps ;
- puis la montée en température (de la température ambiante à la consigne) est enclenchée. Pour une  $T_{\text{consigne}}$  de  $800^{\circ}\text{C}$ , la rampe de montée en température est d'une heure environ. Pendant cette durée, le matériau se dilate sous l'effet de la chaleur, et l'extensomètre suit la déformation de l'éprouvette. Une fois que la température de consigne est atteinte, l'extensomètre indique en général 1% de déformation (pour  $800^{\circ}\text{C}$ );
- la température de consigne est maintenue pendant 15 minutes avant de lancer l'essai. Ce palier permet de stabiliser la température au sein de l'éprouvette ;
- l'essai de fatigue peut alors commencer. L'extensomètre pilote l'essai selon l'amplitude de déformation imposée et la vitesse de déformation désirée. Les paramètres tels que le temps, la force, la déformation sont enregistrés ;
- une fois que la rupture survient, la température diminue et l'essai est interrompu.

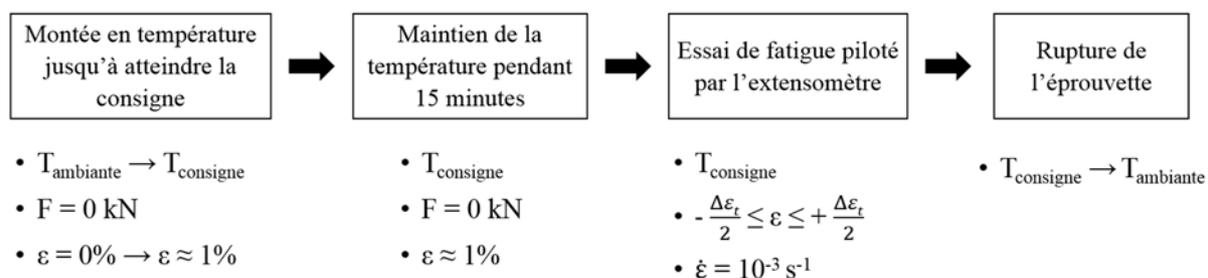


Figure II-17: Schéma simplifié représentant le déroulement d'une essai de fatigue

### IV.2.6. Courbes de fatigue

Tous les paramètres ont été enregistrés au cours de l'essai. La Figure II-18 donne un exemple de l'allure des courbes obtenues pour un essai réalisé à 800°C pour une amplitude de déformation totale imposée de  $\pm 0.45\%$ . La courbe (a) représente le signal d'entrée, soit l'évolution de la déformation au cours du temps. La courbe (b) représente la réponse de l'éprouvette à la déformation imposée, soit l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation. On observe bien que l'essai de fatigue débute à 1% de déformation environ, comme expliqué dans le paragraphe précédent. Notons que pour les courbes d'hystérésis représentées dans le chapitre V, les courbes ont été décalées et centrées sur l'origine du repère.

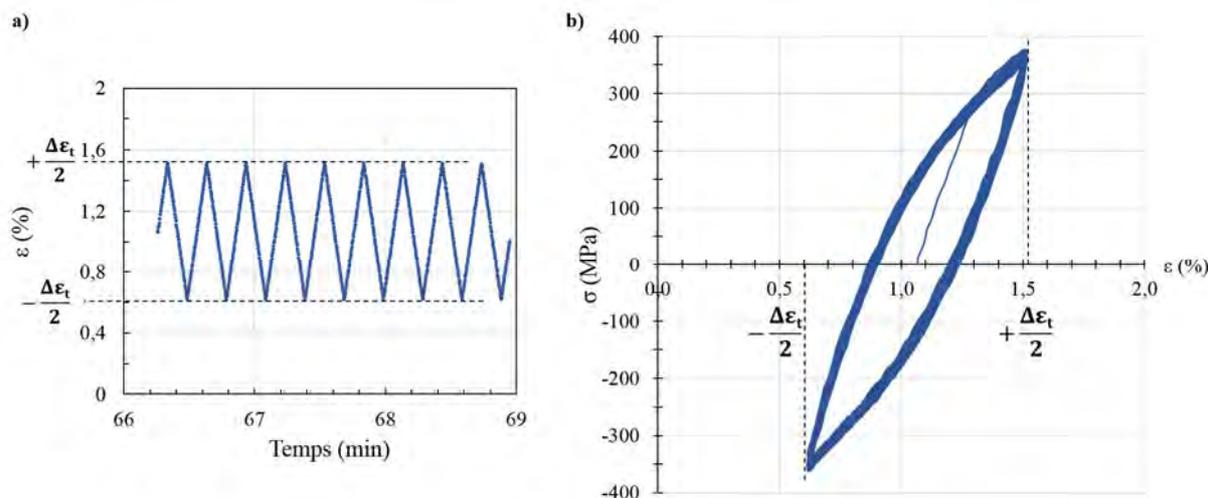


Figure II-18 : Courbes obtenues pour un essai de fatigue oligocyclique à 800°C ;  $\Delta\varepsilon_t/2 = \pm 0.45\%$ . a) Evolution de la déformation  $\varepsilon$  en fonction du temps. Nous avons représenté les 1ères heures de l'essai. b) Evolution de la contrainte  $\sigma$  en fonction de la déformation  $\varepsilon$ .  $\Delta\varepsilon_t/2$  correspond à l'amplitude totale de déformation imposée.

## V. Microscopie

### V.1. Microscopie Électronique à Balayage (MEB)

Le microscope utilisé est un Jeol 6490 à filament W. Nous travaillons généralement avec une tension comprise entre 10 et 20keV. De manière à obtenir le meilleur contraste entre les différentes phases en présence, nous travaillons avec les électrons rétrodiffusés.

Sur ce même microscope est monté un détecteur de rayons X qui nous permet de travailler avec la technique d'Energy Dispersive X-ray (EDX) pour analyser la composition chimique des phases en présence.

Les échantillons doivent être poli-miroirs. Nous travaillons directement sur les échantillons massifs issus d'une densification SPS et le polissage débute par le retrait du papyex, qui a adhéré à la surface de l'alliage. Pour cela, un polissage au papier abrasif SiC, d'une granulométrie de 80 (200 $\mu$ m) est essentiel pour l'élimination de cette couche de graphite. Puis nous suivons la procédure décrite dans la Figure II-12. La procédure est effectuée sur une polisseuse semi-automatique Phoenix 4000 produite par Buehler.

### V.2. Microscopie Électronique en Transmission (MET)

Dans le cas de la microscopie électronique en transmission, le faisceau d'électrons traverse l'échantillon. Le microscope utilisé est un Jeol 2010 à filament LaB6. Nous travaillons à une tension de 200kV. Plusieurs porte-objets sont à notre disposition : un simple-inclinaison, un double-inclinaison, un simple-inclinaison + rotation et un simple inclinaison + traction.

Nous nous sommes intéressés dans cette thèse, aux mécanismes de déformation et effets du vieillissement de la microstructure de l'alliage IRIS. Pour cela, des observations post-mortem ont été réalisées. Pour étudier la plasticité de la fatigue/fluage/traction, les lames minces ont été prélevées sur les éprouvettes, au plus proche de la surface de rupture.

La préparation des échantillons consiste d'abord en un polissage mécanique, par disques abrasifs 1200 (14 $\mu$ m) et 2400 (10 $\mu$ m), qui permet d'amincir l'échantillon à une épaisseur de 25 $\mu$ m. S'ensuit un polissage électrolytique dans une solution de type A3 (mélange de 75% de méthanol et de 25% de 2-butoxyéthanol) qui permet de compléter la préparation.

L'étude des mécanismes de déformation dans les microstructures obtenues est réalisée à l'échelle du grain, ainsi l'orientation des grains étudiés s'avère primordial. L'analyse des clichés de diffraction d'un grain permet de tracer sa projection stéréographique, ce qui permet d'étudier les vecteurs de Burgers des dislocations ainsi que les plans contenant les dislocations. Ces procédures seront décrites en détails au chapitre V §II.



# Chapitre III

## Elaboration et caractérisation de l'alliage IRIS

---

<b>I. Introduction.....</b>	<b>70</b>
<b>II. Caractérisation du lot 1261 .....</b>	<b>70</b>
II.1. Composition chimique et granulométrie.....	70
II.2. Evolution de la microstructure en fonction de la température (Ø36H8mm) .....	71
II.3. Influence de l'homogénéité de la poudre sur l'homogénéité microstructurale.....	77
II.4. Caractérisation mécanique en traction à température ambiante.....	80
II.5. Synthèse des résultats sur la nuance A1261 .....	81
<b>III. Comparaison des nuances 1109 et A1261 .....</b>	<b>82</b>
<b>IV. Elaboration par SPS d'échantillons de grandes dimensions.....</b>	<b>84</b>
IV.1. Géométrie Ø100h15mm.....	84
IV.2. Géométrie Ø60H50mm .....	91
<b>V. Conclusions .....</b>	<b>94</b>

## I. Introduction

L'objectif de ce chapitre est tout d'abord de caractériser la microstructure et les propriétés mécaniques de l'alliage IRIS élaboré à partir du lot de poudre A1261, atomisé par PIGA, par l'entreprise ATI. Les résultats seront comparés à ceux obtenus précédemment sur le lot de poudre 1109, atomisé par Crucible et de même composition nominale. La question de la sécurisation des filières de production des poudres est actuellement au cœur des enjeux du développement des techniques de frittage (que ce soit le HIP, le SPS ou la fabrication additive). Dans ce contexte, la caractérisation poussée des lots de poudres d'une même composition nominale, mais provenant d'atomisations différentes, s'avère de plus en plus nécessaire. Notons que Crucible a été rachetée par ATI, ce qui signifie que les atomisations des poudres A1261 et 1109 ont vraisemblablement été effectuées sur les mêmes installations.

Des essais mécaniques sur les microstructures biphasé, duplex et proche lamellaire de l'alliage IRIS ont été réalisés dans la thèse de T. Voisin sur l'alliage 1109 [2]. Rappelons que la microstructure proche lamellaire à petits grains est celle qui présente le meilleur compromis entre ductilité à température ambiante en traction et résistance au fluage.

Nous évaluerons l'intervalle de température sur lequel la microstructure proche lamellaire peut être obtenue pour le nouveau lot de poudre (A1261), et comment évoluent les propriétés mécaniques de matériaux élaborés sur cet intervalle. Nous caractériserons également finement les propriétés mécaniques de la microstructure proche lamellaire à petits grains.

Enfin, nous présenterons la méthodologie mise au point pour élaborer des échantillons de grandes dimensions, nécessaires pour l'usinage d'éprouvettes de fatigue. Nous montrerons comment nous sommes assurés de l'homogénéité de la microstructure dans les matériaux élaborés, et nous présenterons des essais d'élaboration effectués sur deux géométries différentes.

En résumé, les objectifs de ce chapitre sont :

- obtenir pour le nouveau lot de poudre référencé A1261, la microstructure proche lamellaire par SPS. Des essais de fatigue seront par la suite réalisés sur cette microstructure ;
- comparer les résultats obtenus précédemment sur la nuance A1109 à ceux de la nuance A1261 ;
- réaliser des échantillons de grandes dimensions, en maîtrisant les différentes étapes de changement d'échelle sur des équipements SPS différents.

## II. Caractérisation du lot 1261

### II.1. Composition chimique et granulométrie

Nous donnons ici la composition chimique et la granulométrie du lot de poudre A1261, ainsi que celles du lot 1109, pour comparaison. Les principales caractéristiques de ces nuances IRIS sont présentées sur la Figure III-1 (a).

La composition commandée auprès du fabricant pour la nuance A1261 était la suivante :  $Ti_{49,92}-Al_{48}-W_2-B_{0,08}$  (%at). Après réception du lot de poudre, la composition chimique a été vérifiée par ICP-OES (Spectrométrie de masse à plasma induit). Les résultats d'analyses, récapitulés ci-dessous, sont très proches du cahier des charges et valident la composition demandée.

Par ailleurs, le lot de poudre A1261, utilisé lors de cette thèse, a une granulométrie comprise entre 44 et 150  $\mu m$ , légèrement inférieure à celle de la nuance A1109.

Nuance	Fabricant	Procédé	Granulométrie ( $\mu\text{m}$ )
A1109	Crucible	PIGA	50-200
A1261	ATI Powder Metals	PIGA	44-150

Elément	Concentration (%m)	Concentration (%at)
Titane (Ti)	59.05 $\pm$ 0.70	50.11
Aluminium (Al)	31.83 $\pm$ 0.06	47.92
Tungstène (W)	8.41 $\pm$ 0.04	1.86
Bore (B)	0.031 $\pm$ 0.001	0.12

Figure III-1 : a) Caractéristiques des poudres IRIS ; b) Analyses chimiques de la nuance A1261 par ICP-OES en %massique et %atomique.

## II.2. Evolution de la microstructure en fonction de la température ( $\text{Ø}36\text{H}8\text{mm}$ )

Nous avons caractérisé les différentes microstructures du lot de poudre A1261 de l'alliage IRIS. Pour cela, 7 pastilles SPS  $\text{Ø}36\text{H}8\text{mm}$  ont été densifiées à différentes températures de consigne ( $T_{pyro}^{cons}$ ) allant de 1215 à 1340°C (Figure III-2.a) avec la machine Syntex 2080 de Toulouse. Rappelons que  $T_{pyro}^{cons}$  correspond à la température souhaitée par l'utilisateur, le pyromètre mesure la température au point extérieure du moule et la machine fournit le courant électrique nécessaire au respect des consignes. Nous avons maintenu les températures pendant 2 minutes et suivi les cycles SPS décrits dans le chapitre II (§III) pour les pastilles  $\text{Ø}36\text{H}8\text{mm}$ . Un exemple du cycle SPS de la pastille AR436, dont  $T_{pyro}^{cons} = 1290$  est présenté sur la Figure III-2.(b).

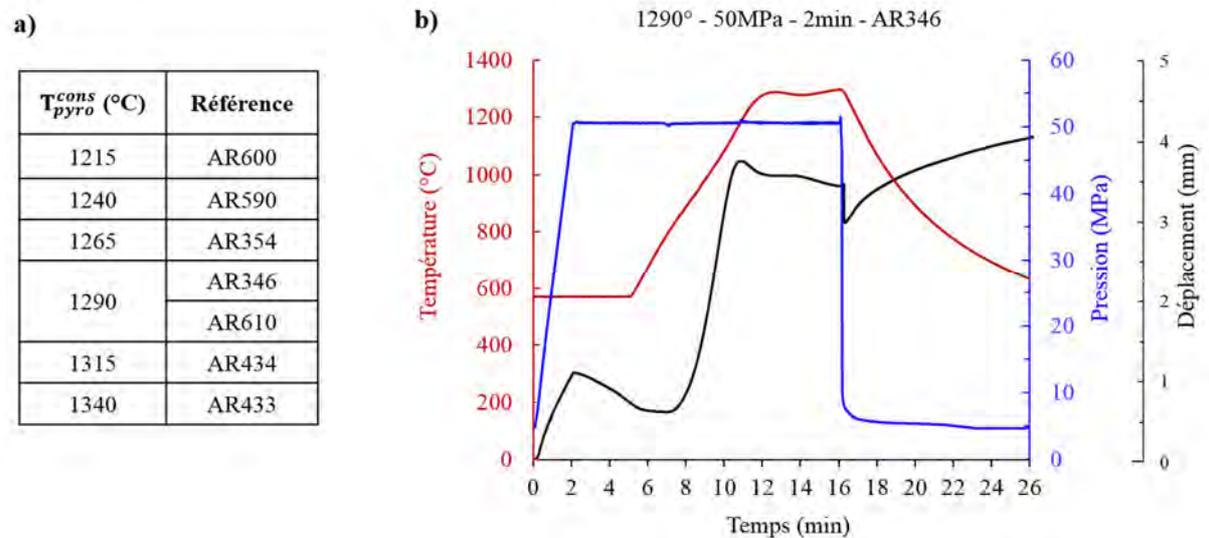


Figure III-2: a) Tableau récapitulant les conditions expérimentales ; b) cycle SPS d'une pastille  $\text{Ø}36\text{mmH}8\text{mm}$  1290°C

Nous remarquons sur la courbe (Figure III-2.b) qu'il y a un écart entre la consigne  $T_{pyro}^{cons}$  et la température maximale mesurée par le pyromètre qu'on notera dans la suite  $T_{pyro}^{max}$ . Cela est dû au dépassement de la consigne (overshoot) lié à la montée rapide en température.

Durant un cycle SPS, pour des poudres conductrices, la température est plus élevée au centre de l'échantillon qu'au point de mesure par le pyromètre. Il y a donc un gradient de température depuis le centre vers le bord de l'échantillon, et vers le point de mesure. Des études précédentes ont déterminé le gradient de température d'une pastille  $\text{Ø}36\text{H}8\text{mm}$  à l'aide de la nuance 1109 : il y a 60°C d'écart entre le centre de l'échantillon et la surface extérieure de la matrice où est effectuée la mesure de la température par le pyromètre [2], comme indiqué sur le schéma ci-dessous (Figure III-3). En revanche,

entre le centre et le bord de la pastille, il y a environ 25°C. Ces valeurs correspondent à celles de la machine SPS Syntex2080 de Toulouse, et diffèrent d'une machine à l'autre.

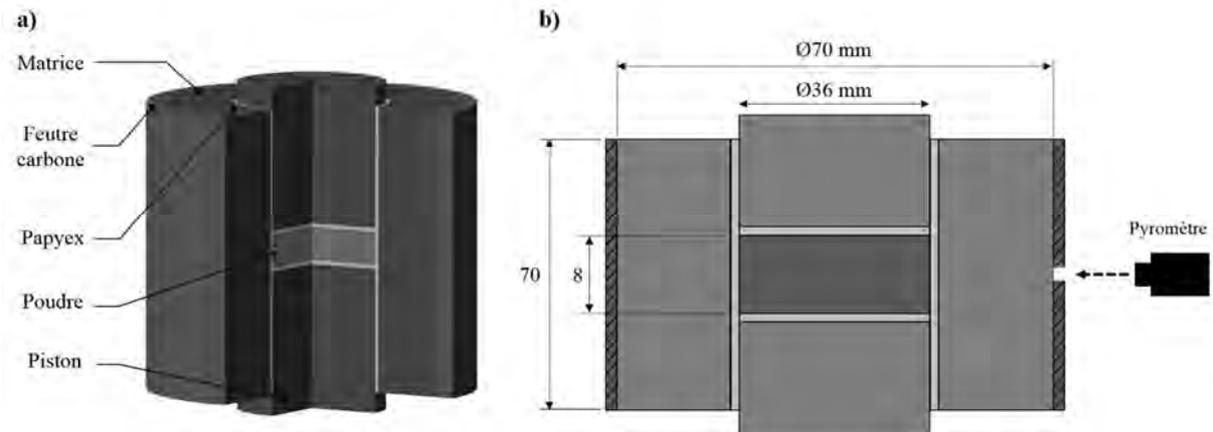


Figure III-3: Système de matriçage pour la réalisation d'une pastille Ø36x8mm. a) Représentation en 3D ; b) Coupe en 2D. La température est mesurée par le pyromètre sur la surface extérieure de la matrice.

Le gradient de température étant susceptible de conduire à des gradients de microstructure dans les échantillons, pour chaque température testée, nous avons observé la microstructure au centre et au bord de la pastille, pour chaque température testée, comme indiqué sur la figure ci-dessous :

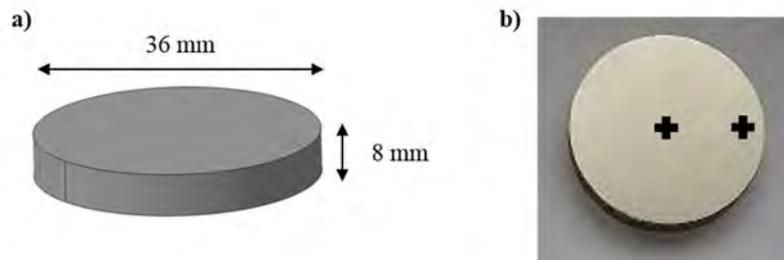


Figure III-4: (a) Géométrie d'une pastille SPS ; b) Pastille polie. Les croix indiquent les points de nos observations, au centre et au bord de la pastille.

Une synthèse de toutes ces observations sont présentées à la fin de cette partie (§ II.5).

### II.2.1. Microstructure biphasée ( $T_{ech} = 1281^{\circ}C$ )

Pour une température de consigne de 1215°C, correspondant à une température cœur échantillon ( $T_{ech}$ ) de 1281°C, nous avons obtenu une microstructure biphasée dans l'ensemble de la pastille. Cette microstructure est composée de grains  $\gamma$ ,  $\alpha_2$  et  $\beta_0$  (Figure III-5). La microstructure n'est pas homogène dans l'ensemble de l'échantillon : la fraction volumique de la phase  $\alpha_2$  est plus importante dans le centre de la pastille qu'au bord.

Statistiquement, comme pour l'alliage G4 ( $Ti_{51}-Al_{47}-Re_1-W_1-Si_{0.2}$ ) [18], les précipités  $\beta_0$  se retrouvent préférentiellement dans les zones dendritiques. Le W ségrège dans les phases qui se solidifient à plus haute température, ainsi les précipités  $\beta_0$  sont enrichis en W. Les zones grises sombres sur l'image correspondent à la phase  $\gamma$ , riche en Al et pauvre en W.

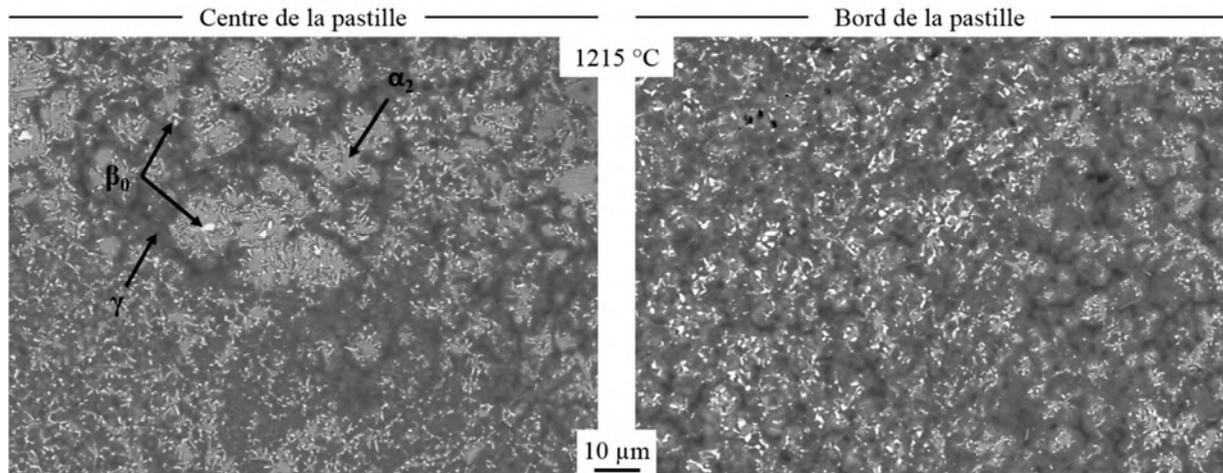


Figure III-5: Microstructure biphasée d'IRIS à  $T_{pyro}^{cons}=1215^{\circ}\text{C}$  ;  $T_{ech}=1281^{\circ}\text{C}$  ;  $Ref_{SPS}=AR600$ . Observations au centre et au bord de la pastille SPS. Les différentes phases apparaissent comme suit :  $\beta_0$  en blanc,  $\alpha_2$  en gris uniforme, gamma en dégradé sombre).

## II.2.2. Microstructure proche lamellaire et biphasée (Tech = 1308°C)

A une température consigne de  $1240^{\circ}\text{C}$ , soit une  $T_{ech}=1308^{\circ}\text{C}$ , on observe plusieurs microstructures entre le centre et la surface extérieure de l'échantillon (Figure III-6). Au centre de la pastille, la microstructure est cette fois-ci proche lamellaire, le transus  $\alpha$  a donc été franchi. Nous considérons comme température expérimentale du transus  $\alpha$ , la moyenne entre  $T_{pyro}^{max}$ (Biphasée) et  $T_{pyro}^{max}$ (Lamellaire), soit  $1235\pm 12.5^{\circ}\text{C}$ , ce qui correspond à une température échantillon de  $1286\pm 12.5^{\circ}\text{C}$ . Cette microstructure est composée de colonies lamellaires contenant des lamelles  $\gamma$  et  $\alpha_2$  et des liserés (séparant les colonies lamellaires) composés de la phase  $\gamma$  et des précipités  $\beta_0$ . Plus on s'éloigne du centre de l'échantillon, plus la fraction volumique des colonies lamellaires diminue et celle de la phase  $\gamma$  augmente. Ainsi à la position 2, la microstructure est duplex. Elle est constituée de colonies lamellaires séparés par des grains  $\gamma$  et des précipités  $\beta_0$ . On considère comme duplex la microstructure où on commence à identifier les colonies lamellaires. Au bord de la pastille (position 3), on retrouve une microstructure biphasée. Rappelons que le gradient de température entre le centre et le bord de l'échantillon pour une pastille  $\text{Ø}36\text{H}8\text{mm}$  a été déterminé auparavant à  $25^{\circ}\text{C}$  environ. Cela signifie que le domaine de température d'existence de la microstructure duplex est de cet ordre de grandeur, et qu'il est par conséquent extrêmement réduit.

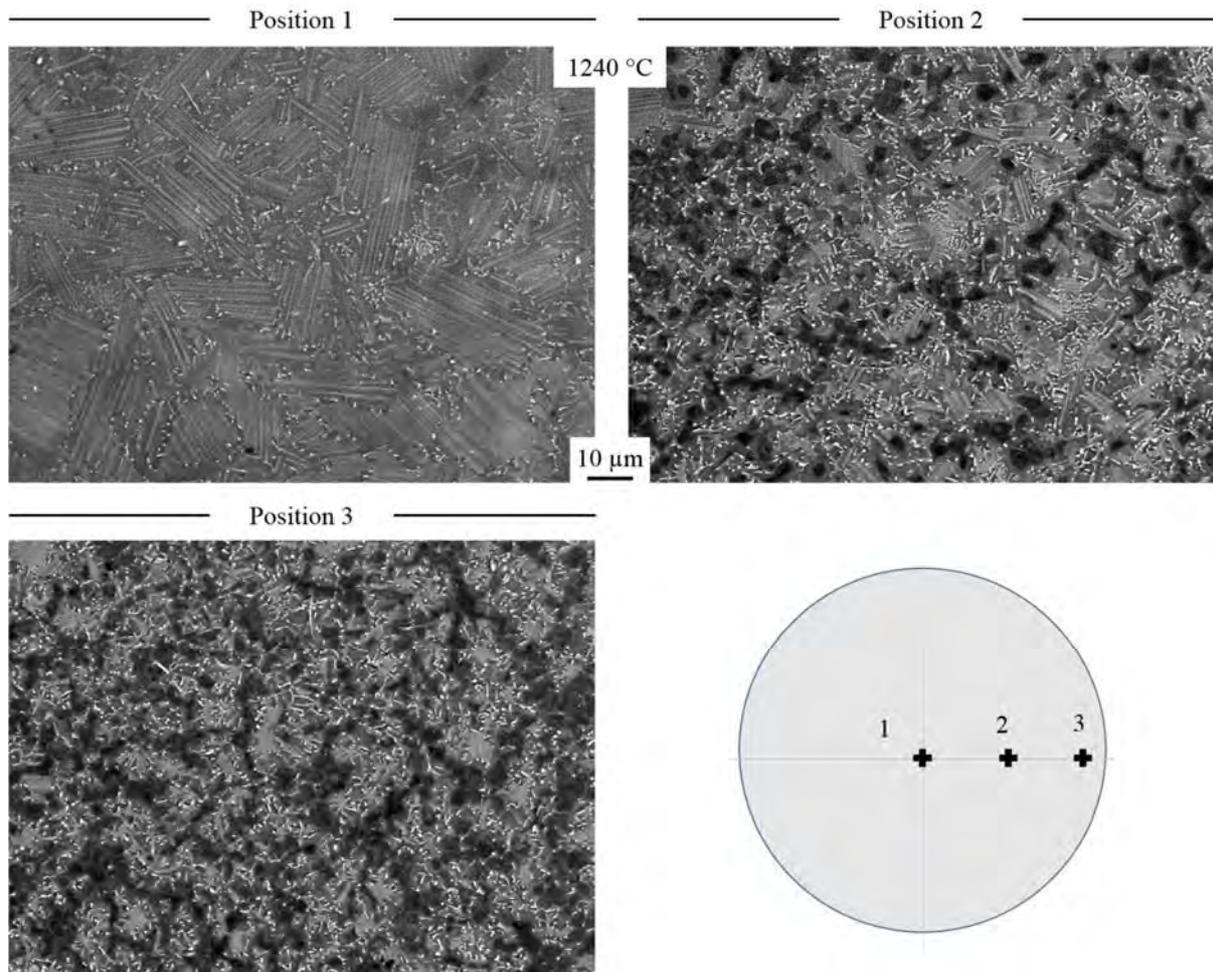


Figure III-6: Microstructures d'IRIS à  $T_{pyro}^{cons}=1240^{\circ}\text{C}$  ;  $T_{ech}=1308^{\circ}\text{C}$  ;  $Ref_{SPS}=AR590$ . Les positions 1,2 et 3 correspondent à celles indiquées sur la pastille. Position1 : proche lamellaire ; 2 : duplex ; 3 : biphasée.

### II.2.3. Microstructure proche lamellaire et duplex ( $T_{ech} = 1334^{\circ}$ )

La Figure III-7 montre que la microstructure proche lamellaire occupe 2/3 de la pastille à une température échantillon à  $1325^{\circ}\text{C}$  ( $T_{pyro}^{cons} = 1265^{\circ}\text{C}$ ). Le bord de la pastille est quant à lui duplex.

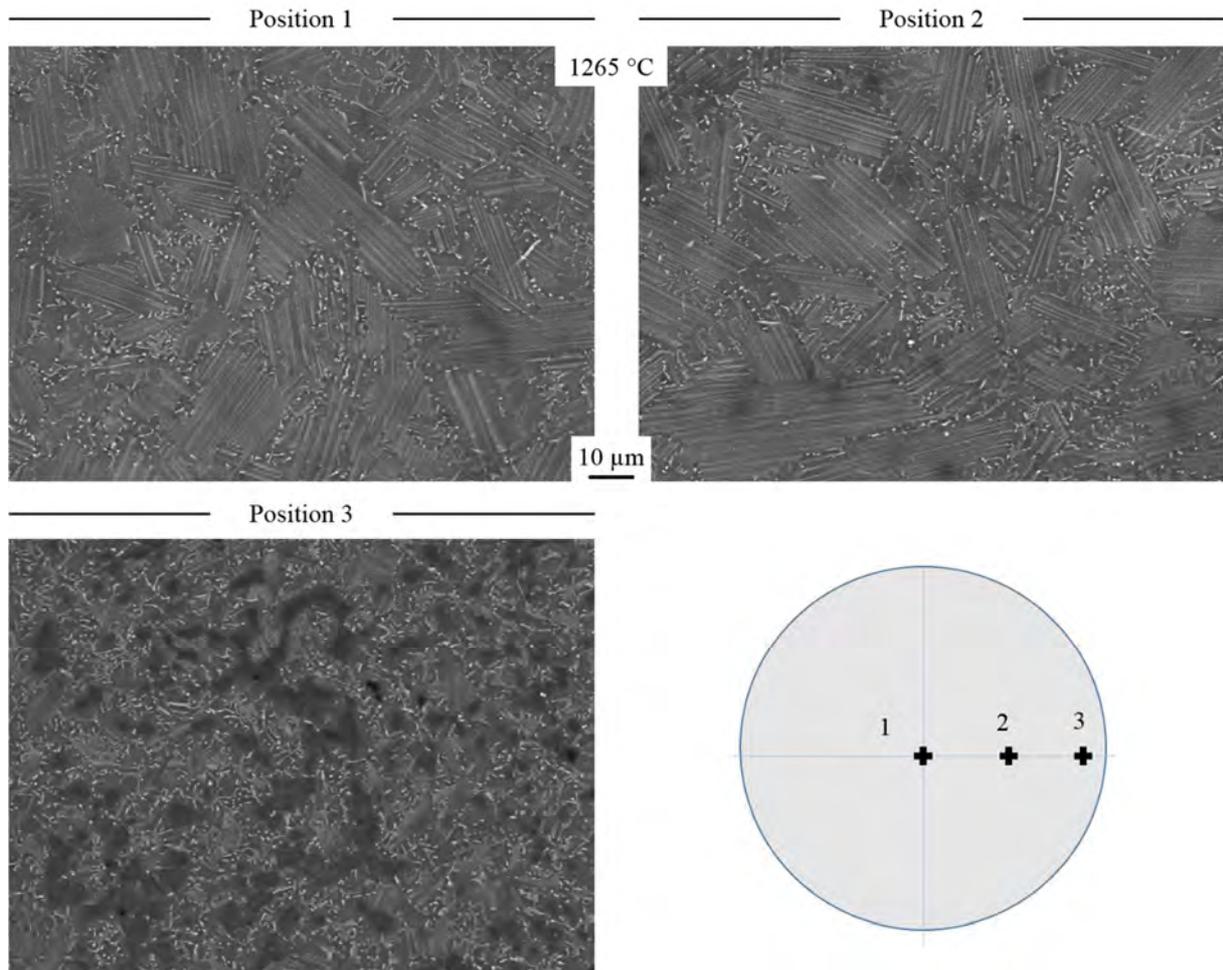


Figure III-7: Microstructures d'IRIS à  $T_{pyro}^{cons}=1265^{\circ}\text{C}$  ;  $T_{ech}=1334^{\circ}\text{C}$  ; Ref<sub>SPS</sub>=AR354. Position 1 et 2 : microstructure proche lamellaire ; Position 3 : duplex.

#### II.2.4. Microstructure proche lamellaire ( $T_{ech} = 1357^{\circ}\text{C}$ )

Une microstructure proche lamellaire dans toute la pastille est obtenue pour  $T_{ech}=1357^{\circ}\text{C}$  ( $T_{pyro}^{cons}=1290^{\circ}\text{C}$ ). Le transus  $\alpha$  a donc été franchi au bord de la pastille (Figure III-8). Nous considérons la température de transus  $\alpha$  au bord de l'échantillon comme la moyenne entre  $T_{pyro}^{max}$ (Duplex) et  $T_{pyro}^{max}$ (Proche lamellaire), soit  $T_{pyro}^{max}=1286^{\circ}\text{C}$ , ce qui équivaut à  $T_{ech}=1346\pm 12.5^{\circ}\text{C}$ . La température mesurée par le pyromètre pour le franchissement du transus  $\alpha$  au bord de l'échantillon est supérieure de  $51^{\circ}\text{C}$  à la température mesurée pour le franchissement du transus au centre de l'échantillon (estimé à  $1286\pm 12.5^{\circ}\text{C}$ ). Nous avons donc dans notre cas un gradient de  $51^{\circ}\text{C}$  entre le centre et le bord de la pastille  $\varnothing 36\text{h}8\text{mm}$ . Cette valeur diffère de celle mesurée dans la thèse de T. Voisin ( $25^{\circ}\text{C}$ ).

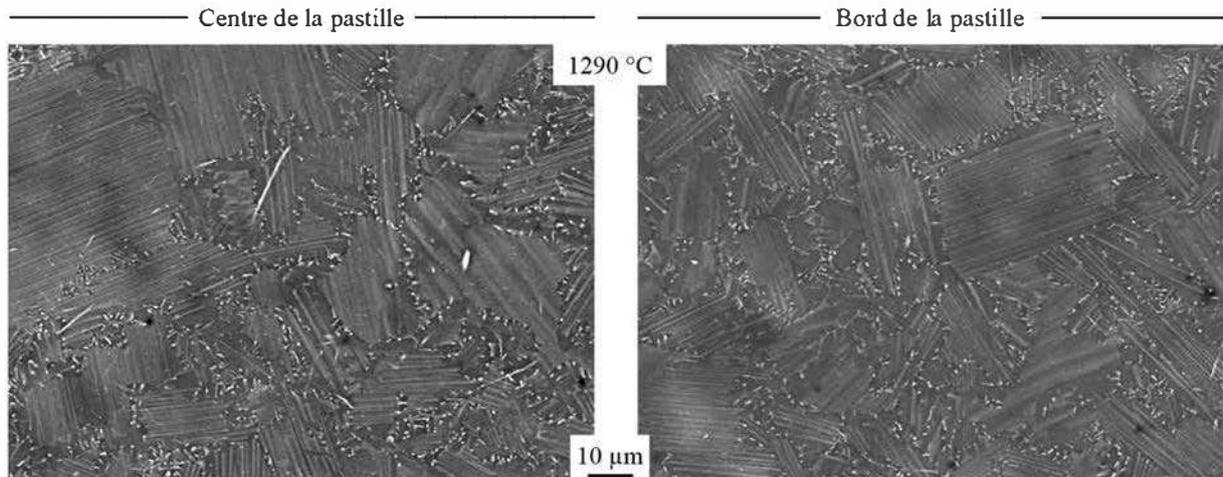


Figure III-8 : Microstructure proche lamellaire d'IRIS à  $T_{pyr}^{cns} = 1290^{\circ}\text{C}$  ;  $T_{éch} = 1362^{\circ}\text{C}$  ; Ref<sub>SPS</sub> = AR610. Observations au centre et au bord de la pastille.

### II.2.5. Microstructure proche lamellaire ( $T_{éch} = 1378^{\circ}\text{C}$ )

Afin d'estimer une plage de température pour la microstructure proche lamellaire, nous poursuivons la densification de pastilles, à des températures plus hautes. Pour une température consigne de  $1315^{\circ}\text{C}$ , soit  $1378^{\circ}\text{C}$  au cœur de l'échantillon, nous retrouvons la microstructure proche lamellaire dans l'ensemble de la pastille, avec des colonies lamellaires mesurant entre 30 et 50  $\mu\text{m}$ .

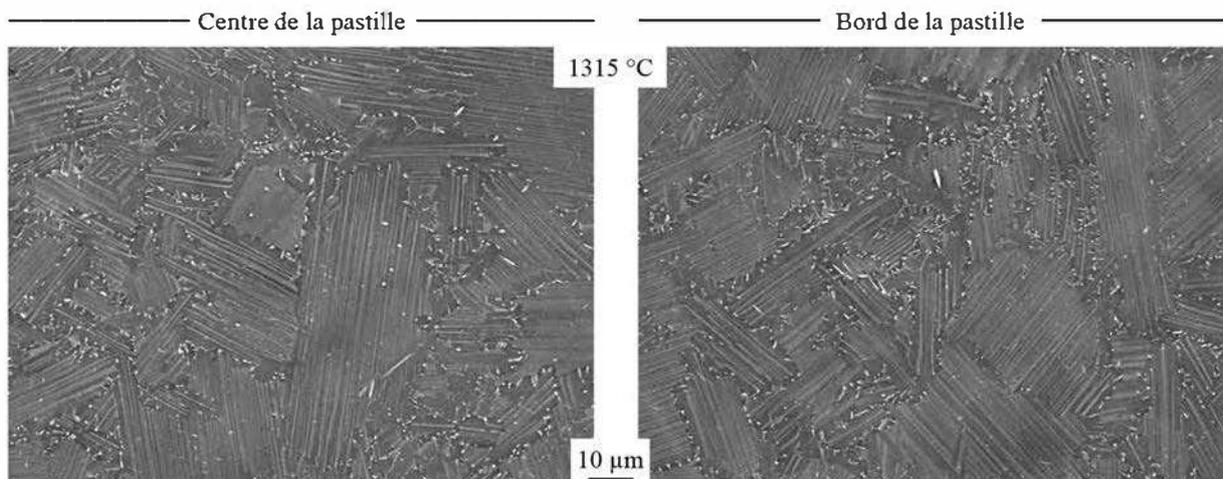


Figure III-9 : Microstructure proche lamellaire d'IRIS à  $T_{pyr}^{cns} = 1315^{\circ}\text{C}$  ;  $T_{éch} = 1378^{\circ}\text{C}$  ; Ref<sub>SPS</sub> = AR434. Observations au centre et au bord de la pastille.

### II.2.6. Microstructure proche lamellaire ( $T_{éch} = 1409^{\circ}\text{C}$ )

La Figure III-10 montre qu'on retrouve encore une fois une microstructure proche lamellaire dans l'ensemble de la pastille. Nous avons observé pour la première fois cette microstructure dans la totalité de la pastille à  $T_{éch} = 1357^{\circ}\text{C}$ , et elle demeure stable jusqu'à  $1409^{\circ}\text{C}$ . La microstructure proche lamellaire s'étend donc sur une plage d'au moins  $52 \pm 12.5^{\circ}\text{C}$ . Néanmoins, un grossissement sensible des colonies lamellaires est observé.

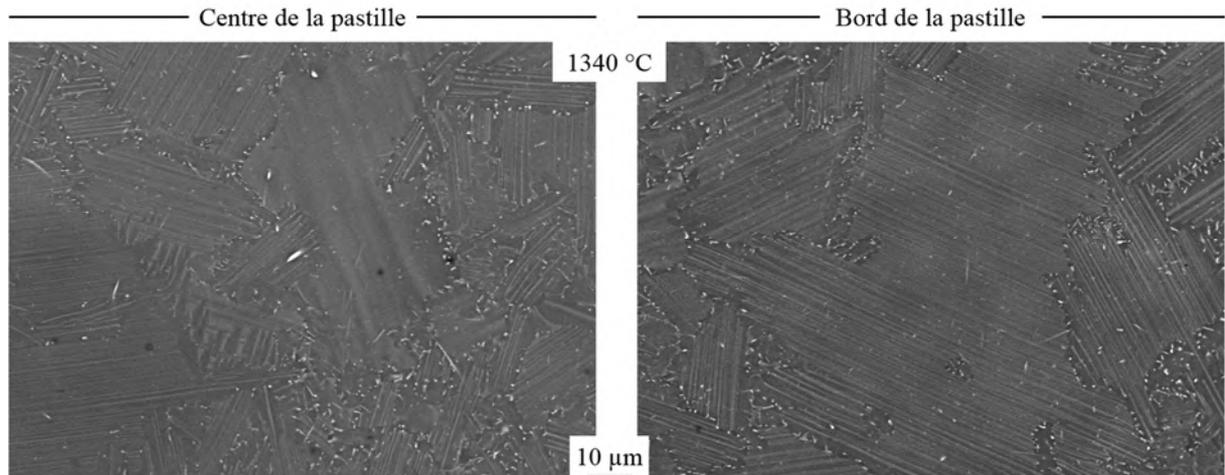


Figure III-10 : Microstructure proche lamellaire d'IRIS à  $T_{pyro}^{cons}=1340^{\circ}\text{C}$  ;  $T_{ech}=1409^{\circ}\text{C}$  ;  $Ref_{SPS}=AR433$ . Observations au centre et au bord de la pastille.

### II.3. Influence de l'homogénéité de la poudre sur l'homogénéité microstructurale

Des observations ont été effectuées pour détecter d'éventuelles hétérogénéités microstructurales provenant de différences de composition chimiques entre les particules de poudre, provenant du processus d'atomisation. A faible grossissement, la Figure III-11 montre que des hétérogénéités sont présentes dans la microstructure proche lamellaire à petits grains. On note ainsi la présence de deux types d'hétérogénéités de forme approximativement circulaires : des zones blanches et des tâches sombres. Les premières semblent être des particules de composition chimique très éloignée de la composition nominale, puisqu'on ne retrouve pas la microstructure lamellaire à petits grains attendue. Les zones sombres sont bien de microstructure lamellaire, mais la différence de contraste observée provient très probablement d'une différence de composition chimique, moins marquée cependant que celle des zones claires.

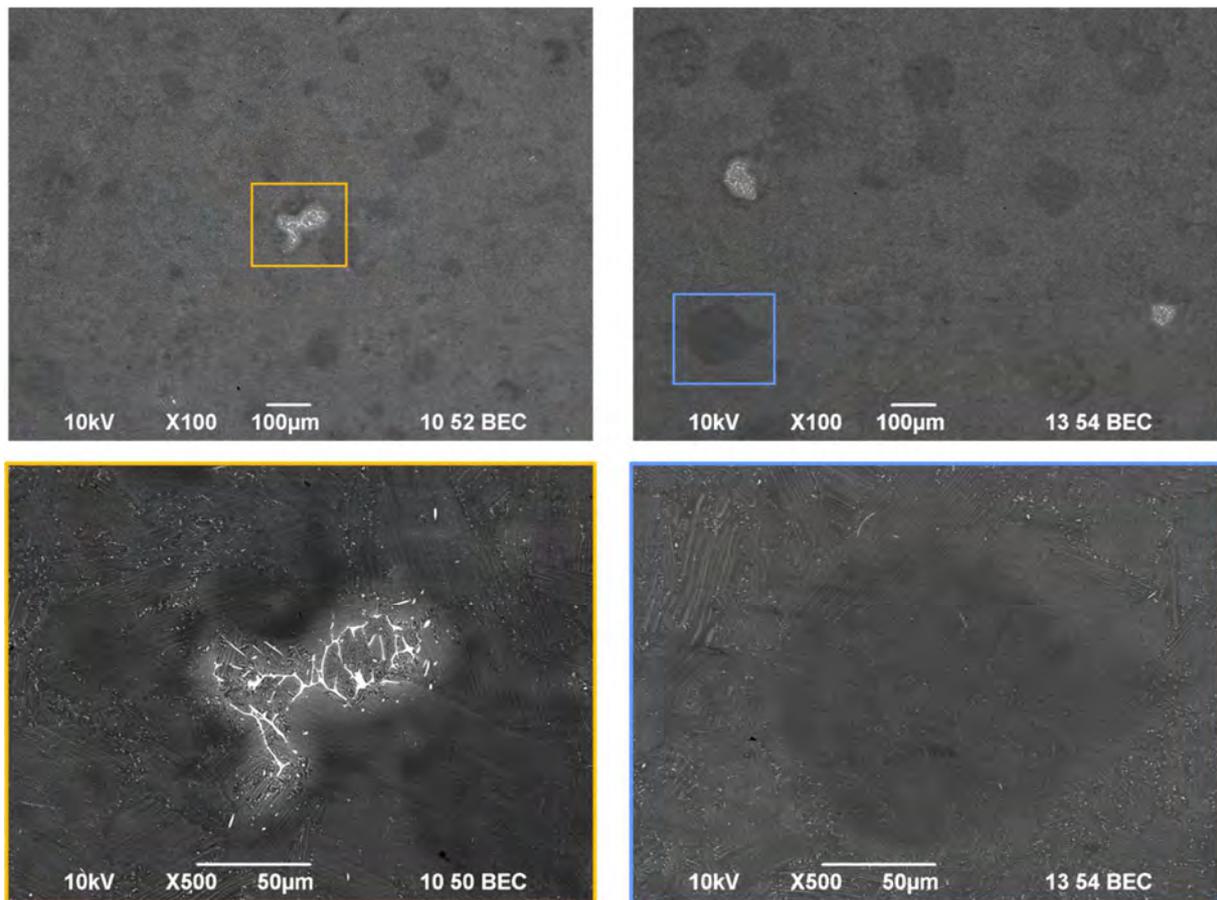


Figure III-11 : Hétérogénéités dans la microstructure proche lamellaire à petits grains.

Des analyses chimiques ont été réalisées dans les zones blanches. La zone analysée ci-dessous est constituée d'un squelette (zone 1 et 2 sur Figure III-12.a) et entre les branches de ce dernier, les grains ressemblent à des liserés  $\gamma$  (zone 3 et 4) avec des précipités  $\beta_0$ . Ce squelette se distingue par une forte concentration en W avec 11.5%, teneur équivalente à celle des précipités  $\beta_0$  (voir chapitre VI). Cette hétérogénéité est également entourée de régions ayant différentes compositions chimiques (Figure III-12.b). Les régions les plus proches de l'hétérogénéité (zone 2 sur la Figure III-12.b) présentent en effet une concentration plus élevée en W et plus faible en Al que le reste des régions entourant la particule, soit 2.9% contre 2% de W environ.

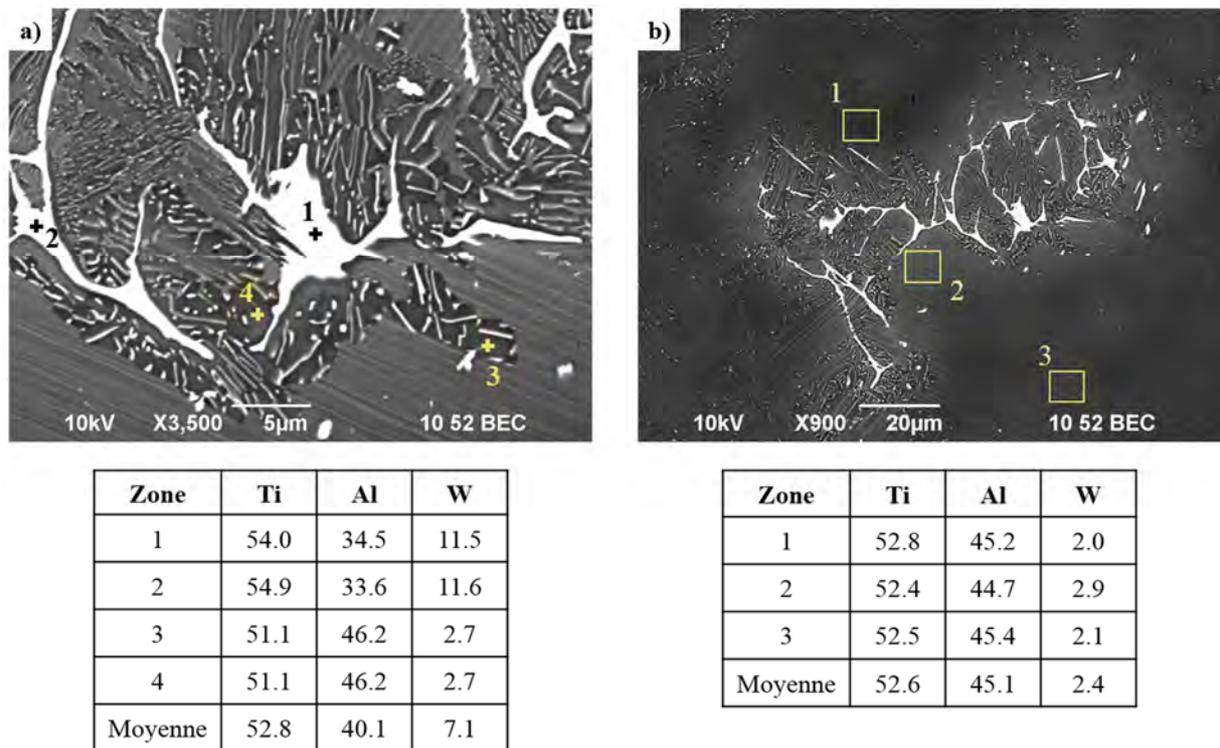


Figure III-12: Analyses chimiques EDX-MEB (en %.at) sur les hétérogénéités en forme de particules blanches

## II.4. Caractérisation mécanique en traction à température ambiante

Des essais de traction à température ambiante sur la microstructure proche lamellaire ont été réalisés. Les éprouvettes ont été usinées à partir des pastilles SPS de géométrie  $\varnothing 36 \times 8 \text{ mm}$ . A titre de rappel, la microstructure proche lamellaire a été observée dans la totalité de la pastille SPS à des températures d'échantillon allant de  $1357^\circ\text{C}$  à  $1409^\circ\text{C}$ , soit un intervalle de  $52 \pm 12.5^\circ\text{C}$ . Nous avons ainsi caractérisé les propriétés en traction de pastilles frittées à ces deux températures. En effet, lors de l'élaboration d'échantillons de microstructure lamellaire de grandes dimensions, les gradients de température dans les échantillons pourraient être élevés. Il nous a donc paru nécessaire d'évaluer l'impact de la température sur les propriétés mécaniques dans l'intervalle de  $52 \pm 12.5^\circ\text{C}$  pour lequel la microstructure est lamellaire. Néanmoins, un intérêt particulier a été porté aux échantillons frittés à une température de  $1357^\circ\text{C}$ , car c'est à cette température que les colonies lamellaires sont les plus petites, ce qui est susceptible de conduire aux meilleures propriétés mécanique à froid et à chaud. La figure ci-dessous présente les conditions expérimentales d'élaboration des échantillons ainsi que les résultats des essais de traction :

a)

Référence	$T_{\text{pyro}}^{\text{cons}} (^\circ\text{C})$	$T_{\text{ech}} (^\circ\text{C})$	Microstructure	E (GPa)	$\sigma_{e0.2\%}$ (MPa)	$\sigma_m$ (MPa)	A (%)
AR346	1290	1357	Proche lamellaire	151	465	599	0.9
				144	464	586	0.8
AR845	1290	1357	Proche lamellaire	140	438	629	1.3
				119	433	644	1.3
AR433	1340	1409	Proche lamellaire	119	460	591	0.7

b)

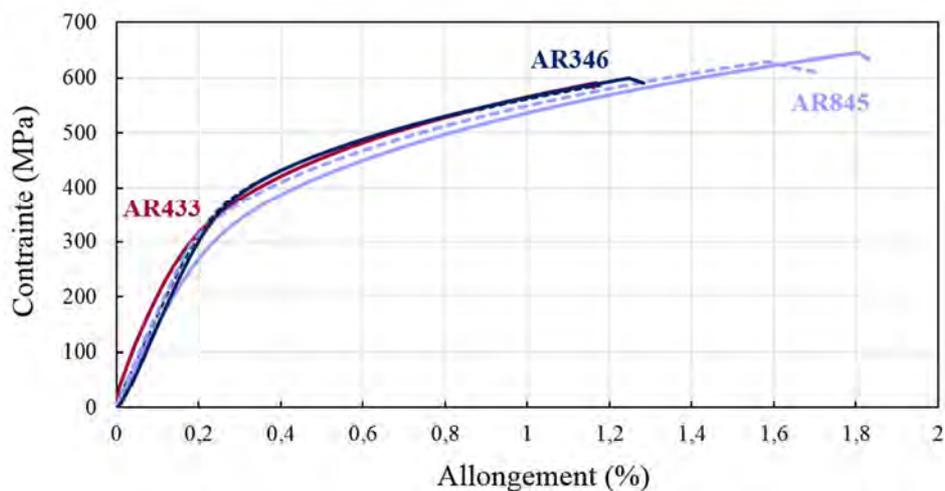


Figure III-13: a) Courbes de traction de la microstructure proche lamellaire (lot A1261) à Ta ; b) Tableau des résultats.

Nous retrouvons globalement les mêmes allures de courbe pour l'ensemble des éprouvettes étudiées. Concernant les éprouvettes provenant de la pastille AR346 : les propriétés mécaniques sont très proches, avec une limite d'élasticité quasi-identique et un écart de 0.1% d'allongement seulement. Même constat pour les deux éprouvettes de la pastille AR845, qui présentent la ductilité la plus haute. Cependant, entre ces deux pastilles, qui ont été pourtant densifiées avec les mêmes conditions expérimentales, les résultats ne sont pas similaires : la pastille AR346 présente en effet une ductilité plus faible que la pastille AR845 d'environ 0.5%, et une plus faible résistance à la traction. La tendance s'inverse pour la limite d'élasticité avec 29MPa d'écart. Dans notre cas, les propriétés mécaniques sont reproductibles dans une même pastille SPS, mais la dispersion augmente quand on change de pastille.

La microstructure proche lamellaire AR433 a été densifiée à une température 50°C plus élevée et présente une ductilité, une résistance et une limite d'élasticité très proche de la pastille AR346. En résumé, sur une plage de température d'élaboration SPS de 50°C, on retrouve une stabilité des propriétés mécaniques, la limite d'élasticité est reproductible à 10 % près, par contre la ductilité présente une dispersion importante.

## II.5. Synthèse des résultats sur la nuance A1261

La Figure III-14 récapitule les conditions expérimentales du frittage et les résultats d'observation. Les valeurs de  $T_{pyro}^{max}$ ,  $T_{ech}$  et le gradient sont expliqués dans les paragraphes suivants.

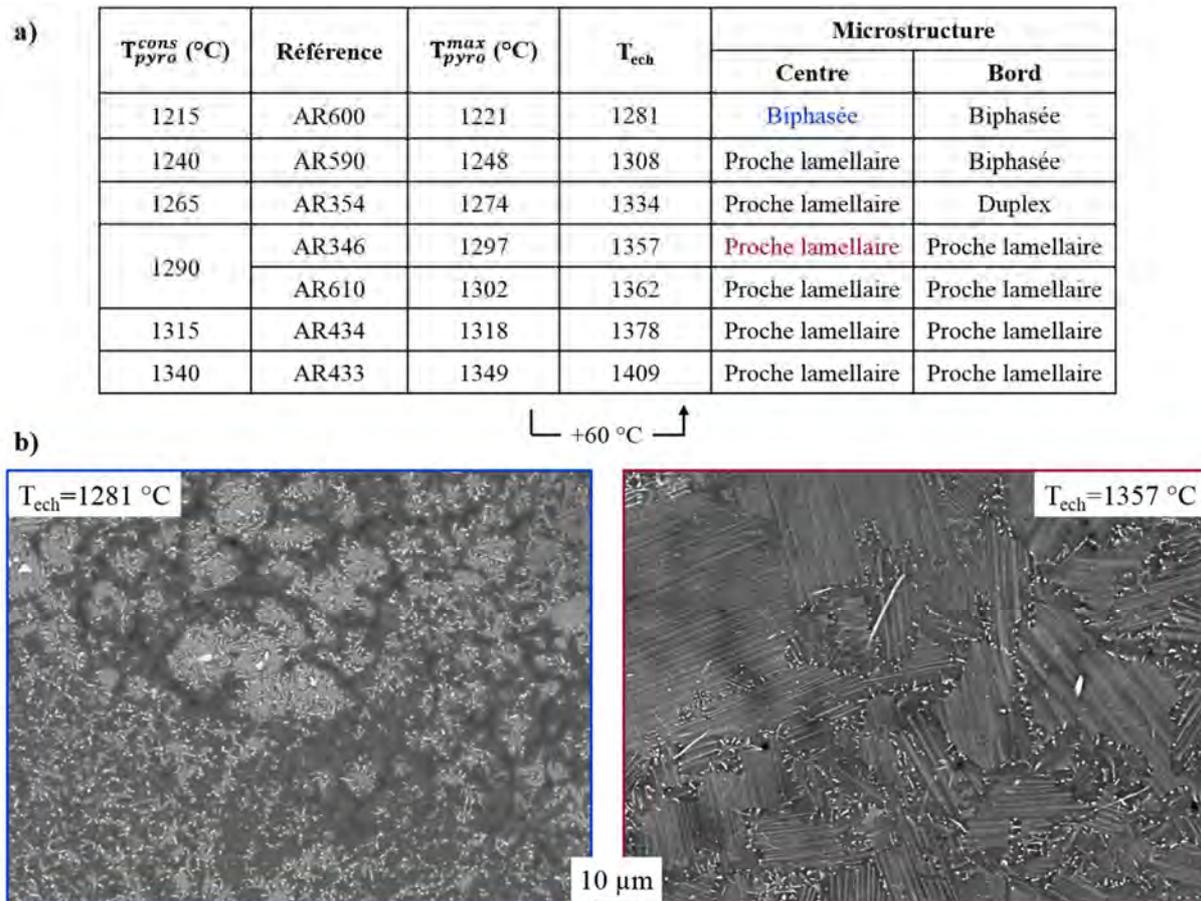


Figure III-14: (a) Evolution de la microstructure en fonction de la température ; b) Microstructures biphasé et proche lamellaire.  $T_{ech}$  correspond à la température au centre de l'échantillon et  $T_{pyro}^{max}$  à la température expérimentale maximale mesurée par le pyromètre. 51°C est le gradient de température entre le centre et le bord de la pastille.

$T_{pyro}^{max}$  correspond à la température maximale mesurée par le pyromètre, on la relève tout simplement sur la courbe de température pyromètre des cycles SPS. Dans le cas de la machine Syntex 2080, les cycles sont programmés pour que l'écart entre la consigne  $T_{pyro}^{cons}$  et  $T_{pyro}^{max}$  soit au plus de l'ordre de 10°C.

Au cœur de l'échantillon, le transus  $\alpha$  a été franchi entre le passage d'une microstructure duplex à proche lamellaire, soit entre les températures  $T_{pyro}^{max}=1221$  et  $1248\text{ °C}$ . Au bord il a été franchi pour une température plus élevée. Nous retenons comme températures de transus expérimentales  $T(\alpha)_{pyro}^{max}$  les valeurs suivantes :

Position dans la pastille	$T(\alpha)_{pyro}^{max}$ (°C)
Centre	$\frac{T_{pyro}^{max}(B) + T_{pyro}^{max}(PL)}{2} = 1234.5$
Bord	$\frac{T_{pyro}^{max}(D) + T_{pyro}^{max}(PL)}{2} = 1285.5$

Tableau III-1 : Températures de transus  $\alpha$  dans IRIS (lot de poudre A1261), calculées à partir des températures expérimentales. B : microstructure biphasée ; D : duplex ; PL : proche lamellaire. L'incertitude des mesures est de  $\pm 12.5^\circ\text{C}$ .

Le gradient de température correspond à la différence de température entre le centre et le bord de la pastille. Il est calculé de la manière suivante :

$$\text{Gradient} = T(\alpha)_{pyro}^{max} \text{ Bord} - T(\alpha)_{pyro}^{max} \text{ Centre}$$

$$\text{Gradient} = 1234.5 - 1285.5$$

$$\text{Gradient} = 51^\circ\text{C}$$

Le gradient de température dans les échantillons entre le centre et le bord est donc de  $51^\circ\text{C} \pm 12.5^\circ\text{C}$ .

Les températures réelles des échantillons sont donc données par la relation :

$$T_{ech} = T_{pyro}^{max} + 60^\circ\text{C}$$

Donc, la température de transus  $\alpha$  est la suivante :

$$T_{ech}(\alpha) = 1234.5 + 60^\circ\text{C}$$

$$T_{ech}(\alpha) = 1294.5^\circ\text{C}$$

La température de transus  $\alpha$  pour la nuance A1261 est de  $1295 \pm 12.5^\circ\text{C}$  environ.

Notons que dans le travail de Thomas Voisin, l'écart de température entre le centre et le bord de l'échantillon était évalué expérimentalement à  $25^\circ\text{C}$ , et théoriquement, par des simulations par éléments finis, à  $28^\circ\text{C}$  [2]. L'écart avec notre évaluation s'explique probablement par les différentes sources d'incertitude, notamment le fait que les observations soient effectuées par paliers de température de  $25^\circ\text{C}$ .

### III. Comparaison des nuances 1109 et A1261

La température de transus pour la nuance 1109 a été déterminée à  $1312.5 \pm 12.5^\circ\text{C}$ , soit  $27^\circ\text{C}$  de plus que la nuance A1261. Cet écart reste néanmoins faible et peut s'expliquer par les différences de compositions chimiques des deux lots de poudre.

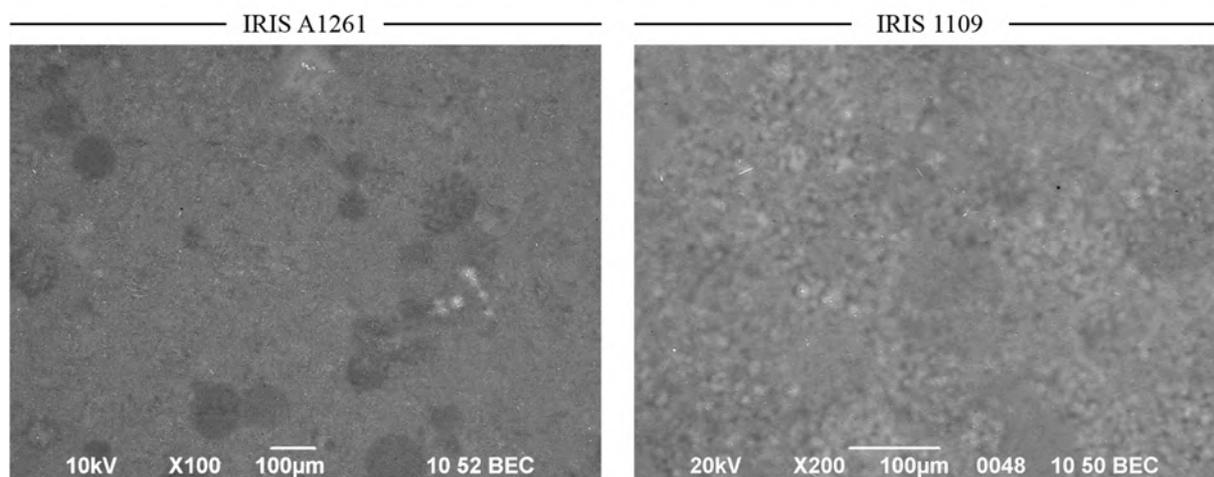


Figure III-15: Microstructures des lots de poudre A1261 et 1109 d'IRIS

Les propriétés mécaniques en traction, de pastilles élaborées aux mêmes conditions expérimentales dans la machine Syntex 2080, sont comparées sur la figure ci-dessous :

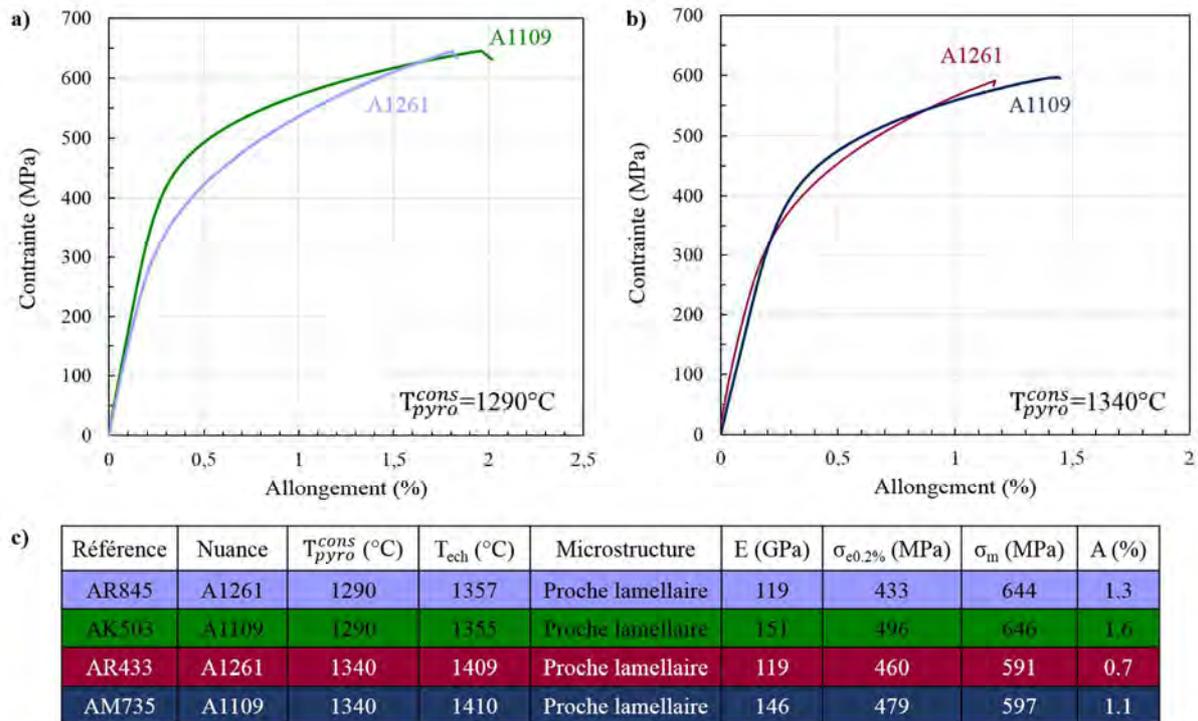


Figure III-16: Essais de traction des microstructures proches lamellaires des nuances A1109 et A1261. a)  $T_{pyro}^{cons} = 1290^{\circ}\text{C}$  ; b)  $T_{pyro}^{cons} = 1340^{\circ}\text{C}$  ; c) Tableau des résultats.

Les pastilles AR845 et AK503 ont été densifiées, respectivement à partir des nuances A1261 et 1109, à une température consigne de 1290°C et présentent des températures échantillon proches (1357°C et 1355°C). La microstructure dans les deux cas est proche lamellaire à petit grains. La nuance 1109 présente une meilleure ductilité avec un allongement de 1.6%, soit 0.3% de plus que la nuance A1261, et une meilleure limite d'élasticité avec 496 MPa contre 433 MPa.

La même évolution est notable pour les pastilles AR433 et AM735, élaborées à 1340°C et présentant une microstructure proche lamellaire. La nuance 1109 présente encore une fois de meilleures propriétés mécaniques avec une ductilité de 1.1%.

Globalement, les propriétés mécaniques de la nuance 1109 sont légèrement supérieures à celle de la nuance A1261, mais restent néanmoins assez proches.

## IV. Elaboration par SPS d'échantillons de grandes dimensions

Pour réaliser des pièces de taille importante, il faut procéder à un changement d'échelle. Nous avons exploré deux géométries de pastilles SPS qui permettent d'usiner des éprouvettes plus grandes que les éprouvettes traction/fluage de 28mm. Chronologiquement, nous avons d'abord choisi une géométrie Ø60h50mm, qui offre la possibilité d'usiner des éprouvettes plus longues. Les difficultés techniques rencontrées pour obtenir une microstructure homogène proche lamellaire dans l'ensemble de la pastille n'ont pu être surmontées, et nous nous sommes donc orientés vers une géométrie Ø100h15mm. Nous avons retenu cette dernière géométrie pour l'usinage des éprouvettes de fatigue.

On commencera par présenter notre travail sur la géométrie Ø100h15mm et nous exposerons brièvement notre étude sur la géométrie Ø60h50mm. La densification de toutes les pastilles a été réalisée avec la machine FCT HPD-125 de Dijon.

Notons pour finir que cette étape de développement du matériau, cruciale pour notre étude, a demandé de nombreux allers retours avec le laboratoire de Dijon. Il était en effet nécessaire, après chaque élaboration à Dijon, d'effectuer les contrôles de microstructure à Toulouse, la contrainte de la quantité de poudre disponible nous ayant empêché de programmer des séries d'élaborations.

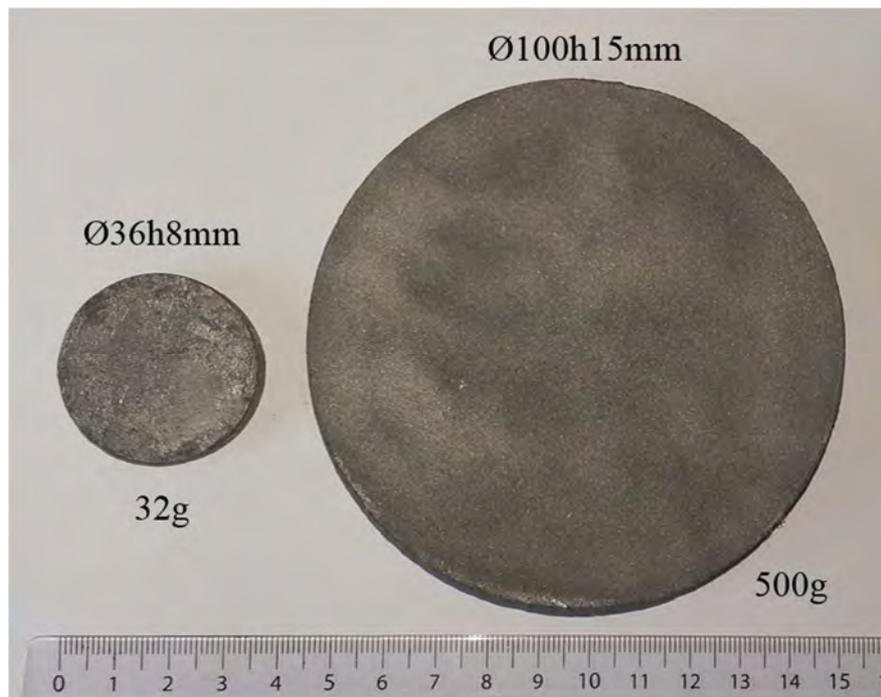


Figure III-17: Photos des pastilles Ø36h8mm et Ø100h15mm.

### IV.1. Géométrie Ø100h15mm

Les essais de fatigue oligocyclique que nous présentons au chapitre V requièrent des éprouvettes avec des dimensions minimales imposées par la machine de fatigue. Nous avons ainsi choisi de densifier des pastilles SPS Ø100H15mm dans lesquelles il est possible d'usiner 4 éprouvettes. Rappelons que la mesure de température par la machine SPS FCT HPD-125 de Dijon est effectuée en visant le centre des galets en graphite placés au-dessus de l'échantillon (Figure III-18), alors que dans le cas de la machine Syntex 2080 de Toulouse, le pyromètre vise la surface extérieure de la matrice (Figure III-3). Ainsi, on s'attend à ce que l'écart entre la température mesurée par le pyromètre, et la température réelle de l'échantillon, soit plus faible pour la machine FCT que pour la machine Syntex 2080. Dans les deux cas, la mesure du gradient de température entre le centre et le bord de la pastille reste nécessaire. Ces informations sont récapitulées dans la figure suivante :

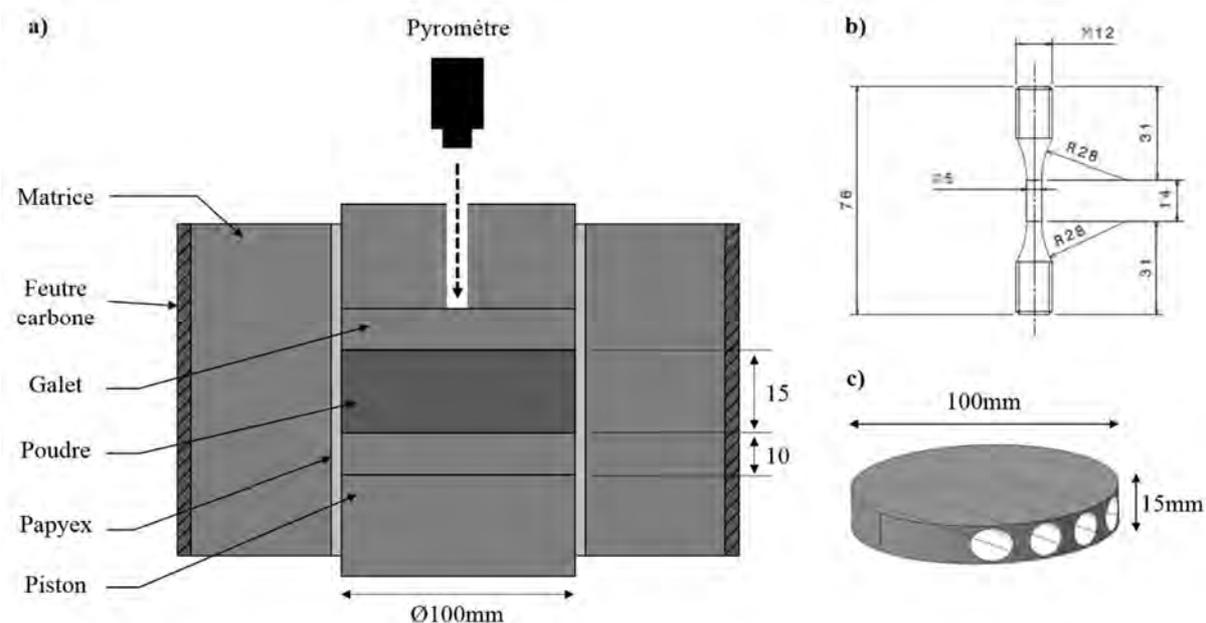


Figure III-18: a) Représentation schématique en coupe 2D du système de matricage de la géométrie Ø100h15mm, dans la machine FCT HPD-125 de Dijon; b) Dimensions minimales (imposées par la machine de fatigue) d'une éprouvette de fatigue oligocyclique; c) Pastille SPS Ø100h15mm dans laquelle 4 éprouvettes de fatigue peuvent être usinées.

La température de transus  $\alpha$  a été déterminée auparavant pour la géométrie Ø36H8mm :  $T(\alpha)_{IRIS} = 1295 \pm 12,5^\circ\text{C}$ . Rappelons que pour déterminer cette valeur, nous avons suivi l'évolution de la microstructure en fonction de la température et repéré la température à laquelle la microstructure proche lamellaire se forme. La même démarche a été effectuée pour cette nouvelle géométrie. L'objectif final était d'obtenir, pour les essais de fatigue, des matériaux de microstructure lamellaire à petits grains. Plus précisément, cette microstructure est nécessaire au moins dans la partie utile des éprouvettes de fatigue.

En raison de la quantité importante de poudre requise pour une pastille Ø100h15mm, soit environ 500g, et pour préserver la nuance A12161 de l'alliage IRIS pour les essais mécaniques à venir, les premières calibrations en température ont été réalisées sur une autre poudre TiAl, le RNT 650, (composition : Ti-Al<sub>47.6</sub>-Nb<sub>2</sub>-C<sub>0.8</sub>F-Si<sub>0.3</sub>), dont la température de transus a été déterminée dans une autre étude (non publiée), et vaut :  $T(\alpha)_{RNT650} = 1330^\circ\text{C} \pm 12,5^\circ\text{C}$ . La composition de l'alliage RNT 650 étant proche de celle de l'alliage GE, il n'est pas surprenant que les valeurs de transus soient similaires pour ces deux alliages.

Nous allons donc à l'aide de cette nouvelle poudre:

- déterminer l'écart entre  $T(\alpha)_{RNT650}$  et  $T_{pyro}(\alpha)_{RNT650}$ , qui est la température expérimentale mesurée par le pyromètre correspondant au passage du transus  $\alpha$  au cœur de l'échantillon;
- évaluer le gradient thermique radial, c'est-à-dire la différence de température entre le centre de l'échantillon (qui est le point le plus chaud) et le point de la surface extérieure de la matrice où s'effectue le contrôle de la température par le pyromètre ;
- déterminer enfin les conditions expérimentales pour obtenir une pastille 100% proche lamellaire de la poudre A1261 d'IRIS.

#### IV.1.1. Evolution de la microstructure de l'alliage RNT650 en fonction de la température

Trois pastilles Ø100h15mm ont été frittées sur la machine FCT selon les conditions expérimentales présentées sur la Figure III-19 (a). La température d'élaboration était maintenue pendant 10 minutes, et la pression appliquée sur la poudre était de 50MPa. Un exemple de cycle SPS obtenu est présenté sur la

Figure III-19. La température est mesurée à l'aide d'un pyromètre suivant la configuration de la Figure III-18, c'est-à-dire que la mesure s'effectue à proximité du centre de la face supérieure de l'échantillon. Notons que le dépassement de température de consigne sur la machine FCT-HPD 125 de Dijon est faible, de l'ordre de 2°C. Ceci provient d'une meilleure évacuation de la chaleur produite dans le moule en graphite par le système de refroidissement de la machine, ce qui rend le système plus réactif au refroidissement, et donc permet un asservissement par le contrôleur PID plus précis.

Pour chaque échantillon élaboré, nous avons contrôlé systématiquement les microstructures obtenues, en prélevant des zones allant du centre jusqu'au bord des échantillons.

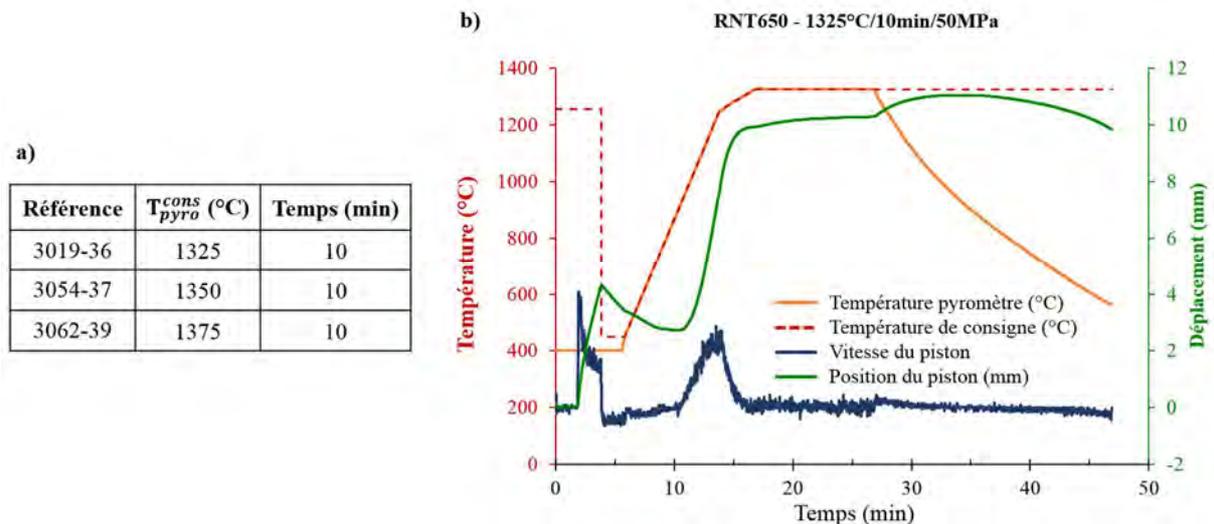


Figure III-19 : a) Conditions expérimentales du frittage de pastilles Ø100h15mm ; b) Cycle SPS de la pastille référencée 3019-36.

### 1) Microstructure duplex+biphasée ( $T_{pyro}^{cons} = 1325^{\circ}\text{C}$ )

Pour une  $T_{pyro}^{cons} = 1325^{\circ}\text{C}$  ; la microstructure est duplex au centre et biphasée pour le reste de la pastille (Figure III-20). Des grains lamellaires ne se sont formés qu'au cœur de l'échantillon.

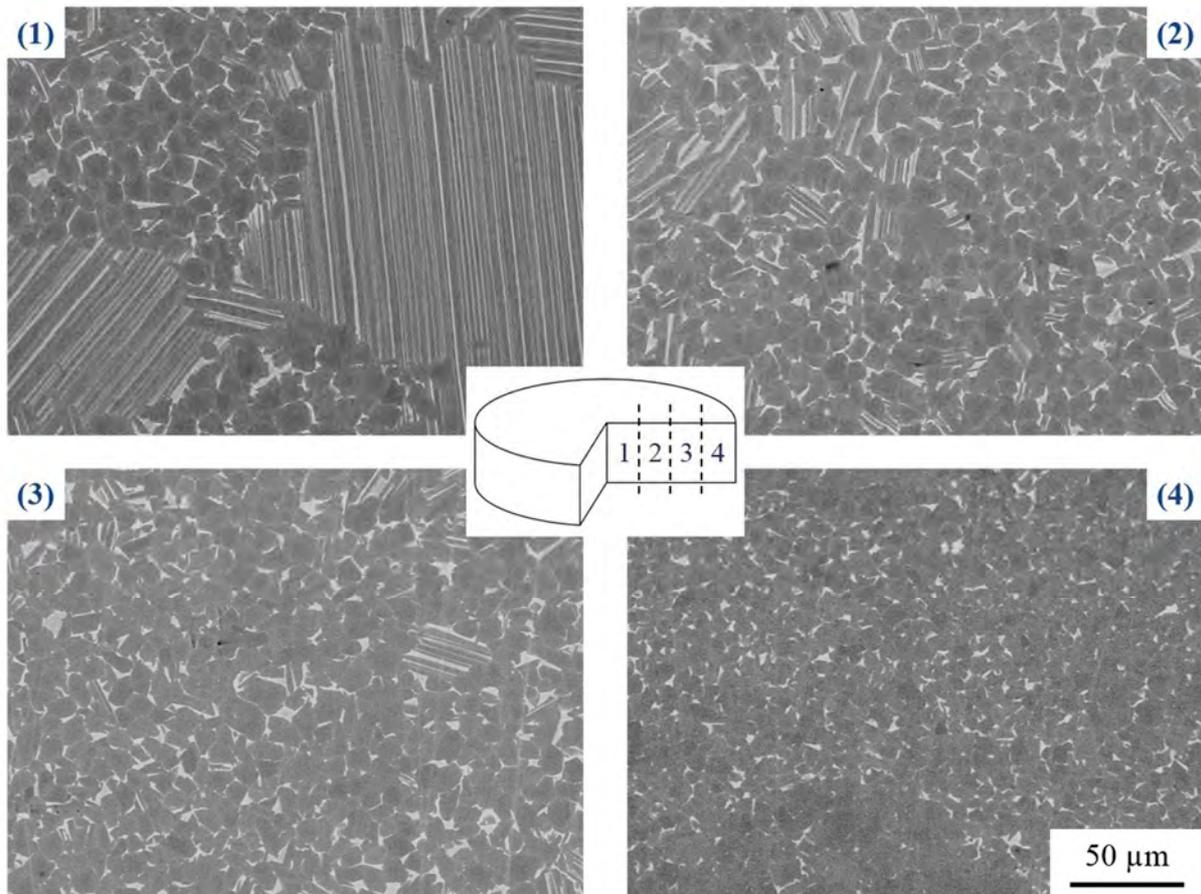


Figure III-20: Evolution de la microstructure entre le centre et le bord d'une pastille Ø100h15mm du RNT650 densifiée à  $T_{pyro}^{cons}=1325^{\circ}\text{C}$  avec la machine FCT HPD-125 de Dijon. Les positions 1 à 4 sont indiquées sur le schéma au centre de la figure.

## 2) Microstructure lamellaire + biphasée ( $T_{pyro}^{cons} = 1350^{\circ}\text{C}$ )

A la température consigne de  $1350^{\circ}\text{C}$ , nous avons une microstructure lamellaire au centre de la pastille, le transus  $\alpha$  a donc été franchi (Figure III-21). Plus on s'éloigne du cœur de l'échantillon plus la proportion surfacique des grains lamellaires diminue, pour finalement laisser place à une microstructure biphasée au bord.

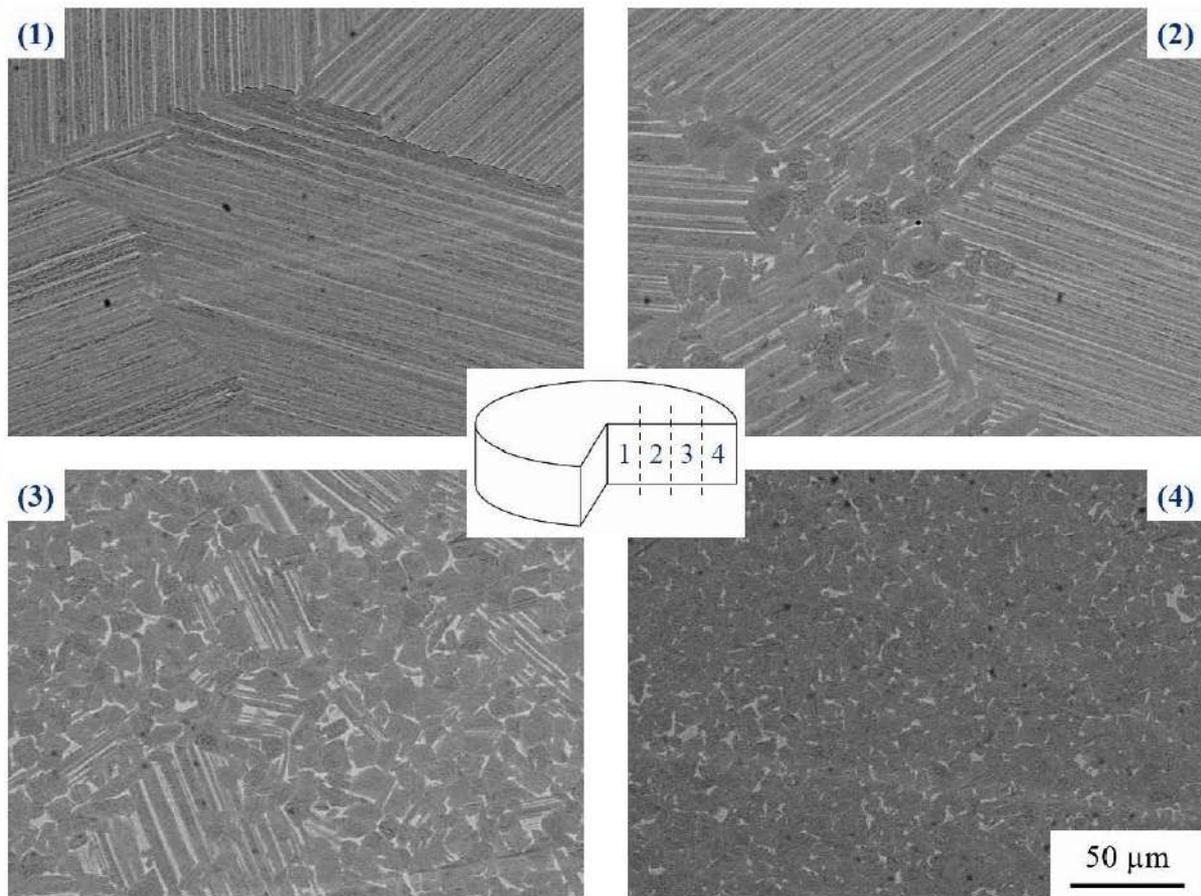


Figure III-21: Evolution de la microstructure entre le centre et le bord d'une pastille Ø100h15mm densifiée du RNT650 à  $T_{pyro}^{cons}=1350^{\circ}\text{C}$  avec la machine FCT HPD-125 de Dijon.

Puisque le transus a été franchi entre  $1325$  et  $1350^{\circ}\text{C}$ , nous retenons la valeur moyenne comme température de transus expérimentale du RNT650 avec la machine FCT HPD-125 de Dijon. Ainsi  $T_{pyro}(\alpha)_{RNT650} = 1337^{\circ}\text{C} \pm 12.5^{\circ}\text{C}$ .

### 3) Microstructure lamellaire + duplex ( $T_{pyro}^{cons} = 1375^{\circ}\text{C}$ )

La microstructure lamellaire couvre les  $3/4$  de la pastille, seul le bord est duplex/biphasé (Figure III-22). Bien que l'on n'ait pas obtenu cette microstructure sur la totalité de l'échantillon, nous avons choisi de ne pas densifier de nouvelles pastilles à une température plus élevée. Le volume occupé par cette microstructure suffit en effet à couvrir les zones utiles des éprouvettes de fatigue. Rappelons que cette géométrie permet de fournir 4 éprouvettes et que seules les zones utiles sont sollicitées durant un essai mécanique.

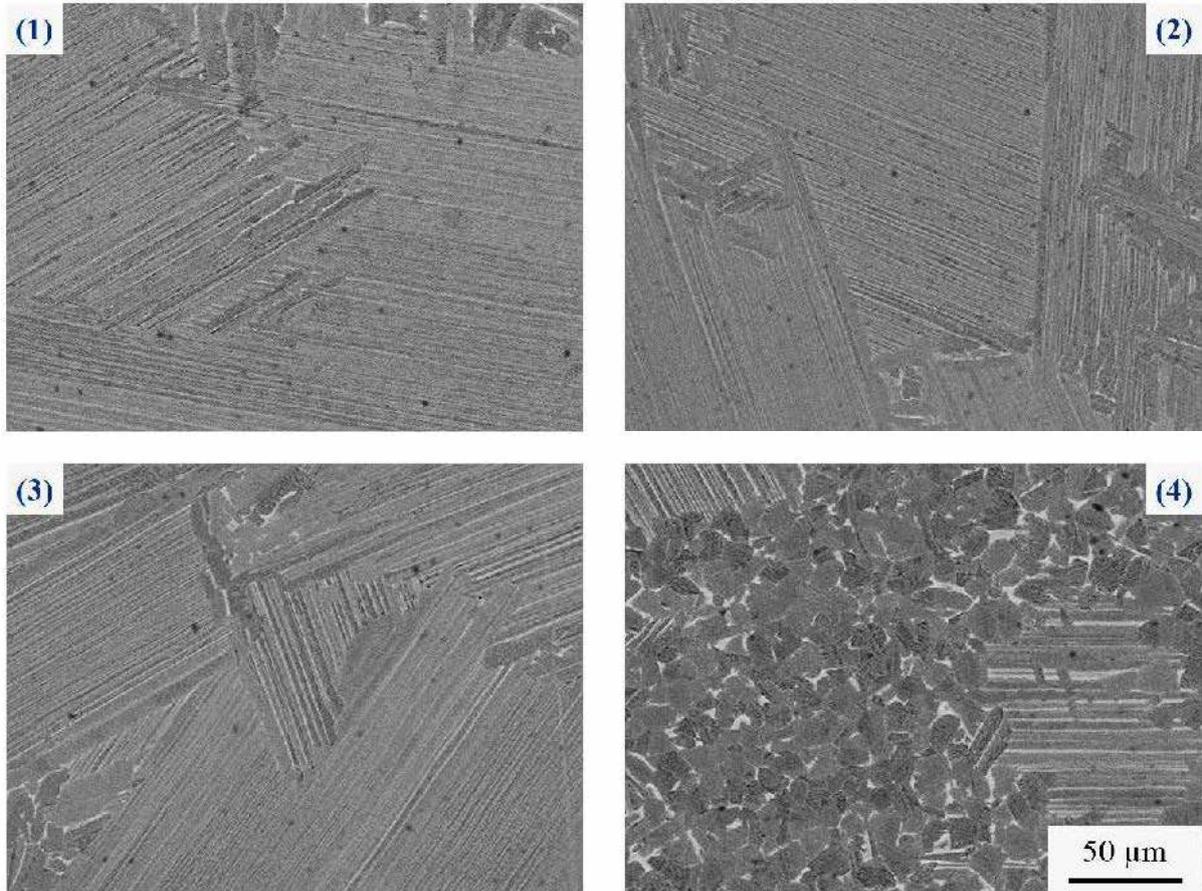


Figure III-22: Evolution de la microstructure entre le centre et le bord d'une pastille Ø100h15mm du RNT650 densifiée à  $T_{pyro}^{cons}=1375^{\circ}\text{C}$  avec la machine FCT HPD-125 de Dijon.

### IV.1.2. Calcul du gradient de température

Le tableau ci-dessous récapitule les différentes microstructures obtenues pour les trois températures d'essai. Nos observations sont cohérentes, les microstructures évoluent dans le sens de la température : biphasée pour les plus basses températures et lamellaire pour les plus élevées.

Nuance	Référence	$T_{pyro}^{cons}$ (°C)	Microstructure			
			1	2	3	4
RNT650	3019-36	1325	Duplex	Duplex / Biphasé	Biphasée	Biphasée
RNT650	3054-37	1350	Lamellaire	Lamellaire	Biphasée	Biphasée
RNT650	3062-39	1375	Lamellaire	Lamellaire	Lamellaire	Duplex / Biphasé

Figure III-23: Evolution de la microstructure en fonction de la température du RNT650 dans une pastille SPS Ø100h15mm. Les températures ont été maintenues pendant 10min à 50MPa. Les observations microscopiques ont été réalisées le long du rayon suivant 4 positions indiquées sur le schéma. Le franchissement du transus  $\alpha$  est entouré en rouge.

La machine FCT HPD-125 de Dijon présente un très faible écart entre  $T_{pyro}^{cons}$  et  $T_{pyro}^{max}$ , estimé à 2°C. La température de transus  $\alpha$  de la poudre RNT650 est de  $1330^{\circ}\text{C} \pm 12,5^{\circ}\text{C}$ . Il y a un écart entre cette température et la température expérimentale de franchissement du transus, notée  $T_{pyro}(\alpha)_{RNT650}$ . Au cœur de l'échantillon (correspondant à la position 1 de la figure ci-dessus), la microstructure est duplex pour  $T_{pyro}^{cons}=1325^{\circ}\text{C}$  et la microstructure lamellaire est obtenue à  $T_{pyro}^{cons} = 1350^{\circ}\text{C}$ . Le transus  $\alpha$  a donc été

franchi entre ces deux températures (encadré en rouge sur la Figure III-23). Nous retenons comme température expérimentale de transus  $\alpha$ , la valeur moyenne, soit  $T_{pyro}(\alpha)_{RNT650} = 1337^{\circ}\text{C} \pm 12.5^{\circ}\text{C}$ .

Il y a donc  $7^{\circ}\text{C}$  d'écart environ entre la température réelle au cœur de l'échantillon ( $T_{ech\ RNT650}$ ) et celle mesurée par le pyromètre sur la surface extérieure de l'échantillon, tel que :

$$T_{pyro} = T_{ech} + 7^{\circ}\text{C}$$

Par ailleurs, on observe une microstructure lamellaire au bord de la pastille (position 3 sur le schéma de la Figure III-23) à partir d'une température de consigne de  $1375^{\circ}\text{C}$ . Nous considérons alors que la transition  $\alpha$  se produit entre les températures de consigne  $1350^{\circ}\text{C}$  et  $1375^{\circ}\text{C}$ , soit la moyenne de ces deux températures :  $1365 \pm 12.5^{\circ}\text{C}$ . Cette valeur est plus élevée que le transus  $\alpha$  au cœur de l'échantillon de  $25^{\circ}\text{C}$ . On estime donc le gradient de température à  $25^{\circ}\text{C}$  entre les positions 1 et 3.

Tous ces résultats sont récapitulés dans le tableau ci-dessous :

Nuance	Machine SPS	Position dans la pastille	Microstructure	$T_{pyro}^{cons}$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	$T_{pyro}(\alpha)$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	Gradient ( $^{\circ}\text{C}$ )
RNT650	FCT HPD-125	Centre (n°1)	Duplex	1325	$1337 \pm 12.5$	25
			Lamellaire	1350		
		Bord (n°3)	Biphasée	1350	$1365 \pm 12.5$	
			Lamellaire	1375		

Figure III-24: Résultats des densifications de pastilles Ø100h15mm de la poudre RNT650. Le gradient calculé correspond à la différence de température entre les positions 1 et 3. Ces dernières sont signalées sur le schéma de la Figure III-23

Dans le cas de l'alliage IRIS, pour obtenir une pastille dont les 3/4 ont une microstructure proche lamellaire, il faudra donc effectuer des élaborations à :

$$T_{pyro}^{cons\ IRIS} = T(\alpha)_{IRIS} + 7^{\circ}\text{C} + \text{gradient}$$

Soit :

$$T_{pyro}^{cons\ IRIS} = 1295 + 7 + 25$$

C'est-à-dire :

$$T_{pyro}^{cons\ IRIS} = 1337^{\circ}\text{C}.$$

#### IV.1.3. Elaboration Ø100h15mm d'une pastille de l'alliage IRIS A1261

D'après les calculs effectués précédemment, la température de consigne nécessaire pour obtenir une pastille de l'alliage IRIS de microstructure lamellaire sur les 3/4 de son diamètre est  $1337^{\circ}\text{C}$ . En pratique, la température de consigne qui a permis d'obtenir cette microstructure était de  $1375^{\circ}\text{C}$ . Cette différence peut provenir d'une erreur concernant la température de transus  $\alpha$  du RNT650, que nous avons prise égale à  $1330 \pm 12.5^{\circ}\text{C}$ . La Figure III-25 montre la microstructure en plusieurs points d'une pastille élaborée à  $1375^{\circ}\text{C}$ . La microstructure est proche lamellaire dans la majorité de la pastille (position 1 à 3) et biphasée au bord (position 4). Nous avons donc une microstructure proche lamellaire sur les 3/4 de la pastille, ce qui est suffisant pour l'usinage de 4 éprouvettes de fatigue. Ce sont donc ces conditions que nous avons retenues pour l'élaboration du matériau de notre étude de fatigue.

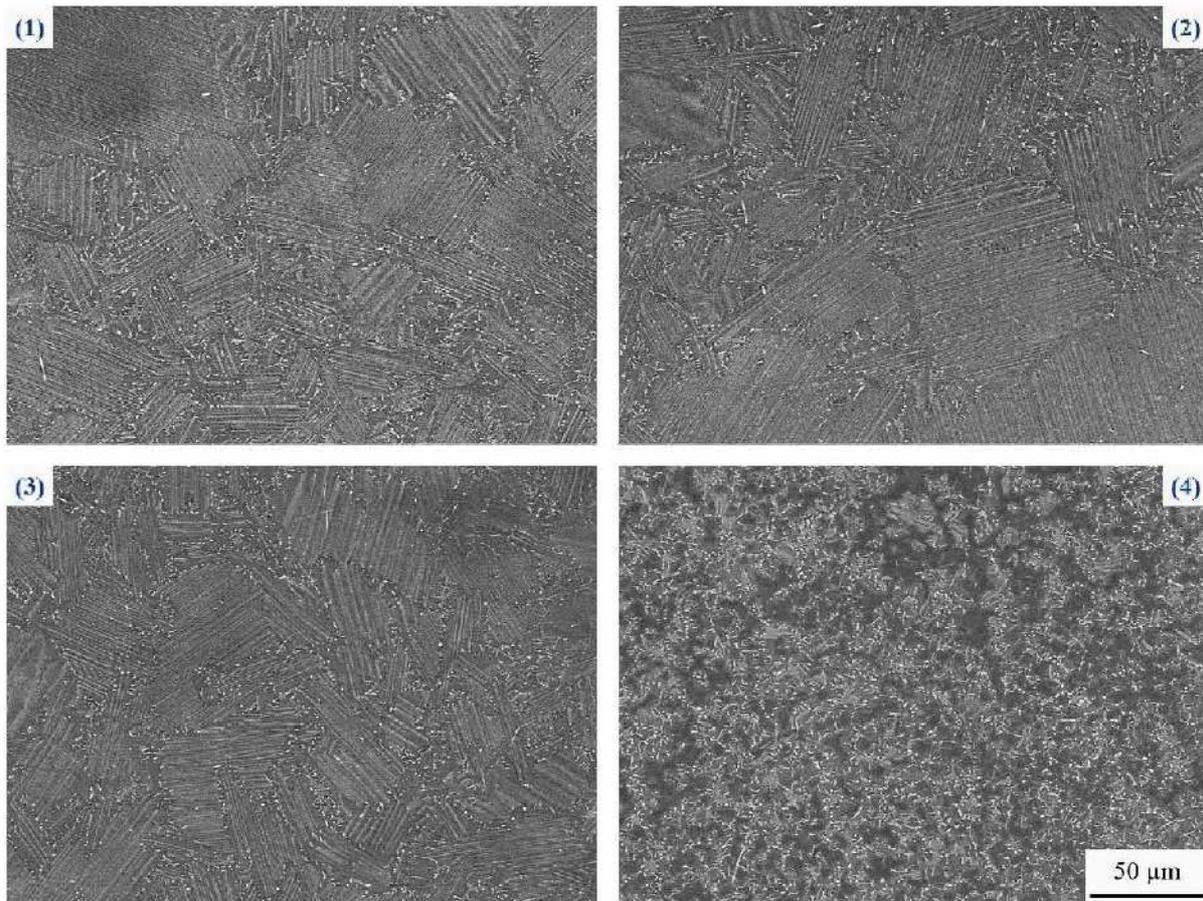


Figure III.25: Evolution de la microstructure entre le centre et le bord d'une pastille  $\varnothing 100$ h15mm d'IRISA1261 densifiée à  $T_{pyro}^{cons}=1375^{\circ}\text{C}$  avec la machine FCT HPD-125 de Dijon. Les positions 1 à 4 sont indiquées sur le schéma de la pastille.

#### IV.2. Géométrie $\varnothing 60$ H50mm

Comme indiqué en introduction, des essais de changement d'échelle ont également été effectués avec une autre géométrie,  $\varnothing 60$ H50mm. Le but était d'obtenir des éprouvettes proches lamellaires de plus grandes dimensions que celles extraites d'une pastille  $\varnothing 36$ H8mm. La même démarche expérimentale que pour la géométrie  $\varnothing 100$ H15mm a été suivie : d'abord un changement d'échelle avec du RNT650 puis une densification avec la nuance A1261 d'IRIS.

Trois températures de consignes ont été testées : 1350, 1375 et 1400°C. Une pression de 50MPa a été appliquée par les pistons sur la poudre et les températures ont été maintenues dans un premier temps pendant 5min.

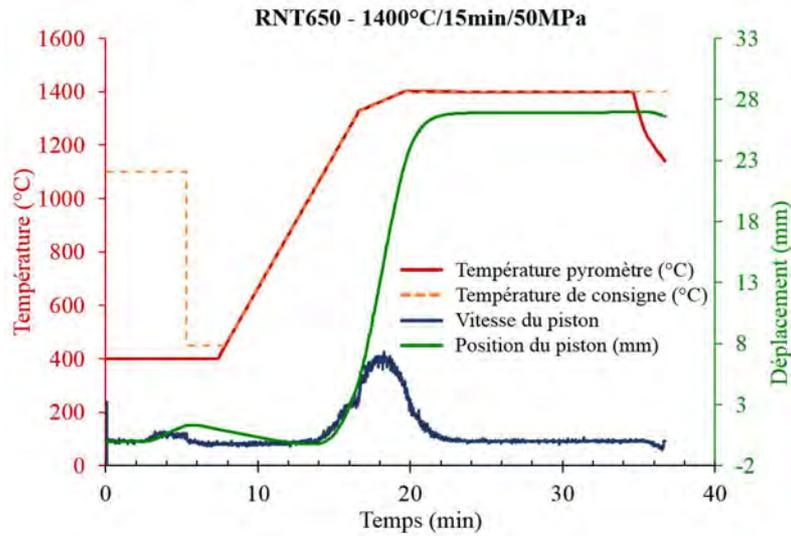


Figure III-26: Évolution des paramètres SPS (température, pression, déplacement) au cours d’un cycle SPS sur un échantillon Ø60H50mm.

Nous avons à nouveau analysé les microstructures en plusieurs points de la pastille. Dans ce type de géométrie, les champs de température sont plus complexes que pour une pastille plate, car, en plus d’un gradient de température dans la direction radiale, il y a maintenant un gradient dans la direction axiale. Cela nous a conduit à analyser les microstructures selon le schéma donné Figure III-27(a).

Les microstructures de chaque pastille sont résumées dans le tableau ci-dessous:

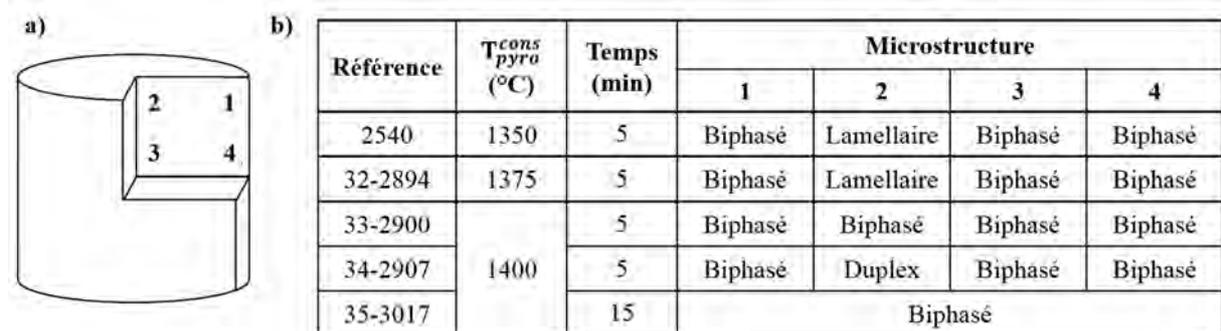


Figure III-27: a) Observations de la microstructure selon les 4 positions indiquées sur le schéma ; b) Evolution de la microstructure du RNT650 en fonction de la température (pastille Ø60h50mm).

Nous observons une anomalie dans l’évolution de la microstructure en fonction de la température : sur les deux derniers échantillons densifiés à 1400°C, les microstructures sont biphasées et duplex alors que ceux densifiés à 1350 et 1375°C ont des microstructures lamellaires. Soulignons que pour bien vérifier les résultats surprenants obtenus à 1400°C, nous avons répété l’essai ; ceci a donné à nouveau la microstructure majoritairement biphasée. Cependant, la région centrale qui est la plus chaude est toutefois duplex cette fois-ci. Nous avons retenté l’essai à 1400°C, mais cette fois-ci en prolongeant le temps de maintien de la température de 10 min (on passe alors d’un pallier de 5 à 15minutes), pensant que cette durée prolongée permettrait une meilleure homogénéisation de la microstructure. Ce changement n’a pas eu d’impact sur la microstructure et nous retrouvons alors une microstructure biphasée. La Figure III-28 présente les microstructures analysées à la région la plus chaude de la pastille (correspondant à la position 2 de la Figure III-27 (b)). Face à ces difficultés concernant la maîtrise de l’homogénéité de la microstructure dans les échantillons, nous n’avons pas poursuivi dans cette voie, et avons choisi la géométrie Ø100h15mm qui était mieux maîtrisée [19].

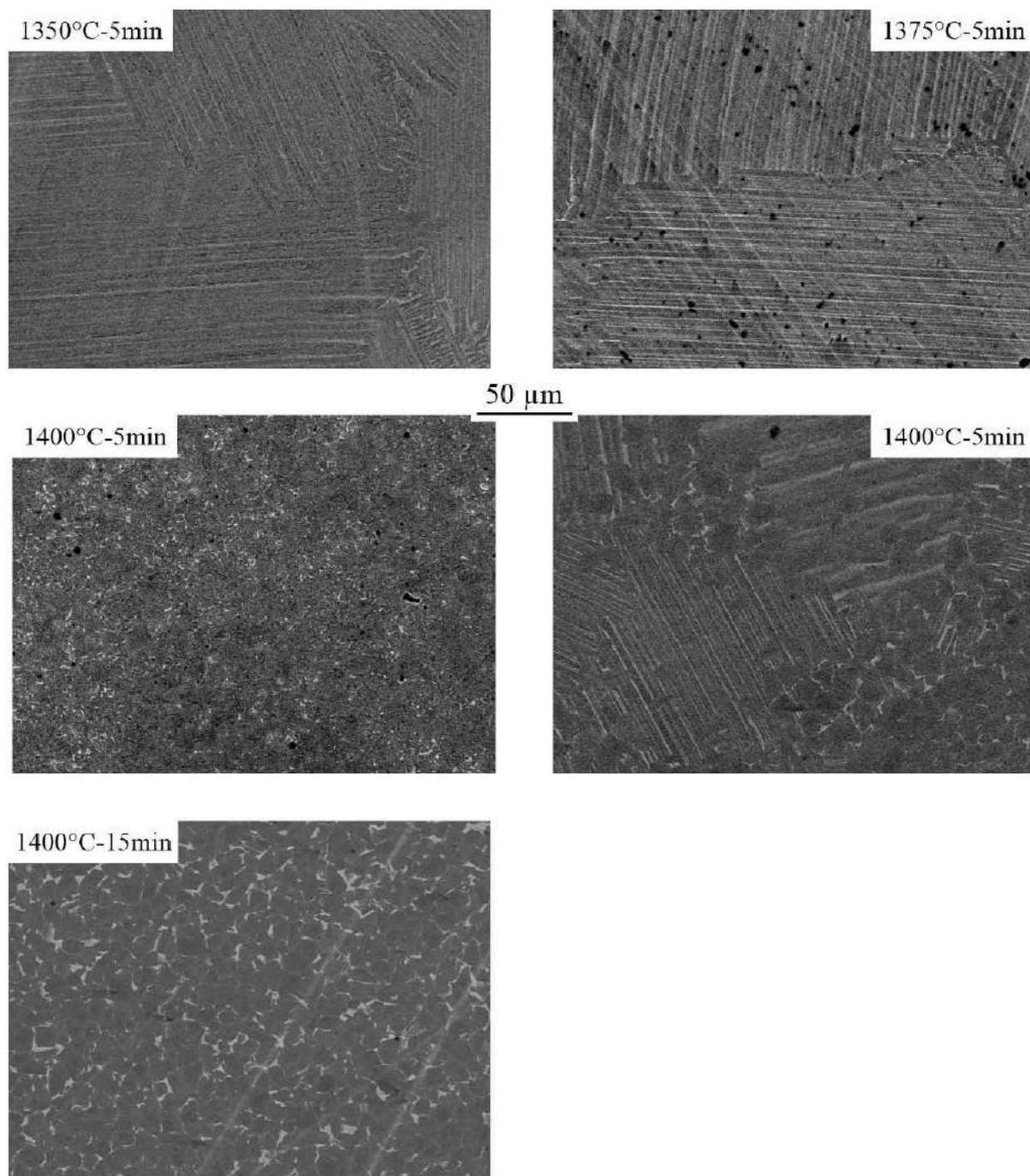


Figure III-28: Microstructures des pastilles  $\varnothing 60 \times H 50 \text{ mm}$  densifiées à différentes températures de consigne et temps de maintien. Les observations ont été faites sur la position 2 de la pastille selon le schéma de la Figure III-27(a).

## V. Conclusions

Les travaux présentés dans ce chapitre ont tout d'abord permis de caractériser les microstructures et les propriétés des matériaux élaborés avec le lot de poudre A1261, et de les comparer à celles du lot 1109. Ainsi, la température de transus  $\alpha$  a été déterminée en effectuant des élaborations à des températures incrémentées de  $25^{\circ}\text{C}$  et des observations métallographiques, à l'aide d'échantillons Phi36H8. Une valeur de  $1295^{\circ}\text{C} \pm 12.5^{\circ}\text{C}$  a été obtenue, ce qui est proche de la valeur obtenue pour la poudre 1109,  $1313 \pm 12.5^{\circ}\text{C}$ . Au-dessus de cette température d'élaboration, la microstructure est constituée de colonies lamellaires de petites tailles ( $\approx 50 \mu\text{m}$ ) entourées de liserés de phase  $\gamma$  contenant des précipités  $\beta_0$ . Pour que la totalité de l'échantillon (du centre au bord l'échantillon) soit entièrement lamellaire, il faut que la température au centre de l'échantillon soit supérieure à  $1357^{\circ}\text{C}$ . Cette microstructure est stable au moins jusqu'à une température d'échantillon de  $1409^{\circ}\text{C}$ . Ainsi, la totalité de l'échantillon sera lamellaire sur une plage de  $52 \pm 12.5^{\circ}\text{C}$ . Toutefois, un grossissement des colonies lamellaires se produit quand la température d'élaboration augmente. Par ailleurs, nous avons déterminé que le gradient de température radial dans les échantillons (différence entre les températures au centre et au bord des échantillons) est de  $51^{\circ}\text{C}$ , ce qui est supérieur à l'estimation effectuée dans la thèse de T. Voisin ( $25^{\circ}\text{C}$ ). Nous avons observé la microstructure duplex, mais sur un intervalle de température très faible (environ  $25^{\circ}\text{C}$ ), comme constaté sur l'alliage G4 [18] et la nuance 1109 [2]. Enfin, une hétérogénéité des matériaux a été constatée, que nous pensons provenir de la poudre. Une telle hétérogénéité était également observée dans le lot 1109, mais de manière légèrement moins prononcée.

Les propriétés mécaniques en traction du lot A1261 ont été caractérisées, dans l'objectif de valider la poudre et la méthodologie d'élaboration. Pour l'ensemble des matériaux élaborés sur l'intervalle de température de  $52 \pm 12.5^{\circ}\text{C}$  pour lequel la microstructure est proche lamellaire, dans la totalité des échantillons, l'allure des courbes de traction est proche. La limite d'élasticité, peu dispersée, est entre 433 MPa et 465 MPa. La ductilité varie de manière plus marquée, sur un intervalle allant de 0,7% à 1,3 %. Ces résultats obtenus sur des pastilles phi 36 à différentes températures d'élaboration, reproduisent les variations de propriétés mécaniques auxquelles on peut s'attendre dans des échantillons de grandes dimensions, dans lesquels les gradients de températures sont susceptibles d'être élevés. Ces propriétés sont proches, mais légèrement inférieures à celles de matériaux élaborés avec la poudre 1109, pour laquelle la limite d'élasticité était entre 479 MPa et 496 MPa, et la ductilité entre 1.1 % et 1.6 %. Ces différences pourraient provenir de la plus grande hétérogénéité observée dans la poudre A1261 que dans la poudre 1109. Néanmoins, ces disparités de propriétés entre lots de poudres restent limitées, ce qui est encourageant.

Enfin, des élaborations d'échantillons de grandes dimensions ont été effectuées. Deux géométries ont été testées,  $\text{Ø}100\text{h}15\text{mm}$ , et  $\text{Ø}60\text{H}50\text{mm}$ . Les meilleurs résultats ont été obtenus avec la première de ces deux géométries. Une démarche de changement d'échelle, visant à obtenir des échantillons de microstructure lamellaire homogène, a été entreprise. Dans une optique d'économie de poudre, les premières calibrations ont été réalisées sur un autre lot de poudre, l'alliage RNT 650. Le résultat a été l'obtention d'échantillons  $\text{Ø}100\text{h}15\text{mm}$  dont la microstructure était lamellaire sur les 3/4 de leur volume, ce qui permet aux éprouvettes de fatigue prélevées dans ces échantillons de présenter une microstructure lamellaire homogène dans leur partie utile. On a de plus évalué que le gradient de température n'était que de  $25^{\circ}\text{C}$  dans la zone de l'échantillon de microstructure lamellaire, ce qui suggère que les propriétés mécaniques dans cette zone soient probablement peu dispersées. Toutes les difficultés n'ont toutefois pu être levées, concernant notamment la géométrie  $\text{Ø}60\text{H}50\text{mm}$ , pour laquelle nous n'avons pas obtenu une microstructure lamellaire homogène. Ceci illustre la difficulté d'une telle démarche de changement d'échelle, difficulté qui était largement inattendue. Cette étape d'élaboration du matériau de l'étude a donc requis un temps qui n'était pas prévu. Néanmoins, nous sommes parvenus à mettre en place un protocole satisfaisant basé sur des échantillons  $\text{Ø}100\text{h}15\text{mm}$ , et des matériaux de microstructure lamellaire homogène ont pu être élaborés avec succès.

# Chapitre IV

## Comportement mécanique à chaud

---

<b>I. Introduction.....</b>	<b>96</b>
<b>II. Comportement en fatigue oligocyclique .....</b>	<b>96</b>
II.1. Conditions expérimentales.....	96
II.2. Influence de l'amplitude de déformation imposée sur le comportement cyclique .....	96
II.3. Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles.....	96
II.4. Courbes d'hystérésis .....	97
II.5. Estimation de la durée de vie.....	100
<b>III. Influence de la température sur le comportement cyclique.....</b>	<b>101</b>
III.1. Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles.....	101
III.2. Courbes d'hystérésis.....	102
<b>IV. Courbes de traction monotone : analyse du 1er cycle .....</b>	<b>103</b>
IV.1. Courbes de traction à 800°C.....	103
IV.2. Courbes de traction à différentes températures .....	104
<b>V. Propriétés en fatigue oligocyclique des autres alliages TiAl.....</b>	<b>105</b>
<b>VI. Analyse des faciès de rupture.....</b>	<b>107</b>
VI.1. Zone d'amorçage.....	108
VI.2. Modes de rupture.....	110
VI.3. Influence de $\Delta\varepsilon_f/2$ sur les modes de rupture.....	111
VI.4. Influence de la température sur les modes de rupture .....	112
<b>VII. Synthèse et discussion .....</b>	<b>114</b>

## I. Introduction

Nous allons dans ce chapitre étudier les propriétés mécaniques à chaud de l'alliage IRIS densifié par SPS. Dans les travaux précédents concernant IRIS, les comportements en traction (à chaud et à l'ambiante) et en fluage (à chaud également) ont été caractérisés [2].

Nous présenterons cette fois-ci les propriétés en fatigue et plus précisément en fatigue oligocyclique à haute température. Une analyse des courbes obtenues ainsi qu'une observation des faciès ont été réalisées. Les éprouvettes de fatigue ont été prélevées à partir de pastilles SPS développées selon la démarche exposée dans le chapitre III. Enfin nous finirons le chapitre par quelques résultats d'essais de fluage, dont l'objectif était de caractériser la résistance du matériau dans ce mode de sollicitation à 800°C et 850°C.

## II. Comportement en fatigue oligocyclique

### II.1. Conditions expérimentales

Les essais de fatigue oligocyclique ont été réalisés à trois températures (750, 800 et 850°C) afin d'étudier l'effet de la température sur le comportement cyclique d'IRIS. Nous avons aussi imposé trois amplitudes de déformation différentes (0.3% ; 0.45% ; 0.6%) afin d'étudier l'effet de  $\Delta\varepsilon_t / 2$  sur le comportement cyclique. Tous les essais ont été menés à la même vitesse ( $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ) et en traction-compression ( $R_\varepsilon = -1$ ).

T (°C)	$\dot{\varepsilon}$ ( $\text{s}^{-1}$ )	$\Delta\varepsilon_t / 2$ (%)	f (Hz)	Nombre d'essais	Référence pastille SPS
750	$10^{-3}$	0.45	0,056	2	4414 ; 4413
800	$10^{-3}$	0.3	0,084	2	3340 ; 4336
		0.45	0,056	2	3290 ; 3290
		0.6	0,042	2	3340 ; 4336
850	$10^{-3}$	0.45	0,056	2	4336 ; 4413

Tableau IV-1: Conditions expérimentales des essais de fatigue oligocyclique sur IRIS

T : température de l'essai fatigue en °C

$\dot{\varepsilon}$  : vitesse imposée de l'essai en  $\text{s}^{-1}$

$\Delta\varepsilon_t / 2$  : Amplitude de déformation imposée en %

f : fréquence de l'essai en Hz

### II.2. Influence de l'amplitude de déformation imposée sur le comportement cyclique

Nous étudierons dans cette partie l'influence de la déformation imposée sur le comportement cyclique pour une température de 800°C. Pour chaque essai, seront exposés la courbe de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles ( $\sigma_a(N)$ ) et les hystérésis montrant l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation ( $\sigma(\varepsilon)$ ).

### II.3. Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles

La Figure IV-1 représente l'évolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles pour trois amplitudes de déformation imposées à 800°C.

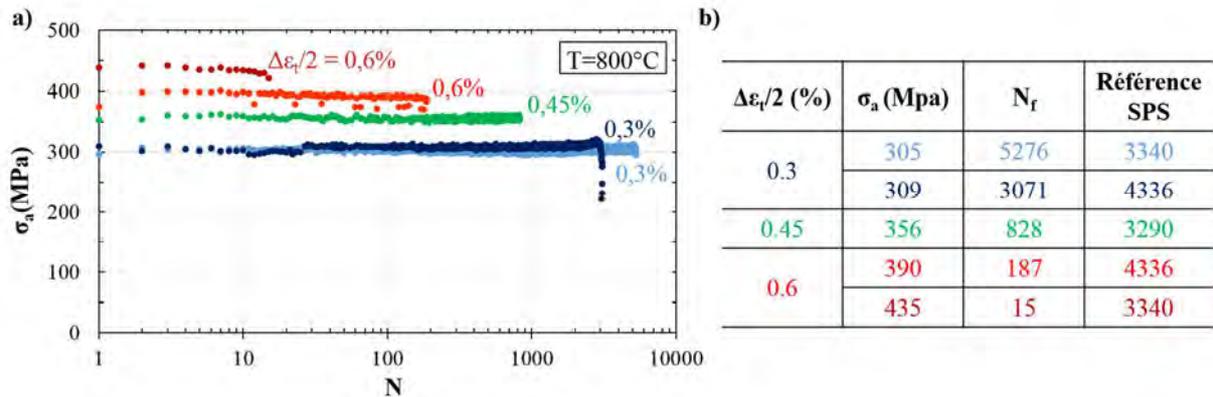


Figure IV-1 : (a) Comportement cyclique d'IRIS à 800°C, (b) Tableau récapitulatif des résultats.

Le comportement de l'alliage IRIS est très stable quel que soit le  $\Delta\epsilon_t/2$  imposée à 800°C, aucun adoucissement ou durcissement significatif n'a été observé.

La durée de vie augmente significativement avec la diminution de  $\Delta\epsilon_t/2$  allant de 15 cycles à plus de 5000 cycles. On remarque aussi qu'il y a une dispersion concernant les durées de vie et les amplitudes de contraintes. Les dispersions statistiques en fatigue sont généralement liées à la microstructure (inclusions, inhomogénéités,...) ou à la préparation de l'éprouvette (géométrie, rugosité, état de surface...).

Dans le cas de ces essais de fatigue oligocyclique, les éprouvettes sont polies de la même manière, cette dispersion ne serait donc pas un effet de l'état de surface et serait plutôt lié à la microstructure. Pour chaque niveau de chargement, les deux éprouvettes testées ne proviennent pas en effet de la même pastille SPS et la différence de durée de vie pourrait être due à une légère différence de microstructure. Il a été déjà démontré qu'au sein d'une même pastille SPS, les essais de traction et de fluage ne donnent pas les mêmes résultats.

#### II.4. Courbes d'hystérésis

Les courbes d'hystérésis de trois  $\Delta\epsilon_t/2$  différentes sont représentées dans les figures qui suivent. Elles permettent d'illustrer l'écrouissage cyclique de l'alliage IRIS à 800°C. Pour chaque déformation imposée, nous traçons :

- les boucles d'hystérésis correspondant au 1<sup>er</sup> cycle, la demi-vie et le dernier cycle ;
- les courbes des contraintes maximales et minimales en fonction du nombre de cycles.

Pour l'essai à  $\Delta\epsilon_t/2 = 0,6\%$  (Figure IV-2), les boucles d'hystérésis restent stables tout au long de l'essai. On note une légère augmentation de la contrainte minimale au cours de l'essai.

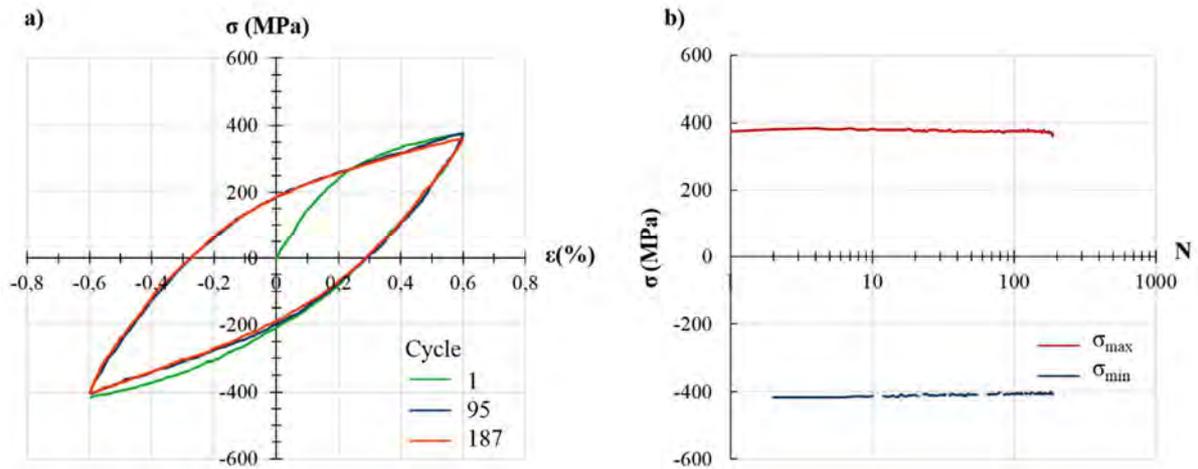


Figure IV-2 : Essai réalisé à  $T=800^{\circ}\text{C}$ ,  $\Delta\epsilon_t/2=0.6\%$ ,  $N_f= 187$  cycles. (a) Boucles d'hystérésis (b)  $\sigma_{\max}$  et  $\sigma_{\min}$  en fonction du nombre de cycles.

Pour l'essai à  $\Delta\epsilon_t/2 = 0.45\%$  (Figure IV-3), les boucles d'hystérésis restent stables également.

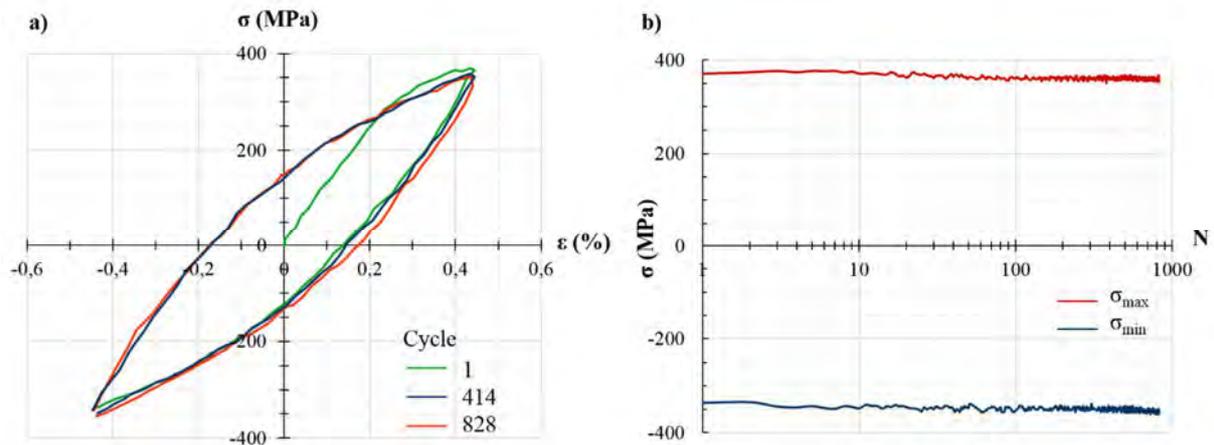


Figure IV-3 : Essai réalisé à  $T=800^{\circ}\text{C}$ ,  $\Delta\epsilon_t/2=0.45\%$ ,  $N_f= 828$  cycles. (a) Boucles d'hystérésis (b)  $\sigma_{\max}$  et  $\sigma_{\min}$  en fonction du nombre de cycles.

Pour chaque amplitude de déformation, l'objectif était de réaliser deux essais. Toutefois pour  $\Delta\epsilon_t/2 = 0.45\%$ , un seul essai est valide; un problème lié à la commande de l'extensomètre est survenu : l'extensomètre était réglé en déplacement absolu et non en mode relatif, le rapport de déformation  $R_\epsilon$  n'était plus de -1, l'essai ayant débuté par la compression de l'éprouvette (Figure IV-4).

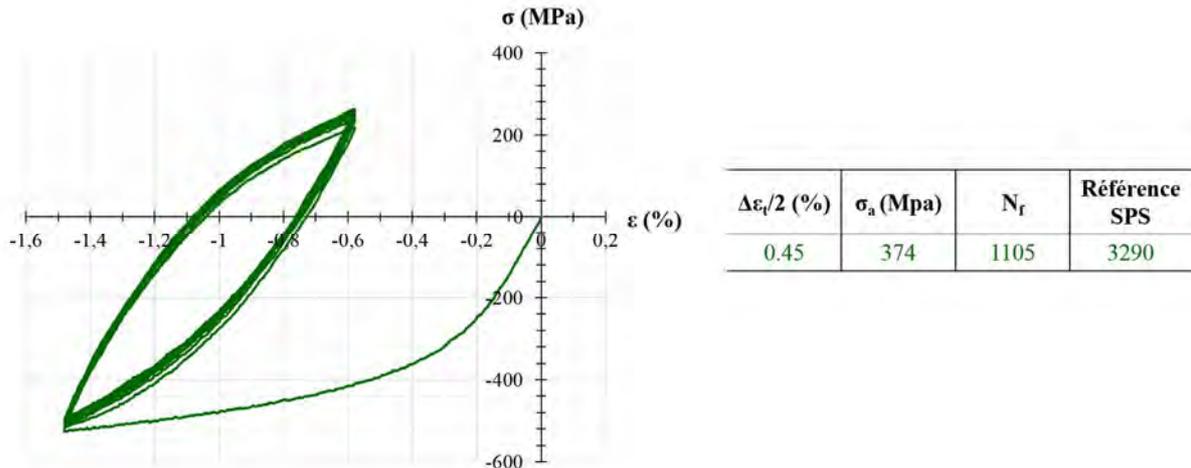


Figure IV-4 : Boucles d'hystérésis et tableau récapitulatif des résultats de l'essai réalisé à  $T=800^\circ\text{C}$ ,  $\Delta\epsilon_t/2=0.45\%$ ,  $N_f = 1105$  cycles

La durée de vie de cet essai est supérieure à celle de l'essai valide mais reste du même ordre de grandeur compte tenu de la dispersion: 1105 contre 828 cycles. Il semble donc que la déformation moyenne n'a pas une grande influence sur la durée de vie (dans la gamme explorée) et que l'amplitude de déformation est le paramètre le plus influent. Puisque le rapport de déformation est différent de -1, on constate une forte dissymétrie des cycles d'hystérésis, les contraintes en compression étant largement supérieures à celles en traction.

Pour l'essai à  $\Delta\epsilon_t/2 = 0.3\%$ , plusieurs boucles d'hystérésis sont représentées sur la Figure IV-5. On remarque qu'il existe un fort décalage entre les boucles (Figure IV-5). Le cyclage s'est déroulé selon trois étapes:

- le 1<sup>er</sup> cycle a légèrement dépassé la déformation imposée ( $\epsilon_{\max} > 0.3\%$ ), il est en décalage par rapport au reste des boucles de l'essai (Figure IV-5 (a)) ;
- ensuite les boucles se stabilisent et se superposent en respectant la déformation imposée (Figure IV-5.b) ;
- enfin, après 3000 cycles, les boucles d'hystérésis commencent à translater et un important décalage en résulte. Les derniers 70 cycles ne sont pas représentatifs du comportement cyclique du matériau mais sont affectés par l'endommagement de l'éprouvette.

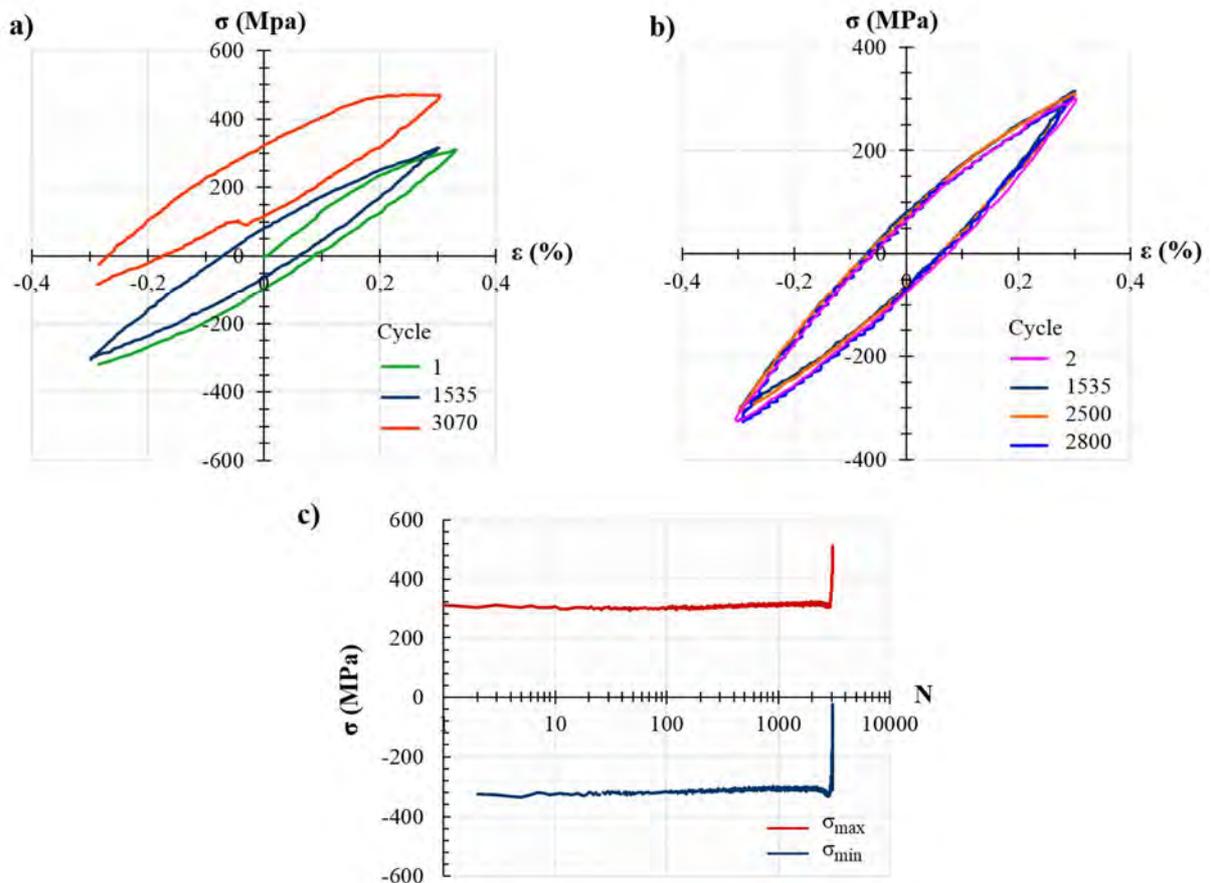


Figure IV-5 : Essai réalisé à  $T=800^{\circ}\text{C}$ ,  $\Delta\epsilon_t/2=0.3\%$ ,  $N_f = 3071$  cycles. (a) Fort décalage entre les boucles d'hystérésis du 1<sup>er</sup> cycle, demi-vie (1535 cycles), et dernier cycle; (b) Boucles d'hystérésis qui se stabilisent entre le cycle 2 et 2800 ; (c)  $\sigma_{max}$  et  $\sigma_{min}$  en fonction du nombre de cycles.

### II.5. Estimation de la durée de vie

Les résultats ci-dessus permettent de représenter une partie du domaine oligocyclique de la courbe de Wöhler d'IRIS à 800°C comme montré sur la Figure IV-6. Les résultats sont cohérents et permettent de dégager une loi qui pourrait être utilisée pour prédire la durée de vie de l'alliage IRIS dans ce domaine de sollicitation.

Il faudra évidemment réaliser d'autres essais à l'avenir, notamment des essais de fatigue grand nombre de cycles pour représenter les autres domaines.

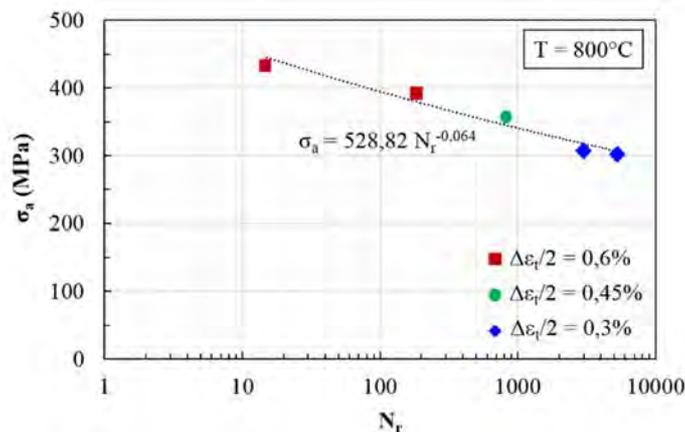


Figure IV-6 : Courbe de Wöhler de l'alliage IRIS à 800°C

Il est également possible de représenter ces résultats dans un diagramme reliant l'amplitude de déformation plastique  $\Delta\epsilon_p/2$  en fonction du nombre de cycle à rupture  $N_r$ . Une loi de type Manson-Coffin peut alors être identifiée (Figure IV-7).

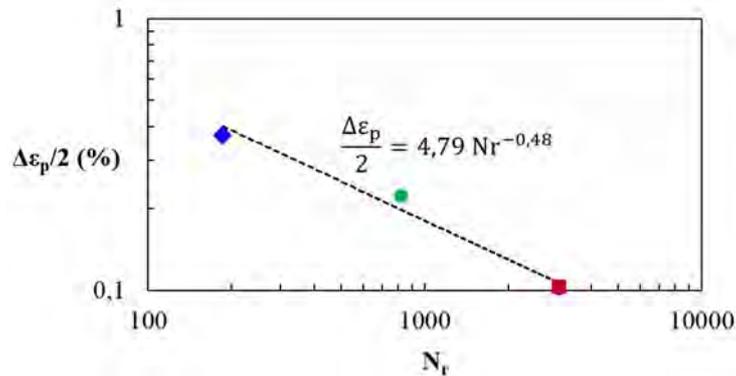


Figure IV-7: Courbe de Manson-Coffin pour l'alliage IRIS à partir des trois essais  $\Delta\epsilon_t/2=0.3; 0.45$  et  $0.6\%$  effectués à  $800^\circ\text{C}$ .

La valeur de  $\Delta\epsilon_p/2$  a été extraite à partir du cycle de demi-vie de chaque essai. Compte-tenu du nombre de courbes exploitables, trois points ont été représentés. Cette représentation permet ainsi de prédire la durée de vie pour chaque amplitude de déformation plastique appliquée.

### III. Influence de la température sur le comportement cyclique

Nous étudierons au cours de cette partie l'influence de la température sur le comportement cyclique. Pour cela des essais ont été réalisés à trois températures ( $750, 800$  et  $850^\circ\text{C}$ ) pour une même amplitude de déformation ( $0.45\%$ ).

#### III.1. Evolution de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles

Les courbes sur la Figure IV-8 traduisent encore une fois un comportement stable malgré le changement de température. Des variations au niveau des courbes sont néanmoins visibles au cours des premiers cycles mais la saturation s'installe rapidement. La variation de température a toutefois un effet sur la durée de vie d'IRIS : à  $800^\circ\text{C}$ , le nombre de cycles est légèrement plus élevé qu'à  $750$  et  $850^\circ\text{C}$ . Cela peut suggérer que  $800^\circ\text{C}$  est la température optimale pour l'alliage IRIS en fatigue oligocyclique. Il faudrait faire plus d'essais pour confirmer ce résultat.

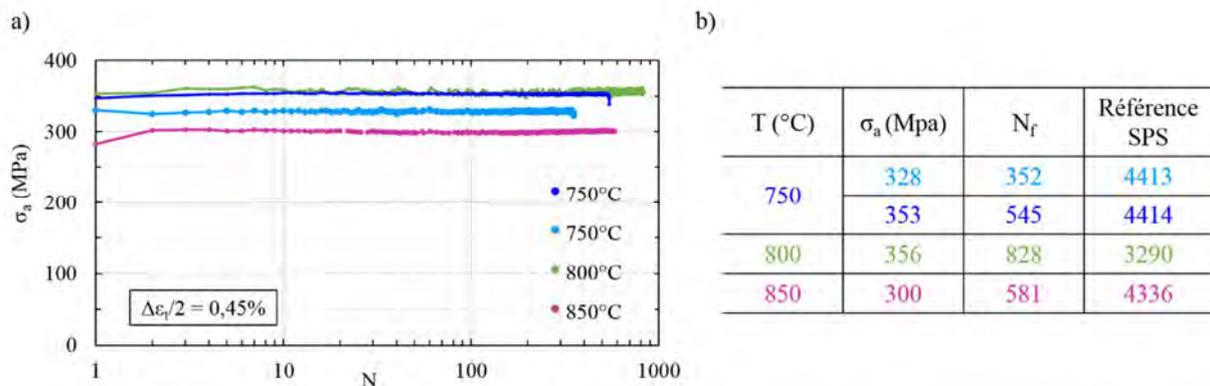


Figure IV-8 : (a) Comportement cyclique d'IRIS à hautes températures pour  $\Delta\epsilon_t/2=0.45\%$ , (b) Tableau récapitulatifs des résultats.

Ce changement de durée de vie observée à  $800^\circ\text{C}$  pourrait être lié à la transition fragile-ductile d'IRIS, apparaissant entre  $700$  et  $900^\circ\text{C}$ . La Figure IV-9 présente les résultats d'essais de traction à chaud: l'allongement augmente considérablement entre  $700$  et  $800^\circ\text{C}$  passant de  $2,7\%$  à  $17,8\%$  et diminue ensuite jusqu'à  $14,37\%$  pour  $900^\circ\text{C}$ . Cette transition correspond bien à celle des alliages TiAl qui

exhibent de meilleures propriétés mécaniques à hautes températures [7], et là encore, 800°C est la température où IRIS à l'allongement à rupture le plus important.

Cependant, il serait judicieux de réaliser à l'avenir des essais de traction entre 750 et 850°C pour caractériser plus précisément les propriétés mécaniques pour cette gamme de température et confirmer la température pour laquelle IRIS semble avoir les meilleures propriétés.

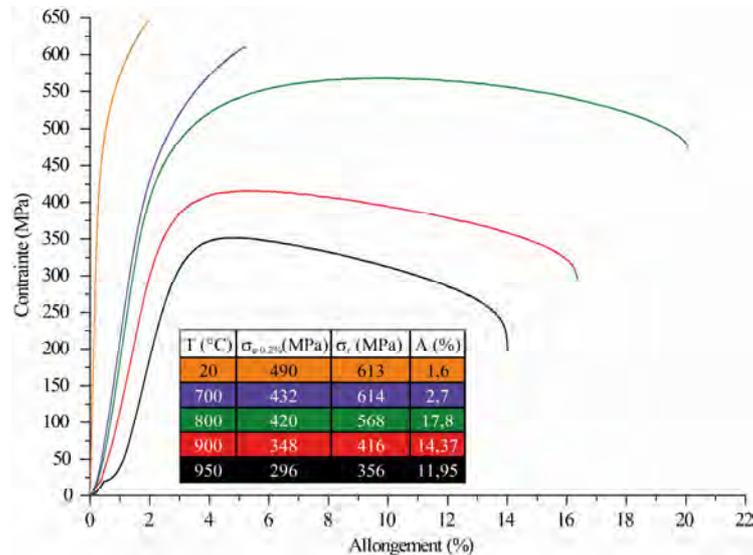


Figure IV-9: Essais de traction à chaud sur des échantillons proches lamellaires de l'alliage IRIS (lot de poudre A1109) [108]

### III.2. Courbes d'hystérésis

Trois boucles d'hystérésis correspondant au 1<sup>er</sup> cycle, la demi-vie et le dernier cycle de l'essai à 750°C sont représentées sur la Figure IV-10 (a). On note que les boucles restent stables durant l'essai.

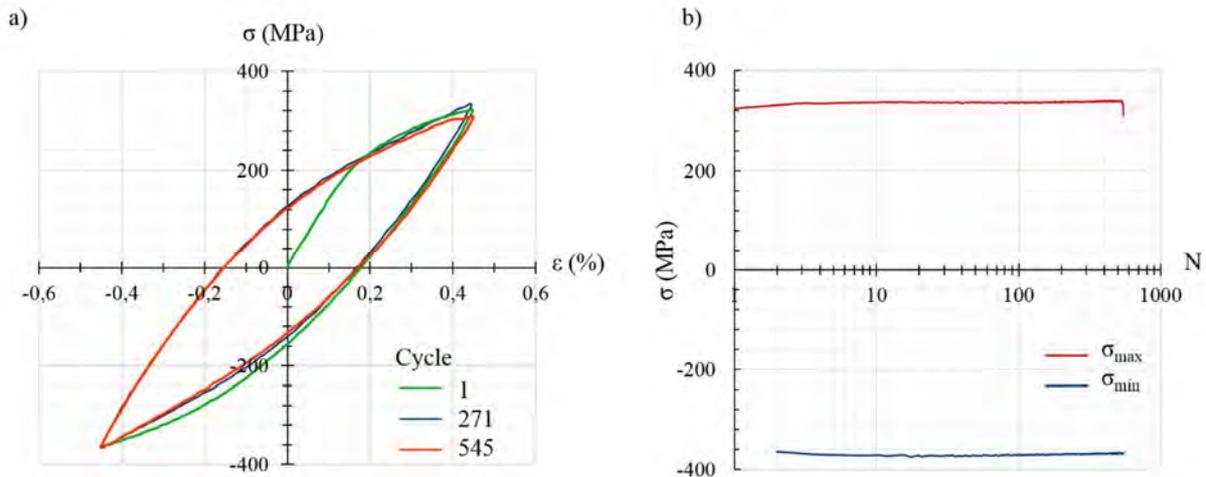


Figure IV-10 : Essai réalisé à  $T=750^\circ\text{C}$ ,  $\Delta\varepsilon_t/2=0.45\%$ ,  $N_f = 545$  cycles. (a) Boucles d'hystérésis (b)  $\sigma_{max}$  et  $\sigma_{min}$  en fonction du nombre de cycles.

Le même type de courbe est représenté pour l'essai à 850°C sur la Figure IV-11.

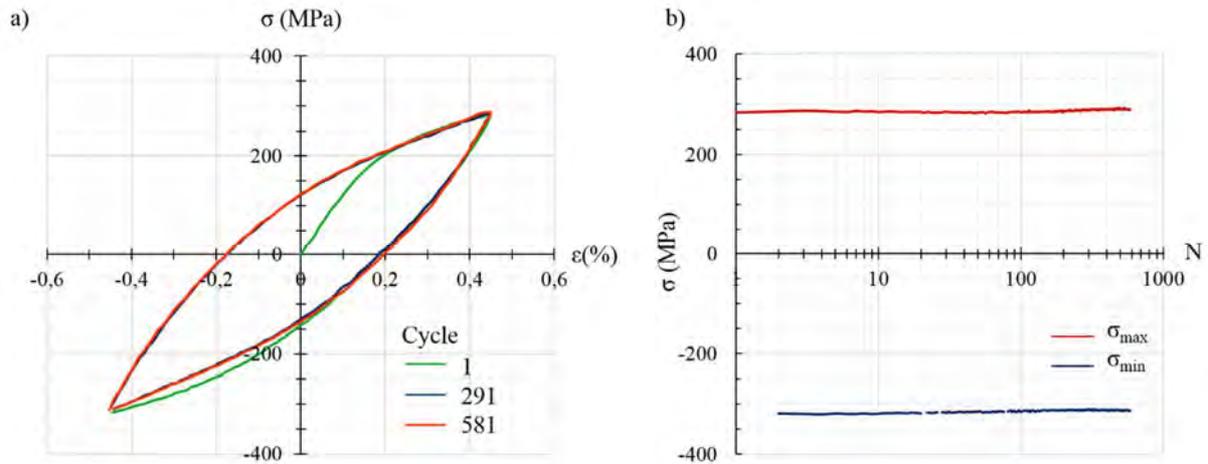


Figure IV-11 : Essai réalisé à  $T=850^{\circ}\text{C}$ ,  $\Delta\epsilon_i/2=0.45\%$ ,  $N_f = 581$  cycles. (a) Boucles d'hystérésis (b)  $\sigma_{\max}$  et  $\sigma_{\min}$  en fonction du nombre de cycles.

## IV. Courbes de traction monotone : analyse du 1er cycle

Nous allons comparer durant cette partie les 1<sup>ers</sup> cycles de chaque essai, plus précisément la partie traction. Nous commencerons par étudier l'influence de l'amplitude de déformation imposée sur le 1<sup>er</sup> cycle de tous les essais réalisés pour une même température ( $800^{\circ}\text{C}$ ), puis nous poursuivrons avec une analyse de l'influence de la température sur le 1<sup>er</sup> cycle pour une même déformation totale imposée (0.45%).

### IV.1. Courbes de traction à $800^{\circ}\text{C}$

Les 1<sup>ers</sup> cycles de chaque essai de fatigue équivalent à un essai de traction monotone interrompu, ainsi nous pouvons avoir accès au module de Young ( $E$ ) et à la limite d'élasticité à 0.2% ( $Re_{0.2\%}$ ). Nous avons aussi réalisé un essai de traction monotone à  $800^{\circ}\text{C}$ , que nous avons interrompu avant rupture. Pour cet essai, nous avons conservé la même géométrie d'éprouvette et la même vitesse de déformation ( $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ) que les essais de fatigue. Les résultats de cet essai nous permettront :

- dans un premier lieu d'avoir une courbe de traction à  $800^{\circ}\text{C}$  (principale température d'étude pour les essais de fatigue) du lot de poudre A1261 étudié dans cette thèse;
- dans un second temps d'étudier les mécanismes de plasticités propres à un essai monotone et de les comparer avec ceux caractéristiques d'un comportement cyclique.

Toutes ces courbes sont réunies sur la Figure IV-12. Elles ne se superposent pas parfaitement et on observe une légère dispersion. Trois éprouvettes sur quatre proviennent de la même pastille SPS et pourtant, on observe une dispersion.

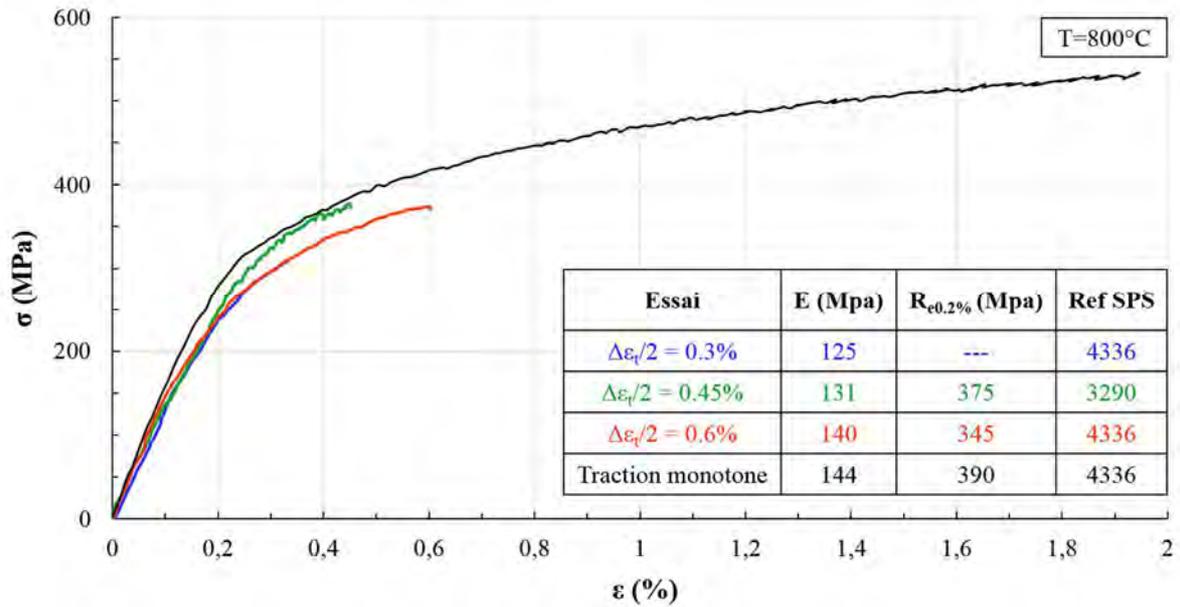


Figure IV-12: Courbes de traction à 800°C. Trois courbes issues du 1<sup>er</sup> cycle des essais de fatigue oligocyclique ( $\Delta\epsilon_i/2=0.3, 0.45$  et  $0.6\%$  ;  $T= 800^\circ\text{C}$ ) et un essai monotone à 800°C.

### IV.2. Courbes de traction à différentes températures

La Figure IV-13 reporte les 1<sup>ers</sup> cycles des essais de fatigue à 750, 800 et 850°C ainsi que la courbe de traction monotone interrompue à 800°C. Au vue des dispersions notées dans les résultats précédents, il est difficile de conclure sur l'évolution du module d'Young en fonction de la température. Il semble néanmoins qu'à 800°C la limite d'élasticité est supérieure à celles obtenues à 750 et 850°C.

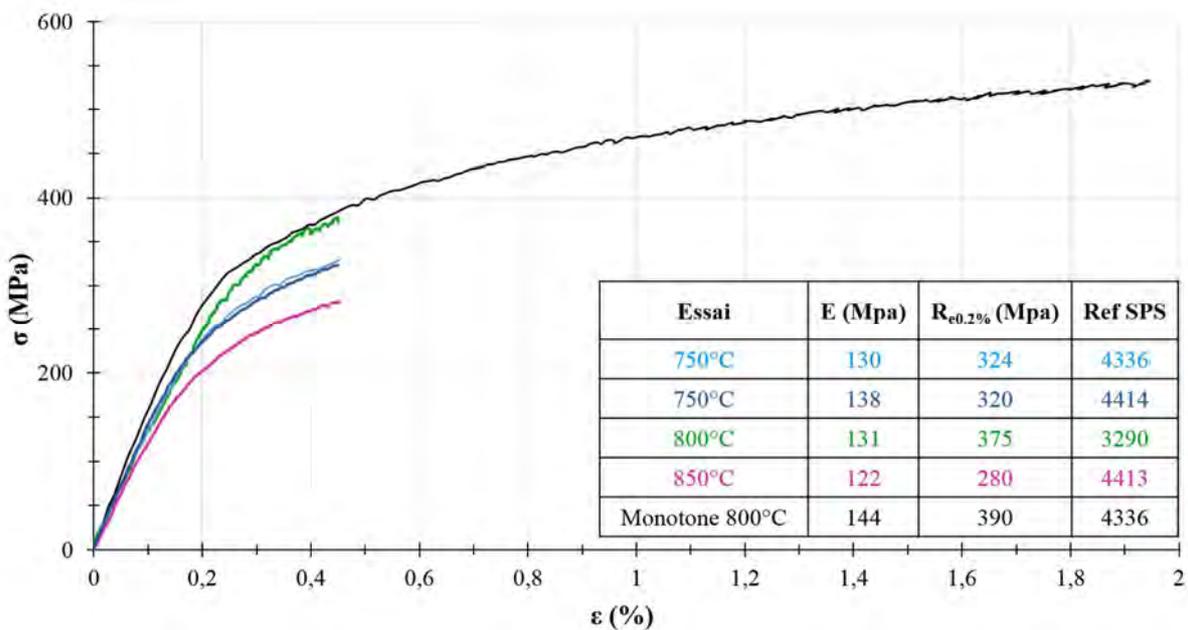


Figure IV-13: Courbes de traction à chaud. Trois courbes issues du 1<sup>er</sup> cycle des essais de fatigue oligocyclique ( $T= 750,800$  et  $850^\circ\text{C}$  ;  $\Delta\epsilon_i/2=0.45\%$ ) et un essai monotone à 800°

## V. Propriétés en fatigue oligocyclique des autres alliages TiAl

Nous allons comparer à présent les résultats des essais de fatigue oligocyclique d'IRIS avec ceux d'autres alliages TiAl issus de la littérature. La plupart des études concernent les alliages TiAl de 2<sup>ème</sup> et de 3<sup>ème</sup> génération dont certains sont commercialisés. Compte-tenu de la diversité des alliages TiAl, des microstructures et des conditions d'essai, une comparaison stricte et rigoureuse est difficile à faire. Nous avons tout de même choisi de lister dans les tableaux ci-dessous les alliages ayant les conditions expérimentales les plus proches de cette étude.

A 800°C (Tableau IV-2), IRIS a une durée de vie bien supérieure aux autres alliages pour des amplitudes de déformation imposées comprises entre 0.3 et 0.45%.

Alliage	Microstructure	$\dot{\epsilon}$ (s <sup>-1</sup> )	$\Delta\epsilon/2$ (%)	N <sub>f</sub>
IRIS : Ti-Al <sub>48</sub> -W <sub>2</sub> -B <sub>0.08</sub>	Lamellaire	10 <sup>-3</sup>	0.3	<b>5276 ; 3071</b>
			0.45	<b>828</b>
Ti-Al <sub>46</sub> -Nb <sub>2</sub> -Cr <sub>2</sub> [81]	Presque lamellaire (NL)	2.10 <sup>-3</sup>	0.35	1046
	Lamellaire (FL)	2.10 <sup>-3</sup>	0.35	1040
		3.10 <sup>-3</sup>	0.45	205
Ti <sub>47.8</sub> -Al <sub>44.2</sub> -Nb <sub>7.8</sub> -Cr-Ni-Si-B [83]	Lamellaire	2.10 <sup>-3</sup>	0.3	~1500
			0.42	~120
TNB-V5 : Ti-Al <sub>45</sub> -Nb <sub>5</sub> -C <sub>0.2</sub> -B <sub>0.2</sub> [109][110]	Proche gamma	4.10 <sup>-3</sup>	0.58	641
			0.65	206

Tableau IV-2 : Résultats d'essais de fatigue oligocyclique d'alliages TiAl obtenus à 800°C R=-1

A 750°C (Tableau IV-3) et pour des amplitudes de déformation équivalentes (~0.4%), IRIS encore une fois à une durée de vie plus élevée que les autres alliages lamellaires. Rappelons que le TiAl 48-2-2 (Ti-Al<sub>48</sub>-Nb<sub>2</sub>-Cr<sub>2</sub>) est utilisé dans les moteur GENx de GE et Leap de Safran.

Alliage	Microstructure	$\dot{\epsilon}$ (s <sup>-1</sup> )	$\Delta\epsilon/2$ (%)	N <sub>f</sub>
IRIS : Ti-Al <sub>48</sub> -W <sub>2</sub> -B <sub>0.08</sub>	Lamellaire	10 <sup>-3</sup>	0.45	<b>352 ; 545</b>
TNB-V2 : Ti-Al <sub>45</sub> -Nb <sub>8</sub> -C <sub>0.2</sub> [111]	Proche lamellaire	--	0.7	241
Ti-Al <sub>48</sub> -Nb <sub>2</sub> -Cr <sub>2</sub> [103]	Proche lamellaire	10 <sup>-3</sup>	0.4	~ 450 ; ~200
TNB-V5: Ti-Al <sub>47</sub> -Nb <sub>5</sub> -B-C [104]	Duplex	4.10 <sup>-3</sup>	0.4	~100 000
TNB-V5: Ti-Al <sub>47</sub> -Nb <sub>5</sub> -B-C [104]	Duplex	4.10 <sup>-3</sup>	0.5	~ 8 000

Tableau IV-3:Résultats d'essais de fatigue oligocyclique d'alliages TiAl obtenus à 750°C R=-1

A 850°C en revanche, les TNB-V2 qu'ils soient duplex ou presque lamellaire, ont une durée de vie supérieure. Peu de données sont disponibles à cette température, il est ainsi délicat de comparer la tenue en fatigue de notre alliage avec d'autres dans les mêmes conditions expérimentales.

Alliage	Microstructure	$\dot{\epsilon}$ (s <sup>-1</sup> )	$\Delta\epsilon/2$ (%)	N <sub>f</sub>
IRIS : Ti-Al <sub>48</sub> -W <sub>2</sub> -B <sub>0.08</sub>	Lamellaire	10 <sup>-3</sup>	0.45	<b>581</b>
TNB-V2 : Ti-Al <sub>45</sub> -Nb <sub>8</sub> -C <sub>0.2</sub> [111]	Proche lamellaire	10 <sup>-3</sup>	0.70	501
TNB-V2 : Ti-Al <sub>45</sub> -Nb <sub>8.5</sub> -W <sub>0.2</sub> -B <sub>0.2</sub> -Y <sub>0.02</sub> [80]	Duplex	5.10 <sup>-3</sup>	0.40	1927
TNB-V2 : Ti-Al <sub>45</sub> -Nb <sub>8.5</sub> -W <sub>0.2</sub> -B <sub>0.2</sub> -Y <sub>0.02</sub> [112]	Lamellaire	5.10 <sup>-3</sup>	0.39	70

Tableau IV-4 : Résultats d'essais de fatigue oligocyclique d'alliages TiAl obtenus à 850°C R=-1

## VI. Analyse des faciès de rupture

Nous allons étudier dans cette partie les faciès de rupture des échantillons fatigués afin de comprendre les différents modes de rupture selon les différents paramètres (température, amplitude de déformation).

De manière générale, les faciès n'ont pas de zone d'amorçage et de zones de propagation clairement identifiables. Les observations MEB, comme nous allons le voir par la suite, ne permettent pas de savoir ce qui a déclenché la fissure mais montrent en revanche les différents modes de rupture de notre microstructure. Des observations complémentaires ont ainsi été menées à l'aide d'un simple microscope optique, elles sont représentées sur la Figure IV-14 : on constate alors qu'une couche d'oxyde s'est formée sur la surface et cela nous aide dans certains cas à identifier un potentiel site d'amorçage, comme pour le faciès de l'éprouvette testée à 800°C et à 0.6%. Sur ce dernier, le site d'amorçage semble être en bas à droite (indiqué par une flèche).

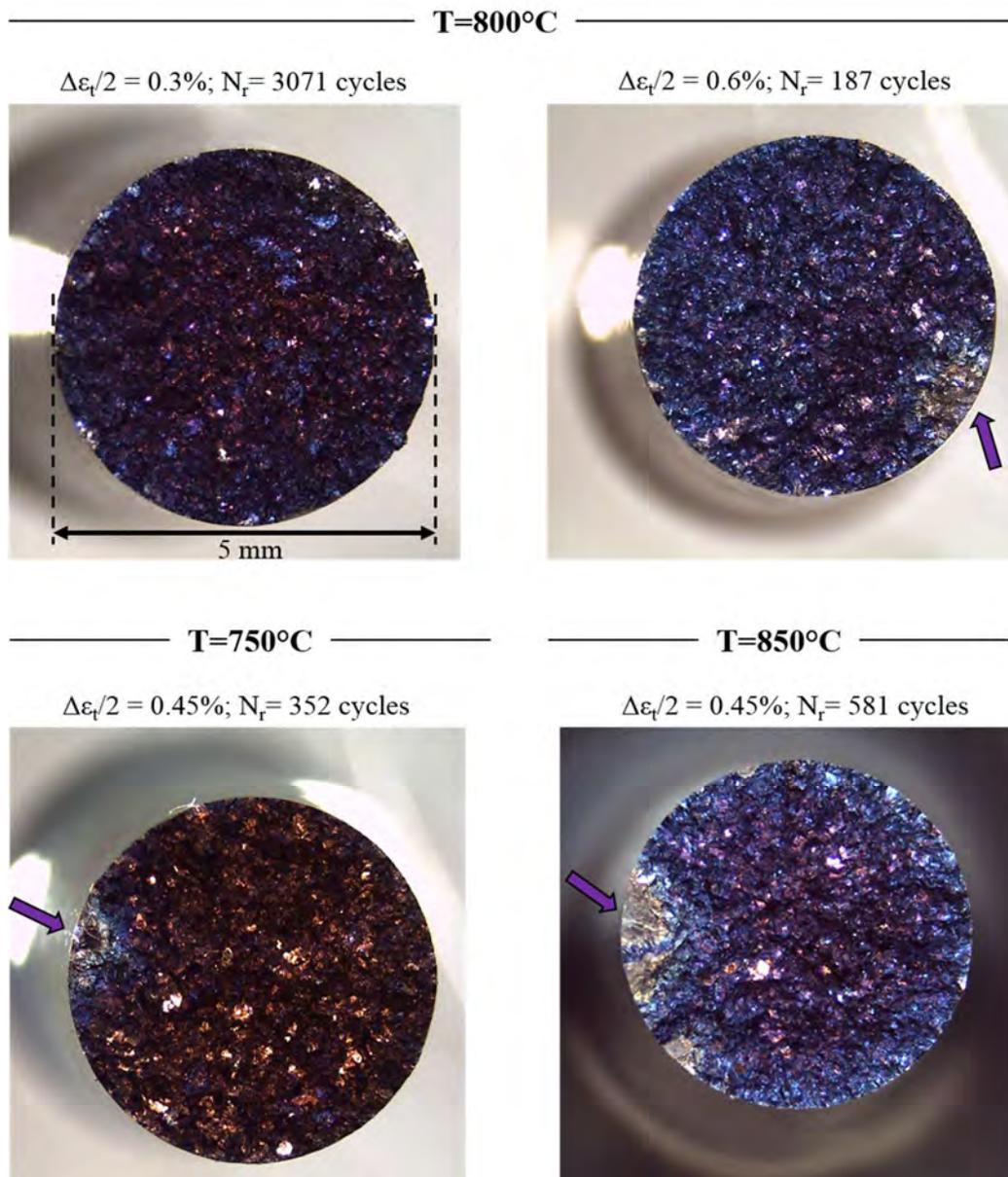


Figure IV-14: Faciès de rupture des éprouvettes testées en fatigue oligocyclique à différentes températures.

Quelles que soient la température et l'amplitude de déformation imposée, le relief est très accidenté avec une répartition hétérogène de la couche d'oxyde (notée grâce aux différentes couleurs que présente un même faciès) et une rupture de type fragile.

Nous allons nous concentrer dans la suite sur la zone d'amorçage identifiée ci-dessus pour le faciès de l'éprouvette testée à 800°C et à 0.6% et l'étudier au MEB.

## VI.1. Zone d'amorçage

### VI.1.1. Résultats sur IRIS

La Figure IV-15 montre bien qu'il est moins évident d'identifier la zone d'amorçage ou les lignes de propagation de fissure au MEB.

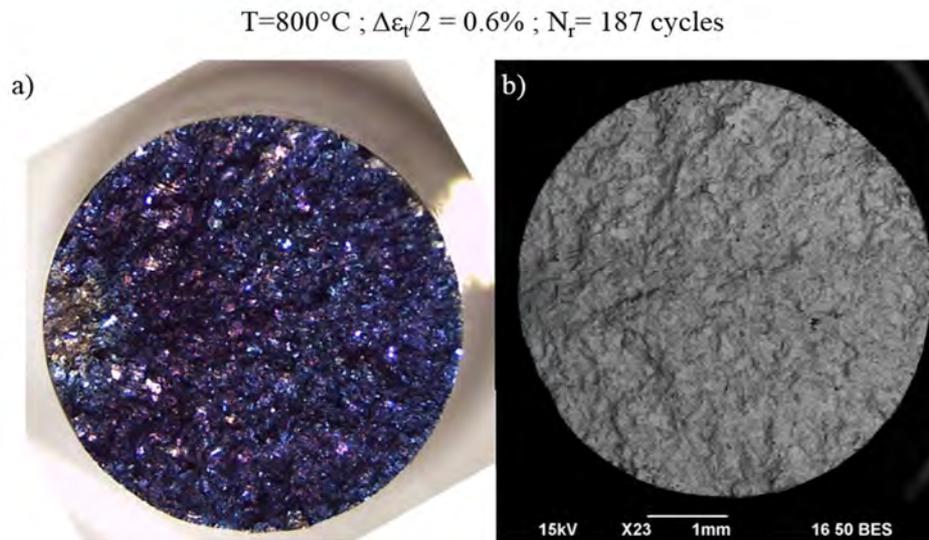


Figure IV-15: Vues globales d'un faciès de rupture d'une éprouvette testée à 800°C. a) Image en microscope optique à b) Image MEB.

La Figure IV-16 montre des détails de cette zone. On constate alors différentes morphologies : d'une part nous avons une zone très accidentée avec plusieurs fragments et fissures (cadre orange), d'autre part nous avons une zone plate et lisse (cadre bleu) qui s'oppose au reste de la surface de l'éprouvette.

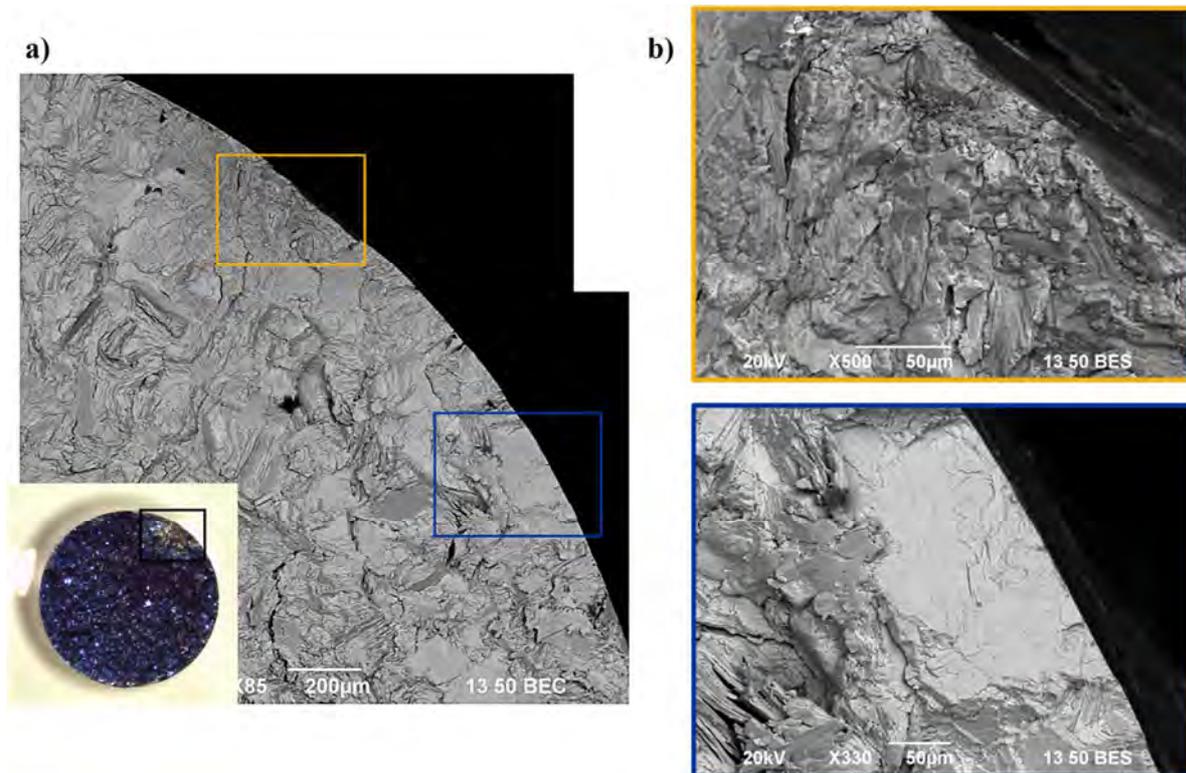


Figure IV-16 : Faciès de rupture de l'éprouvette testée à  $\Delta\epsilon_r/2 = 0.6\%$  ;  $T=800^\circ\text{C}$ . a) Vue globale de la zone d'amorçage ; b) Détails.

Cette dernière semble être un grain lamellaire, qui est orienté perpendiculairement à l'axe de sollicitation. Cela pourrait donc bien être à l'origine de la rupture.

### VI.1.2. Comparaison avec la littérature

Si l'on compare ces résultats avec ceux de Gloanec [73] à haute température, on constate que les faciès exhibent aussi un relief très accidenté. Selon les amplitudes de déformation imposée, la zone d'amorçage n'est pas identifiable, comme le montre la figure ci-dessous.

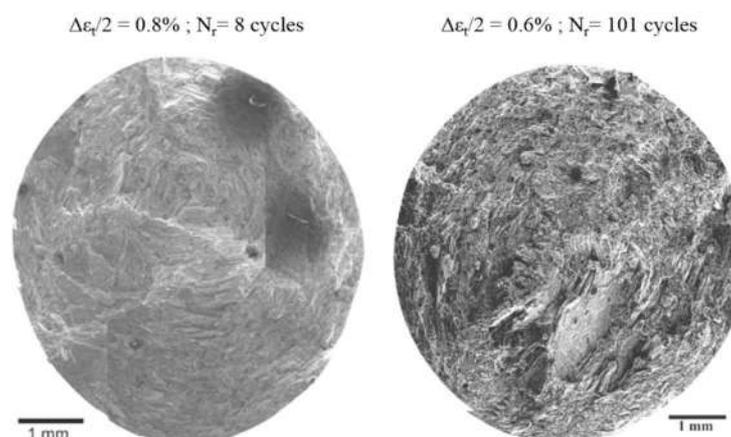


Figure IV-17 : Faciès de rupture d'éprouvettes testées en LCF à  $750^\circ\text{C}$ . Alliage  $\text{Ti-Al}_{48}\text{-Cr}_2\text{-Nb}_2$  avec une microstructure proche lamellaire élaboré par fonderie [73] .

Dans le cas contraire, l'auteur attribue l'origine de la rupture à une zone lisse, plus plate que le reste du relief, correspondant à un grain orienté défavorablement par rapport à l'axe de sollicitation. Ces conclusions corroborent notre étude.

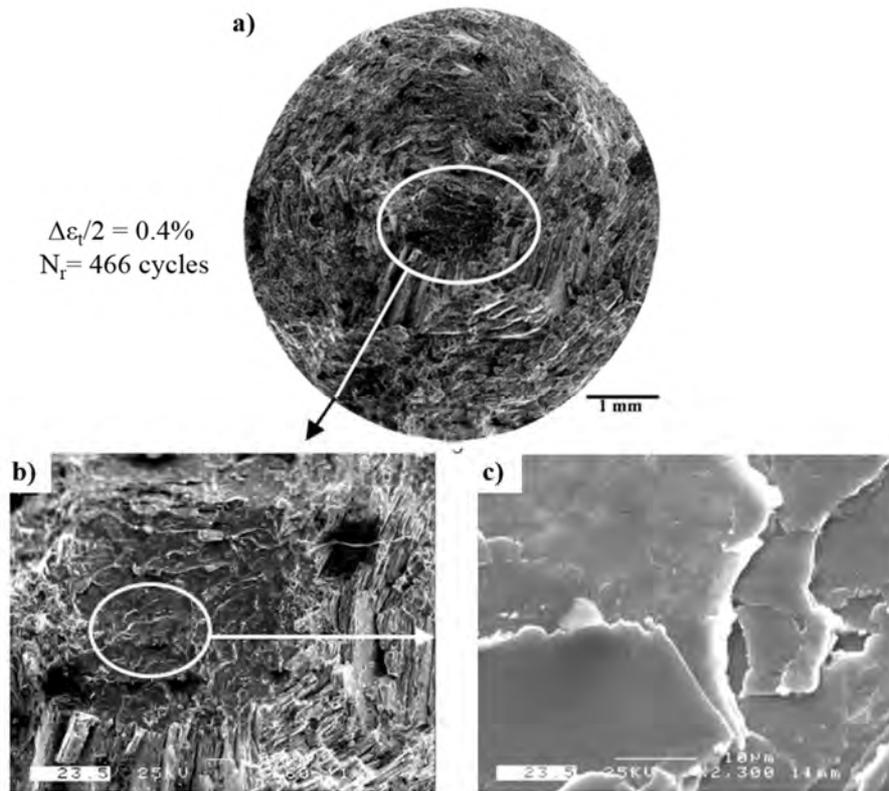


Figure IV-18 : Faciès de rupture d'une éprouvette testée à 750°C et à 0.4%. a) Vue globale ; b) Zone lisse correspondant à la zone d'amorçage ; c) Détail de la zone lisse [73].

## VI.2. Modes de rupture

De manière générale, on retrouve au sein de tous les faciès observés, les modes de rupture classiques des alliages TiAl ayant une microstructure lamellaire. La Figure IV-19 en donne un aperçu. Ainsi on retrouve : des ruptures interlamellaires (flèches jaunes); des ruptures translamellaires (flèches blanches) et une combinaison des deux modes (mode mixte indiqué par les flèches noires).

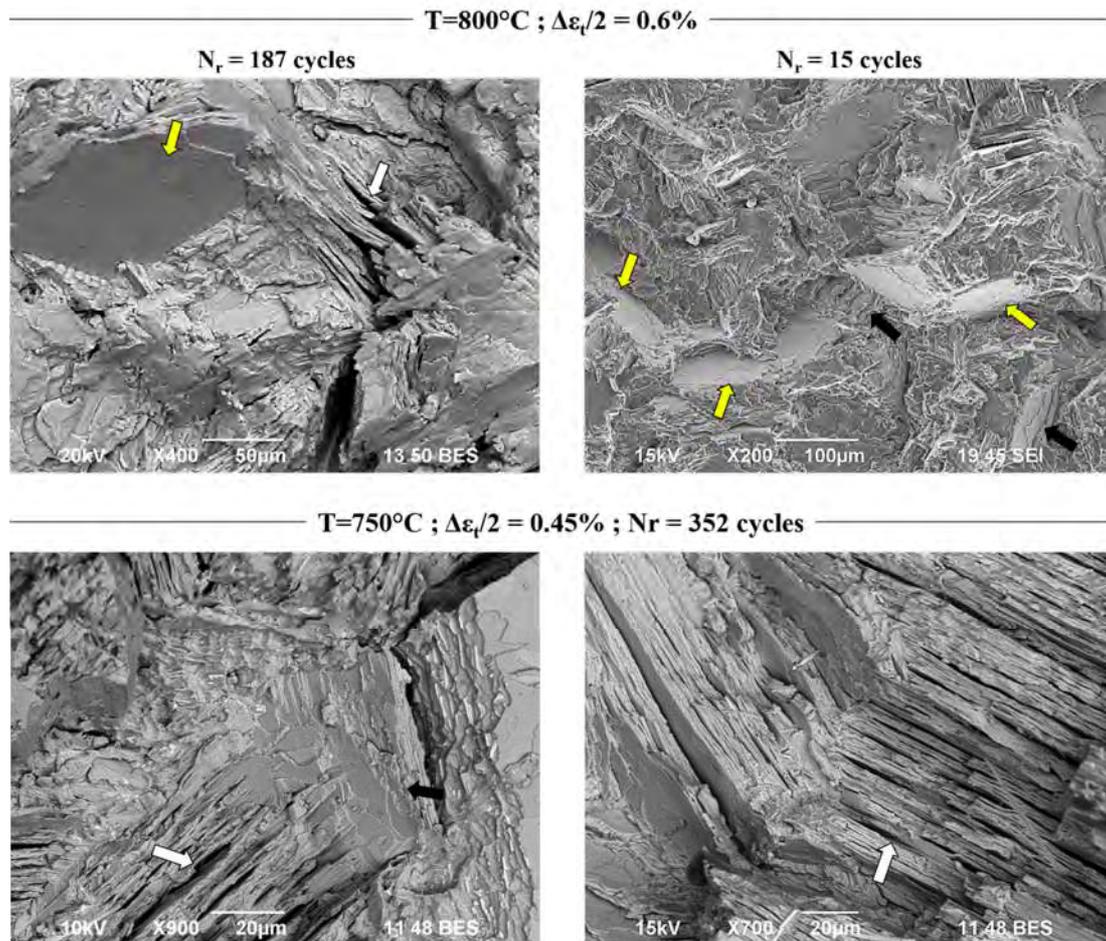


Figure IV-19 : Faciès de rupture d'éprouvette déformés par fatigue oligocyclique. : rupture interlamellaire ; : rupture translamellaire ; : mode mixte

De nombreuses décohésions interlamellaires, sont également observées. Des ruptures intergranulaires, correspondant à une propagation de fissures selon les joints de grains, sont aussi visibles. Elles sont plus simples à détecter dans le cas de facettes qui se succèdent, fruit d'une rupture interlamellaire (image en haut à droite) ou encore entre deux zones lamellaires (image en bas à droite). Enfin des zones très accidentées sont présentes, elles sont le résultat d'un mélange de plusieurs modes. La présence de ces fissures secondaires est le signe d'un endommagement diffus accompagnant la fissuration principale.

### VI.3. Influence de $\Delta\varepsilon_r/2$ sur les modes de rupture

Selon les amplitudes de déformations imposées, et donc les durées de vie, les modes dominant la rupture varient. A  $800^{\circ}\text{C}$ , le relief semble bien plus accidenté pour  $\Delta\varepsilon_r/2=0.3\%$  que pour  $0.6\%$  : la fissuration dans le premier cas est dominé par un mélange de rupture translamellaire et du mode mixte avec peu de ruptures purement interlamellaires résultant à peu de facettes, tandis que dans le deuxième cas, on arrive à distinguer la présence de facettes, de ruptures translamellaires et du mode mixte.

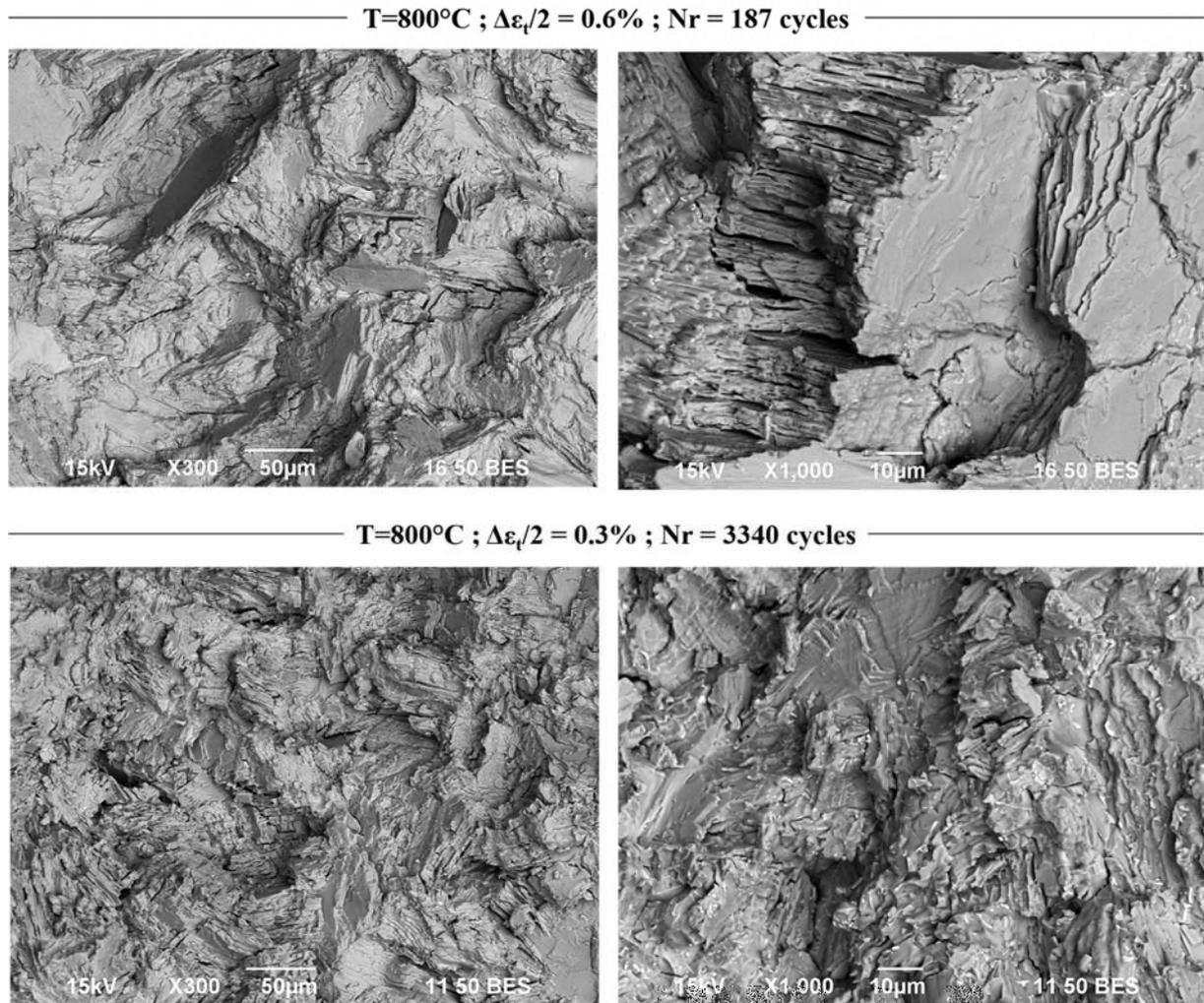


Figure IV-20 : Faciès de rupture d'éprouvette testées en fatigue oligocyclique à 800°C et à différents  $\Delta\epsilon_t/2$ .

A vrai dire, il est difficile de classifier ou de distinguer des types de rupture dans une surface aussi accidentée. En tenant compte des durées de vie, il n'est pas surprenant d'avoir un relief plus accidenté pour l'éprouvette ayant eu 3340 cycles par rapport à celle qui n'a tenu que 187 cycles seulement. Il semble aussi que la rupture ne suit pas les joints de grains et serait ainsi transgranulaire.

Globalement, la propagation de fissures diffère d'une amplitude de déformation imposée à une autre et semble être plus transgranulaire pour les faibles amplitudes.

#### VI.4. Influence de la température sur les modes de rupture

Après avoir analysé 2 faciès d'éprouvettes testées à  $\Delta\epsilon_t/2 = 0.45\%$  à 750 et 850°C, on constate qu'il n'y a pas de différences notables de fissuration. On distingue facilement chez les deux les différents modes de rupture cités jusqu'ici sans qu'aucun ne semble prédominer. De fait, il n'y a pas une grande différence au niveau des durées de vie : 581 cycles à 850°C contre 351 cycles à 750°C. La plus grande ductilité de l'alliage à 850°C ne se manifeste pas dans les faciès de rupture de fatigue oligocyclique.

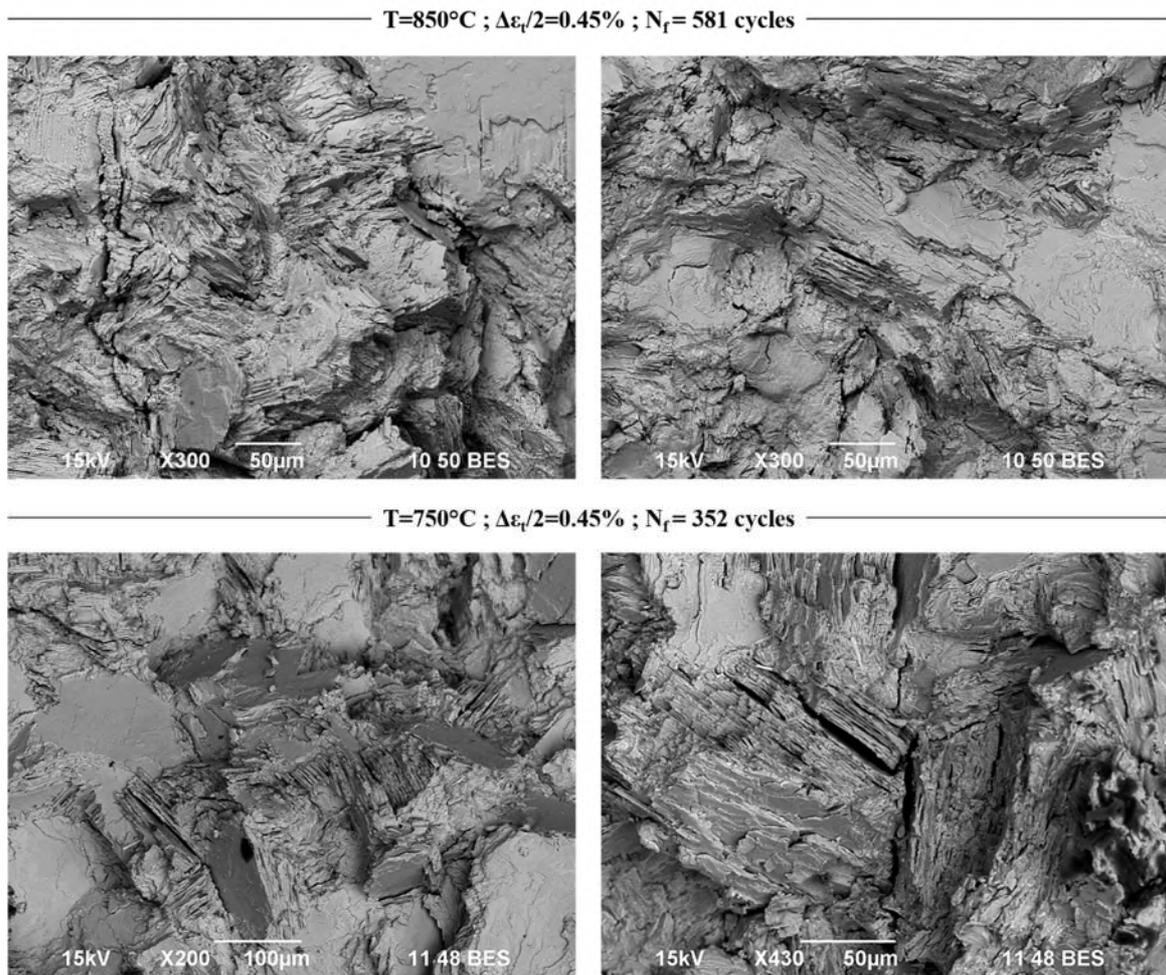


Figure IV-21 : Faciès de rupture d'éprouvette testées en fatigue oligocyclique à différentes températures et à  $\Delta\epsilon_r/2 = 0.45\%$ .

## VII. Synthèse et discussion

Le comportement en fatigue oligocyclique de l'alliage TiAl IRIS a été étudié pour la première fois, dans le cadre de cette thèse. Les essais ont été réalisés à 750, 800 et 850°C à différentes amplitudes totales de déformation imposées ( $R_\epsilon = -1$ ,  $\Delta\epsilon_t/2 = 0.3$  ; 0.45 et 0.6%). Les principales conclusions de ce travail sont les suivantes :

- le comportement cyclique de cet alliage (en d'autres termes la variation de l'amplitude de contrainte  $\sigma_a$  en fonction du nombre de cycles  $N$ ) est très stable et ce, pour toutes les températures et les  $\Delta\epsilon_t/2$  testées. Les courbes sont en effet plates tout au long de l'essai et aucun adoucissement ou durcissement n'a été observé (Figure IV-1 et Figure IV-8). Ce comportement n'est pas typique dans les alliages TiAl, et il est difficile de dégager un comportement spécifique aux alliages TiAl, il varie en effet selon plusieurs paramètres : compositions, microstructures, températures d'essai... (les références bibliographiques sont disponibles dans la section V). Toutefois, pour des conditions expérimentales équivalentes aux nôtres, les alliages TiAl présentent globalement un adoucissement ou un durcissement, plus ou moins prononcés selon les différents paramètres d'essai, ce qui n'est pas le cas de l'alliage IRIS. Cette constance est aussi visible dans les boucles d'hystérésis, avec une superposition des boucles et un très faible décalage au fil des cycles. Sur la base de ces résultats, une première approche d'identification de loi de comportement cyclique isotherme pour IRIS est possible et a été initiée dans le cadre d'un stage. Cette approche est développée dans l'annexe 1 ;

- malgré le peu d'essais réalisés, les résultats obtenus ont pu être représenté sur une courbe de Wöhler, ils sont alors cohérents et indiquent que la durée de vie d'IRIS peut être prédite. Des essais supplémentaires devront évidemment être effectués à l'avenir pour couvrir une plus large plage du domaine oligocyclique (Figure IV-6) ;

- Pour une déformation imposée de  $\Delta\epsilon_t/2 = 0.45\%$ , la durée de vie la plus importante est obtenue à 800°C et est légèrement plus faible pour les essais à 750 et 850°C (Figure IV-8). Ce phénomène peut être liée à la transition fragile-ductile observée en traction : des essais de traction à chaud sur IRIS ont été menés dans des précédents travaux (Figure IV-9 [2]) et ils ont en effet révélé que la ductilité est plus élevée à 800°C (ces essais ont couvert une plage de température allant de 20 à 950°C) ;

- en comparant nos résultats avec ceux des autres alliages TiAl de la littérature, IRIS présente des durées de vie équivalentes voir supérieures aux autres alliages. Il faut cependant être prudent avec ce genre de comparaison puisque les conditions expérimentales varient fortement d'une étude à une autre, mais globalement, pour des conditions expérimentales équivalentes aux nôtres, les résultats sur IRIS sont satisfaisants. Toutes les données sont récapitulées dans le paragraphe V ;

- enfin l'analyse des faciès de rupture montre que la fatigue oligocyclique à haute température engendre un relief très accidenté avec une certaine difficulté à déterminer les zones d'amorçage et les propagations de la fissure. Nous observons dans un cas que la rupture peut provenir d'un grain lamellaire ayant un aspect très plat, sans relief (qui se distingue du reste de la surface de l'éprouvette) et qui est favorablement orienté par rapport à la sollicitation. Les modes de rupture observés correspondent à ceux des alliages TiAl ayant une microstructure lamellaire ou proche lamellaire : des ruptures interlamellaires, translamellaires et un mode mixte. Toutefois selon l'amplitude de déformation imposée, et par la même occasion la durée de vie, les modes de fissure changent et par exemple pour un faible  $\Delta\epsilon_t/2$  (0.3%), le mode privilégié semble transgranulaire.

# Chapitre V

## Mécanismes de déformation

---

<b>I. Introduction et contexte de l'étude.....</b>	<b>116</b>
<b>II. Expériences d'inclinaison du porte objet .....</b>	<b>116</b>
II.1. Détermination des mécanismes à partir de boucles de dislocations .....	116
II.2. Méthodologie expérimentale .....	117
<b>III. Mécanismes de déformation en fatigue oligocyclique.....</b>	<b>120</b>
III.1. Eprouvette $\Delta\varepsilon/2 = 0.6\%$ .....	120
III.2. Eprouvette $\Delta\varepsilon/2 = 0.3\%$ .....	127
III.3. Synthèse et discussion .....	133
<b>IV. Traction monotone à 800°C .....</b>	<b>138</b>
IV.1. Mode de déformation et caractère des dislocations.....	138
IV.2. Expériences d'inclinaison .....	138
IV.3. Synthèse .....	139
<b>V. Fluage à 850°C .....</b>	<b>141</b>
V.1. Contexte de l'étude.....	141
V.2. Mécanismes de déformation .....	142
V.3. Synthèse et discussion .....	146
<b>VI. Conclusion .....</b>	<b>147</b>

## I. Introduction et contexte de l'étude

Nous étudions dans ce chapitre la plasticité d'échantillons d'IRIS déformés par fatigue oligocyclique, par traction monotone et par fluage. Les résultats de ces essais mécaniques ont été présentés dans le chapitre IV, et le développement des pastilles SPS ayant permis l'usinage des éprouvettes a été exposé dans le chapitre III.

Les études de la plasticité en fatigue et en fluage, reposent sur des analyses post-mortem par MET d'échantillons déformés. En d'autres termes, nous avons observé les dislocations formées dans des échantillons prélevés sur les éprouvettes après rupture. Nous avons notamment effectué des expériences d'inclinaison du porte objet, dont le but était de déterminer les mécanismes de déplacement des dislocations.

Le chapitre débutera par un exposé sur la méthodologie des expériences d'inclinaison du porte objet, puis nous poursuivrons avec la déformation observée dans les échantillons déformés par fatigue à 800°C, pour finir avec la déformation des échantillons flués à 850°C.

## II. Expériences d'inclinaison du porte objet

Les dislocations ordinaires, si elles sont de caractère coin ou mixte, peuvent se déplacer selon deux mécanismes distincts, le glissement et la montée, ou par combinaison de ces deux mécanismes (montée mixte). Il est particulièrement important de déterminer ces mécanismes, car ce sont eux qui vont contrôler la cinétique de déformation macroscopique du matériau (dépendance de la vitesse de déformation en température et en contrainte). Notons que pour les dislocations de caractère purement vis, ainsi que pour les macles, le glissement est le seul mécanisme possible. Nous présentons ci-dessous les méthodes géométriques permettant de déterminer les mécanismes, qui s'appuient sur la projection stéréographique, puis la procédure expérimentale qui a été mise en œuvre.

### II.1. Détermination des mécanismes à partir de boucles de dislocations

Les expériences d'inclinaison sont réalisées sur les dislocations en forme de boucles et portions de boucles afin de savoir quel mécanisme de déplacement (glissement, montée,...) est actif. Nous faisons le postulat, pour appliquer cette méthode, que les boucles étudiées sont planaires: si le vecteur de Burgers  $\vec{b}$  appartient au plan de la boucle, il s'agit alors d'une boucle de glissement et comme son nom l'indique, le mécanisme de déplacement de cette dislocation est le glissement (Figure V-1.a); si en revanche  $\vec{b}$  forme un angle quelconque avec le plan de déplacement de la dislocation, on est en présence d'une boucle prismatique, (Figure V-1.b). Dans ce cas, la boucle peut s'être formée par montée, soit elle peut résulter d'un mécanisme de glissement dévié et dans ce cas elle se déplace par glissement ou montée (Figure V-1.b).

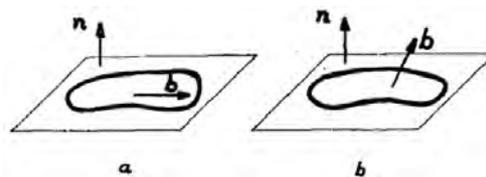


Figure V-1 : Boucles de dislocations planaires,  $\vec{b}$  est le vecteur de Burgers de la boucle et  $\vec{n}$  le vecteur normal du plan de la boucle. (a) Boucle de glissement ; (b) Boucle prismatique [33].

Il est ainsi nécessaire d'identifier le vecteur de Burgers et le plan de la boucle pour déterminer le mécanisme en question. Le vecteur de Burgers peut être facilement déterminé de manière classique grâce aux conditions d'extinction. La difficulté, lors d'observations post-mortem, réside dans le fait que les dislocations sont immobiles, le plan de déplacement est donc a priori inconnu et plus délicat à trouver: les expériences d'inclinaison sont effectuées dans ce but précis.

## 11.2. Méthodologie expérimentale

Nous allons détailler la méthodologie expérimentale des expériences d'inclinaison en nous basant sur le protocole décrit dans la thèse de Malaplate [17]. Une portion de boucle, observée dans l'échantillon déformé en fatigue oligocyclique à  $\Delta\epsilon/2 = 0.6\%$  servira d'exemple (Figure V-2).

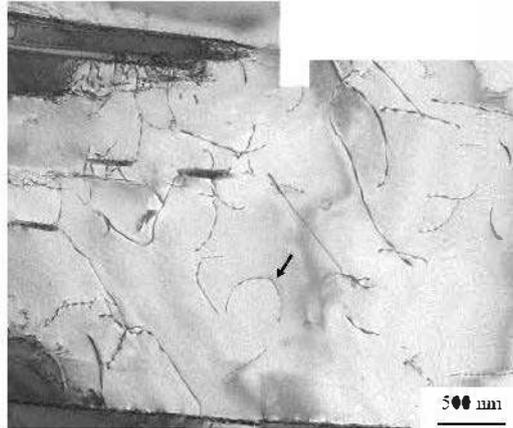


Figure V-2 : Zone  $\gamma$  de l'échantillon déformé à  $\Delta\epsilon/2 = 0.6\%$ ,  $T=300^\circ\text{C}$ . Portion de boucle étudiée pour la suite indiquée par la flèche noire.

Pour commencer, nous avons orienté le grain en traçant sa projection stéréographique, puis nous avons déterminé le vecteur de Burgers de la dislocation grâce aux conditions d'extinction  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$  : celle-ci est en effet invisible pour une inclinaison de  $\theta = 16^\circ$  et clairement visible pour d'autres inclinaisons (Figure V-4.a). Le vecteur  $\vec{b} = 1/2 [1\bar{1}0]$  identifié nous indique qu'il s'agit d'une dislocation ordinaire.

Intéressons-nous à présent au plan de la dislocation. Une boucle entière est contenue dans la lame mince, ce qui n'est pas le cas d'une portion de boucle dont seulement une partie est dans la lame mince. Les schémas ci-dessous aident à visualiser ces deux situations :

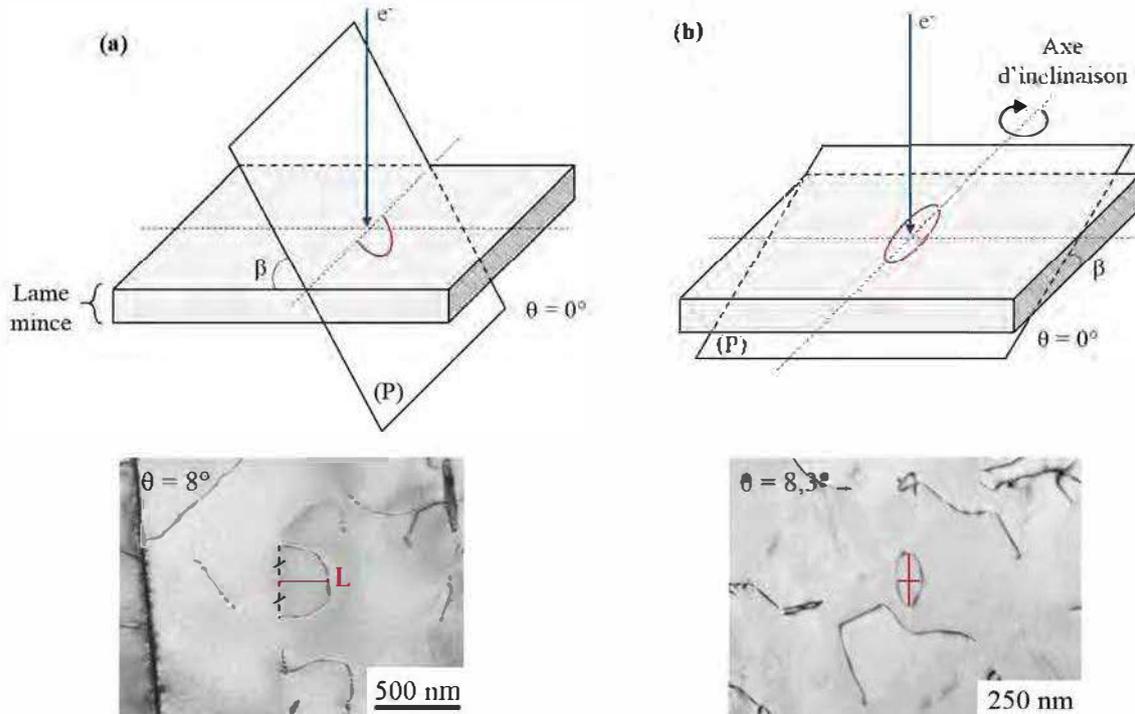


Figure V-3 : Représentation schématique d'une portion de boucle et d'une boucle. (a) Plan d'une portion de boucle incliné d'un angle  $\beta$  par rapport au plan de la lame mince avec un exemple ; (b) Boucle contenue dans la lame mince avec un exemple.  $e^-$  correspond au faisceau d'électrons et  $\theta$  à l'angle d'inclinaison de la lame mince.

Dans le cas d'une portion de boucle (Figure V-3.a), si les deux brins de la boucle émergent du même côté de la lame mince, la droite reliant les points d'émergence est contenue dans le plan de la boucle. Il reste donc à déterminer une autre droite contenue dans ce plan. Ceci est effectué en alignant les points d'émergence avec l'axe d'inclinaison du porte objet par rotation de la lame mince, et en recherchant l'inclinaison pour laquelle la largeur apparente, notée « L », de la boucle est maximale. Si les deux brins de la boucle n'émergent pas du même côté de la lame mince, il n'est pas possible de déterminer le plan de la boucle.

On a mesuré la largeur apparente de cette portion de boucle à différents angles d'inclinaison de la lame. Nous avons, dans cet exemple, mesuré la largeur perpendiculaire au segment vertical et le coupant en son milieu. Cette étape nécessite l'orientation préalable des points d'émergence de la boucle parallèlement à l'axe de tilt du porte-objet du microscope, en d'autres termes, orienter la trace (la droite d'intersection entre le plan de la boucle et le plan de la lame) de manière verticale. La rotation de l'échantillon est expérimentalement possible grâce au porte-objet « Tilt rotation ».

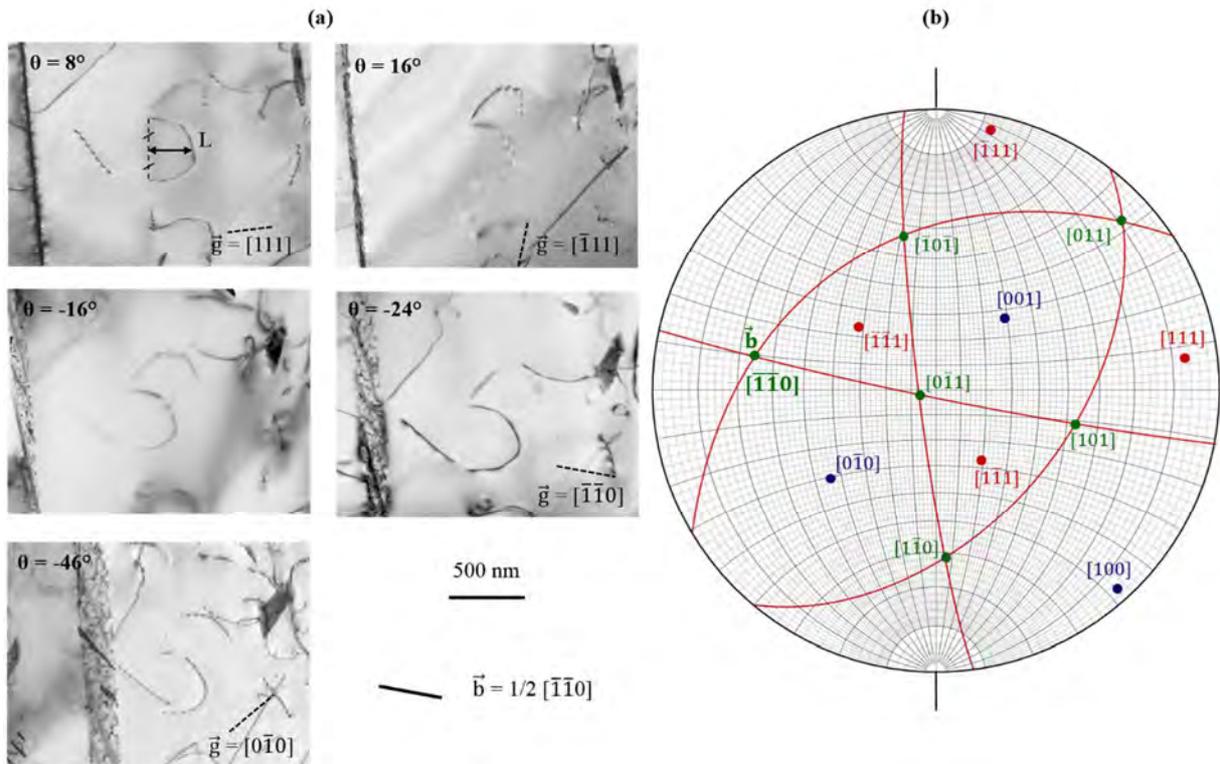


Figure V-4 : Zone  $\gamma$  de l'échantillon déformé à  $\Delta\epsilon_r/2 = 0,6\%$ ,  $T=800^\circ\text{C}$ . (a) Expérience d'inclinaison sur une portion de boucle : « L » correspond à la largeur apparente et  $\theta$  à l'angle d'inclinaison de l'échantillon par rapport à l'horizontale ; (b) Projection stéréographique du grain avec  $\vec{b} = 1/2 [\bar{1}\bar{1}0]$  vecteur de Burgers de la portion de boucle.

Une fois toutes les largeurs apparentes relevées, nous traçons la variation de L en fonction de l'angle d'inclinaison  $\theta$ . Les points décrivent une courbe sinusoïdale (Figure V-5.a) qui indique les inclinaisons pour lesquelles la boucle est debout et à plat :

- les angles  $\theta_0$  pour lesquels la largeur apparente est nulle ( $L=0$ ) correspondent à la boucle debout, le plan de la boucle est alors vertical (Figure V-5.b) ;
- le maximum de la courbe sinusoïdale donne l'angle ( $\theta_{\max}$ ) pour lequel la largeur de la boucle est maximale ( $L_{\max}$ ), le plan de la boucle est alors horizontal, perpendiculaire au faisceau d'électrons (Figure V-5.c).

Ces angles peuvent être reportés sur la projection stéréographique et nous permettent alors d'identifier le plan recherché.

Dans notre exemple, nous avons pu avoir accès à  $\theta_{\max}$  qui est environ de  $-18^\circ$ . La Figure V-5.d montre comment nous avons reporté ce point sur la projection stéréographique : en partant du centre nous avons d'abord placé le pôle (point noir sur la Figure V-5.d), c'est-à-dire la normale de ce plan puis nous avons tracé le plan P (pointillés noirs). Nous avons considéré que (P) contient le vecteur de Burgers  $\vec{b} = 1/2 [\bar{1}\bar{1}0]$ , l'écart entre les deux est en effet inférieur à l'incertitude expérimentale estimée à  $\pm 5^\circ$  celle-ci comprend les erreurs relatives à l'orientation du grain via la projection stéréographique, et l'erreur sur les mesures des largeurs apparentes. Puisque le vecteur de Burgers est contenu dans le plan de la portion de boucle, le mécanisme impliqué ici est le glissement. Cependant, le plan (P) ne correspond pas aux plans de glissement classiques de  $\vec{b}$ , qui dans ce cas sont  $(1\bar{1}1)$  ( $\bar{1}11$ ). La portion de boucle se déplace donc par glissement dévié.

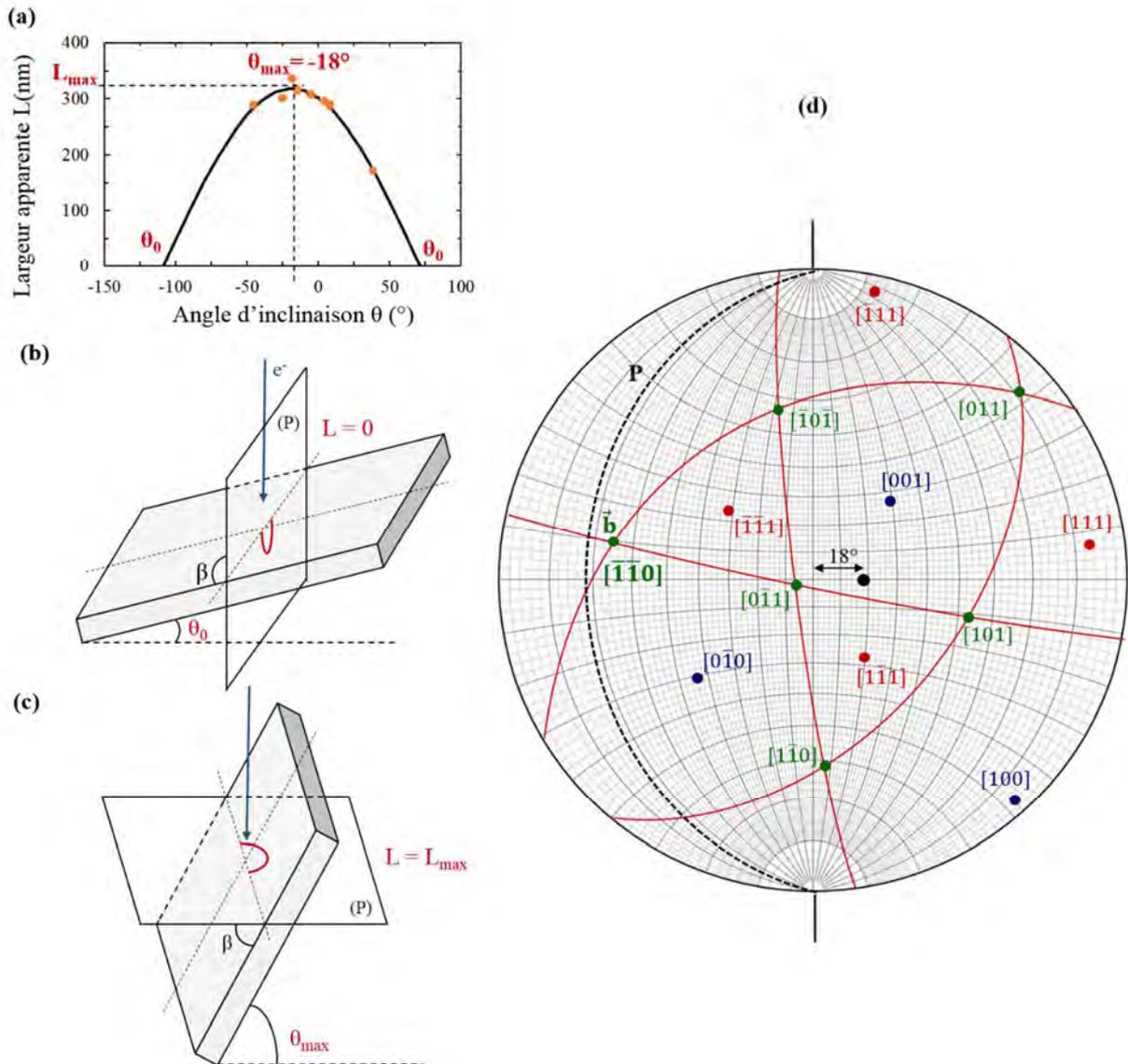


Figure V-5 : (a) Variation de la largeur apparente « L » en fonction de l'angle d'inclinaison ; Représentation schématique des différentes positions d'une dislocation en forme d'une portion de boucle : (b) portion de boucle debout ; (c) portion de boucle à plat ; (d) Projection stéréographique avec le plan « P » représenté en pointillés noirs.

Rappelons que dans le cas d'une boucle, il faut mesurer deux largeurs apparentes et tracer deux courbes. Il faut ensuite reporter un angle de chaque courbe sur la projection stéréographique et le plan de la boucle passera par les deux points. Un exemple de cette situation est donné dans la suite.

### III. Mécanismes de déformation en fatigue oligocyclique

Pour comprendre la déformation engendrée par les essais de fatigue au sein de la microstructure, nous avons analysé les échantillons ayant subi les amplitudes de déformations les plus extrêmes à 800°C : 0.6% et 0.3%. Les durées de vie de ces deux échantillons sont en effet radicalement différentes, 15 cycles contre 5276 cycles. Les lames minces pour les observations MET ont été prélevées sur la zone utile, et le plus proche possible de la surface de rupture.

#### III.1. Eprouvette $\Delta\varepsilon_f/2 = 0.6\%$

La Figure V-6 donne un aperçu de la microstructure de l'éprouvette déformée à  $\Delta\varepsilon_f/2 = 0.6\%$ . Elle révèle que par rapport à la microstructure proche lamellaire non déformée, la microstructure après fatigue n'a pas subi de modifications majeures. Le maintien du matériau à 800°C pendant la durée de l'essai (15 cycles), ou résultant du phénomène de fatigue n'a donc pas engendré un changement de morphologie. Toutefois une précipitation dans les colonies lamellaires s'est formée et ce phénomène est traité dans le chapitre VI (Vieillessement).

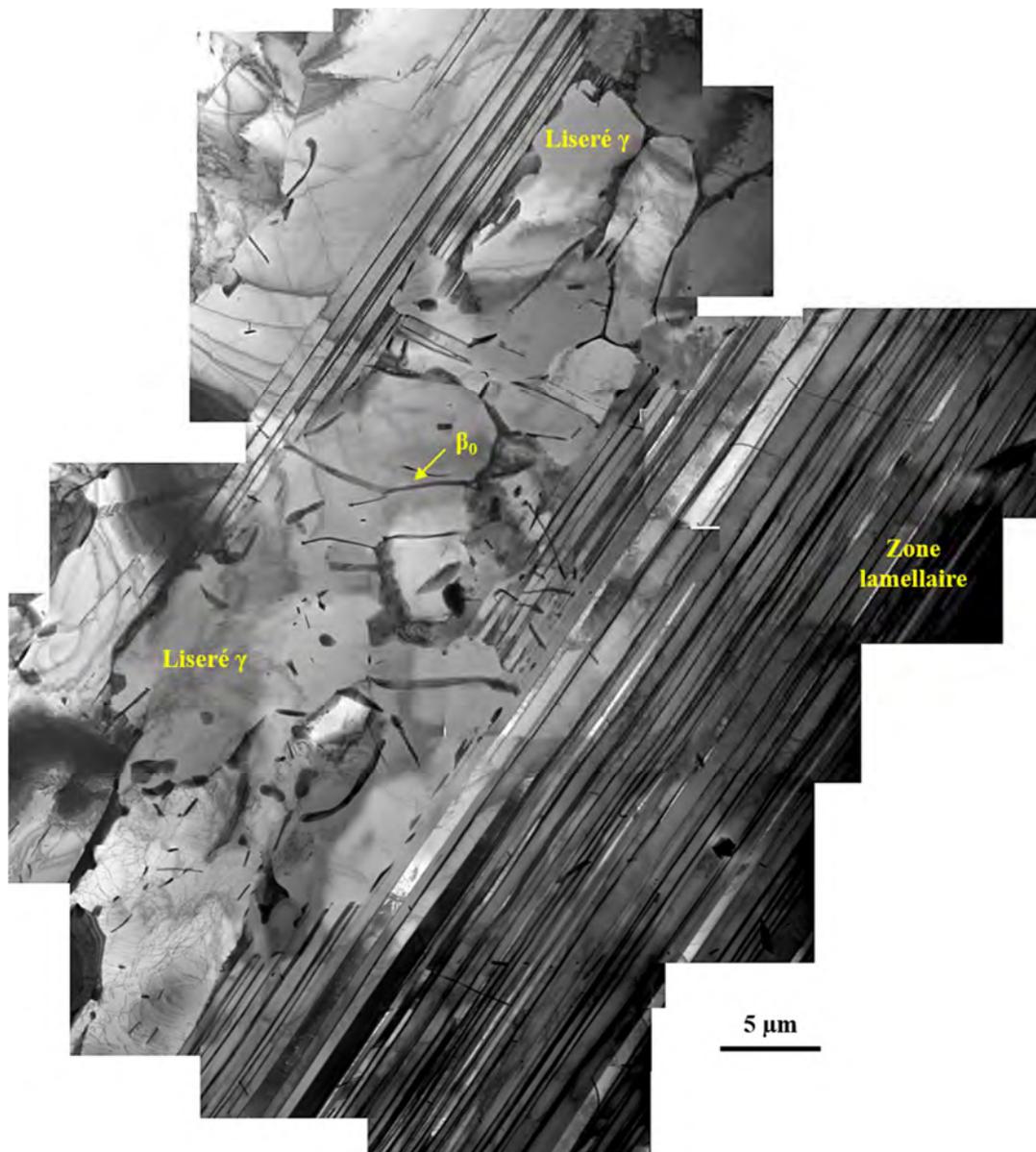


Figure V-6 : Microstructure de l'échantillon déformé à  $\Delta\varepsilon_f/2 = 0.6\%$  ;  $T=800^\circ\text{C}$  ;  $N_f=15$  cycles.

On constate qu'une région d'un liseré  $\gamma$ , en bas de l'image, contient une densité de dislocations significative. Les autres grains ne présentent pas de dislocations, l'orientation n'est probablement pas propice à leur observation.

Nous allons cependant nous concentrer dans ce qui suit sur les grains déformés et étudier leurs principales structures de dislocations. Sur certaines images, il sera signalé le vecteur de diffraction  $\vec{g}$  déterminé grâce aux techniques de diffraction et d'analyses stéréographiques classiques ainsi que le vecteur de Burgers  $\vec{b}$  déterminé grâce aux conditions d'extinction des dislocations  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ .

### III.1.1. Déformation dans les liserés $\gamma$

#### 1) Modes de déformation

La déformation par dislocations ordinaires est le phénomène le plus fréquent dans notre microstructure. Un 1<sup>er</sup> exemple de sous-structure de dislocations typique est donné sur la Figure V-7. Le liseré  $\gamma$  est majoritairement déformé par deux familles de dislocations qu'on nommera A et B. La famille A est visible pour les deux orientations  $\vec{g} = [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$  et  $[\bar{1}00]$  (Figure V-7. b et c) tandis que la famille B est invisible pour  $\vec{g} = [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$  (Figure V-7.b). Le vecteur de Burgers des deux familles ( $\vec{b}_A = 1/2 [110]$  et  $\vec{b}_B = 1/2 [\bar{1}10]$ ) indique qu'il s'agit de dislocations ordinaires, et globalement à caractère vis ( $\vec{b}$  parallèle à la ligne des dislocations). Notons cependant dans le cas de la famille B, la présence de dislocations plus courbées et de portions de boucles.

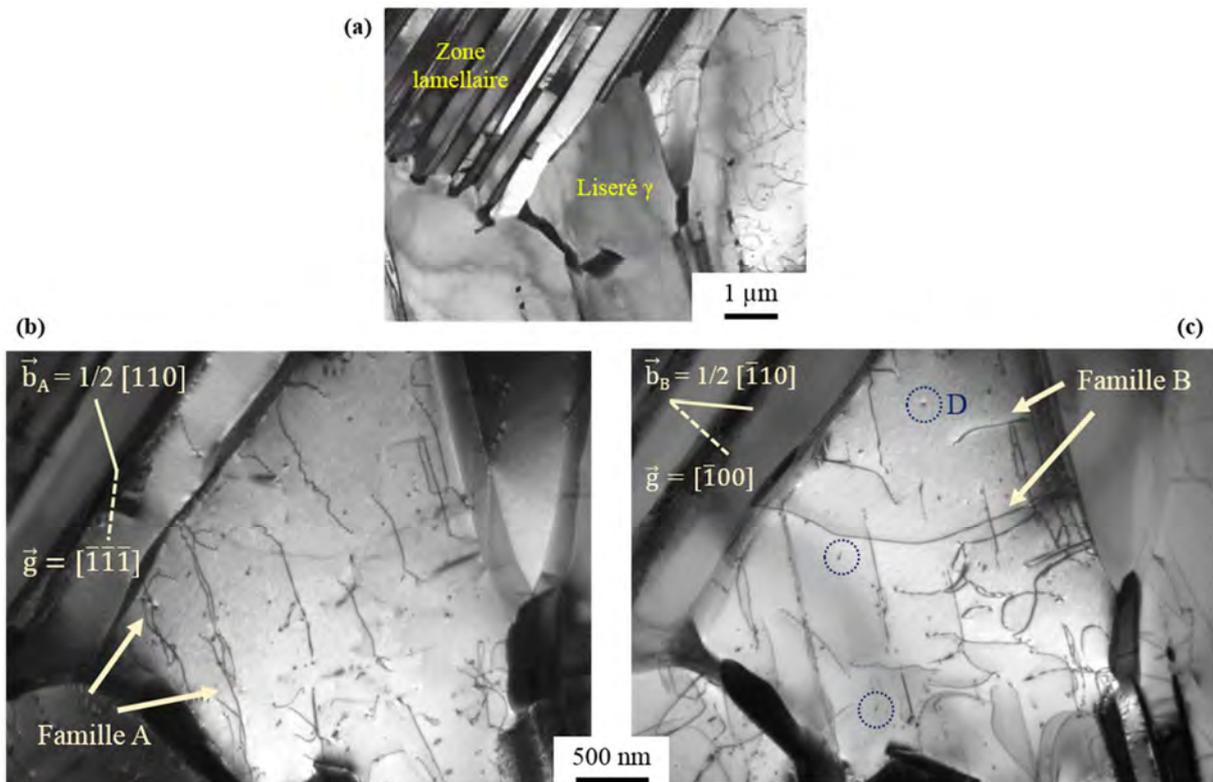


Figure V-7 : Liseré  $\gamma$  dans l'échantillon déformé à  $\Delta\epsilon_f/2 = 0.6\%$  ;  $T=800^\circ\text{C}$  ;  $N_f=15$  cycles. a) Vue générale de la zone étudiée. b) Liseré  $\gamma$  déformé par une famille de dislocations vis appelé Famille A et visible pour un  $\vec{g} = [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ . c) Deux familles A et B sont visibles pour  $\vec{g} = [\bar{1}00]$ . Les débris « D » sont entourés en bleu.  $\vec{b}_A$  et  $\vec{b}_B$  correspondent respectivement aux vecteurs de Burgers de la famille A et B.

On distingue aussi quelques points d'épinglages et des débris («D» entourés en bleu) issus des mouvements de dislocations durant la déformation.

La Figure V-8 montre un grain  $\gamma$  déformé essentiellement par des dislocations ayant l'aspect de segments courts rectilignes parallèles les uns aux autres. Un contraste oscillant peut être à l'origine de l'aspect en pointillés. La ligne de ces dislocations est parallèle à leur vecteur de Burgers  $\vec{b} = 1/2 [\bar{1}10]$ , il s'agit encore une fois de dislocations ordinaires vis. Le précipité  $\beta_0$  quant à lui ne semble pas interagir avec les dislocations (Figure V-8.b).

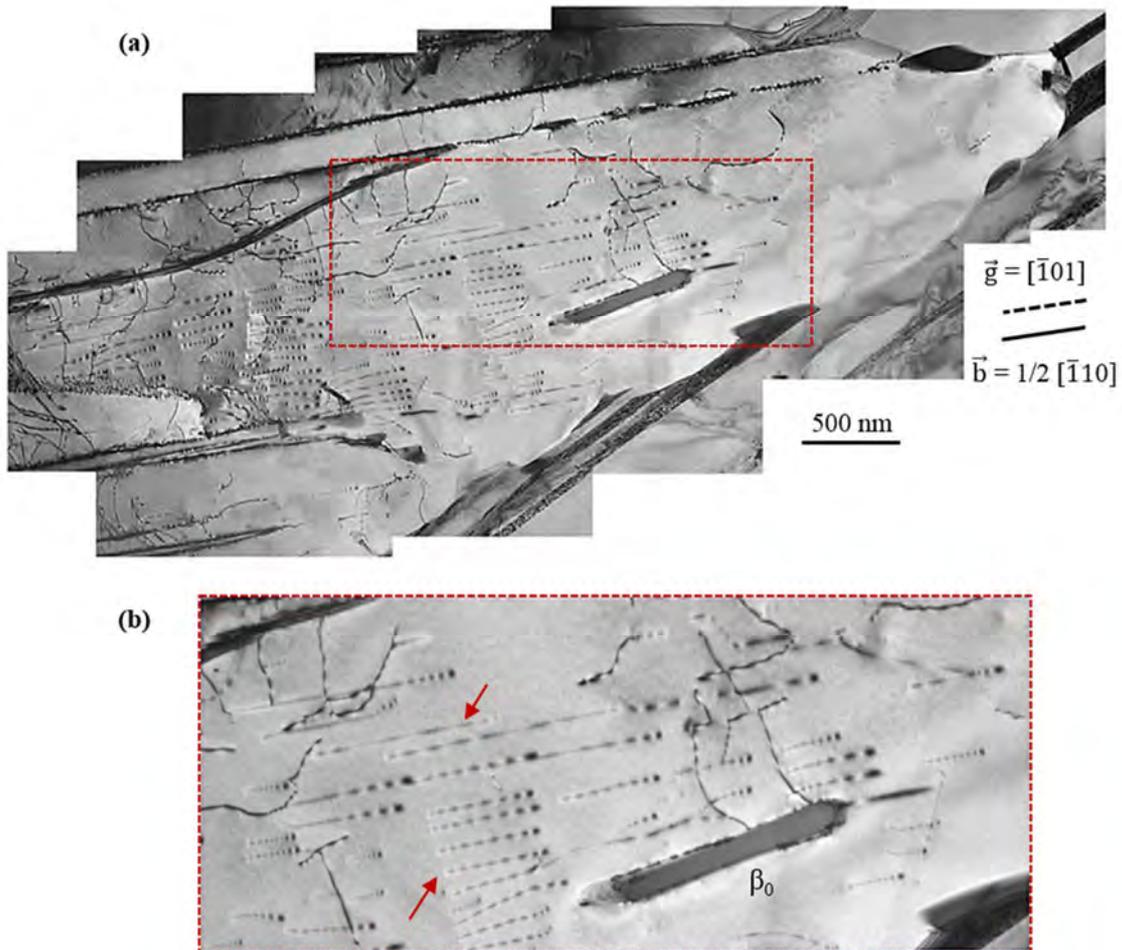


Figure V-8: Liseré  $\gamma$  dans l'échantillon déformé à  $\Delta\epsilon_t/2 = 0.6\%$  ;  $T=800^\circ\text{C}$  ;  $N_f = 15$  cycles. a) Grain déformé principalement par des dislocations ordinaires vis ; b) Agrandissement de la zone en pointillés rouges. Les dislocations vis sont indiquées par des flèches rouges.  $\beta_0$  correspond à un précipité.

La Figure V-9 montre un dernier exemple de ce type de déformation. Ici, les dislocations sont rectilignes et plus longues. Leur ligne est parallèle à leur vecteur de Burgers  $\vec{b} = 1/2 [\bar{1}10]$ , elles sont donc de caractère vis (indiquées par les flèches rouges). On note aussi la forte présence de petites boucles et de débris (entourés en bleu). La morphologie de ces dislocations frappe par leur aspect très rectiligne, et l'espacement important des points d'épingle estimés à 500 nm environ.

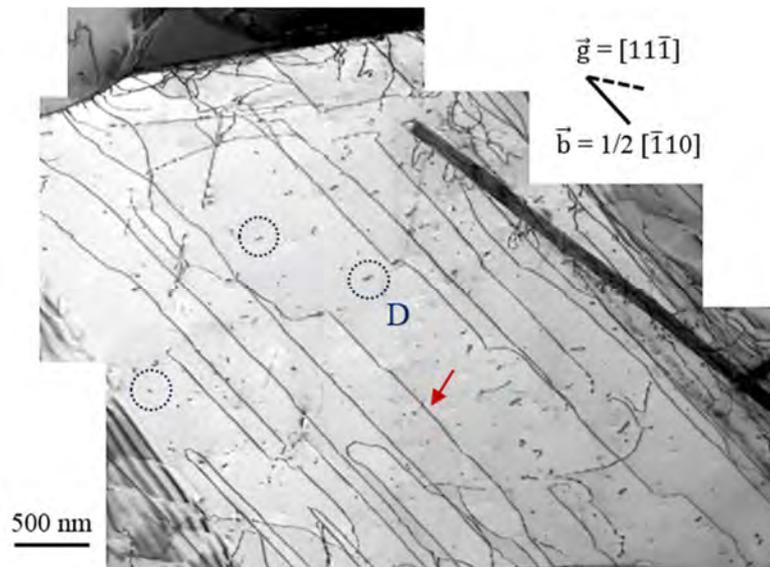


Figure V-9 : Liseré  $\gamma$  dans l'échantillon déformé à  $\Delta\epsilon_f/2 = 0.6\%$  ;  $T=800^\circ\text{C}$  ;  $N_f=15$  cycles. Les dislocations vis sont indiquées par les flèches rouges et les débris « D » sont entourés.

Le maclage est aussi un mécanisme de déformation fréquemment observé, comme montré sur la Figure V-10.

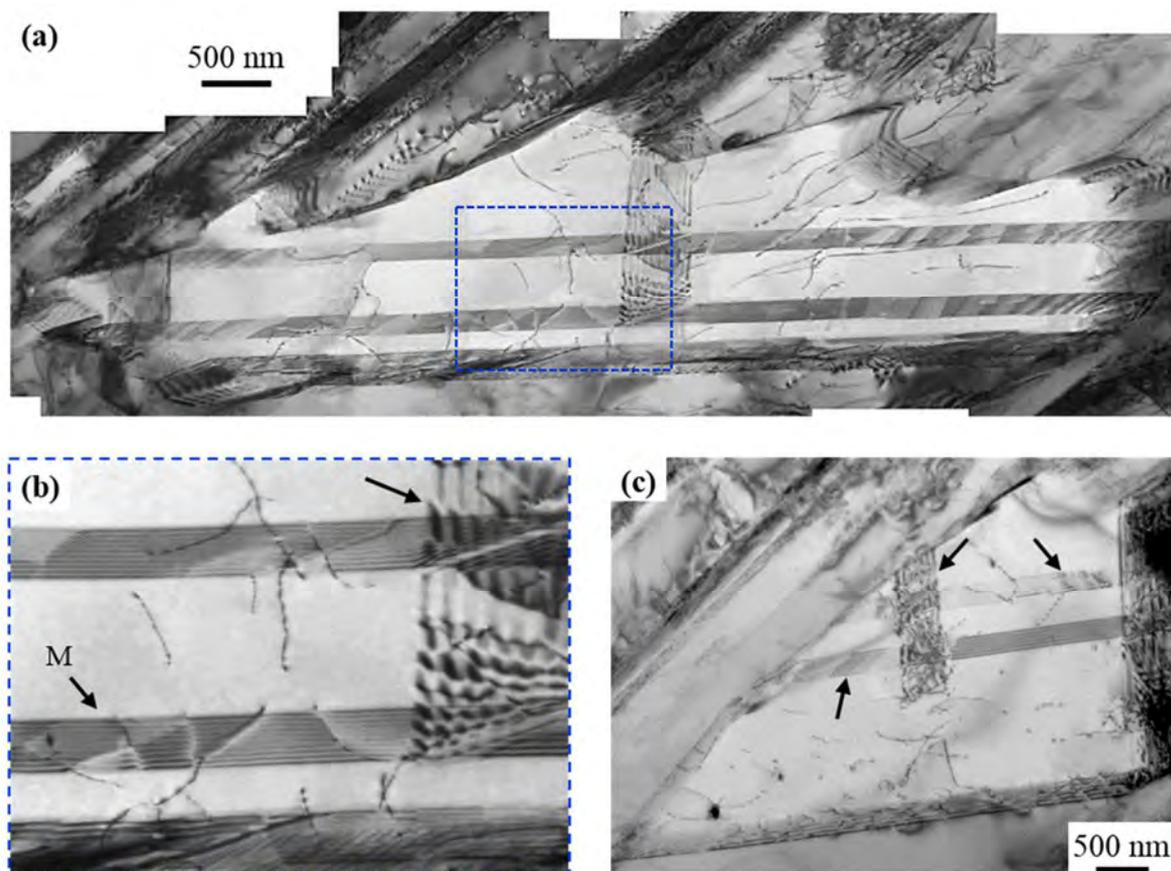


Figure V-10 : Liserés  $\gamma$  dans l'échantillon déformé à  $\Delta\epsilon_f/2 = 0.6\%$ ,  $T=800^\circ\text{C}$  ;  $N_f=15$  cycles. (a) Grain principalement déformé par des macles « M » ; (b) Agrandissement de la zone en pointillés bleus ; (c) Autre exemple de grain  $\gamma$  déformé par des macles. Ces dernières sont signalées par les flèches noires.

Rappelons que le maclage dans les alliages TiAl est engendré par des dislocations partielles dites de Shockley ayant un vecteur de Burgers  $\vec{b} = 1/6 \langle 112 \rangle$  et glissant dans des plans denses (111). Plus de

détails sont fournis au chapitre I. On remarquera que les deux grains ne sont pas très déformés : à part les quelques macles, le grain est parsemé de dislocations. On retrouve cette tendance dans l'ensemble de la microstructure de cet échantillon.

Il est possible de trouver des superdislocations dans les liserés  $\gamma$ . La Figure V-11 présente deux portions de boucles  $B_1$  et  $B_2$ : la 1<sup>ère</sup> est une dislocation ordinaire. Le vecteur de Burgers de la 2<sup>ème</sup> boucle ( $\vec{b}_2 = 1/2 [011]$ ) indique qu'il s'agit d'une superdislocation. Elles sont en plus peu nombreuses dans la microstructure. Elles ne participent donc pas de manière importante à la déformation, et nous n'avons pas poussé plus loin leur caractérisation. Leur présence est attribuée aux transformations de phase et évolutions subies par l'alliage durant le cycle SPS [2] et non à l'essai mécanique.

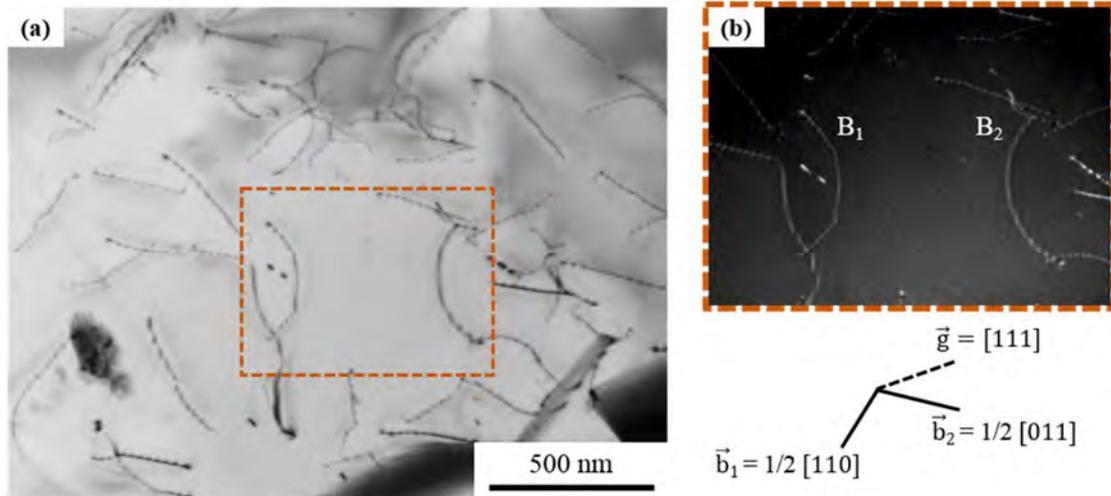


Figure V-11 : Liserés  $\gamma$  dans l'échantillon déformé à  $\Delta\epsilon_f/2 = 0.6\%$  ;  $T=800^\circ\text{C}$  ;  $N_f=15$  cycles. (a) Grains déformés par des dislocations ordinaires et superdislocations ; (b) Champ sombre de la zone contenant deux portions de boucles.  $\vec{b}_1$  et  $\vec{b}_2$  correspondent respectivement aux vecteurs de Burgers des portions de boucles  $B_1$  et  $B_2$ .

En résumé, les défauts les plus présents dans les liserés déformés dans les essais pilotés à 0,6% de déformation sont les dislocations ordinaires et, dans une moindre mesure, les macles. Les superdislocations sont quant à elles beaucoup moins observées. Nous allons maintenant déterminer le mécanisme du mode de déformation dominant.

## 2) Expérience d'inclinaison du porte-objet

Nous présentons ici quelques exemples de détermination de mécanismes par la méthode d'inclinaison du porte objet, décrite dans la section II.

Le premier exemple correspond au cas ayant servi à l'illustration de la méthode, il est illustré sur les Figure V-4 et Figure V-5. Rappelons que le mécanisme mis en évidence dans ce cas-là est le glissement dévié.

La Figure V-12 montre une portion de boucle qui est debout pour une inclinaison de  $-40^\circ$ , cela permet d'identifier directement le plan de la boucle. Le plan P contient le vecteur de Burgers mais diffère des deux plans de glissement conventionnels, cette portion de boucle se déplace donc aussi par glissement dévié.

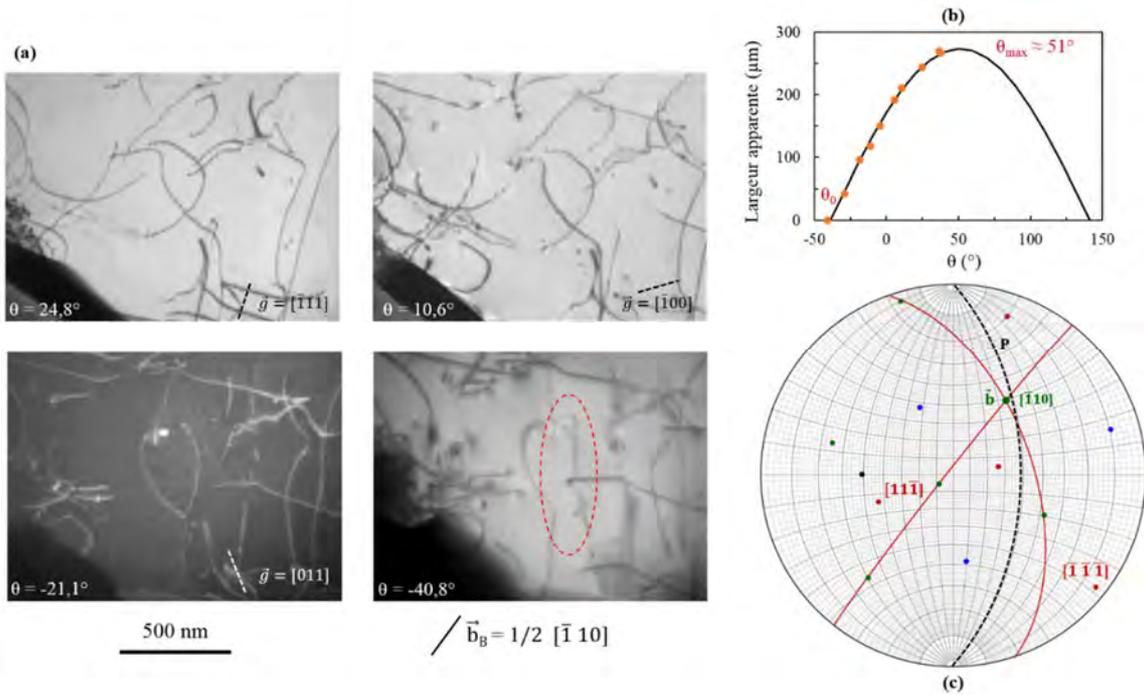


Figure V-12 : Expérience d’inclinaison sur une portion de boucle de l’échantillon déformé à  $\Delta\epsilon/2 = 0.6\%$  ;  $T=800^\circ\text{C}$ . (a) Portion de boucle à différentes inclinaisons ; (b) Variation de la largeur apparente en fonction l’angle d’inclinaison  $\theta$  ; (c) Projection stéréographique du grain avec  $\vec{b}$  vecteur de Burgers de la portion de boucle et P le plan de la portion de boucle.

Un dernier exemple concernant une portion de boucle est donné sur la figure ci-dessous. Dans ce cas, la boucle est vue debout pour un angle de  $30^\circ$  environ et à plat pour un angle de  $-55^\circ$ , ce qui donne le plan en pointillés noirs sur la projection stéréographique ci-dessous, qui se révèle être très proche du plan  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ . Nous considérons donc que le mécanisme impliqué ici est le glissement.

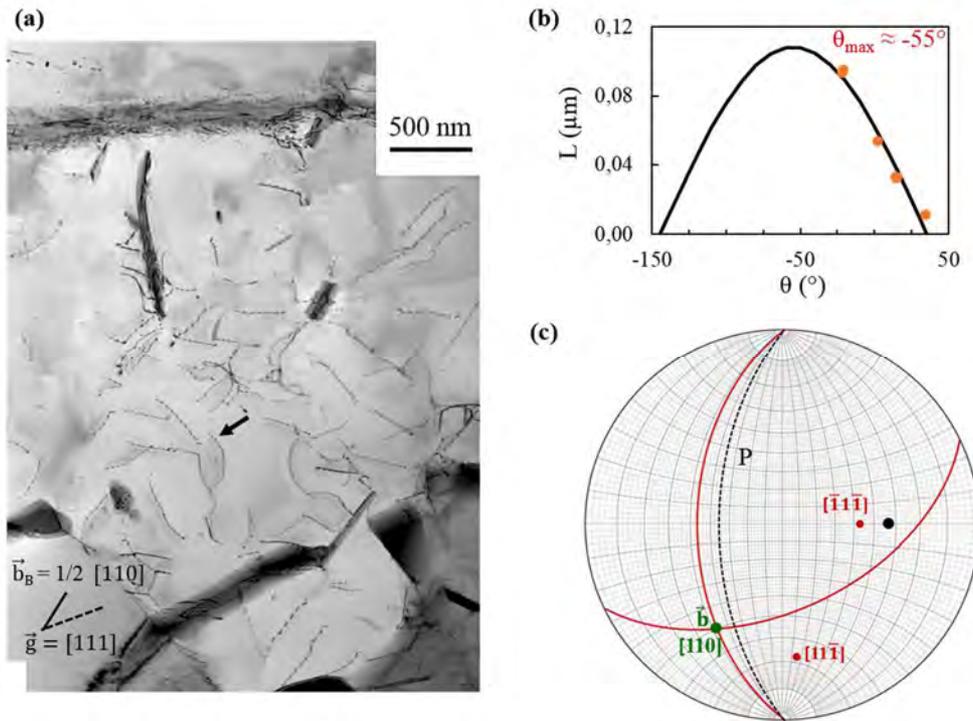


Figure V-13 : Expérience d’inclinaison sur la portion de boucle indiquée par la flèche noire. (b) Variation de la largeur apparente « L » en fonction de l’angle d’inclinaison  $\theta$  ; (c) Projection stéréographique avec  $\vec{b}$  vecteur de Burgers de la portion de boucle et P le plan de la portion de boucle.

En conclusion, trois expériences d'inclinaison dans les liserés  $\gamma$  ont été présentées. Les résultats ont montré l'activation de glissement dévié pour deux dislocations, et de glissement pur pour la 3<sup>ème</sup>.

### III.1.2. Déformation dans les zones lamellaires

La Figure IV-14 montre la sous-structure de déformation au sein d'une lamelle  $\gamma$ . Au vu de la densité de dislocations, la microstructure n'est pas très déformée. Concernant les types de dislocations, on relève la présence des deux familles de dislocations ordinaires (Figure V-14.a et b) sous forme de segments rectilignes courts.

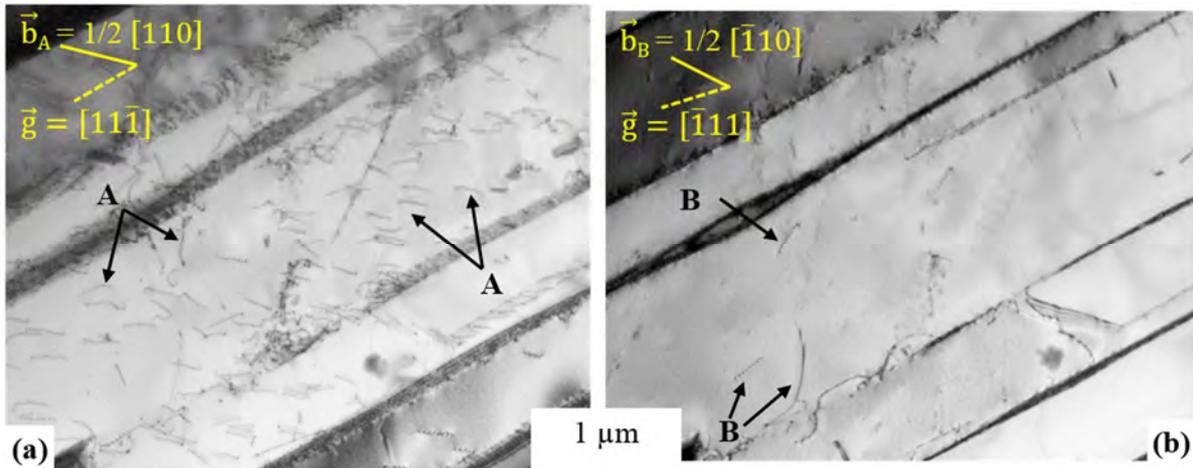


Figure V-14 : Lamelle  $\gamma$  d'une zone lamellaire dans l'échantillon déformé à  $\Delta\epsilon_i/2 = 0.6\%$  ;  $T=800^\circ\text{C}$  sous différentes orientations. a) Famille A de dislocations ordinaires et superdislocations visibles ; b) Famille B de dislocations ordinaires ;

La Figure V-15 montre d'autres exemples de zones lamellaires : certaines sont presque dénuées de dislocations (Figure V-15.d), d'autres contiennent quelques macles (Figure V-15c), et enfin certaines d'entre elles sont peuplées de boucles et de dislocations longues courbées, comme dans le cas des liserés (Figure V-15 a et b). Mais dans l'ensemble, les zones lamellaires de cet état contiennent assez peu de macles.

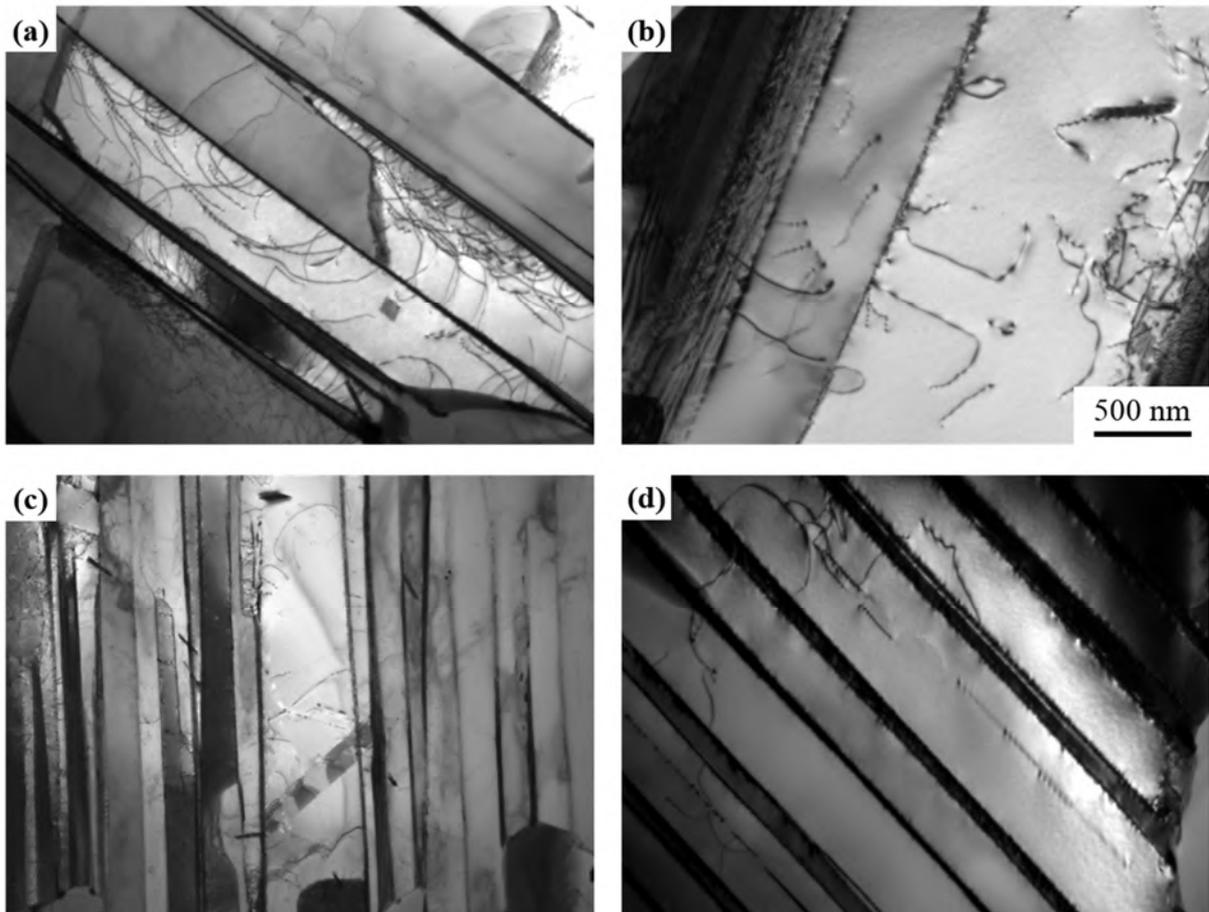


Figure V-15 : Zones lamellaires dans l'échantillon déformé à  $\Delta\epsilon_t/2 = 0.6\%$ ,  $T=800^\circ\text{C}$ . Présence de : (a) dislocations longues courbées ; (b) Boucles ; (c) d'une maclé. (d) Zones lamellaires presque pas déformées.

### III.2. Eprouvette $\Delta\epsilon_t/2 = 0.3\%$

Nous allons faire la même étude sur l'échantillon piloté à  $\Delta\epsilon_t/2 = 0.3\%$  de déformation et dont la durée de vie est bien plus longue (5276 cycles).

#### III.2.1. Déformation dans les liserés $\gamma$

##### 1) Mode de déformation et caractère des dislocations

La Figure V-16 représente un liseré  $\gamma$  déformé par des dislocations organisées de manière aléatoire, des débris, des boucles et quelques macles. Ce paysage est beaucoup plus déformé que les liserés de l'éprouvette précédente ( $\Delta\epsilon_t/2 = 0.6\%$ ). Globalement nous avons remarqué que la différence majeure entre les deux microstructures est la densité de dislocation, elle est bien plus élevée dans l'échantillon déformé à 0.3% qu'à 0.6%.

Même si l'éprouvette testée à 0.6% a une amplitude de contrainte plus élevée, sa densité de dislocation est nettement plus faible que l'éprouvette déformée à 0.3%, la durée de vie est donc un paramètre qui influe sur la densité de dislocations.



Figure V-16 : Liseré  $\gamma$  de l'échantillon testé à  $\Delta\epsilon_t/2 = 0.3\%$  ;  $T=800^\circ\text{C}$  ;  $N_f=5276$  cycles. B : Boucles ; D : débris ; M : Macles.

Intéressons-nous à présent aux types de dislocations présents dans les liserés  $\gamma$  de cet échantillon. La Figure V-17 représente un liseré déformé essentiellement par deux familles d'ordinaires, qu'on nommera A et B et une macle.

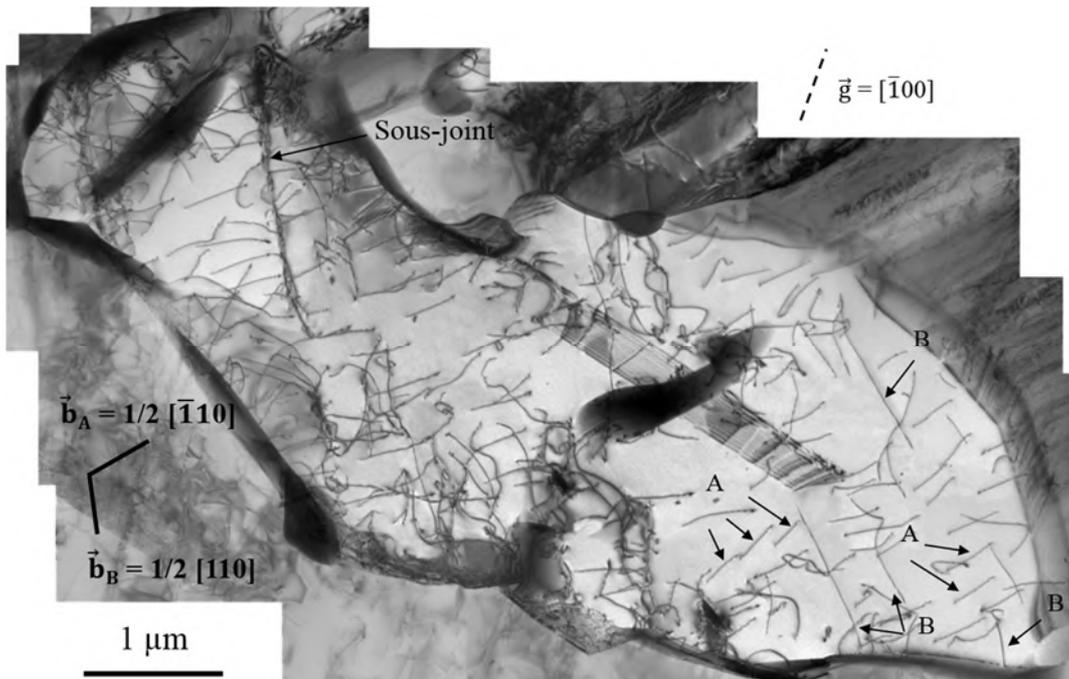


Figure V-17 : Liseré  $\gamma$  de l'échantillon déformé à  $\Delta\epsilon_t/2 = 0.3\%$  ;  $T=800^\circ\text{C}$  ;  $N_f=5276$  cycles. Grain déformé principalement par deux familles de dislocations ordinaires A et B avec  $\vec{b}_A$  et  $\vec{b}_B$  leurs vecteurs de Burgers.

Certaines dislocations ordinaires sont organisées sous forme de segments rectilignes allongés selon leur vecteur de Burgers et d'autre sous forme de courbes enchevêtrées. Un début de sous-joint semble aussi

s'être formé, mais ce type de défaut est peu fréquent. D'après les précédents travaux [2], la macle contourne le précipité  $\beta_0$  et ne le traverse pas, cela est dû au faible diamètre des précipités.

Un autre exemple est montré sur la Figure V-18. Deux familles d'ordinaires sont présentes : la famille A composée de dislocations vis et la famille B dont les dislocations sont organisées de manière aléatoire.

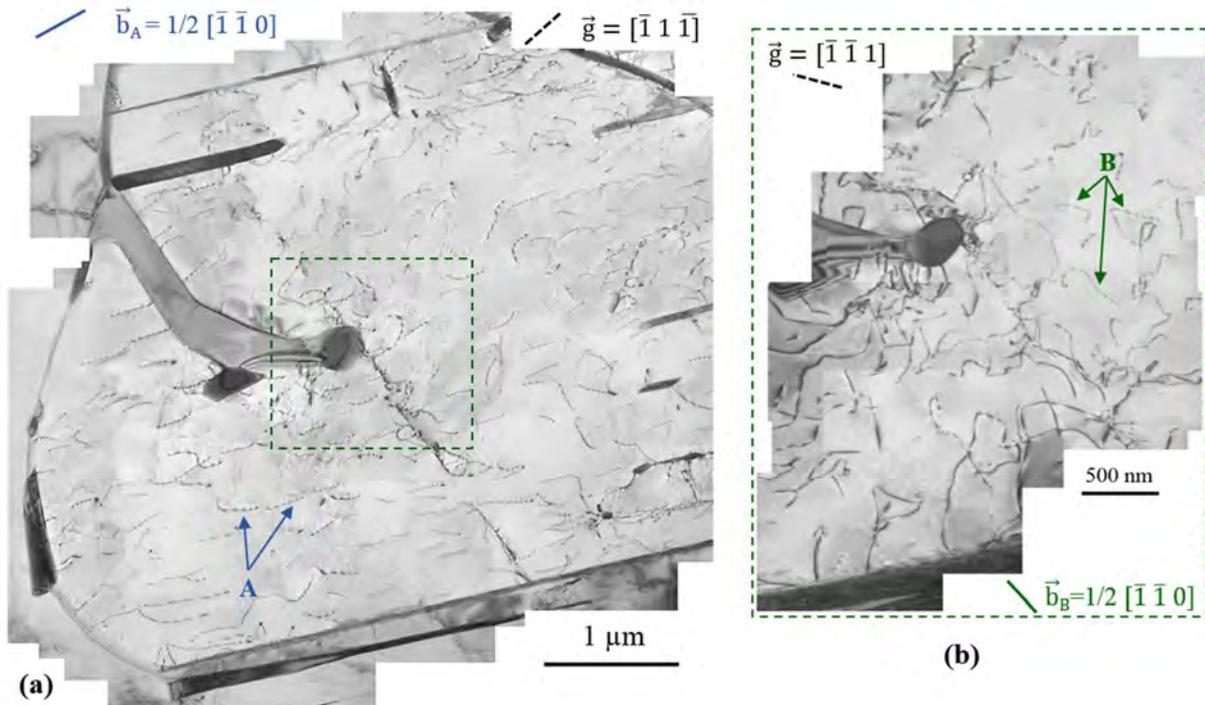


Figure V-18 : Liseré  $\gamma$  de l'échantillon déformé à  $\Delta\epsilon_i/2 = 0.3\%$  ;  $T=800^\circ\text{C}$  ;  $N_f=5276$  cycles. Grain déformé essentiellement par deux familles de dislocations ordinaires A et B ayant respectivement comme vecteur de Burgers  $\vec{b}_A$  et  $\vec{b}_B$ .

Le maclage est également un mécanisme important de déformation pour ce mode de sollicitation. Un exemple est donné sur la Figure V-19.

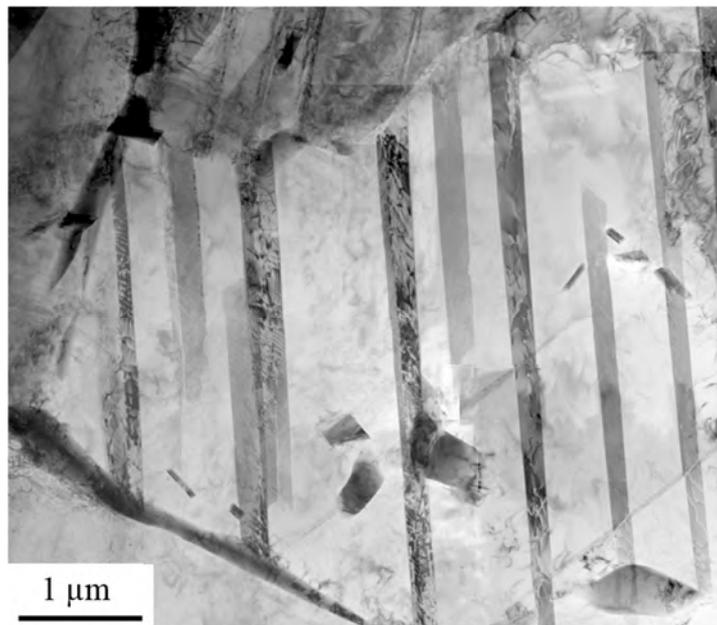


Figure V-19 : Liseré  $\gamma$  de l'échantillon déformé à  $\Delta\epsilon_i/2 = 0.3\%$  ;  $T=800^\circ\text{C}$  ;  $N_f=5276$  cycles. Grain déformé par des macles.

Ces observations montrent que, comme pour l'état sollicité par une plus grande amplitude de déformation (0,6%), nous retrouvons les mêmes types de dislocations (vis rectilignes ou boucles), ainsi que des macles. Cependant, la densité globale de dislocations et macles est sensiblement plus élevée que dans l'état sollicité sous 0,6% de déformation.

## 2) Expériences d'inclinaison du porte objet

Comme précédemment, des expériences d'inclinaison du porte objet ont été effectuées, afin de connaître le mécanisme de déplacement des dislocations.

Une 1<sup>ère</sup> portion de boucle d'un liseré  $\gamma$  a été caractérisée sur la Figure V-20. L'écart entre le plan P de la portion de boucle, tracé en pointillés noirs sur la projection stéréographique (Figure V-20.d), et son vecteur de Burgers étant inférieur à l'incertitude expérimentale, nous considérons qu'il s'agit d'une boucle de glissement. Cependant le plan n'est pas confondu avec les plans de glissement classiques de type  $\langle 111 \rangle$  (tracés en rouge), le mécanisme activé ici est le glissement dévié.

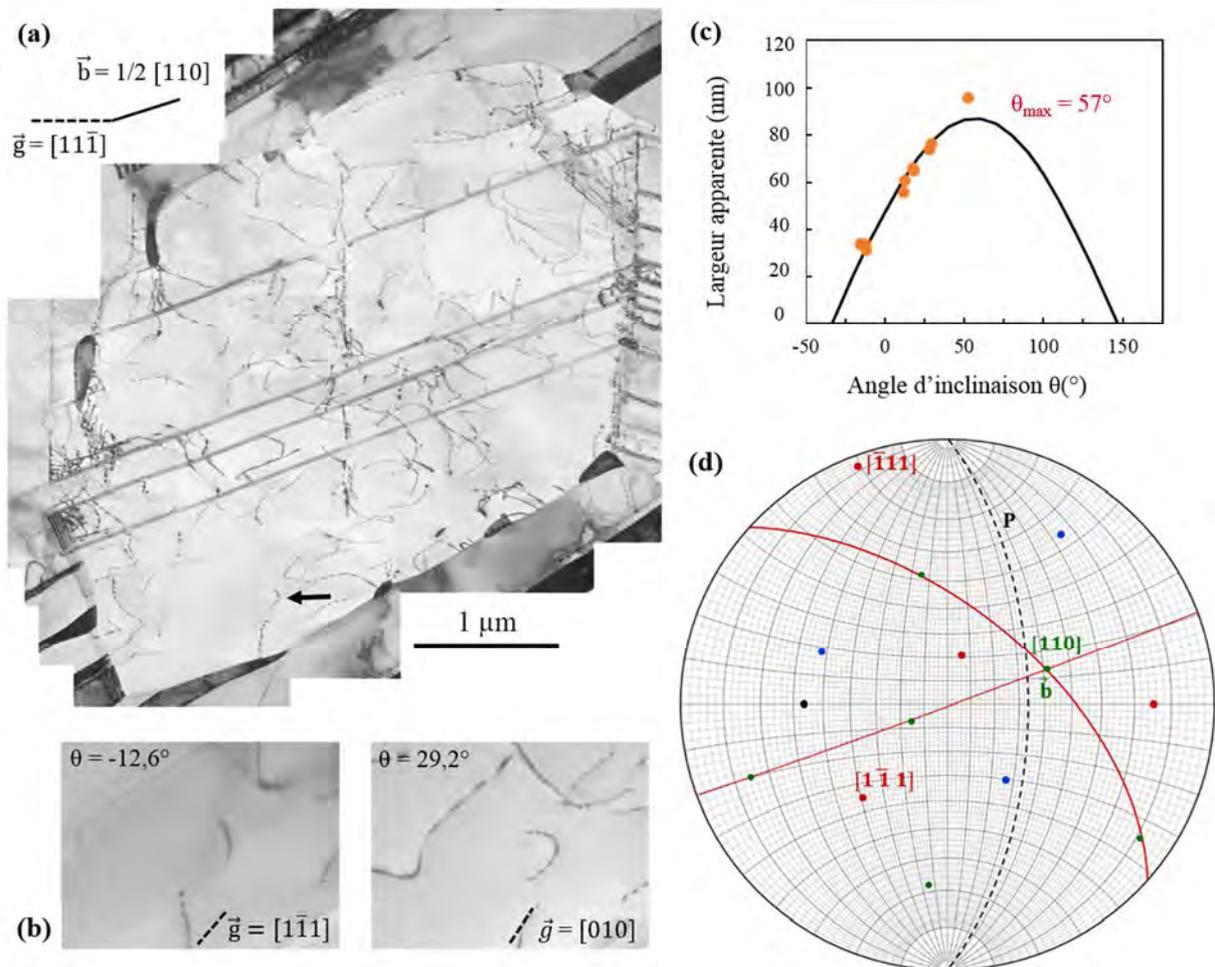


Figure V-20 : Expérience d'inclinaison dans un liseré  $\gamma$  de l'échantillon déformé à  $\Delta\epsilon/2 = 0.3\%$  ;  $T=800^\circ\text{C}$  ;  $N_f=5276$  cycles. (a) Portion de boucle indiquée par une flèche noire ; (b) Inclinaison de la portion de boucles à différentes inclinaisons ; (c) Variation de la largeur apparente (L) en fonction de l'angle d'inclinaison  $\theta$  ; (d) Projection stéréographique avec  $\vec{b}$  vecteur de Burgers et P plan de la portion de boucle.

Un travail identique a été mené sur une autre boucle (Figure V-21). Puisqu'il s'agit d'une boucle entière, nous avons mesuré deux largeurs apparentes (segments rouges) selon des directions perpendiculaires, en suivant la méthodologie présentée §II.2. Les deux angles  $\theta_{\text{max}}$  ainsi déterminés permettent de reporter les traces du plan de la boucle avec le plan d'observation pour les inclinaisons considérées (points rouge et bleu). Le plan de la boucle est alors le méridien passant par ces deux points. Ceci montre que le

vecteur de Burgers n'appartient pas à ce plan, il ne s'agit donc pas d'une boucle de glissement, mais d'une boucle prismatique. Pour ce type de boucle, deux mécanismes sont possibles, la montée et le glissement dévié. La détermination de la plus probable de ces deux possibilités sera discutée plus loin. Notons enfin que ce type de boucles prismatiques, de faible diamètre ( $\approx 100$  nm), est observé très fréquemment.

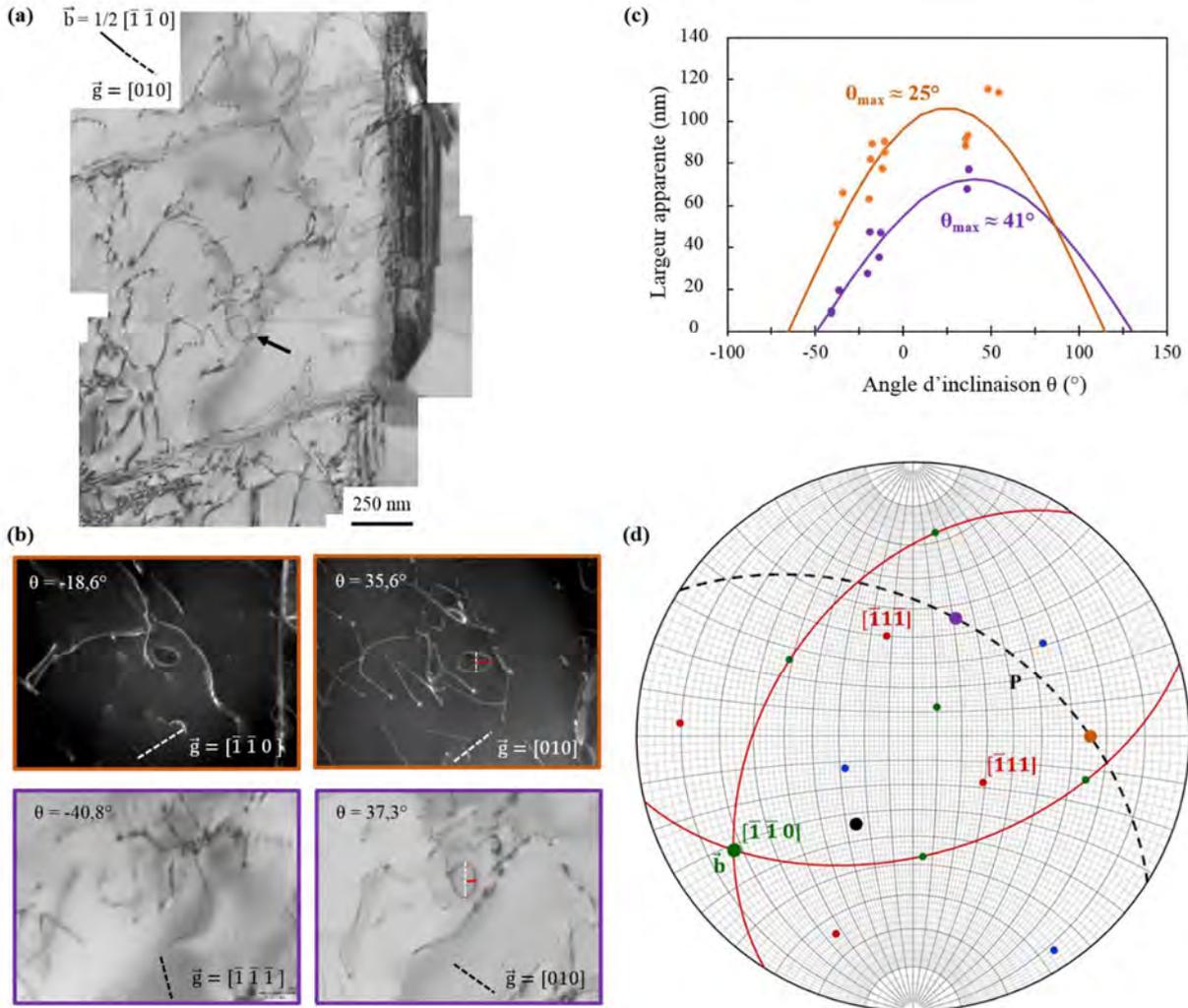


Figure V-21 : Expérience d'inclinaison dans un liseré  $\gamma$  de l'échantillon déformé à  $\Delta\epsilon_f/2 = 0.3\%$  ;  $T=800^\circ\text{C}$  ;  $N_f=5276$  cycles. (a) Boucle étudiée indiquée par une flèche noire ; (b) Inclinaison de la portion de boucles à différentes inclinaisons ; (c) Variation de la largeur apparente ( $L$ ) en fonction de l'angle d'inclinaison  $\theta$  ; (d) Projection stéréographique avec  $\vec{b}$  vecteur de Burgers et P plan de la portion de boucle.

En conclusion, deux expériences d'inclinaison ont été menées dans les liserés  $\gamma$  de l'échantillon déformé à 0.3%. Le glissement dévié a été mis en évidence pour une portion de boucle. Par ailleurs, de nombreuses boucles prismatiques telles que celle montrée Figure V-21 ont été observées.

### III.2.2. Déformation dans les zones lamellaires

Dans les zones lamellaires, nous retrouvons les mêmes types de dislocations que dans les liserés. Par rapport à l'état fatigué sous plus forte déformation ( $\Delta\varepsilon_f/2 = 0,6\%$ ), la densité de dislocations, de débris, de boucles (Figure V-22) et de macles (Figure V-23) est nettement plus élevée. Concernant les macles, elles traversent les zones lamellaires sur de grandes distances, en étant légèrement déviées à chaque franchissement d'interface  $\alpha_2/\gamma$ . Cette transmission de la déformation dans les zones lamellaires a été décrite en détail par Gibson et.al [113].

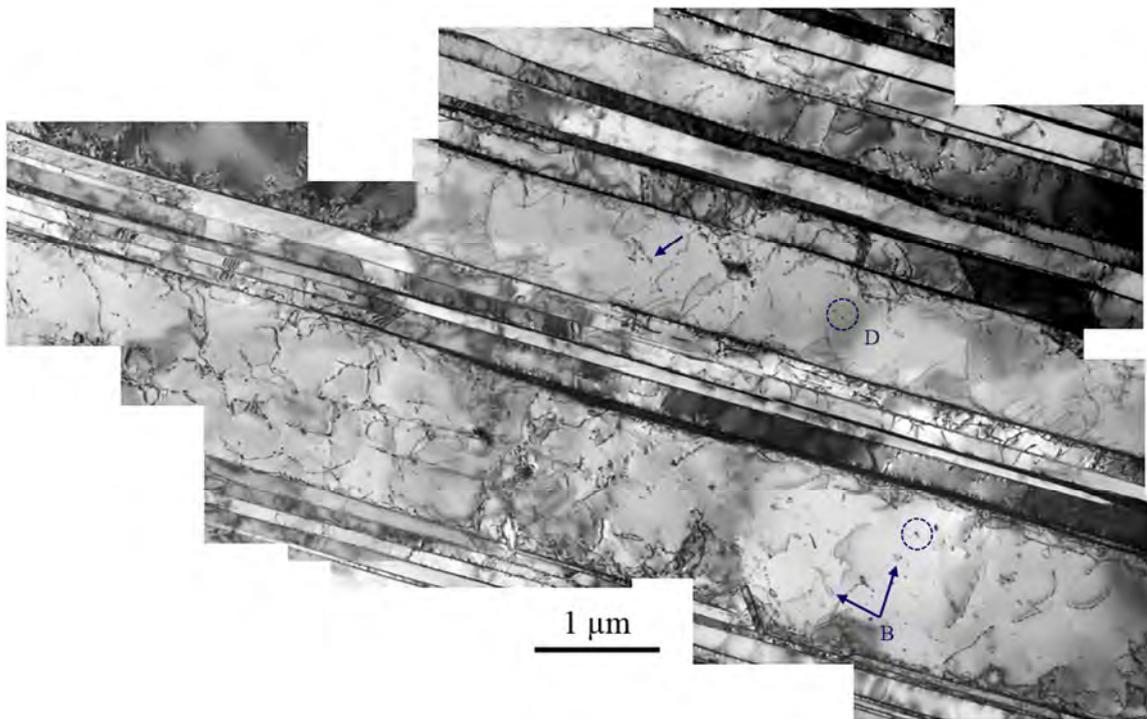


Figure V-22 : Zones lamellaires de l'échantillon déformé à  $\Delta\varepsilon_f/2 = 0,3\%$ ,  $T=800^\circ\text{C}$  ;  $N_f = 5276$  cycles. Les flèches indiquent l'emplacement des boucles « B » et les débris D sont entourés en bleu.

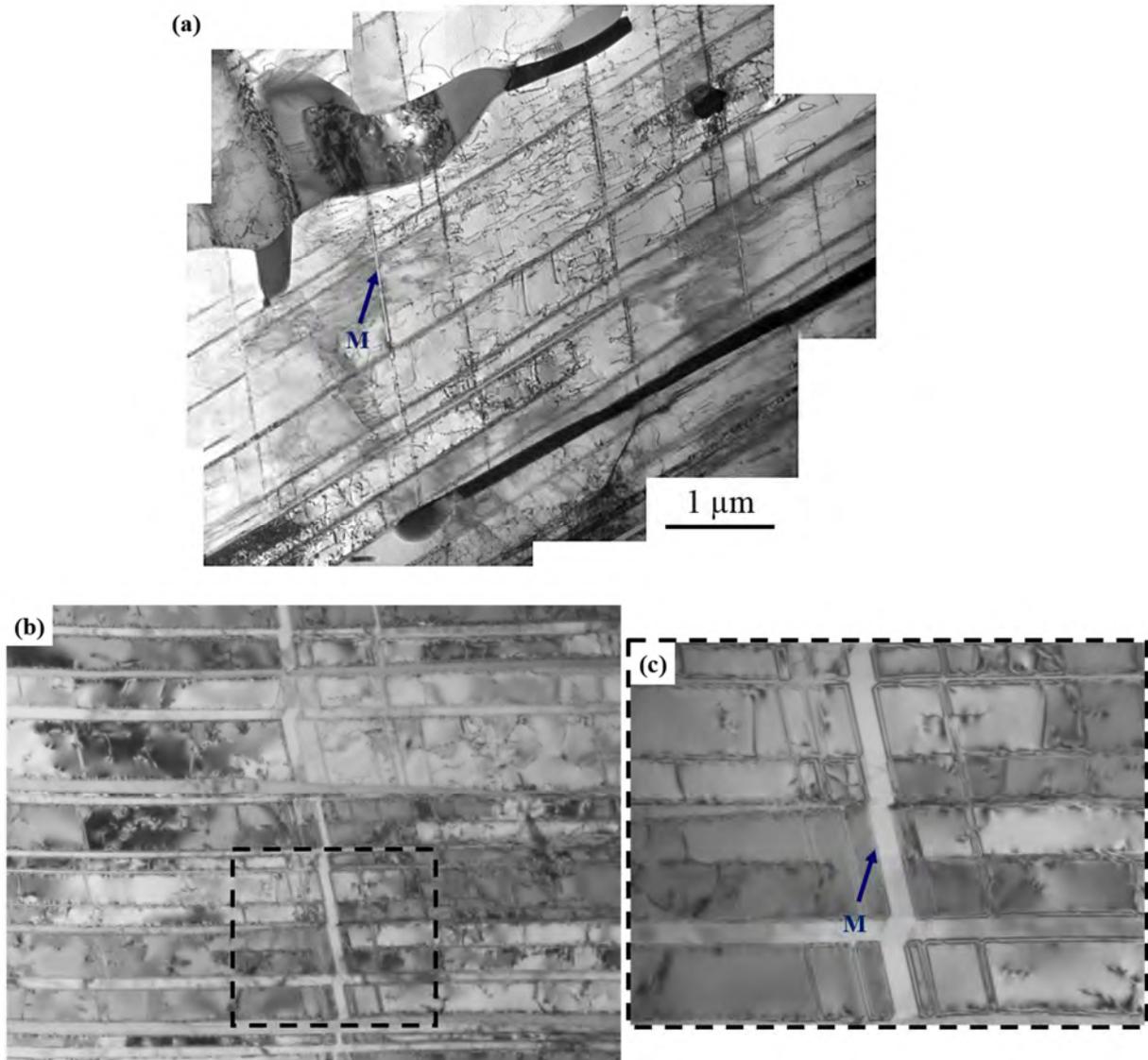


Figure V-23 : Zone lamellaires déformées par (a) des ordinares et des macles ; (b) des macles ; (c) Agrandissement de la zone entourée en noir.

### III.3. Synthèse et discussion

Après avoir analysé les microstructures des éprouvettes déformées par fatigue oligocyclique à 800°C, les principales conclusions sont les suivantes :

- la fatigue engendre la formation de dislocations typiques des alliages TiAl. Les dislocations sont réparties de manière aléatoire dans la microstructure, sans formation de sous-structures de fatigue typiques, telle que des structures veines ou nattes ou encore des murs de dislocations. Nous avons résumé les études traitant de ce type de dislocations dans le chapitre bibliographique (Chapitre I §III.1). La déformation au sein d'IRIS est similaire à celle observée dans les éprouvettes fluées [2] ;
- la variation de l'amplitude de déformation totale se traduit par une différence de densité de dislocations. La densité totale de dislocations semble être plus forte pour l'amplitude de déformation la plus faible, ce qui semble paradoxal. En revanche, la densité de dislocations semble augmenter avec le nombre de cycles à la rupture, ce qui paraît plus logique ;
- le glissement des dislocations ordinaires est le principal mécanisme de déformation. .

Nous allons détailler ces deux derniers points dans ce qui suit.

### III.3.1. Densité de dislocations en fonction de l'amplitude de déformation

La différence entre les deux éprouvettes analysées est la densité de dislocations : les dislocations s'organisent de la même manière dans les deux cas mais leur quantité est bien plus élevée dans l'éprouvette soumise à une sollicitation de 0.3% que 0.6%. Afin de quantifier le niveau de déformation total après rupture pour ces deux sollicitations, nous avons fait appel à la notion de déformation plastique cumulée qu'on notera  $\varepsilon_{pc}$ . Cette grandeur correspond à la somme des déformations plastiques  $\varepsilon_p$  engendrées à chaque cycle, comme schématisé ci-dessous :

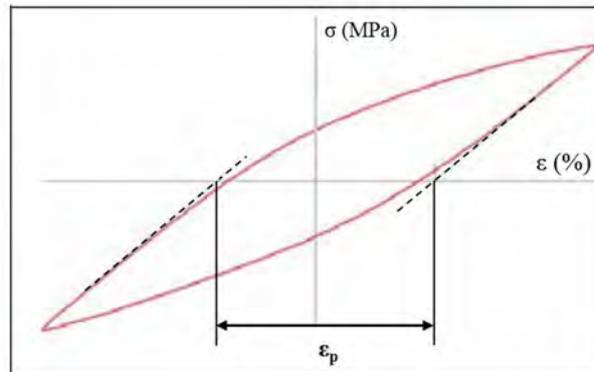


Figure V-24 : Représentation schématique de la déformation plastique à un cycle d'un cycle d'hystérésis, et méthode de détermination de  $\varepsilon_p$ .

Pour estimer la déformation plastique cumulée, nous avons mesuré la déformation plastique  $\varepsilon_p$  à un cycle, qu'on a multiplié par le nombre de cycle à rupture  $N_f$ . Ce travail a été effectué sur les deux éprouvettes déformées à 0.3 et 0.6% pour lesquelles les boucles d'hystérésis sont disponibles. En toute rigueur ce calcul devrait être effectué sur les boucles d'hystérésis des échantillons analysés au MET. Cependant, un problème expérimental ne nous a pas permis d'enregistrer les boucles d'hystérésis de l'éprouvette soumise à 0.3% et ayant rompu au bout de 5276 cycles. Nous nous sommes donc servis des boucles d'hystérésis de l'autre essai, soumis également à 0.3%, et ayant rompu au bout de 3071 cycles, pour nous donner un ordre de grandeur raisonnable. Le tableau ci-dessous récapitule les résultats pour les essais à 0.3% et 0.6% de déformation imposée :

$\Delta\varepsilon_t/2(\%)$	$\sigma_a$ (MPa)	$N_f$ (cycles)	$\varepsilon_{pc}$ (%)
0,3	310 MPa	3071	491
0,6	435 MPa	15	9

Tableau V-1 : Déformation plastique cumulée calculée pour les éprouvettes déformées à  $\Delta\varepsilon_t/2 = 0.3\%$  et  $0.6\%$ .

On constate ainsi que la densité de dislocation la plus grande correspond à l'état qui présente la plus forte plasticité cumulée, soit 491%. Cette analyse suggère que la densité de dislocations est reliée à la déformation plastique cumulée et pas simplement à l'amplitude de contrainte ou à la durée de vie.

On peut alors se demander à quoi correspond la notion de déformation plastique cumulée à l'échelle de la microstructure. On peut considérer par exemple que la déformation plastique cumulée prend en compte toutes les trajectoires parcourues par les dislocations ayant eu lieu pendant l'essai de fatigue, ce qui comprend les déplacements à la fois réversibles et irréversibles. Une déformation plastique cumulée de 491% n'est ainsi possible, en l'absence de phénomènes de restauration ou de recristallisation dynamique, que si la plupart des déplacements de dislocations sont réversibles lors des phases de traction et de compression de l'essai de fatigue. En d'autres termes, il faut que les dislocations fassent des allers retours parfaitement réversibles sans rencontrer d'obstacles, ou sans que certains de leurs segments

changent de plan de glissement par glissement dévié. Dans le cas contraire, le matériau ne pourrait jamais atteindre de tels niveaux de déformation, la rupture intervenant bien avant.

Notons que, dans le cas des macles, le mouvement des dislocations partielles sera parfaitement réversible, car ces dislocations ne peuvent sortir de leur plan de glissement. Ainsi, après formation de macles dans les premiers cycles de fatigue, une grande partie de la déformation réversible pourrait être accommodée par le maillage. De tels phénomènes ont été par exemple observés dans du Mg déformé en fatigue à  $R=-1$ , où des macles formées en compression disparaissaient quand le chargement change de direction [114]. Notons que ce phénomène de mouvement réversible des macles est à distinguer de l'asymétrie en traction et en compression, qui est une conséquence de la nucléation des macles (favorable dans une direction de chargement et défavorable dans l'autre), et non de leur mouvement. Une asymétrie en traction-compression est en effet observée dans TiAl [115], phénomène général aux métaux de structure CFC. Le maillage pourrait donc jouer un rôle déterminant dans la tenue en fatigue à haute température du TiAl. Cette hypothèse reste néanmoins à confirmer.

### III.3.2. Mécanismes de déplacement des dislocations ordinaires

L'analyse des dislocations dans les deux éprouvettes a montré que les dislocations ordinaires sont principalement à l'origine de la déformation par fatigue oligocyclique à 800°C. L'étude des boucles et portions de boucles complète cette information :

- dans les deux éprouvettes, toutes les boucles observées sont des dislocations ordinaires ;
- toutes les boucles analysées dans l'éprouvette déformée à 0.6% sont des boucles de glissement et glissement dévié, alors que les observations dans l'éprouvette déformée à 0.3% ont montré la présence d'une boucle de glissement et d'une boucle prismatique.

Les boucles de glissement sont issues de mécanismes de Franck-Read, comme observé classiquement dans de nombreux métaux. Dans le cas de TiAl, les segments coins sont beaucoup plus mobiles que les segments vis, ce qui conduit ces boucles à présenter des morphologies d'ellipses très allongées dans la direction vis. On observe donc souvent des segments rectilignes orientés dans la direction vis, qui correspondent à l'intersection de ces boucles elliptiques allongées avec la lame mince.

Les boucles prismatiques et les débris sont quant à eux issus du glissement dévié de dislocations. Ils peuvent ainsi se former de la manière suivante :

- une dislocation longue courbée glisse dans un plan ( $P_1$ ) à une vitesse  $v_1$ . Suite à un double glissement dévié, elle continue de glisser dans un nouveau plan ( $P'_1$ ) parallèle à ( $P_1$ ) (Figure V-25.a) ;
- le glissement de deux brins de la dislocation dans deux plans différents mais parallèles, engendre la formation d'un dipôle et plus précisément d'un jog (Figure V-25.b) ;
- la fermeture du dipôle par un second glissement dévié forme une boucle dont le vecteur de Burgers est le même que celui de la dislocation mère. Ainsi, tous les brins du jog sont perpendiculaires au vecteur de Burgers et sont donc de caractère coin. En d'autres termes, le plan de la boucle est perpendiculaire au vecteur de Burgers, ce qui signifie que la boucle formée est prismatique (Figure V-25.c). En pratique, néanmoins, le plan dans lequel se forme le dipôle, et donc le plan de la boucle, peuvent ne pas être perpendiculaire au vecteur de Burgers ;

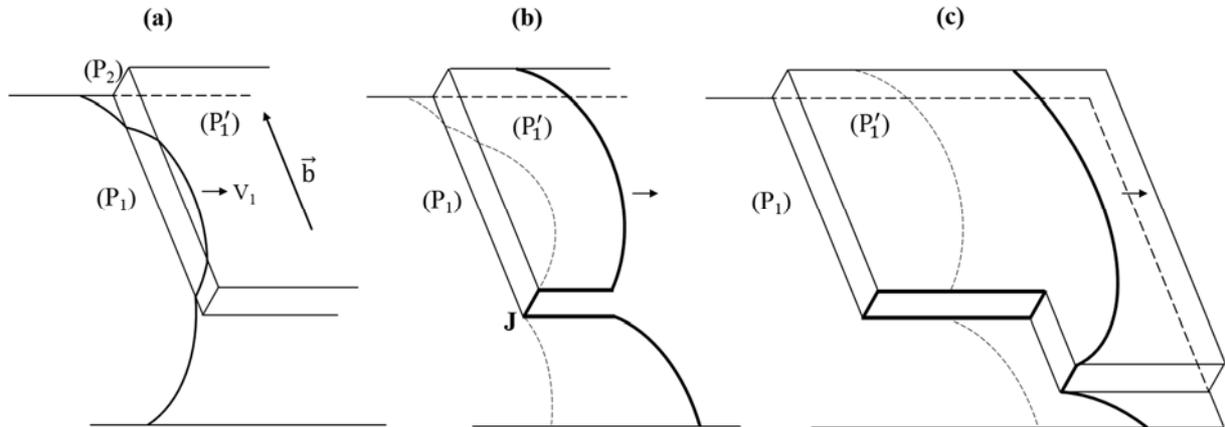


Figure V-25 : Représentation schématique de la formation d'une boucle prismatique par glissement dévié. (a) Glissement d'une dislocation dans les plans  $(P_1)$ ,  $(P_2)$  et  $(P'_1)$  avec  $\vec{b}$  son vecteur de Burgers ; (b) Formation d'un jog «J» et glissement de la dislocation dans les plans  $(P_1)$  et  $(P'_1)$  ; (c) Fermeture du jog et formation d'une boucle prismatique. [34]

Soulignons que ce genre de scénario n'est possible que sous certaines conditions concernant les vitesses de la dislocation dans les plans  $(P_1)$ ,  $(P_2)$  et  $(P'_1)$ . Le glissement dévié de dislocations vis peut aussi entraîner la formation de boucles prismatiques mais différemment que décrit précédemment, comme indiqué par le schéma ci-dessous. Plus de précisions sont apportées par Caillard et.al [34].

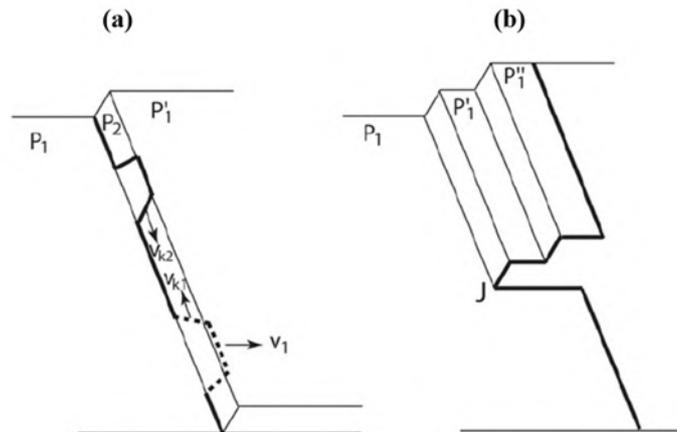


Figure V-26 : Représentation schématique de la formation d'une boucle prismatique par glissement dévié. (a) Glissement de dislocations vis ayant formé une paire de kinks reposant dans les plans  $(P_1)$  et  $(P_2)$ ; (b) Formation d'un jog suite à de multiples glissements déviés [34].

Les boucles prismatiques sont générées par glissement dévié des dislocations ordinaires et à haute température, ce qui est cohérent avec nos résultats d'expériences d'inclinaison. De plus, les boucles prismatiques, ont tendance à s'annihiler par montée. Gloanec et.al [103] ont effectué des expériences in-situ à 780°C sur un TiAl ayant été préalablement déformé par fatigue oligocyclique à 750°C. Il s'est avéré que la microstructure contenait des boucles prismatiques et qu'il fallait 25 minutes environ pour la disparition d'une boucle prismatique par montée (Figure V-27).

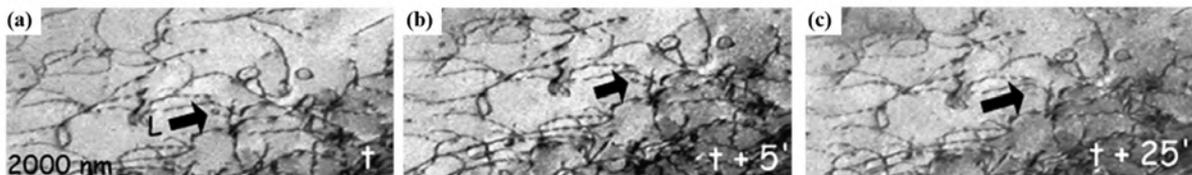


Figure V-27: Observation in-situ à 780°C d'un TiAl déformé par fatigue oligocyclique à  $\Delta\varepsilon_t/2 = 0.8\%$ ,  $T=750^\circ\text{C}$ . (a),(b) et (c) Annihilation d'une boucle prismatique par montée

Si la montée était un mécanisme de déplacement des dislocations actif dans nos éprouvettes, les microstructures seraient alors dépourvues de débris et de boucles prismatiques ou n'en contiendraient qu'une faible quantité. Ceci est un argument pour dire que, probablement, la montée est cinétiquement très lente, et qu'en fatigue à 800°C, c'est le glissement qui s'active.

## IV. Traction monotone à 800°C

Un essai de traction monotone d'IRIS a été réalisé à 800°C, la courbe est présentée sur la Figure IV-12. L'essai a été interrompu à 2% d'allongement environ, dans le but d'analyser la déformation dans la microstructure. Des observations MET après déformation jusqu'à la rupture de l'éprouvette n'aurait pas été bénéfiques à notre étude, la microstructure aurait été en effet très déformée avec une forte densité des dislocations, ce qui aurait rendu l'étude de ces dernières très délicate, voire impossible.

### IV.1. Mode de déformation et caractère des dislocations

La traction monotone à 800°C a engendré la formation de dislocations et n'a pas dégradé la microstructure, la morphologie des liserés  $\gamma$  et des colonies lamellaires n'a pas été endommagée.

La Figure V-28 présente le type de déformation présente dans les liserés  $\gamma$ . Le 1<sup>er</sup> grain (Figure V-28.a) est déformé par des macles, les deux autres grains (Figure V-28.b et c) sont en revanche déformés par des macles et deux familles de dislocations ordinaires caractérisés par les vecteurs de Burgers  $\vec{b}_A$  et  $\vec{b}_B$ .

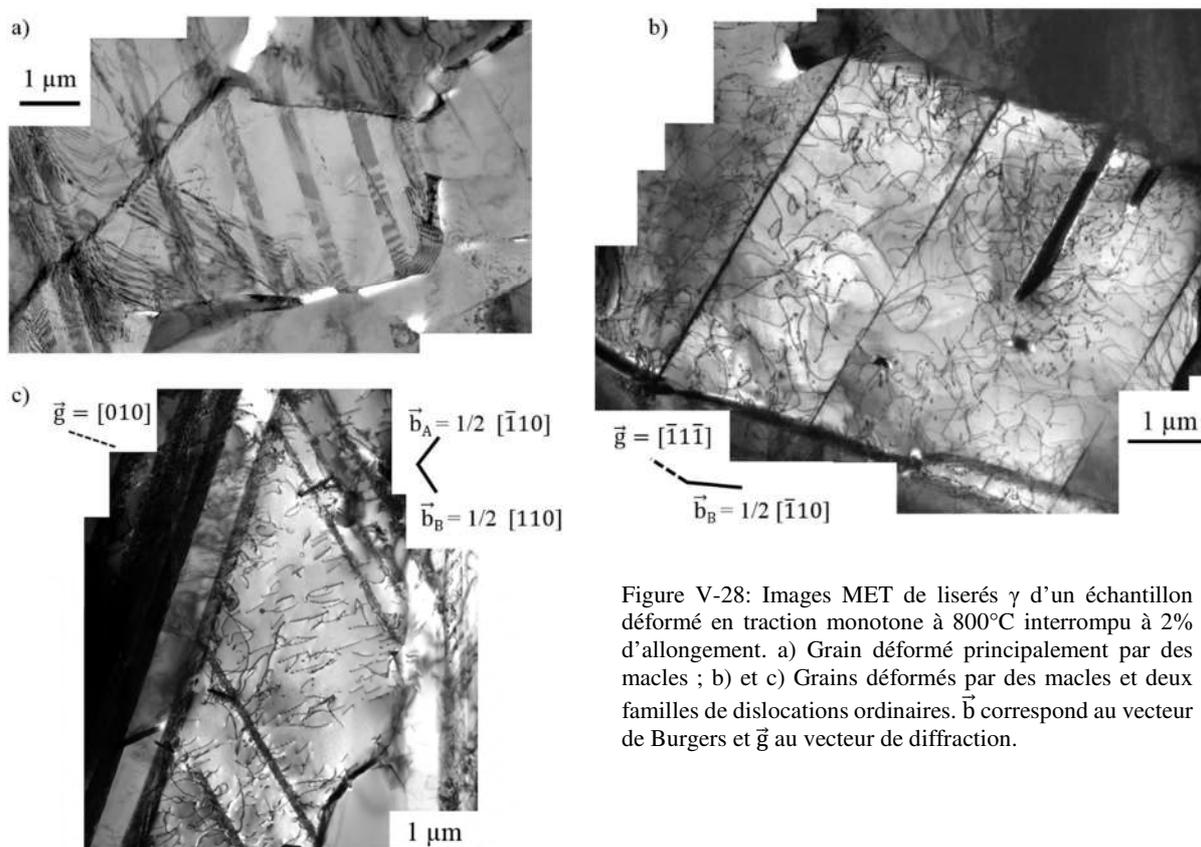


Figure V-28: Images MET de liserés  $\gamma$  d'un échantillon déformé en traction monotone à 800°C interrompu à 2% d'allongement. a) Grain déformé principalement par des macles ; b) et c) Grains déformés par des macles et deux familles de dislocations ordinaires.  $\vec{b}$  correspond au vecteur de Burgers et  $\vec{g}$  au vecteur de diffraction.

### IV.2. Expériences d'inclinaison

Des expériences d'inclinaison ont aussi été réalisées sur les dislocations de la phase  $\gamma$ . L'analyse de la boucle, présentée sur la Figure V-29, révèle que le plan P de la boucle (indiqué en pointillés noirs sur la projection stéréographique), ne contient pas le vecteur de Burgers ( $\vec{b} = 1/2 [\bar{1}10]$ ). Il s'agit donc d'une boucle prismatique.

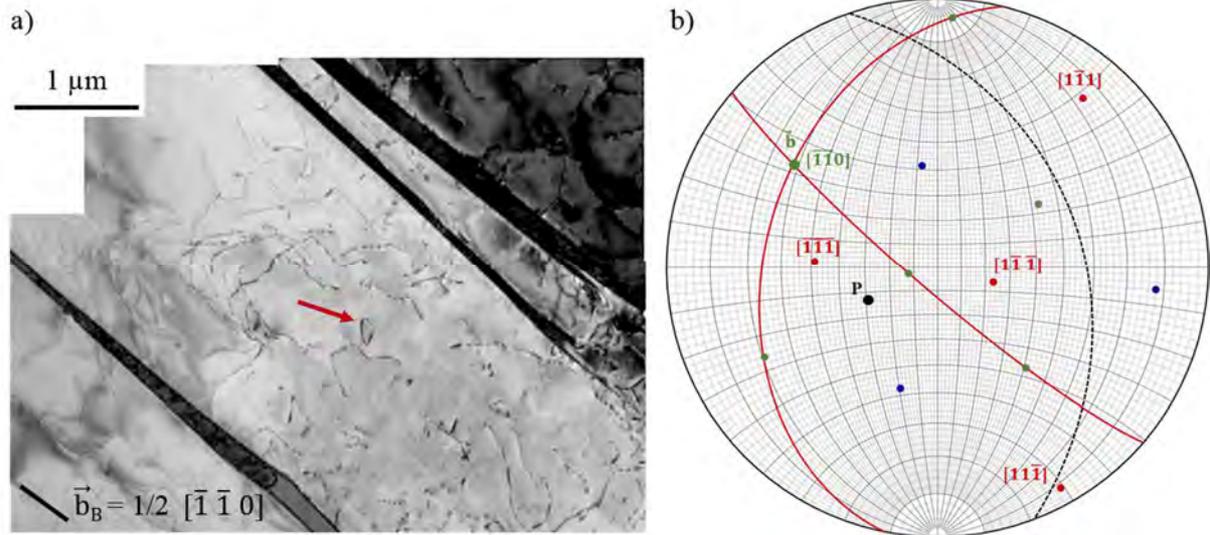


Figure V-29: Expérience d'inclinaison sur une boucle. Echantillon déformé par traction monotone à 800°C jusqu'à 2% d'allongement. a) Image MET de la dislocation étudiée ; b) Projection stéréographique avec  $\vec{b}$  vecteur de Burgers et P plan de la portion de boucle.

Deux dislocations supplémentaires ont été étudiées : la Figure V-30 présente une boucle notée 1 et une portion de boucle notée 2, leur vecteur de Burgers  $\vec{b} = 1/2 [1\bar{1}0]$  indique qu'il s'agit de dislocations ordinaires, et leurs plans sont indiqués par P1 et P2 (pointillés). Le plan P1 (en pointillés rouges) ne passe pas par le vecteur de burgers alors que le plan P2 (en pointillés verts) contient  $\vec{b}$ . Par conséquent la boucle 1 est prismatique, alors que la boucle 2 est une boucle de glissement dévié.

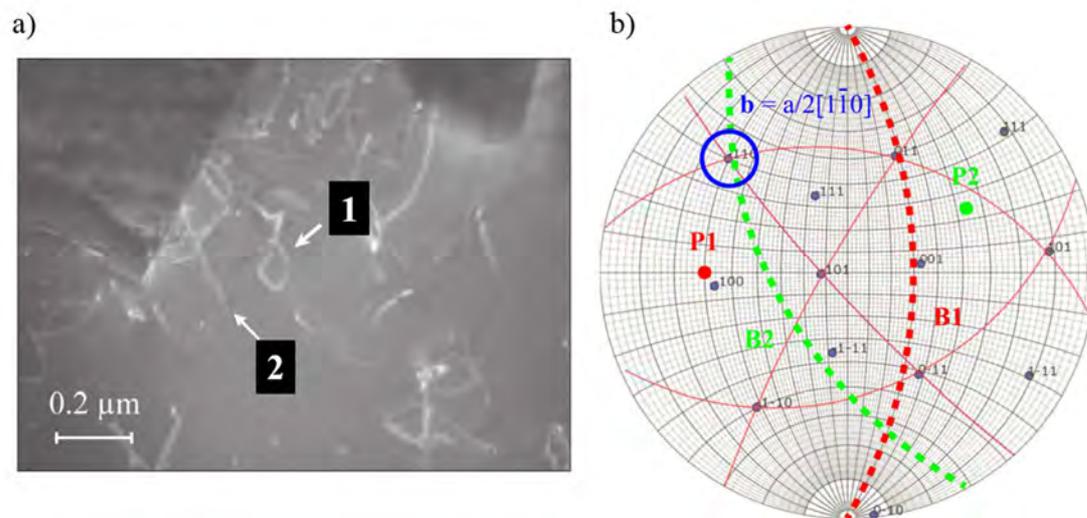


Figure V-30 : Expérience d'inclinaison sur des boucles d'un liseré  $\gamma$ . Echantillon déformé par traction monotone à 800°C jusqu'à 2% d'allongement. a) Champ sombre d'un liseré déformé par des dislocations dont une boucle (notée 1) et une portion de boucle (notée 2) ; b) projection stéréographique du grain avec P1 et P2 les pôles des plans des dislocations 1 et 2. Les plans sont indiqués en pointillés.

### IV.3. Synthèse

En conclusion, nous retrouvons des dislocations classiques des alliages TiAl et nous n'observons pas de différences entre la déformation par traction et par fatigue à 800°C, les dislocations se sont organisées de la même manière dans le deux cas.

L'essai a été interrompu à 2% d'allongement environ, cela a été suffisant pour avoir une densité de dislocations importante. Cette densité est proche de celle observée dans la microstructure déformée par fatigue à 0.3%.

---

Les expériences d'inclinaison ont montré la présence de boucles prismatiques et une boucle se déplaçant par glissement dévié. Ces résultats sont encore une fois similaires à ceux observés en fatigue à 800°C.

## V. Fluage à 850°C

### V.1. Contexte de l'étude

Nous présentons ici une étude des mécanismes de fluage à 850°C sous 150 MPa dont la courbe est présentée sur la **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** L'objectif était d'augmenter au maximum permis par nos installations la température de l'essai, de manière à exacerber certains mécanismes, notamment la montée des dislocations.

Rappelons que des essais de compression ont été effectués jusqu'à 1000°C dans la thèse de T. Voisin, mais ce travail n'avait pas donné lieu à des observations microstructurales. En revanche, des analyses post-mortem par MET d'échantillons déformés en fluage à 700°C sous 300MPa ont été réalisées. Les principales conclusions sur les mécanismes sont les suivantes :

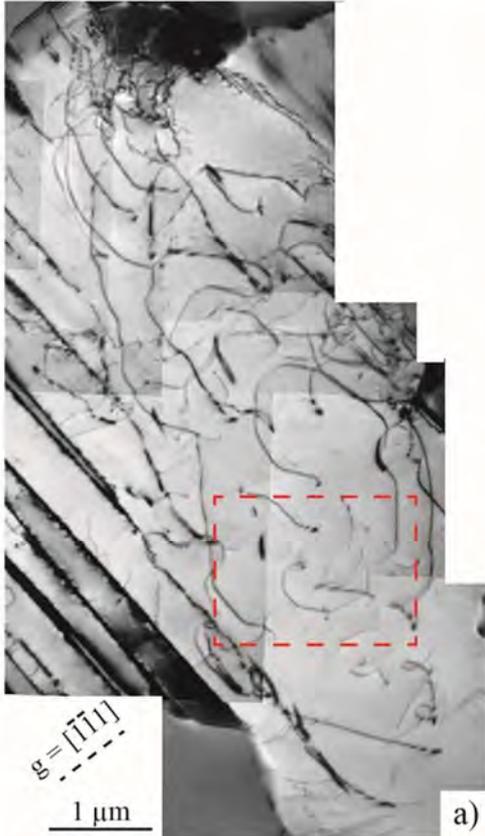
- seuls les liserés se déforment. La déformation  $\gamma$  est due principalement à des boucles ou portions de boucles de dislocations ordinaires se déplaçant par montée ou glissement. Les expériences d'inclinaison du porte objet (similaires à celles décrites dans le paragraphe §II) ont mis en évidence le mécanisme de montée mixte. Ce mécanisme permet à la dislocation d'échapper à la force de friction, dès lors que la diffusion est opérante;
- le maillage est très minoritaire et ne s'active dans les liserés et colonies lamellaires que dans le cas d'une orientation très favorable du grain par rapport à la contrainte macroscopique. Dans le cas d'une orientation très favorable des lamelles  $\gamma$  et grâce à la finesse des lamelles  $\alpha_2$ , la transmission de la déformation au sein d'une colonie lamellaire est possible.

## V.2. Mécanismes de déformation

### V.2.1. Caractérisation des dislocations

La Figure V-31 présente la déformation au sein d'un liseré  $\gamma$ , selon le vecteur de diffraction  $\vec{g} = (\bar{1}\bar{1}1)$  et la projection stéréographique de ce grain  $\gamma$  à une inclinaison de  $0^\circ$ . On note la présence de dislocations ordinaires courbées dénuées de points d'épinglage.

a)



b)

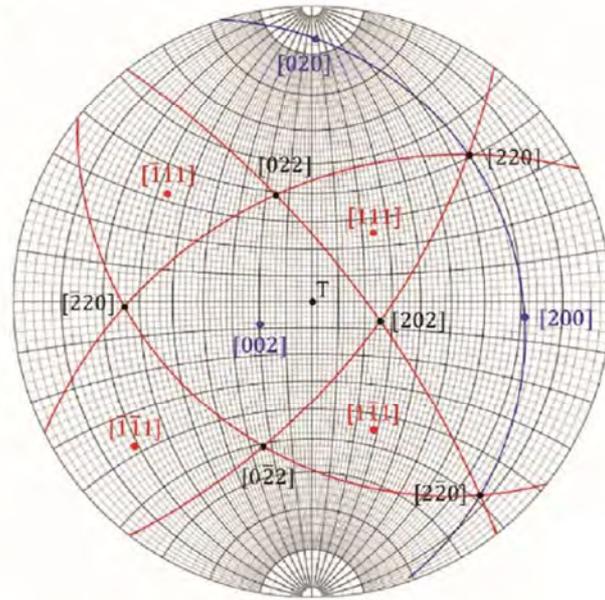


Figure V-31: Echantillon déformé par fluage à 850°C sous 150MPa. a) Vue générale par MET d'un liseré  $\gamma$  déformé par des dislocations ; b) Projection stéréographique du grain. La dislocation qu'on va étudier en détails dans la suite est entourée en rouge. La direction du vecteur de diffraction  $\vec{g}$  est signalée sur l'image en pointillés.

La dislocation entourée en rouge est un cas typique des dislocations qu'on observe dans cet échantillon: elle s'organise en segments courts inclinés de  $45^\circ$  les uns par rapport aux autres et ayant l'aspect d'une portion de boucle. Nous allons nous focaliser sur ce type de dislocation et l'étudier de manière plus exhaustive par la suite.

Afin de caractériser cette dislocation, nous avons incliné l'échantillon à différents angles : la portion de boucle est entièrement visible pour les vecteurs de diffraction  $(\bar{1}11)$ ,  $(\bar{1}\bar{1}1)$  et  $(1\bar{1}1)$ , comme indiqué sur la Figure V-32. Rappelons que pour identifier le vecteur de Burgers  $\vec{b}$  d'une dislocation, deux extinctions de la dislocation à différentes inclinaisons sont nécessaires, tel que :  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ . Ainsi les trois inclinaisons présentées ci-dessous ne permettent pas de déterminer le vecteur de Burgers, mais cela indique néanmoins que la dislocation n'est pas ordinaire ( $\vec{b} = 1/2 \langle 110 \rangle$ ) et n'est pas une superdislocation de type  $\vec{b} = \langle 101 \rangle$ . Ces deux types de dislocations glissent en effet dans les plans de type  $\{111\}$ .

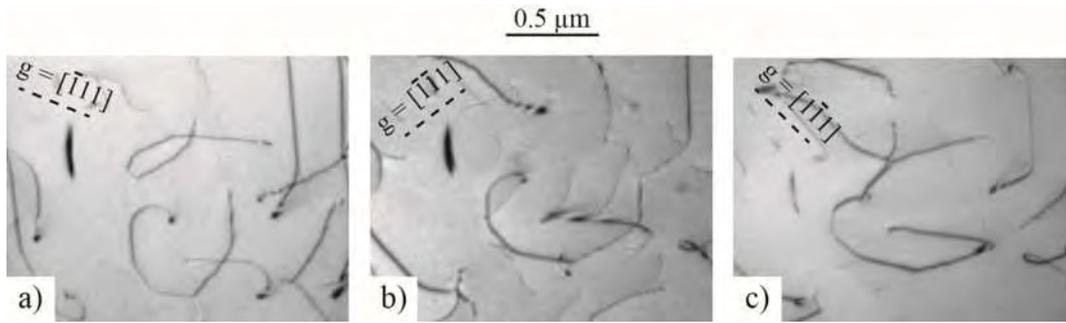


Figure V-32 : Observations de la portion de boucle sous différentes inclinaisons selon trois orientations différentes indiquées par les vecteurs de diffraction  $\vec{g} = \langle 111 \rangle$ .

Pour les différentes inclinaisons de la Figure V-33, on remarque que certains brins de la dislocation s'éteignent, de sorte que la dislocation n'est pas totalement visible, contrairement aux inclinaisons de la Figure V-32. Les différents brins sont signalés par les segments colorés de la Figure V-33.(e). Pour  $\vec{g} = [200]$  par exemple, un segment est invisible (correspondant au segment violet), même constat pour les  $\vec{g} = [220]$  et  $[2\bar{2}0]$ . Dans le cas de  $\vec{g} = [020]$ , deux segments sont invisibles. Nous remarquons que les segments éteints sont parallèles à chaque fois aux vecteurs de diffraction correspondant. De plus, tous ces vecteurs de diffraction sont perpendiculaires à la direction  $[001]$ . Une extinction complète de la portion de la boucle n'a pas été obtenue pour les vecteurs de diffraction analysés.

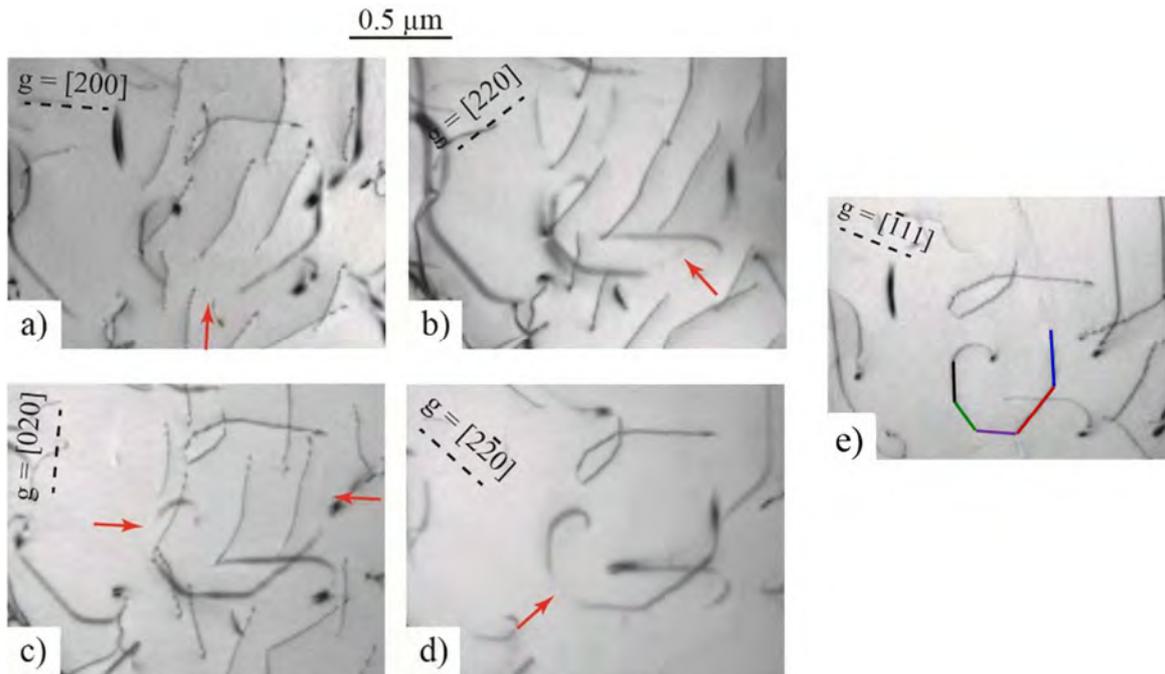


Figure V-33: (a) à (d) Images MET de la dislocation à différents angles d'inclinaison. Les flèches rouges indiquent les brins éteints. (e) Les différents brins sont signalés par des couleurs.

Ce genre de contraste a été auparavant observé dans le cas de dislocations coins qui satisfaisaient pourtant la condition d'extinction  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$  ( $[116]$ ,  $[117]$ ), comme illustré dans le cas des alliages  $\xi$ -Al-Pd-Mn [118]. Dans cette configuration, l'extinction complète est obtenue si la relation  $\vec{g} \cdot \vec{b} \wedge \vec{u} = 0$  est vérifiée.

Ces différentes extinctions peuvent être expliquées dans le cas d'un vecteur de Burgers  $\vec{b} = [001]$ . Cette direction est en effet perpendiculaire à tous les vecteurs de diffractions étudiés ( $[200]$ ;  $[220]$ ;  $[2\bar{2}0]$ ;  $[020]$ ), elle permet par conséquent de satisfaire le critère d'extinction :  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ .

Prenons le cas de l'extinction d'un segment de la dislocation à  $\vec{g} = [200]$ , tel que décrit sur la Figure V-34.(b), et considérons que le vecteur de Burgers est  $\vec{b} = [001]$ , nous allons obtenir les configurations suivantes :

- si  $\vec{u} // \vec{g} // [200]$ , alors  $\vec{u}$  et  $\vec{g}$  sont colinéaires et  $\vec{g} = \lambda \vec{u}$

$$\vec{g} \cdot \vec{b} \wedge \vec{u} = [200] \cdot [001] \wedge \lambda [200]$$

$$\vec{g} \cdot \vec{b} \wedge \vec{u} = [200] \cdot \lambda [020]$$

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

Le produit mixte entre ces trois vecteurs est nul. Cela signifie que le critère d'extinction est satisfait, tous les segments de la dislocation parallèles au vecteur de diffraction  $[200]$  seront hors contraste, en d'autres termes, ils seront invisibles. Ce résultat est en accord avec les observations microscopiques de la Figure V-34.(b) : le brin entouré en rouge, parallèle à  $\vec{g}$ , est éteint ;

- quand  $\vec{u} // [220]$ , alors  $\vec{g} \cdot \vec{b} \wedge \vec{u} = -4 \lambda$ . Le produit mixte est non nul, et le segment parallèle à  $[220]$  sera donc visible. Encore une fois, cette conclusion est vérifiée par l'observation ci-dessous (le segment entouré en bleu est bien visible) ;

- si  $\vec{u} // [020]$ , alors  $\vec{g} \cdot \vec{b} \wedge \vec{u} = -4 \lambda$ . Le produit mixte est non nul, ainsi le segment parallèle à  $[020]$  sera visible;

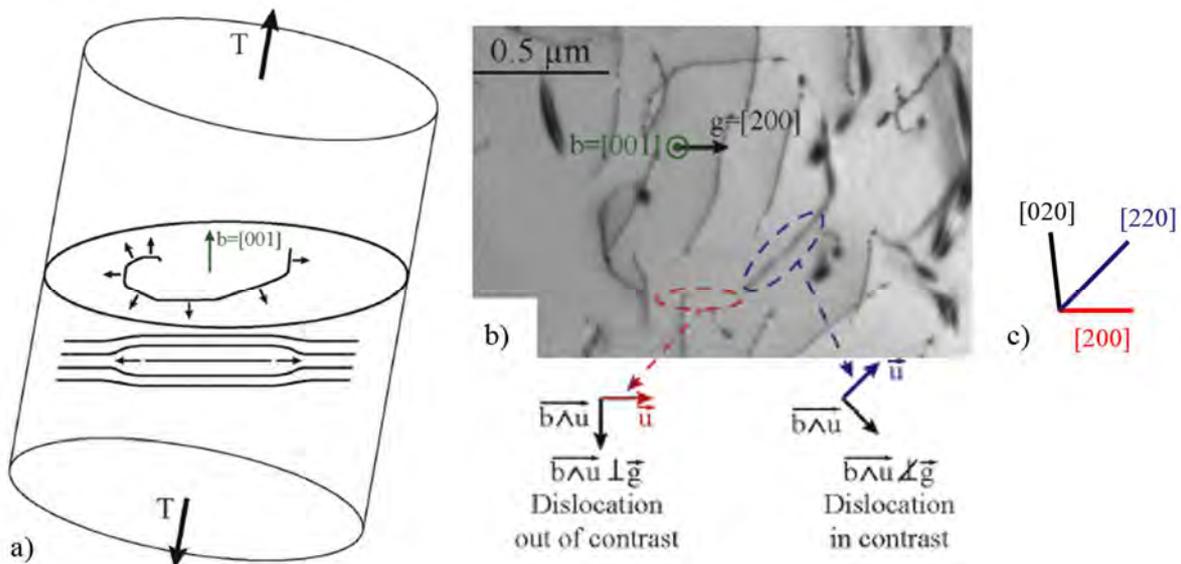


Figure V-34 : a) Schéma représentatif de la dislocation étudiée (en forme de portion de boucle) et d'une dislocation coin.  $\vec{b} = [001]$  correspond au vecteur de Burgers de la portion de boucle et T est la direction perpendiculaire au plan de la lame. b) Observation MET de la dislocation à  $\vec{g} = [200]$ . Extinction d'un brin entouré en rouge.  $\vec{u}$  correspond à la ligne de la dislocation.

Nous avons effectué le même type de calcul pour le reste des segments composant la dislocation, et notre hypothèse de base ( $\vec{b} = [001]$ ) est en accord avec toutes nos observations microscopiques. Comme indiqué sur le schéma de la Figure V-34.(a),  $\vec{b}$  est perpendiculaire à tous les brins de la dislocation allongés selon les directions  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$ . Le caractère de cette dislocation est donc coin.

### V.2.2. Mécanisme de déplacement

Intéressons-nous à présent au mécanisme de déplacement de cette dislocation. Des expériences d'inclinaison, similaire à celle décrites dans le §II ont été réalisées. La Figure V-35 détaille toutes les étapes de la démarche expérimentale ayant permis d'accéder au plan de la portion de boucle.

Après avoir incliné la dislocation à différents angles de tilt, nous avons mesuré la largeur apparente notée «d» sur les images ci-dessous. La variation de largeur apparente en fonction de l'angle d'inclinaison est une courbe sinusoïdale. La largeur maximale de la dislocation (maximum de la courbe) est obtenue pour une inclinaison d'environ 20°, cet angle a été reporté sur la projection stéréographique du grain et correspond au plan (noté « P ») dans lequel repose la dislocation.

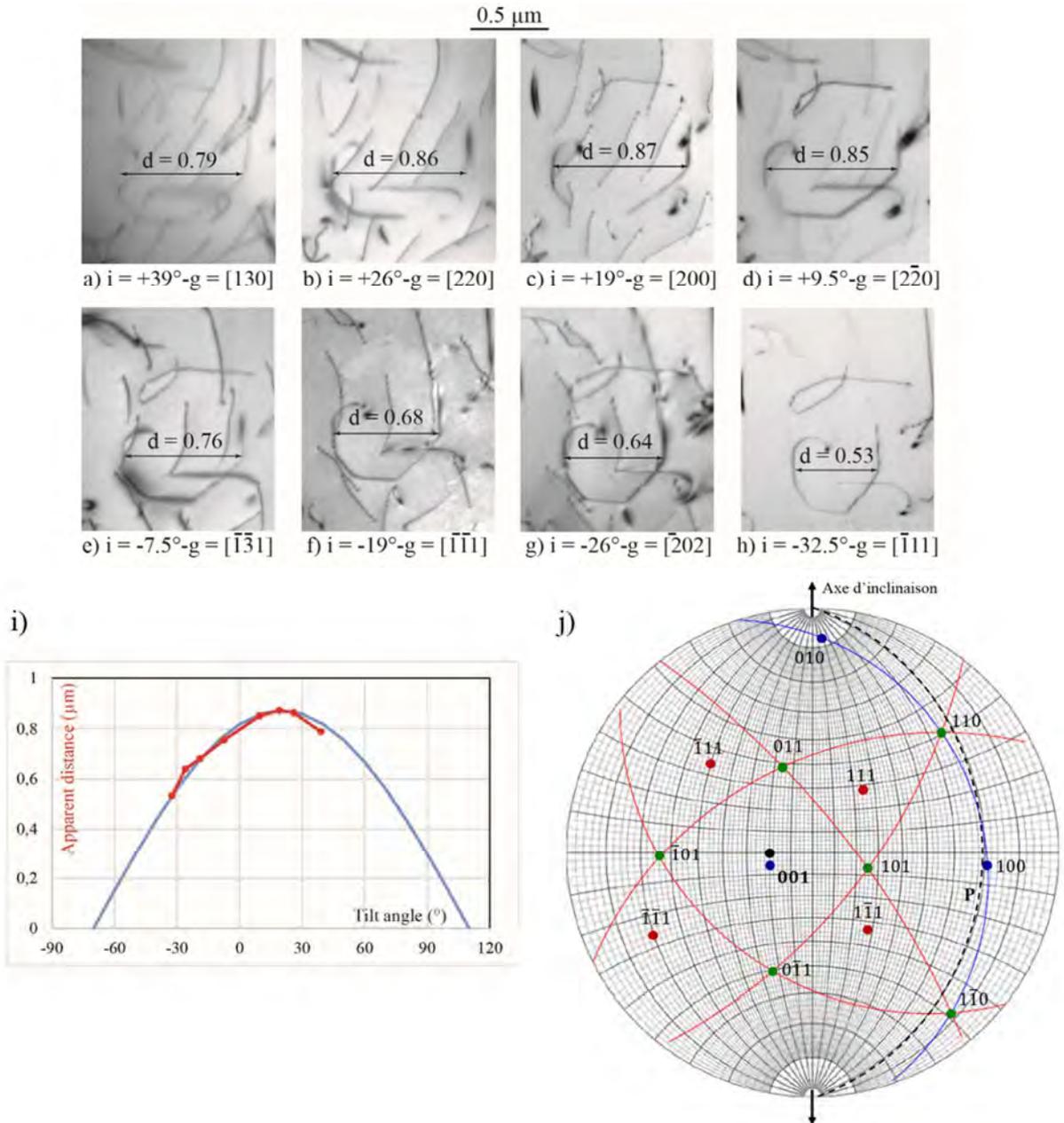


Figure V-35: Expérience d'inclinaison sur une portion de boucle. (a) à (h) Mesure de la largeur apparente notée « d », elle varie selon l'angle d'inclinaison notée « i » ; i) Variation de la largeur apparente en fonction de l'angle d'inclinaison, en rouge les mesures expérimentales et en bleu un fit sinusoïdal ; j) Projection stéréographique à 0°, « P » en pointillés noirs, correspond au plan de la boucle.

L'écart entre P et le pôle [001] est faible et inférieur à l'incertitude expérimentale estimée à ±5°, nous considérons alors que le plan de la dislocation est (001), qui est par la même occasion le plan de montée pure de la dislocation.

### V.3. Synthèse et discussion

Dans un échantillon flué à 850°C sous 150MPa, nous avons observé une population de dislocations ayant l'aspect de segments courts inclinés de 45° les uns par rapport aux autres, allongés selon les directions  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$ . Leur vecteur de Burgers est égal à  $[001]$ , il est ainsi perpendiculaire aux lignes de la dislocation, en d'autres termes ces dislocations sont purement coins.

Leur identification et caractérisation sont délicates : selon l'inclinaison de l'échantillon, des brins de la dislocation seront invisibles et d'autres visibles (Figure V-33). Un segment est hors contraste, c'est-à-dire éteint, dans le cas où il est parallèle au vecteur de diffraction du réseau réciproque (qu'on a noté  $\vec{g}$  dans ce travail). Et afin de déterminer le vecteur de Burgers, il est recommandé de procéder à plus de deux extinctions, contrairement à ce qui est habituellement effectué. La relation  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$  ne suffit pas à déterminer le vecteur de Burgers, il faut prendre en compte la ligne de la dislocation (exprimée par le vecteur  $\vec{u}$ ) selon la relation suivante :  $\vec{g} \cdot \vec{b} \wedge \vec{u} = 0$ . Nous qualifierons ce type de dislocation de type C, car leur vecteur de Burgers est parallèle à l'axe c de la structure cristalline de la phase  $\gamma$ . Les expériences d'inclinaison nous ont permis de mettre en évidence le mécanisme de déplacement par montée dans les plans (001).

Les composantes rectilignes de ces dislocations suggèrent que la montée pure s'opère par nucléation et propagation de paires de jogs, similaires au processus présenté par Appel et.al [119] et Malaplate et.al [120] dans le cas de dislocations ordinaires. De plus, à haute température, la montée est encouragée par la diffusion, fortement présente. Ce mécanisme a déjà été mis en évidence dans le cas de dislocations ordinaires dans des alliages déformés à faible contrainte et vitesse de déformation [37].

Des dislocations avec un vecteur de Burgers égal à  $[001]$  dans un alliage TiAl (Ti- Al<sub>54,5</sub> %.at) ont été décrit par Jiao et.al [121] : leur caractère est également coin, elles sont allongées selon la direction  $[110]$  mais reposent dans des plans de glissement  $(\bar{1}10)$ . Le glissement dans de tels plans est incompatible avec nos observations, les plans  $\langle \bar{1}10 \rangle$  sont dans notre cas perpendiculaires au plan de montée (001) dans lequel reposent nos dislocations.

Le maclage ne joue pas un rôle prédominant dans la déformation, sa formation requière la nucléation et la propagation de dislocation de Schockley. Ces processus s'activent à des faibles températures, ce qui pourrait expliquer sa faible activation à 850°C sous 150MPa.

En plus d'une orientation favorable à l'axe de sollicitation, les paramètres d'essai du fluage semblent contribuer à l'activation de ces dislocations de type C : la température de 850°C encourage en effet la diffusion et la faible contrainte à laquelle a été soumis l'échantillon (150MPa) entrave la formation de macles en faveur de ces dislocations.

## VI. Conclusion

Nous avons analysé dans ce chapitre les mécanismes de déformation de microstructures déformées par : fatigue oligocyclique à 800°C, traction monotone à 800°C (interrompu à 2% d'allongement) et fluage à 850°C. Rappelons que dans le cas du fluage, la déformation a été déjà étudiée une première fois [2], et nous nous sommes intéressés uniquement à un nouveau type de dislocations qui n'a jamais été observé auparavant dans les TiAl. Les analyses reposent sur des observations MET d'échantillons post-mortem. Le tableau ci-dessous récapitule nos observations.

Type d'essai	Fatigue oligocyclique		Traction monotone	Fluage
Conditions expérimentales	$\Delta\varepsilon_t/2=0.6\%$ ; 800°C	$\Delta\varepsilon_t/2=0.3\%$ ; 800°C	800°C / interrompu à 2%	850°C/150MPa
Vitesse de déformation (s <sup>-1</sup> )	10 <sup>-3</sup>	10 <sup>-3</sup>	10 <sup>-3</sup>	5,6.10 <sup>-8</sup> s <sup>-1</sup>
Modes de déformation	Dislocations ordinaires Macles	Dislocations ordinaires Macles	Dislocations ordinaires Macles	Mise en évidence des dislocations de type C
Densité de dislocations	+	+++	+++	+++
Mécanismes de déformation	G - GD	GD	GD	MP

Tableau V-2 : Résultats des observations MET. G : Glissement et GD : Glissement dévié, MP : montée pure.

Les essais mécaniques ne modifient pas de manière sensible la morphologie des phases dans la microstructure. Ainsi il n'y a pas eu de destruction de liserés ou de colonies lamellaires. La température et/ou les temps de maintien est/sont insuffisante(s) pour activer des transformations de phases, des phénomènes de recristallisation, ou une évolution morphologique de type globulisation des lamelles.

Concernant les mécanismes microscopiques de plasticité, les différences entre la déformation par fatigue, traction et fluage à 800-850°C observées sont les suivantes :

- les dislocations s'organisent de manière aléatoire sous forme de dislocations courbées, boucles, portions de boucles et des débris. Le maclage est aussi un mécanisme présent mais en plus faible proportion. L'échantillon issu de la fatigue à 0.6% se distingue par une présence notable de dislocations courtes rectilignes à caractère vis, signe de glissement comme mécanisme de déformation (Figure V-7 et Figure V-8) ;

- la densité de dislocation diffère selon la déformation subie par la microstructure. Dans le cas de la fatigue, nous trouvons une densité plus élevée dans la microstructure soumise à 0.3% de déformation totale imposée qu'à 0.6%. Nous avons relié cette différence à la déformation plastique cumulée, calculée à partir des boucles d'hystérésis des essais de fatigue (plus de détails à ce sujet sont disponibles dans le §III.3.1). Si l'on compare les microstructures déformées par traction monotone, par fluage et par fatigue à 0.3%, la densité de dislocations est similaire ;

- les expériences d'inclinaison du porte objet ont montré dans la microstructure déformée par fatigue à 0.6%, que le glissement et le glissement dévié jouent un rôle majeur dans la déformation. Concernant la fatigue à une plus faible amplitude de déformation imposée (0.3%) et la traction monotone, la présence de boucles prismatiques, si on part de l'hypothèse que ce sont des boucles de glissement dévié, montrent que le mécanisme est également du glissement ;

- les observations dans les échantillons flués ont montré la présence de dislocations se caractérisant par un vecteur de Burgers égal à [001]. Ces dislocations prennent la forme de segments courts rectilignes

séparés de 45° les uns des autres (Figure V-33). Leur caractère est purement coin et elles se déplacent par montée pure.

En résumé, les mécanismes de déformation en fatigue, que ce soit à 0.3% ou à 0.6% de déformation imposée, sont similaires : glissement ou glissement dévié, et maclage. Aucun indice de mécanismes typique des hautes températures, comme la montée pure ou la montée mixte, n'ont été observés. Ainsi, la formation de sous-joints de grains, qui nécessite la montée, n'a été que très rarement observée. Nous pensons que ces sous-joints proviennent de la déformation plastique des particules de poudre pendant l'élaboration du matériau à haute température, la recristallisation du matériau n'étant pas complète en fin de densification [18], [107].

Par ailleurs, il est surprenant de constater que la densité de boucles prismatiques de glissement dévié ne change pas drastiquement entre un état déformé à 2% d'allongement plastique, et un autre déformé à 491% d'allongement plastique cumulé en fatigue, sous 0.3% de déformation imposée. On s'attendrait en effet, dans le deuxième cas, à ce que les nombreux allers-retours des dislocations conduisent à un grand nombre de glissements déviés, et donc à une forte population de boucles prismatiques. Cette hypothèse n'est peut-être donc par fondée. Ou alors, il se pourrait que la cinétique d'annihilation de ces boucles (25 minutes à 780°C d'après les observations in situ de Gloanec et.al [103]), bien que faible, soit suffisante pour que beaucoup des boucles prismatiques formées lors du mouvement réversible des dislocations s'annihilent pendant la durée de l'essai.

Si en fatigue à 800°C, les mécanismes sont le glissement et le maclage, en fluage à 850°C la montée pure est activée. Ceci peut s'expliquer par la différence de température, mais aussi par la vitesse de déformation, plus faible en fluage à 850°C ( $5,6 \cdot 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ ) qu'en fatigue à 800°C ( $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ). Or, la vitesse de déformation est un paramètre déterminant pour l'activation des mécanismes de déformation à haute température. Ainsi, Kad et Fraser [Kad 1994] montrent qu'à 900°C dans la phase  $\gamma$  de TiAl, la montée est activée au-dessous d'une vitesse de déformation de l'ordre de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , et le glissement au-dessus. Nous pouvons faire une estimation de la vitesse de fluage théorique par montée, dont la cinétique est contrôlée par l'autodiffusion  $D_v$  de l'Al, qui est l'élément qui diffuse le plus lentement. On utilise pour cela l'expression théorique donnée dans l'article de Kad et Fraser [37] :

$$\dot{\epsilon} = \frac{D_v b \sigma^3}{\pi k T G^2} \left[ \ln \left( \frac{4G}{\pi \sigma} \right) \right]^{-1}$$

avec :  $b$  : vecteur de Burgers ( $= 2,83 \times 10^{-10} \text{ m}$ ),  $G$  : module de cisaillement ( $= 58,4 \text{ GPa}$  [37]),  $\sigma$  : contrainte appliquée (prise égale à la contrainte maximum des cycles d'hystérésis en fatigue pour  $\Delta \epsilon_f/2=0.3\%$ , et à la contrainte appliquée en fluage), et  $T$  : température. Le Tableau V-3 donne la valeur de vitesse de déformation calculée de cette manière pour l'exemple de la fatigue à  $\Delta \epsilon_f/2=0.3\%$ , et pour le fluage à 850°C.

<b>T (°C)</b>	<b><math>\sigma</math> (MPa)</b>	<b><math>D_v</math> (m<sup>2</sup>/s) [31]</b>	<b><math>\dot{\epsilon}</math> (s<sup>-1</sup>) Calc. [37]</b>	<b><math>\dot{\epsilon}</math> (s<sup>-1</sup>) Exp.</b>
800	305	$\approx 2 \cdot 10^{-19}$	$1,8 \cdot 10^{-6}$	$10^{-3}$
850	120	$\approx 5 \cdot 10^{-19}$	$2,3 \cdot 10^{-7}$	$5,6 \cdot 10^{-8}$

Tableau V-3 : Vitesse de déformation calculée à partir de l'expression de Kad et Fraser, comparée à la vitesse de déformation expérimentale.

On constate que, pour la fatigue à 800°C, la vitesse de déformation théorique permise par la montée contrôlée par la diffusion en volume est de  $1,8 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ , alors que la vitesse expérimentale est de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , soit plus de 500 fois plus. Ceci montre que la montée est cinétiquement beaucoup trop lente pour permettre à l'échantillon de se déformer à la vitesse expérimentale observée. La montée ne peut donc pas être active dans ce cas.

En revanche, en fluage à 850°C, la vitesse de déformation théorique permise par la montée est de  $2,3 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ , alors que la vitesse expérimentale est de  $5,6 \cdot 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ , soit un facteur 4 environ entre ces deux vitesses. Compte tenu des nombreuses approximations du modèle, ainsi que des incertitudes importantes sur la valeur du coefficient de diffusion, nous considérons que ces valeurs sont en accord raisonnable. Ceci montrerait que la vitesse de déformation observée en fluage à 850°C serait compatible avec la montée pure, contrôlée par l'autodiffusion d'Al.

En conclusion, les délicates observations par MET, notamment les expériences d'inclinaison du porte objet, ont permis de déterminer avec précision et peu d'ambiguïté les mécanismes microscopiques de plasticité en fatigue oligocyclique à 800°C, ce qui était l'objectif de ce chapitre, à savoir le glissement pur et dévié, et le maclage. Aucune contribution de phénomènes de montée n'est détectée. En fluage à 850°C en revanche, la montée pure est clairement identifiée. Ces différences de mécanismes résultent principalement de la vitesse de déformation,  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  en fatigue, et  $5,6 \cdot 10^{-8} \text{ s}^{-1}$  en fluage. Ces observations expérimentales sont cohérentes avec des calculs de cinétique de déformation par montée contrôlée par la diffusion en volume de l'Al. La remarquable durée de vie en fluage pourrait donc s'interpréter par une influence du W en solution solide sur les mécanismes de diffusion impliqués dans la montée des dislocations, par exemple le piégeage des lacunes nécessaires aux sauts atomiques. Il reste néanmoins à confirmer cette hypothèse, ce qui fera l'objet de travaux prenant la suite de cette thèse. Par ailleurs, en fatigue, les nombreux allers-retours des dislocations ne conduisent pas à la formation de nombreuses boucles de glissement dévié, ou alors celles-ci s'annihilent par montée pendant la durée de l'essai. Il faudrait cependant confirmer à l'avenir l'absence de dislocations de type C dans les échantillons déformés par fatigue, pour valider les estimations quantitatives qui tendent à exclure la contribution de la diffusion dans les mécanismes microscopiques de ce mode de sollicitation.



# Chapitre VI

## Vieillessement d'IRIS

---

<b>I. Contexte de l'étude et conditions expérimentales .....</b>	<b>152</b>
<b>II. Evolution des proportions de phase sous l'effet du vieillissement .....</b>	<b>153</b>
<b>III. Evolution microstructurale des liserés <math>\gamma</math> .....</b>	<b>153</b>
III.1. Vue générale par MEB .....	153
III.2. Analyses chimiques à l'échelle microscopique (STEM-EDX) .....	158
III.3. Orientation des précipités $\beta_0$ dans les liserés.....	160
III.4. Conclusions .....	164
<b>IV. Evolution microstructurale des colonies lamellaires .....</b>	<b>165</b>
IV.1. Vue générale par MEB .....	165
IV.2. Analyses chimiques à l'échelle microscopique (STEM-EDX) .....	167
IV.3. Microstructure de l'état non vieilli.....	167
IV.4. Microstructure de l'état vieilli.....	168
IV.5. Orientation des précipités $\beta_0$ dans les colonies lamellaires.....	170
<b>V. Influence du vieillissement sur les propriétés en traction .....</b>	<b>172</b>
<b>VI. Synthèse et discussion .....</b>	<b>174</b>
VI.1. Caractérisation de l'état initial (non vieilli) .....	174
VI.2. Effet du vieillissement sur la microstructure des liserés .....	174
VI.3. Effet du vieillissement sur les colonies lamellaires.....	175
VI.4. Influence du vieillissement sur les propriétés mécaniques.....	176
<b>VII. Conclusions .....</b>	<b>176</b>

## I. Contexte de l'étude et conditions expérimentales

Nous allons étudier dans cette partie l'effet d'un maintien de longue durée à haute température sur la microstructure proche lamellaire d'IRIS. Compte tenu des applications industrielles potentielles de l'alliage (aubes de turbines pour turboréacteurs, turbines pour turbocompresseurs et soupapes...) il est en effet essentiel de comprendre l'impact du vieillissement sur les propriétés mécaniques et sur la microstructure.

Les analyses seront effectuées sur deux lots de poudre d'IRIS:

- IRIS 1109 : nous avons profité d'un essai de fluage de longue durée effectué à 750°C dans un travail antérieur. Cet essai avait duré 8200h, soit presque un an. Nous avons prélevé des lames minces au niveau des têtes filetées de l'éprouvette, cette partie n'ayant subi en effet aucune déformation, nous la considérons comme une microstructure vieillie. Les résultats de l'essai de fluage sont présentés ci-dessous :

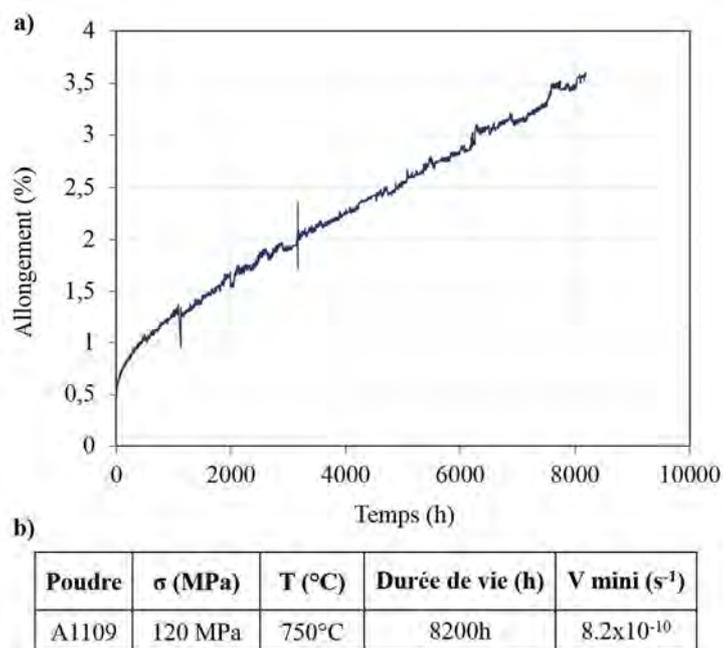


Tableau VI-1 : a) Essai de fluage à 750°C sous 120MPa de la microstructure proche lamellaire d'IRIS (Poudre A1109) ; b) Tableau des résultats [2].

- IRIS A1261 : les microstructures provenant des éprouvettes déformées par fatigue oligocyclique ont été soumises à une forte température (800°C), pendant quelques heures. Des lames minces ont été prélevées dans la zone utile.

Nous allons donc comparer cet échantillon vieilli à un échantillon non vieilli provenant directement d'une pastille SPS. La microstructure présentant deux types de zones bien distinctes, les colonies lamellaires et les zones occupées par les liserés, nous avons choisi de présenter les résultats en suivant cette distinction. Ceci se justifie également par le fait que les évolutions microstructurales dans ces deux zones ont été très différentes. Les études antérieures [2] ont en particulier mis en évidence la présence de précipités  $\beta_0$  secondaires dans les liserés, c'est-à-dire ne résultant pas de la rétention, lors du refroidissement, de la phase  $\beta$  primaire formée lors de l'élaboration par SPS dans le domaine  $\alpha+\beta$ , mais d'une nouvelle précipitation. Nous étudierons donc l'évolution de cette précipitation dans les liserés sous l'effet du traitement de vieillissement. Nous nous intéresserons également aux changements engendrés par le vieillissement dans les colonies lamellaires. Puis, nous présenterons brièvement l'influence sur les propriétés mécaniques d'un vieillissement accéléré, c'est-à-dire réalisé à température légèrement supérieure (800°C) et pour une durée de traitement plus faible (500 h). Enfin, nous discuterons les résultats et conclurons.

## II. Evolution des proportions de phase sous l'effet du vieillissement

Afin de déterminer l'évolution de la proportion des différentes phases provoquée par le vieillissement, des spectres DRX ont été effectués sur les microstructures vieilles et non vieilles.

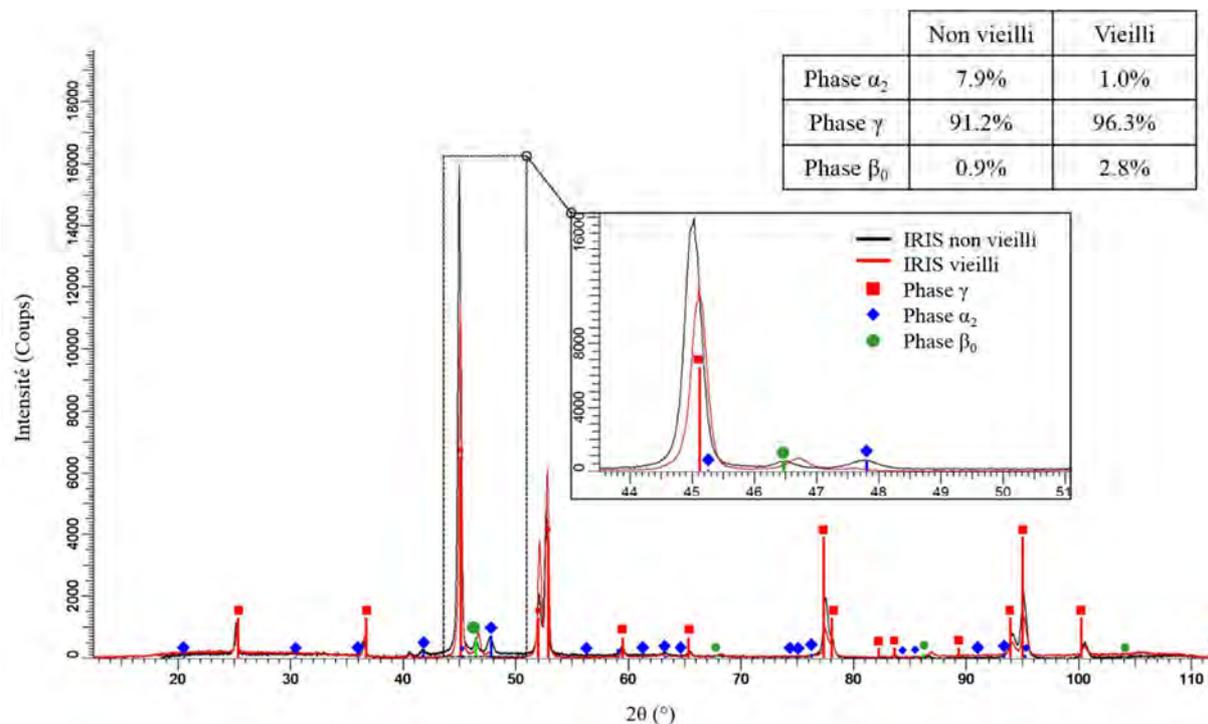


Figure VI-1: Spectres DRX des échantillons vieillis et non vieillis.

La figure ci-dessus présente les résultats de ces spectres :

- l'identification des pics indique que les mêmes phases sont présentes avant et après le vieillissement. Le spectre de l'échantillon vieilli ne contient pas en effet de nouveau pic et par conséquent, pas de nouvelle phase ;
- la proportion de la phase  $\alpha_2$  dans la microstructure vieillée a diminué de 7%, passant de 7.90 à 0.99% alors que la phase  $\gamma$  a augmenté d'environ 5% et la proportion de la phase  $\beta_0$  a triplé après vieillissement. Tous ces résultats suggèrent que la phase  $\alpha_2$  se dissout en faveur des phases  $\gamma$  et  $\beta_0$ .

## III. Evolution microstructurale des liserés $\gamma$

La ductilité d'IRIS est principalement contrôlée par la phase  $\gamma$ , c'est pour cela qu'un intérêt particulier est apporté à l'étude de cette phase [108]. Nous allons commencer par investiguer l'aspect général des liserés grâce à des observations par MEB, puis nous présenterons des analyses plus poussées menées à l'intérieur des grains  $\gamma$  constituant les liserés.

### III.1. Vue générale par MEB

La Figure VI-2 montre les différences entre une microstructure vieillée et non vieillée : certaines régions de la phase  $\gamma$  des liserés présentent un contraste plus sombre dans la microstructure vieillée, les liserés semblent plus marqués et délimités. Les précipités  $\beta_0$  (en blanc) semblent quant à eux n'avoir subi aucun changement.

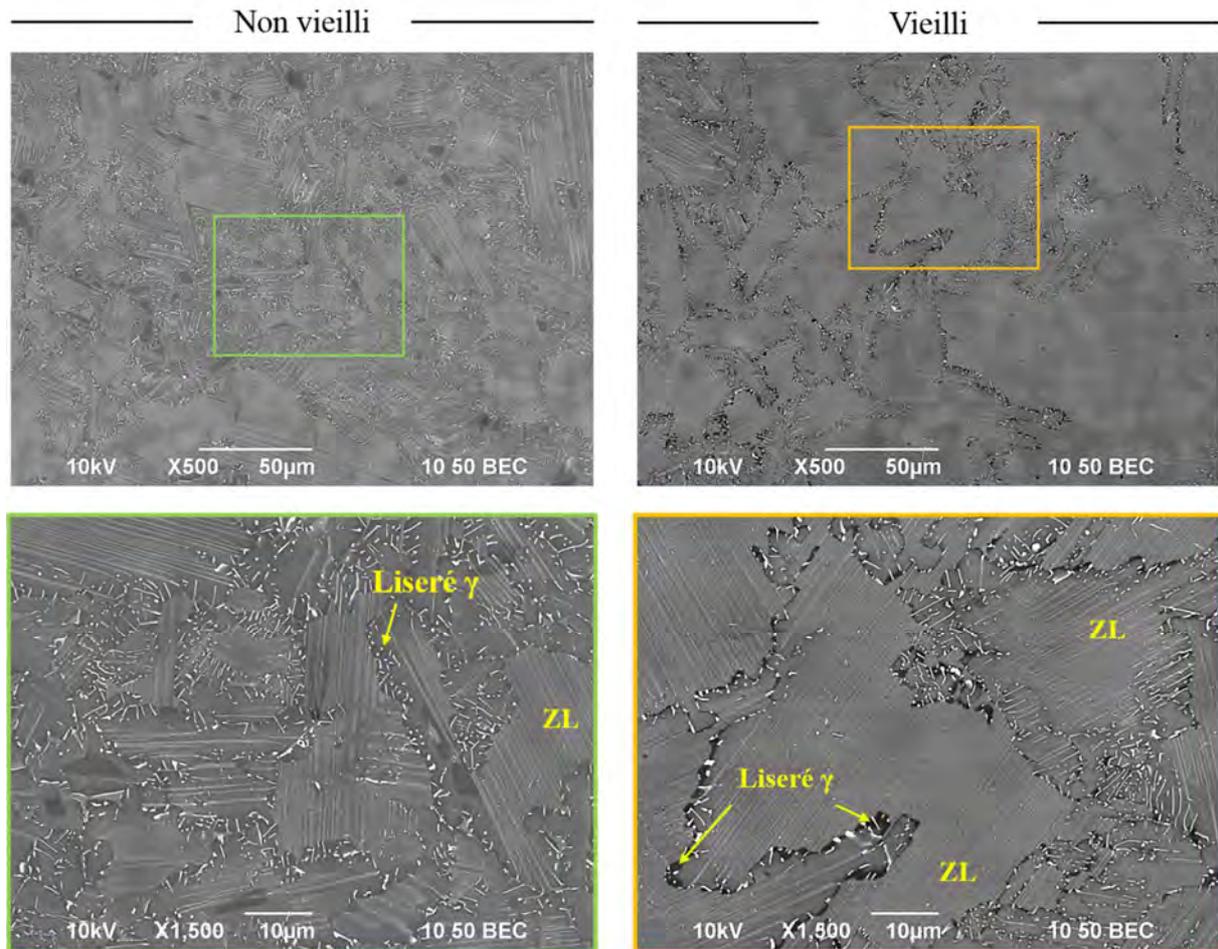


Figure VI-2: Microstructures d'IRIS non vieilles (brut SPS) et vieilles à 750°C pendant 8200h (micrographies par MEB en mode BSE).

Des mesures de composition chimique locales par EDX-MEB ont été menées sur les liserés des deux échantillons. Pour cela, nous avons analysé les phases présentes dans les liserés, la phase  $\gamma$  (CFC) et les précipités  $\beta_0$ .

La Figure VI-3 présente les observations sur deux liserés non vieilles :

- la concentration moyenne de la phase  $\gamma$  en W dans le 1<sup>er</sup> liseré est de 2.1%. La dispersion entre les différentes mesures est de l'ordre de 0.1-0.2% ;
- certaines régions dans liserés présentent un contraste légèrement plus sombre. Les pointés 2 et 5 de la Figure VI-3.c se trouvant dans une de ces régions, montrent que la teneur en W y est plus faible que dans le reste du grain. Les pointés 1 et 4 contiennent en effet 2.6% de W en moyenne, soit 0.5% de plus que les pointés 2 et 5 ;
- les précipités  $\beta_0$  contiennent environ 10% de W, ils sont plus chargés en W et plus pauvres en Al que le reste du liseré.

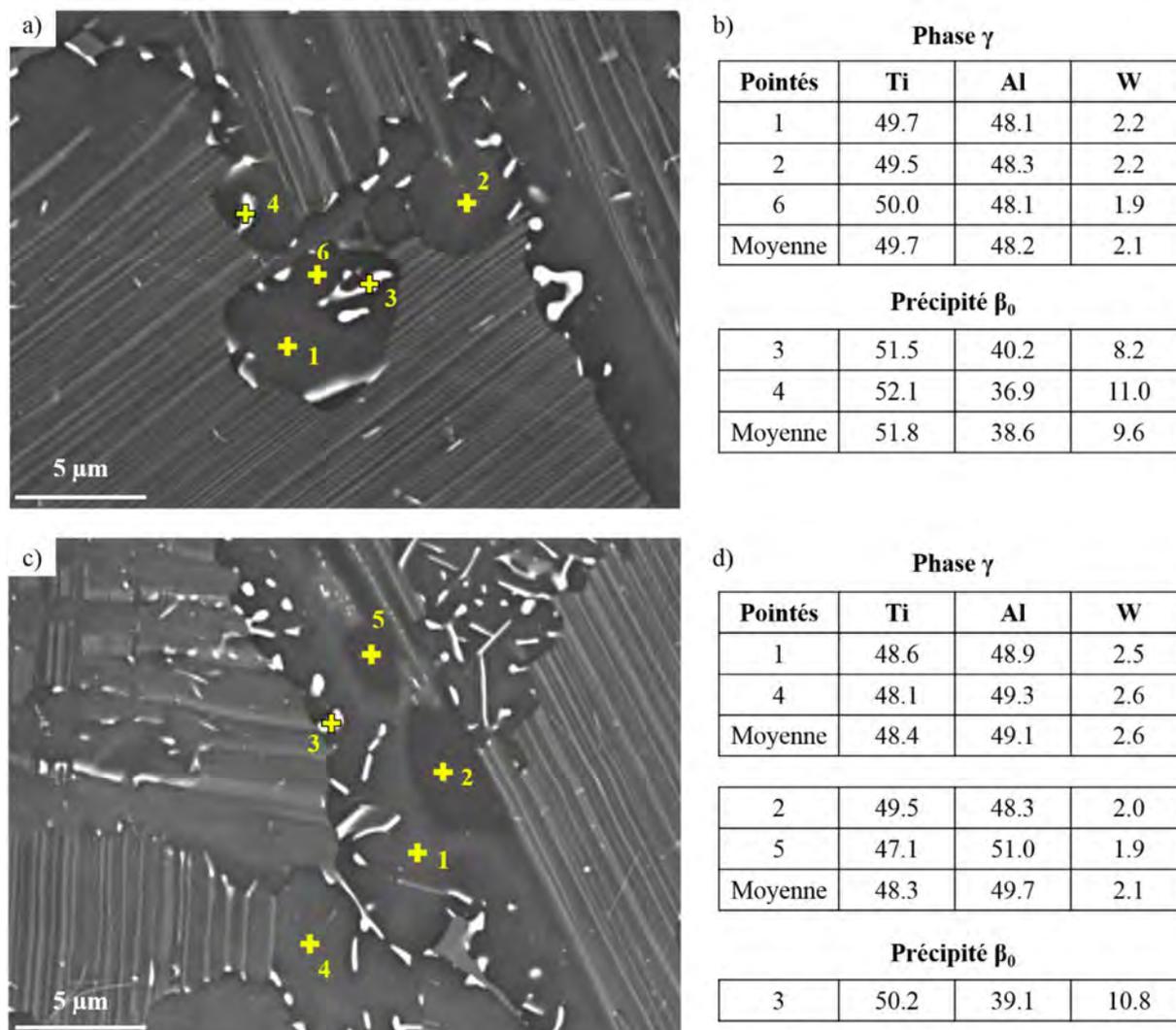


Figure VI-3: IRIS non vieilli, brut SPS. (a) et (c) Images MEB des liserés ; (c) et (d) Résultats des pointés EDX en %atomique.

Comparons à présent ces résultats avec la microstructure vieillie. Les observations sur deux liserés sont présentées sur la Figure VI-4. On constate que :

- la phase  $\gamma$  est constituée à la fois de zones sombres et de zones grises, cette différence de contraste traduit une différence de composition chimique. Ces régions sombres ne sont pas présentes dans l'échantillon non vieilli. Des pointés ont été effectués pour déterminer la chimie de ces régions ;
- dans le 1<sup>er</sup> liseré, les pointés dans les zones sombres (notés 2 et 3) contiennent 0.7% de W alors que les pointés dans les zones plus claires (notés 5 et 6) en contiennent 2.3% en moyenne, soit 1.6% de plus. La tendance inverse est observée dans les teneurs en Al, avec 48.4% dans les zones sombres contre 46.8% dans les zones plus claires. Le Ti reste quant à lui constant dans l'ensemble du liseré (51% dans les deux types de régions). Les zones sombres correspondent donc à des régions appauvries en W et plus riches en Al que les zones grises. Ces dernières ont quant à elles des teneurs du même ordre de grandeur que la phase  $\gamma$  de l'état non vieilli ;
- les pointés chimiques sur les précipités  $\beta_0$  indiquent une forte concentration de W de l'ordre de 13.5% en moyenne pour le 1<sup>er</sup> liseré et 11.2% pour le 2<sup>ème</sup>. Ceci indique donc un enrichissement en W en comparaison avec les précipités  $\beta_0$  des liserés non vieillis.

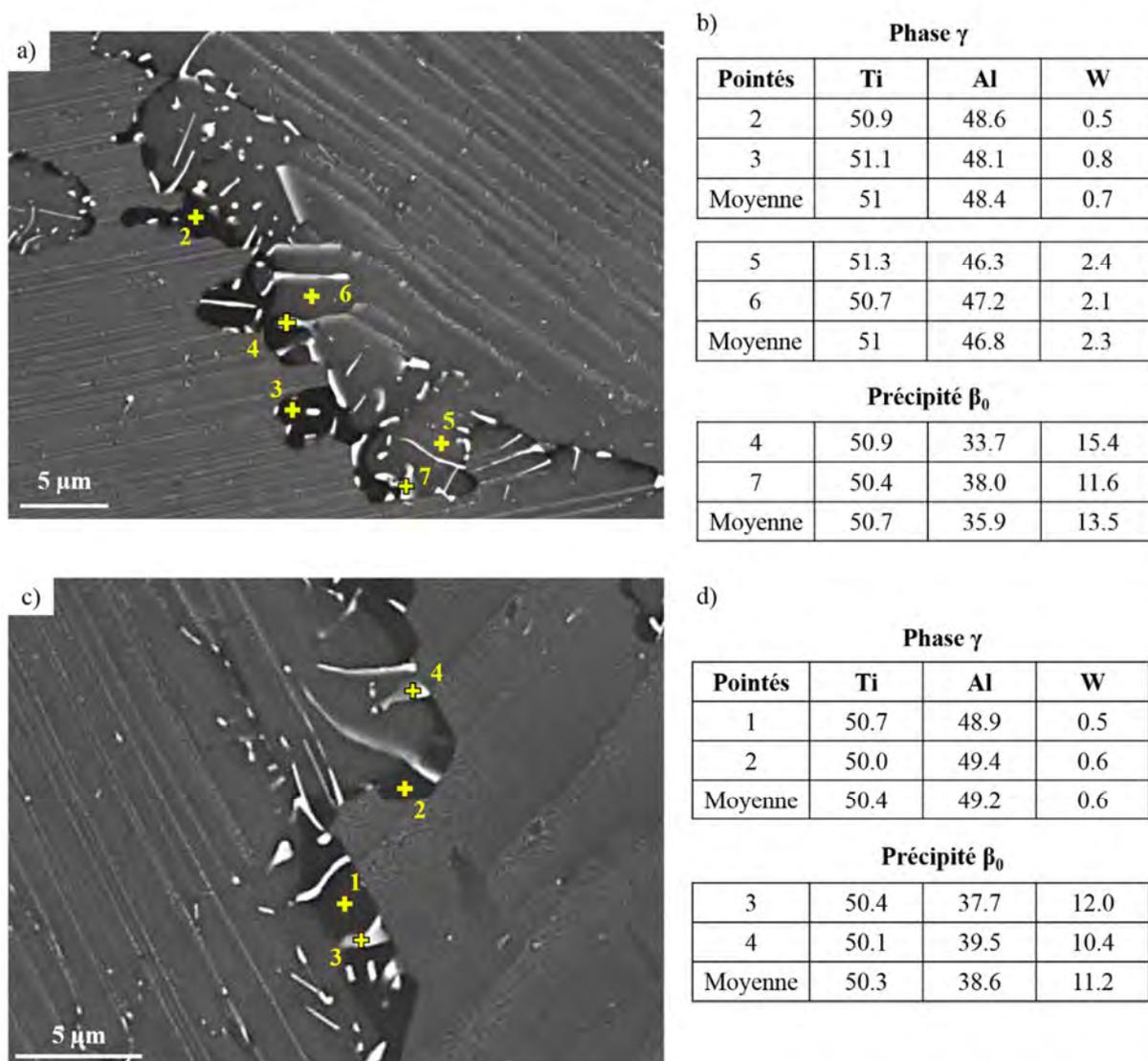


Figure VI-4 : IRIS vieilli à 750°C pendant 8200. (a) et (c) Micrographies par MEB des liserés ; (c) et (d) Résultats des pointés EDX en %atomique.

Des cartographies EDX ont aussi été réalisées, elles permettent de visualiser la répartition de W dans une large zone et de comparer de manière relative la composition chimique des échantillons vieillis et non vieillis (Figure VI-5). Encore une fois, on observe une plus faible teneur en W au sein des liserés de la microstructure vieilli. Notons que les zones appauvries en W se localisent toujours au niveau des joints de grains, nous n'avons pas rencontrés pour l'instant une région appauvrie au milieu d'un liseré. Les joints de grains liseré/zone lamellaire jouent probablement un rôle primordial dans cet appauvrissement en W.

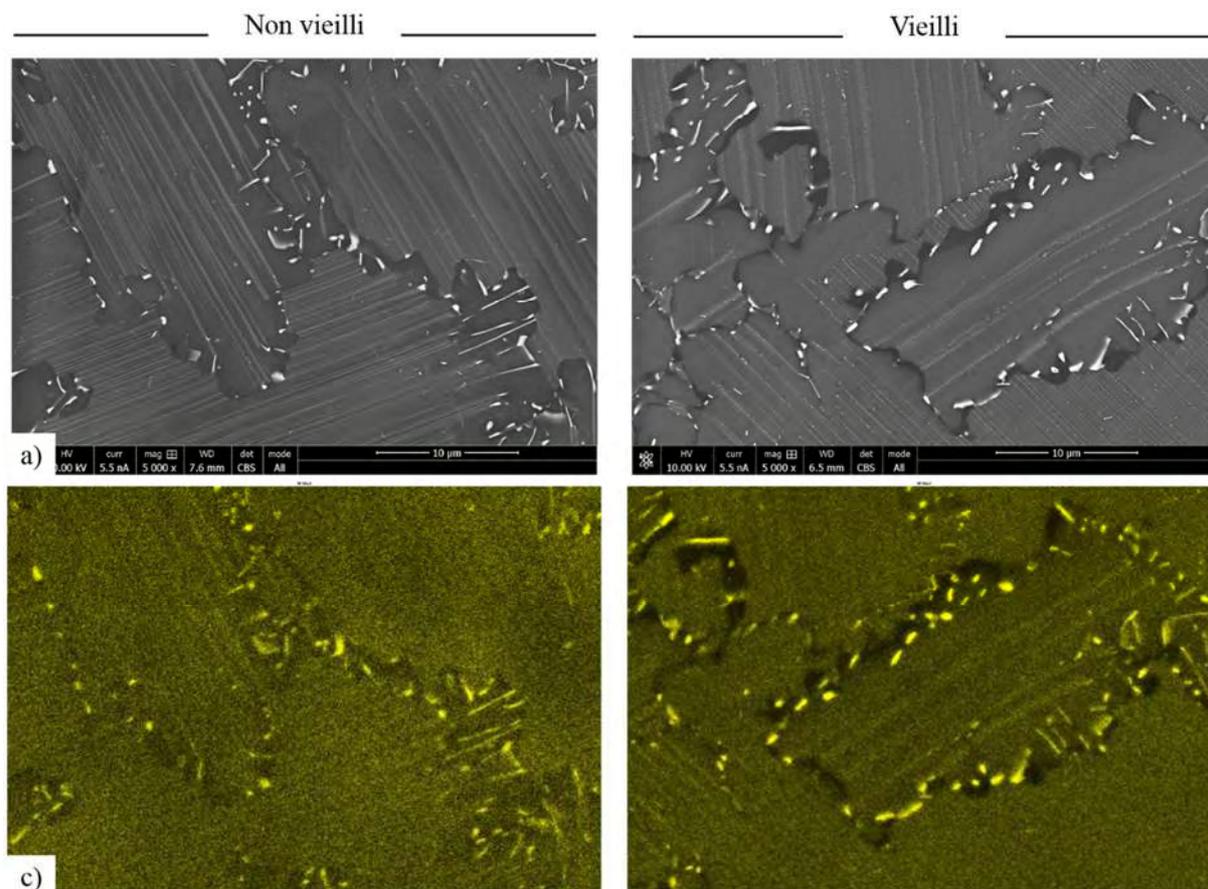


Figure VI-5 : Comparaison de la répartition chimique du W entre IRIS vieilli (750°C pendant 8200) et non vieilli : (a) et (b) Liserés ; (c) et (d) cartographies chimiques EDX du W (cartographie d'intensité du pic Ma1).

### III.2. Analyses chimiques à l'échelle microscopique (STEM-EDX)

Nous présentons ici des analyses de chimie locale à une échelle plus fine (STEM-EDX).

Des cartographies d'un liseré issu d'un échantillon non vieilli sont montrées sur la Figure VI-6. La répartition chimique des éléments dans la phase  $\gamma$  est homogène et les précipités  $\beta_0$  sont plus riches en W et plus faible en Al que le reste du liseré. Les pointés EDX indiquent que la teneur en W dans la phase  $\gamma$  de l'échantillon non vieilli est généralement supérieur à 1.9% (Figure VI-7). Ces résultats confirment les observations faites par MEB dans la partie précédente.

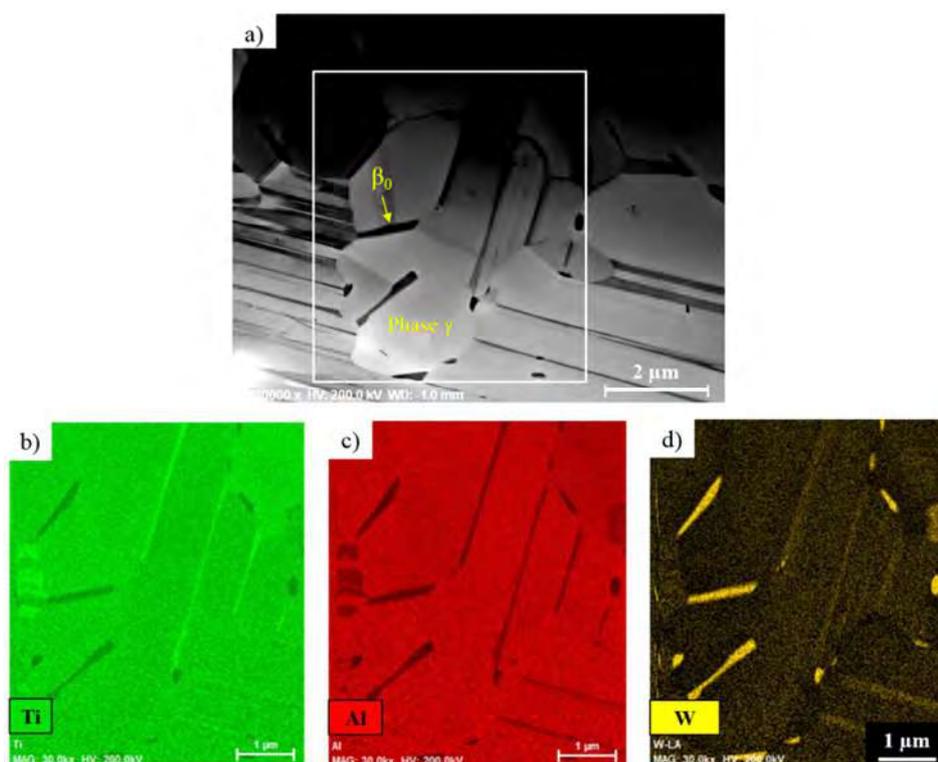


Figure VI-6: (a) Liseré non vieilli (échantillon brut SPS) ; (b) (c) (d) Cartographies chimiques par MET en % atomique de Ti, Al et W.

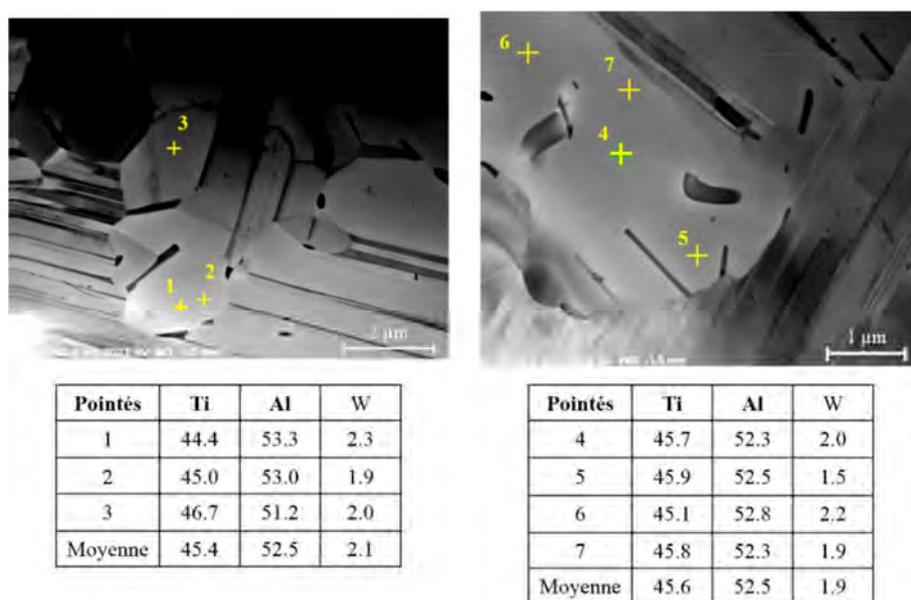


Figure VI-7: Résultats des pointés EDX par MET de deux liserés non vieillis.

Le même travail a été effectué sur l'échantillon vieilli. Le liseré provenant de l'échantillon vieilli présente quant à lui une région nettement délimitée, ayant une teneur plus faible en W que le reste du liseré (zone noire sur la Figure VI-8.d). Elle s'étend du joint de grain zone lamellaire/liseré jusqu'à un précipité  $\beta_0$  se trouvant au centre du grain. Les analyses chimiques montrent une concentration de 0.47% de W dans cette région (zone 2 sur Figure VI-9.a), alors que le reste du grain se compose de 1.88% de W (zone 1 sur Figure VI-9.a). Il y a une différence de composition d'environ 1.4% entre cette zone et le reste du liseré. Ce dernier a d'ailleurs une composition proche de celle du liseré non vieilli. Ces observations vont dans le même sens que les observations MEB effectuées précédemment.

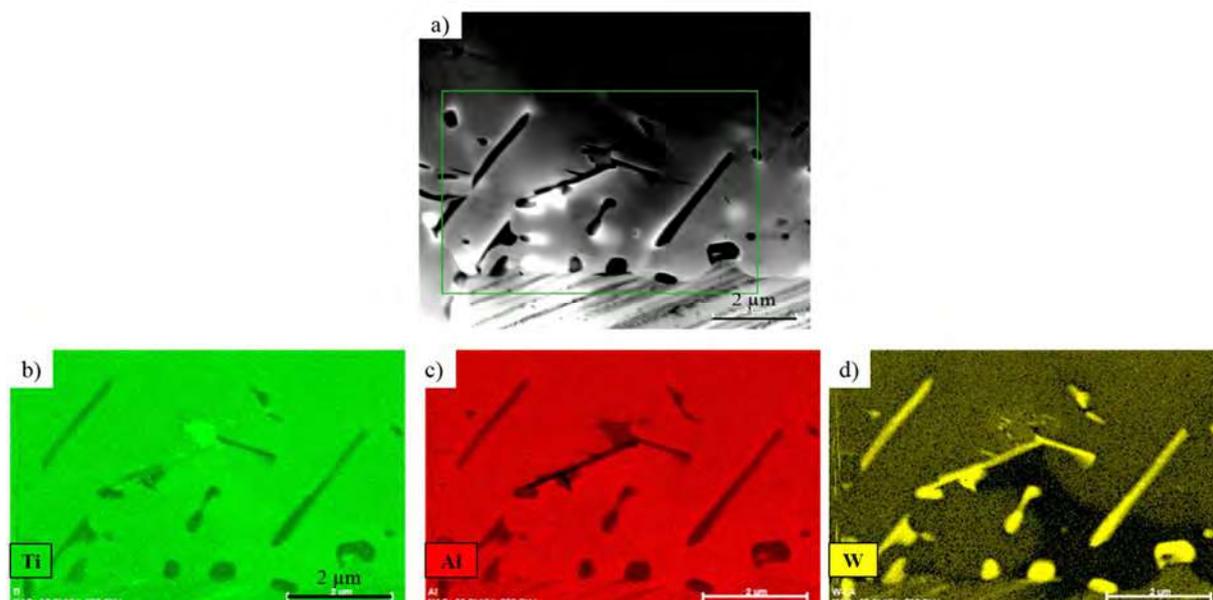
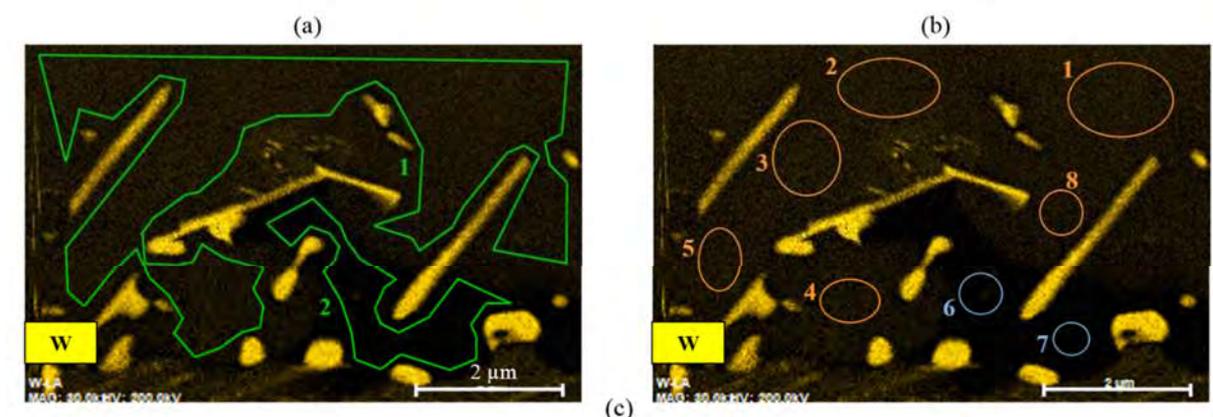


Figure VI-8: (a) Liseré vieilli à 750°C pendant 8200h ; (b) (c) (d) Cartographies chimiques par MET en % atomique de Ti, Al et W.



Zone	Ti	Al	W	Zone	Ti	Al	W	Zone	Ti	Al	W
1	48.64	49.48	1.88	1	48.8	49.21	1.99	6	48.78	50.67	0.55
2	48.63	50.9	0.47	2	48.64	49.29	2.07	7	48.18	51.38	0.44
Moyenne	48.63	50.19	1.18	3	47.99	50.02	1.99	Moyenne	48.48	51.03	0.50
				4	47.71	50.64	1.65				
				5	47.81	50.42	1.77				
				8	49.05	49.27	1.68				
				Moyenne	48.33	49.8	1.86				

Figure VI-9 : Liseré vieilli à 750°C pendant 8200h analysé par EDX-MET. (a) et (b) Zones des analyses chimiques ; (c) Tableaux des résultats en % atomique.

Une analyse autour d'un précipité  $\beta_0$  est présentée ci-dessous :

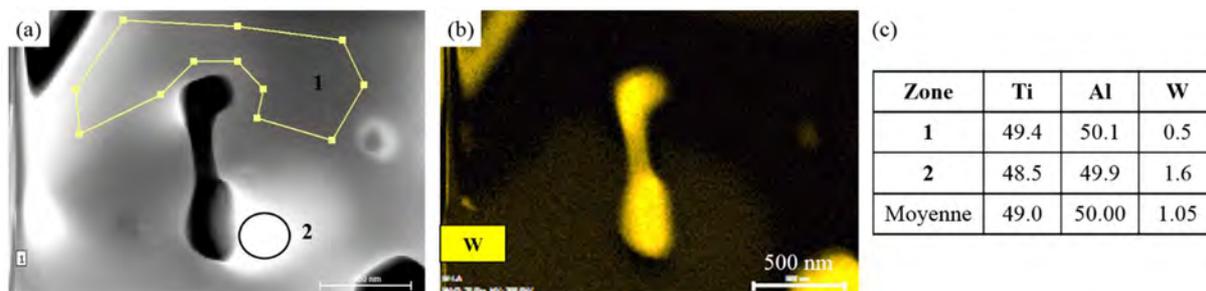


Figure VI-10: (a) Précipité  $\beta_0$  de l'échantillon vieilli et les zones d'analyses chimiques ; (b) Cartographie chimique du W ; (c) Résultats des analyses EDX en % atomique.

On distingue deux régions ayant des compositions différentes. La zone 2 contient 1.6% de W, soit 1.1% de W en plus que la zone 1, qui se compose de 0.5% de W seulement. Seule une partie est appauvrie en W et non l'ensemble du pourtour du précipité. L'appauvrissement en W touche donc encore une fois certaines régions plutôt que d'autres et ne se fait pas de manière uniforme.

Toutefois, la diminution de la teneur en W ne touche pas tous les liserés, il existe des grains qui ne présentent aucune anomalie chimique due au vieillissement. La Figure VI-11 présente un liseré contenant 1.8% de W en moyenne et sans région appauvrie en W. Ce taux est d'ailleurs similaire au taux d'un liseré non vieilli.

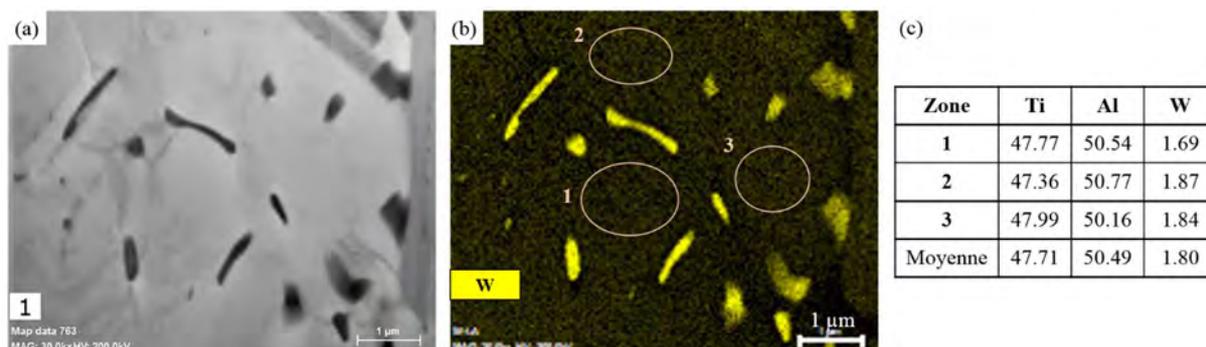


Figure VI-11 : (a) Liseré de l'échantillon vieilli ; (b) Cartographie chimique du W ; (c) Résultats des analyses EDX par MET en % atomique.

### III.3. Orientation des précipités $\beta_0$ dans les liserés

Le vieillissement à 750°C a clairement engendré la diminution en W de la phase  $\gamma$  et l'enrichissement en W des précipités  $\beta_0$ . Nous pouvons émettre l'hypothèse que ces derniers ont absorbé le W présent dans les phases voisines. Plus de détails vont être apportés dans la discussion (§VI.2). Ce processus d'absorption peut avoir comme effet l'augmentation de la taille des précipités  $\beta_0$  ou l'apparition de nouveaux précipités dans les liserés. Pour mieux caractériser ces phénomènes, nous avons entrepris une étude sur l'orientation cristallographique des précipités: si une nouvelle précipitation se produit, son orientation dépendra de celle de la phase  $\gamma$  à partir de laquelle elle a nucléé.

Il existe plusieurs modèles d'orientation entre la structure cubique centrée, correspondant aux précipités  $\beta_0$ , et la structure cubique à faces centrées, qui est celle de la phase  $\gamma$ . Le tableau ci-dessous présente les principaux modèles avec les relations d'orientation entre les plans et les directions cristallines :

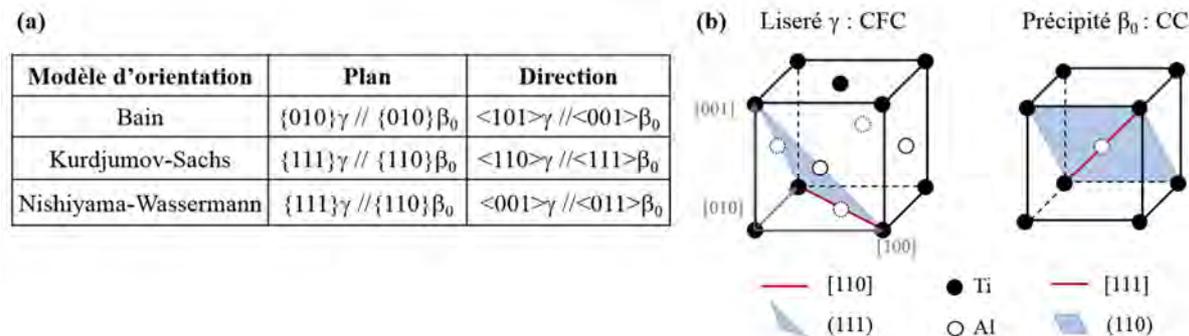


Figure VI-12: (a) Modèles d'orientation cristallographique entre les CFC et les CC ; (b) Représentation schématique du modèle Kurdjumov-Sachs sur les phases  $\gamma$  et  $\beta_0$ .

L'analyse de l'orientation des liserés  $\gamma$  et des précipités  $\beta_0$  va nous permettre de déterminer quel modèle s'applique à IRIS. D'un point de vue expérimental, l'étude de l'orientation cristalline a été menée selon les techniques de diffraction et de projections stéréographiques. Les projections stéréographiques de la phase  $\gamma$  et de chaque précipité ont été effectuées, puis superposées afin de déterminer les plans et directions qui sont parallèles dans chacune de ces deux phases.

Un liseré de l'échantillon non vieilli a déjà été caractérisé par Voisin et al (Figure VI-13) [64]. Les projections stéréographiques ont mis en évidence une relation d'orientation entre les deux phases : les plans et directions denses de 9 précipités sur 10 sont parallèles aux plans denses de la phase  $\gamma$ . Les précipités ne sont pas orientés selon le même pôle  $\{111\}$  mais sont distribués sur 3 pôles différents. On constate ainsi que les plans denses  $\{110\}$  de  $\beta_0$  sont parallèles à 3 des 4 plans denses  $\{111\}$  de  $\gamma$ . Par ailleurs, il avait été vérifié que les directions denses  $\langle 110 \rangle$  de  $\gamma$  étaient parallèles aux directions denses  $\langle 111 \rangle$  de  $\beta_0$ . Les deux phases s'orientent donc selon le modèle de Kurdjumov-Sachs. La Figure VI-12.b aide à visualiser ce type de relation d'orientation.

De plus, les précipités rectilignes tels que P7, P8 et P9 sont allongés selon la trace du plan de type  $\{111\}_\gamma$  qui est parallèle au plan dense du précipité. Prenons l'exemple des précipités P7 et P9, ils sont tous les deux allongés dans la même direction sur l'image MET. Selon la projection stéréographique, ils partagent aussi la même orientation et sont orientés selon le plan  $(1\bar{1}1)_\gamma$ . Leur direction d'allongement sur l'image coïncide avec la trace de ce plan (indiquée en pointillés rouges). Cette observation est aussi valable pour le précipité P8. On peut supposer que de manière générale, les précipités sont toujours allongés sous forme d'aiguilles, ceux ayant une forme ellipsoïdale telle que les précipités P1, P2 et P4 sont orientés perpendiculairement (ou presque) à la lame mince. La direction d'allongement du précipité correspond donc à la trace du plan de type  $\{111\}$  de la phase  $\gamma$  avec lequel le précipité partage la relation de K-S.

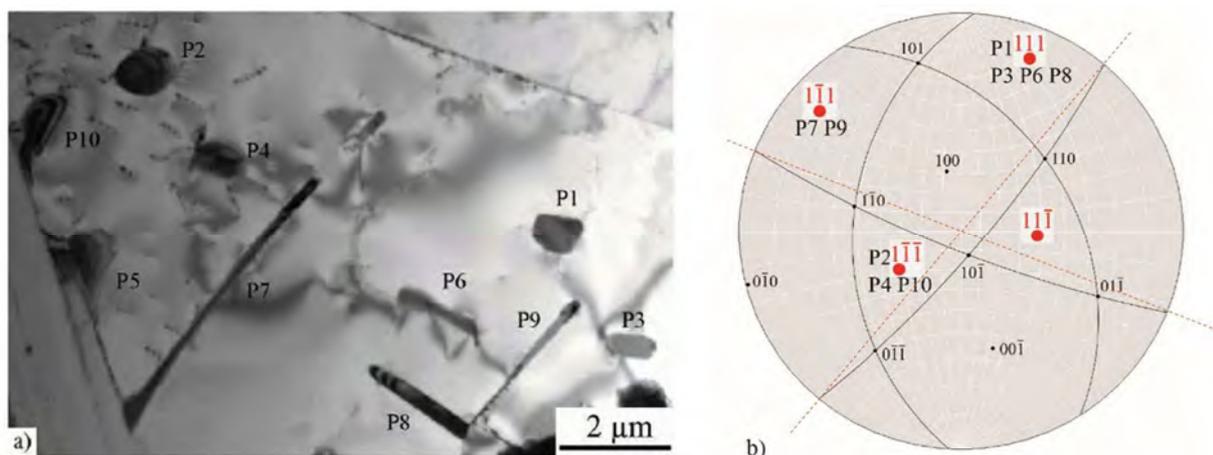


Figure VI-13: Etude de l'orientation cristallographique des précipités  $\beta_0$  par rapport au liseré  $\gamma$  dans l'échantillon non vieilli. (a) Liseré contenant 10 précipités notés P1 à P9 ; (b) Projection stéréographique du liseré  $\gamma$ . Les lettres P1 à P9 sont placées selon les pôles des plans  $\{110\}$  de  $\beta_0$  parallèles à un plan  $\{111\}$  de  $\gamma$ . Les plans denses  $\{110\}$  de  $\beta_0$  sont parallèles à 3 des 4 plans denses  $\{111\}$ .

Nous avons effectué le même travail sur l'échantillon vieilli. La Figure VI-15 présente le liseré et les précipités, notés P1 à P6, qu'on a caractérisé.

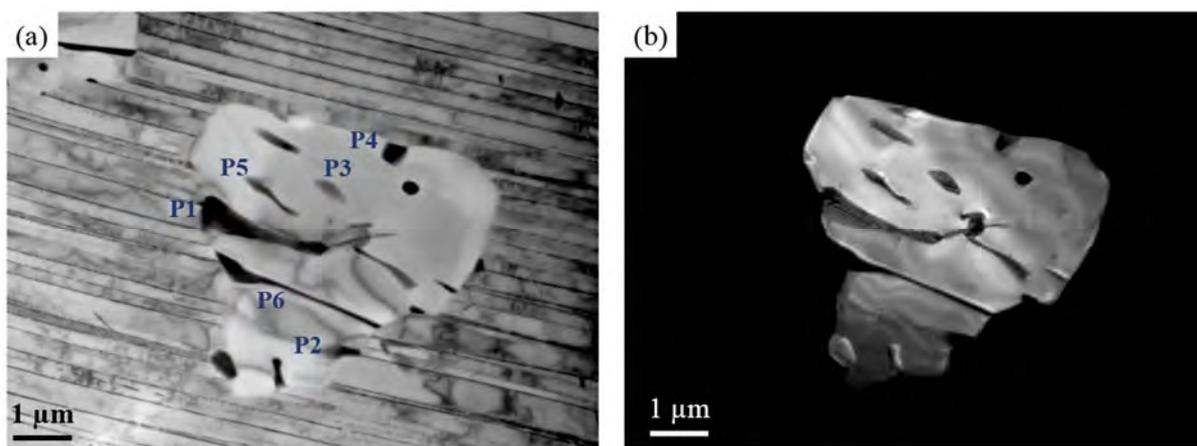


Figure VI-14: Micrographie MET de 6 précipités  $\beta_0$  d'un liseré dans IRIS vieilli à 750°C pendant 8200h, dont on a déterminé l'orientation. (a) Liseré  $\gamma$  ; (b) Champ sombre du grain.

Nous avons superposé la projection stéréographique de chaque précipité  $\beta_0$  avec celle de la phase  $\gamma$ , afin de vérifier que la relation de K-S lie ces deux phases. Un exemple de la démarche est donné par la projection stéréographique du précipité P3 et celle de la phase  $\gamma$  (Figure VI-15) : le plan (101) (en vert et en gras) est parallèle au plan  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  de la phase  $\gamma$  (en rouge gras) et la direction  $[1\bar{1}\bar{1}]_{\beta_0}$  est parallèle à  $[\bar{1}0\bar{1}]_{\gamma}$ . La même méthode a été utilisée pour les autres précipités. Ils vérifient tous la relation de K-S. Par ailleurs, comme dans l'exemple précédent [64], leurs plans de coïncidence se distribuent sur plusieurs plans  $\{111\}$ . De plus, la direction d'allongement des précipités correspond également à la trace du plan  $\{111\}$  de la phase  $\gamma$ . Si on formait une nouvelle précipitation (précipités tertiaires) on aurait aussi les plans de coïncidence distribués sur plusieurs plans  $\{111\}$ . Les précipités observés après vieillissement présentent les mêmes relations d'orientation que ceux observés à l'état initial. Donc, même si on ne peut pas exclure complètement la formation de précipités tertiaires, qui seraient en relations d'orientation K-S avec les plans de coïncidence distribués sur plusieurs plans  $\{111\}$ , nous pensons qu'il est plus probable que les précipités observés soient secondaires. L'appauvrissement en W de la phase  $\gamma$  conduit soit à une augmentation de la concentration en W dans les précipités, comme observé (Figure VI-3 et Figure VI-4), soit à une légère augmentation de leur taille, trop faible néanmoins pour être détectée.

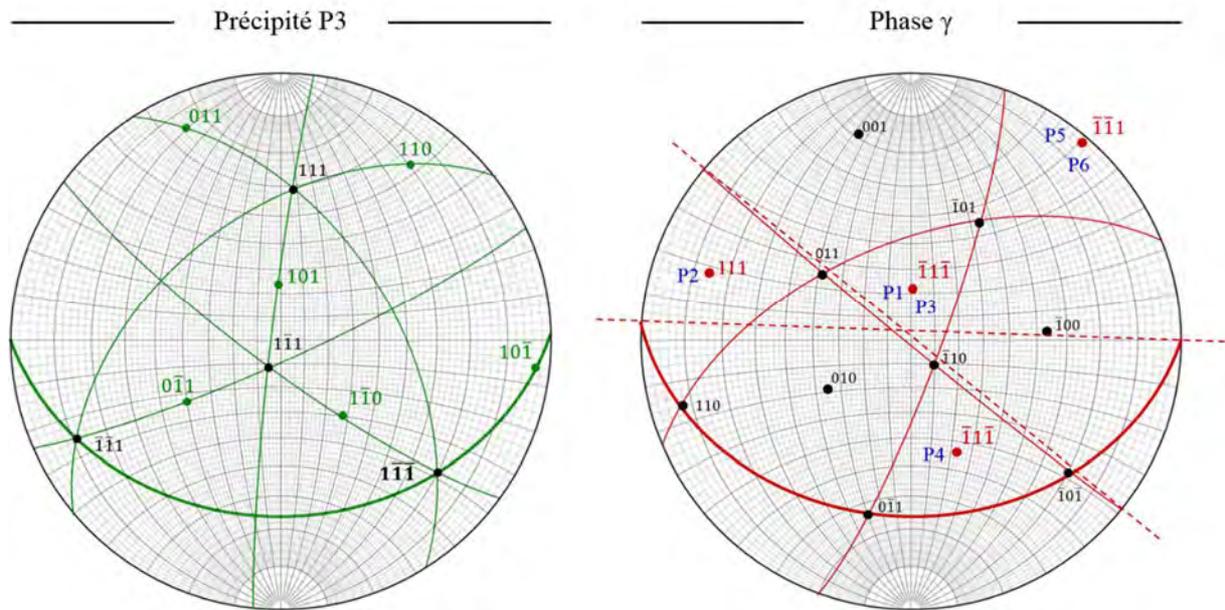


Figure VI-15 : Projection stéréographique du précipité P3 et du liseré vieilli. Le plan vert (101) du précipité P3 est parallèle au plan  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  de la phase  $\gamma$ . Les précipités  $\beta_0$  (notés P1 à P6) partagent une orientation commune avec la phase  $\gamma$  suivant ses plans denses  $\{111\}$ . En pointillés rouges, les traces des plans  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  et  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ .

### III.4. Conclusions

Les analyses de chimie locale sur les liserés d'une microstructure non vieilli (provenant directement d'une pastille SPS) indiquent que la phase  $\gamma$  d'un liseré a une composition d'environ : 49.9% de Ti, 48.1% d'Al 2.2% at. de W (Figure VI-3.a). Certains liserés non vieillis présentent une légère hétérogénéité chimique avec des régions  $\gamma$  qui contiennent moins de 2% de W (Figure VI-3.b).

L'effet du vieillissement d'un échantillon à 750°C pendant plus de 8000h a été étudié. Les observations par MEB et MET n'ont pas mis en évidence une modification de la morphologie des liserés par le vieillissement. Ce dernier a plutôt engendré une diffusion des éléments chimiques : un enrichissement en W des précipités  $\beta_0$  (Figure VI-3 et Figure VI-4) et un fort appauvrissement en W de la phase  $\gamma$ . Au sein d'un même liseré, certaines régions  $\gamma$  se distinguent par une faible teneur en W, moins de 0.7%.at, pendant que d'autres conservent une composition de plus de 2%, du même ordre que celle mesurée dans les liserés non vieillis. Nous pouvons alors émettre l'hypothèse que les précipités  $\beta_0$  absorbent le W contenu dans la phase  $\gamma$  pendant le vieillissement [18]. Les conséquences possibles de ce processus seraient la croissance de nouveaux précipités ou l'augmentation de la taille des précipités déjà présents. Enfin, les régions appauvries en W au sein des liserés vieillis sont localisées uniquement vers les joints de grain liseré/zone lamellaire, ce qui suggère que ces derniers sont impliqués dans la diffusion des éléments chimiques.

Par ailleurs, nous avons étudié l'orientation cristalline des précipités  $\beta_0$  par rapport à la phase  $\gamma$  dans l'état vieilli. Le traitement thermique n'a eu aucune influence sur les orientations cristallines des précipités : la relation d'orientation Kurdjumov-Sachs, liant les phases  $\beta_0$  et  $\gamma$  dans l'état non vieilli, est vérifiée. Si on postule que le vieillissement a engendré une nouvelle précipitation, celle-ci vérifiera la relation de Kurdjumov-Sachs et nous ne pourrons pas la distinguer de la précipitation antérieure au vieillissement. Néanmoins, on observerait dans ce cas une augmentation du nombre de précipités. L'augmentation du nombre de précipités est difficilement quantifiable, l'idéal serait d'observer en direct le vieillissement de la microstructure. Opération à son tour complexe à une température avoisinant les 750°C. Si la température a plutôt participé à l'augmentation de la taille des précipités, ces derniers conservent la relation d'origine qu'ils avaient avec la phase  $\gamma$ . Nous pensons que cette deuxième hypothèse est plus probable, car nous ne constatons pas de variation flagrante du nombre de précipités.

## IV. Evolution microstructurale des colonies lamellaires

Intéressons-nous à présent au vieillissement des zones lamellaires. Des observations MEB et MET ont été menées, puis complétées par les analyses chimiques.

### IV.1. Vue générale par MEB

La Figure VI-16 montre les différences entre un échantillon vieilli et non vieilli : après vieillissement une importante précipitation a lieu sur l'ensemble des lamelles des grains lamellaires. Ces nouveaux précipités prennent l'aspect de fines aiguilles orientées dans des directions précises (Figure VI-17). Ils forment des rangées parallèles aux lamelles et se concentrent dans les lamelles que nous avons par la suite identifiées comme étant la phase  $\alpha_2$ .

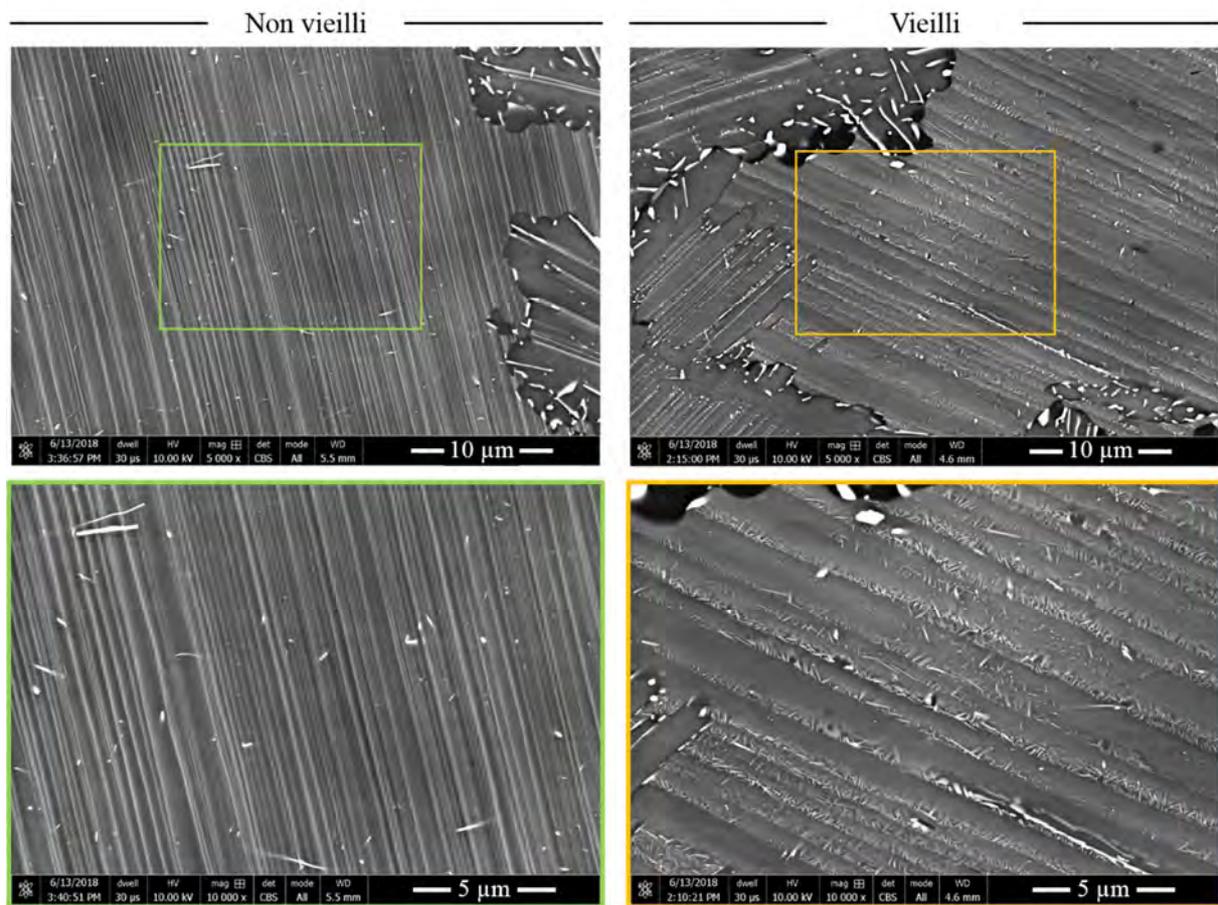


Figure VI-16: Microstructures d'IRIS non vieilles (brut SPS) et vieilles à 750°C pendant 8200 h (micrographies par MEB en mode BSE).

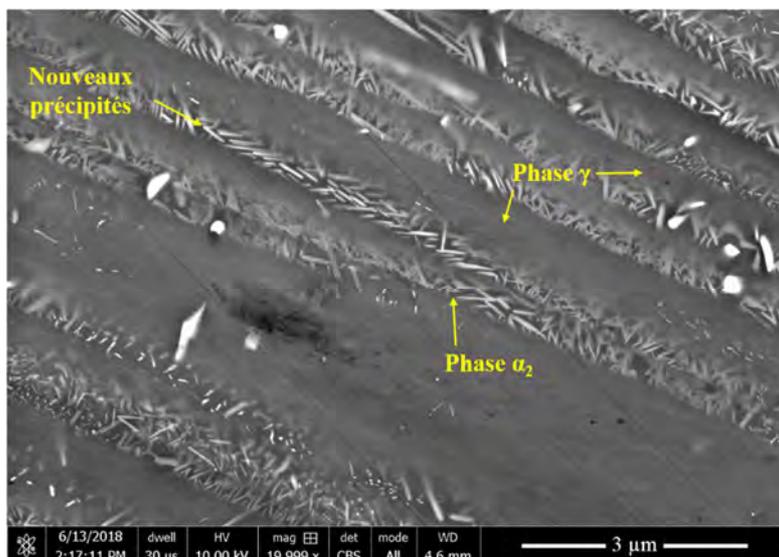


Figure VI-17 : Précipitation dans une zone lamellaire de l'échantillon vieilli.

Plusieurs articles nous éclairent sur la nature de ces précipités : il s'agit de la phase  $\beta_0$  ayant une structure cubique centrée avec un paramètre de maille  $a = 0.3208 \text{ nm}$  [122] [123] [124] [125]. Cependant, les mécanismes de leur formation ne sont pas encore clairement établis, et plusieurs hypothèses ont été avancées. Elles seront discutées par la suite.

La Figure VI-18 présente les résultats d'analyses EDX de différentes colonies lamellaires : 2.5% en moyenne dans l'échantillon vieilli contre 2.4% dans le non vieilli. L'ensemble de nos analyses montre que la teneur en W varie selon les zones analysées, entre 2.3 et 2.6% dans les deux microstructures. Il n'y a donc pas un écart significatif entre les deux échantillons au niveau des teneurs en W.

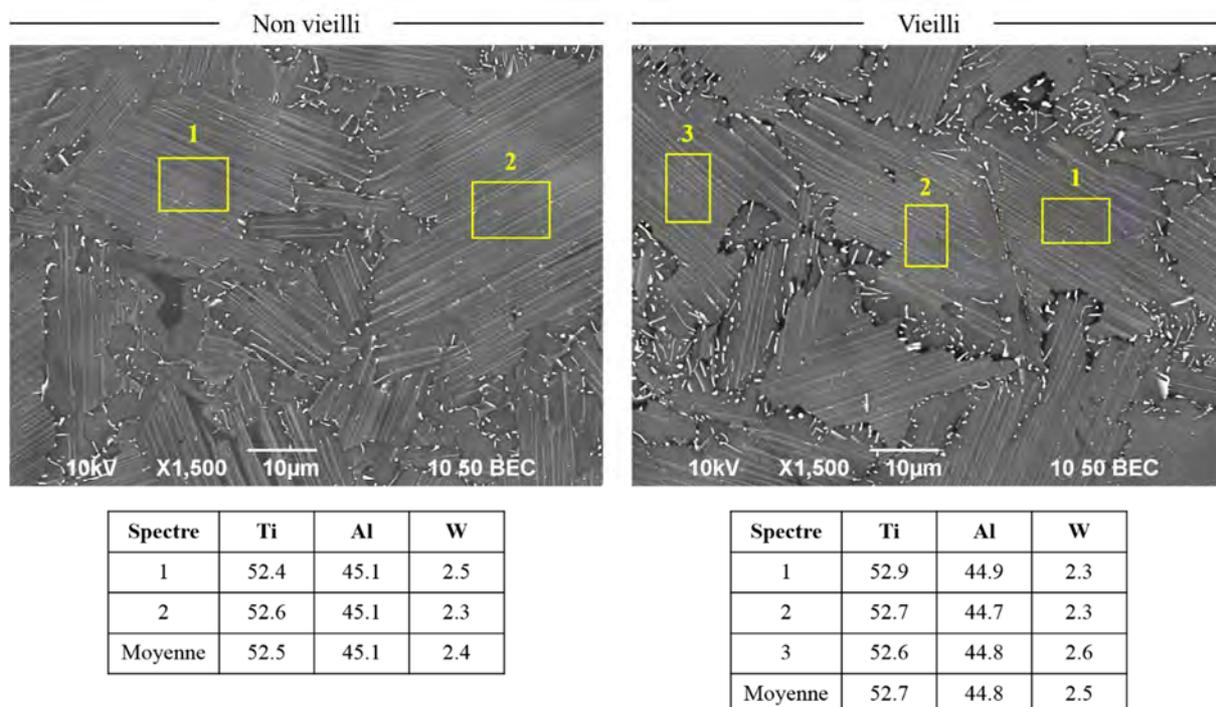


Figure VI-18 : Résultats d'analyses EDX menées sur les zones lamellaires de l'échantillon non vieilli (brut SPS) et vieilli (à 750°C pendant 8200h) en % atomique.

Malgré une précipitation significative, les compositions chimiques des zones lamellaires vieilles et non vieilles sont équivalentes. Nous savons à présent que dans le cas des liserés, les précipités  $\beta_0$  absorbent le W dissous dans la phase  $\gamma$ , ce qui a tendance à appauvrir cette dernière.

#### IV.2. Analyses chimiques à l'échelle microscopique (STEM-EDX)

Les analyses chimiques locales présentées dans cette partie ont été effectuées en mode STEM, pour bénéficier d'une résolution latérale de l'ordre de 4 nm.

#### IV.3. Microstructure de l'état non vieilli

Des cartographies chimiques d'une zone lamellaire non vieilli sont présentées ci-dessous :

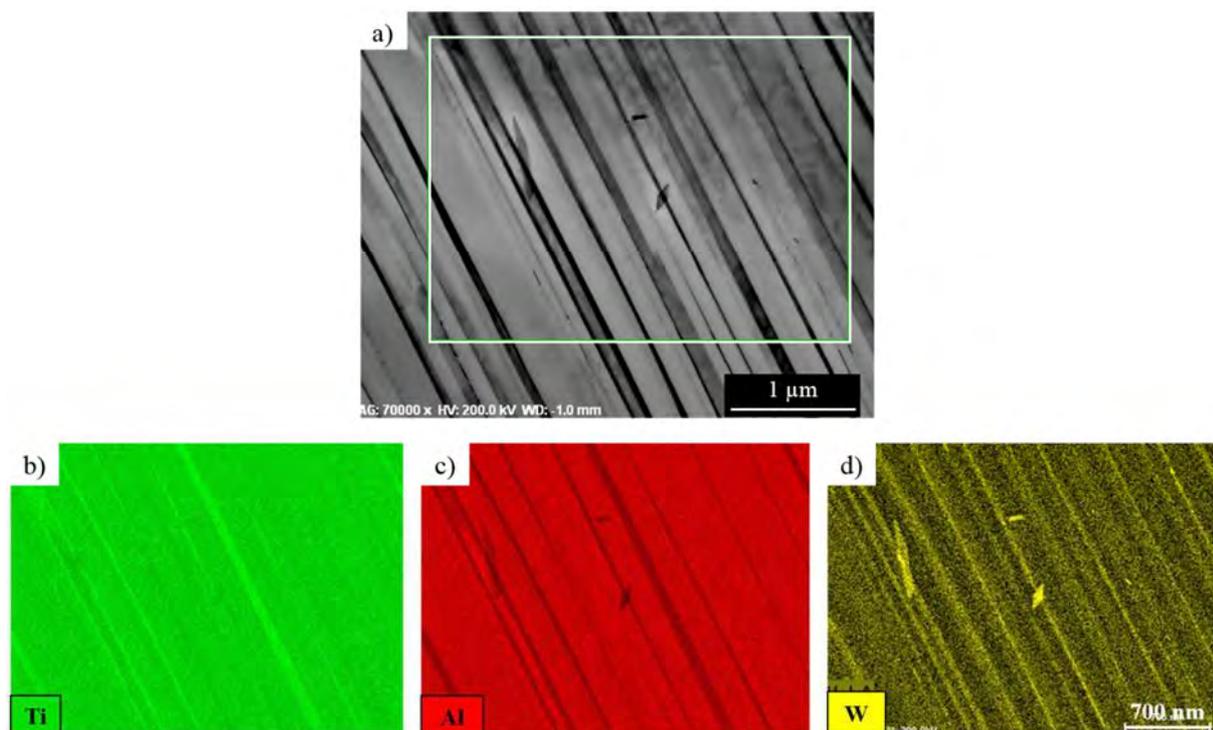


Figure VI-19: (a) Zone lamellaire non vieilli ; (b) (c) (d) Cartographies chimiques EDX-MET de Ti, Al et W.

On distingue une différence de composition entre les lamelles, une alternance entre lamelles riches et pauvres en W. La phase  $\alpha_2$  est en effet plus chargée en W et plus faible en Al que la phase  $\gamma$ . La plus grande solubilité du W dans la phase  $\alpha_2$  est conforme à plusieurs résultats de la bibliographie [126] [127] [128]. On distingue aussi la présence de quelques précipités, particulièrement visibles sur la cartographie du W.

Les compositions chimiques de ces deux types de lamelles sont présentées sur la Figure VI-20. Les lamelles claires (zones 1, 2, 4, 6 et 7) contiennent moins de 1.93% de W et correspondent aux lamelles  $\gamma$  alors que les lamelles sombres (zones 3 et 5), correspondant aux lamelles  $\alpha_2$  en contiennent plus de 2.68% en moyenne. Les lamelles  $\alpha_2$  ont alors une teneur en W supérieure aux autres régions, avec une différence d'environ 0.8%. De plus, entre les lamelles d'une même phase, nous avons une dispersion au niveau des compositions chimiques. Les analyses de la Figure VI-21 corroborent cette remarque : des pointés (pointés 8 et 9) sur deux lamelles  $\gamma$  d'une même zone lamellaire ont un écart d'environ 0.4% en W et une ligne de profil le long de lamelles montre que les teneurs chimiques varient légèrement.

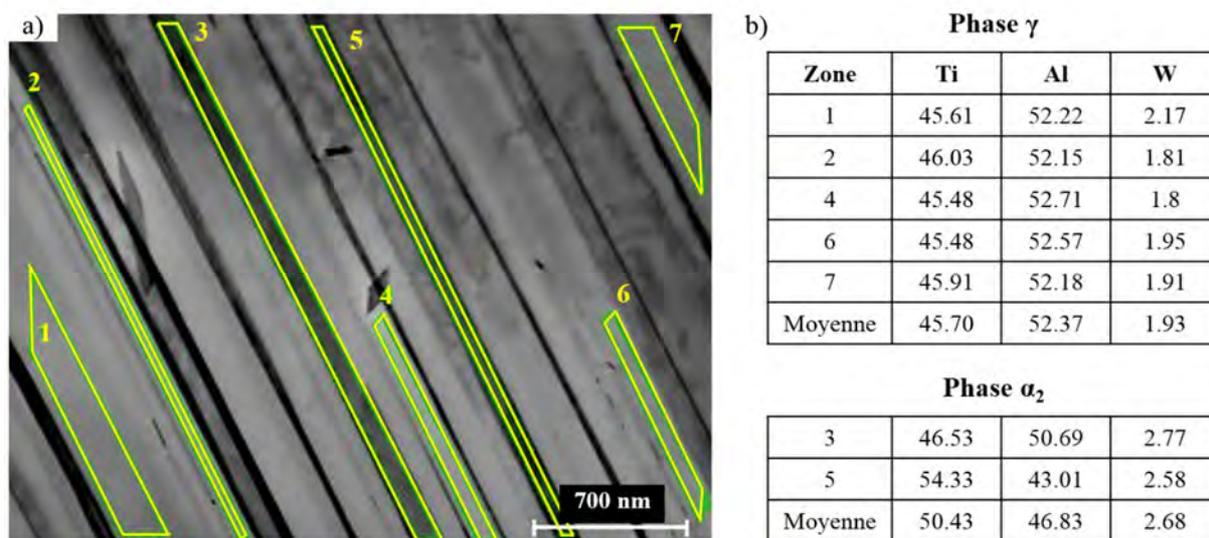


Figure VI-20: Analyses EDX-MET sur l'échantillon non vieilli. a) Zone lamellaire avec l'emplacement des zones analysées ; b) Résultats en % atomique.

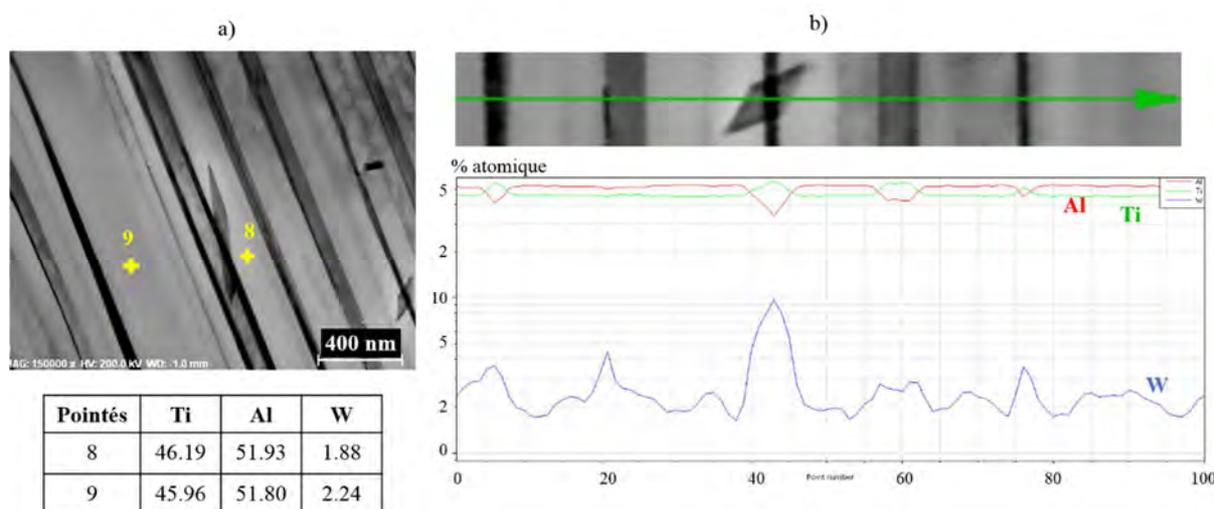


Figure VI-21: Analyses chimiques des lamelles d'une zone lamellaire dans l'échantillon non vieilli. a) 2 pointés EDX dans deux lamelles différentes ; b) Ligne de profil perpendiculaire aux lamelles avec son spectre EDX.

De manière générale, dans les zones lamellaires d'IRIS non vieilli, les lamelles  $\alpha_2$  sont plus riches en W et plus faibles en Al que les lamelles  $\gamma$ , les écarts de composition entre ces phases étant notablement plus élevés que les fluctuations de compositions observées à l'intérieur d'une phase donnée.

#### IV.4. Microstructure de l'état vieilli

Concentrons-nous à présent sur l'échantillon vieilli. Les cartographies de la Figure VI-22 montrent qu'il y a une forte précipitation dans la microstructure vieilli, absente dans le non vieilli, comme nous l'avons montré auparavant. Les précipités s'organisent en rangées parallèles aux directions des lamelles et contiennent plus de W que le reste des phases en présence. L'alternance de lamelles riches et pauvres en W, présente dans la colonie lamellaire non vieilli, a disparu et en dehors des précipités, la teneur en W semble être uniforme dans la colonie lamellaire. Nous avons émis l'hypothèse auparavant que dans le cas des liserés, les précipités  $\beta_0$  absorbent le W présent dans la phase  $\gamma$ . Si on applique le même raisonnement aux zones lamellaires, la précipitation engendrée par le vieillissement a absorbé le W présent dans les phases voisines et appauvri ces dernières. Sachant que la phase  $\alpha_2$  est la plus riche en W dans les colonies lamellaires, l'appauvrissement en W peut aussi avoir affecté cette phase.

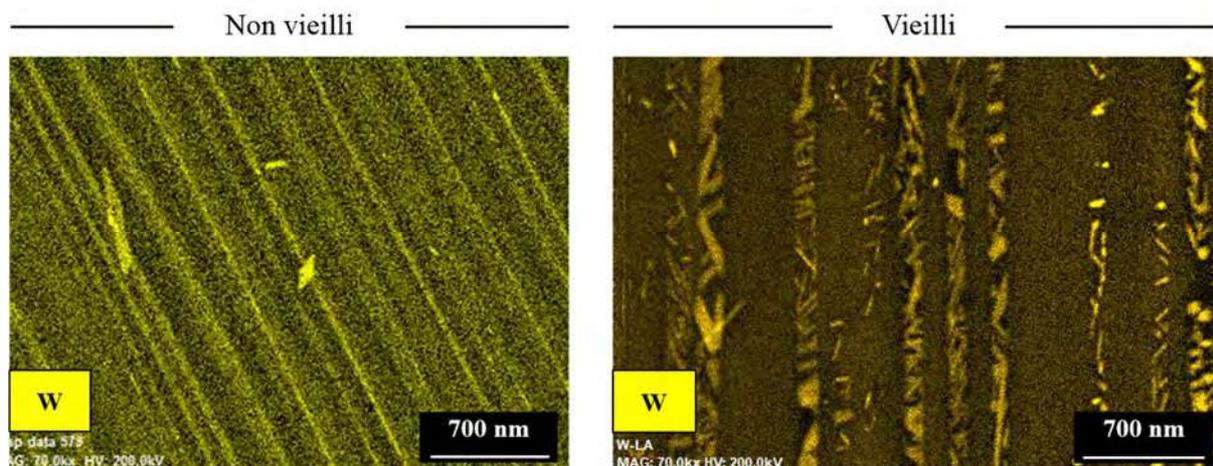


Figure VI-22 : Cartographies du W dans une zone lamellaire vieillie.

Un autre exemple d'une zone lamellaire vieillie est donné sur la Figure VI-23. Dans cet exemple, les rangées des précipités sont côte à côte.

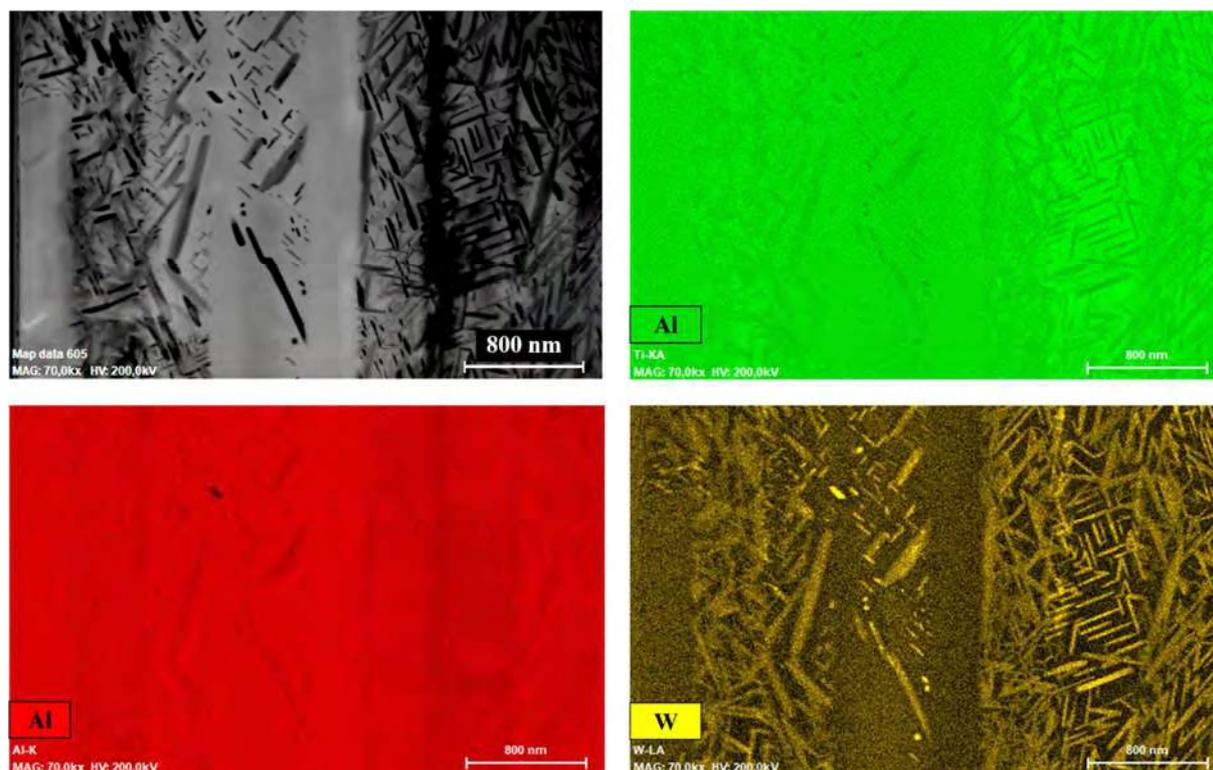


Figure VI-23: Cartographies EDX d'une zone lamellaire de l'échantillon vieillie. (Figure champ clair : sombre).

Des analyses de chimie locales dans une lamelle entre deux rangées de précipités sont présentées sur la Figure VI-24: la teneur en W est en moyenne de 2.1%.at et les valeurs obtenues entre les différents pointés sont ici remarquablement reproductibles, avec une dispersion de moins de 0.1%. Nous retrouvons ainsi des valeurs de concentration en W proches de celle obtenue dans les lamelles  $\gamma$  avant vieillissement, soit environ 2%.at. Cela suggère que les lamelles  $\gamma$  ne sont pas touchées par le vieillissement, et que seules les lamelles  $\alpha_2$  fournissent le W nécessaire à la nucléation de précipités.

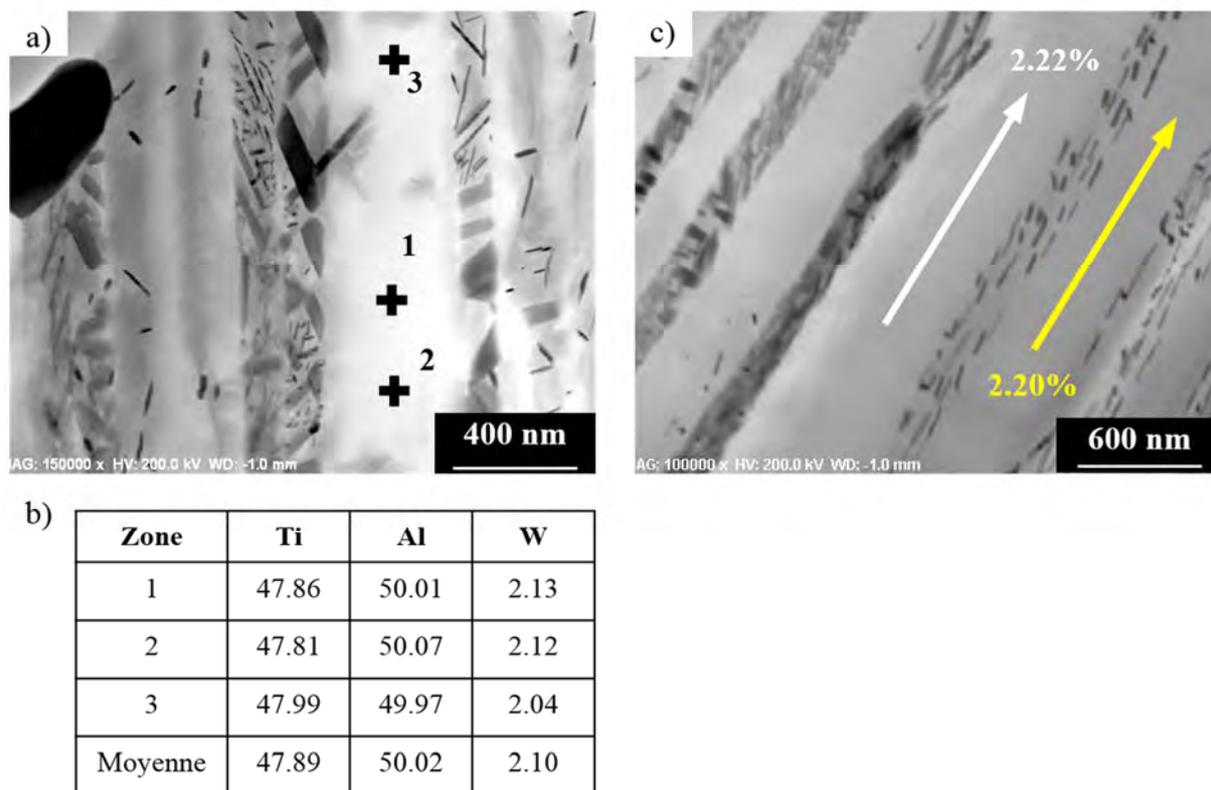


Figure VI-24: Zones lamellaires de l'échantillon vieilli. (a) Image de la zone avec l'emplacement des pointés ; (b) Tableaux des résultats des pointés EDX ; (c) Lignes de profil le long de lamelles avec le % at. en W.

#### IV.5. Orientation des précipités $\beta_0$ dans les colonies lamellaires

La Figure VI-25 montre que les précipités  $\beta_0$  croissent dans des directions précises et non de manière aléatoire, plusieurs orientations se trouvent le long d'une seule lamelle. Afin d'étudier les relations d'orientation entre les précipités et les phases avoisinantes ( $\alpha_2$  et  $\gamma$ ), nous avons choisi de travailler sur des matériaux déformés en fatigue à  $\Delta\varepsilon/2 = 0.6\%$  à  $800^\circ\text{C}$ . La microstructure de ces éprouvettes se caractérise aussi par une précipitation dans les colonies lamellaires, mais en plus faible proportion que la microstructure vieillie à  $750^\circ\text{C}$  pendant plus de 8000h, ce qui nous permet d'étudier plus facilement les orientations. Cette précipitation plus faible s'explique probablement par la durée du vieillissement : les échantillons déformés en fatigue ne sont soumis que pendant quelques heures à une forte température. On distingue que les précipités sont organisés sous forme de fines aiguilles et se sont développés dans cinq directions bien précises. Ces dernières sont signalées par les couleurs de la Figure VI-25.b. Les précipités  $\beta_0$  croissent selon les directions cristallines des phases en présence, ainsi il est fort probable que leur croissance se fait selon des plans et directions de la phase  $\alpha_2$  ou  $\gamma$ . Si leur orientation dépend de la phase  $\gamma$  nous allons retrouver les relations d'orientations entre cubique faces centrées (phase  $\gamma$ ) et cubique centrée (phase  $\beta_0$ ) présentées dans la Figure VI-12, si leur orientation dépend de la phase  $\alpha_2$ , il s'agit donc de relations d'orientation entre une structure cubique centrée et une structure hexagonale compacte.

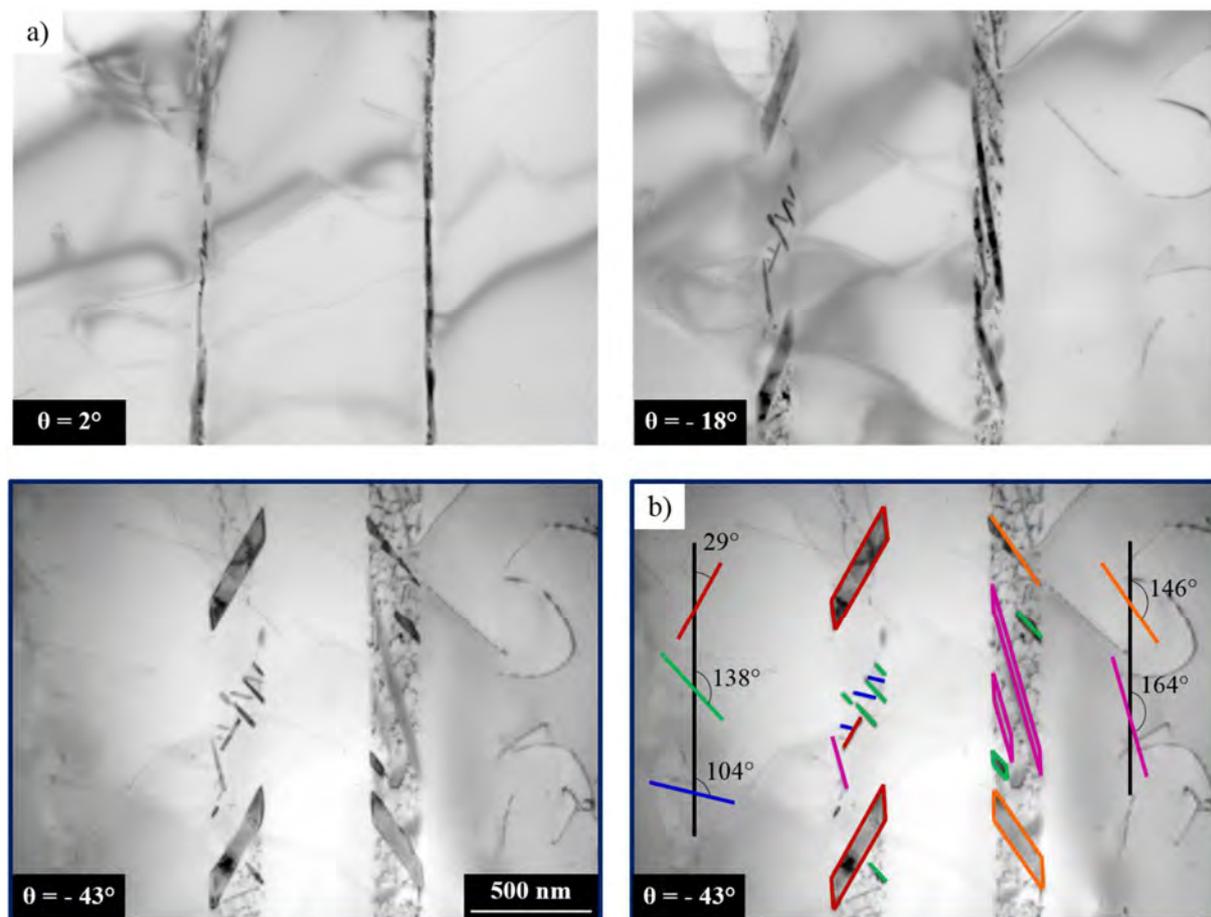


Figure VI-25: Précipités dans les zones lamellaires, observés pour différentes inclinaisons du porte objet. a) Image obtenue à différentes inclinaisons; b) Zone inclinée à  $-43^\circ$  avec 5 directions de croissance des précipités, chaque direction correspond à une couleur.

Nous avons tout d'abord analysé l'orientation de chaque lamelle entre les rangées des précipités en effectuant des clichés de diffraction et en traçant la projection stéréographique de ces lamelles. Ceci a confirmé qu'il s'agit bien de lamelles de la phase  $\gamma$ , comme on peut le voir sur la Figure VI-26.(a) et (b). L'analyse des projections stéréographiques a montré que les 3 lamelles  $\gamma$  étudiées présentent la même orientation. Rappelons qu'au sein d'une même zone lamellaire, les lamelles  $\gamma$  peuvent avoir 6 orientations différentes, comme expliqué dans le chapitre bibliographique (Chapitre I §II.6). Nous avons montré précédemment que les précipités  $\beta_0$  dans les liserés sont allongés suivant la trace de la direction dense en commun avec la direction dense de la phase  $\gamma$  ( $\langle 110 \rangle_\gamma // \langle 111 \rangle_{\beta_0}$ ). Dans le cas des zones lamellaires, les directions indiquées en couleur sur la Figure VI-26.(a) ne correspondent à aucune direction ni trace de la projection stéréographique de la phase  $\gamma$  (Figure VI-26.c). La croissance des précipités ne dépend donc pas de la phase  $\gamma$ , mais pourrait dépendre de la phase  $\alpha_2$ . De plus, les spectres DRX ont montré que la précipitation engendrait la dissolution de la phase  $\alpha_2$ , ce qui corrobore cette hypothèse.

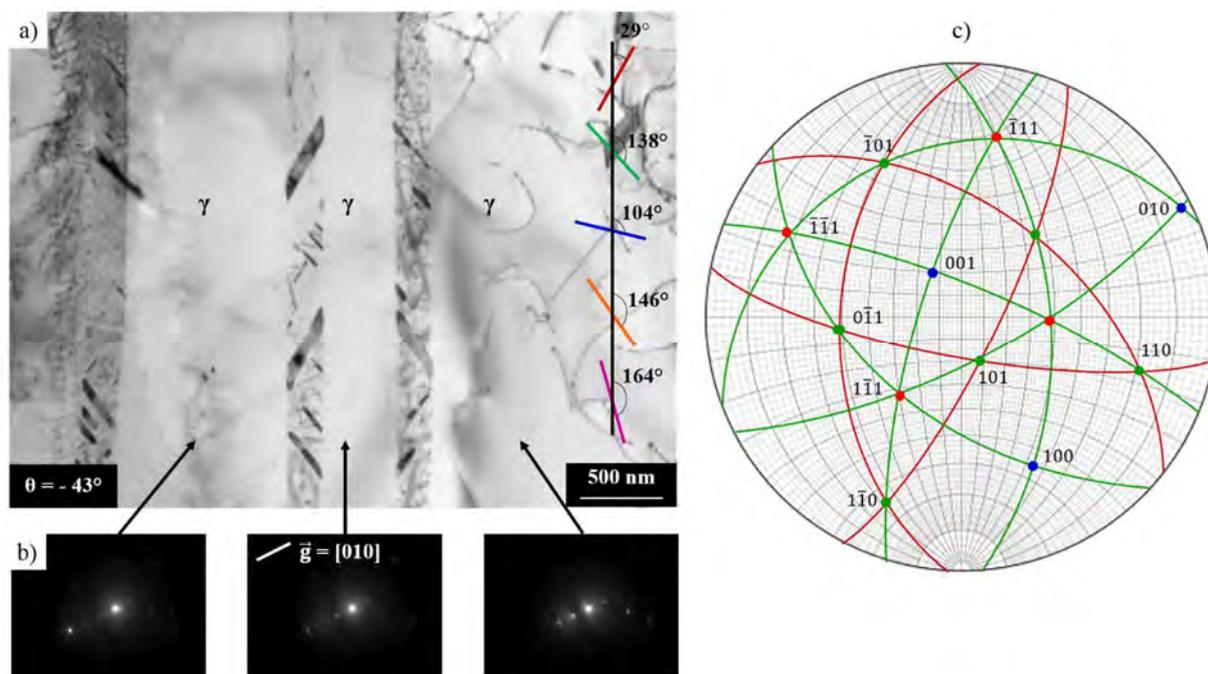


Figure VI-26: a) Zone lamellaire avec les directions des précipités en couleurs ; b) Clichés de diffraction correspondant aux lamelles ; c) Projection stéréographique de la phase  $\gamma$ .

## V. Influence du vieillissement sur les propriétés en traction

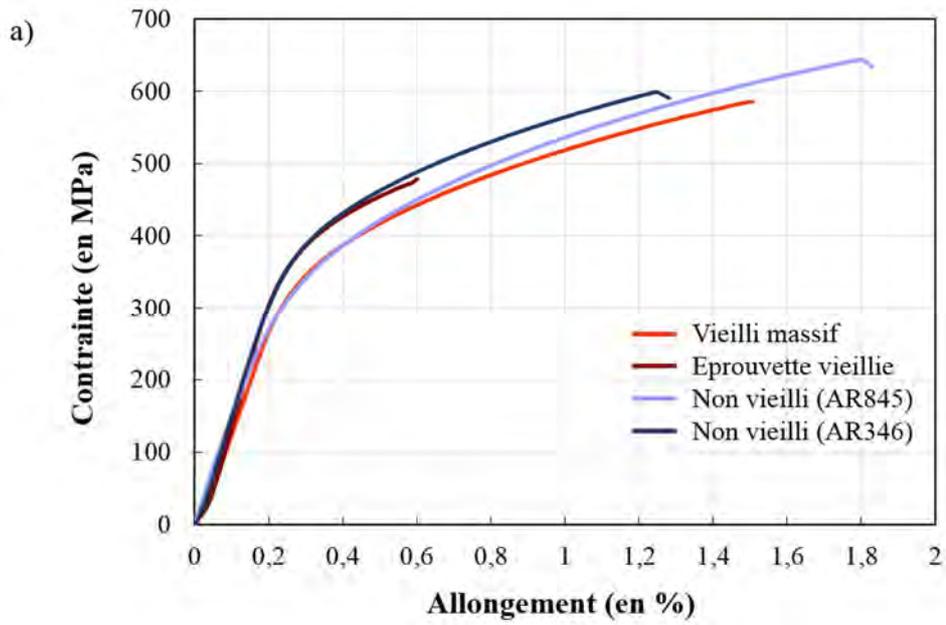
Nous présentons ici succinctement l'influence du vieillissement à 800°C pendant 500 h sous air, sur les propriétés du matériau en traction à température ambiante. Pour cela, le vieillissement a été appliqué de deux manières différentes :

- un traitement thermique effectué sur des échantillons massifs, dans lesquels des éprouvettes de traction ont ensuite été prélevées. On s'intéresse dans ce cas à l'effet du vieillissement en volume, sans contribution de l'oxydation en surface. Cet état sera dénommé « vieilli massif » ;
- un traitement thermique effectué sur des éprouvettes de traction. On s'intéresse ici à l'influence combinée du vieillissement en volume et de l'oxydation en surface. Cet état sera dénommé « vieilli éprouvette ».

Nous comparons dans la Figure VI-27 les propriétés en tractions des échantillons vieillis (vieilli massif et vieilli éprouvette) et non vieillis (brut SPS) :

- l'éprouvette vieillie présente l'allongement le plus bas, soit 0.3%, alors que l'échantillon vieilli massif présente un allongement de 1.1%. La limite d'élasticité a quant à elle diminué de 30MPa par rapport à l'éprouvette vieillie ;
- les éprouvettes non vieilles présentent un allongement allant de 0.9 à 1.3%, équivalent à celui de l'éprouvette issue d'un matériau vieilli (soit 1.1%). Globalement, les comportements de l'état vieilli massif et non vieilli sont proches.

La chute de l'allongement dans le cas de l'éprouvette vieillie est probablement due à la couche d'oxyde formée à la surface de l'éprouvette. Concernant l'éprouvette issue d'une pastille vieillie, les résultats sont encourageants, les propriétés mécaniques ne sont pas affectées et présentent très peu de variations par rapport à un matériau non vieilli.



b)

Référence	Mode de vieillissement	Microstructure	E (GPa)	$\sigma_{e0.2\%}$ (MPa)	$\sigma_m$ (MPa)	A (%)
AS675	Vieilli massif	Proche lamellaire	137	422	586	1.1
AR952	Vieilli éprouvette	Proche lamellaire	166	453	479	0.3
AR845	Aucun	Proche lamellaire	119	433	644	1.3
AR346	Aucun	Proche lamellaire	151	465	600	0.9

Figure VI-27: a) Courbes de traction d'échantillons vieillis (800°C pendant 500 h sous air) et non vieillis ; b) Tableau des résultats.

## VI. Synthèse et discussion

Dans ce chapitre, nous avons étudié le vieillissement de l'alliage IRIS à une température de 750°C pendant 8200h. La microstructure obtenue après vieillissement a été comparée à l'état non vieilli, directement issu d'une pastille SPS. Dans les deux cas, la microstructure est proche lamellaire à petits grains, telle qu'obtenue après élaboration par SPS dans les conditions 1290°C / 50 MPa / 2 minutes.

### VI.1. Caractérisation de l'état initial (non vieilli)

Nous avons tout d'abord caractérisé la microstructure proche lamellaire d'IRIS, brute d'élaboration par SPS. Voici ses principales caractéristiques :

- les liserés sont constitués de phase  $\gamma$  contenant 2% at. de W. Ils contiennent des précipités de phase  $\beta_0$  fortement enrichie en W (8% at.). Par ailleurs, nous avons constaté la présence de régions appauvries en W (1.5-2 %at.) dans certains liserés (Figure VI-4), observation pour laquelle nous n'avons pas pour le moment trouvé d'interprétation ;

- les colonies lamellaires contiennent en moyenne environ 2.4% at. de W. Par des analyses EDX très locales par MET, nous avons montré que la phase  $\alpha_2$  est légèrement plus riche en W que la phase  $\gamma$ , 2.5% at. contre 2.2% at.

Le Tableau VI-2 donne les valeurs de concentration d'équilibre en W des phases  $\gamma$  et  $\alpha_2$  et  $\beta$  données dans deux études de la littérature. Malgré une légère dispersion des valeurs entre ces deux études, on constate que les concentrations en W (respectivement 0.5-0.62 % at. et 0.7-1.06 % at) sont plus faibles que celles observées dans notre étude (de l'ordre de 2 % at. dans les phases  $\gamma$  et  $\alpha_2$ ). Ceci suggère que le W dissous dans les phases  $\gamma$  et  $\alpha_2$  est en sursaturation après l'élaboration par SPS. Nous allons donc examiner comment la concentration en W dans ces phases évolue pendant le vieillissement.

Auteurs	$\gamma$	$\alpha_2$	$\beta$
Grange et.al [127]	0.62	1.06	5.86
Kainuma et.al [126]	0.5	0.7	5.9

Tableau VI-2 : Concentration d'équilibre en W (% at.) des différentes phases de TiAl.

### VI.2. Effet du vieillissement sur la microstructure des liserés

Le vieillissement provoque une modification sensible de la répartition du W dans les liserés  $\gamma$ . Ainsi, on observe des régions nettement délimitées contenant moins de 0.6% at. de W, alors que le reste du liseré en contient 2% en moyenne. La concentration en W dans ces zones appauvries est proche de la concentration d'équilibre en W de la phase  $\gamma$  donnée par la bibliographie (Tableau VI-2). Le vieillissement semble alors conduire à un retour à la concentration d'équilibre de la phase  $\gamma$ . Ces régions fortement appauvries en W et riches en Al se localisent aux joints de grain zone lamellaire/liseré, et ne sont pas présentes au milieu des liserés (Figure VI-4).

Par ailleurs, la concentration en W dans les précipités  $\beta_0$  augmente légèrement après vieillissement, de 11% at. à 15% at, contre 10% at avant vieillissement. Notons que ces valeurs sont sensiblement plus élevées que celles données par la bibliographie (Tableau VI-2).

Enfin, une analyse des relations d'orientation cristallographiques entre les précipités  $\beta_0$  et la matrice  $\gamma$  a permis de conclure que ces précipités ne résultent pas de la rétention de phase  $\beta$  primaire, mais qu'ils ont nucléé pendant le refroidissement lors de l'élaboration par SPS, et qu'il s'agit donc de précipités tertiaires. Nos observations ne nous ont pas conduit à suspecter la formation, lors du vieillissement, d'une nouvelle population de précipités tertiaires distincte de celle provenant de l'élaboration par SPS.

Néanmoins, une distinction plus claire entre précipités secondaires et tertiaires nécessiterait une plus grande statistique. Pour cela on pourrait penser à la technique ASTAR, qui permet de déterminer les phases et leur orientation cristalline à partir des diagrammes de diffraction obtenus par MET. Mais, pour TiAl, ceci serait probablement délicat, car la détermination des phases à partir de leur diagramme de diffraction conduit généralement à beaucoup d'ambiguïtés. Donc, nous n'avons pas poussé plus loin les investigations sur ce point.

Nous concluons de ces observations que le vieillissement provoque la diffusion du W dissous dans la phase  $\gamma$  des liserés vers les précipités  $\beta_0$  secondaires, cette diffusion se produisant de manière plus active dans les joints de grains entre les zones lamellaires et les liserés. La force motrice de cette diffusion serait ainsi la sursaturation de la phase  $\gamma$  en W ( $\approx 2\%$  at.) après élaboration du matériau par SPS, qui tendrait à retrouver sa concentration d'équilibre ( $\approx 0.5\%$  at.) lors du vieillissement. Ceci s'accompagnerait d'un enrichissement en W des précipités (Figure VI-3 et Figure VI-4), qui pourrait également conduire ces derniers à une légère croissance. Mis à part ces phénomènes de redistribution locale du W, aucun changement microstructural majeur n'est observé, la morphologie des liserés restant globalement inchangée.

### VI.3. Effet du vieillissement sur les colonies lamellaires

L'effet principal du vieillissement est de conduire à la formation de fins précipités dans les colonies lamellaires. Ces précipités sont sous forme d'aiguilles et s'organisent en rangées dans la phase  $\alpha_2$ , la phase  $\gamma$  restant exempte de précipités. De plus, les analyses DRX effectuées après vieillissement (Figure VI-1) montrent une augmentation de la fraction volumique de la phase  $\beta_0$  (de 0.9% à 2.8%) ce qui suggère que les précipités sont bien constitués de cette phase. Une forte diminution de la fraction volumique de la phase  $\alpha_2$  est observée (7.9% avant vieillissement et 1% après), ce qui indique que la formation des précipités résulte probablement d'une dissolution de cette phase. Enfin, nos observations montrent que les directions de croissance des précipités ne sont pas aléatoires, les aiguilles étant orientées selon des directions bien précises (Figure VI-25). Cependant, les directions des précipités  $\beta_0$  ne correspondent à aucune direction cristalline de la phase  $\gamma$ . Il se pourrait donc que les précipités  $\beta_0$  soient en relation d'orientation non pas avec la phase  $\gamma$ , mais avec la phase  $\alpha_2$ . Pour vérifier cette hypothèse, de nouvelles expériences d'orientation doivent être envisagées, consistant à orienter les précipités et la phase  $\alpha_2$ , puis à déterminer la relation d'orientation à l'aide des projections stéréographiques. Mais cette étude pourrait être rendue délicate en raison de la forte dissolution de la phase  $\alpha_2$ , et de la faible épaisseur des lamelles  $\alpha_2$ .

Notons que plusieurs travaux de la littérature se sont intéressés à la formation de précipités dans les zones lamellaires de TiAl au cours de traitements thermiques [122], [123] [129]–[132]. Ainsi, Yu et al. [129], à l'aide de caractérisation par microdiffraction au MET, ont identifié ces précipités comme étant constitués de phase  $\beta_0$  de structure cubique centrée. D'après Zheng et al. [122], la relation d'orientation entre les précipités et les phase  $\gamma$  et  $\alpha_2$  sont les suivantes :  $(0001)\alpha_2 // (111)\gamma // \{110\}\beta_0$  et  $\langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha_2} // \langle 1\bar{1}0 \rangle_{\gamma} // \langle \bar{1}11 \rangle_{\beta_0}$ . Ces conclusions sont raisonnables, et s'appliquent très probablement à nos observations, même si nous ne l'avons pas vérifié. Par ailleurs, Yu et al. ont mis en évidence par STEM-EDX une ségrégation de W aux marches des interfaces  $\gamma/\alpha_2$  vue par EDX, ce qui indique que ces zones sont les sites préférentiels de nucléation des précipités  $\beta_0$ . Enfin, un scénario de croissance des précipités dans les zones lamellaires a été proposé par Beddoes et al (Figure VI-27). Au-dessous de 850°C, les précipités croissent dans la phase  $\alpha_2$  du côté de l'interface  $\alpha_2/\gamma$ , grâce à la diffusion du W dans les interfaces  $\beta/\alpha_2$  et  $\beta/\gamma$ . Les auteurs montrent aussi que les relations d'orientation et la géométrie des précipités changent en fonction de la température de vieillissement de la microstructure. D'autres travaux ont montré que la formation des précipités  $\beta_0$  s'accompagne d'une dissolution des lamelles  $\alpha_2$  [130]. En résumé, nos observations sont complètement cohérentes avec les résultats de ces différentes études.

Par ailleurs, certains auteurs ont observé une sphéroïdisation des lamelles lors d'un essai de fluage à 800°C pendant 100h à 500h, mais les observations sont peu concluantes sur les micrographies [132]. Un tel phénomène n'a pas été observé dans notre travail. D'autres auteurs ont étudié l'évolution de la microstructure pour des conditions de vieillissement beaucoup plus sévères en termes de température et de temps de maintien ( $T > 1000^\circ\text{C}$ ,  $t > 500\text{h}$  [131]). Dans ce cas, le phénomène de sphéroïdisation des lamelles est observé de manière marquée.

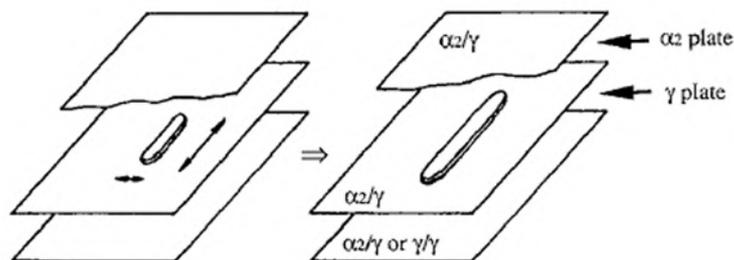


Figure VI-28: Croissance d'un précipité  $\beta_0$  dans la phase  $\alpha_2$  du côté de l'interface  $\alpha_2/\gamma$  au-dessous de 850°C [123].

#### VI.4. Influence du vieillissement sur les propriétés mécaniques

Afin de connaître l'effet de ces évolutions microstructurales provoquées par le vieillissement sur les propriétés mécaniques, un essai de traction sur un matériau massif ayant subi un traitement de vieillissement à 800°C pendant 500h a été effectué. L'éprouvette prélevée d'une pastille SPS vieillie (échantillon nommé « vieilli massif ») se caractérise par un allongement de 1.1% et une limite d'élasticité de 422MPa (Figure VI-27). Ces résultats sont proches de ceux obtenus avec l'état non-vieilli, à savoir un allongement allant de 0.9 à 1.3% et une limite d'élasticité entre 433 et 465 MPa. Ces résultats sont encourageants, car ils montrent que l'effet du vieillissement sur la microstructure en volume n'engendre pas une chute des propriétés en traction.

L'essai de traction sur une éprouvette vieillie (état « vieilli éprouvette » Figure VI-27) présente quant à lui un allongement de 0.3%, soit 0.8% de moins que le vieilli massif. Le vieillissement combiné à l'oxydation de la surface peut expliquer cette diminution considérable de la ductilité.

De plus amples travaux sur le vieillissement sont d'ailleurs prévus dans le futur, ils permettront une meilleure compréhension des mécanismes d'oxydation d'IRIS et de l'impact de la température sur la microstructure.

### VII. Conclusions

En conclusion, il apparaît que les évolutions microstructurales notables mises en évidence (appauvrissement des liserés en W, formation de fins précipités dans les lamelles  $\alpha_2$  et forte dissolution des lamelles  $\alpha_2$ ), ne présentent qu'un impact limité sur le comportement en traction, ce qui est surprenant. Il resterait néanmoins à voir si, pour des durées de vieillissement plus grandes, ou pour des températures supérieures, les précipités  $\beta_0$  ne finiraient pas par coalescer, ce qui serait susceptible de modifier la résistance mécanique du matériau à froid et/ou à chaud. La seule évolution de propriété mécanique notable est la chute de ductilité pour l'état « vieilli éprouvette ». Dans ce cas, le matériau testé mécaniquement était recouvert d'une couche superficielle affectée par des phénomènes d'oxydation, que l'on peut incriminer comme cause à la chute de ductilité observée. La compréhension de ces phénomènes demanderait des études spécifiques, qui sortent du cadre de notre travail.





# Conclusion générale et perspectives

---

Le but de ce travail était de caractériser mécaniquement et microstructuralement le comportement à haute température (autour de 800°C) de l'alliage IRIS ( $\text{Ti}_{49.92}\text{-Al}_{48}\text{-W}_2\text{-B}_{0.08}$ ), en vue d'établir ses performances dans ce domaine de température. Ce travail s'est notamment attaché à caractériser le comportement macroscopique et les mécanismes microscopiques de plasticité en fatigue oligocyclique entre 750°C et 850°C. A cela se sont adjointes des études en fluage à 850°C, et une étude de la stabilité de la microstructure lors d'un vieillissement à 750°C. Ainsi, nous avons étudié la réponse temporelle du matériau à plusieurs types de sollicitations représentatives des conditions rencontrées dans des applications industrielles (aubes de turbines de moteurs d'avion, ou turbochargeurs dans l'automobile par exemple). Ce travail a été motivé par le remarquable potentiel d'IRIS en termes de résistance à hautes températures mis en évidence dans la thèse de T. Voisin au CEMES, mais qui restait à mieux caractériser autour de 800°C, la résistance dans ce domaine de température étant l'objectif ultime fixé aux alliages TiAl.

Ce travail s'est ainsi articulé autour de quatre axes principaux :

- Tester mécaniquement l'alliage en fatigue oligocyclique pour des températures allant de 750 à 850°C ;
- Analyser post-mortem par microscopie électronique en transmission, les mécanismes microscopiques de plasticité induits par la fatigue ;
- Etudier les mécanismes microscopiques de fluage à 850°C ;
- Etudier le vieillissement de l'alliage pour une température de 750°C par des observations approfondies de la microstructure.

Une étape importante de notre travail a constitué à élaborer le matériau de notre étude, ce qui a nécessité, en raison de la taille des éprouvettes, de mettre en place une méthodologie d'élaboration de pièces de grandes dimensions par SPS. (Chapitre III). Tout d'abord, nous avons caractérisé l'évolution de la microstructure en fonction de la température d'élaboration de la nuance de poudre A1261. L'objectif était de déterminer la température permettant d'obtenir une microstructure lamellaire à petits grains (LPG), microstructure qu'on souhaitait caractériser en fatigue. Cette microstructure se caractérise par des colonies lamellaires  $\alpha_2 + \gamma$  de tailles réduites ( $< 50 \mu\text{m}$ ), entourées par des liserés de 5 à 10  $\mu\text{m}$  de largeur, de phase  $\gamma$  équiaxe, qui contiennent des précipités  $\beta_0$  riches en W. L'obtention d'échantillons de grandes dimensions présentant cette microstructure de manière homogène dans l'ensemble du matériau s'est avérée plus complexe que prévu, mais cette étape a finalement été franchie avec succès.

Les résultats des essais de fatigue oligocyclique (Chapitre IV) montrent que la variation de l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles  $\sigma_a(N)$  est stable, et ce quelles que soient l'amplitude de déformation totale imposée et la température testée. Le comportement ne présente pas un adoucissement ou durcissement particulier entre 750 et 850°C. Les alliages TiAl soumis à des conditions expérimentales équivalentes, ne présentent pas une telle stabilité, et sont sensibles aux variations de température. Les durées de vie d'IRIS sont globalement supérieures à celles des autres alliages TiAl, ce qui démontre encore une fois les remarquables propriétés mécaniques à hautes températures de cet alliage.

Les analyses post-mortem des échantillons déformés par fatigue à 800°C montrent que la microstructure se caractérise principalement par des dislocations ordinaires organisées en segments vis, boucles et débris (Chapitre V). Le maclage est aussi présent mais en moindre proportion. De manière surprenante, les densités de dislocations sont globalement faibles pour des matériaux ayant été déformés jusqu'à la rupture. Par ailleurs, aucune sur-structure caractéristique de la fatigue n'a été observée

(structures de types veines ou nattes), et on retrouve les mêmes types de mécanismes que dans des échantillons flués ou testés en traction à haute température. Une attention particulière a été apportée à l'étude des mécanismes de déformation ayant engendré les dislocations, et ce grâce aux expériences d'inclinaison menées sur les boucles et portions de boucle. Le déplacement par glissement et glissement dévié sont à l'origine d'une grande partie de la déformation en fatigue. L'autre résultat marquant de ces observations est la différence de densités de dislocations entre un échantillon déformé à  $\Delta\varepsilon_f/2=0.3\%$  (ayant une durée de vie de plus 5000 cycles) et 0.6% (ayant une durée de vie de 15 cycles). Dans les deux cas, les mécanismes microscopiques étaient identiques, mais une densité plus forte de dislocations était visible dans l'état fatigué à 0.3% de déformation imposée. Nous pensons que cette différence est étroitement liée à la déformation plastique cumulée  $\varepsilon_{pc}$ , qui était respectivement de 491% et 9% pour les états fatigués à 0.3% et 0.6% de déformation imposée. La déformation plastique cumulée correspondrait ainsi aux trajectoires parcourues par les dislocations pendant l'essai de fatigue, ce qui comprend les déplacements à la fois réversibles et irréversibles. Une déformation plastique cumulée de 491% n'est ainsi possible, en l'absence de phénomènes de restauration ou de recristallisation dynamique, que si la plupart des déplacements de dislocations sont réversibles lors des phases de traction et de compression de l'essai de fatigue. Par ailleurs, l'absence de très fortes densités de dislocations malgré de tels niveaux de déformation plastique cumulée est une preuve supplémentaire de la contribution majeure du mouvement réversible des dislocations. Notons également l'observation surprenante que les boucles de glissement dévié, observées dans les deux états, ne sont pas plus nombreuses dans l'état déformé à 491% que dans celui déformé à 9% de déformation cumulée. En effet, les nombreux allers-retours des dislocations, dans le premier cas, seraient susceptibles de conduire à la formation d'un grand nombre de boucles de glissement dévié. Il se pourrait donc que la plupart d'entre elles s'annihilent par montée pendant la durée de l'essai.

Concernant la plasticité en fluage à 850°C, un nouveau type de dislocations a été identifié dans la phase  $\gamma$  de l'alliage, caractérisées par un vecteur de Burgers  $\vec{b} = [001]$  (dislocations de type C) et de caractère coin (Chapitre V). Ces dislocations s'organisent en segments reliés les uns aux autres, séparés de 45° et allongés selon les directions  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$ . Les expériences d'inclinaison ont mis en évidence l'activation de la montée pure dans les plans (001). Les composantes rectilignes de ces dislocations suggèrent que la montée pure s'opère par nucléation et propagation de paires de jogs, et à haute température, la montée est encouragée par la diffusion, fortement activée. Par ailleurs, la faible contrainte à laquelle a été soumis l'échantillon (150MPa) est peu favorable à la formation de macles. Des évaluations quantitatives montrent que la diffusion en volume de l'Al est compatible cinétiquement avec une déformation en fluage à 850°C et  $\dot{\varepsilon} = 5,6 \cdot 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ , mais pas avec une déformation en fatigue à 800°C et  $\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , ce qui est cohérent avec les différences de mécanismes observés par MET (montée pure en fluage à 850°C et glissement en fatigue à 800°C).

Dans le chapitre VI, la thématique de la stabilité de la microstructure lamellaire à petits grains lors d'un vieillissement à 750°C pendant plus de 8000 h est traitée. Dans les liserés, on note un appauvrissement en tungstène très localisé au niveau des joints de grains liseré/colonie lamellaire. Dans un liseré  $\gamma$  par exemple, seules certaines régions ont été affectées par cet appauvrissement. Les précipités  $\beta_0$  quant à eux, se sont enrichis en W après le vieillissement. On postule que le vieillissement provoque la diffusion du W dissous dans la phase  $\gamma$  des liserés vers les précipités  $\beta_0$  secondaires, et plus particulièrement au niveau des joints de grain. La force motrice de cette diffusion serait ainsi la sursaturation de la phase  $\gamma$  en W ( $\approx 2\%$  at.) après élaboration du matériau par SPS, qui tendrait à retrouver sa concentration d'équilibre ( $\approx 0.5\%$  at.) lors du vieillissement. L'enrichissement des précipités  $\beta_0$  en W pourrait conduire ces derniers à une légère croissance. Mis à part ces phénomènes de redistribution locale du W, aucun changement microstructural majeur n'est observé, la morphologie des liserés restant globalement inchangée. Concernant les colonies lamellaires, les changements microstructuraux sont plus marqués: une forte précipitation  $\beta_0$  est visible le long des rangés lamellaires  $\alpha_2$ , sous forme d'aiguilles fines allongées selon des directions caractéristiques. Les analyses DRX effectuées après vieillissement montrent une augmentation de la fraction volumique de la phase  $\beta_0$  (de 0.9% à 2.8%), de

la phase  $\gamma$  (91 à 96%) et une forte diminution de la fraction volumique de la phase  $\alpha_2$  (7.9% avant vieillissement et 1% après). Ces résultats indiquent que la phase  $\alpha_2$  se dissout en faveur des phases  $\gamma$  et  $\beta_0$ . Sur un plan plus fondamental, les directions d'allongement des précipités  $\beta_0$  ont été étudiées : ces directions ne dépendent pas de la phase  $\gamma$ , mais pourraient plutôt dépendre de la phase  $\alpha_2$ . Pour vérifier cette hypothèse, de nouvelles expériences d'orientation pourraient être envisagées, consistant à orienter les précipités et la phase  $\alpha_2$ , puis à déterminer la relation d'orientation à l'aide des projections stéréographiques. Mais cette étude pourrait être rendue délicate en raison de la forte dissolution de la phase  $\alpha_2$ , et de la faible épaisseur des lamelles  $\alpha_2$ .

Enfin, l'impact du vieillissement sur les propriétés mécaniques en traction a été abordé. Un essai de traction réalisé à partir d'un matériau massif vieilli à 800°C pendant 500h a été effectué (essai réalisé sur une éprouvette prélevée d'une pastille SPS). Les valeurs d'allongement à la rupture et de limite d'élasticité (1.1%, 422MPa) sont proches de celles d'un état non vieilli (0.9-1.3%, 433-465 MPa). En revanche, les propriétés en traction d'éprouvettes vieilles se caractérisent par une chute marquée de ductilité avec un allongement de seulement 0.3%, soit une chute d'un facteur presque 3/4 par rapport au matériau vieilli massif. Ceci peut s'expliquer par un effet combiné de phénomènes d'oxydation en surface et de vieillissement en volume. Néanmoins, ces résultats, qui montrent que le vieillissement seul, sans oxydation, n'entraîne pas une chute des propriétés en traction, sont encourageants. Ainsi, la bonne tenue de l'alliage après vieillissement renforce le potentiel d'IRIS pour des applications autour de 800°C.

En définitive, l'ensemble de nos travaux sur le comportement d'IRIS à haute température (fatigue oligocyclique, fluage, vieillissement), indiquent une remarquable tenue de l'alliage, ce qui est prometteur pour des applications industrielles de hautes températures, telles que les aubes de turbine de moteurs d'avion ou les turbochargeurs dans l'automobile.

En perspectives de ce travail, il serait maintenant important d'intégrer les effets physico-chimiques de l'environnement sur la résistance du matériau. Ces effets comprennent la formation d'oxydes de surface, qui conduisent au phénomène d'écaillage. Des travaux ont commencé pour investiguer ces phénomènes en collaboration avec l'ONERA, dans la thèse de S. Ceccacci. Mais un autre phénomène, très intrigant, est la fragilisation après exposition à hautes températures des alliages TiAl. Ce phénomène consiste en une chute spectaculaire de la ductilité de l'alliage après exposition sous air à des températures de l'ordre de 500 à 800°C pendant quelques dizaines d'heures. Dans les cas les plus extrêmes, l'alliage casse dans le domaine élastique. Nous avons commencé à observer ce type de comportement avec les éprouvettes de traction que nous avons vieilli sous air à 800°C pendant 500 h : une chute de presque 3/4 de la ductilité par rapport à l'état non-vieilli était ainsi observée. Ces phénomènes sont encore très largement inexpliqués, mais nous pensons qu'il pourrait s'agir de mécanismes de fragilisation des joints de grains de TiAl, par diffusion et ségrégation intergranulaires d'O et N pendant l'exposition. Pour étudier ces effets, un projet d'ANR (acronyme : EMBITIAL) entre le CEMES, le CIRIMAT et SAFRAN a été déposé, dans lequel il est prévu d'effectuer des expériences de diffusion sous atmosphères contrôlées, des caractérisations de chimie locale très fines (STEM EELS et EDX, sonde atomique), et des simulations atomistiques de phénomènes de ségrégation intergranulaire par DFT.

Par ailleurs, une question qui reste encore sans réponse satisfaisante est l'effet des éléments en solution solide (par exemple, le W) sur les mécanismes de plasticité à hautes températures. Nous avons montré, dans ce travail, qu'en fluage à 850°C, le mécanisme microscopique de plasticité était la montée pure des dislocations, contrôlée par la diffusion en volume de l'Al. A la suite de quoi nous avons émis l'hypothèse que le W pouvait intervenir sur le mécanisme élémentaire de diffusion, en piégeant les lacunes nécessaires aux sauts atomiques de l'Al. Mais d'autres hypothèses peuvent être examinées, comme un entraînement des atomes de W par les dislocations, ce qui diminuerait la cinétique de montée. Par ailleurs, des éléments interstitiels (C, Si), pourraient également modifier les mécanismes de plasticité. Pour investiguer ces questions, un financement ANR international entre le CEMES et

l'université de Leoben en Autriche (projet Hi-TiAl) a été obtenu. L'objectif de ce projet sera d'étudier les mécanismes microscopiques de plasticité à hautes températures par MET in situ au CEMES, et d'effectuer des caractérisations de chimie très locale par sonde atomique à Leoben.

Il serait également nécessaire de renforcer la caractérisation mécanique et notamment en fatigue oligocyclique en élargissant le domaine de caractérisation, que ce soit en termes d'amplitudes de déformation, de températures mais également de vitesse de déformation afin de conforter ces premiers résultats et de permettre d'identifier une loi de comportement cyclique complexe reposant sur la compréhension des mécanismes de déformation et pouvant être utilisée dans le dimensionnement des pièces. L'extension de cette caractérisation à des sollicitations thermo-mécaniques reproduisant les conditions réelles de sollicitations permettrait en outre d'enrichir les modèles de prédiction de durée de vie.

Enfin, les résultats de mon travail, qui conforte la remarquable tenue à haute température d'IRIS jusqu'à 800°C en fatigue, fluage et vieillissement, seront des arguments supplémentaires pour développer ce matériau industriellement. A cet égard, un FUI, regroupant notamment le CEMES, SAFRAN, AERIS, l'ONERA et METAFENSH, a été obtenu. Ses objectifs principaux visent à sécuriser l'approvisionnement en poudres, à maîtriser l'interaction fatigue/oxydation, et enfin à effectuer des essais sur bancs de prototypes de turbochargeurs usinés dans du matériau IRIS obtenu par SPS. Ceci ouvrira la voie à l'industrialisation de ce matériau.

# Références bibliographiques

---

- [1] B. P. Bewlay, S. Nag, A. Suzuki, and M. J. Weimer, “TiAl alloys in commercial aircraft engines,” *Mater. High Temp.*, vol. 33, no. 4–5, pp. 549–559, 2016.
- [2] T. Voisin, “Exploration de la voie SPS pour la fabrication d’aubes de turbine pour l’aéronautique : Développement d’un alliage TiAl performant et densification de préformes,” Université Paul Sabatier, Toulouse, 2014.
- [3] C. Leyens and M. Peters, *Titanium and Titanium alloys: fundamentals and applications*. Wiley VCH, 2005.
- [4] J. . Singh, E. Tuval, I. Weiss, and R. Srinivasan, “ $\gamma$  Titanium Aluminides,” *TMS, Warrendale*, pp. 547–554, 1995.
- [5] B. . Bewlay, M. Weimer, T. Kelly, A. Suzuki, and P. . Subramanian, “The Science, Technology, and Implementation of TiAl Alloys in Commercial Aircraft Engines,” *Symp. JJ – Intermet. Alloy. Technol. Appl.*, vol. 1516, pp. 49–58, 2013.
- [6] F. Appel *et al.*, “Recent progress in the development of gamma titanium aluminide alloys,” *Adv. Eng. Mater.*, vol. 2, no. 11, pp. 699–720, 2000.
- [7] A. Fritz, O. Michael, and J. D. H. Paul, *Gamma Titanium Aluminide Alloys: Science and Technology*. Wiley VCH, 2011.
- [8] B. W. Choi, Y. G. Deng, C. McCullough, B. Paden, and R. Mehrabian, “Densification of rapidly solidified titanium aluminide powders-I. Comparison of experiments to hiping models,” *Acta Metall. Mater.*, vol. 38, no. 11, pp. 2225–2243, 1990.
- [9] R. Gerling, H. Clemens, and F. . Schimansky, “Powder metallurgical processing of rhenium,” *Adv. Mater. Process.*, vol. 6, pp. 23–26, 2004.
- [10] R. Gerling, A. Bartels, H. Clemens, H. Kestler, and F. P. Schimansky, “Structural characterization and tensile properties of a high niobium containing gamma TiAl sheet obtained by powder metallurgical processing,” *Intermetallics*, vol. 12, no. 3, pp. 275–280, 2004.
- [11] L. E. Murr *et al.*, “Characterization of titanium aluminide alloy components fabricated by additive manufacturing using electron beam melting,” *Acta Mater.*, vol. 58, no. 5, pp. 1887–1894, 2010.
- [12] S. Biamino *et al.*, “Electron beam melting of Ti-48Al-2Cr-2Nb alloy: Microstructure and mechanical properties investigation,” *Intermetallics*, vol. 19, no. 6, pp. 776–781, 2011.
- [13] G. Baudana *et al.*, “Electron Beam Melting of Ti-48Al-2Nb-0.7Cr-0.3Si: Feasibility investigation,” *Intermetallics*, vol. 73, pp. 43–49, 2016.
- [14] S. . Huang, “Huang, S.C,” *Struct. Intermet. R. Dorolia coll., TMS, Warrendale*, pp. 299–307, 1993.
- [15] S. Zghal, “Contribution à l’étude de la microstructure et de la déformation plastique des alliages TiAl lamellaires,” Université Paul Sabatier, Toulouse, 1997.
- [16] Verstraete, “No Title,” Université Paris XI Orsay, 1998.
- [17] J. Malaplate, “Etude du fluage à 750°C d’alliages Ti48Al48Cr2Nb2 obtenus par les voies métallurgies des poudres,” Université Paul Sabatier, 2002.
- [18] H. Jabbar, “Développement d’alliages TiAl pour l’aéronautique par Spark Plasma Sintering,”

Paul Sabatier, 2010.

- [19] T. Voisin *et al.*, “Temperature control during Spark Plasma Sintering and application to up-scaling and complex shaping,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 213, no. 2, pp. 269–278, 2013.
- [20] S. Zghal, S. Naka, and A. Couret, “A quantitative TEM analysis of the lamellar microstructure in TiAl based alloys,” *Acta Mater.*, vol. 45, no. 7, pp. 3005–3015, 1997.
- [21] H. Inui, M. H. Oh, A. Nakamura, and M. Yamaguchi, “Ordered domains in tial coexisting with Ti3Al in the lamellar structure of ti-rich TiAl compounds,” *Philos. Mag. A Phys. Condens. Matter, Struct. Defects Mech. Prop.*, vol. 66, no. 4, pp. 539–555, 1992.
- [22] S. Zghal, M. Thomas, and A. Couret, “ $\gamma$ -allotriomorphs precipitation and lamellar transformation in a TiAl-based alloy,” *Intermetallics*, vol. 19, no. 10, pp. 1627–1629, 2011.
- [23] S. R. Dey, A. Hazotte, and E. Bouzy, “Crystallography and phase transformation mechanisms in TiAl-based alloys - A synthesis,” *Intermetallics*, vol. 17, no. 12, pp. 1052–1064, 2009.
- [24] Y. W. (Y W. ). Kim, “Microstructural evolution and mechanical properties of a forged gamma titanium aluminide alloy,” *Acta Metall. Mater.*, vol. 40, no. 6, pp. 1121–1134, 1992.
- [25] H. Oikawa and K. Maruyama, “No Title,” *Gamma Titan. Alum. TMS*, p. 919, 1995.
- [26] Y. Umakoshi and T. Nakano, “The role of ordered domains and slip mode of  $\alpha_2$  phase in the plastic behaviour of TiAl crystals containing oriented lamellae,” *Acta Metall. Mater.*, vol. 41, no. 4, pp. 1155–1161, 1993.
- [27] M. Yamaguchi, D. R. Johnson, H. N. Lee, and H. Inui, “Directional solidification of TiAl-base alloys,” *Intermetallics*, vol. 8, pp. 511–517, 2000.
- [28] Y.-W. Kim, “Strength and ductility in TiAl alloys,” *Intermetallics*, vol. 6, no. 7–8, pp. 623–628, 1998.
- [29] J. Tang, B. Huang, Y. He, W. Liu, K. Zhou, and A. Wu, “Hall-Petch relationship in two-phase TiAl alloys with fully lamellar microstructures,” *Mater. Res. Bull.*, vol. 37, no. 7, pp. 1315–1321, 2002.
- [30] S. . François, “Essais mécaniques sur les métaux et les alliages,” *Techniques de l'ingénieur*. 1995.
- [31] C. Herzig, T. Przeorski, and Y. Mishin, “Self-diffusion in  $\gamma$ -TiAl: an experimental study and atomistic calculations,” *Intermetallics*, vol. 7, no. 3, pp. 389–404, 1999.
- [32] G. Hug *et al.*, “Dislocations in TiAl To cite this version : HAL Id : jpa-00245823,” *Rev. Phys. Appliquée*, vol. 23, no. 4, pp. 673–674, 1988.
- [33] F. KROUPA, “Dislocation Dipoles and Dislocation Loops,” *Le J. Phys.*, vol. 27, no. C3, pp. C3-154, 1966.
- [34] D. Caillard, M. Legros, and A. Couret, “Extrinsic obstacles and loop formation in deformed metals and alloys,” *Philos. Mag.*, vol. 93, no. 1–3, pp. 203–221, 2013.
- [35] B. Viguier, K. J. Hemker, J. Bonneville, F. Louchet, and J. L. Martin, “Modelling the flow stress anomaly in  $\gamma$ -TiAl I. Experimental observations of dislocation mechanisms,” *Philos. Mag. A Phys. Condens. Matter, Struct. Defects Mech. Prop.*, vol. 71, no. 6, pp. 1295–1312, 1995.
- [36] F. Appel, U. Lorenz, M. Oehring, U. Sparka, and R. Wagner, “Thermally activated deformation mechanisms in micro-alloyed two-phase titanium amminide alloys,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 233, pp. 1–14, 1997.

- [37] B. K. Kad and H. L. Fraser, "On the contribution of climb to high-temperature deformation in single phase  $\gamma$ -TiAl," *Philos. Mag. A Phys. Condens. Matter, Struct. Defects Mech. Prop.*, vol. 69, no. 4, pp. 689–699, 1994.
- [38] F. Louchet and B. Viguier, "Modelling the flow stress anomaly in gamma-TiAl. II. The local pinning-unzipping model: statistical analysis and consequences," *Philos. Mag. A (Physics Condens. Matter, Defects Mech. Prop.)*, vol. 71, no. 6, pp. 1313–1333, 1995.
- [39] S. Sriram, D. M. Dimiduk, P. M. Hazzledine, and V. K. Vasudevan, "The geometry and nature of pinning points of  $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$  unit dislocations in binary TiAl alloys," *Philos. Mag. A Phys. Condens. Matter, Struct. Defects Mech. Prop.*, vol. 76, no. 5, pp. 965–993, 1997.
- [40] S. Zghal, A. Menand, and A. Couret, "Pinning points anchoring ordinary and Shockley dislocations in TiAl alloys," *Acta Mater.*, vol. 46, no. 16, pp. 5899–5905, 1998.
- [41] D. Häussler, M. Bartsch, M. Aindow, I. P. Jones, and U. Messerschmidt, "Dislocation processes during the plastic deformation of  $\gamma$ -TiAl," *Philos. Mag. A Phys. Condens. Matter, Struct. Defects Mech. Prop.*, vol. 79, no. 5, pp. 1045–1071, 1999.
- [42] M. A. Morris, "Dislocation mobility, ductility and anomalous strengthening of two-phase TiAl alloys: Effects of oxygen and composition," *Intermetallics*, vol. 4, no. 5, pp. 417–426, 1996.
- [43] F. Grégori, "Thèse de doctorat," Université Paris 6, 1999.
- [44] I. H. Katzarov and A. T. Paxton, "Is the pinning of ordinary dislocations in  $\gamma$ -TiAl intrinsic or extrinsic in nature? A combined atomistic and kinetic Monte Carlo approach," *Acta Mater.*, vol. 59, no. 3, pp. 1281–1290, 2011.
- [45] H. Inui and M. Matsumuro, "Temperature dependence of yield stress, deformation mode and deformation structure in single crystals of TiAl (Ti 56 at.% Al)," *Philos. Mag. ...*, vol. 75, no. 2, pp. 395–423, 1997.
- [46] S. A. Court, V. K. Vasudevan, H. L. Fraser, S. A. Court, V. K. Vasudevan, and H. L. Fraser, "Deformation mechanisms in the intermetallic compound TiAl," *Philos. Mag. A Phys. Condens. Matter, Struct. Defects Mech. Prop.*, vol. 61, no. 1, pp. 141–158, 1990.
- [47] A. Couret, S. Farenc, D. Caillard, and A. Coujou, "Twinning in advanced materials," *TMS, Warrendale*, 1993.
- [48] S. Farenc, A. Coujou, and A. Couret, "An in situ study of twin propagation in TiAl," *Philos. Mag. A Phys. Condens. Matter, Struct. Defects Mech. Prop.*, vol. 67, no. 1, pp. 127–142, 1993.
- [49] S. Zghal, M. Thomas, S. Naka, and A. Couret, "Migration of ordered domain boundaries and its effect on the lamellar interfaces in Ti-Al-based alloys," *Philos. Mag. Lett.*, vol. 81, no. 8, pp. 537–546, 2001.
- [50] S. Zghal, A. Coujou, and A. Couret, "Transmission of the deformation through  $\gamma$ - $\gamma$  interfaces in a polysynthetically twinned TiAl alloy I. Ordered domain interfaces ( $120^\circ$  rotational)," *Philos. Mag. A Phys. Condens. Matter, Struct. Defects Mech. Prop.*, vol. 81, no. 2, pp. 345–364, 2001.
- [51] S. Farenc, A. Coujou, and A. Couret, "Twin propagation in TiAl," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 164, no. 1–2, pp. 438–442, 1993.
- [52] Y. Q. Sun, P. M. Hazzledine, and J. W. Christian, "Intersections of deformation twins in TiAl," *Philos. Mag. A Phys. Condens. Matter, Struct. Defects Mech. Prop.*, vol. 68, no. 3, pp. 471–494, 1993.
- [53] Y. G. Zhang and M. C. Chaturvedi, "Deformation twinning intersections in a  $\gamma$ -TiAl-based Ti-50 at.% Al-2 at.% Mn-1 at.% Nb alloy deformed at room temperature," *Philos. Mag. A Phys. Condens. Matter, Struct. Defects Mech. Prop.*, vol. 68, no. 5, pp. 915–937, 1993.

- [54] S. Farenc, “Thèse de doctorat,” Université Paul Sabatier Toulouse, 1992.
- [55] F. Grégori and P. Veyssière, “A microstructural analysis of Al-rich  $\gamma$ -TiAl deformed by  $<0\ 1\ 1$  dislocations,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 309–310, pp. 87–91, 2001.
- [56] G. Hug, I. Phan-Courson, and G. Blanche, “Some unique aspects of transmission electron microscopy and spectrometry for present and future study of intermetallic compounds,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 192–193, no. PART 2, pp. 673–684, 1995.
- [57] M. Legros, D. Caillard, and A. Couret, “An in situ study at room temperature of deformation processes in a Ti-23.7Al-9.4Nb alloy,” *Intermetallics*, vol. 4, no. 5, pp. 387–401, 1996.
- [58] S. A. Court *et al.*, “No Title,” *J. Met.*, vol. 39, 1987.
- [59] M. Legros, “Thèse de doctorat,” Université Paul Sabatier Toulouse, 1994.
- [60] M. A. Morris, “Dislocation configurations in two phase TiAl alloys. II. Structures after compression,” *Philos. Mag. A Phys. Condens. Matter, Struct. Defects Mech. Prop.*, vol. 68, no. 2, pp. 259–278, 1993.
- [61] S. Zghal and A. Couret, “A study of the transmission of the deformation at the ordered domain interfaces in a TiAl lamellar alloy,” *Mater. Sci. Eng. a-Structural Mater. Prop. Microstruct. Process.*, vol. 234, pp. 668–671, 1997.
- [62] D. Hu and M. H. Loretto, “Slip transfer between lamellae in fully lamellar TiAl alloys,” *Intermetallics*, vol. 7, no. 11, pp. 1299–1306, 1999.
- [63] C. T. Forwood and M. A. Gibson, “Slip transfer of deformation twins in duplex  $\gamma$ -based Ti–Al alloys. Part I. Transfer across  $\gamma$ - $\gamma$  coherent twin interfaces,” *Philos. Mag. A Phys. Condens. Matter, Struct. Defects Mech. Prop.*, vol. 80, no. 12, pp. 2785–2811, 2000.
- [64] T. Voisin, J.-P. Monchoux, M. Perrut, and A. Couret, “Obtaining of a fine near-lamellar microstructure in TiAl alloys by Spark Plasma Sintering,” *Intermetallics*, vol. 71, pp. 88–97, 2016.
- [65] D. . Larsen, L. Christodoulou, S. . Kampe, and P. Sadler, “No Title,” *Mater. Sci. Eng.*, vol. A144, pp. 45–49, 1991.
- [66] D. Hu, C. Yang, A. Huang, M. Dixon, and U. Hecht, “Solidification and grain refinement in Ti-45Al-2Mn-2Nb-1B,” *Intermetallics*, vol. 22, pp. 68–76, 2012.
- [67] D. Hu, C. Yang, A. Huang, M. Dixon, and U. Hecht, “Grain refinement in beta-solidifying Ti44Al18Nb1B,” *Intermetallics*, vol. 23, pp. 49–56, 2012.
- [68] W. D. Wang, Y. C. Ma, B. Chen, M. Gao, K. Liu, and Y. Y. Li, “Effects of Boron Addition on Grain Refinement in TiAl-based Alloys,” *J. Mater. Sci. Technol.*, vol. 26, no. 7, pp. 639–647, 2010.
- [69] J. S. Luo, T. Voisin, J. P. Monchoux, and A. Couret, “Refinement of lamellar microstructures by boron incorporation in GE-TiAl alloys processed by Spark Plasma Sintering,” *Intermetallics*, vol. 36, pp. 12–20, 2013.
- [70] H. Jabbar, J. P. Monchoux, M. Thomas, F. Pyczak, and A. Couret, “Improvement of the creep properties of TiAl alloys densified by Spark Plasma Sintering,” *Intermetallics*, vol. 46, pp. 1–3, 2014.
- [71] A. Couret, J. P. Monchoux, M. Thomas, and T. Voisin, “Procédé de fabrication d’une pièce en alliage en titane-aluminium,” Patent WO2014199082 A1.
- [72] G. Hénaff and F. Morel, *Fatigue des structures*, Ellipses. 2005.

- [73] A. L. Gloanec, “Mécanismes gouvernant le comportement cyclique et la résistance à la fissuration par fatigue des alliages TiAl,” Université de Poitiers, 2003.
- [74] F. Appel, T. K. Heckel, and H. J. Christ, “Electron microscope characterization of low cycle fatigue in a high-strength multiphase titanium aluminide alloy,” *Int. J. Fatigue*, vol. 32, no. 5, pp. 792–798, 2010.
- [75] T. K. Heckel and H. Christ, “Procedia Engineering Isothermal and thermomechanical fatigue of titanium alloys,” *Procedia Eng.*, vol. 2, no. 1, pp. 845–854, 2010.
- [76] Y. S. Park, S. W. Nam, S. K. Hwang, and N. J. Kim, “The effect of the applied strain range on fatigue cracking in lamellar TiAl alloy,” *J. Alloys Compd.*, vol. 335, pp. 216–223, 2002.
- [77] G. Hénaff, A. Gloanec, and G. He, “Fatigue properties of TiAl alloys Fatigue properties of TiAl alloys,” *Intermetallics*, vol. 13, pp. 543–558, 2005.
- [78] V. Recina, “High temperature low cycle fatigue properties of two cast gamma titanium aluminide alloys with refined microstructure High temperature low cycle fatigue properties of two cast gamma titanium aluminide alloys with refined microstructure,” *Mater. Sci. Technol.*, vol. 16, no. March, p. 333, 2000.
- [79] V. Recina and B. Karlsson, “High temperature low cycle fatigue properties of Ti-48Al-2W-0 . 5Si gamma titanium aluminide,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 262, pp. 70–81, 1999.
- [80] J. Ding *et al.*, “Cyclic deformation and microstructure evolution of high Nb containing TiAl alloy during high temperature low cycle fatigue,” *Int. J. Fatigue*, 2017.
- [81] G. Malakondaiah and T. Nicholas, “High-temperature low-cycle fatigue of a gamma titanium aluminide alloy Ti-46Al-2Nb-2Cr,” *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 27, no. 8, pp. 2239–2251, 1996.
- [82] D. M. D. J. Kumpfert, Y. W. Kimb, “Effect of microstructure on fatigue and tensile properties of the gamma TiAl alloy Ti-46 . 5Al-3 . ONb-2 . 1Cr-0 . 2W,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 193, pp. 465–473, 1995.
- [83] T. Kruml and K. Obrtlík, “Microstructure degradation in high temperature fatigue of TiAl alloy,” *Int. J. Fatigue*, vol. 65, pp. 28–32, 2013.
- [84] V. Bauer, W. Cui, and H.-J. Christ, “The effect of temperature and environment on the fatigue behaviour of a third generation,” pp. 2–7.
- [85] H. Christ, F. O. R. Fischer, and H. J. Maier, “High-temperature fatigue behavior of a near- k titanium aluminide alloy under isothermal and thermo-mechanical conditions,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 321, pp. 625–630, 2001.
- [86] K. T. Venkateswara Rao, Y. W. Kim, C. L. Muhlstein, and R. O. Ritchie, “Fatigue-Crack Growth and Fracture-Resistance of a 2-Phase (Gamma+Alpha(2)) Tial Alloy in Duplex and Lamellar Microstructures,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 193, pp. 474–482, 1995.
- [87] Y. Mutoh, S. J. Zhu, T. Hansson, S. Kurai, and Y. Mizuhara, “Effect of microstructure on fatigue crack growth in TiAl intermetallics at elevated temperature,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 323, no. 1–2, pp. 62–69, 2002.
- [88] M. Werwer, R. Kabir, A. Cornec, and K. H. Schwalbe, “Fracture in lamellar TiAl simulated with the cohesive model,” *Eng. Fract. Mech.*, vol. 74, no. 16, pp. 2615–2638, 2007.
- [89] B. D. Worth, J. M. Larsen, S. J. Balsone, and J. W. Jones, “Mechanisms of Ambient Temperature Fatigue Crack Growth in Ti-46 . 5Al-3Nb-2Cr-0 . 2W,” *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 28, no. March, pp. 825–835, 1997.

- [90] X. S. Wang, M. Zhang, X. P. Song, S. Jia, Q. Chen, and N. Kawagoishi, "Fatigue failure analyses on a Ti-45Al-8Nb-0.2W-0.2B-0.1Y alloy at different temperatures," *Materials (Basel)*, vol. 5, no. 11, pp. 2280–2291, 2012.
- [91] O. Berteaux, "Etude des mécanismes d'écrouissage et d'endommagement cycliques des alliages TiAl élaborés par métallurgie des poudres," Université de Poitiers, 2005.
- [92] J. C. Grosskreutz, "The Mechanisms of Metal Fatigue ( I )," *Phys. Status Solidi*, vol. 47, p. 11, 1971.
- [93] C. E. Feltnert and L. C., "Cyclic stress-strain of fcc metals and alloys- II Dislocation structures and mechanisms," *Acta Metall.*, vol. 15, 1967.
- [94] H. J.R and G. J.C, "Mechanisms of fatigue hardening in copper single crystals," *Acta Metall.*, vol. 17, p. 77, 1969.
- [95] M. Weisse, C. K. Wamukwamba, H.-J. CHRIST, and H. MUGHRABI, "BEHAVIOUR OF THE LOW CARBON STEEL SAE 1045 IN," *Acta Metall. Mater.*, vol. 41, no. 7, pp. 2227–2233, 1993.
- [96] B. Guennec, A. Ueno, T. Sakai, M. Takanashi, Y. Itabashi, and M. Ota, "Dislocation-based interpretation on the effect of the loading frequency on the fatigue properties of JIS S15C low carbon steel," *Int. J. Fatigue*, vol. 70, pp. 328–341, 2015.
- [97] S. J. Basinski, Z. S. Basinski, and A. Howie, "Early stages of fatigue in copper single crystals," *Philos. Mag.*, vol. 19, pp. 899–924, 1969.
- [98] M. Niewczas, "Latent hardening effects in low cycle fatigue of copper single crystals," *Philos. Mag. A*, vol. 93, no. April 2015, pp. 37–41, 2013.
- [99] C. Guillemer-neel, V. Bobet, and M. Clavel, "Cyclic deformation behaviour and Bauschinger effect in ductile cast iron," *Mater. Sci. Eng.*, vol. 272, pp. 431–442, 1999.
- [100] S. M. . Sastry and H. . Lipsitt, "Fatigue Deformation of TiAl Base Alloys," *Mettalurgical Trans. A*, vol. 8A, no. February, pp. 299–308, 1977.
- [101] G. Hénaff, O. Berteaux, M. Jouiad, and M. Thomas, "LOW CYCLE FATIGUE AND CYCLIC DEFORMATION OF TiAl ALLOYS," *Mater. Sci. Forum*, vol. 638–642, pp. 1324–1329, 2010.
- [102] A. L. Gloanec, G. Henaff, M. Jouiad, D. Bertheau, P. Belaygue, and M. Grange, "Cyclic deformation mechanisms in a gamma titanium aluminide alloy at room temperature," *Scr. Mater.*, vol. 52, no. 2, pp. 107–111, 2005.
- [103] A. L. Gloanec, M. Jouiad, D. Bertheau, M. Grange, and G. Hénaff, "Low-cycle fatigue and deformation substructures in an engineering TiAl alloy," *Intermetallics*, vol. 15, no. 4, pp. 520–531, 2007.
- [104] W. F. Cui and C. M. Liu, "Fracture characteristics of  $\gamma$ -TiAl alloy with high Nb content under cyclic loading," *J. Alloys Compd.*, vol. 477, pp. 596–601, 2009.
- [105] Z. S. Basinski and S. J. Basinski, "Fundamental aspects of low amplitude cyclic deformation in face-centred cubic crystals," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 36, pp. 89–148, 1992.
- [106] N. Grilli, K. G.F, and H. Van Swygenhoven, "Crystal plasticity finite element modelling of low cycle fatigue in fcc metals," *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 84, pp. 424–435, 2015.
- [107] T. Zofia, "Etude des mécanismes activés par SPS dans un alliage TiAl et dans le système Ag-Zn," Paul Sabatier Toulouse 3, 2015.

- [108] T. Voisin, J. P. Monchoux, M. Thomas, C. Deshayes, and A. Couret, “Mechanical Properties of the TiAl IRIS Alloy,” *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 47, no. 12, pp. 6097–6108, 2016.
- [109] M. Roth and H. Biermann, “Thermo-mechanical fatigue behaviour of the  $\gamma$ -TiAl alloy TNB-V5,” *Scr. Mater.*, vol. 54, pp. 137–141, 2006.
- [110] M. Roth and H. Biermann, “Thermo-mechanical fatigue behaviour of the gamma-titanium aluminide TNB-V5 with near-gamma microstructure,” *Mater. Sci. Forum*, vol. 539–543, pp. 1559–1564, 2007.
- [111] T. Heckel and H.-J. Christ, “Low Cycle Fatigue Life Threshold for Titanium Aluminides,” *Adv. Eng. Mater.*, vol. 12, no. 11, pp. 1142–1145, 2010.
- [112] J. Ding, M. Zhang, T. Ye, Y. Liang, Y. Ren, and C. Dong, “Microstructure stability and micro-mechanical behavior of as-cast gamma-TiAl alloy during high-temperature low cycle fatigue,” *Acta Mater.*, 2018.
- [113] M. A. Gibson and C. T. Forwood, “Slip transfer of deformation twins in duplex  $\gamma$ -based Ti–Al alloys . Part I . Transfer across  $\gamma$ – $\gamma$  coherent twin interfaces,” *Philos. Mag. A*, vol. 80, no. 12, pp. 2747–2783, 2000.
- [114] L. Wu *et al.*, “Twinning-detwinning behavior during the strain-controlled low-cycle fatigue testing of a wrought magnesium alloy, ZK60A,” *Acta Mater.*, vol. 56, no. 4, pp. 688–695, 2008.
- [115] A. Couret, S. Farenc, C. Daniel, and A. Coujou, “Proceedings of a symposium on twinning in advanced materials,” *TMS Publ.*, p. 361, 1994.
- [116] J. Edington, *Practical Electron Microscopy in Materials Science: 3 Interpretation of Electron Micrographs*. 1976.
- [117] D. Williams and C.-B. Carter, “Transmission Electron Microscopy: 3 Imaging,” *Plenum Press*, 1996.
- [118] M. Feuerbacher and D. Caillard, “[0 1 0] dislocations in the complex metallic alloy  $\xi'$ -Al-Pd-Mn,” *Acta Mater.*, vol. 52, no. 5, pp. 1297–1304, 2004.
- [119] F. Appel and R. Wagner, “Microstructure and deformation of two-phase  $\gamma$ -titanium aluminides,” *Mater. Sci. Eng. R Reports*, vol. 22, no. 5, pp. 187–268, 1998.
- [120] J. Malaplate, D. Caillard, and A. Couret, “Interpretation of the stress dependence of creep by a mixed climb mechanism in TiAl,” *Philos. Mag.*, vol. 84, no. 34, pp. 3671–3687, 2004.
- [121] S. Jiao, N. Bird, P. B. Hirsch, and G. Taylor, “Yield stress anomalies in single crystals of Ti-54.5 at.% Al I. Overview and (011) superdislocation slip,” *Philos. Mag. A Phys. Condens. Matter, Struct. Defects Mech. Prop.*, vol. 78, no. 3, pp. 777–802, 1998.
- [122] Y. Zheng, L. Zhao, and I. Table, “Microstructure evolution during heat treatment of a Cr-bearing Ti3Al+TiAl alloy,” *Scr. Metall. Materialia*, vol. 25, no. c, p. 2599, 1992.
- [123] J. Beddoes, W. R. Chen, and L. Zhao, “Precipitation of  $\beta$  particles in a fully lamellar Ti-47Al-2Nb-1Mn-0.5W-0.5Mo-0.2Si (at.%) alloy,” *J. Mater. Sci.*, vol. 7, pp. 621–627, 2002.
- [124] D. Y. Seo, J. Beddoes, and L. Zhao, “Primary creep behavior of Ti-48Al-2W as a function of stress and lamellar morphology,” *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 34 A, no. 10, pp. 2177–2190, 2003.
- [125] W. M. Yin, V. Lupinc, and L. Battezzati, “Microstructure study of a  $k$ -TiAl based alloy containing W and Si,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 240, pp. 713–721, 1997.

- [126] R. Kainuma, Y. Fujita, H. Mitsui, I. Ohnuma, and K. Ishida, "Phase equilibria among  $\alpha$  (hcp),  $\beta$  (bcc) and  $\gamma$  (L1<sub>0</sub>) phases in Ti±Al base ternary alloys," *Intermetallics*, vol. 8, pp. 855–867, 2000.
- [127] M. Grange, J. Raviart, and M. Thomas, "Influence of microstructure on tensile and creep properties of a new castable TiAl-based alloy M. Grange \*, J. -L Raviart, M. Thomas Influence of microstructure on tensile and creep properties of a new castable TiAl-based alloy Metallurgical and Mater," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 35, p. 2087, 2004.
- [128] H. Jabbar, A. Couret, L. Durand, and J. P. Monchoux, "Identification of microstructural mechanisms during densification of a TiAl alloy by spark plasma sintering," *J. Alloys Compd.*, vol. 509, no. 41, pp. 9826–9835, 2011.
- [129] R. Yu, L. L. He, Z. Y. Cheng, J. Zhu, and H. Q. Ye, "B2 precipitates and distribution of W in a Ti – 47Al – 2W – 0.5Si alloy," *Intermetallics*, vol. 10, pp. 661–665, 2002.
- [130] F. Herrouin, D. Hu, P. Bowen, and I. P. Jones, "Microstructural changes during creep of a fully lamellar TiAl alloy," *Acta Mater.*, vol. 46, no. 14, pp. 4963–4972, 1998.
- [131] M. F. Bartholomeusz and J. A. Wert, "Modeling creep deformation of a two-phase TiAl/Ti<sub>3</sub>Al alloy with a lamellar microstructure," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 25, no. 10, pp. 2161–2171, 1994.
- [132] M. Es-Souni, A. Bartels, and R. Wagner, "Creep deformation and creep microstructures of a near  $\gamma$ -TiAl alloy Ti<sub>48</sub>Al<sub>2</sub>Cr," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 171, no. 1–2, pp. 127–141, 1993.

# Annexe 1

## Modélisation du comportement oligocyclique d'IRIS

---

<b>I. Introduction.....</b>	<b>192</b>
<b>II. Mécanisme de déformation cyclique.....</b>	<b>192</b>
<b>III. Modélisation de la déformation cyclique .....</b>	<b>193</b>
III.1. Le modèle de Chaboche (Chaboche, 1978).....	193
III.2. Modèle de Contesti et Cailletaud (Contesti, 1988).....	194
<b>L'évolution de chacun des deux domaines est similaire à celle du modèle unifié : .....</b>	<b>195</b>
III.3. Modèle d'Ohno et Wang (Ohno et Wang, 1993) .....	195
III.4. Modèle 2M1C ou modèle de l'ONERA (Sai, 1993) .....	196
III.5. Conclusion.....	197
<b>IV. Modélisation du comportement cyclique de TiAl .....</b>	<b>197</b>
IV.1. Données expérimentales.....	197
IV.2. Les versions du modèle de Chaboche étudiées .....	197
IV.3. Identification des modèles étudiés .....	201
IV.4. Résultats .....	201
<b>V. Conclusion .....</b>	<b>207</b>

## I. Introduction

Dans cette partie, on s'intéresse à fournir à la communauté une loi de comportement cyclique isotherme du TiAl IRIS à trois températures 750, 800 et 850°C en utilisant les données expérimentales décrites précédemment. Pour cela nous commençons par rappeler les deux formes d'écrouissage rencontrés lors de la déformation cyclique des matériaux métalliques : l'écrouissage isotrope et cinématique. Ensuite, nous décrivons les modèles de comportement cyclique les plus utilisés dans la littérature. Enfin, le modèle de Chaboche (Chaboche, 1978) sera identifié avec différents versions selon la forme de l'évolution de l'écrouissage cinématique. En effet, on a distingué trois versions de ce modèle :

- INLKL : écrouissage isotrope non linéaire et écrouissage cinématique linéaire.
- INLKNL : écrouissage isotrope non linéaire et écrouissage cinématique non linéaire (avec deux paramètres).
- INL2KNL : écrouissage isotrope non linéaire et écrouissage cinématique non linéaire plus complexe (avec quatre paramètres).

## II. Mécanisme de déformation cyclique

La déformation cyclique du matériau résulte de l'application de sollicitations périodiques. Bien que les essais de traction-compression soient les plus courants pour étudier cette déformation, il est néanmoins possible d'effectuer des essais cycliques de flexion, de torsion alterné ou des essais combinés. Ces essais sont généralement réalisés à déformation imposée afin d'élaborer une loi de comportement cyclique d'un matériau, qui décrit sa réponse à des chargements cycliques (Figure 29).

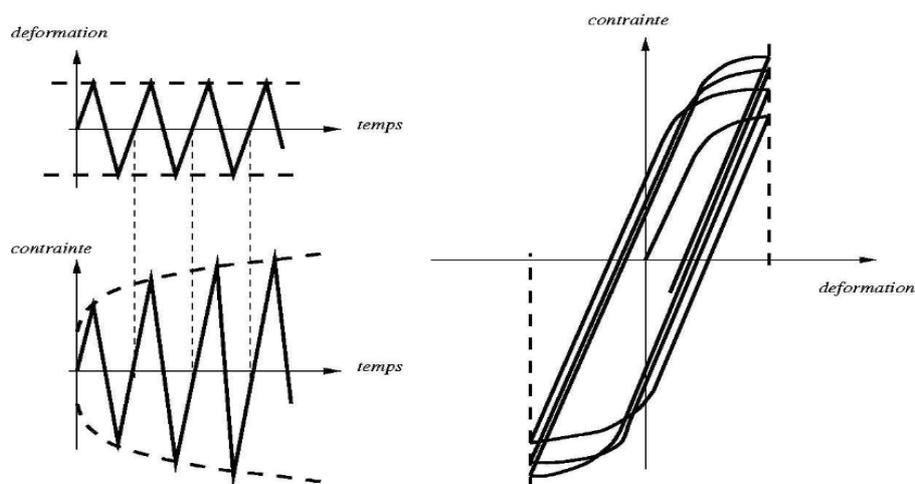


Figure 29 : Essai cyclique à déformation imposée (BOUBY, 2006)

Pour la plupart des métaux, la déformation plastique cyclique est accompagnée par un durcissement structural appelé l'écrouissage. Ce phénomène d'écrouissage est caractérisé par l'augmentation de la densité des dislocations au cours de la déformation et en conséquence le nombre de points de blocage augmente, autrement dit la résistance à la déformation croît. Deux types d'écrouissage sont généralement rencontrés :

- L'écrouissage isotrope : on parle de l'écrouissage isotrope lorsque la frontière du domaine élastique dépend seulement d'un paramètre scalaire. Ce domaine élastique augmente en fonction de la déformation plastique suivant une loi d'écrouissage :  $\sigma = f(\varepsilon)$ . Ce type d'écrouissage est utilisé en déformation cyclique pour caractériser l'évolution de l'étendue du domaine d'élasticité après chaque cycle.

- L'érouissage cinématique : lors d'une sollicitation cyclique ce phénomène est caractérisé par la translation du domaine d'élasticité dans l'espace des contraintes. Cette translation est modélisée par un tenseur d'érouissage cinématique  $X$  qui définit le centre du domaine d'élasticité et permet de modéliser l'effet Bauschinger lors d'un cycle de charge-décharge (Figure 30).

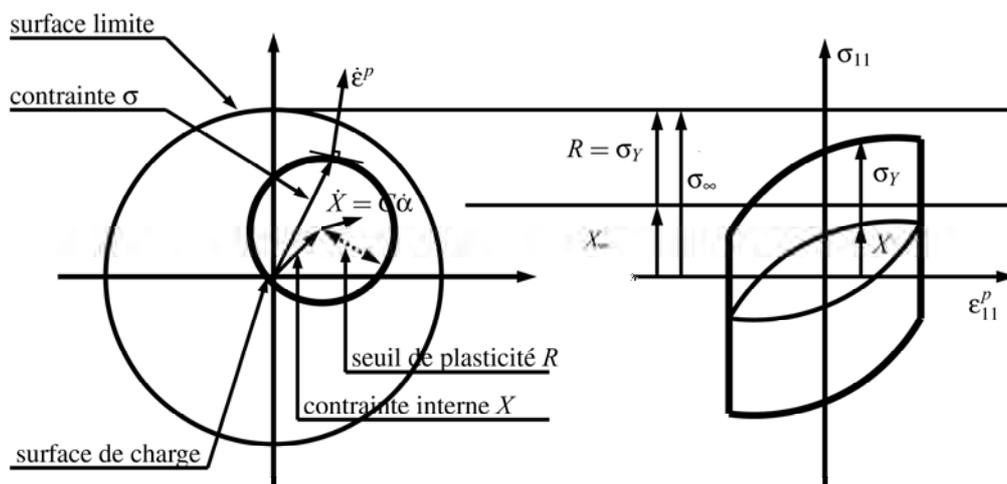


Figure 30 : Schématisation du phénomène d'érouissage cinématique (BOUBY, 2006)

### III. Modélisation de la déformation cyclique

Plusieurs modèles de comportement (élastoplastique et élasto-viscoplastique) cyclique existent dans la littérature (Sai, 1993). Selon le matériau étudié, le modèle le plus performant est celui capable de reproduire la réponse expérimentale avec un minimum de paramètres matériaux. Les modèles les plus utilisés dans la littérature sont :

#### III.1. Le modèle de Chaboche (Chaboche, 1978)

La déformation totale dans ce modèle est décomposée en deux composantes élastique et inélastique (plastique ou viscoplastique). L'évolution de la surface de charge est gouvernée par deux types de variables d'érouissage :

- Une variable d'érouissage isotrope de type scalaire qui décrit l'évolution de la taille du domaine élastique dans l'espace des contraintes
- Une variable d'érouissage cinématique de type tensorielle qui définit le centre du domaine élastique.

Le Tableau 3 résume les principales équations du modèle.

Tableau 3 : équations constitutive du modèle de Chaboche

La décomposition de la déformation totale :	$\underline{\underline{\varepsilon}}_t = \underline{\underline{\varepsilon}}_e + \underline{\underline{\varepsilon}}_{in}$
La fonction de charge :	$f(\sigma, X, R) = J(\underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{X}}) - R$
La loi d'évolution de l'écrouissage isotrope :	$R = R + Q(1 - \exp(-bp))$
La loi d'évolution de l'écrouissage cinématique :	$\underline{\underline{X}} = \sum_i \underline{\underline{X}}_i = \frac{2}{3} \sum_i C_i \underline{\underline{\alpha}}_i$
L'évolution des $\underline{\underline{\alpha}}_i$ :	$\underline{\underline{\dot{\alpha}}}_i = \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}_p - D_i \underline{\underline{\alpha}}_i \underline{\underline{\dot{p}}}$
L'évolution de la déformation plastique :	$\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}_p = \underline{\underline{n}} \underline{\underline{\dot{p}}} = \frac{3}{2} \frac{\partial f}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} \underline{\underline{\dot{p}}}$

Ces équations sont valables en plasticité et en viscoplasticité. Seule la manière d'obtention de la variation de l'écoulement  $\underline{\underline{\dot{p}}}$  change. En plasticité, ce paramètre est obtenu à l'aide de la condition de cohérence. En viscoplasticité,  $\underline{\underline{\dot{p}}}$  est obtenue explicitement (par exemple en utilisant une fonction puissance pour caractériser la distance entre le point de fonctionnement actuel et le domaine d'élasticité).

Le modèle de Chaboche est le plus utilisé par la communauté française pour reproduire le comportement cyclique des métaux à différentes températures. Il a connu de nombreux développements supplémentaires en plasticité et viscoplasticité (Cailletaud, 1979 ; Chaboche, Dang-Van et Cordier, 1979 ; Chaboche et Nouailhas, 1989 ; Chaboche et al. 1991). En particulier concernant l'équation d'évolution de  $\underline{\underline{\dot{\alpha}}}$ . Les recherches se sont portées sur cette variable car elle gouverne la réponse asymptotique du modèle. Le Tableau 4 résume, dans l'ordre chronologique, ces différentes lois d'évolution de l'écrouissage cinématique :

Tableau 4 : les différentes expressions de l'écrouissage cinématique dans le modèle de Chaboche

Prager (1956) :	$\underline{\underline{\dot{X}}} = \frac{2}{3} C \underline{\underline{n}} \underline{\underline{\dot{p}}} = \frac{2}{3} C \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}_p$
Ziegler (1959) :	$\underline{\underline{\dot{X}}} = (\underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{X}}) \underline{\underline{\dot{p}}}$
Armstrong et Frederick (1966), Chaboche (1978) :	$\underline{\underline{\dot{X}}} = \frac{2}{3} \left( C \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}_p - D \underline{\underline{\alpha}} \underline{\underline{\dot{p}}} \right) = \frac{2}{3} (C \underline{\underline{n}} - D \underline{\underline{\alpha}}) \underline{\underline{\dot{p}}}$
Mroz et al. (1976)	$\underline{\underline{\dot{X}}} = \frac{2}{3} \left( C(p) \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}_p - D(p) \underline{\underline{\varepsilon}}_p \underline{\underline{\dot{p}}} \right)$
Burlet et Cailletaud (1987) :	$\underline{\underline{\dot{X}}} = \frac{2}{3} \left( C \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}_p - D(\underline{\underline{\alpha}}; \underline{\underline{n}}) \underline{\underline{n}} \underline{\underline{\dot{p}}} \right)$
Chaboche (1991) :	$\underline{\underline{\dot{X}}} = \frac{2}{3} C \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}_p - D \left( 1 - \frac{X_1}{J_2(\underline{\underline{X}})} \right) \underline{\underline{X}} \underline{\underline{\dot{p}}}$

### III.2. Modèle de Contesti et Cailletaud (Contesti, 1988)

Ce modèle à deux déformations inélastiques permet de faire la distinction entre les deux comportements plastiques et viscoplastiques. Parmi les caractéristiques de ce modèle, on peut noter les possibilités de décrire un effet « inverse » de la vitesse de sollicitation. L'interaction entre les séquences plasticité et fluage est également mieux reproduite par ce modèle que la plupart des modèles classiques qui ne font pas la distinction entre ces deux modes de déformation.

Le formalisme de ce modèle est donc basé sur la décomposition de la déformation totale en trois termes élastique, plastique et viscoplastique :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_t = \underline{\underline{\varepsilon}}_e + \underline{\underline{\varepsilon}}_p + \underline{\underline{\varepsilon}}_v \quad (1)$$

Le calcul de ces différentes quantités est basé sur deux fonctions de charges, ayant chacune un centre et un rayon :

$$\begin{aligned} f^p &= J_2 \left( \underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{X}}_p \right) - R_p = 0 \\ f^v &= J_2 \left( \underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{X}}_v \right) - R_v = 0 \end{aligned} \quad (2)$$

Chaque variable d'érouissage cinématique peut à son tour être décomposée en un ou plusieurs termes :

$$\begin{aligned} \underline{\underline{X}}_p &= \sum_i \underline{\underline{X}}_{pi} \\ \underline{\underline{X}}_v &= \sum_i \underline{\underline{X}}_{vi} \end{aligned} \quad (3)$$

L'originalité de ce modèle par rapport à d'autres formulations est le couplage introduit entre les variables cinématique :

$$\begin{aligned} \underline{\underline{X}}_{pi} &= \frac{2}{3} C_{pi} a_{pi} \underline{\underline{\alpha}}_{pi} + \frac{2}{3} C_{vpi} \underline{\underline{\alpha}}_{vi} \\ \underline{\underline{X}}_{vi} &= \frac{2}{3} C_{vi} a_{vi} \underline{\underline{\alpha}}_{vi} + \frac{2}{3} C_{vpi} \underline{\underline{\alpha}}_{pi} \end{aligned} \quad (4)$$

L'évolution de chacun des deux domaines est similaire à celle du modèle unifié :

$$\begin{aligned} R_p &= R_{ps} + (R_{pi} - R_{ps}) \exp(-b_p p) \\ R_v &= R_{vs} + (R_{vi} - R_{vs}) \exp(-b_v v) \end{aligned} \quad (5)$$

Enfin, l'évolution des variables internes cinématiques peut prendre plusieurs formes (linéaire, non linéaires,...).

### III.3. Modèle d'Ohno et Wang (Ohno et Wang, 1993)

Ce modèle ne comprend pas de limite d'élasticité, il y a donc écoulement dès que la contrainte effective  $\underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{X}}$  est non nulle. Par contre, l'évolution des variables cinématiques de ce modèle dépend de critères locaux. Ce modèle est basé sur la décomposition de la déformation en deux composantes élastique ou inélastique :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_t = \underline{\underline{\varepsilon}}_e + \underline{\underline{\varepsilon}}_p \quad (6)$$

La déformation inélastique peut être, par exemple, obtenue à l'aide d'une loi puissance :

$$\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}_p = \left( \frac{J_2 \left( \underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{X}} \right)}{A} \right)^b \frac{3}{2} \frac{\underline{\underline{\sigma}}^D - \underline{\underline{X}}}{J_2 \left( \underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{X}} \right)} \quad (7)$$

Comme le modèle de Chaboche, ce modèle intègre la possibilité d'introduire plusieurs formes des contraintes internes :

$$\underline{X} = \sum_i \underline{X}_i \quad (8)$$

Il considère plusieurs fonctions de charge pour déterminer l'évolution de ces contraintes internes :

$$f_i = J_2(\underline{X}_i) - R_i \quad (9)$$

L'évolution des contraintes internes se fait en fonction de la déformation inélastique. Cette évolution est linéaire à l'intérieur du domaine ( $f_i < 0$ ) :

$$si \ f_i < 0 \ ou \ \underline{X}_i : \underline{\dot{\varepsilon}}_p < 0 \quad \rightarrow \quad \underline{\dot{X}}_i = \frac{2}{3} \ h_i \underline{\dot{\varepsilon}}_p \quad (10)$$

Dès que le critère est vérifié ( $f_i = 0$ ), l'évolution de la contrainte interne est pondérée par un terme en puissance :

$$si \ f_i = 0 \quad \rightarrow \quad \underline{\dot{X}}_i = \frac{2}{3} \ h_i \left[ \underline{\dot{\varepsilon}}_p - \left( \frac{J_2(\underline{X}_i)}{r_i} \right) \langle \underline{n}_i : \underline{\dot{\varepsilon}}_p \rangle \frac{\underline{X}_i}{r_i} \right] \quad (11)$$

#### III.4. Modèle 2M1C ou modèle de l'ONERA (Sai, 1993)

Par rapport aux approches phénoménologiques classiques, ce type de modèle avec deux mécanismes et un critère offre beaucoup de possibilités pour décrire les différents phénomènes de rochet, d'accommodation, etc... Parmi les avantages de ce type de modèle non unifié la possibilité de considérer plusieurs flux inélastiques tout en conservant un nombre réduit de variables.

Comme le modèle de Chaboche, on utilise une contribution élastique et inélastique pour définir la déformation totale :

$$\underline{\varepsilon}_t = \underline{\varepsilon}_e + \underline{\varepsilon}_p \quad (12)$$

Un seul critère est utilisé dans ce modèle, donc la fonction de charge s'écrit en formulation unidimensionnelle :

$$f = \sqrt{(\underline{\sigma}_1 - \underline{X}_1)^2 + (\underline{\sigma}_2 - \underline{X}_2)^2} - R_2 - R_1 - R_0 \quad (13)$$

La notion de deux mécanismes se présente dans la formulation des lois d'états qui s'écrivent :

$$\begin{aligned} \underline{X}_1 &= C_{11} \underline{\alpha}_1 + C_{12} \underline{\alpha}_2 \\ \underline{X}_2 &= C_{22} \underline{\alpha}_2 + C_{12} \underline{\alpha}_1 \\ R_1 &= b_1 Q_1 q_1 \\ R_2 &= b_2 Q_2 q_2 \end{aligned} \quad (14)$$

Avec les équations d'évolutions qui s'écrivent de la manière suivante :

$$\varepsilon_i = \lambda \frac{\underline{\sigma}_i - \underline{X}_i}{\sqrt{(\underline{\sigma}_1 - \underline{X}_1)^2 + (\underline{\sigma}_2 - \underline{X}_2)^2}} \quad (15)$$

$$\begin{aligned}\underline{\dot{\alpha}}_i &= \underline{\dot{\varepsilon}}_i - \lambda \frac{D_i}{C_{ii}} \underline{X}_i \\ \dot{q}_i &= \lambda \left(1 - \frac{R_i}{Q_i}\right)\end{aligned}$$

### III.5. Conclusion

D'autres modèles de comportement cyclique des métaux existent. On s'est contenté dans ce paragraphe de décrire les modèles les plus utilisés dans la littérature. Le choix du modèle dépend des phénomènes accompagnant la déformation cyclique du matériau étudié. Etant donné les résultats obtenus sur l'alliage IRIS, nous avons fait le choix d'utiliser le modèle de Chaboche avec ces différentes formes pour modéliser le comportement du TiAl.

## IV. Modélisation du comportement cyclique de TiAl

La procédure d'identification et de validation du modèle de Chaboche à partir des données expérimentales est présentée dans ce paragraphe

### IV.1. Données expérimentales

Des essais de comportement cyclique (à déformation imposée avec un rapport de déformation  $\varepsilon_{min}/\varepsilon_{max}$  égal à -1) ont été réalisés à différentes températures (750, 800 et 850 °C) et à vitesse de déformation constante ( $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ). Ces essais ont été décrits précédemment. On se contente ici de rappeler les données qui seront utilisées pour l'identification. Un total de cinq essais sera utilisé dans l'identification et la validation de ce modèle. Les paramètres rhéologiques de ces essais sont décrits dans le Tableau 5.

Tableau 5 : Les conditions expérimentales des essais

T (°C)	$\dot{\varepsilon}$ (s <sup>-1</sup> )	$\Delta\varepsilon_t/2$ (%)
750°C	$10^{-3}$	0,45
800°C	$10^{-3}$	0,3
	$10^{-3}$	0,45
	$10^{-3}$	0,6
850°C	$10^{-3}$	0,45

Une première étape consiste à sélectionner les cycles qui seront utilisés pour l'identification. Pour des matériaux présentant un durcissement ou un adoucissement cyclique, le cycle à mi-durée de vie est généralement considéré pour l'identification. Le comportement de TiAl IRIS dans la gamme de paramètres rhéologiques étudiée montre une stabilisation de la contrainte dès les premiers cycles et jusqu'à la rupture.

### IV.2. Les versions du modèle de Chaboche étudiées

Le modèle de Chaboche est le plus utilisé pour modéliser le comportement cyclique isotherme des matériaux travaillant à chaud (Velay, 2005). Les essais de cette étude ont été réalisés à vitesse de déformation constante. Nous avons choisi d'utiliser le cadre de la plasticité indépendante du temps obéissant au critère de Von Mises. La fonction de charge s'écrit donc :

$$f(\sigma, X, R) = J\left(\underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{X}}\right) - \sigma_y - R \leq 0 \quad (16)$$

Avec  $\sigma_y$  la Limite d'élasticité initiale,  $\underline{X}$  la variable tensorielle d'écrouissage cinématique, et R la variable scalaire d'écrouissage isotrope.

Nous avons tenté d'identifier plusieurs versions de ce modèle selon la forme de la loi d'évolution de la variable d'écrouissage cinématique. Enfin trois modèles sont retenus :

- Un modèle avec écrouissage isotrope non linéaire et écrouissage cinématique linéaire (sera noté **INLKL**) : avec 4 paramètres matériaux à identifier
- Un modèle avec écrouissage isotrope non linéaire et écrouissage cinématique non linéaire (sera noté **INLKNL**) : avec 5 paramètres matériaux à identifier
- Un modèle avec écrouissage isotrope non linéaire et écrouissage cinématique non linéaire 2 (sera noté **INL2KNL**) : avec 7 paramètres matériaux à identifier

Les expressions des équations d'évolution des deux variables d'écrouissage (cinématique et isotrope) de ces trois modèles sont présentés dans le Tableau 6:

Tableau 6 : Les expressions des lois d'écrouissages isotrope et cinématique des trois versions du modèle étudié

Modèle	Equations constitutives	Paramètres à identifier
INLKL	$R(p) = R_0 + Q(1 - e^{-bp})$ $\dot{\underline{X}} = \frac{2}{3} \underline{C} \dot{\underline{\epsilon}}_p$	$R_0, Q, b$  $C$
INLKNL	$R(p) = R_0 + Q(1 - e^{-bp})$ $\dot{\underline{X}} = \frac{2}{3} \underline{C} \dot{\underline{\epsilon}}_p - \underline{D} \underline{X} \dot{p}$	$R_0, Q, b$  $C, D$
INL2KNL	$R(p) = R_0 + Q(1 - e^{-bp})$ $\dot{\underline{X}} = \dot{\underline{X}}_1 + \dot{\underline{X}}_2$ $\dot{\underline{X}} = \frac{2}{3} (\underline{C}_1 + \underline{C}_2) \dot{\underline{\epsilon}}_p - (\underline{D}_1 + \underline{D}_2) \underline{X} \dot{p}$	$R_0, Q, b$  $C_1, C_2, D_1, D_2$

Avant de procéder à l'identification, une étude de l'influence de chaque paramètre sur la forme de la boucle d'hystérésis a été réalisée :

**Pour l'écrouissage isotrope** (Figure 31) : on peut constater que :

- Si  $Q = 0$  ou  $b = 0$ , l'écrouissage isotrope cyclique est constant. Ceci est semblable à l'observation expérimentale réalisée sur le TiAl.
- $Q$  est la valeur asymptotique correspondant au régime du cyclique stabilisé, de plus si  $Q < 0$  nous avons un adoucissement cyclique et si  $Q > 0$  c'est un durcissement cyclique.
- $b$  est une constante qui indique la rapidité de stabilisation, en effet ce paramètre impose la vitesse de saturation pour la loi d'évolution d'écrouissage isotrope.

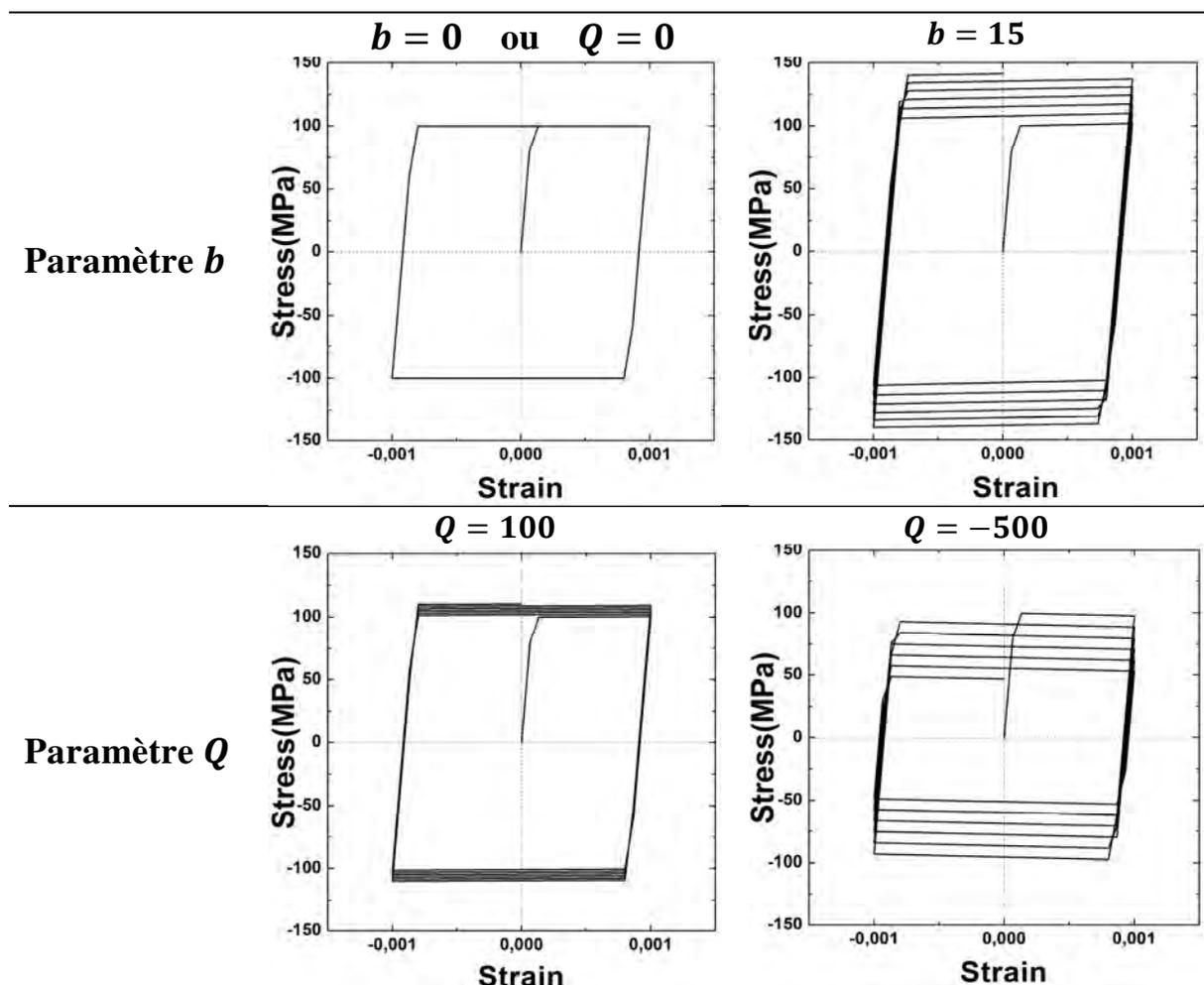


Figure 31 : Sensibilité des boucles d'hystérésis aux paramètres d'écrouissage isotrope  $b$  et  $Q$ .

**Pour l'écrouissage cinématique** (Figure 32) : on peut constater que :

- $C$  est le paramètre qui décrit la pente de la partie plastique de la courbe contrainte-déformation.
- $D$  est la constante qui traduit l'arrondissement dans la partie plastique de la courbe

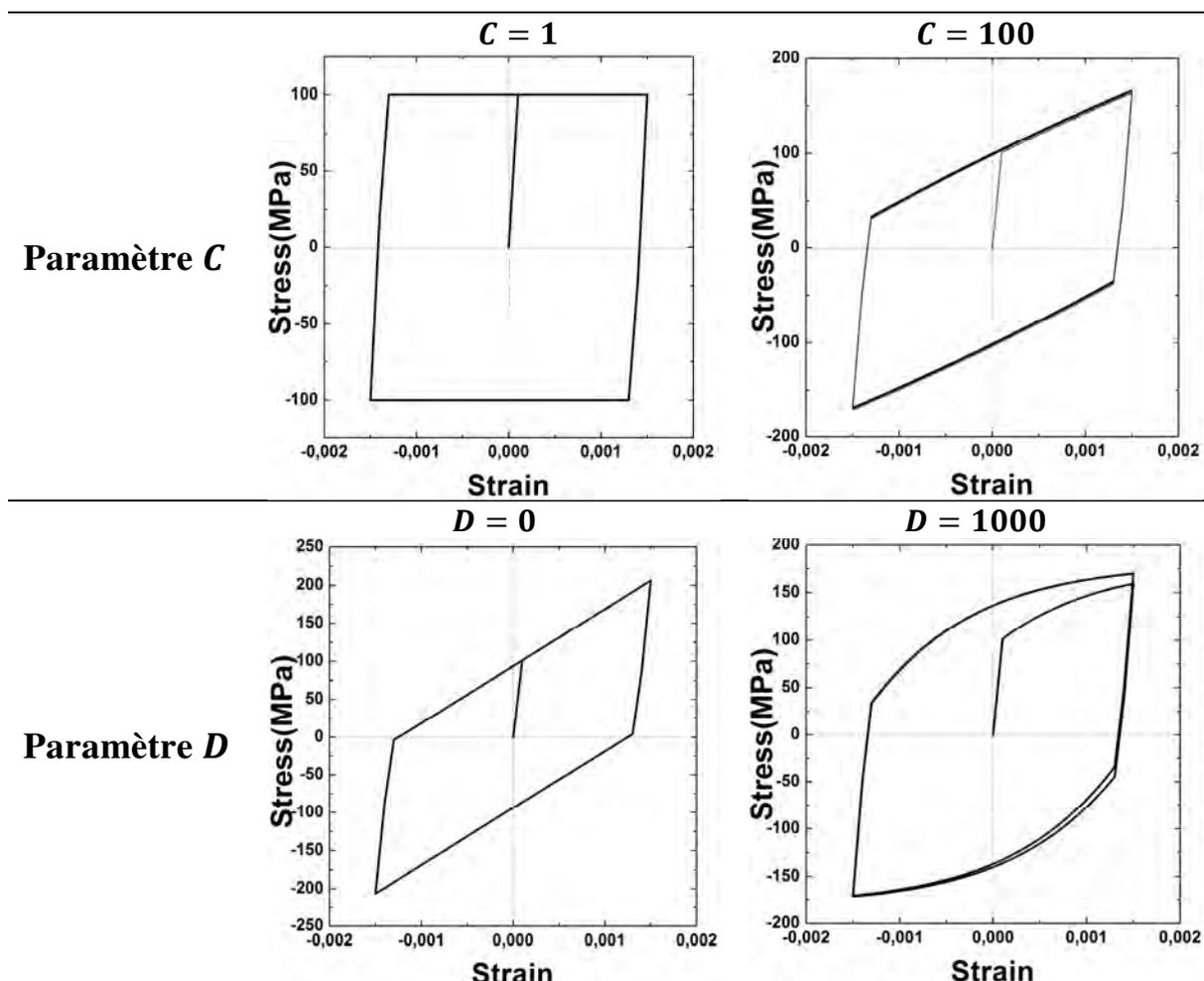


Figure 32 : Sensibilité des boucles d'hystérésis aux paramètres d'érouissage cinématique  $C$  et  $D$ .

Enfin la combinaison de ces deux types d'érouissage permet d'obtenir des boucles d'hystérésis semblables à ce que nous avons observé pour le IRIS (Figure 33) :

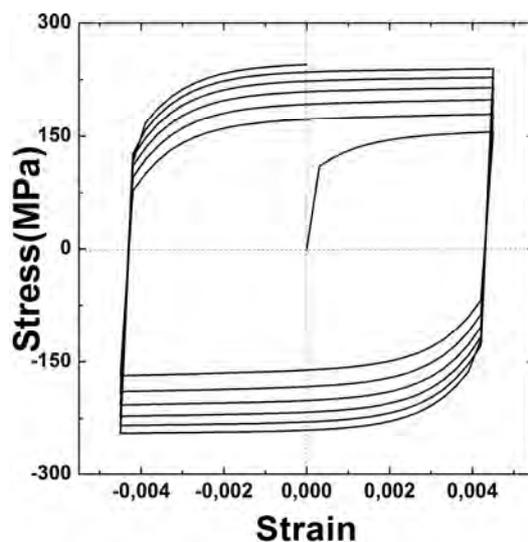


Figure 33 : Boucles d'hystérésis pour le modèle de Chaboche avec érouissages isotrope et cinématique non linéaires.

### IV.3. Identification des modèles étudiés

Le module Z-opt est utilisé pour l'identification. Ce module d'optimisation est un module du logiciel Z-set développé conjointement par l'ONERA et le Centre des Matériaux et regroupant plusieurs autres modules (Z-mat, Z-sim, Zébulon,...). Il est utilisé pour résoudre des problèmes d'optimisation tels que l'identification des coefficients d'une loi de comportement, l'optimisation d'une géométrie, etc. Plusieurs algorithmes d'optimisation sont programmés dans ce module (Levenberg-Marquardt, algorithme génétique,...).

Le principe de l'identification des paramètres matériaux d'une loi de comportement (Figure 34) consiste à :

- Simuler une courbe contrainte-déformation, à des conditions identiques à l'essai expérimental (données d'entrée), à partir des paramètres initiaux (données d'entrée)
- Déterminer l'écart entre les deux courbes en utilisant la méthode de moindre carré
- En utilisant un algorithme d'optimisation, chercher les paramètres matériaux du modèle permettant de minimiser cet écart. L'objectif étant de minimiser la fonction  $F$  appelée fonction objective :

$$\min \left\{ F(t) = \frac{1}{2(t_+ - t_-)} \int_{t_-}^{t_+} (y_{\text{exp}}(t) - y_{\text{sim}}(t))^2 dt \right\} \quad (17)$$

- Après un processus itératif, la minimisation s'arrête si l'objectif  $F = 0$  est atteint (à une erreur près) ou si les paramètres matériaux obtenus à l'itération  $n$  sont identique à ceux obtenus à l'itération  $n - 1$ .

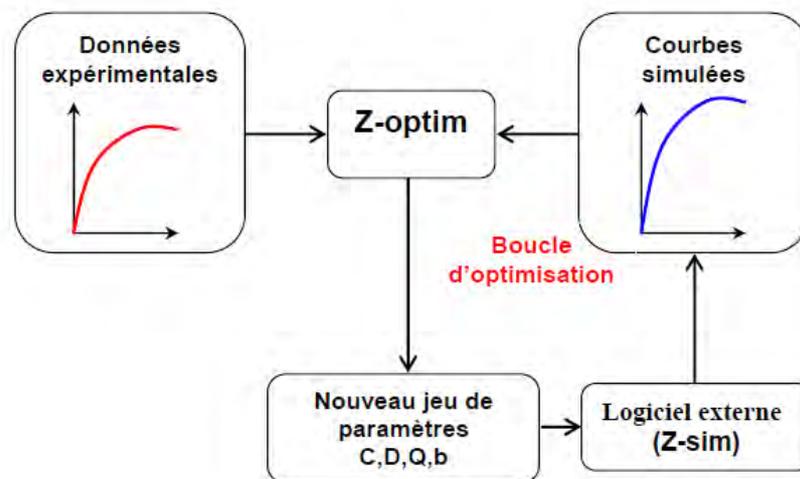


Figure 34 : Méthodologie de l'identification des paramètres avec Z-set

L'algorithme d'optimisation de Levenberg-Marquardt a été sélectionné pour l'identification. A cause du manque de données expérimentales, nous avons choisi d'identifier les différentes versions du modèle de Chaboche pour les trois températures sur la courbe correspondant à un  $\Delta\varepsilon = \pm 0.45\%$ . La validation a été réalisée uniquement à 800 °C pour les deux courbes correspondant à  $\Delta\varepsilon = \pm 0.3\%$  et  $\Delta\varepsilon = \pm 0.6\%$ .

### IV.4. Résultats

L'identification des trois versions du modèle : INLKL, INLKNL et INL2KNL pour la température 800°C et pour l'amplitude de déformation  $\Delta\varepsilon = \pm 0.45\%$  est illustré dans la Figure 35. On pourra constater que les deux modèles INLKNL et INL2KNL reproduisent fidèlement la courbe expérimentale. Un

modèle avec un écrouissage cinématique linéaire est incapable de reproduire les boucles d'hystérésis de TiAl. Le modèle INLKL est donc éliminé. L'écrouissage cinématique de l'alliage TiAl est non linéaire.

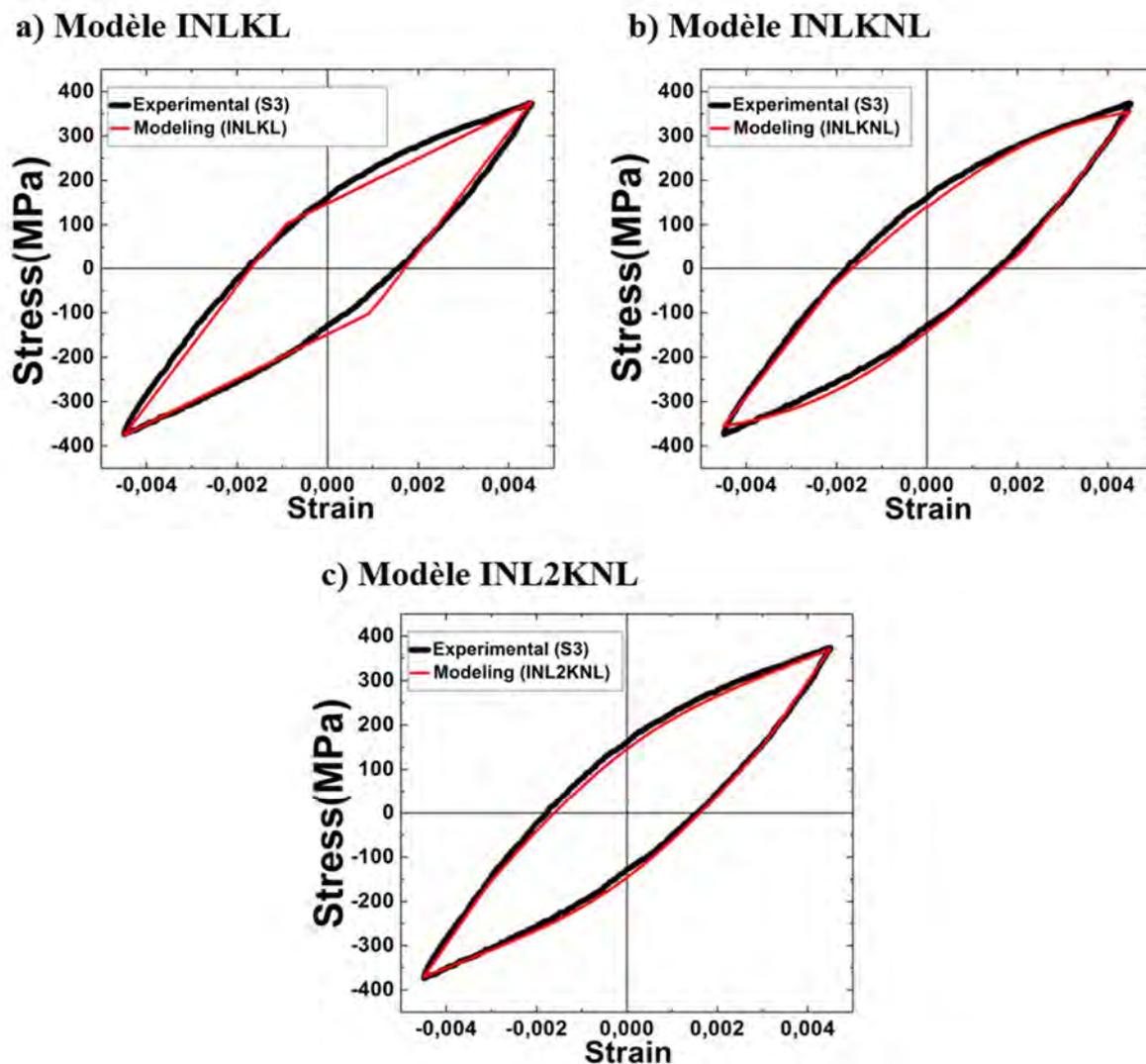
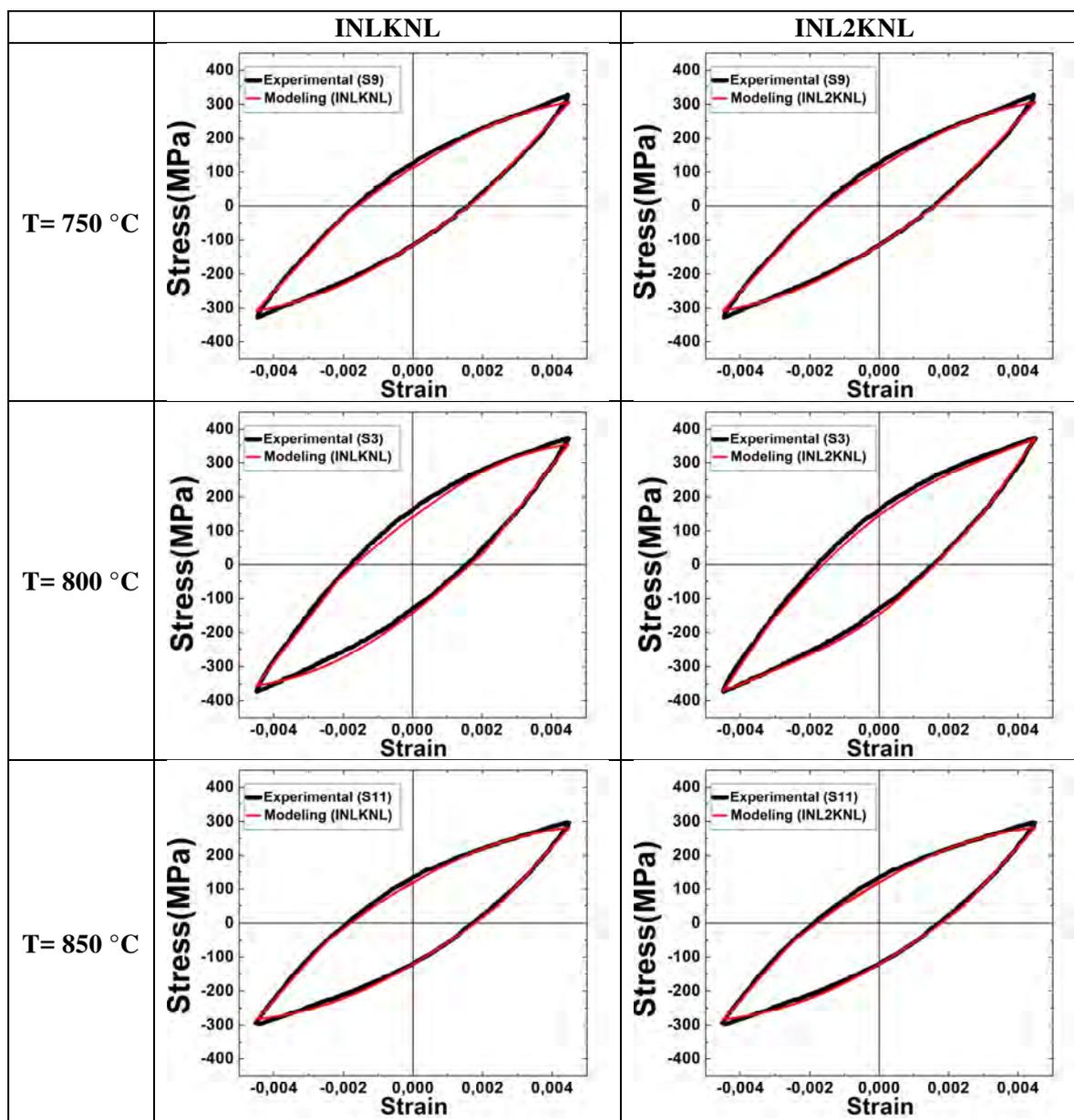


Figure 35 : Comparaison modèles / essais pour  $T=800^{\circ}\text{C}$  et  $\Delta\varepsilon=\pm 0.45\%$ .

La comparaison entre les courbes expérimentales et identifiées en utilisant les deux modèles INLKNL et INL2KNL (Tableau 7) confirme que ces deux modèles sont capables de reproduire correctement le comportement cyclique à chaud du TiAl.

Tableau 7 : Comparaison entre les modèles INKKNL et INL2KNL et les résultats expérimentaux utilisés dans l'identification



Les paramètres des deux modèles sont illustrés dans le Tableau 8. Nous avons choisi d'ajouter le module d'Young aux paramètres à identifier dans les deux modèles pour améliorer les prédictions des modèles de la partie décharge des courbes. Les valeurs nulles des paramètres  $b$  et  $Q$  prouvent que l'écroutissage isotrope cyclique est bien constant et n'évolue pas en fonction du nombre de cycles. Ceci a été confirmé expérimentalement. Avec un choix d'écroutissage isotrope constant, le nombre de paramètres des deux modèles peut être réduit :

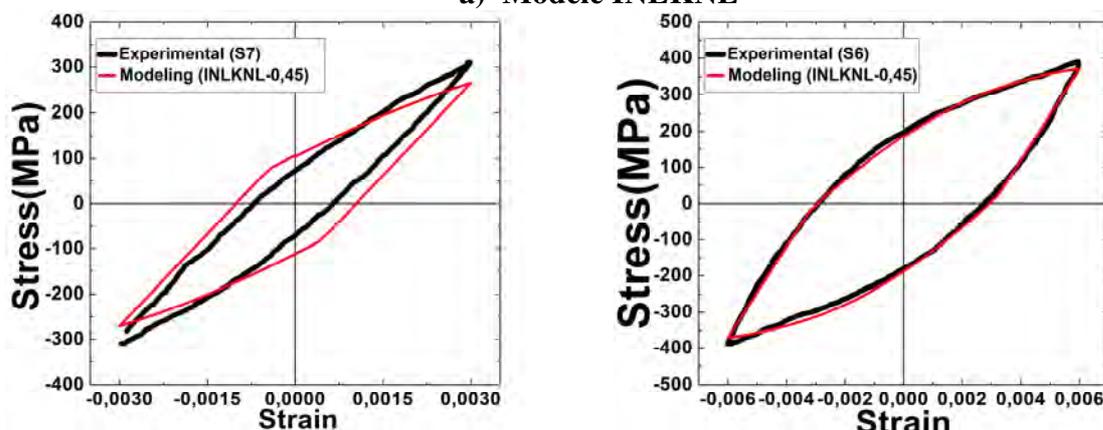
- A trois au lieu de cinq paramètres pour le modèle INKKNL.
- A cinq au lieu de sept paramètres pour le modèle INL2KNL.

Tableau 8 : Paramètres identifiés pour les trois températures des modèles INLKNL et INL2KNL

Modèle	Paramètre	T=750°C	T=800°C	T=850°C
INLKNL	E [MPa]	110655	114411	114051
	R0 [MPa]	136,7	233,6	113,6
	Q [MPa]	0	0	0
	b	0	0	0
	C	149402,3	75601,7	133928,3
	D	751,6	438,7	704,5
INL2KNL	E [MPa]	110318	130156	114113
	R0 [MPa]	137	122,2	114,3
	Q [MPa]	0	0	0
	b	0	0	0
	C1	75369,6	34674,6	69480,3
	D1	764,3	396,2	731,6
	C2	75294,3	40244	64438,8
	D2	764,3	485,8	679,9

La validation des paramètres identifiés a été réalisée uniquement pour la température de 800°C sur les deux essais correspondant aux amplitudes de déformations :  $\Delta\varepsilon=\pm 0.3\%$  et  $\Delta\varepsilon=\pm 0.6\%$ . Les résultats illustrés dans la Figure 36a montrent que le modèle INLKNL prédit avec précision l'essai à l'amplitude de  $\pm 0.6\%$  mais ce n'est pas le cas de l'essai à  $\Delta\varepsilon=\pm 0.3\%$ . L'inverse est obtenu par le modèle INL2KNL (Figure 36b) qui prédit correctement les faibles amplitudes mais pas les amplitudes élevées.

## a) Modèle INLKNL



## b) Modèle INL2KNL

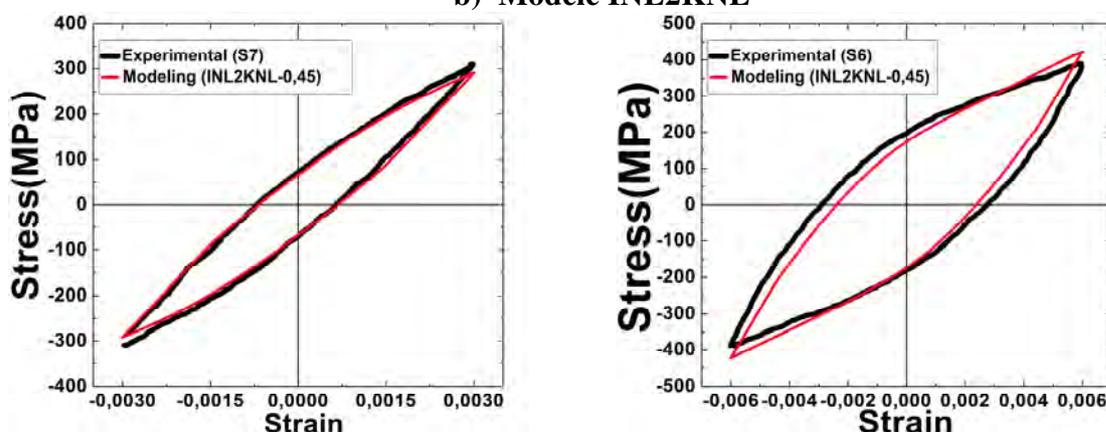


Figure 36 : Comparaison entre les prédictions des modèles a) INLKNL et b) INL2KNL et les essais expérimentaux non utilisés pour l'identification à T=800°C.

Afin d'améliorer la prédiction, il a été décidé de faire une identification sur deux essais et de vérifier la précision de la prédiction sur la troisième condition d'essai. Les résultats sont présentés dans les Figure 37 et Figure 38 pour les deux modèles INLKNL et INL2KNL respectivement.

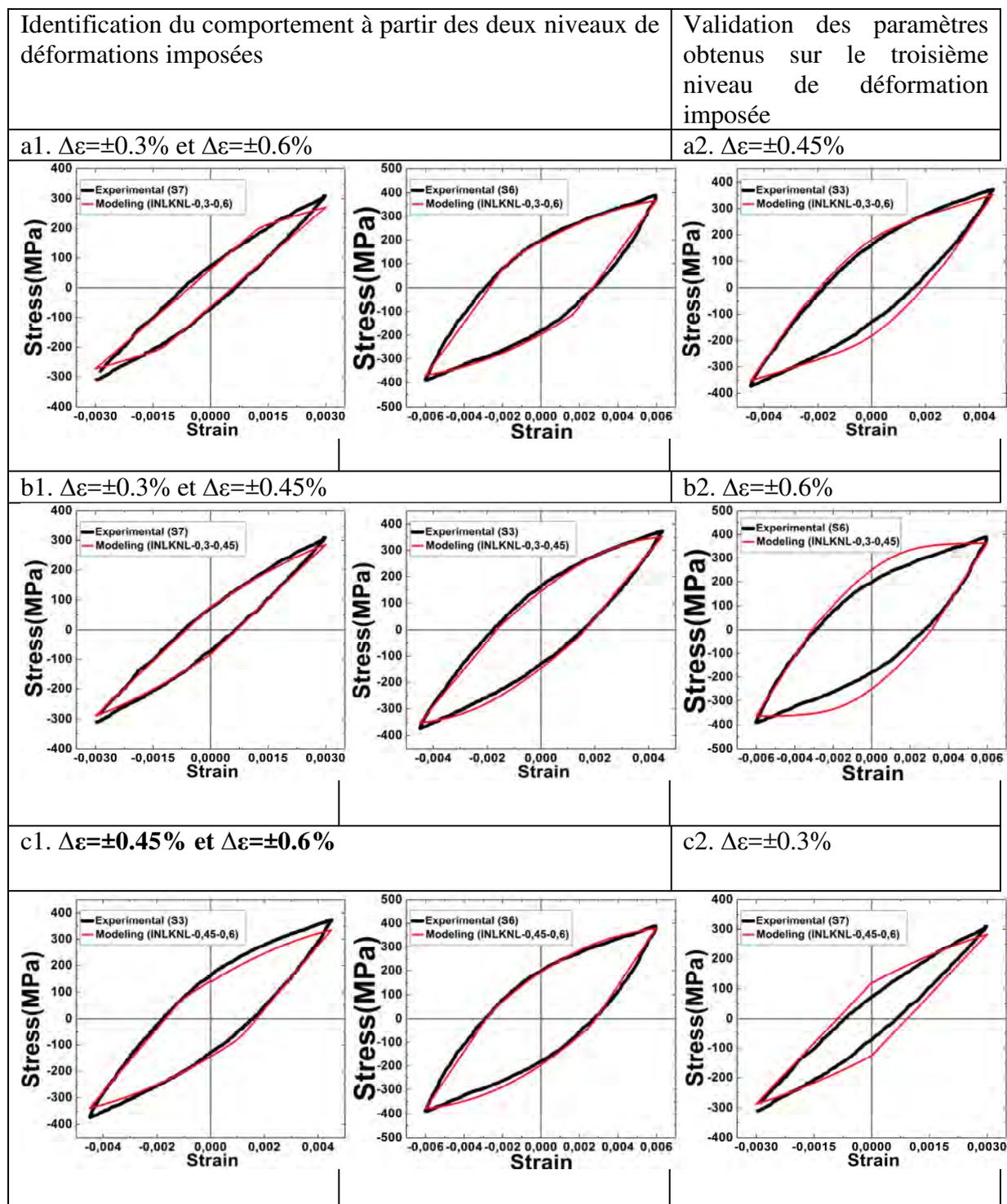
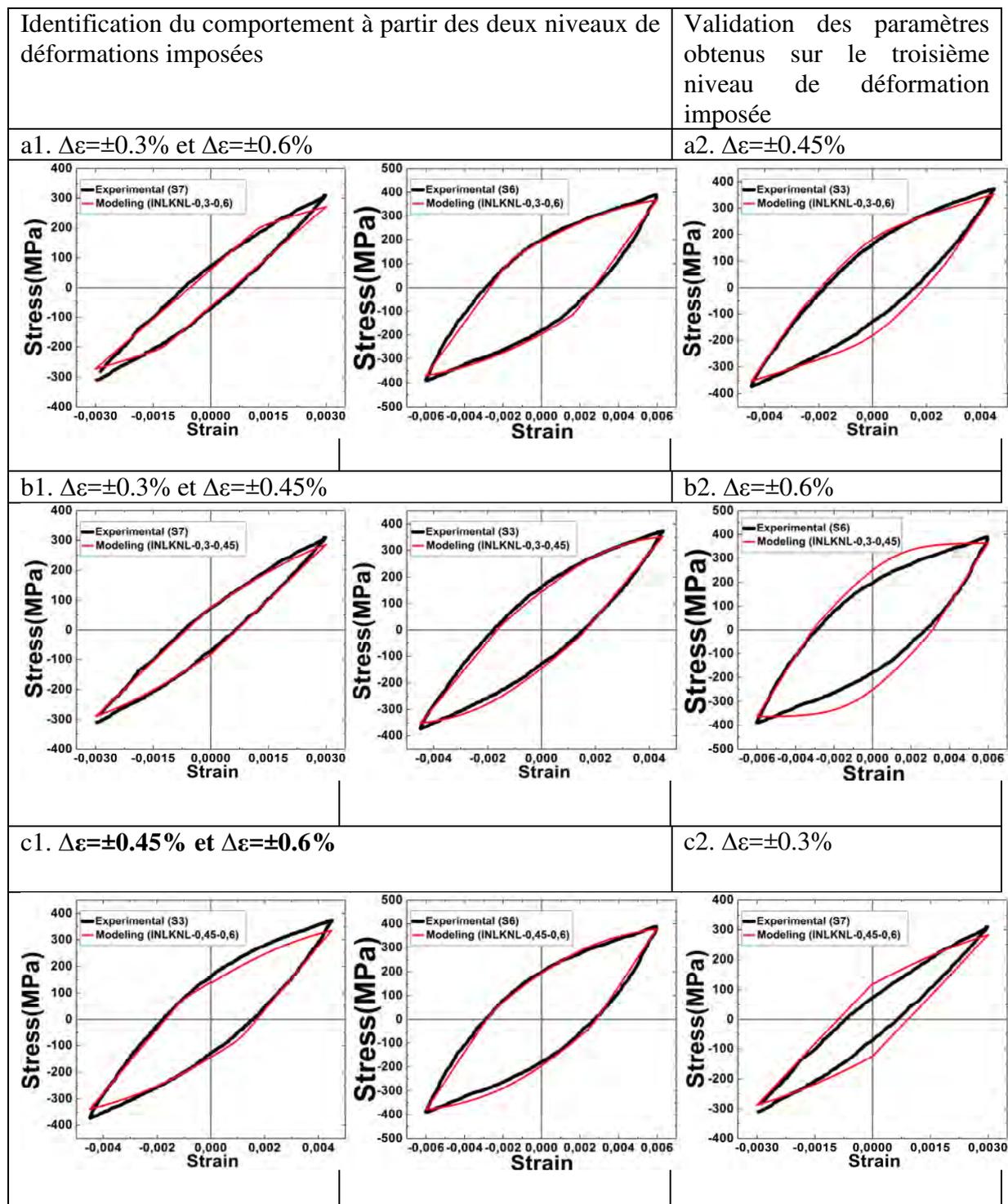


Figure 37: Modèle INLKNL : comparaison expérience/simulation avec les paramètres identifiés à partir de deux conditions et validation des paramètres identifiés sur la troisième condition d'essai.

Figure 38: Modèle INL2KNL : comparaison expérience/simulation avec les paramètres identifiés à partir de deux conditions et validation des paramètres identifiés sur la troisième condition d'essai.



Pour le modèle INLKNL, la meilleure prédiction est obtenue lorsque l'identification des paramètres de la loi de comportement est effectuée aux amplitudes de déformation extrêmes et la prédiction effectuée pour l'amplitude intermédiaire de 0.45%. Pour le modèle INL2KNL les résultats sont plutôt satisfaisants quelles que soient les amplitudes de déformations choisies pour l'identification, tout du moins pour la gamme d'amplitudes de déformation étudiée.

Enfin lorsque les trois niveaux de déformations sont utilisés pour l'identification les deux modèles reproduisent bien les résultats expérimentaux (Figure 39). Avec deux paramètres supplémentaires, le modèle INL2KNL (Figure 39b) est plus précis que le modèle INLKNL (à 5 paramètres). L'absence de résultats pour d'autres amplitudes de déformation ne permet pas de valider la loi de comportement obtenue pour une condition d'essai différente.

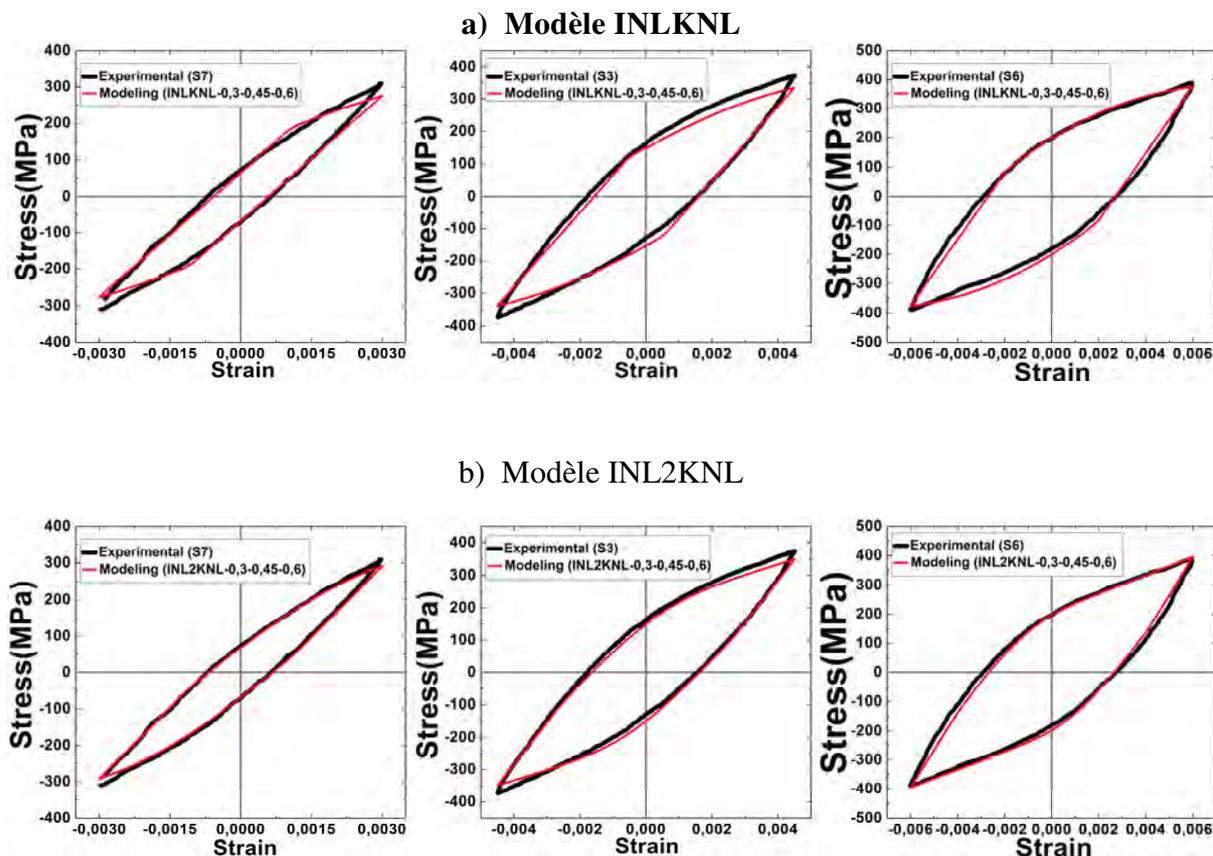


Figure 39 : Comparaison expérience/modèle pour les modèles a) INLKNL et b) INL2KNL identifiés sur les trois conditions expérimentales à  $T=800^{\circ}\text{C}$  :  $\Delta\varepsilon=\pm 0.3\%$ ,  $\Delta\varepsilon=\pm 0.45\%$  et  $\Delta\varepsilon=\pm 0.6\%$ .

## V. Conclusion

Dans cette étude une démarche d'identification du modèle de Chaboche, le modèle le plus utilisé dans la littérature pour décrire le comportement cyclique isotherme des matériaux métalliques, a été présentée. Selon l'expression d'évolution de l'écrouissage cinématique, trois versions de ce modèle ont été identifiées. Il a été prouvé que :

- L'évolution de l'écrouissage isotrope cyclique est nulle pour ce matériau.
- L'écrouissage cinématique évolue de manière non linéaire en fonction de la déformation cyclique.
- Le modèle de Chaboche avec un écrouissage isotrope constant (1 paramètre) et un écrouissage cinématique non linéaire (4 paramètres) est capable de reproduire avec précision le comportement cyclique du TiAl IRIS.
- L'identification de ce modèle à partir d'une seule boucle d'hystérésis est insuffisante. Il faut au moins deux essais correspondant à deux niveaux d'amplitude de déformation.

## Références bibliographiques

- BOUBY, C. (2006, Juillet ). Adaptation élastoplastique de structures sous chargements variables avec règle d'écroissage cinématique non linéaire et non associée. *PhD thesis*. Université des Sciences et Technologies de Lille.
- BUCHER, L. (2007, Juillet ). Etude de l'endommagement en fatigue thermique des aciers inoxydables F17TNb et R20-12 pour application automobile. *PhD thesis*. École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- CAILLETAUD, G. ( 2014, Juin). Advanced elastoplastic models. *Présentation*. MINES ParisTech, PSL, CNRS.
- CHABOCHE, J. L. (1986). Time-independent constitutive theories for cyclic plasticity. *International Journal of Plasticity* 2, 149-188.
- CHABOCHE, J. L. (1989). Constitutive theories for cyclic plasticity and cyclic viscoplasticity. *International Journal of Plasticity* 5, 247-302.
- CHABOCHE, J. L. (2008). A review of some plasticity and viscoplasticity constitutive theories. *International Journal of Plasticity* 24 , 1642–1693.
- Charkaluk, E. (2017). Lois de comportement pour le calcul de structures sous chargement cyclique : choix et influence sur les réponses asymptotiques. *Colloque MECAMAT*.
- CONTESTI, E., & CAILLETAUD, G. (1989). Description of creep-plasticity interaction with non-unified constitutive equations: application to an austenitic stainless steel. *Nuclear Engineering and Design* 116, 265-280.
- DJIMLI, L. (2010, Juin). Analyse du phénomène de rochet : essais et modélisation. *PhD thesis*. Institut National Des Sciences Appliquées De Rouen ; Université Mentouri De Constantine.
- ERVE, P. (2010, Avril ). Microstructure, oxydation et propriétés mécaniques d'alliages intermétalliques à base de TiAl. *PhD thesis*. Institut National Polytechnique de Toulouse.
- Farida Azzouz, G. C. (2002). Identification of viscoplastic constitutive and creep-fatigue damage coefficients to use in ABAQUS automotive structural calculations with the Zmat library. *ABAQUS Users' Conference*.
- May, A. (2014, janvier). Etude du comportement cyclique et de l'endommagement par fatigue d'un alliage d'aluminium anisotrope du type 2017A. *PhD thesis*. École militaire polytechnique, institut national des sciences appliquées de rouen.
- Nouailhas, D. (1988). Modélisation de l'écroissage et de la restauration en viscoplasticité cyclique. *Revue de Physique Appliquée*, 339-349.
- SAI, K. (1993, Novembre). Modèles à grand nombre de variables internes et méthodes numériques associées . *PhD thesis*. École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- THOMAS, M. (s.d.). Les alliages intermétalliques à base de TiAl. *Techniques de l'ingénieur*.
- VELAY, V. (Avril 2005). Modélisation du comportement cyclique et de la durée de vie d'aciers à outils martensitiques. *PhD thesis*. École Nationale Supérieure des Mines de Paris.

Z-set. ( 2016). *Materials manual version 8.6*. Centre des Matériaux ParisTech.

Z-set. (2016). *Simulation-Optimization GUI Handbook Version 8.6*. Centre des Matériaux ParisTech.

Z-set. (2016). *User commands Version 8.5*. Centre des Matériaux ParisTech.



## **Etude du comportement à hautes températures d'un alliage TiAl performant densifié par frittage flash**

L'un des enjeux principal de l'industrie aéronautique est de développer des systèmes plus performants et plus légers. Cette volonté s'inscrit, entre autres, dans une démarche de réduction du carburant consommé par les avions. Les alliages à base d'aluminures de titane (TiAl) présentent une résistance au fluage et à l'oxydation remarquables, ainsi qu'une masse volumique plus faible que les matériaux utilisés usuellement. Ces propriétés sont propices à la fabrication de pièces industrielles telles que des aubes de turbine à basses pression de moteurs d'avion et d'aubes de turbocompresseurs de moteurs automobiles.

L'alliage IRIS ( $\text{Ti}_{49,92}\text{-Al}_{48}\text{-W}_2\text{-B}_{0,08}$ ) a été développé par le CEMES en 2013 afin de répondre à ce type d'application industrielle. Le procédé d'élaboration (Spark Plasma Sintering), basé sur la métallurgie des poudres permet la fabrication rapide de pièces proches des cotes finales, et offre la possibilité de contrôler avec précision la microstructure.

Compte tenu des propriétés intéressantes en traction et en fluage, nous avons décidé d'investiguer dans cette thèse les propriétés mécaniques de cet alliage à une température de service plus importante, soit 800°C, qui est considéré actuellement comme la température ultime à laquelle les alliages TiAl pourraient être utilisés industriellement. Pour cela nous avons abordé un nouveau volet dans l'histoire d'IRIS ; le comportement en fatigue oligocyclique. Ces essais ont été complétés par des investigations en fluage et en traction aux mêmes températures. Un autre volet de ce travail a consisté à identifier les mécanismes microscopiques de plasticité pour ces différentes sollicitations, afin d'interpréter les propriétés macroscopiques observées. Enfin, en raison du domaine de température particulièrement élevé, une caractérisation de la stabilité des microstructures lors de traitements de vieillissement a été entreprise.

Mots clefs : alliages TiAl; Fatigue oligocyclique; dislocations; Frittage Flash; vieillissement; observations MET ; observations MEB.

### **Study of the behavior at high temperatures of a TiAl alloy densified by spark plasma sintering**

One of the major challenges of the aircraft industries is to develop more effective and lighter systems. This will fits, among others, in a process of reducing fuel consumption by airplanes. Titane aluminum based alloys present a remarkable creep resistance and a high level of resistance to oxidation and low density. These properties are conducive to industrial manufacturing parts, as low pressure turbine for aircraft engines and turbocharger wheels for automotive engines.

IRIS alloy ( $\text{Ti}_{49,92}\text{-Al}_{48}\text{-W}_2\text{-B}_{0,08}$ ) has been developed by a CEMES team in 2013 in order to meet these industrial expectations. It is processed by Spark Plasma Sintering, a powder metallurgy technique which allows a fast processing with parts near to the final dimensions and a precise control of the microstructure.

First tensile and creep tests on IRIS show interesting results which lead us in this work to explore more mechanical properties at a considerable service temperature of 800°C, which is considered as the ultimate operating temperature of TiAl alloys. For this purpose, we explored a new chapter in IRIS' life: the low cycle fatigue behavior. These studies have been supplemented by tensile and creep tests at the same level of temperature. In order to understand and explain these mechanical behaviors, plasticity studies have been performed on each type of solicitation. Finally, we achieve a final study on aged microstructures, to complete our understanding of the impact of the temperature on the alloy.

Keywords: TiAl alloys; Low cycle fatigue; dislocations; Spark Plasma Sintering; aging; TEM observations ; SEM observations.